

**UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA
MOLINA**

FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES



**“CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA DE MADERA
TORREFACTADA DE PINO (*Pinus patula*)”**

TESIS PARA OPTAR TÍTULO DE INGENIERA FORESTAL

GLADYS VICTORIA COSSÍO GARCÍA

LIMA – PERÚ

2023

**La UNALM es titular de los derechos patrimoniales de la presente investigación
(Art. 24 – Reglamento de propiedad intelectual)**

Tesis Gladys Cossio

INFORME DE ORIGINALIDAD

9%

INDICE DE SIMILITUD

9%

FUENTES DE INTERNET

2%

PUBLICACIONES

2%

TRABAJOS DEL
ESTUDIANTE

FUENTES PRIMARIAS

| | | |
|---|--|-----|
| 1 | cybertesis.uach.cl Fuente de Internet | 1% |
| 2 | revistas.ucm.es Fuente de Internet | 1% |
| 3 | www.scielo.cl Fuente de Internet | 1% |
| 4 | cienciasforestales.inifap.gob.mx Fuente de Internet | 1% |
| 5 | bibliotecadigital.udea.edu.co Fuente de Internet | 1% |
| 6 | repositorio.unapiquitos.edu.pe Fuente de Internet | <1% |
| 7 | revistas.udistrital.edu.co Fuente de Internet | <1% |
| 8 | oa.upm.es Fuente de Internet | <1% |
| 9 | rid.unam.edu.ar Fuente de Internet | <1% |

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA

FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES

**“CARACTERIZACIÓN FÍSICA Y QUÍMICA DE MADERA
TORREFACTADA DE PINO (*Pinus patula*)”**

**TESIS PARA OPTAR TÍTULO DE INGENIERA FORESTAL
GLADYS VICTORIA COSSÍO GARCÍA**

Sustentada y aprobada ante el siguiente jurado:

*Ing. Miguel Ángel Meléndez Cárdenas, Dr.
Presidente*

*Ing. Neptalí Rodolfo Bustamante Guillén
Miembro*

*Ing. Rolando Antonio Montenegro Muro, Mg.Sc.
Miembro*

*Ing. Aldo Joao Cárdenas Oscanoa, Mg.Sc.
Asesor*

*Ing. Héctor Enrique Gonzales Mora, PhD.
Asesor*

DEDICATORIA

Dedicado a mi familia, quienes me apoyaron de manera incondicional en esta etapa de elaboración de tesis de pregrado. Para mi madre, Gladys, que me impulso a realizar la carrera de ingeniería y me dio los mensajes de motivación precisos para cada situación. Para mi padre Martin que siempre confió en mí; me escucho, aconsejo sabiamente y fue mi pilar e inspiración para poder construir mi camino profesional. Para mi hermano, por estar siempre presente y darme su apoyo. Para mi tío Pacho, quien me dio toda la ayuda necesaria. Ustedes fueron mi mayor motivación en este camino.

AGRADECIMIENTO

La realización de la tesis de pregrado no pudo haber sido realizada sin la participación de personas e instituciones que han contribuido para que se cumpla el objetivo. Por ello, quiero expresar mi más sincero agradecimiento a los siguientes:

A mi asesor Mg. Sc. Aldo Cárdenas Oscanoa, por la confianza en mi persona para ayudarme en el proyecto, por su paciencia y buena disposición en orientarme en cada etapa de la investigación. A pesar de la distancia siempre estuvo pendiente, sus recomendaciones y consejos me dieron la guía para poder cumplir el objetivo.

A mi coasesor Ph D. Héctor Gonzáles Mora, por los consejos, su confianza en mi compromiso, y por brindarme todas las facilidades para trabajar de manera cómoda en el laboratorio.

A la empresa Schroth Corporación Papelera por ayudarme con los materiales de estudio para la realización de la tesis.

A la Mg. Sc. Deysi Guzmán y Sr. Enrique Cabrera por la paciencia y valiosa ayuda en los procedimientos dentro de los laboratorios.

Al profesor Dr. Manuel Chavesta y Mg. Sc. Rolando Montenegro por las facilidades para ejecutar los ensayos en el laboratorio y por los aportes a mi investigación.

Al Sr. Marco Panduro, Sr. Miguel Panduro y Sr. Vicente Cuba por su apoyo desinteresado a lo largo de la investigación.

A Mauricio por la comprensión y compañía que me diste para lograr mi objetivo.

A mis grandes amigas y amigos que me acompañaron en el camino universitario, los recuerdos siempre se quedan en el corazón.

ÍNDICE GENERAL

| | | |
|------|---|----|
| I. | INTRODUCCIÓN | 1 |
| II. | REVISIÓN DE LITERATURA | 3 |
| 2.1. | Residuo forestal maderable | 3 |
| 2.2. | Torrefacción | 5 |
| 2.3. | Influencia de la temperatura en la madera | 8 |
| 2.4. | Influencia de la torrefacción sobre las propiedades físicas de la madera..... | 10 |
| 2.5. | Influencia de la torrefacción sobre la composición química de la madera | 17 |
| III. | METODOLOGÍA..... | 23 |
| 3.1. | Lugar de estudio | 23 |
| 3.2. | Material de estudio | 23 |
| 3.3. | Materiales y equipos..... | 25 |
| 3.4. | Métodos y procedimientos | 27 |
| 3.5. | Ensayos de torrefacción | 31 |
| 3.6. | Determinación de las características químicas..... | 33 |
| 3.7. | Determinación de las propiedades físicas | 39 |
| 3.8. | Diseño y análisis estadístico..... | 43 |
| IV. | RESULTADOS Y DISCUSIÓN | 46 |
| 4.1. | Características químicas | 46 |
| 4.2. | Propiedades físicas | 60 |
| V. | CONCLUSIONES | 73 |

| | |
|---------------------------|----|
| VI. RECOMENDACIONES | 74 |
| VII. BIBLIOGRAFÍA | 75 |
| VIII. ANEXOS | 87 |

Índice de tablas

| | |
|--|----|
| Tabla 1. Rendimiento másico posterior al tratamiento de torrefacción | 7 |
| Tabla 2. Comportamiento de la densidad básica en Pino negro (<i>Pinus nigra</i>) posterior al tratamiento de torrefacción..... | 11 |
| Tabla 3: Comportamiento del contenido de humedad en Pino negro posterior al tratamiento de torrefacción..... | 12 |
| Tabla 4: Porcentaje de hinchamiento de madera de abeto tratada térmicamente y sin tratar .. | 14 |
| Tabla 5: Porcentaje de hinchamiento en diversas especies forestales..... | 14 |
| Tabla 6: Coordenadas de color Cielab en <i>Pinus sylvestris</i> posterior a torrefacción a 220°C .. | 15 |
| Tabla 7: Composición química de 5 especies forestales de la familia Pinaceae..... | 17 |
| Tabla 8: Composición química de especies forestales posterior a la torrefacción..... | 19 |
| Tabla 9: Preparación de probetas para ensayos físicos de contenido de humedad, densidad, hinchamiento y colorimetría (n=10)..... | 29 |
| Tabla 10: Preparación de probetas para ensayos químicos (n=10) | 30 |
| Tabla 11: Valores de temperatura y tiempo de torrefacción del tratamiento aplicado en el presente estudio | 32 |
| Tabla 12: Rango de aceptación de colores según percepción del ojo humano | 42 |
| Tabla 13: Cantidad de probetas para ensaos físicos | 43 |
| Tabla 14: Valor porcentual relativo de extractivos en probetas control, con tratamiento y p-valor..... | 47 |
| Tabla 15: Valor porcentual relativo de lignina en probetas control, con tratamiento y p-valor | 49 |
| Tabla 16: Valor porcentual relativo de holocelulosa en probetas control, con tratamiento y p-valor..... | 51 |

| | |
|--|----|
| Tabla 17: Valor porcentual relativo de celulosa en probetas control, con tratamiento y p-valor | 53 |
| Tabla 18: Valor porcentual relativo de hemicelulosa en probetas control, con tratamiento y p-valor..... | 55 |
| Tabla 19: Valores de rendimiento de masa en probetas sometidas a torrefacción..... | 57 |
| Tabla 20: Coeficiente de correlación y determinación entre rendimiento de masa y componentes químicos en <i>Pinus patula</i> | 58 |
| Tabla 21: Resultados de densidad básica en probetas control y con tratamiento | 60 |
| Tabla 22: Resultados de contenido de humedad de equilibrio en probetas control y con tratamiento..... | 62 |
| Tabla 23: Resultados de hinchamiento volumétrico en probetas control y con tratamiento.... | 65 |
| Tabla 24: Resultados obtenidos de colorimetría con metodología CIELab..... | 69 |

Índice de figuras

| | |
|--|----|
| Figura 1: Cambio de color en <i>Pinus sylvestris</i> a 220°C | 16 |
| Figura 2: Análisis TGA y DTGA del pirólisis de celulosa, hemicelulosa y lignina | 21 |
| Figura 3: Cromatograma de pirolisis de celulosa después de reducción con NaBH..... | 22 |
| Figura 4:Acopio de pallets enteros de <i>Pinus patula</i> (a), Desarmado de pallet a listones (b)... | 24 |
| Figura 5: Partes de la parihuela y secciones como plataforma (a), travesaños (b), tacos (c) y madera de refuerzo (d) utilizadas en el estudio..... | 25 |
| Figura 6:Diagrama de etapas seguidas en el presente estudio | 28 |
| Figura 7:Selección y separación de probetas para cada tipo de prueba, en el presente estudio | 30 |
| Figura 8: Temperatura vs Tiempo - Mufla eléctrica | 31 |
| Figura 9: Equipos empleados y ubicación de probetas durante el proceso de torrefacción..... | 32 |

| | |
|--|----|
| Figura 10: Pantalla de la termocupla para controlar la temperatura del ensayo | 33 |
| Figura 11: Preparación preliminar de tamizado (a) y almacenamiento (b) para los ensayos de pruebas químicas | 34 |
| Figura 12: Preparación de reactivos solución de clorito (a) y solución de hidróxido de sodio (b) para pruebas químicas | 35 |
| Figura 13: Etapas de proceso de la prueba de determinación de extraíbles | 36 |
| Figura 14: Prueba para obtener muestra libre de extractivos | 37 |
| Figura 15: Procedimiento de determinación de lignina seguida en el presente estudio..... | 38 |
| Figura 16: Procedimiento de determinación de holocelulosa seguida en el presente estudio.. | 39 |
| Figura 17: Probetas ubicadas en estufa para realizar prueba de contenido de humedad | 40 |
| Figura 18: Trabajo en laboratorio de la prueba de hinchamiento | 41 |
| Figura 19: Colorímetro en toma de datos con probetas sometidas a torrefacción | 42 |
| Figura 20: Variación de Extractivos en función tiempo y temperatura de tratamiento | 48 |
| Figura 21: Variación de Lignina en función al tiempo y temperatura de tratamiento | 50 |
| Figura 22: Variación de holocelulosa en función tiempo y temperatura de tratamiento | 52 |
| Figura 23: Variación de celulosa en función tiempo y temperatura de tratamiento | 54 |
| Figura 24: Variación de hemicelulosa en función tiempo y temperatura de tratamiento | 56 |
| Figura 25: Rendimiento de masa después del tratamiento de torrefacción..... | 58 |
| Figura 26: Correlación entre el rendimiento de masa y la celulosa | 59 |
| Figura 27: Valores de densidad básica en maderas sometidas a torrefacción..... | 61 |
| Figura 28: Valores de contenido de humedad en maderas sometidas a torrefacción..... | 63 |
| Figura 29: Hinchamiento volumétrico en probetas torrefactadas y control a tres tiempos distintos de medición..... | 66 |

| | |
|--|----|
| Figura 30: Hinchamiento volumétrico a las 2 horas de prueba en probetas sometidas a torrefacción..... | 67 |
| Figura 31: Representación gráfica de las coordenadas CieLAB resultante en probetas control y con tratamiento | 70 |
| Figura 32: Vista frontal de las probetas control (T) y probetas sometidas a torrefacción | 71 |
| Figura 33: Vista transversal de las probetas control (T) y probetas sometidas a torrefacción. | 71 |

Índice de anexos

| | |
|--|----|
| Anexo 1: Guía de entrega de madera por parte de la Corporación papelera Schroth | 87 |
| Anexo 2: Constancia de identificación de especie | 88 |
| Anexo 3: Determinación química del contenido de extractivos en etanol..... | 89 |
| Anexo 4: Determinación química del contenido de lignina..... | 89 |
| Anexo 5: Determinación química del contenido de holocelulosa..... | 90 |
| Anexo 6: Determinación química del contenido de celulosa..... | 90 |
| Anexo 7: Determinación química del contenido de hemicelulosa..... | 91 |
| Anexo 8: Determinación de resultados en prueba de Densidad Básica | 92 |
| Anexo 9: Determinación de resultados en prueba de Contenido de humedad de equilibrio ... | 92 |
| Anexo 10: Determinación de resultados en prueba de Hinchamiento | 92 |
| Anexo 11: Determinación de resultados en prueba de Colorimetría | 93 |
| Anexo 12: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Libre de extractivos..... | 94 |
| Anexo 13: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Lignina | 95 |
| Anexo 14: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Holocelulosa..... | 95 |
| Anexo 15: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Celulosa..... | 96 |
| Anexo 16: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Hemicelulosa..... | 97 |

| | |
|---|-----|
| Anexo 17: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Rendimiento de masa | 98 |
| Anexo 18: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Densidad básica..... | 99 |
| Anexo 19: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Contenido de humedad..... | 99 |
| Anexo 20: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Hinchamiento volumetrico (2 horas) | 101 |
| Anexo 21: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Hinchamiento volumetrico (24 horas) | 102 |
| Anexo 22: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Hinchamiento volumetrico (7 días) | 103 |
| Anexo 23: Probetas sin tratamiento (prueba control) con indicios de moho negro posterior a la prueba de hinchamiento por 7 días..... | 104 |
| Anexo 24: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Colorimetría | 105 |

RESUMEN

Se analizó la influencia de la torrefacción en propiedades físicas y en la composición química de la madera de *Pinus patula*. La madera fue obtenida de pallets de exportación para el cargamento de bobinas de papel. Las probetas fueron sometidas a torrefacción en el Laboratorio de Pulpa y papel de la Universidad Nacional Agraria la Molina, lugar donde también se realizaron las evaluaciones de las propiedades químicas, las propiedades físicas se realizaron en el laboratorio de Tecnología de la Madera. Se evaluaron los efectos de seis tratamientos térmicos, que consistieron en exponer la madera a temperaturas de 180°C, 200°C y 220°C a tiempos de 15 y 30 minutos. Se realizaron los ensayos para determinar las propiedades físicas: contenido de humedad; determinación de densidad, hinchamiento; colorimetría en madera utilizando las Coordenadas CIELab. Así también se emplearon las siguientes pruebas químicas: Determinación de extraíbles en madera, presencia de lignina, presencia de celulosa y la presencia de hemicelulosa. Resulto que el hinchamiento y el contenido de humedad de equilibrio en madera torrefactada será menor que en probetas sin tratamiento. El color pierde luminosidad en las maderas sometidas a tratamiento térmico. La densidad básica se ve influenciada por el tiempo. Los efectos en las propiedades físicas son ocasionados por la modificación del valor porcentual de los componentes químicos de la madera. La celulosa presenta mayor valor porcentual en madera torrefactada alcanzando el 71,5%, esto indica que el aumento de temperatura ocasiona un aumento en el índice cristalino de la celulosa. La hemicelulosa fue el componente de menor valor porcentual (5,08%) posterior a la torrefacción. La lignina sufre cambios y tiende a disminuir mientras aumenta la intensidad del tratamiento, logrando valores mínimos de 25,72%. Los extractivos de la madera no presentan variación significativa posterior al tratamiento de torrefacción.

Palabras clave: *Pinus patula*, torrefacción, propiedades físicas, hemicelulosa, celulosa, lignina

ABSTRACT

The influence of thermal treatment on physical properties and on the chemical composition of *Pinus patula* wood was analyzed. The wood was obtained from single-use export pallets for the shipment of paper reels. The test tubes were subjected to thermal treatment in the Pulp and Paper Laboratory of La Molina National Agrarian University, where the evaluations of the chemical properties were also carried out and the physical properties were carried out in the Wood Technology laboratory. The effects of six heat treatments were evaluated, which consisted of exposing the wood to temperatures of 180°C, 200°C and 220°C at times of 15 and 30 minutes. The tests were carried out to determine the physical properties: moisture content test; test for determination of density, swelling test; measurement of color in wood using CIELab methodology. The following chemical tests were also used: Determination of extractables in wood, presence of lignin, presence of cellulose and the presence of hemicellulose. It turned out that the swelling and equilibrium moisture content in torrefied wood will be lower than in untreated specimens. The color loses luminosity in wood subjected to heat treatment. The basic density is influenced by time. The effects on the physical properties are caused by the modification of the percentage value of the chemical components of the wood. Cellulose presents a higher percentage value in roasted wood reaching 71.5%, this indicates that the increase in temperature causes an increase in the crystalline index of cellulose. Hemicellulose was the component with the lowest percentage value (5.08%) after roasting. Lignin undergoes changes and tends to decrease as treatment intensity increases, achieving minimum values of 25.72%. The extractives of the wood do not show significant variation after the roasting treatment.

Keywords: *Pinus patula*, thermal treatment, physical properties, hemicellulose, cellulose, lignin.

I. INTRODUCCIÓN

Actualmente, el mal uso de los recursos que podrían recuperarse de los residuos generados del consumo de diferentes bienes, además de no desarrollar procesos de transformación más eficientes, supone una pérdida económica y de competitividad (Miramontes, 2020). Dentro de los bienes que se consumen y que no se aprovechan en su totalidad están los elaborados a partir de la madera y derivados.

La madera residual como material de segundo uso puede ser modificada mediante diversos tratamientos para mejorar sus propiedades físicas y/o mecánicas para ciertas aplicaciones, aumentando su calidad como material.

Para el uso óptimo de las especies, las operaciones y procesos de pretratamiento mejoran algunas propiedades de la madera (Ramos-Carmona *et al.*, 2017). Estos pretratamientos pueden modificar las características físico químicas de la madera con el fin de optimizar sus propiedades de durabilidad y resistencia. Dentro de los pretratamientos pueden ser aquellos que apliquen calor, bajo condiciones controladas, uno de ellos es la torrefacción.

La Torrefacción es un tratamiento térmico que modifica la madera para mejorar la estabilidad dimensional y la durabilidad del material (Boonstra *et al* 2006; Esteves & Pereira, 2009), propiedades que permiten aumentar las opciones para un segundo uso de la madera. En otros países como Francia, Finlandia, los Países Bajos y Alemania han desarrollado diferentes métodos de modificación térmica desde mediados del siglo pasado (Kortelainen *et al* 2006), los cuales amplían el conocimiento sobre los efectos de la torrefacción en la madera de coníferas.

En el Perú, no se cuentan con estudios sobre los efectos del proceso de torrefacción en madera residual que describan la modificación de las características físicas y químicas. Con

el presente estudio se tuvo como objetivo evaluar el comportamiento físico y químico de la madera solida de *Pinus patula* al proceso de torrefacción a diferentes temperaturas y tiempos. Con la información obtenida se pueden proponer opciones para darle un segundo uso a los residuos, aliviando los volúmenes de madera residual que se acopian en los aserraderos y talleres de carpintería del país.

II. REVISIÓN DE LITERATURA

2.1. Residuo forestal maderable

Durante el proceso de transformación de la madera, se producen los residuos, como las astillas, las virutas, los recortes de madera y el aserrín los cuales son un recurso valioso, que puede ser utilizado como materia prima para la elaboración de otros productos o para la producción de energía (FAO,2014).

Según Zuñiga (2017) de un cuartón de madera se produce desde un 5-7 por ciento de aserrín, de las láminas cortadas del cuartón se obtiene de 8-12 por ciento de viruta y posterior al recorte de listones resultan de 15-12 por ciento de piezas de madera. Quirós *et al.* (2005) afirma que durante la transformación de madera rolliza a madera aserrada se registra el mayor porcentaje de pérdida de volumen representando el 51 por ciento del volumen de madera en trozas. El sector forestal en el Perú genera más de 520 000 toneladas de residuos de madera al año (Zuñiga, 2017). Tomando en cuenta los valores de madera aprovechada por cada ciudad en el país, Pucallpa genera un 47% de residuos siendo equivalente a 54 939 m³ e Iquitos genera un 44% de residuos equivalente a 40 268 m³ (MINCETUR,2008).

La tipología de residuos de madera es diversa (Miramontes, 2020):

- Pallets: el pallet de madera se emplea para el transporte de mercancías y se vuelve residuo después de su uso. Los pallets o parihuelas deben cumplir con la Norma internacional para medidas fitosanitarias (NIMF 15) al ser utilizado en el comercio internacional, la cual indica la aplicación del tratamiento de calor (HT) sometiendo los pallets a una temperatura mínima de 56°C durante un periodo mínimo de 30 minutos en todo el perfil de la madera en una cámara convencional de vapor o secado en estufa (FAO, 2018).

- Recortes: se trata de trozos de forma variada y de dimensiones que van desde varios centímetros a más de un metro. Se generan principalmente en la industria de segunda transformación de la madera, carpinterías y fábricas de muebles.
- Aserrín y viruta: el aserrín es madera en polvo generada en los procesos de transformación y corte. La viruta tiene un tamaño algo mayor.
- Envases de madera: pueden ser de tamaño pequeño, como las cajas de fruta, o de gran tamaño, como las empleadas para transporte de maquinaria.
- Muebles, puertas, etc.: son en general residuos voluminosos y pesados. Los generan los ciudadanos al deshacerse de sus muebles.
- Restos de construcción y derribo: en la construcción se utiliza madera para el encofrado, vigas, soportes, puertas y ventanas, etc., que suelen ser desechadas tras su primer uso.
- Restos de poda: con las tareas de mantenimiento y cuidado de los árboles, tanto en monte como en los núcleos urbanos, se generan residuos de madera en forma de troncos, ramas y hojas.
- Bobinas: cables y mangueras de grandes canalizaciones son enrollados en bobinas de madera que pasan a ser residuo una vez empleadas. Aunque de un modo insignificante, al igual que los pallets algunas se utilizan como mobiliario.
- Madera tratada: traviesas, postes de luz, etc. que han recibido algún tipo de tratamiento por temas de durabilidad, ataques, etc., son más difíciles de reciclar.

En el Perú, los pallets son elaborados principalmente por especies como el pino (importado), *Guazuma crinita* “Bolaina” y otras maderas tropicales con menor valor comercial como: *Prunus dulcis* “Almendro”, *Cariniana domestica* “Cachimbo” blanco, *Calycophyllum spruceanum* “Capirona”, *Eschweilera juruensis* “Machimango blanco”, *Pouteria sapota* “Zapote”, *Ceiba samauma* “Huimba”, *Brosimum alicastrum* “Manchinga”, *Clarisia racemosa* “Mashonaste”, *Brosimum utile* Pitt. “Panguana”, *Macrolobium acaciaefolium* “Pashaco” y *Uncaria guianensis* “Yacushapana” (CITEMadera, 2018).

CITEMadera (2018) estima que para abastecer la demanda de parihuelas se requiere 12 millones de unidades de parihuelas al año equivalente a 379 440 m³ de madera rolliza, para este cálculo se consideran los dos tipos de parihuelas: one way (usadas para exportación de un uso) o parihuelas para el mercado interno que pueden tener más de un solo uso.

2.2. Torrefacción

La torrefacción es un método para el mejoramiento de las propiedades de la biomasa como combustible. Consiste en un calentamiento de la madera, en un inicio remueve cantidades de agua producto de las reacciones químicas a través del proceso de termo-condensación, el cual ocurre por encima de 160° C, así como la formación de CO y CO₂. A temperaturas entre 180-270 °C tienen lugar una reacción exotérmica, a la cual sigue la degradación de la hemicelulosa. La biomasa comienza a tostarse y desprende humedad, CO₂ y grandes cantidades de ácido acético con algunos fenoles. Esos compuestos tienen bajo valor energético (Tito *et al.*, 2009). El tratamiento de torrefacción puede llegar a calentar la biomasa en una atmósfera inerte a una temperatura máxima de 300 °C /1 atm. Se obtiene un producto sólido uniforme con bajo contenido de humedad y alto poder calorífico comparado con la biomasa inicial (Tito *et al.*, 2009)

Ramos Carmona *et al.* (2017) comentan que la torrefacción es un proceso termoquímico suave que se lleva a cabo en entornos libres de oxígeno a temperaturas que oscilan entre 200 y 300 °C. Además, en este rango de temperaturas, se da la liberación de humedad, sustancias volátiles y se produce la degradación de las hemicelulosas, mientras que la celulosa se somete a deshidratación y tanto la celulosa como la lignina se someten a despolimerización parcial (Da Silva Grassmann *et al.*, 2016).

Trasobares (2011) indica que el resultado del proceso de torrefacción es un producto con mejores propiedades como combustible sólido: mayor poder calorífico, más hidrófobo, menos resistente a la molienda y sin desarrollo de actividad bacteriana que puede deteriorar el combustible.

Wang *et al.* (2011) observaron que al aumentar la temperatura en la torrefacción de tallos de biomasa vegetal disminuye el rendimiento másico o de sólidos, pero aumentan las fracciones volátiles. Hofmann *et al.* (2008), Obataya y Tomita (2002) coinciden que durante el tratamiento térmico hay variaciones de diversas propiedades tanto de composición química (pH, hemicelulosa, fenoles totales, solubilidad de carbohidratos, y contenido de compuestos

orgánicos volátiles) como propiedades físicas (densidad, contenido de humedad, resistencia a la flexión, MOE).

Se ha realizado pruebas de torrefacción en diversas especies maderables. Bergman y Kiel (2005) indican que después de la torrefacción de la madera de *Salix spp.* a 280 °C, el rendimiento másico es de 87,5 por ciento, mientras que Bergman *et al.* (2005) obtuvo 70 por ciento, siendo el 30 por ciento restante de la masa se convierte en gases. Almeida *et al.* (2010) mostraron que es posible utilizar dicho producto como un indicador cuantitativo para medir el grado de torrefacción.

Esteves *et al.* (2013) evaluaron la influencia de la torrefacción a 170 °C y 210 °C en los cambios de la estructura y composición química de dos maderas, *Pinus pinaster* (blanda) y *Eucalyptus globulus Labill*. Los ensayos que realizaron se llevaron a cabo durante tiempos de 2, 6, 12 y 24 horas, en lotes de 4 muestras por cada tiempo de prueba. Debido al tratamiento térmico, se comprobó cambios significativos en la composición de la madera y se estableció que la hemicelulosa es el primer componente en degradarse por rotura de los grupos acetilo.

Así también, Esteves *et al.* (2013) notó que la lignina de madera dura de eucalipto cambió debido al tratamiento térmico pareciéndose a la lignina de madera blanda, con la disminución de la banda correspondiente a las vibraciones de estiramiento del anillo de benceno desde 1505 cm⁻¹ a aproximadamente 1512 cm⁻¹ debido a la disminución de grupos metoxilo, pérdida de unidades siringilo o ruptura de cadenas laterales alifática. Se determina que las maderas duras presentan mayores cambios, con respecto a la lignina, en comparación con las maderas blandas (Esteves *et al.*, 2013).

El tratamiento térmico genera que la estructura se vuelva más condensada con la presencia de grupos no conjugados/conjugados, hay un claro aumento de grupos no conjugados C=O (1740 cm⁻¹) en relación a los grupos conjugados (1650 cm⁻¹) (Gonzales-Peña *et al.* 2009 mencionado por Esteves *et al.* 2013)

Ibrahim *et al.* (2013) al aplicar torrefacción a 270 y 290 °C con dos tiempos de residencia (30 y 60 min), compara el comportamiento en sauce , eucalipto, mezcla de maderas duras (roble y abedul) y mezcla de maderas blandas (pino, abeto y alerce) , se observó que se experimenta mayor pérdida de masa en 10,96% entre el tratamiento de 270°C por 30 minutos (A) hasta 270°C por 60 minutos (B) en eucalipto a comparación de las otras especies estudiadas, como el sauce que experimento un cambio de 1,23% entre los tratamientos a 270°C por 30 minutos(C) hasta 270°C por 60 minutos (D) (tabla 1), aunque el sólido resultante del eucalipto tenía el mayor HHV (High Heating Value (kJ kg⁻¹)) poder calorífico de las biomásas estudiadas, siendo el único que sobrepasa los 27000 kJ kg⁻¹. En la Tabla 1, se observa lo valores del rendimiento de masa posterior a la torrefacción, que disminuye con el aumento de la temperatura según diversos autores (Ramos-Carmona *et al.* 2017; Ibrahim 2013; Phanphanich & Mani 2011), reflejando los efectos de la torrefacción en maderas de coníferas y latifoliadas. Los resultados de diversos estudios demuestran que la temperatura tiene mayor relevancia en el tratamiento de torrefacción (Bridgeman *et al.*,2010).

Tabla 1. Rendimiento másico posterior al tratamiento de torrefacción

| Autor | Especie | Condiciones | % Rendimiento de masa | |
|------------------------|------------------------------|--------------------|--------------------------------------|--------------------|
| Ramón & Carmona (2017) | <i>Pinus patula</i> | 200°C 30 min | 98,46 | |
| | | 250°C 30 min | 93,94 | |
| | | 300°C 30 min | 67,75 | |
| | <i>Madera blanda</i> | 270°C 30 min | 79,53 | |
| | | 270°C 60 min | 74,61 | |
| | | 290°C 30 min | 66,50 | |
| | | 270°C 30 min | 68,76 ^C | |
| | | 270°C 60 min | 67,53 ^D | |
| | Ibrahim <i>et al.</i> (2013) | <i>Sauce</i> | 290°C 30 min | 56,21 |
| | | | 270°C 30 min | 67,62 ^A |
| 270°C 60 min | | | 56,66 ^B | |
| <i>Eucalipto</i> | | 290°C 30 min | 50,61 | |
| | | 270°C 30 min | 73,00 | |
| | | 270°C 60 min | 71,60 | |
| <i>Madera dura</i> | 290°C 30 min | 59,15 | | |
| | Phanphanich & Mani (2011) | 225°C 30 min | 89 | |
| | | <i>Pinus sp</i> | 250°C 30 min | 82 |
| 275°C 30 min | | | 73 | |
| 300°C 30 min | | | 52 | |

Dado que no hay aplicación de productos químicos durante el proceso de torrefacción, la madera tratada térmicamente se considera principalmente no biocida y un método ecológico, que es una alternativa a las técnicas clásicas de preservación en algunos casos (Rapp, 2000; Patzelt *et al.*, 2002; Anónimo, 2003; Yildiz *et al.*, 2006 en Icel, 2017).

2.3. Influencia de la temperatura en la madera

La temperatura va a ocasionar distintos efectos en la madera mientras vaya aumentando de intensidad. Shafizadeh & Chin (1977) evaluaron la influencia de la temperatura en madera de álamo y sus componentes principales, indicando que el comportamiento térmico de los principales componentes celulosa, hemicelulosa (xilano) y lignina se secan inicialmente con calentamiento a 50-100°. También mencionan que la madera puede comenzar a degradarse a temperaturas inferiores a 100°C si se calienta durante periodos prolongados de tiempo.

Para entender el comportamiento de la humedad en la madera se debe comprender cómo las moléculas de agua interactúan, dónde se encuentran y cómo responden los componentes de la madera y la arquitectura del material (Thybring & Fredriksson, 2021). Las moléculas de agua pueden estar presentes en los macro-vacíos de varios tamaños o en las paredes celulares sólidas donde interactúan con los tres componentes principales: celulosa, hemicelulosas y lignina (Thybring & Fredriksson, 2021).

En el rango de humedad higroscópico, generalmente definido como el rango entre 0 y 97–98% humedad relativa (HR), la humedad se encuentra predominantemente dentro de las paredes celulares. Esta humedad interactúa con los grupos hidroxilo de los polímeros de la madera mediante enlaces de hidrógeno (Salmen & Fahlén 2006; Papadopoulos *et al.* 2003 mencionados por Thybring & Fredriksson, 2021).

Se dice que el principal efecto en la madera al aumentar la temperatura es la disminución del contenido de humedad de equilibrio (Esteves & Pereira, 2009). Posterior a los 100°C se da el secado de la madera disminuyendo la humedad de equilibrio de la madera en consecuencia su contracción (Tiemann, 1920). Al aumentar la temperatura, como por ejemplo calentando la madera a 120°C se pierde el 10% de su fuerza en aproximadamente un mes, pero va

necesitar sólo una semana para obtener la misma pérdida de fuerza si se calienta a 140°C (Shafizadeh & Chin, 1977).

Al elevar la temperatura a 180° C, comienza el rango de la torrefacción, se suele utilizar madera verde o madera seca, pero según Bekhta y Niemz (2003), no existe relación entre la disminución de la humedad de equilibrio y las condiciones antes del tratamiento. La diferencia entre la humedad de equilibrio de restos de madera tratada y sin tratar se dan al cambiar la humedad del aire, esto lo demuestra Edvarsden y Sandland (1999) quienes sometieron muestras tratadas térmicamente a 5 ciclos, alternando entre 20°C y 85% de humedad relativa y 30°C y 30% relativa humedad. Otro factor influyente para conocer el contenido de humedad es la zona del árbol de donde se extraen las muestras, Kortelainen *et al.* (2006) demostraron que el duramen de la madera tratada térmicamente absorbía menos agua que la albura.

Las modificaciones debido a la temperatura causan efectos relevantes para la humedad de la madera relacionadas a la composición química posterior al tratamiento. Hill *et al.* (2021) describe a los procesos de modificación térmica que emplean temperaturas de 150°C a 240°C, como el rango principal de temperatura en donde las hemicelulosas se degradan térmicamente y se eliminan parcialmente, así también, es cuando ocurren las reacciones de reticulación entre otras reacciones químicas.

Olarescu *et al* (2014) afirma que el indicador más importante de la eficiencia del tratamiento térmico es la pérdida de masa, ya que refleja la severidad en la degradación de la composición química de la madera. Respaldando este argumento, Viitaniemi *et al.* (1997) reporta que, para mantener la madera en un nivel óptimo con respecto a su desempeño físico y mecánico, la pérdida de masa luego de la torrefacción no debe exceder el 5-6 %.

Shafizadeh & Chin (1977) explican que cuando la madera se calienta a temperaturas elevadas, mostrará una pérdida permanente de fuerza resultante de cambios químicos en sus componentes. La exposición de la madera a temperaturas más altas genera productos de descomposición volátiles y residuos carbonizados. Las reacciones pirolíticas controlan el proceso de combustión y se relacionan con los problemas de incendios, conversión química

de desechos celulósicos y la utilización de residuos de madera como fuente alternativa de energía.

2.4. Influencia de la torrefacción sobre las propiedades físicas de la madera

Las propiedades físicas determinan el comportamiento de las maderas ante los factores que intervienen en el medio ambiente natural, sin que este actúe química ni mecánicamente en su estructura interna (Berger, 2009). Los factores que influyen en las propiedades físicas son: la disposición y orientación de los componentes de la pared celular, cantidad de sustancias básicas que conforman las paredes celulares, porcentaje de material celulósico, composición química de las sustancias básicas y contenido de agua (Berger, 2009).

La torrefacción al afectar la composición química de la madera también tendrá consecuencias sobre las propiedades físicas como densidad e hinchamiento. En Turquía, Icel *et al.* (2015) sometió a torrefacción en condiciones de 212°C por 120 min a madera de *Picea abies* “abeto” y *Pinus sylvestris* “pino”, obteniendo variaciones en sus propiedades físicas, tales como disminución en su densidad de 2,6 a 6,12 por ciento, mejora considerable de la estabilidad dimensional y cambios alentadores en su eficiencia anti hinchamiento.

2.4.1. Sobre la densidad

La densidad, según la NTP 251.011:2014, es la razón entre el peso y el volumen de la madera a un determinado contenido de humedad. Gunduz & Aydemi (2009) estudió los efectos del tratamiento térmico en la densidad, su investigación indica que la pérdida de densidad mínima de 0,76 por ciento ocurrió en condiciones de tratamiento de 170 °C durante 4 horas, mientras que la pérdida de densidad máxima de 16,12 por ciento ocurrió en el tratamiento condiciones de 210 °C durante 12 horas. Esta disminución de densidad está relacionada a la pérdida de masa. Ramos-Carmona *et al.* (2017) concluyen que la torrefacción promueve la pérdida de masa que va desde 1,5% a 32,2 por ciento en peso en *Pinus patula*, dependiendo de la temperatura del proceso. Esto se debe al proceso de secado y descomposición térmica de los componentes de la biomasa de madera de bajo peso molecular. En la Tabla 2, Esteves

& Pereira (2009) muestran el comportamiento de densidad básica del pino negro, siendo inversamente proporcional al aumento de temperatura.

Tabla 2. Comportamiento de la densidad básica en Pino negro (*Pinus nigra*) posterior al tratamiento de torrefacción

| Especie | Condiciones | Densidad básica |
|--------------------|--------------------|------------------------|
| <i>Pinus nigra</i> | 0° 0 min | 0,511 |
| | 150°C 3h | 0,506 |
| | 170°C 3h | 0,501 |
| | 190°C 3h | 0,494 |
| | 210°C 3h | 0,484 |

Fuente: Esteves & Pereira (2009)

2.4.2. Sobre el contenido de humedad

La humedad juega un papel central en el desempeño de la madera, debido a que afecta características importantes del material, como la resistencia a la descomposición, las propiedades mecánicas y las dimensiones (Thybring & Fredriksson, 2021).

El contenido de humedad se ve fuertemente afectado por el proceso de tratamiento térmico. Shukla (2019) determinó que el contenido de humedad de equilibrio de las muestras de madera de *Acacia auriculiformis* se reduce drásticamente dependiendo de la severidad de los tratamientos térmicos. Se observó que *Acacia auriculiformis* tratada térmicamente la madera tiene una CHE (contenido de humedad de equilibrio) promedio en el rango de (6±1%) en comparación con la madera sin tratar (12±1%).

Tabla 3: Comportamiento del contenido de humedad en Pino negro posterior al tratamiento de torrefacción

| | Especie | Condiciones | Contenido de Humedad de equilibrio |
|--------------------------------|------------------------|-------------------------|---|
| Esteves & Pereira (2009) | <i>Pinus nigra</i> | 0° 0 min | 13,35 |
| | | 150°C 3h | 10,41 |
| | | 170°C 3h | 9,78 |
| | | 190°C 3h | 8,12 |
| | | 210°C 3h | 6,89 |
| Epmeier <i>et al</i> (2001) | <i>Abies alba</i> | 0°C 0 min 30%HR | 8,7 |
| | | 160°C 4h 30%HR | 7,0 |
| | | 0°C 0 min 90%HR | 18,9 |
| | | 160°C 4h 90%HR | 15,7 |
| | | 0°C 0 min 30%HR | 8,1 |
| | | 190°C 4h 30%HR | 6,5 |
| | | 0°C 0 min 90%HR | 18,6 |
| 190°C 4h 90%HR | 14,6 | | |
| Lengowski <i>et al.</i> (2021) | <i>Tectona grandis</i> | Sin tratamiento térmico | 15,21 |
| | | Con tratamiento térmico | 8,76 |

En la Tabla 3, Esteves & Pereira (2009) muestran como disminuye el contenido de humedad de equilibrio de la madera de pino negro al ser sometida al tratamiento de torrefacción, también demuestra que el aumento de la temperatura es inversamente proporcional al contenido de humedad de la madera.

Epmeier *et al.* (2001) realizó pruebas a la madera de abeto según el método alemán (OHT) a 160°C y 190°C durante 4 horas (tabla 3). El contenido de humedad de equilibrio de la madera de abeto tratada a 160°C cambió de 8,7 a 7,0 por ciento y de 18,9 a 15,7 por ciento al 30 y 90 por ciento de humedad relativa, respectivamente. El tratamiento a 190°C fue más efectivo, disminuyendo el contenido de humedad de equilibrio del 8,1% a 6,5% y del 18,6% al 14,6% ambos tratamientos realizados a 30% y 90% de humedad relativo, respectivamente.

Este cambio en el contenido de humedad también es percibido en especies de latifoliadas, como es el caso de la teca, la cual disminuye el CHE de 15,21% a 8,76% de madera sin tratamiento a madera con tratamiento respectivamente (Lengowski *et al.*, 2021)

Esteves & Pereira (2009) concluyen que en las maderas con tratamiento térmico hay menor absorción de agua por las paredes celulares debido a los cambios químicos como la

disminución e inaccesibilidad de los grupos hidroxilo de la celulosa a moléculas de agua, eso se ocasiona por el aumento de la cristalinidad de la celulosa y por el entrecruzamiento en la lignina.

2.4.3. Sobre el hinchamiento

El cambio dimensional como resultado de un cambio en el contenido de humedad es uno de los factores evidentes (Thybring & Fredriksson, 2021).

En estado seco, las paredes celulares sólidas de la madera son virtualmente no porosas (Salmen & Fahlén 2006; Papadopoulos *et al.* 2003). Por lo tanto, las moléculas de agua que ingresan a las paredes celulares dan como resultado la creación de nanoporos transitorios (Kulasinski *et al.* 2015) y un aumento en las dimensiones del material de la pared celular (hinchazón). De manera similar, estos nanoporos se colapsan, causando que las dimensiones disminuyan (encogimiento) cuando las moléculas de agua se eliminan de las paredes celulares al secar la madera.

Los cambios volumétricos de la madera son aproximadamente lineales en el rango de contenido de humedad de seca a 25–30% de humedad. (Hernandez & Bizon 1994; Almeida & Hernandez 2006).

En la Tabla 4, se observan los datos obtenidos por Çota *et al.* (2020), se muestra que la hinchazón de la madera de abeto (conífera) no sufre una reducción considerable durante el tratamiento de 180 °C por 15 y 30 minutos respectivamente; esto sucede porque la estructura de la pared celular no cambia bajo esta temperatura. Caso opuesto que se da después del tratamiento de la madera a una temperatura de 220 °C donde el hinchamiento de la madera de abeto sufre una reducción considerable.

Tabla 4: Porcentaje de hinchamiento de madera de abeto tratada térmicamente y sin tratar

| | Tangencial (%) | | | Radial (%) | | | |
|------------------------|----------------|--------|--------|------------|--------|--------|------|
| | 1 día | 4 días | 6 días | 1 día | 4 días | 6 días | |
| <i>Abies alba mill</i> | 0°C 0 min | 6,91 | 7,02 | 7,21 | 2,75 | 3,01 | 3,38 |
| | 180°C 15 min | 6,82 | 6,96 | 7,24 | 2,18 | 2,28 | 2,56 |
| | 180°C 30 min | 6,78 | 6,92 | 7,14 | 2,07 | 2,17 | 2,32 |
| | 200°C 15 min | 6,73 | 6,85 | 7,12 | 2,05 | 2,1 | 2,49 |
| | 200°C 30 min | 5,02 | 5,11 | 5,92 | 1,07 | 1,48 | 2,03 |
| | 220°C 15 min | 6,5 | 6,65 | 6,95 | 1,81 | 1,99 | 2,26 |
| | 220°C 30 min | 2,32 | 2,71 | 2,84 | 0,94 | 1,12 | 1,24 |

Fuente: Çota et al. (2020)

Los cambios en el hinchamiento de madera torrefactada y la relación con la composición química, son comentados por Repellin y Guyonnet (2005) quienes mencionan que la reducción del hinchamiento de la madera no podía atribuirse únicamente a la desaparición de sitios de adsorción por destrucción de hemicelulosa, pero otros fenómenos como la estructura las modificaciones y los cambios químicos de la lignina también podrían desempeñar un papel importante. Otros autores reportan el comportamiento de la madera al ser sometida a la prueba de hinchamiento, su porcentaje de variación radial y tangencial son menores en las maderas con tratamiento (Tabla 5).

Tabla 5: Porcentaje de hinchamiento en diversas especies forestales

| Autor | Especie | Condiciones | Radial (%) | Tangencial (%) | Anisotropía |
|-------------------------|--------------------------|-----------------|------------|----------------|-------------|
| Lengowski et al. (2021) | <i>Tectona Grandis</i> | Sin tratamiento | 1,89 | 3,57 | 1,88 |
| | | Con tratamiento | 1,73 | 2,01 | 1,15 |
| Quiñones (2015) | <i>Pinus durangensis</i> | 0° 0 min | 2,8 | 5,65 | 2,01 |
| | | 180° C 30 min | 3,11 | 4,9 | 1,57 |
| | | 180° C 60 min | 2,11 | 4,14 | 1,96 |
| | | 180° C 90 min | 2,42 | 3,95 | 1,63 |
| | | 180° C 120 min | 1,91 | 4,16 | 2,17 |
| | | 180° C 150 min | 1,99 | 3,1 | 1,55 |

Diversos autores registran los valores de hinchamiento máximo (H%), se utiliza el volumen en muestra seca, volumen en muestra húmeda y se calcula usando la siguiente ecuación (Rowell y Ellis 1978; Hill 2006 mencionados por Rautkari et al 2013).

$$H (\%) = 100 \times \frac{Vw-Vd}{Vd}$$

Donde Vd es el volumen de muestra seca y Vw es el volumen de muestra empapada en agua.

2.4.4. Sobre el color

Piernik *et al.* (2022) comenta que el tratamiento térmico provoca cambios en los parámetros de color de la madera siendo afectado por la extensión del tiempo de tratamiento. Los resultados del tratamiento de torrefacción en *Pinus sylvestris* se observan en la Tabla 6 y Figura 1 expuestas a continuación.

Tabla 6: Coordenadas de color Cielab en *Pinus sylvestris* posterior a torrefacción a 220°C

| Tiempo t (h) | Parámetros de color (-) | | | |
|--------------|-------------------------|-------|-------|-------|
| | L | A | b | E |
| 1 | -41,49 | 10,1 | 23,27 | 48,4 |
| 2 | -49,53 | 10,52 | 19,18 | 54,17 |
| 4 | -47,93 | 10,19 | 20,18 | 53,01 |
| 6 | -52,19 | 9,45 | 17,24 | 55,79 |
| 8 | -55,85 | 8,41 | 13,73 | 58,15 |
| Control | -12,6 | 4,75 | 24,69 | 28,13 |

Fuente: Piernik *et al.* (2022)



Figura 1: Cambio de color en *Pinus sylvestris* a 220°C

Fuente: Piernik *et al.* (2022)

La madera tratada térmicamente en un tiempo prolongado y temperatura elevado tiende a tornar su color a una tonalidad marrón oscura; se considera que el tiempo de tratamiento y la temperatura pueden variar para producir un color parduzco específico (Gunduz & Aydemir, 2009).

En el estudio de Icel *et al.* (2015), el color de las probetas se volvió uniformemente más oscuro después del tratamiento para la parte clara de la madera y no hubo diferencia significativa ($p > 0,05$) entre los valores de color de las secciones radial y tangencial, a excepción del diferencial B (Δb^*) en pino.

Con respecto a pruebas de torrefacción en otras especies, Shukla (2019) menciona que el aumento de las temperaturas del tratamiento térmico tiene efectos profundos y efectos variables en los cambios de color de diferentes especies de madera, tales como la madera de *Acacia auriculiformes* (150 - 240° por 8h). El valor del diferencial de ΔE aumenta y muestra que el color de la superficie se vuelve más oscura. Las tonalidades de color van a variar según los parámetros del proceso de torrefacción.

El oscurecimiento en la madera torrefactada ha sido descrito en estudios similares de madera de especies como *Pinus pinaster* (Esteves y Pereira 2009, Santos et al. 2014, Bonfatti Júnior

y Lengowski 2018, Lengowski *et al.* 2018, Cetera *et al.* 2019). Se dice que la pérdida de luminosidad es provocada por los compuestos químicos resultante de la degradación térmica de las hemicelulosas (Esteves y Pereira, 2009) y por los extractivos que participan en la formación de color de la madera tratada térmicamente (McDonald et al 1997; Sundqvist & Morén 2002). Sehlstedt-Persson (2003) complementa que el cambio de color resultante por la degradación de hemicelulosa se debe a la hidrólisis que sufre. La formación de productos de oxidación como las quinonas también se menciona como la causa del cambio de color (Tjeerdsma *et al.* 1998a; Mitsui *et al.* 2001; Bekhta and Niemz 2003; Esteves y Pereira, 2009).

2.5. Influencia de la torrefacción sobre la composición química de la madera

Gomez *et.al* (2012) mencionan la composición química de algunas especies de pino, se pueden observar los valores en la Tabla 7.

Tabla 7: Composición química de 5 especies forestales de la familia Pinaceae

| Especie forestal | Celulosa (%) | H-Celulosa (%) | Lignina (%) | Referencias |
|-------------------------|---------------------|-----------------------|--------------------|--------------------|
| <i>Pinus Caribaea</i> | 48,06 | 18,95 | 29,51 | (Mogollon, 2003) |
| <i>Pinus kesiya</i> | 37-43 | 14-28 | 28 | (Kropff,2000) |
| <i>Pinus maximinoi</i> | 52,38 | - | 28,22 | (Fonseca, 2006) |
| <i>Pinus oocarpa</i> | 42 | 23 | 29 | (Kropff, 2000) |
| <i>Pinus patula</i> | 48,75 | 32,75 | 18,5 | (Uribe, 1967) |
| <i>Pinus radiata</i> | 37,88 | 23,62 | 33,72 | (Berrocall,2004) |

Fuente: Modificado de Gómez *et al.* (2012)

Uribe (1967) presenta la composición del *Pinus patula* sin tratamiento térmico, estando compuesto porcentualmente por 48,75 de celulosa, 32,75 de Hemicelulosa y 18,5 de lignina. Argenta (2019) caracterizo la composición química de *Pinus patula* de 14 años en Brasil concluyendo que presenta 24,94% de lignina, 71,66% de carbohidratos y 2,27% de extractivos. La composición química *Pinus patula* presenta mayores contenidos de celulosa y hemicelulosa con bajos contenidos de lignina, considerando estos valores, el material lignocelulósico de esta especie tendría una baja resistencia a la liberación de azúcares fermentables (Gomez *et.al*, 2012).

Posterior al proceso de torrefacción, los valores de la composición química se modifican al degradarse térmicamente la hemicelulosa, celulosa y lignina, afectando principalmente al primero; los grupos hidroxilos se fragmentan, lo que permite obtener un producto hidrofóbico. El porcentaje de hemicelulosa en distintos tipos de biomasa varían de 7,0 a 34,4 por ciento después de someterla a torrefacción (Bustamante *et al.*, 2016), de la cual su mayor pérdida en peso se produce por encima de los 180 °C (Mohan *et al.*, 2006).

Durante el proceso térmico, Ibrahim (2013) comenta que continuará la descomposición de celulosa que eventualmente puede tener lugar a temperaturas más altas que en la hemicelulosa. La celulosa está formada por un polímero de glucosa sin ramificaciones, por lo tanto, es térmicamente más estable. La lignina no parece mostrar un impacto significativo en la torrefacción, se descompone en tres productos: un carbón sólido, alquitranes y volátiles/gases, los dos últimos contribuyendo a la pérdida significativa de masa tras la torrefacción a mayores temperaturas que 230°C.

La madera tratada térmicamente a alta temperatura tiene menor higroscopicidad que la madera sin tratar. Hakan *et al.* (2009) menciona que dada la disminución de grupos hidroxilo en cadenas de carbohidratos, la pared celular de la madera tratada absorbe menos agua. Como consecuencia del número reducido de grupos hidroxilo, la hinchazón y encogimiento son menores. Lo mencionado denota las consecuencias de la torrefacción en la composición química de la madera.

Tabla 8: Composición química de especies forestales posterior a la torrefacción

| Autor | Especie | Condiciones | Extractivos (%) | Lignina insoluble (%) | Holocelulosa (%) | Celulosa (%) | Hemicelulosa (%) |
|---------------------------------|----------------------------------|-------------|-----------------|-----------------------|------------------|--------------|------------------|
| Lengoswski <i>et al.</i> (2021) | <i>Tectona grandis</i> | 0° 0 min | 11,03 | 25,75 | 61,22 | - | - |
| | | 160°C 8h | 16,39 | 32,56 | 49,07 | - | - |
| Crespo <i>et al.</i> (2013) | <i>Laureliopsis Philiappiana</i> | 0° 0 min | 2,6 | 29,5 | 63,0 | 53,3 | - |
| | | 150° 90min | 5,5 | 30,4 | 62,8 | 59,0 | - |
| Mohared <i>et al.</i> (2011) | <i>Pinus patula</i> | 0° 0 min | 3,7 | 38,5 | 57,8 | - | - |
| | | 240° 5%* | 4,1 | 42,2 | 53,7 | - | - |
| | | 240° 10%* | 4,9 | 43,3 | 50,8 | - | - |
| | | 240° 15%* | 6,3 | 44,9 | 48,8 | - | - |
| Piernick <i>et al.</i> (2022) | <i>Pinus spp.</i> | 0° 0 min | 13,29 | 26,91 | 87,48 | 45,24 | 42,26 |
| | | 220° 1h | 11,8 | 29,57 | 67,10 | 46,65 | 20,45 |
| | | 220° 2h | 11,60 | 30,87 | 67,26 | 47,67 | 19,58 |
| | | 220° 4h | 11,24 | 32,40 | 63,61 | 57,29 | 6,32 |
| | | 220° 6h | 10,80 | 32,55 | 60,98 | 52,06 | 8,92 |
| | | 220° 8h | 11,50 | 32,00 | 60,50 | 50,42 | 10,08 |

ST: Sin tratamiento, CT: Con tratamiento, *: Hasta el % de pérdida de masa

En la Tabla 8, se presentan resultados de distintos autores sobre la composición química resultante posterior al tratamiento térmico para poder conocer el comportamiento de la madera de latifoliadas y coníferas. Según Lengoswski *et al.* (2021), la madera de “teca” *Tectona grandis* sufre un cambio en la composición química al someter la madera a 150°C por 90 minutos aumentando de 11,03 a 16,39 por ciento de contenido total de extractivos, aumento de 25,75% a 32,56% de contenido de lignina y reducción del 61,22% al 49,07% de holocelulosa, siendo una reducción del 19,84% entre celulosa y hemicelulosa presente.

Los resultados obtenidos por Crespo *et al.* (2013) en madera de *Laureliopsis Philiappiana*, especie natural de Chile muestra que el contenido de extraíbles se cuadruplicó en madera tratada térmicamente a diferencia de la madera sin tratamiento. Con respecto a la degradación de las hemicelulosas, el autor considera que es alta, de aproximadamente 7 por ciento (Holocelulosa – Celulosa), este resultado se debe al efecto de la temperatura y la presión generada en la autoclave. La despolimerización de la hemicelulosa está reflejada en el aumento de la presencia de celulosa y un aumento general de los compuestos extraíbles. Con respecto a la lignina no se presentan cambios significativos.

Mohareb *et al.* (2011) presenta los resultados de las pruebas realizadas en *Pinus patula* a 240°C controlando el porcentaje de masa perdida. Los resultados indican una correlación entre la disminución de peso de la madera con el aumento observado del contenido de lignina, lo cual permite utilizar el contenido de lignina como indicador de la durabilidad de la madera durante el tratamiento térmico. Así también, se observaron tendencias de la reducción de holocelulosa en las muestras de madera tratada térmicamente.

Piernick *et al.* (2022) muestra resultados algo distintos a los demás autores, la extensión de tiempo del tratamiento térmico no afectó significativamente el contenido de extractivos solubles en etanol, utilizados como disolvente. El contenido de extractivos disminuyó en un 18 por ciento en madera tratada térmicamente en comparación con la madera de control y fue similar en todas las variantes de duración del tratamiento térmico. Según el análisis estadístico realizado en el estudio, la madera después de 6 h de tratamiento térmico se caracterizó por un menor contenido de extractivos, en comparación con la madera tratada térmicamente en otras variantes de tiempo. La disminución de la extracción de contenidos resultó de la remoción de sustancias volátiles, productos de degradación de la lignina y carbohidratos en la mezcla de extracción. También se observa que la celulosa se incrementó en las maderas tratadas de 45,24 por ciento hasta un 57,28 por ciento, esto se debería a los cambios estructurales y a la reacción de reticulación del polímero. La disminución del contenido de hemicelulosas en la madera tratada térmicamente durante 4 h fue de alrededor del 85 % del contenido en madera de control. Por otro lado, el contenido de lignina en la madera tratada térmicamente en el período de 1 a 8 h mostró un aumento alrededor del 16,9% en comparación con la madera de control.

En la Figura 2, se observa el análisis TGA de los componentes químicos principales, celulosa, hemicelulosa y lignina. Se observa la descomposición de los tres componentes. Al comienzo, la hemicelulosa se descompone al aumentar la temperatura hasta los 315°C. La celulosa comienza su descomposición a unos 300°C y se completa hasta casi los 400°C. Con respecto a la lignina comienza alrededor de los 160°C, reduciendo su peso alrededor de un 40% en peso de la masa original (Hornung *et al.*, 2021)

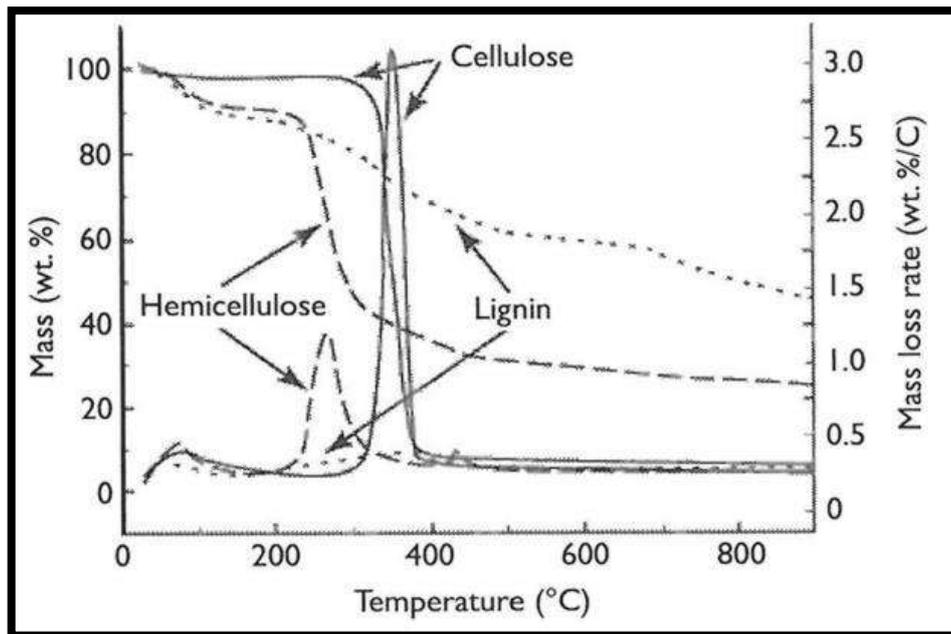


Figura 2: Análisis TGA y DTGA del pirólisis de celulosa, hemicelulosa y lignina

Fuente: Hornung *et al* (2021)

Shafizadeh & Chin (1977) sostiene que evaluando de forma independiente la temperatura, los componentes químicos se secan inicialmente a temperatura de 50-100°C. La hemicelulosa es el compuesto menos estable y se descompone aproximadamente a 225-325°C. La celulosa se descompone a mayores temperaturas en el rango más estrecho de 325-375°C. Sin embargo, la lignina se descompone gradualmente dentro del rango de temperatura de 250-500°C. La pared celular de los polisacáridos provee la mayor cantidad de productos volátiles de la pirólisis, siendo la lignina la que forma predominantemente residuos carbonizados.

Durante el tratamiento térmico, se ha registrado que la pirolisis de celulosa sometido a altas temperaturas por encima de 300°C se produce una rápida escisión del enlace glucosídico, generando la aparición de compuestos desconocidos (a), 1,6-anhidro- β -d-glucopiranos (b), 1,6-anhidro- β -d-glucofuranos (c), 3-deoxyhectol (d), d-glucitol (e) y otros derivados de oligosacáridos (f) todo esto se aprecia en la Figura 3.

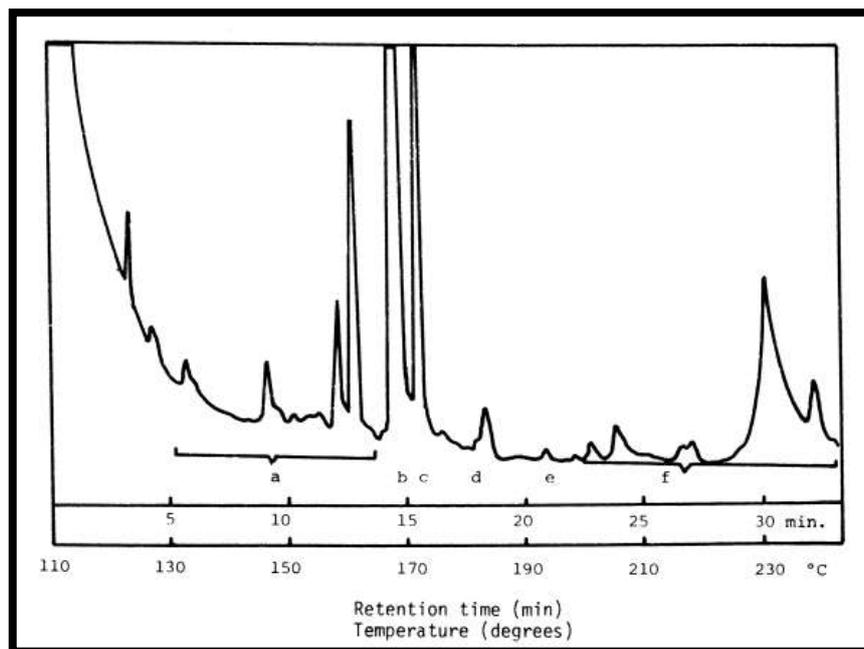


Figura 3: Cromatograma de pirolisis de celulosa después de reducción con NaBH

Fuente: Shafizadeth & Chin (1977)

La escisión de grupos glucosídicos procede a través de un mecanismo de transglucosilación con la participación de uno de los grupos hidroxilo de la celulosa, produciendo principalmente 1,6-anhidro-6-D-glucopiranos, el componente más estable en comparación de otros azúcares anhidros (Shafizadeh & Chin, 1977).

III. METODOLOGÍA

3.1. Lugar de estudio

La materia prima para el presente estudio fue colectada de una empresa industrial SCHROTH corporación papelerá ubicada en la calle Los Claveles 155 en el distrito de Ate Vitarte, Lima (coordenadas -12.026449, -76.928279). Esta empresa almacena paletas de madera (pallets) para la recepción, almacenamiento y desplazamiento de los bienes muebles de la empresa, principalmente importaciones de papel y cargamento (Anexo1).

Los pallets fueron desarmados y llevados al laboratorio de Pulpa y papel (LPP) de la Facultad de Ciencias Forestales en la Universidad Nacional Agraria la Molina (UNALM) distrito de la Molina, provincia de Lima (coordenadas 12°04'55"S 76°56'53"O / -12.082, -76.948). Las probetas fueron dimensionadas en el laboratorio de Aserrado, cortando probetas para todas las pruebas a realizar. En el laboratorio de Pulpa y Papel, se llevó a cabo el tratamiento de torrefacción y también las pruebas físicas de densidad, contenido de humedad, prueba de color y pruebas químicas (libre de extractivos, lignina, holocelulosa y celulosa). Las pruebas de hinchamiento se realizaron en el laboratorio de propiedades físico mecánicas de la madera en la Facultad de Ciencias Forestales de la UNALM.

3.2. Material de estudio

La materia prima para este estudio fue madera sólida proveniente de pallets elaborados principalmente con la madera *Pinus patula*. La madera obtenida, fue identificada posteriormente anatómicamente en el laboratorio de Anatomía de la madera. La obtención de las muestras se obtuvo del área de carpintería de la empresa, donde se suele utilizar el material para la elaboración de nuevos productos. El área de carpintería recibe 150 pallets

diarias de las cuales se obtuvieron 10 unidades mediante una selección sistemática para el presente estudio teniendo una intensidad de muestreo de 0,06% diario. En la figura 4 se observa el acopio de la madera a emplear para el estudio y el proceso de desarmado hasta obtener listones.

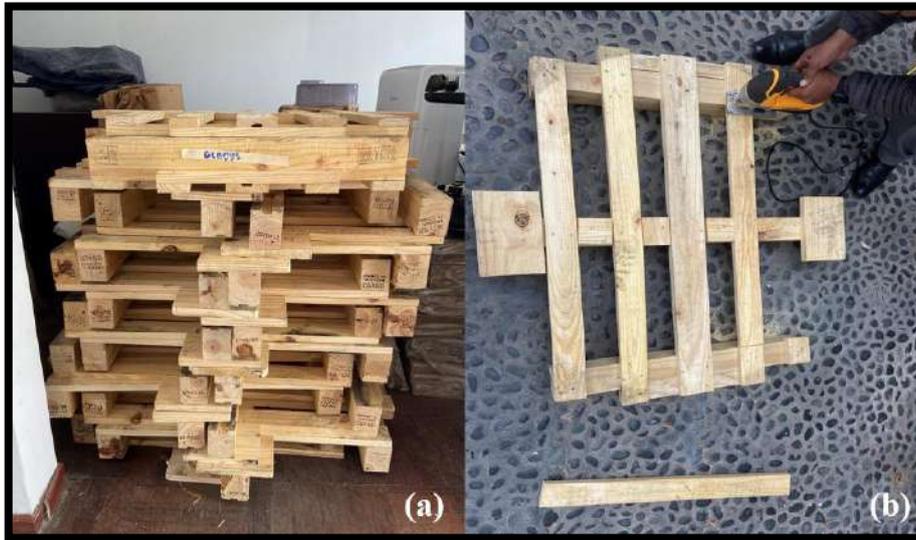


Figura 4: Acopio de pallets enteros de *Pinus patula* (a), Desarmado de pallet a listones (b)

Un esquema gráfico de los pallets, sus partes y las secciones colectadas para el estudio son mostradas en la Figura 5. Los pallets empleados en el estudio estaban conformados por las tablas de la plataforma (a), travesaños (b), tacos (c) y madera de refuerzo (d), para la obtención de las probetas se emplearon las tablas de la plataforma.

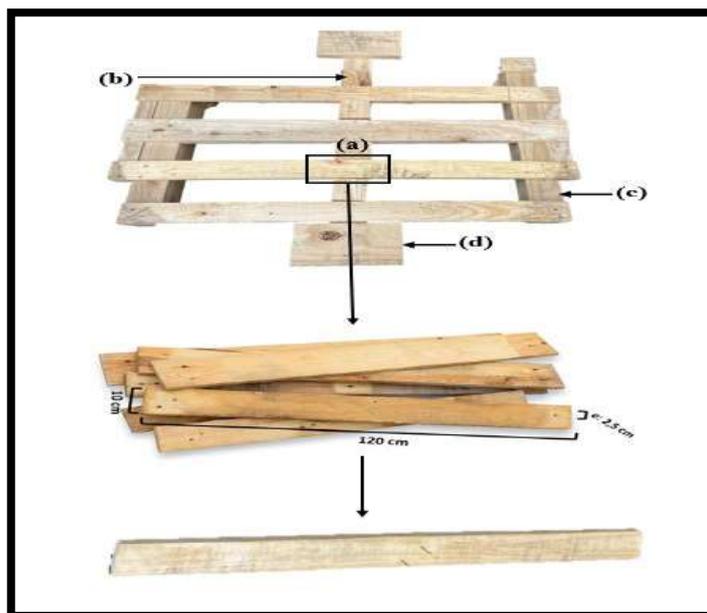


Figura 5: Partes de la parihuela y secciones como plataforma (a), travesaños (b), tacos (c) y madera de refuerzo (d) utilizadas en el estudio

Los pallets se desarmaron en listones de 25 x 30 x 1000 mm, para obtener 4 listones por parihuela siendo un total de 40 listones. Del total de listones, se realizó una segunda selección sistemática excluyendo los listones que presentaban nudos, rajaduras o exceso de médula. Se priorizó la orientación tangencial en la madera.

3.3. Materiales y equipos

Los reactivos, equipos y materiales utilizados en la presente investigación son presentados a continuación.

3.3.1. Reactivos

Agua destilada

Alcohol etílico al 96%

Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) al 72% y 4%

Ácido Acético glacial

Ácido nítrico concentrado al 99%
Acetato de sodio saturado 420 ml
Clorito de sodio al 80%

3.3.2. Equipos

Mufla eléctrica Thermolyne 48000 Furnace con rango de operación 180 – 1200°C 50/60Hz
750w 7. 5^a
Equipo de extracción Soxhlet
Estufa con temperatura controlada entre 100 y 105 °C.
Molino de cuchillas 2830 RPM
Desecador con silicagel
Balanza digital 0,01 g de precisión marca OHAUS
Cernidor metálico malla N° 40 – 60 mersh
Cámara fotográfica de 12 mp
Vernier digital Absolute Diomatic (0,01 mm de precisión)
Termocupla con rango de operación 0 – 1200°C
Espectrocolorímetro LC-100 Lovibond
Equipo baño María Memmert de 220 V
Plancha calefactora Thermo Scientific
Higrómetro de pines– Modelo: RZ660 (Medidor de humedad en madera)
Micrómetro digital Mitutoyo 0-1'' con 0.001 mm de precisión
Micrómetro digital Mitutoyo 1-2'' con 0.001 mm de precisión
Micrómetro digital Mitutoyo 3-4'' con 0.001 mm de precisión

3.3.3. Materiales

Pinzas de metal
Papel filtro Whatman N60°
Vasos de precipitado 600 ml
Matraz Erlenmeyer de 250 ml

Probeta 100 ml, 5 ml

Varilla de agitación de vidrio

Embudos de vidrio

Lápiz carboncillo

Planchas de metal

Batea de plástico

Cinta *masking tape*

Marcador impermeable

Equipos de protección personal (Guantes de laboratorio, guantes de resistencia al calor, lentes protectores).

3.3.4. Herramientas de estadística

Programa estadístico R Studio

3.4. Métodos y procedimientos

En el Figura 6, se mencionan las etapas involucradas en el procedimiento de la investigación.

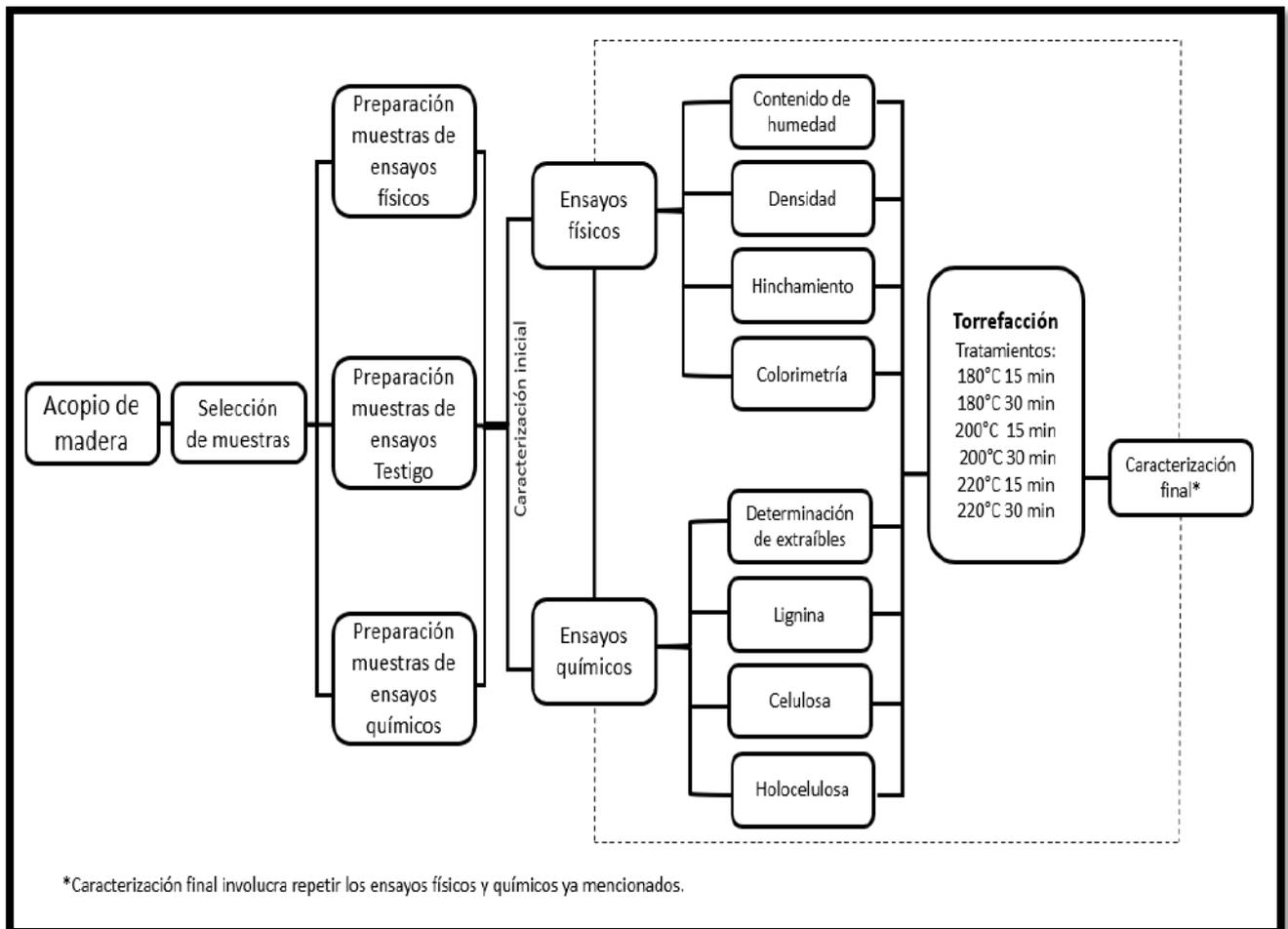


Figura 6:Diagrama de etapas seguidas en el presente estudio

3.4.1. Preparación de muestras

La preparación de las muestras comienza desde la selección de diez pallets entregados por la empresa escogidos mediante selección sistematizada en la zona de acopio, de las cuales se obtuvieron 40 tablas para ser cortadas y convertidas en probetas. La preparación de las muestras se realizó en un día durante el mes de mayo. Se seleccionaron las probetas con orientación tangencial y con menores defectos (sin rajaduras, sin nudos, sin presencia de médula).

3.4.1.1. Verificación de la especie maderable

De las muestras de madera colectadas, se tomó una muestra al azar de la madera para la preparación de placas del estudio anatómico. La identificación de la muestra fue validada por el laboratorio de Anatomía de la Facultad de Ciencias Forestales de la UNALM (Anexo 2).

3.4.1.2. Preparación de las muestras para caracterización física

Las muestras de madera colectadas se acondicionaron según la NTP 251.009 en ambiente de laboratorio. En la Tabla 9 se mencionan las normas técnicas seleccionadas, medidas y cantidad de probetas utilizadas. Las probetas se prepararon en el Laboratorio de Aserrado de la madera considerando la cantidad de probetas para evaluación y probetas testigo. El contenido de humedad se verificó hasta el final del ensayo empleando el higrómetro de pinos. Las probetas se guardaron en bolsas de polietileno, tipo ziplock con cierre hermético.

Tabla 9: Preparación de probetas para ensayos físicos de contenido de humedad, densidad, hinchamiento y colorimetría (n=10)

| PROPIEDADES | NORMA TÉCNICA | MEDIDAS de PROBETA (mm) |
|----------------------|--|-------------------------|
| Contenido de humedad | NTP 251.010:2020 Higrómetro manual | 25x30x100 |
| Densidad | NTP 251.011:2014. | 25x30x100 |
| Hinchamiento | Adaptación NTP 251.069 e IRAM N° 9543 | 25x30x100 |
| Colorimetría | TAPPI T 524 Color (L,a,b,L*,a*,b*) - SGS-IPS Testing | Superficie |

3.4.1.3. Caracterización química

En la Tabla 10. se señalan las normas técnicas utilizadas para la caracterización química.

Tabla 10: Preparación de probetas para ensayos químicos (n=10)

| PROPIEDADES A EVALUAR | NORMATIVA |
|------------------------------|-------------------------------------|
| Extraíbles | ASTM D1105-56 |
| Lignina | Método Klason, (TAPPI T-222, 2006) |
| Celulosa | TAPPI T-212 (1978) Kurschner Hoffer |
| Holocelulosa | Método Jayme – Wise Norma T9m-54 |
| Ensayos testigo | Sin prueba |

En la Figura 7 se presenta las probetas separadas para cada prueba física y química, escogiendo las de menores efectos posibles para reducir la variabilidad en los resultados; también se observan las probetas codificadas para el tratamiento B de 180°C por 30 minutos, una codificación parecida tendrá los demás tratamientos. Las probetas muestran la orientación de las probetas seleccionadas y las características propias de la madera de pallets en estudio.



Figura 7: Selección y separación de probetas para cada tipo de prueba, en el presente estudio

3.5. Ensayos de torrefacción

La torrefacción se llevó a cabo tomando como referencia los estudios hechos por Pelaez-Samaniego *et al.* (2014) y Phanphanich and Mani (2011), mencionados por Ramos – Carmona *et al.* (2017). Las condiciones del estudio fueron adaptadas de un proceso de pirolisis, con condiciones controladas. En las consideraciones para el ensayo se tomó en cuenta velocidad de calentamiento en la fuente de calor para la torrefacción, las dimensiones y humedad de las probetas.

Las probetas dimensionadas fueron sometidas a diferentes tratamientos térmicos en la mufla eléctrica. A continuación, se presenta los gráficos del comportamiento térmico con la mufla utilizada (Figura 8).

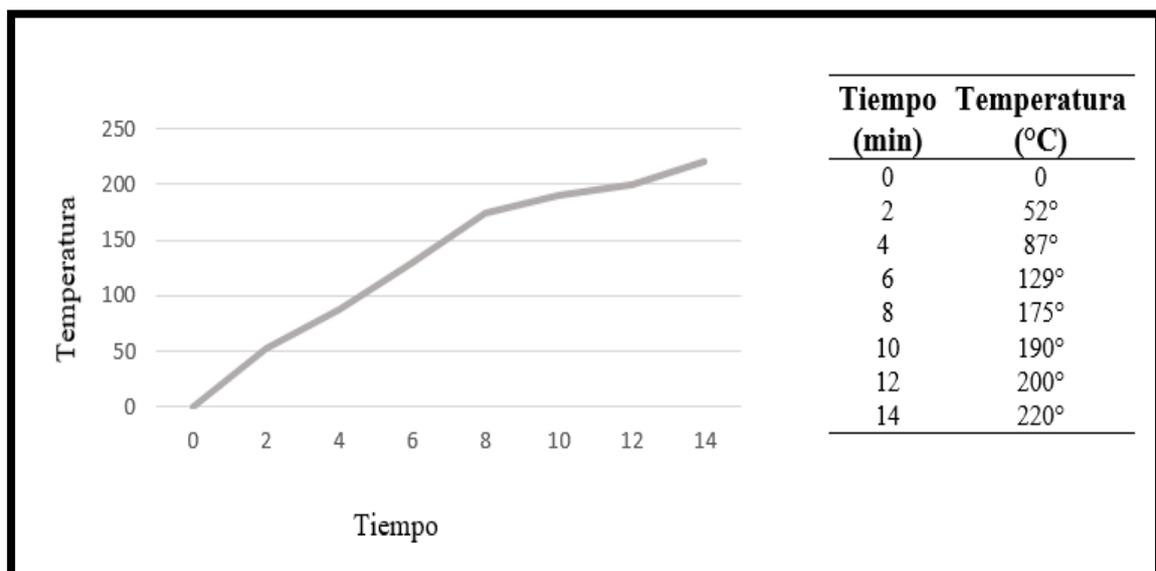


Figura 8: Temperatura vs Tiempo - Mufla eléctrica

Se programó tres valores de temperatura máxima en el tratamiento de torrefacción con valores de 180°C, 200°C, 220°C combinada con los tiempos de 15 minutos y 30 minutos (Tabla 11), resultando en un diseño de 3 x 2 experimentos más un tratamiento testigo.

Tabla 11: Valores de temperatura y tiempo de torrefacción del tratamiento aplicado en el presente estudio

| Temperatura/Tiempo | 0°C | 180°C | 200°C | 220°C |
|---------------------|-----|-------|-------|-------|
| 0 minutos (testigo) | x | | | |
| 15 minutos | | x | x | x |
| 30 minuto | | x | x | x |

El control de temperatura en las probetas de madera se hizo mediante el uso de la termocupla ubicada al lado de la mufla (figura 9). Su uso consistió en colocar el sensor de la termocupla en contacto con un orificio en la cara superior de una probeta de control de dimensiones similares a las probetas del ensayo según lo recomendado por Phanphanich and Mani (2011).

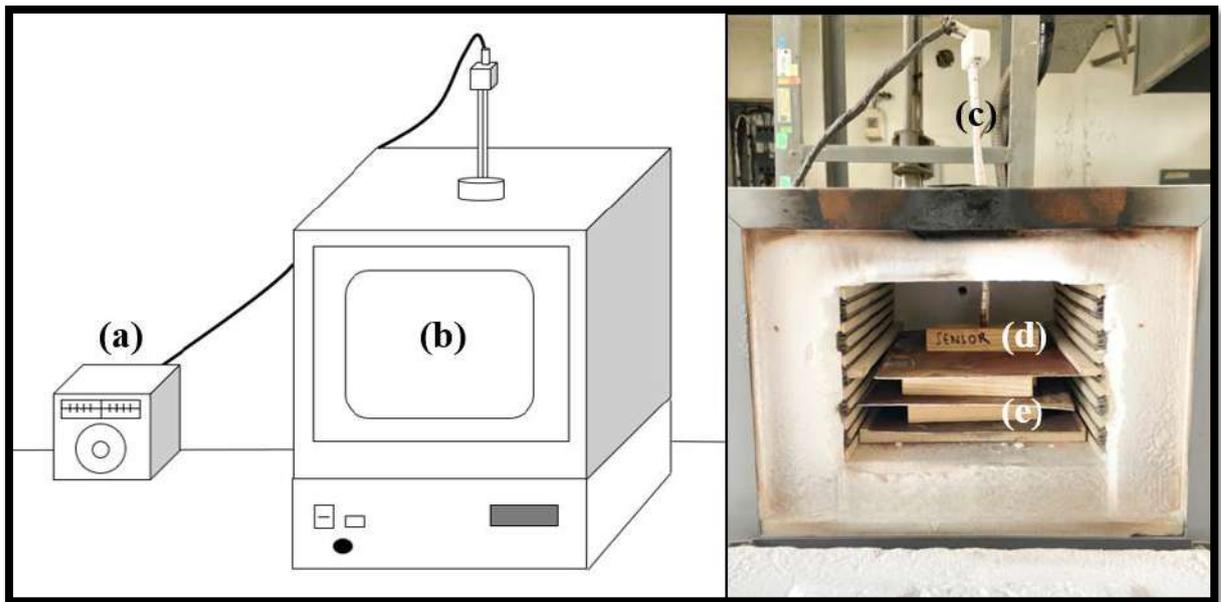


Figura 9: Equipos empleados y ubicación de probetas durante el proceso de torrefacción

Descripción: Termocupla (a), mufla (b), sensor de la termocupla (c), probeta sensor (d), probetas para evaluación (e).

Durante el proceso de torrefacción se controló el tiempo del ensayo y se monitoreó el aumento de temperatura empleando la pantalla de la termocupla (Figura 10). Se comenzó el conteo del tiempo desde que la termocupla alcanza el valor de temperatura definida para el tratamiento.



Figura 10: Pantalla de la termocupla para controlar la temperatura del ensayo

La ubicación de las probetas dentro del mufla se puede observar en la Figura 9, las probetas fueron ubicadas en dos niveles separadas por planchas metálicas para garantizar la transferencia de calor por conducción y su distribución homogénea,

Al finalizar el tratamiento, las probetas se retiraron con cuidado, empleando guantes de seguridad y pinzas. Terminado el proceso se colocó las probetas tratadas en el desecador por un tiempo de 30 minutos hasta la determinación del peso.

3.6. Determinación de las características químicas

Para los análisis químicos de las muestras estudiadas, por tratamiento, se preparó material según norma TAPPI T257. En la Figura 11 se presenta la preparación preliminar de muestras para pruebas químicas



Figura 11: Preparación preliminar de tamizado (a) y almacenamiento (b) para los ensayos de pruebas químicas

Tamizado con cernidores 40-60 mesh (a), almacenamiento de aserrín tamizado en bolsas ziploc (b).

En la Figura 12 se observan los reactivos preparados para pruebas químicas, en laboratorio.



Figura 12: Preparación de reactivos solución de clorito (a) y solución de hidróxido de sodio (b) para pruebas químicas

3.6.1. Determinación de extractivos

Para obtener las muestras libres de extraíbles se utilizó la norma ASTM D1105-56 y norma TAPPI T204 (Anexo 9). En la Figura 13, se observa el procedimiento realizado.

Con fines económicos y de seguridad, se modificó el tipo de solvente empleado, se optó por utilizar etanol como solvente de la muestra de *Pinus patula* en vez de la mezcla etanol/benceno.

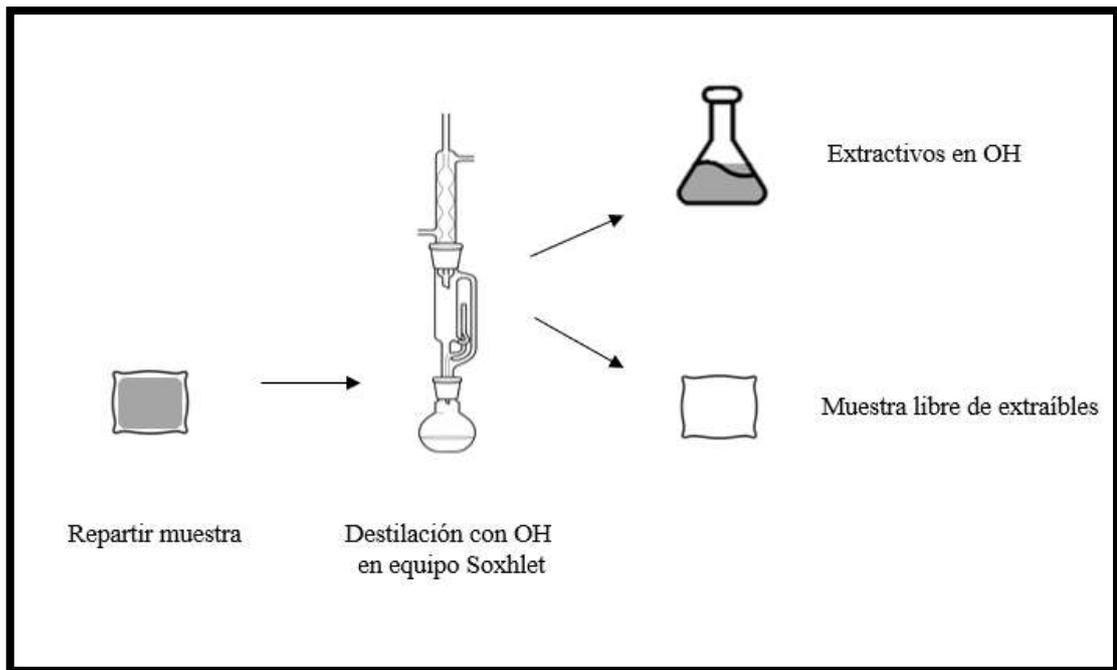


Figura 13: Etapas de proceso de la prueba de determinación de extraíbles

En la Figura 14 se observa la realización de la prueba libre de extractivos empleando aserrín de madera sometida a torrefacción de *Pinus patula*. Se observa la extracción de extractivos mediante uso de equipo Soxhlet (a), cartuchos con muestra libre de extractivos (b), residuo de extractivos finales (c), muestra de *Pinus patula* libre de extractivos (d).

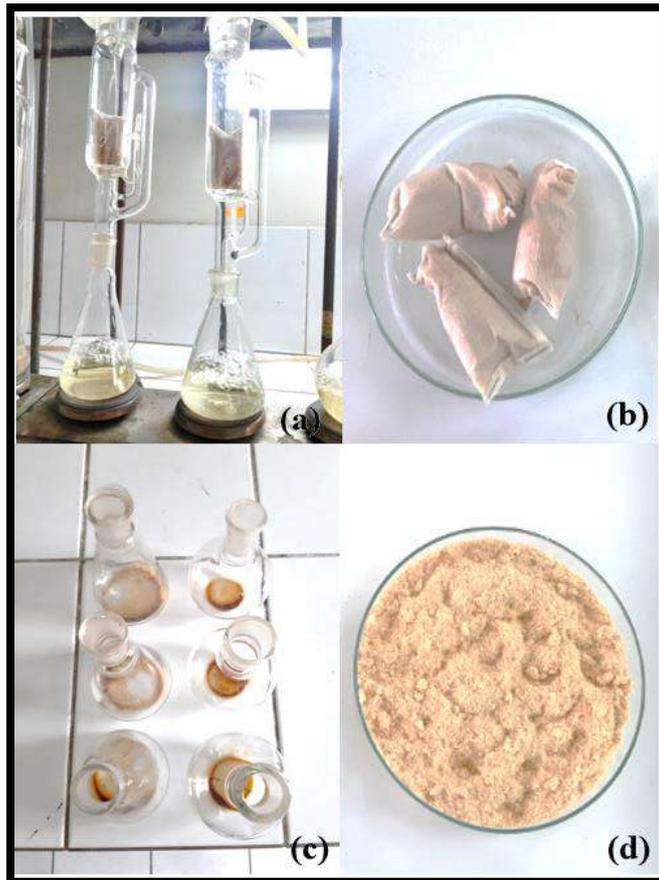


Figura 14: Prueba para obtener muestra libre de extractivos

3.6.2. Lignina

La determinación de lignina, en las muestras del estudio se realizaron según norma TAPPI T-222 (2006), Método Klason. En la figura 15 se observa las etapas del procedimiento de la prueba de determinación de lignina.

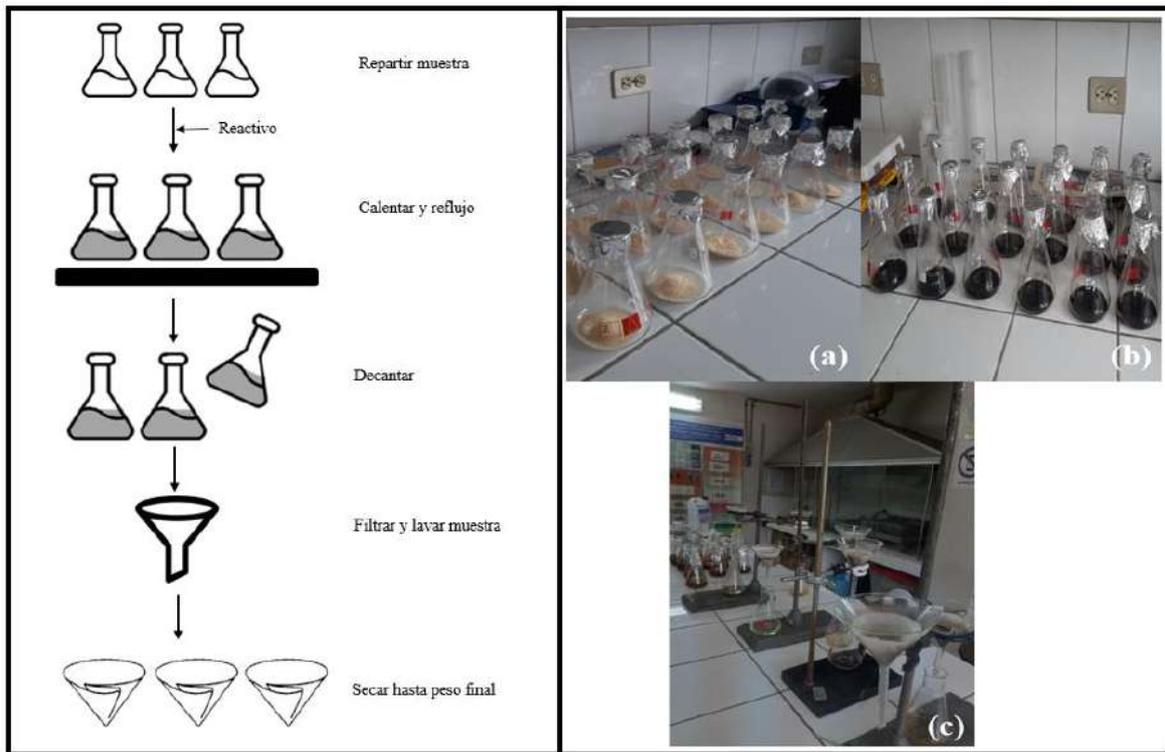


Figura 15: Procedimiento de determinación de lignina seguida en el presente estudio

3.6.3. Holocelulosa

Para la determinación de holocelulosa se utilizó el método Jayme – Wise, citado por Joaquín Navarro (1970) y Rodríguez (1978) resumido en la norma TAPPI i 9m-54. En la figura 16 se observan las etapas del procedimiento realizado. Se observa la repartición de muestra en cada matraz según tratamiento (a), matraces con reactivo colocados en baño María (b), revisión de matraces durante el procedimiento (c), y lavado de cartuchos con holocelulosa resultante (d) y muestra final de holocelulosa

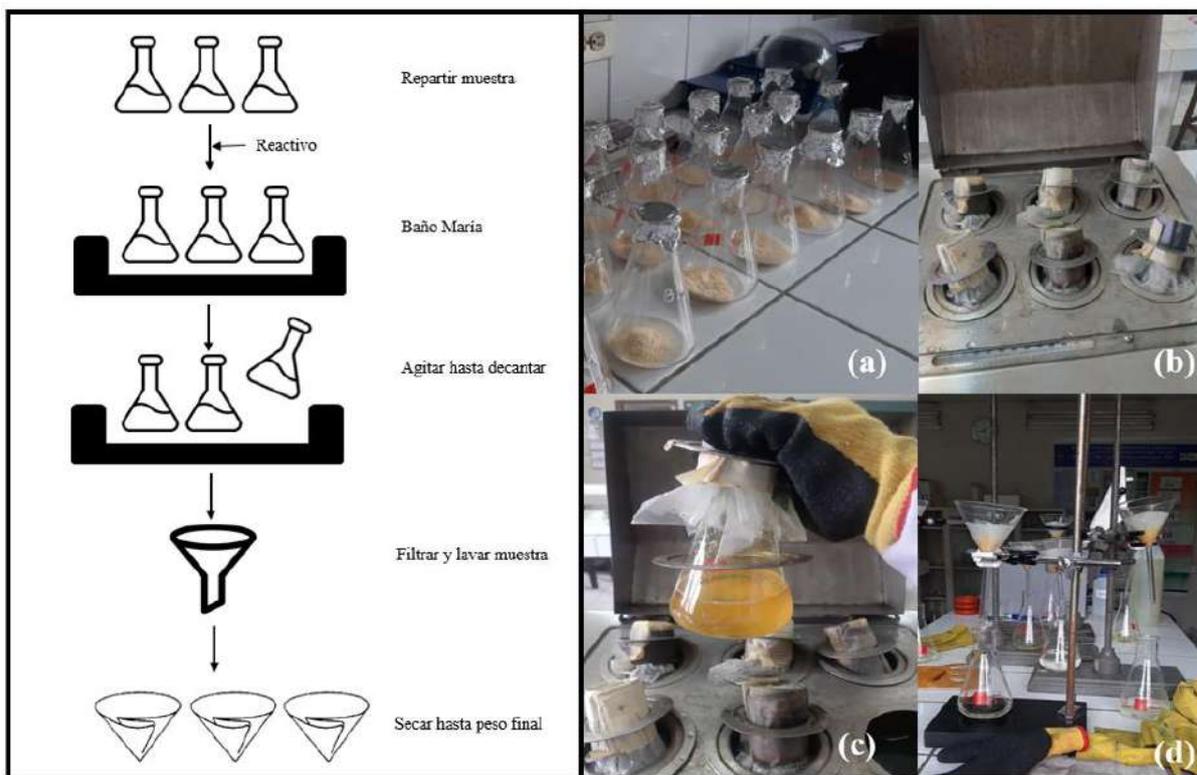


Figura 16: Procedimiento de determinación de holocelulosa seguida en el presente estudio

3.6.4. Presencia de celulosa

Para obtener la cantidad de celulosa presente en las muestras sin tratamiento y con tratamiento se utilizó la norma TAPPI T-212 (1978).

3.7. Determinación de las propiedades físicas

4.7.1. Densidad

La determinación de la densidad se hizo con la norma NTP 251.011:2014.

4.7.2. Contenido de humedad

Se utilizó la norma técnica peruana NTP 251.010:2020; en la Figura 17 se observa la posición de las probetas dentro de la estufa al realizarse la prueba mencionada.



Figura 17: Probetas ubicadas en estufa para realizar prueba de contenido de humedad

Como complemento del estudio se utilizó un detector de humedad de madera – Model: RZ660 (Higrómetro). Antes y después de la aplicación de cada tratamiento se registró el contenido de humedad de las probetas en estudio.

4.7.3. Hinchamiento

Para este ensayo se utilizó como referencia la norma NTP 251.069 Método de ensayo para determinar la variación del espesor (Hinchamiento) y absorción de agua en tablero de partículas, se tomó como referencia la norma argentina IRAM N° 9543 aplicando el tiempo (1 semana) que mencionan para la prueba. En la figura 18, se observan las etapas de la realización de la prueba de hinchamiento, se toman las mediciones iniciales en las probetas secas utilizando micrómetros(a), así también se toman las medidas de peso y volumen (b) y se vuelven a realizar las mediciones en las probetas húmedas (c).

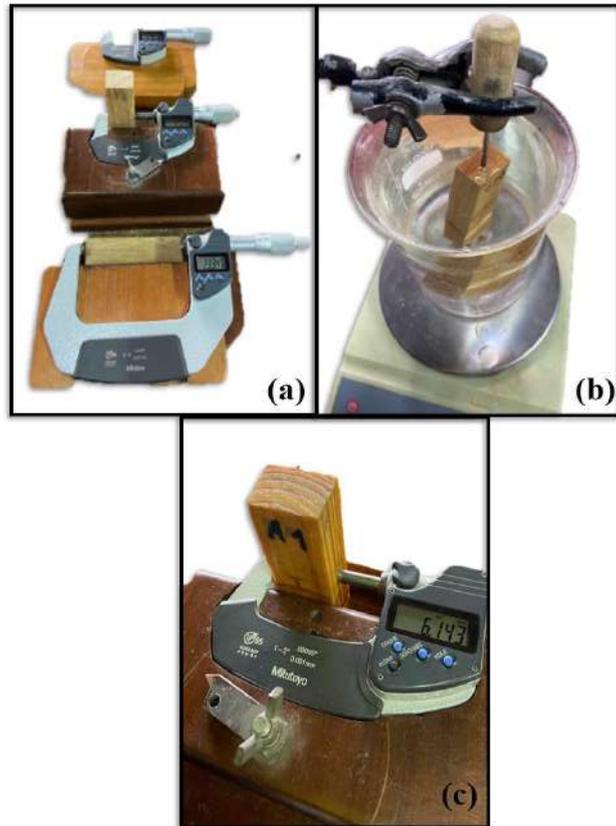


Figura 18: Trabajo en laboratorio de la prueba de hinchamiento

También se registraron valores de Hinchamiento máximo (H%) y la Eficiencia anti hinchamiento de madera (EAH%) empleados por Rowell y Ellis (1978), Hill (2006) ambos mencionados por Rautkari *et al* (2013).

4.7.4. Colorimetría

Para determinar la variación de color de las probetas sin tratamiento en comparación a las probetas sometidas a torrefacción se utilizó la norma TAPPI T 524 Color (L^* , a^* , b^*) - SGS-IPS Testing, empleando el Espectrocolorímetro LC-100 Lovibond (Figura 19).



Figura 19: Colorímetro en toma de datos con probetas sometidas a torrefacción

La evaluación consistió en calificar la diferencia de color (ΔE^*a^*b) entre las probetas testigo y las probetas tratadas térmicamente empleando 10 repeticiones. La calificación de la diferencia de color según percepción del ojo humano se presenta en la Tabla 12.

Tabla 12: Rango de aceptación de colores según percepción del ojo humano

| Escala | Diferencia de Color ΔE^*a^*b | Percepción del ojo humano |
|--------|--------------------------------------|---|
| 1 | Hasta 0,1 | No hay diferencia evidente entre los colores |
| 2 | 0,1 a 0,2 | Límite de diferencia perceptible por un experto |
| 3 | 0,2 a 0,4 | Límite de diferencia perceptible por una persona |
| 4 | 0,4 a 0,80 | Rango usado donde estrictas diferencias de color son necesario |
| 5 | 0,8 a 1,5 | Rango usado a menudo en control de color de productos |
| 6 | 1,5 a 3 | Rango en el cual los productos parecen del mismo si están separados (sin tocarse) |
| 7 | Más de 3 | Rango donde ocurren las quejas relacionadas con el color |
| 7,1 | 3 a 7,5 | *Máximo rango de color aceptado |
| 7,2 | 7,5 a 12 | **Rango de diferencia de color rechazado |
| 8 | Más de 12 | Color de nombre diferente |

Fuente: Konika Minolta (2012)

Para realizar una adecuada interpretación de las coordenadas CIELab, se define según Lips (1991) citado por Gonzales (2016) a la luminosidad o coordenada “L” con la variación de la

brillantes o blancura, que va del blanco (+L) a negro (-L); se define a la saturación como coordenada (a), siendo la calidad del rojo (+a) y la calidad del verde (-a) (Lips, 1991; Gonzales 2016); y al matiz o tono se relaciona con la coordenada (b) siendo la calidad de amarillo (+b) o del azul (-b).

3.8. Diseño y análisis estadístico

4.8.1. Diseño Experimental

El diseño del experimento comprende la aplicación de dos variables, tiempo y temperatura de tratamiento, con dos y tres niveles respectivamente. La cantidad de probetas que se dimensionaron y el número de repeticiones a realizarse por tratamiento considerando los parámetros escogidos se presentan en la Tabla 13.

Tabla 13: Cantidad de probetas para ensayos físicos

(‘) minutos empleados en el tratamiento, (°) grados centígrados

| Tiempo | Temperatura | Pruebas Físicas | | | | | Pruebas Químicas | | | | |
|--------|-------------|-----------------|----------|----------------------|--------------|--------------|------------------|------------|---------|--------------|----------|
| | | Nro | Densidad | Contenido de Humedad | Hinchamiento | Colorimetría | Nro | Extraíbles | Lignina | Holocelulosa | Celulosa |
| 15 min | 180° | 10 | x | x | x | x | 3 | x | x | x | x |
| | 200° | 10 | x | x | x | x | 3 | x | x | x | x |
| | 220° | 10 | x | x | x | x | 3 | x | x | x | x |
| 30 min | 180° | 10 | x | x | x | x | 3 | x | x | x | x |
| | 200° | 10 | x | x | x | x | 3 | x | x | x | x |
| | 220° | 10 | x | x | x | x | 3 | x | x | x | x |

Las variables dependientes serán: contenido de humedad (%), densidad básica (kg/m³), hinchamiento volumétrico (%), variación de color, cantidad de extractivos (%), cantidad de lignina (%), cantidad de holocelulosa (%), cantidad de celulosa (%), cantidad de hemicelulosa (%).

Para la realización del presente estudio se plantearon las siguientes hipótesis:

Hipótesis nula (H₀): La Torrefacción no influye significativamente en las propiedades físicas, composición química y color.

Hipótesis alterna (H_a): La Torrefacción influye en las propiedades físicas, composición química y color.

La hipótesis nula establece que todas las medias de la población (medias de los niveles de los factores) son iguales, lo que significa que la torrefacción no influye en las propiedades físicas y color, mientras que la hipótesis alternativa establece que al menos una es diferente, queriendo decir que el proceso térmico si influye.

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_k$$

H_a: no todas las medias son iguales

* μ_i es la media del i-ésimo nivel del factor.

Se empleará un diseño factorial, donde los factores son A) Temperatura (180°C, 200°C, 220°C) y B) Tiempo (15 minutos y 30 minutos).

Mediante el modelo aditivo lineal:

$$R = K_0 + K_1t + K_2T + K_3tT$$

Donde:

K₀: efecto de la media general.

K₁t: efecto del factor tiempo.

K₂T: efecto del factor temperatura.

K₃tT: efecto de la interacción entre el tiempo y la temperatura

Para el análisis estadístico se realizó se realizó un análisis de varianza (ANOVA). Previamente se evaluó el cumplimiento de los supuestos de homogeneidad de varianza y distribución normal. En caso de significancia de alguna de las fuentes de variación del

ANOVA, se realizó la prueba Tukey a un nivel de confianza del 95%. Se realizaron las correcciones a los diseños factoriales en caso de ser necesario.

Los resultados son presentados mediante tablas y gráficos considerando: valores promedios y coeficientes de variabilidad para cada propiedad física y química.

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La madera empleada en el presente estudio fue extraída de la plataforma de pallets hechas de *Pinus patula*. Los pallets de exportación cumplen con la norma NIMF 15, confirmándose haber sido expuestas a temperatura de 56°C durante 30 minutos, y viéndose expuesta a esfuerzos al soportar el peso de las bobinas de papel importado. Las probetas utilizadas, presentan en el área transversal anillos, característica de la especie escogida, estos anillos se cuantificaron en cada probeta teniendo un número entre 5 – 12 anillos.

Los resultados se obtuvieron realizando los pasos explicados en la metodología, permitiendo conocer la influencia del tiempo y temperatura. Se analiza la parte química de la madera de *Pinus patula* antes y después de la torrefacción, para poder discutir los efectos en las propiedades físicas.

4.1. Características químicas

4.1.1. Extractivos

En la Tabla 14 se observa que el contenido de extractivos obtenidos presenta la tendencia en aumento hasta la temperatura de 220°C 15 minutos alcanzando el valor porcentual relativo de 2,71 %, en las mediciones a 220°C 30 minutos el porcentaje de extractivos disminuye a valores de 2,00%.

Tabla 14: Valor porcentual relativo de extractivos en probetas control, con tratamiento y p-valor

| Temperatura (°C) | Tiempo (min) | |
|--------------------------|---------------------|------|
| | 15 | 30 |
| 180 | 2,19 | 2,53 |
| 200 | 2,21 | 2,02 |
| 220 | 2,71 | 2,00 |
| Control | 2,17 | |
| ANOVA F (P-valor) | | |
| Tiempo | 0,8561 (0,3731) | |
| Temperatura | 0,6067 (0,5610) | |
| Interacción | 2,2409 (0,1490) | |

Los extractivos de la madera de *Pinus patula* son afectados por la interacción de los parámetros con un p-valor de 0,1490, aun sin ser una variación estadísticamente significativa.

Los efectos de las variables se presentan en la Figura 20, donde se observa un aumento en el valor porcentual a 180°C con 30 min, debido a que la temperatura promueve la formación de nuevos compuestos mediante la degradación de carbohidratos y en menor medida de ligninas. Sin embargo, en el tratamiento realizado a 200°C y 220°C se observa la disminución del valor porcentual, esto se debe a la desaparición de los ácidos resínicos de la madera a partir de los 200°C (Nuopponen *et al.*,2003) debido a la ruptura de enlaces glucosídicos de compuestos de bajo peso molecular que se solubilizan en etanol.

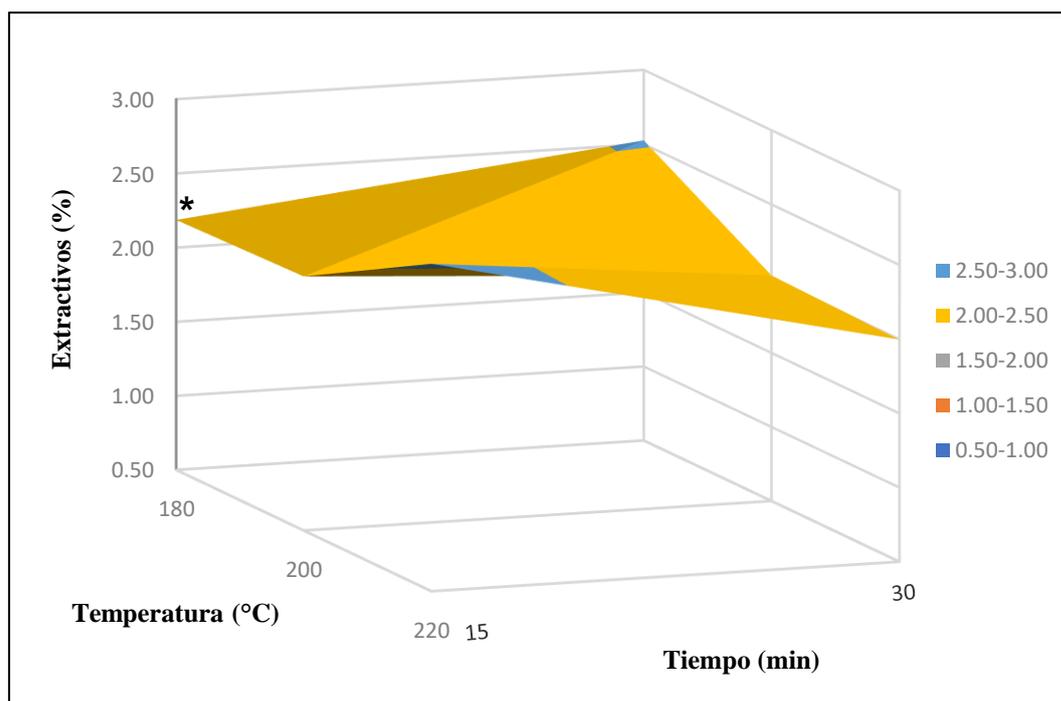


Figura 20: Variación de Extractivos en función tiempo y temperatura de tratamiento

El asterisco (*) representa el valor de probetas control.

Durante el proceso de modificación entre 150°C – 240°C se produce la formación de nuevos extractivos y degradación de otros compuestos que pueden contribuir al aumento de volumen de la pared celular, lo cual afectará las propiedades de sorción, posiblemente enmascarando grupos OH accesibles (Hill, Altgen, & Rautkari, 2021). Debido a esto, el valor nominal de extractivos durante el tratamiento térmico entre 180°C a 220°C no se ve significativamente alterado y las propiedades físicas se pueden ver afectadas.

En otro estudio, con *P. patula*, se demuestra que los efectos de la temperatura y tiempo afectan los principales componentes de los extractivos, los cuales son α -pineno (35,2 %), β -felandreno (19,5 %), abietatrieno (9,3%) y Z-cariofileno (8,9%) en mayor porcentaje son monoterpenos y sesquiterpenos; otros componentes presentes en cantidades apreciables fueron α -humuleno, germacreno D, espatulenol, óxido de cariofileno y óxido de manoilo (Amri *et al.*, 2011)

Los contenidos de extractivos coinciden con las pruebas realizadas por Piernick *et al.* (2022) en *Pinus sp.* el cual observa la disminución de hasta 18% en el valor nominal de los extractivos, obteniendo valores de 13,8% en la madera control y hasta valores de 10,08% en las maderas con tratamiento empleando el etanol como solvente, realizando el tratamiento a 220°C por 6 horas. Caso contrario en las pruebas realizadas por Mohareb *et al* (2011) en *Pinus patula* se registró el aumento porcentual de extractivos en madera torrefactada empleando tolueno/etanol como solvente.

4.1.2. Lignina

En la Tabla 15 se presentan los valores de variaciones porcentuales de lignina en función de las variables en estudio.

Tabla 15: Valor porcentual relativo de lignina en probetas control, con tratamiento y p-valor

| Temperatura (°C) | Tiempo (min) | |
|-----------------------------|---------------------|-------|
| | 15 | 30 |
| 180 | 29,36 | 27,39 |
| 200 | 35,42 | 30,32 |
| 220 | 25,72 | 27,15 |
| Control | 35,57 | |
| ANOVA F(P-valor) | | |
| Tiempo | 0,86 (0,36) | |
| Temperatura | 7,11 (0,0009)** | |
| Interacción | 1,56 (0,24) | |
| Tukey en temperatura | | |
| 220 | A | |
| 180 | AB | |
| 200 | B | |

Mediante el análisis se demostró que no hay influencia de la variable tiempo, pero si hubo influencia altamente significativa de la temperatura sobre los valores de lignina. La prueba de Tukey muestra la diferencia entre los efectos provocados por los tratamientos, siendo el tratamiento a 200°C el de mayor variación. En la madera torrefactada de *Pinus patula*; no se observó influencia de la interacción tiempo-temperatura (Tabla 15).

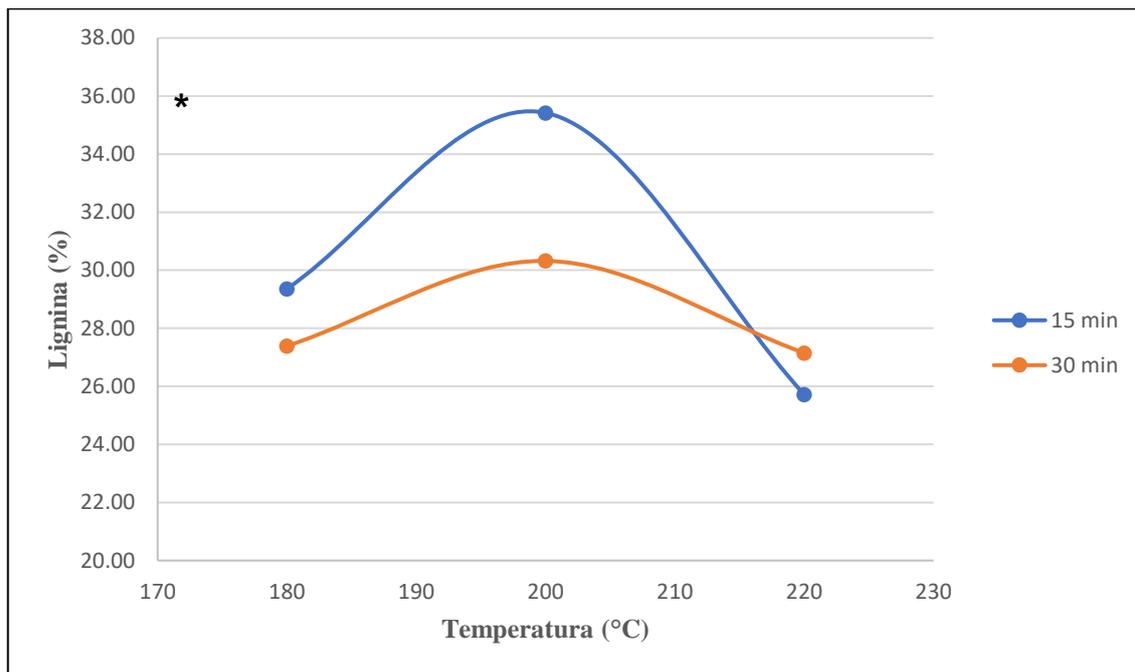


Figura 21: Variación de Lignina en función al tiempo y temperatura de tratamiento

El asterisco (*) representa el valor de probetas control.

En la Figura 21 se observa la disminución del valor porcentual de lignina en los tratamientos, respecto al valor de la madera no tratada, y se debe a la ruptura de enlaces, pérdida de contenido de acetilo y pérdida de los grupos metoxi, siendo un punto clave los 200°C donde se evidencia un quiebre para la disminución más pronunciada de lignina (Hill, Altgen, & Rautkari, 2021).

Aunque se considera a la lignina como el polímero más estable térmicamente, no tiene una temperatura de degradación específica, autores mencionan que la ruptura de enlaces comienza a los 200 °C, donde se comienza una pérdida fundamental de masa (Manals-Cutiño *et al.*, 2011), y continúa hasta los 900 °C (Sjöström 1981, Wang *et al.* 2007, Pereira *et al.* 2013). Existen indicios de que la lignina comienza a degradarse al inicio del tratamiento, pero a una tasa menor que los polisacáridos, según lo informado por algunos autores (Esteves & Pereira, 2009), evidenciando cambios, pero no una degradación significativa.

Hofman *et al.* (2008) menciona que, al aumentar la temperatura en el proceso de torrefacción, el componente lignina se ablanda primero a 70- 80 °C, posteriormente se

forman radicales en las reacciones de despolimerización que a su vez se condensan a 140-200 °C en compuestos que presumiblemente tienen menor polaridad como los fenoles. Se evidencia que la descomposición de la lignina comienza alrededor de los 160 °C, ocasionando la pérdida del aromático C = O (Yin *et al.* 2011, Obataya *et al.* 2019) lo que conduce a una reducción de peso de alrededor del 40% en peso de la masa original el compuesto (Hornung *et al.*, 2021). En este proceso térmico la higroscopicidad de la lignina disminuye significativamente (Pecina 1985 mencionado por Hofman *et al.* 2008) esto explicaría la influencia de la lignina en los resultados obtenidos en otras propiedades de la madera.

4.1.3. Holocelulosa

A continuación (Tabla 16) se presentan los valores de holocelulosa resultante de cada tratamiento.

Tabla 16: Valor porcentual relativo de holocelulosa en probetas control, con tratamiento y p-valor

| | Tiempo (min) | |
|-----------------------------|---------------------|-------|
| Temperatura (°C) | 15 | 30 |
| 180 | 81,32 | 71,54 |
| 200 | 64,03 | 62,29 |
| 220 | 76,05 | 77,02 |
| Control | 77,8 | |
| ANOVA F (P-valor) | | |
| Tiempo | 1,14 (0,3069) | |
| Temperatura | 7,25 (0,0086**) | |
| Interacción | 0,96 (0,4113) | |
| Tukey en temperatura | | |
| 220 | A | |
| 180 | A | |
| 200 | B | |

Estadísticamente los valores porcentuales de holocelulosa solo se ven influenciados de manera altamente significativa por la temperatura sobre la madera torrefactada de *Pinus patula*.

En la Figura 22 se observa la variación de los valores porcentuales de holocelulosa por efecto de la temperatura siendo notorio una disminución en general, pero más pronunciada a los 200°C, correspondiente a los resultados de la prueba Tukey en la Tabla 16. Estos cambios de reducción de este componente suceden por la disminución de enlaces O/C presentes en la estructura de la holocelulosa; también se atribuye este comportamiento a las modificaciones que sufre la celulosa y hemicelulosa.

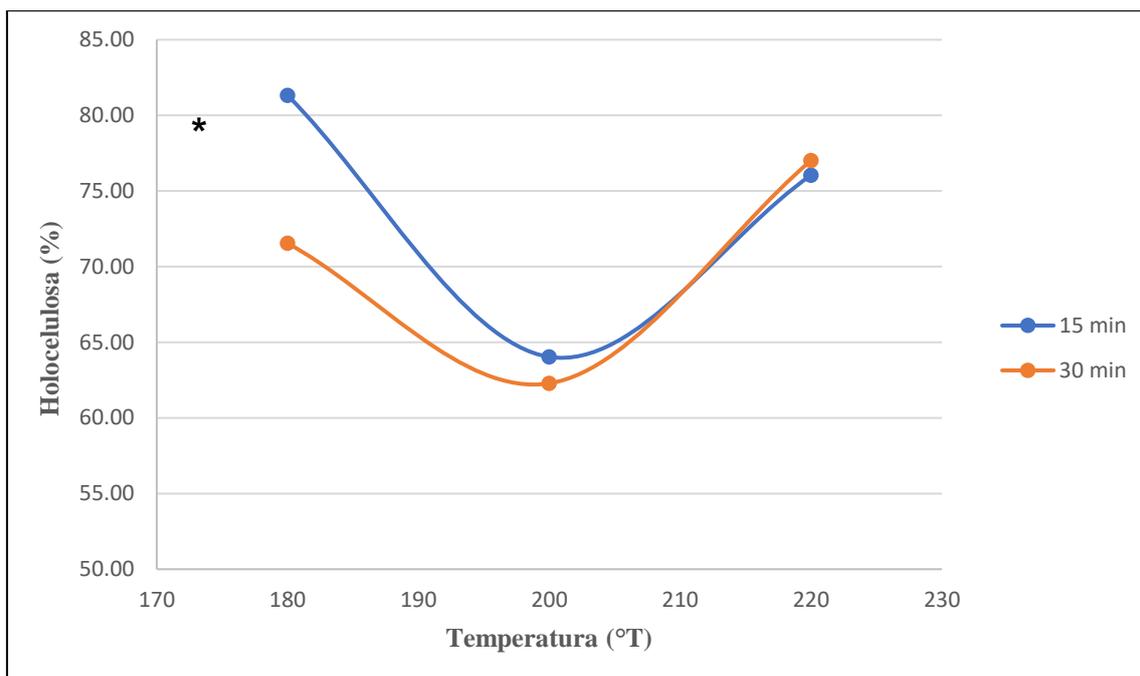


Figura 22: Variación de holocelulosa en función tiempo y temperatura de tratamiento

El asterisco (*) representa el valor de probetas control.

Realizando una comparación con los otros compuestos, se observa que la disminución de holocelulosa a los 200°C coincide con el aumento de la lignina presente en las probetas torrefactadas a la misma temperatura. Estos resultados coinciden con Mohareb *et al.*, (2011) quien valida la disminución de enlaces O/C en la holocelulosa se debe principalmente a las reacciones de deshidratación en su estructura.

4.1.4. Celulosa

En la Tabla 17 se presentan los valores porcentuales de la celulosa en las probetas sometidas a torrefacción, incluyendo el valor de la muestra sin tratar.

Tabla 17: Valor porcentual relativo de celulosa en probetas control, con tratamiento y p-valor

| Temperatura (°C) | Tiempo (min) | |
|--------------------------------------|---------------------|-------|
| | 15 | 30 |
| 180 | 75,73 | 67,13 |
| 200 | 59,75 | 51,76 |
| 220 | 51,23 | 71,50 |
| Control | 44,58 | |
| ANOVA F (P-valor) | | |
| Tiempo | 11,27 (0,0046**) | |
| Temperatura | 7,09 (0,0039**) | |
| Interacción | 8,19 (0,0044**) | |
| Tukey en tiempo y temperatura | | |
| 180°C 150 min | A | |
| 220°C 30 min | A | |
| 180°C 30 min | AB | |
| 200°C 150 min | AB | |
| 200°C 30 min | B | |
| 220°C 15min | B | |

El análisis estadístico de estos resultados demuestra el efecto altamente significativo al 95% de la temperatura, el tiempo, y su interacción, sobre la celulosa posterior al tratamiento de torrefacción.

La influencia de las dos variables en estudio, tiempo y temperatura, sobre la celulosa es importante debido a los efectos generados, probablemente por favorecer las reacciones térmicas en la celulosa; cabe mencionar que estas reacciones actúan principalmente por la fracción amorfa que la cristalina. Al respecto, los cambios estructurales y la reacción de reticulación del polímero, están influenciados por un tratamiento térmico que degrada y ocasiona cambios en las regiones amorfas, las cuales son altamente higroscópicas (Lengowski *et al.*, 2013), disminuyendo los carbohidratos hidrofílicos de la madera (Santos

*et al.*2014). Por lo contrario, las reacciones que suceden en las zonas cristalinas se ven menos afectadas por el tratamiento térmico (Esteves y Pereira, 2009). Al aumentar las zonas cristalinas en la celulosa se convierte en un componente inaccesible a los grupos hidroxilos (Wikberg y Maunu 2004, Bhuiyan y Hirai 2005, Boonstra y Tjeerdsma 2006) promoviendo la hidrofobicidad de la madera.

En la Figura 23 se observa gráficamente el aumento del valor porcentual de celulosa en comparación a las pruebas control siendo numéricamente mayor en los tratamientos a 220°C 30 minutos.

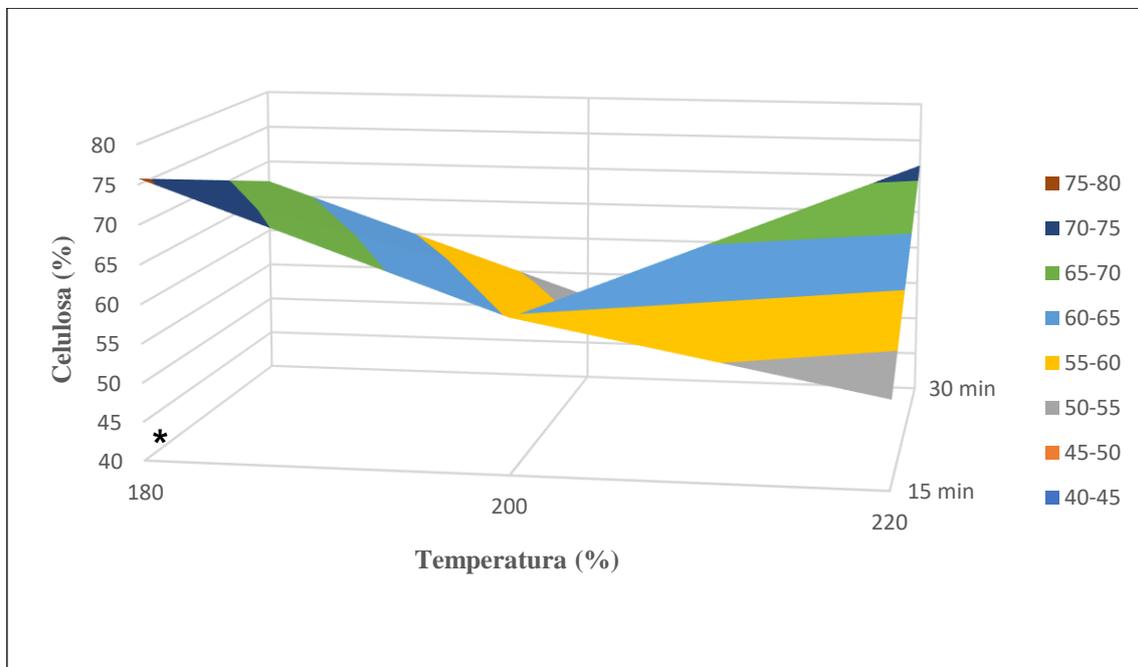


Figura 23: Variación de celulosa en función tiempo y temperatura de tratamiento

El asterisco (*) representa el valor de probetas control.

La explicación probable a estos cambios está relacionados a la estructura físico-química de la celulosa; conforme va aumentando la temperatura, el ancho del cristal de celulosa aumenta (teniendo en cuenta la pérdida de peso de la muestra) hasta que las muestras de madera son expuestas a tiempos prolongados de calentamiento, que es donde la proporción de cristalinidad desciende (Hill, Altgen, & Rautkari, 2021). El descenso está vinculado a la

temperatura de degradación de celulosa, la cual va entre 325-375 °C (Shafizadeth & Chin, 1977), temperaturas mayores en comparación a las empleadas en el presente estudio.

Los resultados coinciden con los datos obtenidos por Piernik *et al.* (2022), que reporta un aumento de valores de 45,24% hasta 57,28% de celulosa en madera de pino sometido a tratamiento a 220°C. Así también, se encontró evidencias que la distancia interfibrilar en la celulosa aumenta cuando la madera se calienta en vapor saturado (Kyma *et al.*, 2018) o en medio seco (Hill, Altgen, & Rautkari, 2021) a 150 °C o 180 °C vinculándose a un mayor valor porcentual como en los resultados obtenidos.

4.1.5. Hemicelulosa

Los valores de este componente se obtuvieron por diferencia entre el valor porcentual de holocelulosa menos celulosa. En la Tabla 18 se observa los valores de hemicelulosa obtenidos en las probetas sometidas a tratamiento de torrefacción; el valor porcentual relativo de la probeta sin tratar fue 33,22%.

Tabla 18: Valor porcentual relativo de hemicelulosa en probetas control, con tratamiento y p-valor

| Temperatura (°C) | Tiempo (min) | |
|-----------------------------|---------------------|-------|
| | 15 | 30 |
| 180 | 7,87 | 7,26 |
| 200 | 5,08 | 10,53 |
| 220 | 24,82 | 6,86 |
| Control | 33,22 | |
| ANOVA F (P-valor) | | |
| Tiempo | 0,68 (0,4246) | |
| Temperatura | 0,45 (0,6446) | |
| Interacción | 1,93 (0,1875) | |

En el análisis estadístico se encontró que la interacción de tiempo-temperatura tuvo influencia sobre los resultados, con un menor p-valor de 0,1875. Las variables tiempo y temperatura, en forma independiente no mostraron influencia estadística significativa.

En la Figura 24, se observa que los valores obtenidos en todos los tratamientos son menores a los de la muestra sin tratar (probeta de control), en especial los resultados a 200°C por 15 minutos donde la degradación de hemicelulosa fue menor.

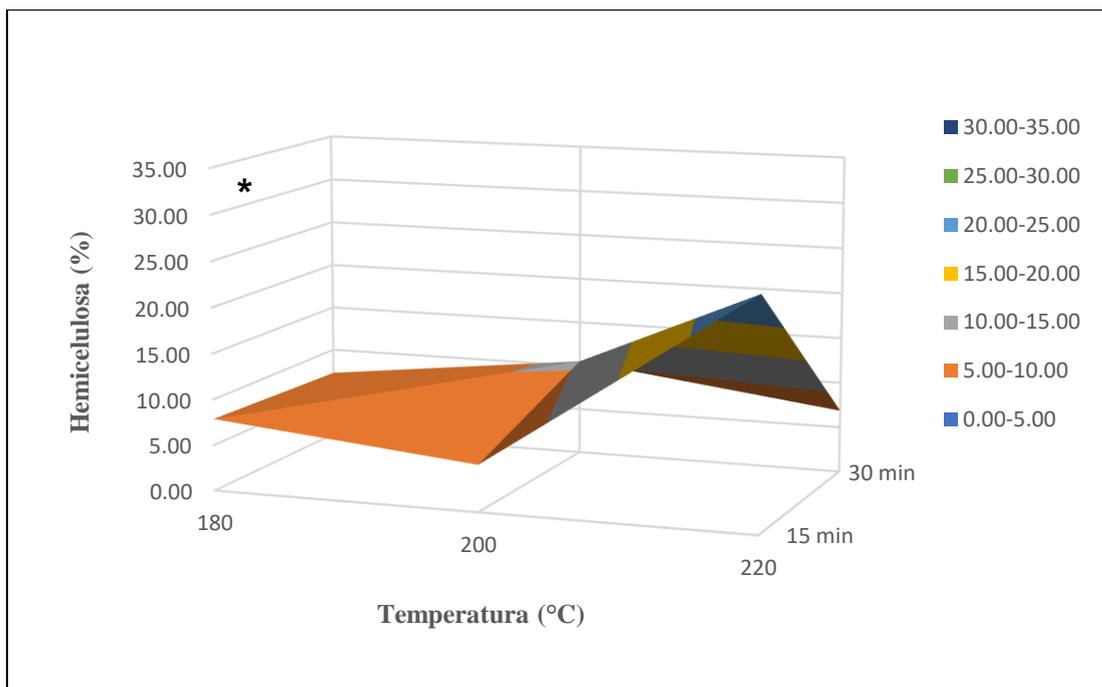


Figura 24: Variación de hemicelulosa en función tiempo y temperatura de tratamiento

El asterisco (*) representa el valor de probetas control.

En el caso de las hemicelulosas, la explicación sobre la variación de sus resultados se debe a que la temperatura ocasiona la ruptura de enlaces en su estructura ocasionando reacciones de deshidratación en la hemicelulosa hasta los 100°C provocando la disminución de grupos hidroxilo (Weiland & Guyonnet, 2003). Asimismo, conforme aumenta la temperatura a 200°C o más, la hemicelulosa pierde enlaces OH y se modifica convirtiéndose en sustancias menos higroscópicas como el polímero de furfural (Kamdem *et al.* 2002). Además, se promueve la desacetilación y formación de ácido acético que actúa como catalizador de las reacciones de despolimerización acelerando la degradación de los polisacáridos (González – Peña y Hale, 2009 mencionado por Herrera- Builes *et al.* 2022).

Los presentes resultados a pesar de no ser estadísticamente significativo, coinciden con los obtenidos por Piernick *et al.* (2022) el cual obtuvo un porcentaje de hemicelulosa de 42,26% en maderas sin torrefactar de *Pinus spp.* y pudo registrar la disminución de hemicelulosa a 6,32% en el tratamiento a temperaturas de 220°C por 4 horas. La mayoría de pruebas realizadas emplean tiempos de tratamiento extensos para tener mayor degradación de hemicelulosa.

4.1.6. Rendimiento de masa por Torrefacción

Los cambios en la estructura química están vinculados a la pérdida de masa reflejada en los siguientes resultados. En la Tabla 19 se observa los resultados de pérdida de masa, el tratamiento a 220°C por 30 minutos tiene el rendimiento de masa de 90,2% siendo la de mayor pérdida de masa.

Tabla 19: Valores de rendimiento de masa en probetas sometidas a torrefacción

| Temperatura (°C) | Tiempo (min) | |
|---------------------|--------------------|-------|
| | 15 | 30 |
| 180 | 94,27 | 93,85 |
| 200 | 93,48 | 92,07 |
| 220 | 92,48 | 90,20 |
| ANOVA F(P- valor) | | |
| Tiempo | 12,92 (0,00068***) | |
| Temperatura | 27,80 (0,0000***) | |
| Interacción | 4,86 (0,0315*) | |

El análisis estadístico demostró que tanto el tiempo, temperatura tienen efectos altamente significativos y su interacción, efecto significativo, sobre la reducción de masa en la madera de *Pinus patula*.

El tratamiento de 180°C por 15 minutos presenta un rendimiento de masa de 94,27% ocasionando una pérdida menor al rango máximo de 6% similar a lo encontrado por Viitaniemi *et al.* (1997). Los cinco tratamientos siguientes exceden el rango, el tratamiento en madera de *Pinus patula* desde los 180°C 30 minutos hasta los 220° 30 min presenta pérdidas de masa entre 6.15% - 9.8%, siendo consideradas con mayor estabilidad (Olarescu *et al.*, 2014), pero al mismo tiempo, la madera se vuelve más débil.

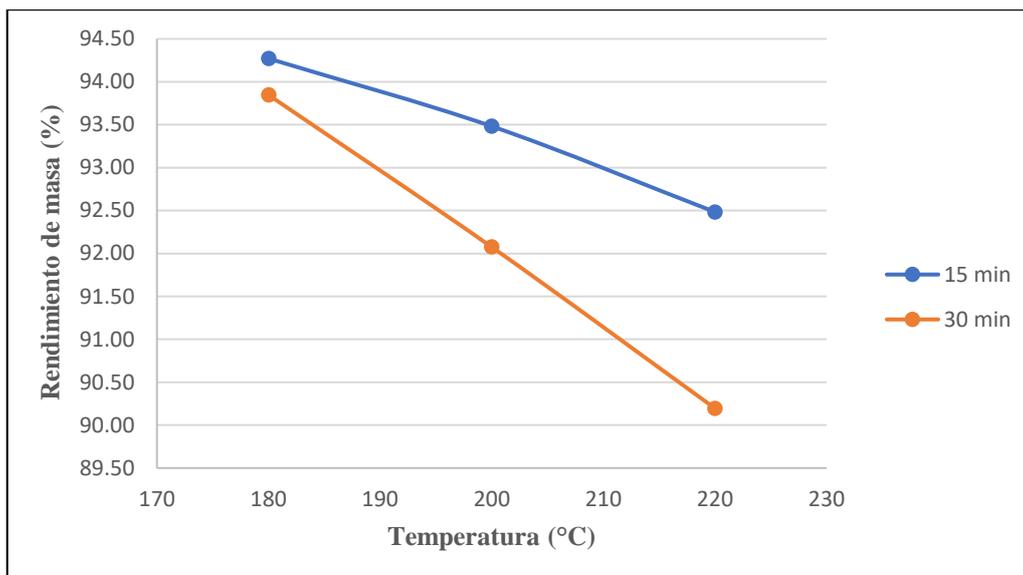


Figura 25: Rendimiento de masa después del tratamiento de torrefacción

El rendimiento de masa en el tratamiento de torrefacción por 30 minutos siempre será menor que a 15 minutos, disminuyendo progresivamente con el aumento de temperatura (Figura 25). La disminución del rendimiento de masa está estrechamente relacionado a la composición química de la madera de *Pinus patula*. En la Tabla 20 se observan los valores de correlación del rendimiento de masa con los componentes químicos obtenidos.

Tabla 20: Coeficiente de correlación y determinación entre rendimiento de masa y componentes químicos en *Pinus patula*

| Componentes | Coeficiente de correlación | Coeficiente de determinación |
|--------------|----------------------------|------------------------------|
| Celulosa | 0,8404 | 0,7064 |
| Lignina | 0,2506 | 0,0628 |
| Hemicelulosa | 0,1070 | 0,0115 |
| Holocelulosa | 0,3975 | 0,1581 |

La celulosa resulta el componente que presenta mayor coeficiente de correlación y determinación con el rendimiento de masa (Figura 26), debido a que el tratamiento afecto principalmente las zonas amorfas de este componente. En los resultados, el rendimiento de

masa disminuye debido a un proceso de secado y degradación térmica de los componentes de madera de baja estabilidad térmica (Chen y Kuo 2010, Phanphanich y Mani 2011) como los polisacáridos amorfos (Fengel y Wegener 1989; Sivonen *et al.* 2002; Yildiz *et al.* 2006).

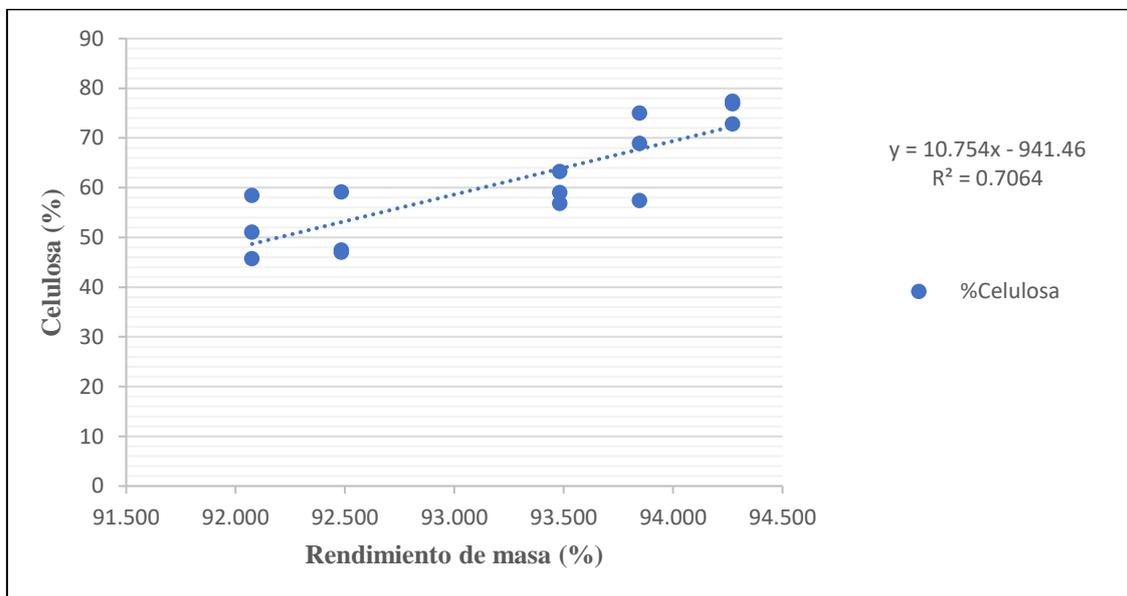


Figura 26: Correlación entre el rendimiento de masa y la celulosa

De forma simultánea, la formación de materiales carbonosos dentro de la estructura de la madera conduce a una fuerte disminución de enlaces Oxígeno/Carbono (O/C) en la madera (Inari *et al.* 2006, 2007). Al disminuir las relaciones atómicas H/C y O/C a medida que aumenta la temperatura de torrefacción, se libera materia volátil constituida por CO no condensable, CO₂ y gases condensables como H₂, CH₃, OH, HCOOH y CH₃COOH (Ramos – Carmona *et al.*, 2017).

Ramos – Carmona *et al.* (2017) presentan los resultados de su estudio en madera de *Pinus patula* sometida a torrefacción, el rendimiento másico de madera torrefactada disminuyó cuando la temperatura de torrefacción aumentó, coincidiendo con nuestros resultados. El rendimiento másico para probetas a 200°C y 250°C no se redujo significativamente en comparación con probetas a 300°C (todos los tratamientos duraron 30 minutos) donde la pérdida de masa aumentó drásticamente (Ramos – Carmona *et al.*, 2017).

4.2. Propiedades físicas

En las probetas sometidas a tratamiento de torrefacción fueron evaluadas mediante las pruebas de densidad, contenido de humedad, hinchamiento y colorimetría.

4.2.1. Densidad básica

En la Tabla 21, se presentan los valores de densidad básica de las probetas sometidas a los ensayos de torrefacción; los valores oscilan entre 0,40 g/cm³ a 0,49 g/cm³, siendo el valor de la madera sin tratar de 0,46 g/cm³.

Tabla 21: Resultados de densidad básica en probetas control y con tratamiento

| Temperatura (°C) | Tiempo (min) | |
|---------------------|---------------|------|
| | 15 | 30 |
| 180 | 0,47 | 0,45 |
| 200 | 0,49 | 0,40 |
| 220 | 0,45 | 0,44 |
| Control | 0,46 | |
| ANOVA F (P-valor) | | |
| Tiempo | 1,85 (0,1786) | |
| Temperatura | 0,22 (0,8001) | |
| Interacción | 0,41 (0,6681) | |

Si bien no se obtuvo variación estadísticamente significativa al 95% de confianza en los tratamientos, la variable tiempo tuvo parcial influencia sobre los resultados, con un p-valor de 0,1786. En el cuadro se observa la variación de la densidad básica en las tres temperaturas empleadas por parámetro de tiempo escogido, alcanzando un valor de densidad básica de 0,44 g/cm³ en el tratamiento de mayor intensidad (220°C) y mayor tiempo (30 minutos).

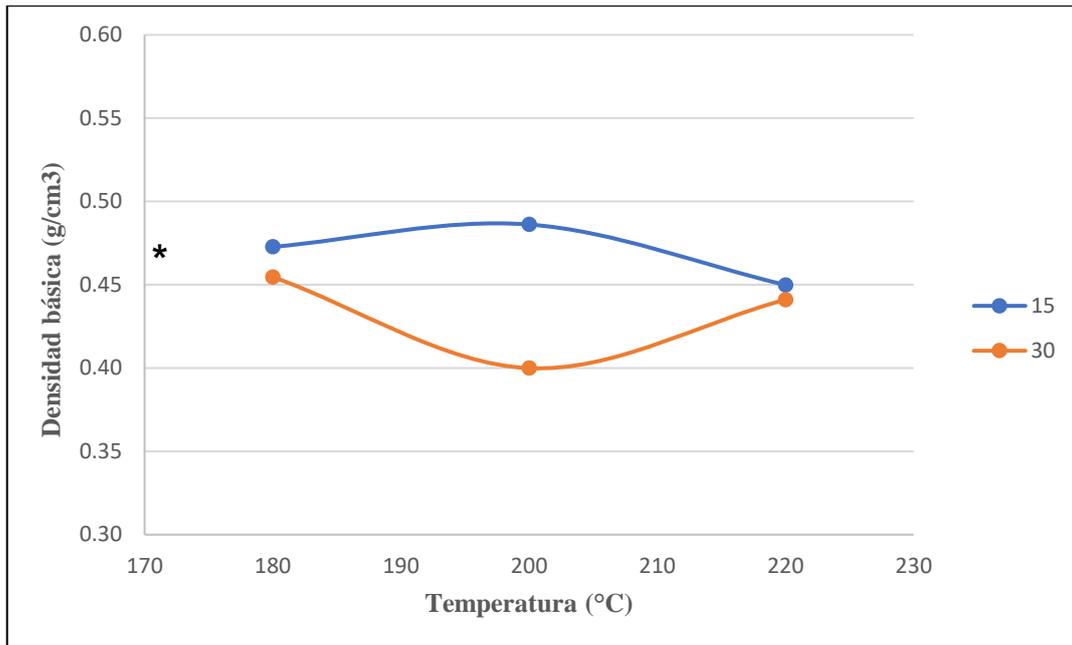


Figura 27: Valores de densidad básica en maderas sometidas a torrefacción

El asterisco (*) representa el valor de probetas control.

La variación de la densidad básica (Figura 27) es ocasionada por la conversión de la estructura de las hemicelulosas en productos volátiles y también por la evaporación de algunas sustancias extractivas, condiciones con relevante importancia en la disminución de los valores de densidad después de la aplicación de calor. La lignina es otro componente que favorece a la modificación parcial de la densidad básica, debido a que sus valores ya presentados en líneas anteriores serán menores en comparación a la prueba control, sin embargo, sufre un aumento a los 200° 15 min, explicando el ligero aumento en los valores de densidad básica.

Comparando con otros autores, Gunduz *et al.* (2009) indica que la densidad disminuye presentando la menor pérdida en condiciones de tratamiento de 170 °C durante 4 horas con valores de 0,774 g/cm³, mientras que la densidad de la madera en el tratamiento a condiciones de 210 °C durante 12 horas fue de 0,683 g/cm³. Perçin *et al.* (2017) también afirma en su estudio que las muestras de madera tratada térmicamente de *Carpinus betulus L.*, *Pinus nigra* y *Abies bornmuellerinana* a una temperatura de 210 °C por 3 horas presentaron la mayor variación de los valores de densidad en comparación los tratamientos de menor temperatura aplicados en las

mismas condiciones a 150°C, 170°C y 190°C. Los autores mencionados determinan que el tiempo de tratamiento es un factor influyente para obtener modificaciones en la densidad.

4.2.2. Contenido de humedad de equilibrio (CHE)

Los valores de CHE son presentados en la tabla 22, siendo estos valores variando entre 3,75 a 7,23 %; el valor de contenido de humedad de la madera no tratada fue de 12,47%.

Tabla 22: Resultados de contenido de humedad de equilibrio en probetas control y con tratamiento

| Temperatura (°C) | Tiempo (min) | |
|--------------------------------------|---------------------|------|
| | 15 | 30 |
| 180 | 7,23 | 7,03 |
| 200 | 6,00 | 4,25 |
| 220 | 4,01 | 3,75 |
| Control | 12,48 | |
| ANOVA F (P-valor) | | |
| Tiempo | 7,29 (0,0000*) | |
| Temperatura | 42,30 (0,000***) | |
| Interacción | 3,53 (0,06408) | |
| Tukey en tiempo y temperatura | | |
| 180°C | A | |
| 200°C | B | |
| 220°C | C | |
| 15 min | A | |
| 30 min | B | |

En el análisis estadístico se identifica que el tiempo y la temperatura tienen un efecto altamente significativo en la madera de *Pinus patula* posterior al tratamiento de torrefacción; la interacción no presenta influencia significativa. Realizando la prueba Tukey se identifica marcadas diferencias entre los tratamientos.

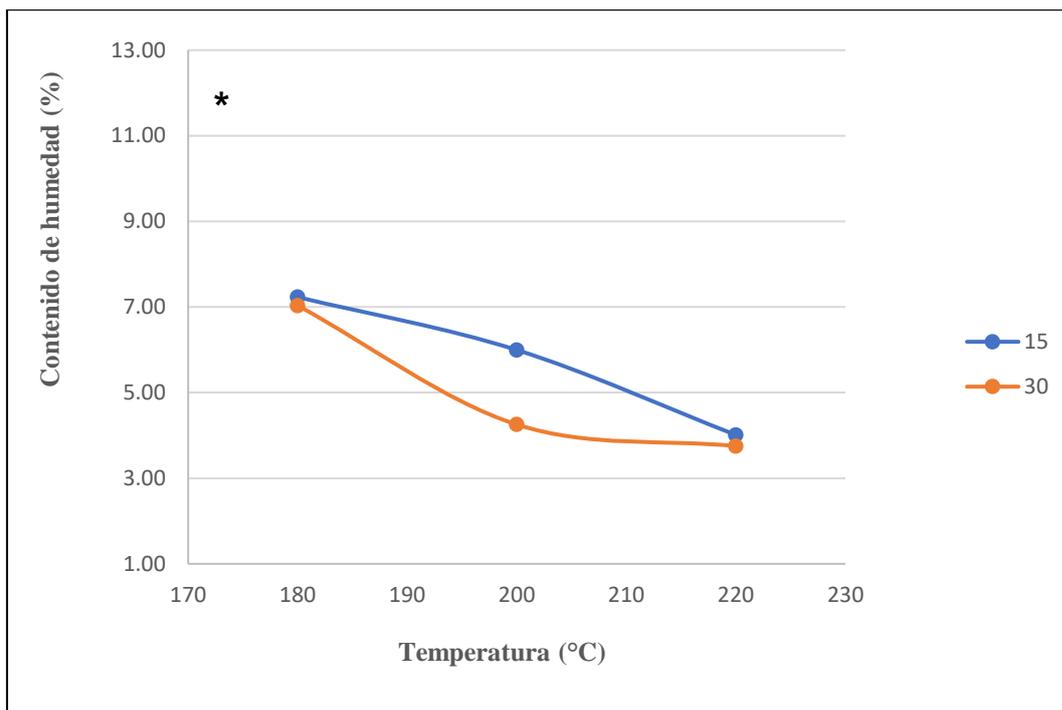


Figura 28: Valores de contenido de humedad en maderas sometidas a torrefacción

El asterisco (*) representa el valor de probetas control.

Los cambios observados (Figura 28) en la menor absorción de humedad en maderas torrefactadas se atribuyeron a cambios en las superficies de los cristalitas de celulosa. Se considera que la torrefacción a baja intensidad de tratamiento produce una disminución de las regiones amorfas de la celulosa en la zona superficial de la madera modificando la conformación molecular en las superficies cristalinas, las microfibrillas de celulosa tienen menos posibilidad de expandirse y absorber agua (Lengoswski *et al.*, 2021). Se crean superficies relativamente hidrofóbicas con poco efecto sobre las dimensiones laterales del cristalito o la cristalinidad general (Hill *et al.*, 2013), explicando también la disminución de la humedad de equilibrio.

La degradación de la hemicelulosa debido al calentamiento a altas temperaturas es otro motivo de la modificación en las propiedades higroscópicas de la madera. Durante los procesos térmicos, el ácido orgánico proveniente de las hemicelulosas crea un ambiente ácido que rompe los enlaces lignina-polisacárido en la estructura de la madera (Wikberg y Liisa, 2004) disminuyendo los grupos hidroxilo presentes, este proceso cambia la madera de

un material higroscópico a uno hidrofóbico, como los polímeros de furfural (Kamdem *et al.*, 2002). Al disminuir una gran cantidad de grupos hidroxilo (-OH) de compuestos de carbono-hidrógeno (Nakano y Miyazaki, 2003) se reduce la absorción del agua de la madera después del tratamiento térmico.

La temperatura afecta a la molécula de lignina volviéndola menos elástica debido a que promueve el cruce de enlaces, las reacciones de policondensación y reticulación (Repellin y Guyonnet 2005, Tjeerdsma y Militz 2005, Boonstra y Tjeerdsma 2006, Esteves *et al.* 2008), aumentando la producción de compuestos fenólicos durante las reacciones de despolimerización (Hofmann *et al.*, 2008)

Durante el estudio se utilizó el higrómetro para poder controlar el contenido de humedad, los resultados fueron puntuales y emitidos por el mismo equipo, siendo en todos los tratamientos torrefactados un aparente CH nulo. Esto se debería principalmente a la aparición de 3-deoxyhectol y d-glucitol durante el rango de temperatura de 180°C -220°C (Shafizadeth & Chin, 1977), sucediendo principalmente en la superficie de la probeta, estos compuestos derivados de la celulosa presentan una estructura química que no les permite formar más enlaces, creando una capa impermeable que protege la madera causando la disminución de absorción de agua.

Así como en los resultados obtenidos, Shukla (2019) encontró que el contenido de humedad de equilibrio (CHE) se ve fuertemente afectado por la severidad de los tratamientos térmicos. Se observó que la madera de *A. auriculiformis* tratada térmicamente tiene un CHE promedio en el rango de 6% en comparación con la madera sin tratar con 12% (Shukla, 2019) comportamiento que coincide con los resultados obtenidos en el presente estudio

4.2.3. Hinchamiento volumétrico

Los resultados obtenidos de este ensayo se presentan en la Tabla 23, mostrando las mediciones promedio realizadas en cada tratamiento durante los tres tiempos de prueba planteados en la metodología, además de los valores estadísticos resultantes.

Tabla 23: Resultados de hinchamiento volumétrico en probetas control y con tratamiento

| Temperatura | Tiempo | Tiempo de prueba | | |
|----------------------------|-------------|------------------|------------|------------|
| | | 2 h | 24h | 168 h |
| 0 | 0 | 14,13 | 15,66 | 17,03 |
| 180 | 15 | 9,69 | 11,19 | 11,65 |
| 180 | 30 | 7,70 | 9,00 | 8,61 |
| 200 | 15 | 7,40 | 8,41 | 8,66 |
| 200 | 30 | 6,30 | 8,19 | 9,16 |
| 220 | 15 | 5,97 | 9,67 | 10,17 |
| 220 | 30 | 4,26 | 6,77 | 7,81 |
| ANOVA F (P-valor) | | | | |
| | Tiempo | 2,22(0,14) | 1,65(0,21) | 0,75(0,39) |
| | Temperatura | 3,70(0,039*) | 0,78(0,46) | 0,17(0,84) |
| | Interacción | 0,06(0,9) | 0,34(0,71) | 0,33(0,72) |
| Tukey en temperatura a 2 h | | | | |
| | 180 | A | | |
| | 200 | AB | | |
| | 220 | B | | |

En la medición a las 2 horas de inmersión en agua se encontró un efecto significativo de la temperatura de torrefacción en el hinchamiento de la madera de *Pinus patula* con un p-valor de 0,039. Al evaluar el efecto de los parámetros a las 24 horas y 168 horas, los resultados fueron no significativos sobre los valores de hinchamiento volumétrico en la madera de *Pinus patula*. La prueba Tukey muestra el cambio gradual entre los resultados de hinchamiento conforme aumenta la temperatura.

En la Figura 29 se observa el comportamiento de los tratamientos durante el tiempo de la prueba registrando su comportamiento a 2 horas, 24 horas y 168 horas (7 días).

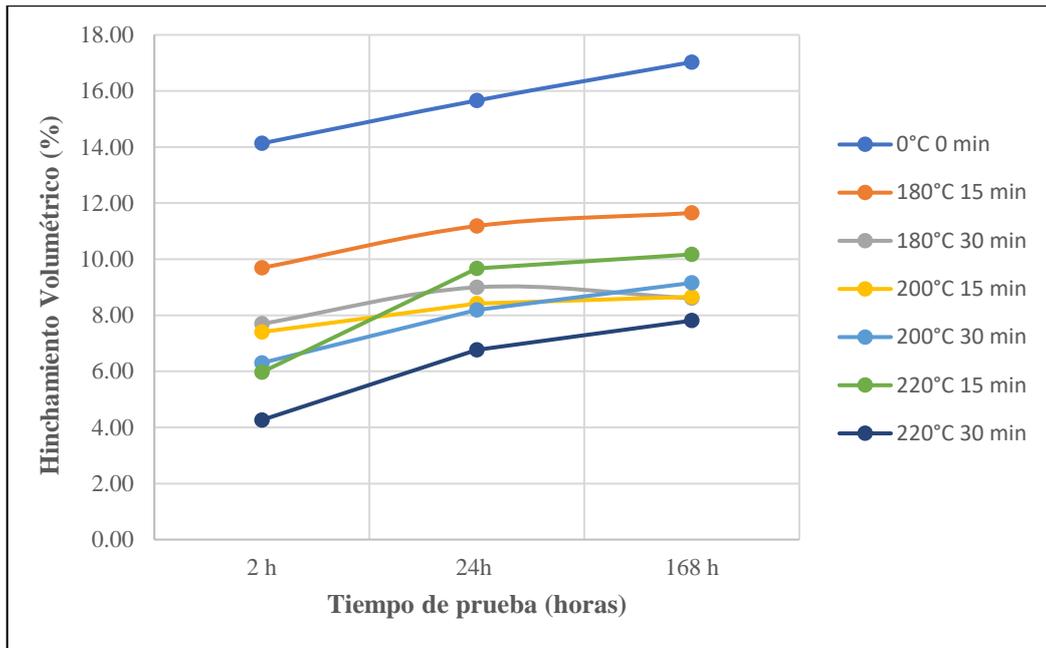


Figura 29: Hinchamiento volumétrico en probetas torrefactadas y control a tres tiempos distintos de medición

En la Figura 30, al evaluar los resultados obtenidos con probetas a 2 horas de inmersión, resultó que a mayor temperatura en el tratamiento menor será el porcentaje de hinchamiento volumétrico llegando a tener valores de 4,26% en el tratamiento de 220°C por 30 minutos. En los resultados de las maderas sumergidas por 24 y 168 horas se observa que el hinchamiento aumenta, aunque no hubo efecto significativo de las variables. En comparación con la madera sin tratar, las probetas torrefactadas presentaron un menor hinchamiento volumétrico.

Se evaluaron los resultados de hinchamiento obtenidos a las 2 horas (Figura 30), las probetas torrefactadas muestran la disminución del hinchamiento volumétrico conforme va aumentando la temperatura por tener un efecto significativo. Las probetas expuestas al tratamiento durante 30 minutos resultan las de menor hinchamiento.

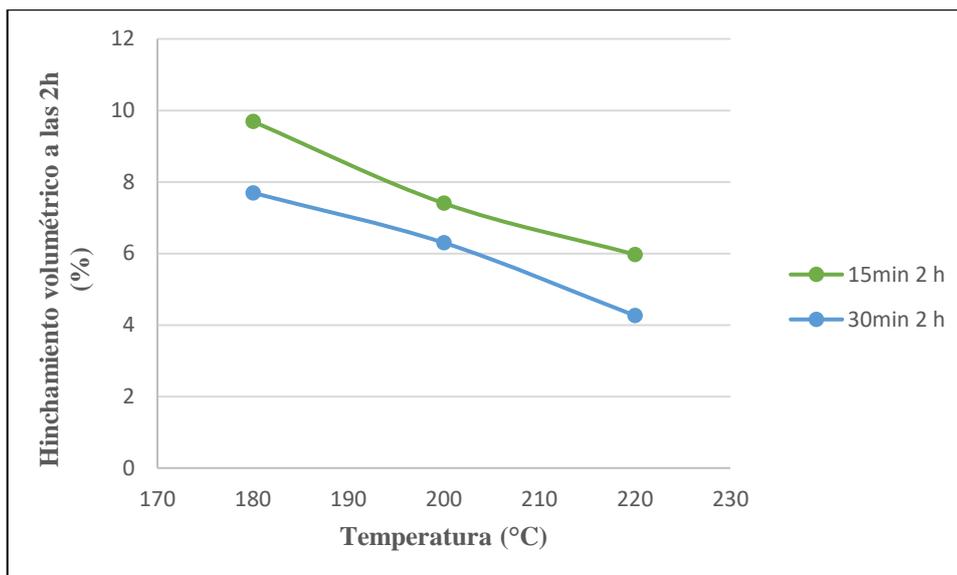


Figura 30: Hinchamiento volumétrico a las 2 horas de prueba en probetas sometidas a torrefacción

La explicación sobre las variaciones en el hinchamiento volumétrico se debe a la modificación química de los polímeros de la pared celular de la madera, principalmente de la celulosa la cual debido al tratamiento térmico genera la aparición de compuestos como 1,6-anhidro- β -d-glucopiranosas, 1,6-anhidro- β -d-glucofuranosas, 3-deoxyhectol, d-glucitol y otros derivados de oligosacáridos (Shafizadeh & Chin, 1977) generando un aumento en la proporción relativa de la celulosa cristalina (Pott, 2004), lo que dificulta la accesibilidad de los grupos hidroxilo libres al agua (Pizzi *et al.*, 1994) volviendo a la madera torrefactada un material hidrófobo. La repelencia al agua va aumentar en la madera conforme aumenta la temperatura de exposición y aumenta la degradación de compuestos químicos en la estructura de la madera.

Los resultados obtenidos coinciden con los presentados por Çota *et al.* (2021), afirmando que el hinchamiento radial y tangencial en maderas torrefactas a 220°C por 30 min disminuye su eficiencia respectivamente en 47%, 45,7% y 46,2% durante 1, 4 y 6 días sumergidos en agua. Rautkari, *et al.* (2013) informa que el hinchamiento volumétrico de especímenes no tratados por torrefacción resultó valores 15,1% y 14 % para albura y duramen, respectivamente, a diferencia de las maderas con tratamiento a 180°C que resultaron valores de hinchamiento 7,1% en albura y 5,5% en duramen. Vainio-Kaila *et al.*

(2013) atribuye la diferencia de hinchamiento entre albura y duramen a un mayor contenido de extractivos presente en el duramen.

Entre otras observaciones de la prueba de hinchamiento después de 7 días, se registra presencia de moho negro en las probetas sin tratamiento (Anexo 23) a diferencia de las probetas torrefactas, este podría ser un indicador de la resistencia de la madera de *Pinus patula* al estar sumergido en agua por un tiempo prolongado. Es necesario profundizar el conocimiento y motivar a nuevos estudios.

Evaluando estos resultados, el comportamiento de *Pinus patula* después del tratamiento de torrefacción puede emplearse en distintos usos, una propuesta es el uso en objetos con exposición directa a la humedad en interiores, como maceteros para suculentas, las cuales requieren menores cantidades de agua para su crecimiento en comparación a una planta de interior común.

4.2.4. Colorimetría

En la Tabla 24, se observa los resultados de los valores de color, coordenadas CIELab, de las probetas control y de las probetas sometidas a torrefacción en los seis tratamientos.

Tabla 24: Resultados obtenidos de colorimetría con metodología CIELab

| Tratamiento | L | A | B | ΔE |
|------------------------|----------|----------|----------|------------------------------|
| Control (T) | 82,6 | 2,8 | 24,2 | - |
| 180° 15min (A) | -11,7 | 4,9 | 4,2 | 13,4 |
| 180° 30 min (B) | -15,5 | 5,8 | 4,9 | 17,3 |
| 200° 15 min (C) | -14,7 | 4,9 | 5 | 16,3 |
| 200° 30 min (D) | -21 | 5 | 3,1 | 21,8 |
| 220° 15 min (E) | -15,9 | 6 | 4 | 17,4 |
| 220° 30 min (F) | -21,4 | 6,1 | 2,6 | 22,4 |

| ANOVA F (P- valor) para el ΔE | |
|---|------------------|
| Tiempo | 110,03 (0,000**) |
| Temperatura | 13,61 (0,0001**) |
| Interacción | 1,56 (0,244) |

| Tukey para temperatura y tiempo | |
|--|---|
| 220°C | A |
| 200°C | A |
| 180°C | B |
| 30 min | A |
| 15 min | B |

Al evaluar el efecto de los parámetros con respecto a ΔE , se encontró un efecto altamente significativo del tiempo y la temperatura sobre las maderas torrefactadas de *Pinus patula*. La prueba Tukey comprueba la marcada diferencia con respecto a la temperatura de tratamiento, obteniendo resultados similares a 200°C y 220°C; así también, la marcada influencia del tiempo al ser diferentes los resultados obtenidos a 15 y 30 minutos.

Empleando la metodología de Konika Minolta (2012), se observa el diferencial ΔE que se obtuvo de la comparación entre probetas control y torrefactadas, resultan valores mayores a 12 en los 6 tratamientos, se concluye que son colores de nombre diferente aceptando la influencia de la torrefacción en el color de la madera de *Pinus patula*.

El valor de ΔL , referente a la luminosidad, disminuye gradualmente mientras que aumenta la temperatura y el tiempo del tratamiento de torrefacción llegando a tener una tonalidad oscura, alcanzando valores de -21,4 puntos en las probetas con tratamiento de 220°C 30 min. El parámetro Δa aumenta mientras aumente el tiempo y temperatura generando que la madera de pino se torne a colores rojizos. El parámetro Δb disminuye llegando a tener valores de 2,6 puntos en el tratamiento de mayor intensidad 220°C 30 min resultando tonos de color amarillo-azulado en las maderas torrefactadas (Figura 31).

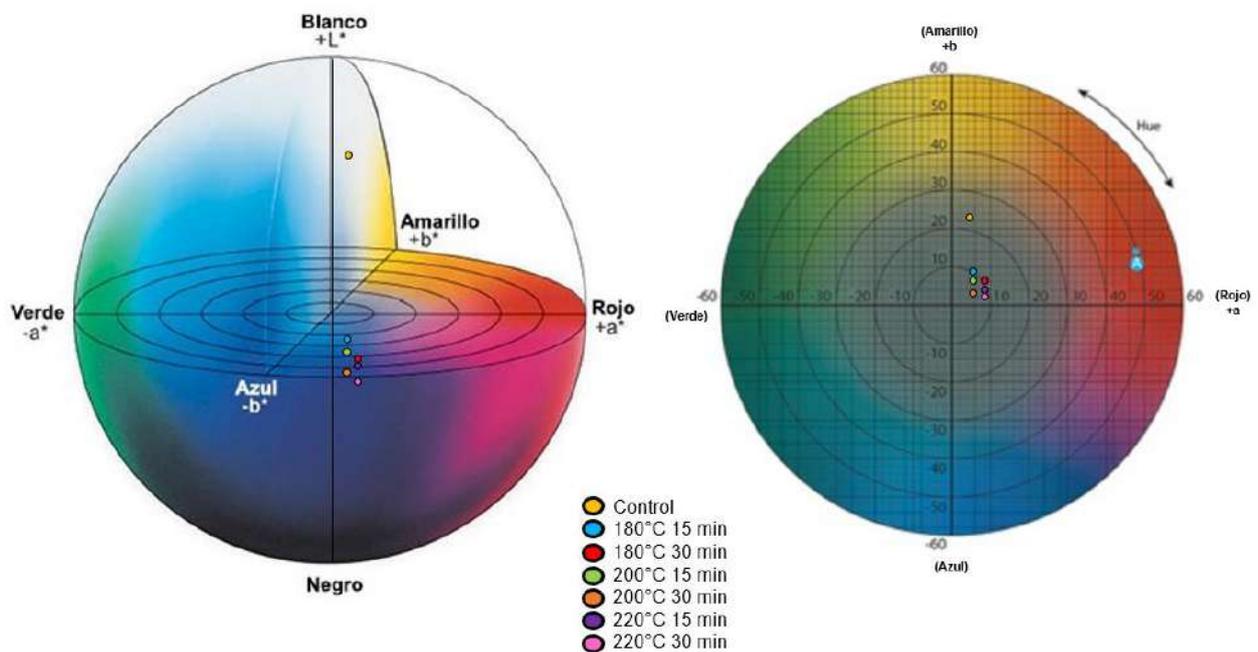


Figura 31: Representación gráfica de las coordenadas CieLAB resultante en probetas control y con tratamiento

Los cambios de color obtenidos se deben a la formación de productos de degradación cromógenos de hemicelulosas y a los extractivos que parecen participar en la formación de color de los productos de madera tratados térmicamente (McDonald *et al.* 1997; Sundqvist y Morén 2002). Los cambios de color serán principalmente ocasionados por la oxidación de productos como las quinonas (Tjeerdsma *et al.* 1998; Mitsui *et al.* 2001; Bekhta y Niemz 2003) y producción de cromóforos como resultado de las reacciones hidrolíticas que ocurren durante el tratamiento térmico (Icel *et al.*,2015)

Los resultados de vista frontal se muestran en la Figura 32, el color de la madera tratada presenta un cambio significativo al aumentar la intensidad del tratamiento en tiempo y temperatura, evidenciando manchas oscuras producto de la modificación en los ácidos resínicos característico en *Pinus patula*.



Figura 32: Vista frontal de las probetas control (T) y probetas sometidas a torrefacción

La colorimetría también se ve reflejada en la vista transversal de las probetas (Figura 33), siendo notorio el efecto de los tratamientos.

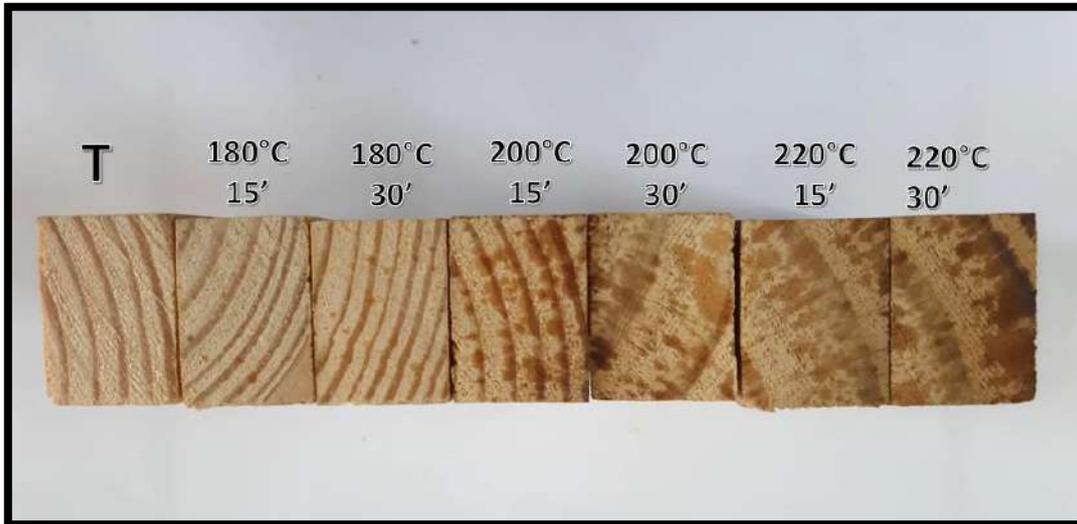


Figura 33: Vista transversal de las probetas control (T) y probetas sometidas a torrefacción

Los resultados obtenidos están acordes en su mayoría a los obtenidos por Piernik *et al* (2022) quien menciona que el tratamiento térmico provoca cambios en la madera volviéndola más oscura y menos amarilla, reportándose el decrecimiento en la luminosidad más evidente cuando el tratamiento exceda los 200°C.

V. CONCLUSIONES

- La interacción entre tiempo y temperatura de torrefacción mostró parcial influencia en el contenido de extractivos.
- La temperatura de torrefacción tuvo efecto estadísticamente significativo en el contenido de lignina.
- El tratamiento de torrefacción tuvo efectos altamente significativos en el contenido de celulosa.
- El contenido de hemicelulosa se ve parcialmente influenciado por los parámetros tiempo y temperatura en torrefacción.
- La densidad básica de la madera estudiada se ve influenciada por el tiempo en el tratamiento de torrefacción.
- El contenido de humedad en la madera torrefactada es afectado significativamente por las variables tiempo y temperatura.
- El hinchamiento volumétrico presenta efectos estadísticamente significativos ocasionados por la temperatura, a las 2 horas de prueba.
- La madera de *Pinus patula* experimenta cambios estadísticamente significativos en el color, evaluado por coordenadas CIELab, debido al tratamiento de torrefacción.

VI. RECOMENDACIONES

- Realizar estudios de durabilidad de la madera, intemperismo y pruebas mecánicas en la madera torrefactada de *Pinus patula* para complementar el conocimiento del comportamiento de la madera frente el tratamiento térmico.
- Realizar ensayos de torrefacción con otras especies originarias del Perú como teca, bolaina, entre otras.
- Realizar ensayos de torrefacción con mayores temperaturas y tiempos más prolongados, considerando un número mayor de repeticiones para las pruebas de laboratorio.

VII. BIBLIOGRAFÍA

Amri, I.; Lamia H.; Gargouri, S.; Hanana, M.; Mahfoudhi, M.; Fezzani, T.; Ezzeddine, F.; Jamoussi, B. (2011). Chemical Composition and Biological Activities of Essential Oils of *Pinus patula*. *Natural Product Communications*. Vol.6. No. 10. 1531-1536. PMID: 22164801. DOI: 10.1177/1934578X1100601031

Almeida, G., Brito, J. O., Perré, J. (2010). Alterations in energy properties of eucalyptus wood and bark subjected to torrefaction: the potential of mass loss as a synthetic indicator. *Bioresource Technology* 101(24).estev

Almeida, G.; Hernandez, R.E. (2006) Changes in physical properties of yellow birch below and above the fiber saturation point. *Wood Fiber Sci*, 38, 74–83.

Argenta, B. (2019). Produção de celulose kraft e papel de madeiras de *Pinus taeda L.* e *Pinus patula Schltl & Cham*. Universidade Federal de Santa Maria, Centro de Ciências Rurais programa de Pós-graduação em Engenharia Florestal. Disponible en: https://repositorio.ufsm.br/bitstream/handle/1/21023/TES_PPGEF_2019_VIDRANO_BIBIANA.pdf?sequence=1&isAllowed=y

Bekhta, P., and Niemz, P. (2003). “Effect of high temperature on the change in color, dimensional Stability and mechanical properties of spruce wood,” *Holzforschung* 57, 539-546.

Bergman, P. C. A., Boersma, A. R., Kiel, J. H. A., Prins, M. J., Ptasinski, K. J., Janssen, F. G. G. (2005). Torrefied biomass for entrained-flow gasification of biomass. Reporte ECN-C--05-026. ECN. Petten, The Netherlands. 50 p.

Bergman, P. C. A.; Kiel, J. H. A. (2005). Torrefaction for biomass upgrading. Actas de la 14.^a conferencia y exposición europea de biomasa. Paris, Francia. 17-21 Octubre.

Berger, G. (2009) Descripciones de las propiedades físicas y mecánicas de la madera. Editorial Universitaria de Misiones.

Bhuiyan, T.; Hirai, N. (2005). Study of crystalline behavior of heat-treated wood cellulose during treatments in water. *J Wood Sci* 51(1): 42-47. DOI:10.1007/s10086-003-0615-x

Boonstra, M.J, Rijdsdijk, JK, Sander, C. Kegel, E. Tjeerdsma, B Militz, H. van Acker, J. and Stevern, M. (2006). Microstructural and physical aspects of heat treated Wood Part 1. *Softwood. Madera- cienc Technol.* 8(3),193-208

Boonstra, M.J.; Tjeerdsma, B. (2006).Chemical analysis of heat-treated softwoods. *Holz Roh Werkst* 64: 204-211.DOI: 10.1007/s00107-005-0078-4

Bridgeman, T. G., Jones, J. M., Williams, A., & Waldron, D. J. (2010). An investigation of the grindability of two torrefied energy crops. *Fuel*, 89(12), 3911–3918. DOI:10.1016/j.fuel.2010.06.043

Bustamante, V.,Carrillo, A., Prieto, J., Corral, J., Hernandez, J. (2016) Química de la biomasa vegetal y su efecto en el rendimiento durante la torrefacción: revisión.Mexico.

CITE Madera (2018). La Industria de la madera en el Perú. En alianza con FAO y el Instituto tecnológico de la producción. Disponible en: <https://www.fao.org/3/i8335es/I8335ES.pdf>

Chen, W.H.; Kuo, P.C. (2010). A study on torrefaction of various biomass materials and its impact on lignocellulosic structure simulated by a thermogravimetry. *Energy* 35:2580-2586.

Crespo G, R., Torres U, M., Valenzuela H, L., & Poblete W, H. (2013). Propiedades químicas, color y humectabilidad de partículas de *Laureliopsis philippiana* (tepa) con y sin tratamiento térmico. *Maderas. Ciencia y Tecnología.* DOI:10.4067/s0718-221x2013005000026

Çota, H., Peri L., Lato E., Thoma H., Quku D., Shumka L. (2020). The Effect of Short Time Thermal Treatment on Swelling of Field Maple (*Acer campestre L.*) and Fir (*Abies alba Mill.*). *Revista de la Universidad Mendeliana de Agricultura y Silvicultura en Brunnen*, 68(3): 483–490.

Da Silva Grassmann, G.; Rogério-Andrade, C.; Dias-Júnior, A.F.; Gomes-da Silva, F.; Brito, J.O. (2016). Timber wastes torrefaction for energy use. *Maderas-Cienc Tecnol* 18(1):105-112.

Edvarsden, K., and Sandland, K. (1999). "Increased drying temperature - Its influence on the dimensional stability of wood," *Holz Roh-Werkst.* 57, 207-209.

Epmeier, H., Bengtsson, C., and Westin, M. (2001). "Effect of acetylation and heat treatment on dimensional stability and MOE of spruce timber," In: *Proceedings for the First Conference of the European Society for Wood Mechanics*, Abril 19-21 2001, Lausanne, Switzerland.

Esteves, B., Pereira, H (2009) Wood modification by heat treatment: a review, *BioRes.* 4(1), 370-404.

Esteves, B., Velez Marques, A., Domingos, I., & Pereira, H. (2013). Monitoreo de cambios químicos debido al tratamiento con calor en madera de pino y eucalipto. "Chemical changes of heat treated pine and eucalypt wood monitored by FTIR" . *Maderas. Ciencia y Tecnología.*

FAO (2014) Aprovechamiento forestal y residuos del aprovechamiento de la madera. BEFS RA. Manual de Usuario.

FAO (2018). Reglamentación del embalaje de madera utilizado en el comercio internacional: Normas Internacionales para medidas fitosanitarias 15 (NIMF 15).

Fengel, D., Wegener, G. (1989) *Wood chemistry ultrastructure relation.* Walter de Gruyter.

Gomez, E.; Ríos, L.; Peña, J. (2012) Madera, un potencial material lignocelulósico para la Producción de Biocombustibles en Colombia. DOI:[10.4067/S0718-07642012000600009](https://doi.org/10.4067/S0718-07642012000600009)

Gonzales, E. (2016). Productos forestales No Maderables (vegetales): Principios para su transformación. Universidad Nacional Agraria la Molina. 240 -241.

González-Peña, M. M., & Hale, M. D. C. (2009). Colour in thermally modified wood of beech, Norway spruce and Scots pine. Part 1: Colour evolution and colour changes. *Holzforschung*, 63(4). DOI:10.1515/hf.2009.078

Gunduz, G., Aydemir, D. (2009) Some Physical Properties of Heat-Treated Hornbeam (*Carpinus betulus L.*) Wood. DOI:10.1080/07373930902827700

Hakan, M.; Ates, S.; Ozdemir, H. (2009) Tehcnological and chemical properties of the heat-treated Anatolian black pine wood. *Revista africana de biotecnología*.

Hernandez, R.E.; Bizon, M. (1994). Changes in shrinkage and tangential compression strength of sugar maple below and above the fiber saturation point. *Ciencia de fibra de madera*. 26, 360–369.

Herrera-Builes, Jhon F., Osorio, Jairo A., Sepulveda, Víctor, & Ananias, Rubén. (2022). Chemical and structural changes of ocote pine (*Pinus oocarpa*) wood caused by thermal modification. *Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín*, 75(2), 9999-10007. Epub May 31, 2022. DOI: 10.15446/rfnam.v75n2.97576

Hill CAS (2006) Wood modification—chemical, thermal and other processes. John Wiley and Sons Ltd., Chichester

Hill, S. J., Grigsby, W. J., & Hall, P. W. (2013). *Chemical and cellulose crystallite changes in Pinus radiata during torrefaction. Biomass and Bioenergy*, 56, 92–98. DOI: 10.1016/j.biombioe.2013.04.025

Hill, C., Altgen, M. & Rautkari, L.(2021) Thermal modification of wood—a review: chemical changes and hygroscopicity. *J Mater Sci* 56, 6581–6614. DOI : 10.1007/s10853-020-05722-z

Hofmann, T.; Retfalvi, T.; Albert, L.; Niemz, P. (2008) Investigation of the chemical changes in the structure of wood thermally modified within a nitrogen atmosphere autoclave. DOI: [10.4067/S0718-221X2019005000401](https://doi.org/10.4067/S0718-221X2019005000401)

Hornung, A., Stenzel, F., & Grunwald, J. (2021). *Biochar—just a black matter is not enough*. *Biomass Conversion and Biorefinery*. doi:10.1007/s13399-021-01284-5

Ibrahim, R. H. H., Darvell, L. I., Jones, J. M., Williams, A. (2013). Physicochemical characterisation of torrefied biomass. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 103, 21-30.

Icel, B., Guler, G., Isleyen, O., Beran, A., Mutlubas, M. (2015) Effects of industrial heat treatment on the properties of Spruce and Pine Woods. *Turquia*. DOI:10.15376/biores.10.3.5159-5173

Icel, B., & Beram, A. (2017). Effects of Industrial Heat Treatment on Some Physical and Mechanical Properties of Iroko Wood. *Drvna Industrija*, 68(3), 229–236. DOI:10.5552/drind.2017.1720

Inari G, Pétrissans M, Lambert JL, Erhardt JJ, Gérardin P (2006) XPS characterization of wood chemical composition after heat treatment. *Surf Interf Anal* 38:1336–1342

Inari G, Petrissans M, Lambert J, Ehrhardt JJ, Gerardin P (2007) Chemical reactivity of heat-treated wood. *Wood Sci Technol* 41: 157–168

Navarro, J. (1970). *Temas de la fabricación del papel*. Editorial Marfil S.A.

Kamdem, D., Pizzi, A., and Jermannaud, A. (2002). “Durability of heat-treated wood,” *Holz Roh-Werkst.* 60, 1-6

Kortelainen, S.M. Antikainen, T., and Viitaniemi, P. (2006) .The water absorption of sapwood and heartwood of scots pine and norway spruce heat-treated at 170°C,190°C, 2010°C and 230°C. *Holz Roh Werkst.* DOI i: 10.1007/s00107-005-0063-y

Konika Minolta Sensing Inc. (2012). Comunicación Precisa de los Colores.

Kulasinski, K.; Guyer, R.; Derome, D.; Carmeliet, J. (2015). Water adsorption in wood microfibril-hemicellulose system: Role of the crystalline–amorphous interface. *Biomacromolecules*, 16, 2972–2978.

Kyma, M.; Ben Mlouka, S.; Belt, T. et al (2018) Chemical, water vapour sorption and ultrastructural analysis of Scots pine wood thermally modified in high-pressure reactor under saturated steam. *J Mater Sci* 53:3027–3037. DOI: 10.1007/s10853-017-1714-1

Lengowski, E.C.; Muniz, G.I.B.; Nisgoski, S.; Magalhães, W.L.E. (2013). Cellulose acquirement evaluation methods with diferente degrees of crystallinity. *Sci For* 41(98): 185-194. Disponible en : <https://www.ipef.br/publicacoes/scientia/nr98/cap04.pdf>

Lengowski, Elaine Cristina, Bonfatti Júnior, Eraldo Antonio, Nisgoski, Silvana, Bolzon de Muñoz, Graciela Inês, & Klock, Umberto. (2021). Properties of thermally modified teakwood. *Maderas. Ciencia y tecnología*, 23, 10. Epub 06 de noviembre de 2020. DOI : [10.4067/s0718-221x2021000100410](https://doi.org/10.4067/s0718-221x2021000100410)

Lips, H. (1991) Teñido. Vol. 3, cap. 19 de *Pulpa y Papel: Química y Tecnología Química*, de James Casey, 217-258. Mexico: Noriega Editores

Manals-Cutiño, E., Penedo-Medina, M., & Giralt-Ortega, G. (2011). Análisis termogravimétrico y térmico diferencial de diferentes biomásas vegetales. *Tecnología Química*, 31(2), 180-190. Recuperado en 13 de enero de 2023, de http://scielo.sld.cu/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2224-61852011000200005&lng=es&tlng=es

McDonald, A., Fernandez, M., and Kreber, B. (1997). “Chemical and UV-VIS spectroscopic study on kiln brown stain formation in *Radiata* pine,” In: 9th International Symposium of Wood and Pulping Chemistry, Montreal, Canada 70, 1-5.

MINCETUR (2008) Estudio de viabilidad tecnico-economica para el uso de residuos, derivados de las industrias de aserrío y laminado en los departamentos de Ucayali y Loreto.

Proyecto de cooperación UE -Perú en materia de asistencia técnica relativa al comercio.
Diponible en: <https://acortar.link/KyIHrL>

Miramontes, A. (2020) . La industria forestal de España en la Economía circular, ¿su integración es posible?. Universidad Complutense de España.

Mitsui, K., Takada, H., Sugiyama, M., and Hasegawa, R. (2001). “Changes in the properties of light-irradiated wood with heat treatment: Part 1. Effect of treatment conditions on the change in color,” *Holzforschung* 55, 601-605.

Mohan, D., C. U. Pittman and P. H. Steele (2006). Pyrolysis of wood/biomass for bio-oil: a critical review. *Energy & Fuels* 20(3): 848–889.

Mohareb, A., Sirmah, P., Pétrissans, M., & Gérardin, P. (2011). Effect of heat treatment intensity on wood chemical composition and decay durability of *Pinus patula*. *European Journal of Wood and Wood Products*, 70(4), 519–524. DOI:10.1007/s00107-011-0582-7

Nakano, T., and Miyazaki, J. (2003). “Surface fractal dimensionality and hygroscopicity for heated wood,” *Holzforschung* 57, 289-294.

Nuopponen M, Vuorinen T, Jamsa S, Viitaniemi P (2003) The effects of a heat treatment on the behaviour of extractives in softwood studied by FTIR spectroscopic methods. *Wood Sci Technol* 37:109–115. DOI :10. 1007/s00226-003-0178-4

Obataya, E.& Tomita, B. (2002). Hygroscopicity of heat-treated wood. II Reversible and irreversible reductions in the hygroscopicity of wood due to heating. *Mokuzai Gakkaishi* 48(4):288-295. DOI: 10.4067/S0718-221X2019005000401

Obataya, E., Zeniya, N., Endo-Ujiie, K. (2019) Effects of water-soluble extractives on the moisture sorption properties of spruce wood hygrothermally treated at 120C and different humidity levels. *Wood Mat Sci Eng*. DOI: 10.1080/17480272.2019.1635642

Olarescu, M. C., Campean, M., Ispas, M., & Cosereanu, C. (2014). Effect of thermal treatment on some properties of lime wood. *Revista Europea de Madera y Productos de Madera*, 72(4), 559–562. DOI :10.1007/s00107-014-0809-5

Papadopoulos, A.N.; Hill, C.A.S.; Gkaraveli, A. (2003) Determination of surface area and pore volume of holocellulose and chemically modified wood flour using the nitrogen adsorption technique. *Holz Als Roh- Und Werkst.*, 61, 453–456.

Patzelt, M.; Stingl, R.; Teischinger, A. (2002). Thermische Modifikation von Holz und deren Einfluss auf ausgewählte Holzeigenschaften. In: *Modifiziertes Holz Eigenschaften und Märkte, Lignovisionen Band 3:101-149.*

Pecina, H. (1985): Betrachtungen über die natürliche Faserbindung in ligno-cellulosen Stoffen und die Möglichkeiten ihrer Beeinflussung im Prozess der Werkstoffherstellung. Dissertation B, TU Dresden, Germany 1985

Pelaez-Samaniego, M. R., Yadama, V., Garcia-Perez, M., Lowell, E., & McDonald, A. G. (2014). *Effect of temperature during wood torrefaction on the formation of lignin liquid intermediates. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 109, 222–233. DOI:10.1016/j.jaap.2014.06.008

Perçin, O., Şadiye Yasar, Ş., Altunok, M., & Uzun, O. (2017). Determination of Screw Withdrawal Resistance of Some Heat-Treated Wood Species. *Industria de la madera*, 68(1), 61–68. DOI:10.5552/drind.2017.1630

Pereira, B.L.C.; Carneiro, A.C.O.; Carvalho, A.M.M.L.; Trugilho, P.F.; Melo, I.C.N.A.; Oliveira, A.C. (2013). Study of thermal degradation of Eucalyptus wood by thermogravimetry and calorimetry. *Árbol de revoluciones* 37(3): 567-576. DOI: 10.1590/S0100-67622013000300020

Phanphanich, M.; Mani, S. (2011). Impact of torrefaction on the grindability and fuel characteristics of forest biomass. *Bioresour Technol* 102:1246-1253.

Piernik, M.; Woźniak, M.; Pinkowski, G.; Szentner, K.; Ratajczak, I.; Krauss, A. (2022) Impact of the Heat Treatment Duration on Color and Selected Mechanical and Chemical Properties of Scots Pine Wood. *Materials* 2022, 15, 5425. DOI :10.3390/ma15155425

Pizzi, A., Stephanou, A., Boonstra, M. J., and Pendlebury, A. J. (1994). "A new concept on the chemical modification of wood by organic anhydrides," *Holzforschung* 48(Suppl.), ra91-94. DOI: 10.1515/hfsg.1994.48.s1.91

Pott, G. (2004). "Natural fibers with low moisture sensitivity," in: *Natural Fibers, Plastics and Composites*, F. T. Wallenberger and N. E. Weston (eds.), Kluwer Academic Publishers, Netherlands, pp. 105-122. DOI: 10.1007/978-1-4419-9050-1_8

Quiñones, A. (2015) Aplicación y evaluación de tratamientos térmicos en la madera de *Pinus durangensis* Martínez Y *Quercus sideroxylo* Humb. & Bonpl. Tesis de Maestría en Ciencias Forestales. Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ciencias Forestales. Nuevo León, México.

Quirós, Rodolfo; Chinchilla, Orlando; Gómez, Marianela (2005) Rendimiento en aserrío y procesamiento primario de madera proveniente de plantaciones forestales. *Agronomía Costarricense*, vol. 29, núm. 2, julio-diciembre, 2005, pp. 7-15 Universidad de Costa Rica San José, Costa Rica

Ramos-Carmona, S., Pérez, J. F., Pelaez-Samaniego, M. R., Barrera, R., & Garcia-Perez, M. (2017). Effect of torrefaction temperature on properties of patula pine. *Maderas: Ciencia y Tecnología*, 19(1), 39–50. DOI: 10.4067/S0718-221X2017005000004

Rapp, A.O.; Sailer, M. (2000). Heat treatment of wood in Germany-State of the art, *Proceedings of the Seminar on Production of Heat Treated Wood in Europe*, Helsinki.

Rautkari, L., Honkanen, J., Hill, C. A. S., Ridley-Ellis, D., & Hughes, M. (2013). Mechanical and physical properties of thermally modified Scots pine wood in high pressure reactor under saturated steam at 120, 150 and 180 °C. *European Journal of Wood and Wood Products*, 72(1), 33–41. DOI:10.1007/s00107-013-0749-5

Repellin, V., and Guyonnet, R. (2005). "Evaluation of heat-treated wood swelling by differential scanning calorimetry in relation to chemical composition," *Holzforschung* 59, 28-34.

Rodriguez, L. (1978) *Métodos de analisis empleados en la industria papelera*. Edición 1, Colombia.

Rowell, RM., Ellis, WD. (1978) Determination of dimensional stabilization of wood using the water-soak method. *Wood Fiber Sci* 10:104–111

Salmén, L.; Fahlén, J. (2006) Reflections on the ultrastructure of softwood fibers. *Cellul. Chem. Technol.*, 40, 181–185.

Santos, D.; Moura, L.; Brito, J. (2014). Effect of heat treatment on color, weight loss, specific gravity and equilibrium moisture content of two low market valued tropical woods.

Sehlstedt-Persson, M. (2003). "Colour responses to heat treatment of extractives and sap from pine and spruce," 8th International IUFRO Wood Drying Conference, Brasov, Romania, 459-464

bezadeh,F., Chin, P. (1977). *Thermal Deterioration of Wood*. Wood Chemistry Laboratory, University of Montana. Missoula, Mont. 59801.

Shukla, S. (2019) Evaluation of dimensional stability, surface roughness, colour, flexural properties and decay resistance of thermally modified *Acacia auriculiformis* . DOI: 10.4067/S0718-221X2019005000401

Sivonen H, Maunu SL, Sundholm F, Jämsä S, Viitaniemi P (2002) Magnetic resonance studies of thermally modified wood. *Holzforschung* 56:648–654

Sjöström E (1981) Wood polysaccharides, in *Wood chemistry. Fundamentals and applications*. Academic press. Chapter 3:49–67

Sundqvist, B., and Morén, T. (2002). “The influence of wood polymers and extractives on wood colour induced by hydrothermal treatment,” *Holz Roh-Werkst* 60, 375-376.

Tiemann, H. (1920). *Effect of Different Methods of Drying on the Strength and Hygroscopicity of Wood*. Tercera Edición. “The kiln drying of lumber,” Cap. 11.

Tito, D., Beatón, P., & Zanzi, R. (2009). *Torrefacción De Biomasa Densificada*. *Tecnología Química*, 0(0), 180–186. DOI:10.1590/2224-6185.2009.0.

Thybring, E. E., & Fredriksson, M. (2021). Wood Modification as a Tool to Understand Moisture in Wood. *Forests*, 12(3), 372. DOI:10.3390/f12030372

Tjeerdsma, B., Boonstra, M., Pizzi, A., Tekely, P., and Militz, H. (1998). “Characterisation of thermally modified wood: Molecular reasons for wood performance improvement,” *Holz Roh-Werkst* 56, 149-153.

Tjeerdsma BF, Militz H (2005) Chemical changes in hydrothermal treated wood: FTIR analysis of combined hydrothermal and dry heat-treated wood. *Holz Roh Werkst* 63(2):102–111

Trasobares, J. (2011) *Torrefacción de biomasa: diseño y propuesta económica de un reactor experimental*. Departamento de Ingeniería Mecánica, Zaragoza.

Uribe, G. (1967). *Pinus patula* como base en la producción de pulpa para papel. Tesis de pregrado, Dpto. de Ingeniería Forestal, Universidad Nacional de Colombia. Medellín, Colombia.

Yildiz S, Gezer D, Yildiz U (2006) Mechanical and chemical behaviour of spruce wood modified by heat. *Build Environ* 41:1762–1766

Yin, Y, Berglund, L., Salmén L. (2011) Effect of Steam Treatment on the Properties of Wood Cell Walls. *Biomacromol* 12:194–202. DOI: 10.1021/bm101144m

Vainio-Kaila T, Rautkari L, Nordström K, Närhi M, Natri O, Kairi M (2013) Effect of extractives and thermal modification on antibacterial properties of Scots pine and Norway spruce. *Int Wood Prod J*. DOI:10.1179/2042645313Y.0000000038

Viitaniemi P, Jaämsä S, Viitanen H (1997) Method for improving biodegradation resistance and dimensional stability of cellulosic products. United States Patent No 5678324 (US005678324)

Wang, S.; Liu, Q.; Luo, Z.; Wen, L.; Cen, K. (2007). Mechanism study on cellulose pyrolysis using thermogravimetric analysis coupled with infrared spectroscopy. *Frontiers of Energy and Power Engineering in China* 4(1): 413-419. DOI: 10.1007/s11708-007-0060-8

Wang, G., Y. Luo, J. Deng, J. Kuang and Y. Zhang. (2011). Pretreatment of biomass by torrefaction. *Chinese Science Bulletin* 56(14): 1442-1448.

Weiland, J.; Guyonnet, R. (2003). Study of chemical modifications and fungi degradation of thermally modified wood using DRIFT spectroscopy. *Holz Roh Werkst* 61(3): 216-220. DOI: 10.1007/s00107-003-0364-y

Wikberg, H.; Maunu, S.L. 2004. Characterization of thermally modified hard and softwoods by ¹³C CPMAS NMR. *Carbohydr Polym* 4(7): 461-466. DOI: 10.1016/j.carbpol.2004.08.008

Zuñiga, C. (2017) .REDciclaje Centro de acopio y reciclaje de residuos de madera. Tesis para optar el título de Arquitecto. Pontificia Universidad Católica del Perú. URL: <http://hdl.handle.net/20.500.12404/17772>

Anexo 2: Constancia de identificación de especie



UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA LA MOLINA

FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES: FAX: 349-2041, TEF: 349-5647 / 349-5869, Anexo 203
APDO.456 - LA MOLINA LIMA PERU



CONSTANCIA

El que suscribe, **JEFE DEL LABORATORIO DE ANATOMÍA DE LA MADERA**, deja constancia que, de acuerdo con los estudios anatómicos efectuados, las muestras de madera proporcionadas por la **Bach. GLADYS VICTORIA COSSÍO GARCÍA**, ex alumna de la Facultad de Ciencias Forestales de la Universidad Nacional Agraria la Molina, empleadas en su trabajo de tesis titulado: "**Caracterización física y química de madera torrefactada de pino (*Pinus sp.*)**"; corresponden a:

| <u>Muestra</u> | <u>Nombre Común</u> | <u>Nombre Científico</u> | <u>Familia</u> |
|----------------|---------------------|--|----------------|
| 1 | Pino | <i>Pinus patula</i> Schiede ex Schtdl. & Cham. | Pinaceae |
| 2 | Pino | <i>Pinus patula</i> Schiede ex Schtdl. & Cham. | Pinaceae |

Atentamente,

Ing. Manuel Chavesta Custodio
Lab. Anatomía de la Madera



La Molina, 11 de julio de 2022

Anexo 3: Determinación química del contenido de extractivos en etanol

| Temperatura | Tiempo | Rep. | Papel | Muestra inicial | Peso del balón | Muestra final | Extractivos (g) | Ren (%) |
|--------------------|---------------|-------------|--------------|------------------------|-----------------------|----------------------|------------------------|----------------|
| Sin tratamiento | 0 | 1 | 1.0918 | 7.0918 | 127.43 | 127.5566 | 0.1266 | 2.1100 |
| Sin tratamiento | 0 | 2 | 0.9959 | 6.9959 | 126.6295 | 126.7652 | 0.1357 | 2.2617 |
| Sin tratamiento | 0 | 3 | 1.0993 | 7.0993 | 181.007 | 181.1345 | 0.1275 | 2.1250 |
| 180 | 15 | 1 | 0.665 | 6.665 | 127.4339 | 127.5796 | 0.1457 | 2.4283 |
| 180 | 15 | 2 | 0.9845 | 6.9845 | 126.6678 | 126.8116 | 0.1438 | 2.3967 |
| 180 | 15 | 3 | 1.0694 | 7.0694 | 181.0242 | 181.1282 | 0.104 | 1.7333 |
| 180 | 30 | 1 | 1.0172 | 7.0172 | 165.5744 | 165.6766 | 0.1022 | 1.7033 |
| 180 | 30 | 2 | 1.057 | 7.057 | 113.5173 | 113.6909 | 0.1736 | 2.8933 |
| 180 | 30 | 3 | 1.1985 | 7.1985 | 110.1476 | 110.3263 | 0.1787 | 2.9783 |
| 200 | 15 | 1 | 1.098 | 7.098 | 165.5635 | 165.7037 | 0.1402 | 2.3367 |
| 200 | 15 | 2 | 1.0379 | 7.0379 | 113.5306 | 113.6509 | 0.1203 | 2.0050 |
| 200 | 15 | 3 | 1.0197 | 7.0197 | 110.1769 | 110.3149 | 0.138 | 2.3000 |
| 200 | 30 | 1 | 1.0945 | 7.0945 | 127.4454 | 127.5504 | 0.105 | 1.7500 |
| 200 | 30 | 2 | 1.0126 | 7.0126 | 126.6281 | 126.7834 | 0.1553 | 2.5883 |
| 200 | 30 | 3 | 1.0774 | 7.0774 | 181.0221 | 181.1258 | 0.1037 | 1.7283 |
| 220 | 15 | 1 | 1.0736 | 7.0736 | 165.5757 | 165.7282 | 0.1525 | 2.5417 |
| 220 | 15 | 2 | 1.0689 | 7.0689 | 113.5312 | 113.676 | 0.1448 | 2.4133 |
| 220 | 15 | 3 | 0.9751 | 6.9751 | 110.1771 | 110.3668 | 0.1897 | 3.1617 |
| 220 | 30 | 1 | 1.0325 | 7.0325 | 127.429 | 127.5451 | 0.1161 | 1.9350 |
| 220 | 30 | 2 | 1.0639 | 7.0639 | 126.6647 | 126.7868 | 0.1221 | 2.0350 |
| 220 | 30 | 3 | 0.9607 | 6.9607 | 181.0238 | 181.1453 | 0.1215 | 2.0250 |

Anexo 4: Determinación química del contenido de lignina

| Temperatura | Tiempo | Rep. | Muestra inicial | Papel | Muestra final | Peso residuo (g) | Ren (%) |
|--------------------|---------------|-------------|------------------------|--------------|----------------------|-------------------------|----------------|
| Sin tratamiento | 0 | 1 | 2.0061 | 0.4181 | 1.3947 | 0.9766 | 48.6824 |
| Sin tratamiento | 0 | 2 | 2.0099 | 0.7863 | 1.4147 | 0.6284 | 31.2660 |
| Sin tratamiento | 0 | 3 | 2.0204 | 0.8277 | 1.3687 | 0.541 | 26.7766 |
| 180 | 15 | 1 | 2.0201 | 0.7871 | 1.4137 | 0.6266 | 31.0179 |
| 180 | 15 | 2 | 2.0302 | 0.6936 | 1.3371 | 0.6435 | 31.6965 |
| 180 | 15 | 3 | 2.0127 | 0.7893 | 1.3001 | 0.5108 | 25.3783 |
| 180 | 30 | 1 | 2.0074 | 0.7985 | 1.361 | 0.5625 | 28.0219 |
| 180 | 30 | 2 | 2.0187 | 0.782 | 1.3272 | 0.5452 | 27.0071 |
| 180 | 30 | 3 | 2.0138 | 0.7981 | 1.3447 | 0.5466 | 27.1422 |
| 200 | 15 | 1 | 2.0079 | 0.7706 | 1.4142 | 0.6436 | 32.0541 |
| 200 | 15 | 2 | 2.0262 | 0.6369 | 1.3089 | 0.672 | 33.1655 |
| 200 | 15 | 3 | 2.0050 | 0.5326 | 1.3556 | 0.823 | 41.0481 |

| | | | | | | | |
|-----|----|---|--------|--------|--------|--------|---------|
| 200 | 30 | 1 | 2.0109 | 0.8563 | 1.4829 | 0.6266 | 31.1594 |
| 200 | 30 | 2 | 2.0056 | 0.6271 | 1.2985 | 0.6714 | 33.4768 |
| 200 | 30 | 3 | 2.0259 | 0.8437 | 1.3771 | 0.5334 | 26.3290 |
| 220 | 15 | 1 | 2.0070 | 0.8122 | 1.3118 | 0.4996 | 24.8934 |
| 220 | 15 | 2 | 2.0083 | 0.8139 | 1.3169 | 0.503 | 25.0466 |
| 220 | 15 | 3 | 2.0105 | 0.7749 | 1.322 | 0.5471 | 27.2128 |
| 220 | 30 | 1 | 2.0126 | 0.8155 | 1.3471 | 0.5316 | 26.4130 |
| 220 | 30 | 2 | 2.0076 | 0.8265 | 1.3365 | 0.51 | 25.4040 |
| 220 | 30 | 3 | 2.0149 | 0.781 | 1.3781 | 0.5971 | 29.6337 |

Anexo 5: Determinación química del contenido de holocelulosa

| Temperatura | Tiempo | Rep. | Muestra inicial | Papel | Muestra final | Peso residuo | Ren (%) |
|--------------------|---------------|-------------|------------------------|--------------|----------------------|---------------------|----------------|
| Sin tratamiento | 0 | 1 | 2.0008 | 0.8441 | 2.3646 | 1.5205 | 75.9954 |
| Sin tratamiento | 0 | 2 | 2.0004 | 0.7932 | 2.3178 | 1.5246 | 76.2155 |
| Sin tratamiento | 0 | 3 | 2.0005 | 0.6248 | 2.2489 | 1.6241 | 81.1855 |
| 180 | 15 | 1 | 2.0154 | 0.5591 | 2.1908 | 1.6317 | 80.9602 |
| 180 | 15 | 2 | 2.0163 | 0.821 | 2.2646 | 1.4436 | 71.5953 |
| 180 | 15 | 3 | 2.0198 | 0.4832 | 2.3294 | 1.8462 | 91.4041 |
| 180 | 30 | 1 | 2.0055 | 0.7749 | 2.0149 | 1.24 | 61.8310 |
| 180 | 30 | 2 | 2.0093 | 0.5468 | 2.2608 | 1.714 | 85.3053 |
| 180 | 30 | 3 | 2.0196 | 0.6646 | 2.0273 | 1.3627 | 67.4730 |
| 200 | 15 | 1 | 2.0103 | 0.8078 | 2.0721 | 1.2643 | 62.8926 |
| 200 | 15 | 2 | 2.0114 | 0.8059 | 2.0519 | 1.246 | 61.9454 |
| 200 | 15 | 3 | 2.0109 | 0.7583 | 2.1109 | 1.3526 | 67.2618 |
| 200 | 30 | 1 | 2.0093 | 0.8499 | 2.0632 | 1.2133 | 60.3856 |
| 200 | 30 | 2 | 2.0111 | 0.8102 | 2.0032 | 1.193 | 59.3193 |
| 200 | 30 | 3 | 2.0029 | 0.6763 | 2.0213 | 1.345 | 67.1535 |
| 220 | 15 | 1 | 2.0007 | 0.389 | 2.0054 | 1.6164 | 80.7925 |
| 220 | 15 | 2 | 2.0003 | 0.7448 | 2.2031 | 1.4583 | 72.9048 |
| 220 | 15 | 3 | 2.0004 | 0.6621 | 2.1513 | 1.4892 | 74.4458 |
| 220 | 30 | 1 | 2.0002 | 0.4583 | 2.0279 | 1.5696 | 78.4729 |
| 220 | 30 | 2 | 2.0004 | 0.7897 | 2.3037 | 1.514 | 75.6856 |
| 220 | 30 | 3 | 2.0003 | 0.5821 | 2.1202 | 1.5381 | 76.8942 |

Anexo 6: Determinación química del contenido de celulosa

| Temperatura | Tiempo | Rep | Muestra inicial | Papel | Muestra final | Peso residuo | Ren (%) |
|--------------------|---------------|------------|------------------------|--------------|----------------------|---------------------|----------------|
|--------------------|---------------|------------|------------------------|--------------|----------------------|---------------------|----------------|

| | | | | | | | |
|-----------------|----|---|--------|--------|--------|--------|---------|
| Sin tratamiento | 0 | 1 | 1.0039 | 0.8147 | 1.1685 | 0.3538 | 35.2433 |
| Sin tratamiento | 0 | 2 | 1.0036 | 0.7466 | 1.2481 | 0.5015 | 49.9711 |
| Sin tratamiento | 0 | 3 | 1.0031 | 0.7893 | 1.276 | 0.4867 | 48.5205 |
| 180 | 15 | 1 | 1.0033 | 0.552 | 1.3234 | 0.7714 | 76.8877 |
| 180 | 15 | 2 | 1.0035 | 0.534 | 1.3109 | 0.7769 | 77.4205 |
| 180 | 15 | 3 | 1.0039 | 0.639 | 1.3705 | 0.7315 | 72.8673 |
| 180 | 30 | 1 | 1.0033 | 0.8006 | 1.3771 | 0.5765 | 57.4615 |
| 180 | 30 | 2 | 1.0034 | 0.5992 | 1.2906 | 0.6914 | 68.9070 |
| 180 | 30 | 3 | 1.0037 | 0.5335 | 1.2864 | 0.7529 | 75.0140 |
| 200 | 15 | 1 | 1.0035 | 0.7988 | 1.3697 | 0.5709 | 56.8920 |
| 200 | 15 | 2 | 1.0033 | 0.6898 | 1.325 | 0.6352 | 63.3123 |
| 200 | 15 | 3 | 1.0038 | 0.7183 | 1.3109 | 0.5926 | 59.0369 |
| 200 | 30 | 1 | 1.0032 | 0.7793 | 1.3657 | 0.5864 | 58.4540 |
| 200 | 30 | 2 | 1.0034 | 0.7719 | 1.2845 | 0.5126 | 51.0873 |
| 200 | 30 | 3 | 1.0034 | 0.8272 | 1.2861 | 0.4589 | 45.7354 |
| 220 | 15 | 1 | 1.0036 | 0.845 | 1.3173 | 0.4723 | 47.0615 |
| 220 | 15 | 2 | 1.0039 | 0.8079 | 1.2845 | 0.4766 | 47.4758 |
| 220 | 15 | 3 | 1.0039 | 0.6645 | 1.2583 | 0.5938 | 59.1505 |
| 220 | 30 | 1 | 1.0039 | 0.6818 | 1.2859 | 0.6041 | 60.1766 |
| 220 | 30 | 2 | 1.0036 | 0.5588 | 1.349 | 0.7902 | 78.7381 |
| 220 | 30 | 3 | 1.0039 | 0.5989 | 1.3578 | 0.7589 | 75.5967 |

Anexo 7: Determinación química del contenido de hemicelulosa

| Temperatura | Tiempo | Rep | Ren Holocelulosa (%) | Ren Celulosa (%) | Ren Hemicelulosa (%) |
|-----------------|--------|-----|----------------------------|------------------------|----------------------------|
| Sin tratamiento | 0 | 1 | 75.9954 | 35.2433 | 40.7521 |
| Sin tratamiento | 0 | 2 | 76.2155 | 49.9711 | 26.2444 |
| Sin tratamiento | 0 | 3 | 81.1855 | 48.5205 | 32.6650 |
| 180 | 15 | 1 | 80.9602 | 76.8877 | 4.0724 |
| 180 | 15 | 2 | 71.5953 | 77.4205 | 1.0000 |
| 180 | 15 | 3 | 91.4041 | 72.8673 | 18.5368 |
| 180 | 30 | 1 | 61.8310 | 57.4615 | 4.3696 |
| 180 | 30 | 2 | 85.3053 | 68.9070 | 16.3982 |
| 180 | 30 | 3 | 67.4730 | 75.0140 | 1.0000 |
| 200 | 15 | 1 | 62.8926 | 56.8920 | 6.0007 |
| 200 | 15 | 2 | 61.9454 | 63.3123 | 1.0000 |
| 200 | 15 | 3 | 67.2618 | 59.0369 | 8.2249 |
| 200 | 30 | 1 | 60.3856 | 58.4540 | 1.9316 |
| 200 | 30 | 2 | 59.3193 | 51.0873 | 8.2321 |
| 200 | 30 | 3 | 67.1535 | 45.7354 | 21.4181 |
| 220 | 15 | 1 | 80.7925 | 47.0615 | 33.7310 |
| 220 | 15 | 2 | 72.9048 | 47.4758 | 25.4289 |
| 220 | 15 | 3 | 74.4458 | 59.1505 | 15.2953 |
| 220 | 30 | 1 | 78.4729 | 60.1766 | 18.2963 |

| | | | | | |
|-----|----|---|---------|---------|--------|
| 220 | 30 | 2 | 75.6856 | 78.7381 | 1.0000 |
| 220 | 30 | 3 | 76.8942 | 75.5967 | 1.2975 |

Anexo 8: Determinación de resultados en prueba de Densidad Básica

| Tratamiento | Sin tratamiento | 180° 15min | 180° 30min | 200° 15min | 200° 30min | 220° 15min | 220° 30min |
|-------------|-----------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| 1 | 0.4600 | 0.4020 | 0.4445 | 0.5287 | 0.3308 | 0.4163 | 0.4830 |
| 2 | 0.4722 | 0.4415 | 0.4487 | 0.4415 | 0.3556 | 0.4163 | 0.4006 |
| 3 | 0.4569 | 0.4540 | 0.3984 | 0.4592 | 0.4174 | 0.5035 | 0.4497 |
| 4 | 0.5883 | 0.4441 | 0.4973 | 0.4795 | 0.4444 | 0.4775 | 0.4975 |
| 5 | 0.4163 | 0.4630 | 0.4658 | 0.3898 | 0.2867 | 0.4522 | 0.4651 |
| 6 | 0.4909 | 0.4938 | 0.6473 | 0.5104 | 0.3479 | 0.4509 | 0.4398 |
| 7 | 0.4245 | 0.4433 | 0.4046 | 0.5988 | 0.5096 | 0.4610 | 0.4569 |
| 8 | 0.6260 | 0.6523 | 0.4750 | 0.5981 | 0.4398 | 0.4318 | 0.4807 |
| 9 | 0.4124 | 0.6543 | 0.4870 | 0.5009 | 0.4233 | 0.6040 | 0.3987 |
| 10 | 0.2870 | 0.2792 | 0.2788 | 0.3550 | 0.4441 | 0.2858 | 0.3390 |
| Media | 0.4634 | 0.4728 | 0.4547 | 0.4862 | 0.4000 | 0.4499 | 0.4411 |
| DS | 0.0945 | 0.1112 | 0.0926 | 0.0796 | 0.0672 | 0.0796 | 0.0486 |

Anexo 9: Determinación de resultados en prueba de Contenido de humedad de equilibrio

| | Sin tratamiento | 180°C 15 min | 180°C 30 min | 200°C 15 min | 200°C 30 min | 220°C 15 min | 220°C 30 min |
|-------|-----------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | 12.3024 | 8.5115 | 6.9202 | 5.7199 | 4.4785 | 3.4267 | 3.5227 |
| | 12.5824 | 8.0094 | 6.0378 | 6.4176 | 4.6004 | 4.2701 | 3.4317 |
| | 12.6266 | 6.1435 | 8.0765 | 5.1609 | 4.5916 | 4.3792 | 3.6415 |
| | 12.3931 | 6.2636 | 7.1028 | 6.6878 | 3.3482 | 3.9722 | 4.4063 |
| Media | 12.4761 | 7.2320 | 7.0343 | 5.9965 | 4.2547 | 4.0121 | 3.7506 |
| DS | 0.1539 | 1.2061 | 0.8361 | 0.6904 | 0.6068 | 0.4265 | 0.4455 |

Anexo 10: Determinación de resultados en prueba de Hinchamiento

| Tratamiento | Mediciones | | |
|-----------------|------------|----------|---------|
| | 2 horas | 24 horas | 7 días |
| sin tratamiento | 18.9430 | 20.4698 | 20.4698 |
| | 10.9883 | 10.9883 | 12.6061 |
| | 10.5750 | 11.7970 | 11.8596 |
| | 11.3834 | 13.6730 | 13.3344 |
| | 18.7478 | 21.3711 | 26.8625 |
| Media | 14.1275 | 15.6598 | 17.0265 |

| | | | |
|-----------------|---------|---------|---------|
| DS | 4.3169 | 4.9104 | 6.4898 |
| | 10.6897 | 12.8966 | 14.5345 |
| 180°C 15 min | 9.4792 | 12.1528 | 14.0972 |
| | 7.8736 | 8.7085 | 8.0537 |
| | 10.8263 | 10.7589 | 9.6627 |
| | 9.5805 | 11.4094 | 11.8960 |
| Media | 9.6899 | 11.1852 | 11.6488 |
| DS | 1.1881 | 1.5993 | 2.7952 |
| | 2.7431 | 6.8750 | 7.7951 |
| 180°C 30 min | 11.4334 | 14.7270 | 17.8498 |
| | 4.1946 | 1.3423 | 1.7617 |
| | 8.6196 | 9.4148 | 3.8486 |
| | 11.4858 | 12.6327 | 11.7768 |
| Media | 7.6953 | 8.9983 | 8.6064 |
| DS | 4.0613 | 5.2279 | 6.4350 |
| | 2.7923 | 1.9197 | 3.4904 |
| 200°C 15 min | 11.9799 | 11.4094 | 14.6309 |
| | 8.5784 | 6.9935 | 7.5163 |
| | 8.5412 | 12.7041 | 14.6600 |
| | 5.1237 | 9.0459 | 3.0035 |
| Media | 7.4031 | 8.4145 | 8.6602 |
| DS | 3.5383 | 4.2418 | 5.7376 |
| | 7.6042 | 8.0382 | 10.5382 |
| 200°C 30 min | 8.9706 | 14.5221 | 16.3787 |
| | 5.3771 | 3.3923 | 2.1653 |
| | 6.1331 | 9.5324 | 10.4317 |
| | 3.4130 | 5.4608 | 6.2628 |
| Media | 6.2996 | 8.1891 | 9.1553 |
| DS | 2.1241 | 4.2540 | 5.3138 |
| | 6.2044 | 11.7518 | 15.5474 |
| 220°C 15 min | 3.5590 | 8.1597 | 7.9340 |
| | 8.5258 | 9.0586 | 7.1226 |
| | 4.8561 | 8.7230 | 11.7986 |
| | 6.7140 | 10.6572 | 8.4547 |
| Media | 5.9719 | 9.6701 | 10.1715 |
| DS | 1.8837 | 1.4883 | 3.4928 |
| | 0.4608 | 3.5836 | 1.7577 |
| 220°C 30 min | 5.5738 | 10.0410 | 13.3197 |
| | 9.2428 | 10.4677 | 14.0312 |
| | 5.1585 | 8.6444 | 8.8380 |
| | 0.8878 | 1.0888 | 1.1055 |
| Media | 4.2647 | 6.7651 | 7.8104 |
| DS | 3.6458 | 4.1927 | 6.1583 |

Anexo 11: Determinación de resultados en prueba de Colorimetría

| Temperatura | Tiempo | L | a | b | c | E |
|-----------------|--------|---------|-----|------|------|------|
| Sin tratamiento | 0 | 78.8 | 2.8 | 26.3 | 25.3 | 12.9 |
| Media | | 11.8000 | | | | |

| | | | | | | | | |
|-----------------|----|-------|-----|------|------|------|-------|---------|
| Sin tratamiento | 0 | 82.6 | 4.2 | 24.3 | 26.1 | 10.7 | DS | 1.4977 |
| Sin tratamiento | 0 | 84.9 | 1.2 | 22.2 | 28.2 | 11.8 | | |
| 180 | 15 | -9.5 | 3.4 | 5.6 | 6.6 | 11.4 | Media | 13.3667 |
| 180 | 15 | -11.7 | 6.6 | 4.2 | 3.2 | 14.6 | DS | 2.1931 |
| 180 | 15 | -13.9 | 4.9 | 3.1 | 2.5 | 14.1 | | |
| 180 | 30 | -15.5 | 5.8 | 4.9 | 2.5 | 17.3 | Media | 17.2333 |
| 180 | 30 | -16.7 | 4.6 | 5.3 | 3.6 | 15.8 | DS | 2.1221 |
| 180 | 30 | -14.3 | 7.5 | 4.3 | 6.6 | 18.6 | | |
| 200 | 15 | -14.7 | 4.9 | 5 | 0.3 | 16.3 | Media | 16.2333 |
| 200 | 15 | -15.5 | 6.6 | 4.7 | -6.2 | 15.1 | DS | 3.2868 |
| 200 | 15 | -14.3 | 2.8 | 5.3 | -3.8 | 17.3 | | |
| 200 | 30 | -21 | 5 | 3.1 | 3.8 | 21.8 | Media | 21.5333 |
| 200 | 30 | -23.4 | 5.4 | -4.1 | 2.7 | 22.1 | DS | 0.7767 |
| 200 | 30 | -19.8 | 4.8 | 1.1 | 4.2 | 20.7 | | |
| 220 | 15 | -15.9 | 6 | 4 | 1.7 | 17.4 | Media | 17.0333 |
| 220 | 15 | -14.3 | 5.7 | 4.2 | 1.4 | 16.4 | DS | 0.3511 |
| 220 | 15 | 16.1 | 6.3 | 3.7 | 2.1 | 17.3 | | |
| 220 | 30 | -21.4 | 6.1 | 2.6 | 3.3 | 22.4 | Media | 24.9667 |
| 220 | 30 | -22.9 | 7.3 | 1.1 | 2.1 | 28.4 | DS | 0.6429 |
| 220 | 30 | -26.4 | 6.5 | 2.3 | 3.1 | 24.1 | | |

Anexo 12: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Libre de extractivos

Anova

```

Análisis de varianza
Respuesta:: extractivos
          Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
tiempo    1 0.15680 0.15680  0.8561 0.3731
temperatura  2 0.22225 0.11112  0.6067 0.5610
tiempo:temperatura  2 0.82082 0.41041  2.2409 0.1490
Residuals 12 2.19777 0.18315

```

Normalidad

```

Shapiro-wilk prueba de normalidad

data:  ri_ext
w = 0.97217, p-value = 0.8374

```

Homocedasticidad

```

Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 1.568753, Df = 1, p = 0.21039

```

No tiene efecto significativo

Anexo 13: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Lignina

Para evaluar la lignina fue necesario realizar un cambio de base. Se elevó la variable % de lignina al exponente -2.

Anova

```
Analisis de varianza
Respuesta:: lignina^-2
      Df      Sum Sq   Mean Sq F value   Pr(>F)
tiempo      1 4.1760e-08 4.1760e-08  0.8685 0.369730
temperatura  2 6.8374e-07 3.4187e-07  7.1108 0.009186 **
tiempo:temperatura  2 1.5034e-07 7.5170e-08  1.5635 0.249216
Residuals   12 5.7693e-07 4.8080e-08
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

Normalidad

```
Shapiro-wilk prueba de normalidad
data:  ri_lig
W = 0.93309, p-value = 0.22
```

Homocedasticidad

```
Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 0.5302249, Df = 1, p = 0.46651
```

Solo la temperatura tiene efecto significativo

Prueba de Tukey

```
$groups
(lignina^-2) groups
220 0.0014466365    a
180 0.0012648887   ab
200 0.0009734519    b
```

Anexo 14: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Holocelulosa

Anova

```
Analisis de varianza
Respuesta:: Holoce1
      Df Sum Sq Mean Sq F value   Pr(>F)
tiempo      1  55.76   55.76  1.1386 0.306952
temperatura  2 709.79  354.90  7.2461 0.008637 **
tiempo:temperatura  2  93.80   46.90  0.9576 0.411304
Residuals   12 587.73   48.98
```

Normalidad

```
Shapiro-wilk prueba de normalidad
data:  ri_holo
W = 0.93315, p-value = 0.2206
```

Homocedasticidad

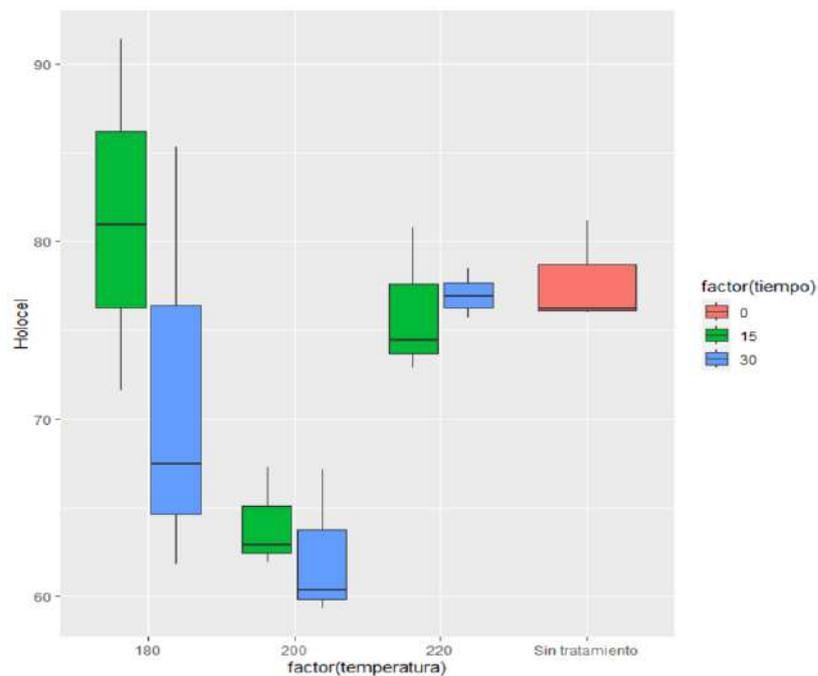
```
Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 0.9942391, Df = 1, p = 0.31871
```

Solo la temperatura tiene efecto significativo

Tukey

```
$groups
(Holocel) groups
220 76.53263      a
180 76.42815      a
200 63.15972      b
```

Gráficos de cajas



Anexo 15: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Celulosa

Al evaluar el efecto de la temperatura y el tiempo en la celulosa tras los procesos de torrefacción, se halló que existe un efecto interacción significativo ($F = 8.19$, p-valor) 0 004).

Anova

```
Analisis de varianza
Respuesta:: celulosa
      Df Sum Sq Mean Sq F value    Pr(>F)
tiempo  1  561.62   561.62  11.2730 0.004693 **
temperatura  3 1060.27   353.42   7.0940 0.003930 **
tiempo:temperatura  2  816.38   408.19   8.1933 0.004407 **
Residuals  14  697.48    49.82
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

Normalidad

```
Shapiro-wilk prueba de normalidad
data:  ri_cel
w = 0.94575, p-value = 0.2825
```

Homocedasticidad

```
Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 0.002040139, Df = 1, p = 0.96397
```

Tukey

La prueba de Tukey se realizó a la interacción. Se encontró que el contenido de celulosa al disminuye al cambiar la temperatura de 200 a 220°C empleando 15 minutos.

| Tiempo | Temperatura | Promedio | Sd | Tukey |
|--------|-------------|----------|------|-------|
| 15 | 180 | 75,7 | 2,49 | A |
| 30 | 220 | 71,5 | 9,93 | A |
| 30 | 180 | 67,1 | 8,91 | Ab |
| 15 | 200 | 59,7 | 3,27 | Ab |
| 30 | 200 | 51,8 | 6,39 | B |
| 15 | 220 | 51,2 | 6,86 | B |

El tratamiento de torrefacción tiene efecto significativo en la celulosa.

Anexo 16: Pruebas estadísticas de propiedades químicas – Hemicelulosa

Anova

```

Análisis de varianza
Respuesta: log(Hemi)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
tiempo      1  1.0929  1.09290   0.6833 0.4246
temperatura  2  1.4575  0.72877   0.4556 0.6446
tiempo:temperatura  2  6.1754  3.08769   1.9305 0.1875
Residuals   12 19.1932  1.59943

```

Normalidad

```

Shapiro-wilk prueba de normalidad
data:  ri_hemi
w = 0.94053, p-value = 0.2959

```

Homocedasticidad

```

Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 1.675999, Df = 1, p = 0.19546

```

Anexo 17: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Rendimiento de masa

Anova

```

Análisis de varianza
Respuesta: RM^-10
      Df Sum Sq Mean Sq F value    Pr(>F)
tiempo      1  1.7744   1.7744 12.9168 0.0006881 ***
temperatura  1  3.8196   3.8196 27.8041 2.235e-06 ***
tiempo:temperatura  1  0.6680   0.6680  4.8624 0.0315714 *
Residuals   56  7.6930   0.1374

```

Normalidad

```

Shapiro-wilk prueba de normalidad
data:  ri_rm
w = 0.95025, p-value = 0.016

```

Homocedasticidad

```
Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 1.626295, Df = 1, p = 0.20222
```

Anexo 18: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Densidad básica

Se evaluó el efecto de la temperatura y la precipitación. Se encontró que estas no son significativas.

Anova

```
Analisis de varianza
Respuesta: db
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
tiempo      1 0.01396 0.0139601  1.8493 0.1786
temperatura  2 0.00338 0.0016891  0.2238 0.8001
tiempo:temperatura 2 0.00613 0.0030634  0.4058 0.6681
Residuals   64 0.48313 0.0075489
```

Normalidad

```
shapiro-wilk prueba de normalidad
data:  ri_db
W = 0.96612, p-value = 0.05496
```

Homocedasticidad

```
Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 0.1961061, Df = 1, p = 0.65788
```

Anexo 19: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Contenido de humedad

Anova

```
Analisis de varianza
Respuesta: log(ch)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
tiempo      1 0.12735 0.12735  7.2937 0.01463 *
temperatura  2 1.47728 0.73864 42.3042 1.573e-07 ***
tiempo:temperatura 2 0.12312 0.06156  3.5259 0.05104 .
Residuals   18 0.31428 0.01746
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

Normalidad

```
Shapiro-wilk prueba de normalidad
data:  ri_m
W = 0.94424, p-value = 0.2026
```

Homocedasticidad

```
Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 0.181586, Df = 1, p = 0.67001
```

Si tiene efecto significativo en el contenido de humedad de equilibrio

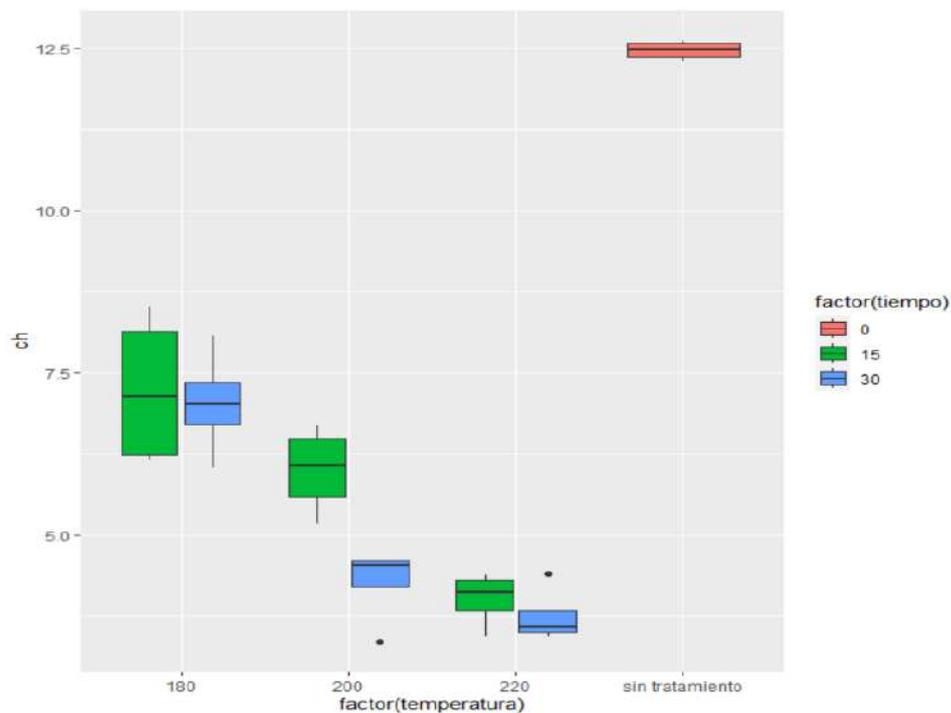
Tukey

La prueba de Tukey se realizó a la interacción.

```
Grupos por temperatura
log(ch) groups
180 1.956764    a
200 1.612809    b
220 1.350896    c

Grupos por tiempo
log(ch) groups
15 1.713000    a
30 1.567312    b
```

Gráficos de cajas



Anexo 20: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Hinchamiento volumetrico (2 horas)

Anova

```
Analisis de varianza
Respuesta: primero

```

| | Df | Sum Sq | Mean Sq | F value | Pr(>F) |
|--------------------|----|---------|---------|---------|-----------|
| tiempo | 1 | 19.242 | 19.242 | 2.2298 | 0.14841 |
| temperatura | 2 | 63.898 | 31.949 | 3.7023 | 0.03968 * |
| tiempo:temperatura | 2 | 1.034 | 0.517 | 0.0599 | 0.94198 |
| Residuals | 24 | 207.108 | 8.630 | | |

Normalidad

```
Shapiro-wilk prueba de normalidad
data: ri_primero
w = 0.96839, p-value = 0.4962
```

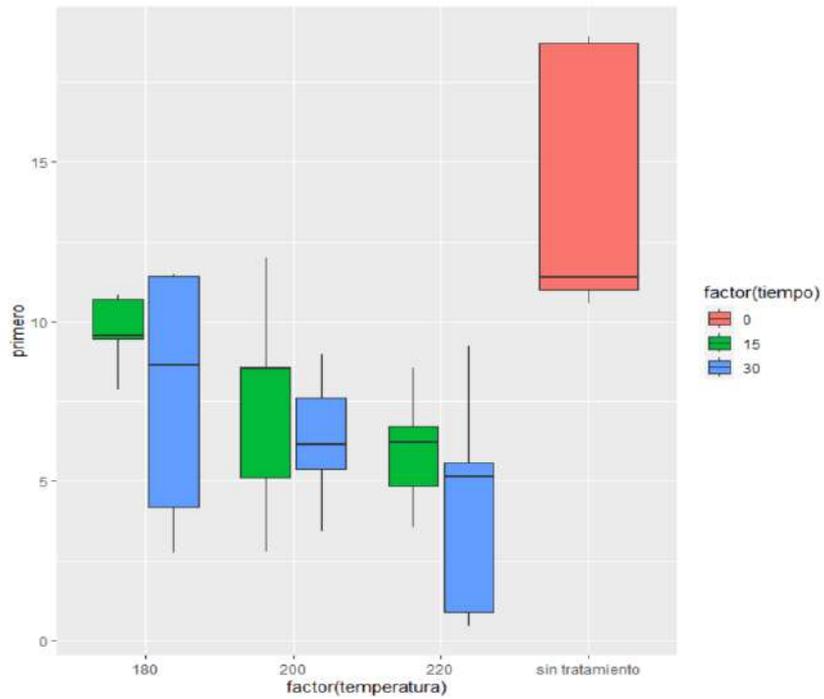
Homocedasticidad

```
Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 0.5779332, Df = 1, p = 0.44712
```

Tukey

```
$groups
      primero groups
180 8.692581      a
200 6.851341     ab
220 5.118282      b
```

Gráficos de cajas



Anexo 21: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Hinchamiento volumetrico (24 horas)

Anova

```

Análisis de varianza
Respuesta: segundo

```

| | Df | Sum Sq | Mean Sq | F value | Pr(>F) |
|--------------------|----|--------|---------|---------|--------|
| tiempo | 1 | 23.56 | 23.5610 | 1.6482 | 0.2115 |
| temperatura | 2 | 22.41 | 11.2060 | 0.7839 | 0.4680 |
| tiempo:temperatura | 2 | 9.62 | 4.8097 | 0.3365 | 0.7176 |
| Residuals | 24 | 343.09 | 14.2952 | | |

Normalidad

```

Shapiro-wilk prueba de normalidad
data: ri_segundo
w = 0.98201, p-value = 0.8761

```

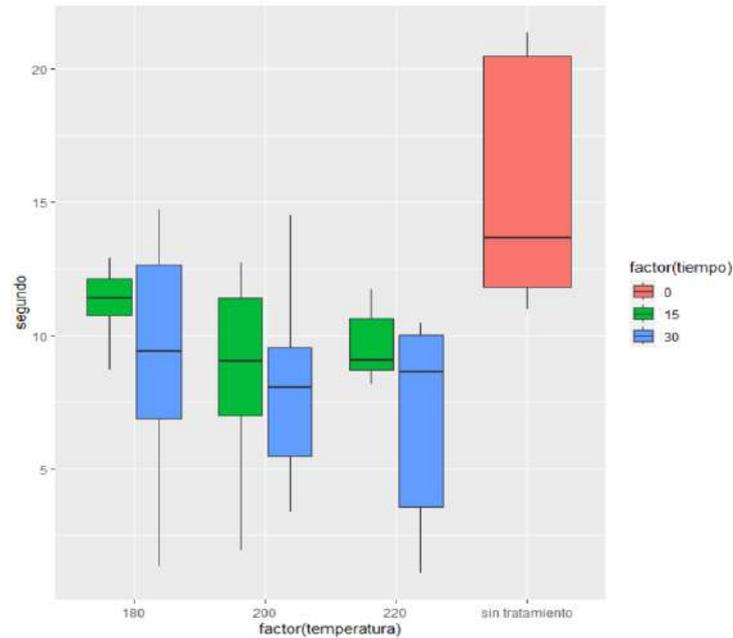
Homocedasticidad

```

Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 2.363866, Df = 1, p = 0.12417

```

Gráficos de cajas



Anexo 22: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Hinchamiento volumetrico (7 días)

Anova

Analisis de varianza
 Respuesta: tercero

| | Df | Sum Sq | Mean Sq | F value | Pr(>F) |
|--------------------|----|--------|---------|---------|--------|
| tiempo | 1 | 20.08 | 20.0765 | 0.7505 | 0.3949 |
| temperatura | 2 | 9.29 | 4.6450 | 0.1736 | 0.8416 |
| tiempo:temperatura | 2 | 17.61 | 8.8065 | 0.3292 | 0.7227 |

Normalidad

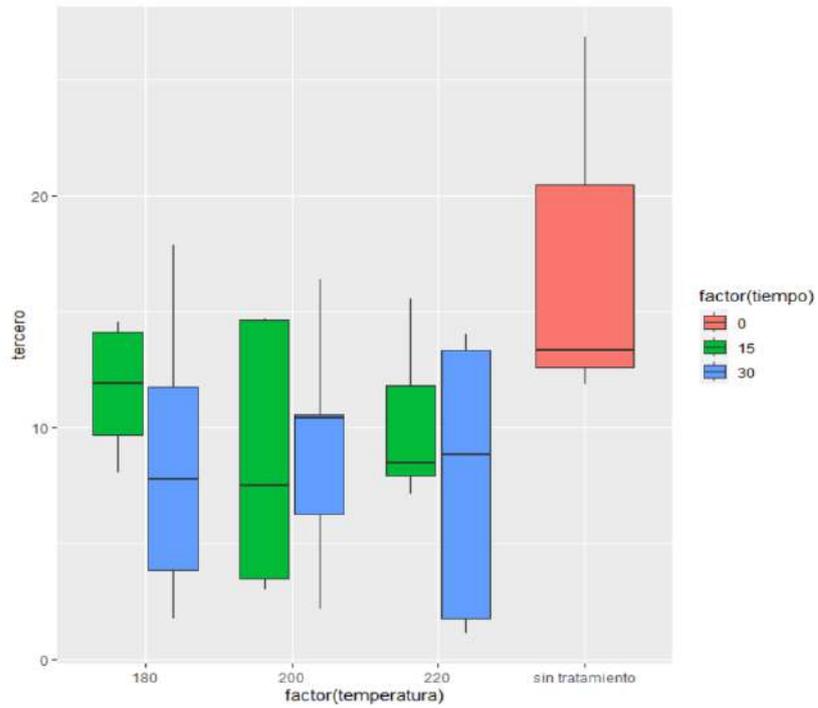
Shapiro-wilk prueba de normalidad

data: ri_tercero
 w = 0.95618, p-value = 0.2467

Homocedasticidad

Prueba de varianza no constante
 Formula de varianza: ~ fitted.values
 Chisquare = 2.888231, Df = 1, p = 0.089229

Gráficos de cajas



Anexo 23: Probetas sin tratamiento (prueba control) con indicios de moho negro posterior a la prueba de hinchamiento por 7 días



Anexo 24: Pruebas estadísticas de propiedades físicas – Colorimetría

Anova de valor ΔE

Se realizó una corrección elevando la variable ΔE al exponente 0.5.

```
Analisis de varianza
Respuesta: E^0.5
          Df Sum Sq Mean Sq  F value    Pr(>F)
tiempo      1  3.6993   3.6993 110.0332 5.151e-08 ***
temperatura  3  1.3726   0.4575  13.6087 0.000196 ***
tiempo:temperatura 2  0.1048   0.0524   1.5591 0.244740
Residuals   14  0.4707   0.0336
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

Shapiro-wilk prueba de normalidad

```
data:  ri_colo
w = 0.97652, p-value = 0.8681
```

Homocedasticidad

```
Prueba de varianza no constante
Formula de varianza: ~ fitted.values
Chisquare = 0.8624971, Df = 1, p = 0.35304
```

Tukey

```
tiempo temperatura  mean    sd Tukey
<dbl> <chr>         <dbl> <dbl> <chr>
  30 220           25.0 3.09  a
  30 200           21.5 0.737 ab
  30 180           17.2 1.40  bc
  15 220           17.0 0.551 bc
  15 200           16.2 1.10  c
  15 180           13.4 1.72  c
```

```
Grupos Tiempo
      (E) groups
30 21.24444  a
15 15.54444  b
```

```
Grupos Temperatura
      (E) groups
220 21.00000  a
200 18.88333  a
180 15.30000  b
```