



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

EFFECTO DE LA IMPREGNACIÓN CON POLÍMEROS SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA GUADUA

SANDRA PATRICIA REYES ORTIZ

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Ingeniería
Departamento Ingeniería - Mecánica y Mecatrónica
Bogotá, Colombia
2016

EFFECTO DE LA IMPREGNACIÓN CON POLÍMEROS SOBRE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA GUADUA

SANDRA PATRICIA REYES ORTIZ

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de:
Doctor en Ingeniería Ciencia y Tecnología de los Materiales

Director:

Ph.D. DAVID ARSENIO LANDINEZ TELLEZ

Asesor:

MEng. LUIS ALEJANDRO BOYACA MENDIVELSO

Línea de Investigación:

Nuevos Materiales

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Ingeniería
Departamento Ingeniería - Mecánica y Mecatrónica
Bogotá, Colombia

2016

Con amor a mis
grandiosos hijos, **Jerfy y Nicolás
Poveda Reyes**, a mi madre María
Herly, Cristina Reyes, a Tony
Máximo, y a toda mi familia, por
su apoyo y comprensión ante las
circunstancias derivadas de este
trabajo, que han limitado nuestro
compartir de vida.

*“Y desperté del sueño y vi tu luz brillar en mi
vida, llevándome a tomar un lugar en el
mundo, entendí y amé... Gracias Padre
eterno”*

Agradecimientos

El mayor agradecimiento es para con quién en este momento nos permite tener esta experiencia de vida, para ti **mi padre eterno**.

Agradezco el apoyo financiero brindado por el Departamento Administrativo de Ciencia Tecnología e Innovación –**COLCIENCIAS**- para mi formación doctoral.

Seguidamente, doy gracias a mi profesor orientador David Landinez T. por su constante apoyo y orientación, al profesor Luis Alejandro Boyacá M. por sus contribuciones en el área de polímeros, y por su apoyo incondicional al trabajo experimental y en la escritura de esta tesis. A la profesora Caori Patricia Takeuchi por sus comentarios y apoyo prestado a la fase experimental de este trabajo, al profesor Normando Perazzo por su gran apoyo y aportes a esta investigación, y a todos los que me han colaborado con sus aportes en general, al Ingeniero José Manuel Arroyo, al profesor Jairo Roa del departamento de Física, al profesor Jorge Lozano del SINDU, a la profesora Patricia Luna de la Facultad de Ingeniería, muchas gracias y bendiciones.

Agradecimientos también al señor Ernesto Rodríguez por proveernos los culmos de *Guadua angustifolia*, al técnico Ricardo Cortes del laboratorio de Ingeniería química de la UN. Al señor Pedro Cruz del taller de carpintería de la Facultad de Ingeniería de la UN por su colaboración en la elaboración de las probetas de *Guadua a*. A la Universidade Federal da Paraíba (Brasil) por permitirnos el uso de sus equipos para la caracterización del material presentado en este trabajo.

Y a todos los que en este momento me olvidé de nombrar pero que saben han sido de gran apoyo en este camino recorrido. Gracias

Resumen

El bambú *Guadua angustifolia* Kunth ha sido aceptado como elemento estructural en las NSR-10. Sin embargo, debido a su biodegradación y baja durabilidad, continúa siendo objeto de estudios que propenden por mejorar sus propiedades.

El objetivo principal de esta investigación fue evaluar el efecto que la impregnación dentro de la *Guadua angustifolia* Kunth macana con copolímeros a partir de estireno (St), metacrilato de metilo (MMA) y acrilato de butilo (BuA), tiene sobre las propiedades mecánicas de compresión y flexión, la absorción de agua y la variación dimensional. Así como, de identificar el papel del acrilato de butilo como agente plastificante en el copolímero.

La copolimerización fue analizada a través de dilatometría, viscosimetría, porcentaje de sólidos, DSC, DTG, FTIR y ensayo a compresión. Los resultados indicaron que la impregnación dentro de la *Guadua a.* puede realizarse usando la mezcla de monómeros St: MMA: BuA en relación 2:2:1, con 1.0% de PBO y 0,5% de dodecilmercaptano, llevados a 55°C por menos de 90 minutos. La concentración de BuA se estableció para alcanzar mínimo una Tg de 60°C.

La infiltración al vacío de sustancias fijadoras de tejido, glutaraldehído 2,5% y solución FAA, dentro de pequeñas probetas de *Guadua a.*, no modificaron la dimensión de los vasos de metaxilema, y aumentaron el índice de cristalinidad. Los resultados de los ensayos a compresión y flexión indicaron que el tratamiento térmico, el tratamiento químico y las impregnaciones con polímeros mejoraron las propiedades mecánicas. También se logró la disminución de absorción de agua y reducir la variación dimensional.

Palabras clave: *Guadua a.*, preservación, impregnación, copolímeros, ASTM 143, ASTM 1413

Abstract

Guadua angustifolia Kunth accepted as a structural element in the NSR-10, but because of its low durability, it continues being studied to improve their properties.

Therefore, the main objective of this study was to evaluate the effect of the impregnation within the *Guadua angustifolia* Kunth macana with copolymers from styrene (St), methyl methacrylate (MMA) and butyl acrylate (BuA), has on mechanical properties of compression and bending, water absorption and the dimensional variation. In addition, to identify the role of butyl acrylate as a plasticizing agent in the copolymer too.

The kinetic constants of polymerization, and the polymerization time were obtained by dilatometry, in that the viscosimetric study was conducted through a cone and plate rheometer. The results indicated that the impregnation inside the *Guadua a.* may be performed using the monomer mixture St: MMA: BuA in relation 2: 2: 1 respectively, adding 1.0% PBO and 0.5% dodecyl mercaptan, carried at 55°C for less than 90 minutes. BuA concentration was set to achieve a Tg of at least 60°C.

Vacuum infiltration of substances for tissue fixation, glutaraldehyde 2.5% and FAA solution, within small specimens of *Guadua a.*, did not change the size of the vessels of metaxylem, and increased the crystallinity index. The compressive and flexural strength results, indicated that heat treatment, chemical treatment and impregnation with polymers, improved mechanical properties. Also that the water absorption decreased, and the dimensional variation was reduced.

Keywords: *Guadua angustifolia.*, **Preservation, Impregnation, Copolymers, Butyl Acrylate, ASTM 143-09, ASTM 1413-07**

Contenido

1. INTRODUCCION	1
1.1. Justificación	5
1.2. Objetivos	7
1.3. Hipótesis	8
2. PRODUCCION Y CARACTERIZACION DE LOS POLIMEROS	9
2.1. Proceso de polimerización y caracterización del polímero	9
<i>2.1.1. Proceso de polimerización</i>	9
<i>2.1.2. Copolimerización</i>	13
<i>2.1.3. Temperatura de transición vítrea (T_g)</i>	14
<i>2.1.4. Caracterización del copolímero</i>	17
<i>2.1.4.1. Análisis térmicos</i>	17
<i>2.1.4.1.1. Calorimetría exploratoria diferencial (DSC)</i>	17
<i>2.1.4.1.2. Análisis termogravimétrico (TGA)</i>	18
<i>2.1.4.2. Propiedades mecánicas</i>	18
<i>2.1.4.3. Viscosimetría</i>	20
<i>2.1.4.4. Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier</i>	21
2.2. Metodología	23
<i>2.2.1. Copolimerización del poli-(St-co-MMA) y el terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA)</i>	23
<i>2.2.2. Dilatometría</i>	23
<i>2.2.3. Viscosimetría</i>	25
<i>2.2.4. Microscopia electrónica de barrido (MEB) –adaptado de Gebizlioghu, et al., (1990).</i>	27
<i>2.2.5. Calorimetría diferencial exploratoria DSC- Adaptado de Bing Meng, et. al., (2012)</i>	27
<i>2.2.6. Análisis termogravimétrico TGA -Adaptado de Leskovac, et al., (1999).</i>	28
<i>2.2.7. Espectroscopia en el infrarrojo con transformada de Fourier- adaptado de Cerrada M.L. et al. (2001)</i>	28
<i>2.2.8. Ensayo a compresión- Adaptado de Manrich Silvio (2005) de acuerdo a norma ASTM D 695</i>	28
2.3. Resultados y Discusión	30
<i>2.3.1. Proceso de polimerización</i>	30
<i>2.3.1.1. Dilatometría</i>	31
<i>2.3.1.2. Avance de reacción por gravimetría– efecto gel Trommsdorff - Norrish</i>	38
<i>2.3.1.3. Viscosimetría</i>	41
<i>2.3.2. Caracterización de los polímeros</i>	44
<i>2.3.2.1. Microscopia óptica (MO) y electrónica de barrido (MEB)</i>	44
<i>2.3.2.2. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)</i>	48
<i>2.3.2.3. Análisis termogravimétrico (TGA) y su derivada (DTGA)</i>	49

2.3.2.4. <i>Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)</i>	52
2.3.2.5. <i>Ensayo a compresión sobre las probetas de polímeros</i>	56
3. GUADUA A. IMPREGNADA CON POLIMEROS Y SUS PROPIEDADES	58
3.1. Generalidades sobre el Bambú	58
3.1.1. <i>Histología del bambú y transporte de sustancias</i>	62
3.1.2. <i>Procesos de preservación del culmo de Bambú</i>	68
3.1.3. <i>Composición química del bambú</i>	74
3.1.4. <i>Proceso de impregnación con polímeros</i>	83
3.2. Metodología	85
3.2.1. <i>Ubicación y características del culmo de la Guadua angustifolia</i>	85
3.2.2. <i>Elaboración de los cuerpos de prueba– Norma ASTM 143-09</i>	86
3.2.3. <i>Infiltración con soluciones fijadoras de tejido –Adaptación de la Norma ASTM D 1413-99</i>	88
3.2.4. <i>Impregnación con monómeros y polimerización “in situ”</i>	91
3.2.5. <i>Ensayos mecánicos- Adaptación de la norma ASTM 143-09</i>	92
3.2.6. <i>Microscopia óptica – Adaptado de Liese W. (1994)</i>	94
3.2.7. <i>Microscopia electrónica de barrido –adaptada de Gebizlioghu O.S., et al., (1990)</i>	94
3.2.8. <i>Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)- adaptado de Cerrada M.L. et al. (2001)</i>	95
3.2.9. <i>Difracción de rayos X. (DRX) – Adaptado de Liu K. et. al. (2012)</i>	96
3.2.10. <i>Porcentaje de absorción de agua</i>	97
3.3. Resultados y discusión	98
3.3.1. <i>Tamaño y distribución de los vasos conductores y las fibras</i>	98
3.3.1.1. <i>Infiltración de la solución fijadora FAA (formaldehído, ácido acético y alcohol) en probetas de Guadua a.</i>	106
3.3.1.2. <i>Infiltración de la solución fijadora glutaraldehído en probetas de Guadua</i>	109
3.3.1.3. <i>Análisis del diámetro del metaxilema</i>	112
3.3.1.4. <i>Caracterización post-tratamiento de infiltración con sustancias fijadoras</i>	115
3.3.1.4.1. <i>Difracción de rayos X (DRX)</i>	115
3.3.1.4.2. <i>Espectrofotometría infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)</i>	117
3.3.1.5. <i>Polimerización “in situ” en probetas de Guadua angustifolia</i>	120
3.3.1.6. <i>Propiedades mecánicas</i>	124
3.3.1.6.1. <i>Ensayo a compresión paralela de las fibras (Cp)</i>	130
3.3.1.6.2. <i>Ensayo a flexión longitudinal</i>	141
3.3.1.7. <i>Caracterización del material impregnado con polímero</i>	148
3.3.1.7.1. <i>Microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido</i>	148
3.3.1.7.2. <i>Difracción de rayos X (DRX)</i>	152
3.3.1.7.3. <i>Espectrofotometría por infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)</i>	154
3.3.1.8. <i>Porcentaje de absorción de agua</i>	156

3.3.1.9. <i>Resistencia a la degradación</i>	160
4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	162
ANEXOS	168
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	216

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1: Mecanismo de iniciación de los catalizadores PBO y AIBN	11
Figura 2-2: Reacción de polimerización entre monómeros de estireno y metacrilato de metilo	13
Figura 2-3. Comportamiento térmico de los polímeros (Adaptado de Hiemenz, 1984)	15
Figura 2-4. Comportamiento de deformación de polímeros vítreos. A) en tensión. B). en compresión	19
Figura 2-5: Geometría de un viscosímetro de cono y	20
Figura 2-6. Espectro FT-IR de A.) Poliestireno y B.) Polimetacrilato de metilo	22
Figura 2-7. Fotografía sistema usado en la dilatometría	24
Figura 2-8. Fotografía del reómetro de cono y placa	26
Figura 2-9. Fotografías (A) polímero precipitado con metanol enfriado, (B) sólidos finales obtenidos para el sistema poli-(St-co-MMA-co-BuA) en diferentes tiempos de polimerización.	26
Figura 2-10. Probetas para ensayo a compresión	29
Figura 2-11. Grafico obtenido a partir de datos experimentales aplicando el método KezdySwimbourne	32
Figura 2-12. Grafico obtenido aplicando el método de Kesdy-Swimbourne para determinar la velocidad de polimerización	33
Figura 2-13. Fotografia del efecto gel observado en la polimerización del poliestireno	39
Figura 2-14. Polímeros defectuosos por causa del efecto gel	40
Figura 2-15. Conversiones obtenidas para las diferentes mezclas de estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo a 60°C y $[I]_0=0,037$ M.	40
Figura 2- 16. A) gráfico experimental PMMA con $[PBO]=0,037$ M y B) Simulación para el sistema PMMA con $[PBO]=0,0155$ M a 50°C	42
Figura 2-17. Microfotografías del copolímero y terpolímero con aumento de 20X	45
Figura 2-18. Microfotografías obtenidas por MEB sobre los polímeros y copolímeros	46
Figura 2-19. Termogramas obtenidos por DSC sobre los polímeros y copolímeros	49
Figura 2-20. Termograma obtenido por TGA sobre las muestras de polímeros	51

Figura 2-21. Curva derivada DTG de las muestras de polímeros y copolímeros	52
Figura 2-22. Espectro en el infrarrojo del poliacrilato de butilo (PBuA)	53
Figura 2-23. Espectro en el infrarrojo del polimetacrilato de metilo (PMMA)	53
Figura 2-24. Espectro en el infrarrojo del poliestireno (PSt)	54
Figura 2-25. Espectro en el infrarrojo del copolímero poli-(St-co-MMA)	55
Figura 2-26. Espectro en el infrarrojo del terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA)	55
Figura 2-27. Fotografía de las probetas de los polímeros luego de efectuarse el ensayo a compresión.	56
Figura 2-28. Gráficos de ensayo a compresión de las probetas de los polímeros y copolímeros	57
Figura 3-1: Clasificación y ubicación geográfica de los cultivos de bambú en el mundo	59
Figura 3-2: Partes de un culmo de bambú.	60
Figura 3-3: Tejidos fundamentales del bambú. Microfotografía tomada por SEM (A)*. Microfotografía de corte transversal de la especie <i>Guadua angustifolia</i> tomada en microscopio óptico (B).	60
Figura 3-4. Engrosamiento en madera* (A) y en fibras de bambú** (B).	61
Figura 3-5. Estructura general de un culmo de bambú(A). Diseño de los elementos de los haces vasculares en la región internudo (B).	62
Figura 3-6: Tilosas generando bloqueo en los vasos conductores*.	64
Figura 3-7: Estructura de la pared de la fibra natural del Bambú (A). Detalles sobre la estructura de la fibra de bambú (B)*.	66
Figura 3-7: Estructura de la pared de la fibra natural del Bambú (A). Detalles sobre la estructura de la fibra de bambú (B)*.	67
Figura 3-9: Fotografías del ataque causado por insectos sobre un nudo de <i>Guadua angustifolia</i> (A). Deterioro causado por ataque de insectos (B).	69
Figura 3-10: Fotografías A) Sistema modificado para el tratamiento por desplazamiento de savia, B) salida de material conservante impregnado a presión.	73

Figura 3-11: Representación de las microfibrillas de celulosa en la pared celular	75
Figura 3-12: Estructuras químicas de hemicelulosa (A). Lignina (B).	76
Figura 3-13: Reacción de alcalinización de la celulosa (A). Representación de la modificación del hidróxido de sodio sobre las sustancias lignocelulósicas (B).	78
Fig. 3-14: Seccionamiento de los toletes para elaboración de probetas	86
Figura 3-15: Elaboración de las probetas de <i>Guadua a</i>	87
Figura 3-16: Sistema de infiltración	90
Figura 3-17: Preparación de las probetas para el Secado posterior a la infiltración	91
Figura 3-18: Ensayo de compresión paralela a la fibra	93
Figura 3-19: Ensayo de flexión longitudinal	94
Figura 3-20: Corte de las probetas usando equipo de corte de precisión	95
Figura 3-21: Proceso de molienda de las probetas	96
Figura 3-22: Proceso de desplazamiento de sustancias usando agua en un sistema adaptado del método Boucherie.	99
Figura 3-23: Fotografías que indican el desplazamiento del líquido dentro del tejido interno	101
Figura 3-24: Variación de la masa y del volumen en las muestras testigos	105
Figura 3-25: Variación dimensional pos-tratamiento	107
Figura 3-26: Tratamiento de muestras con solución fijadora FAA	108
Figura 3-27: Tratamiento de muestras con solución de glutaraldehído al 2,5%	110
Figura 3-28: Microfotografías de bambú <i>Guadua a.</i> después del tratamiento con (A) solución de glutaraldehído 2.5% y (B) solución FAA	112
Figura 3-29: Microfotografías antes (A), y después del tratamiento con solución de glutaraldehído al 2.5% (B).	113
Figura 3-30: Difractogramas comparativos entre la muestra natural y muestras con tratamientos químicos	116
Figura 3-31: Espectros en el infrarrojo de las muestras natural y tratadas químicamente	118
Figura. 3-32: Diseño de las probetas para ejecución de los ensayos mecánicos	127

Figura. 3-33. Ensayo de compresión paralela a la fibra	131
Figura 3-34. Curva de esfuerzo frente a la deformación durante ensayo a compresión paralelo a la fibra	132
Figura. 3-35. Valores de esfuerzo máximo obtenidos por ensayo de compresión paralela a la fibra	136
Figura 3-36. Valores de módulo de elasticidad obtenidos por ensayo de compresión paralela a la fibra	137
Figura. 3-37. Resistencia a la compresión en función de la densidad	139
Figura 3-38. Curva de carga – desplazamiento de la probeta FNat8	142
Figura 3-39. Microfotografías de probeta natural (A) y probeta impregnada con polímero (B) luego del ensayo a flexión.	143
Figura 3-40. Diagrama de caja y bigotes usando resultados de esfuerzo máximo a la flexión	145
Figura 3-41. Diagrama de caja y bigotes usando resultados de módulo de elasticidad en ensayo a flexión	146
Figura 3-42. Imágenes captadas en microscopio óptico	149
Figura 3-43. Imágenes captadas en microscopio óptico 10X sobre un haz vascular en un corte transversal en las probetas de <i>Guadua a</i>	150
Figura 3-44. Imágenes captadas en microscopio óptico 10X sobre un haz vascular en un corte longitudinal en las probetas de <i>Guadua a</i>	150
Figura 3-45. Microfotografía de vaso de metaxilema impregnado con copolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA)	151
Figura 3-46. Microfotografía de parénquima y fibras en muestra impregnada con copolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA)	151
Figura 3-47. Difractograma comparativo de las muestras de <i>Guadua a.</i> con proceso de impregnación, infiltración y natural.	153
Figura 3-48. Espectros en el infrarrojo de las muestras natural y las impregnadas con copolímeros	155
Figura 3-49. Ensayo de absorción de agua en probetas de <i>Guadua a.</i>	156
Figura 3-50. Fotografías de las probetas sometidas a contacto con <i>Dinoderus minutus</i>	161
Figura 3-51. Fotografías de los culmos infiltrados a presión con diferentes tratamientos y natural	161

LISTA DE TABLAS

Tabla 2-1: Constantes cinéticas de los monómeros en función de la temperatura.	10
Tabla 2-2: Constantes cinéticas de los iniciadores en tolueno y en monómeros de estireno.	11
Tabla 2-4. Conversión del poli-(St-co-MMA-co-BuA) en función de la concentración de iniciador	37
Tabla 3-4. Variación de parámetros físicos durante el proceso de infiltración con agua.	104
Tabla 3-5. Variación de parámetros físicos durante el proceso de secado	106
Tabla 3-6. ANOVA del tratamiento de secado sobre las probetas testigo de Guadua	106
Tabla 3-7. Variación de las probetas usando solución fijadora FAA	107
Tabla 3-8. ANOVA entre grupos de probetas tratadas con solución fijadora FAA	109
Tabla 3-9. Variación de las probetas usando solución de glutaraldehído al 2,5%.	110
Tabla 3-10. ANOVA entre grupos de muestras tratadas con glutaraldehído al 2,5%.	111
Tabla 3-11. Variación del diámetro del metaxilema	114
Tabla 3-12. Influencia de la infiltración con soluciones fijadoras sobre el índice de cristalinidad del material lignocelulósico de la <i>Guadua a.</i>	117
Tabla 3-13. Descripción de las probetas impregnadas	122
Tabla 3-14. Variación porcentual de los parámetros analizados en las probetas impregnadas con polímeros para ensayos a compresión paralela a la fibra	123
Tabla 3-15. Variación porcentual de los parámetros analizados en las probetas impregnadas con polímeros para ensayos a Flexión.	123
Tabla 3-16. Variación porcentual promedio de las muestras infiltradas e impregnadas usadas para ensayo a compresión paralela a la fibra y a flexión.	129
Tabla 3-17. Parámetros de caracterización ante resistencia a la compresión para muestras de Guadua a. natural	133
Tabla 3-18. Resultados estadísticos de la caracterización ante resistencia a la compresión para probetas de <i>Guadua a.</i> con diferentes tratamientos	134
Tabla 3-19. Variación porcentual con referencia a los valores de las probetas de <i>guadua a.</i> en estado natural en ensayo a compresión paralela a la fibra	138

Tabla 3-20. Factores de linealidad del esfuerzo en función de la densidad de las probetas de guadua angustifolia	140
Tabla 3-21. Valores obtenidos de las probetas falladas a flexión	144
Tabla 3-22. Variación porcentual con referencia a los valores de las probetas de <i>guadua a.</i> en estado natural en ensayo a flexión longitudinal	147
Tabla 3-23. Coeficientes de correlación lineal en los graficos de esfuerzo en función de la densidad y del contenido de humedad	148
Tabla 3-24. Influencia de la infiltración e impregnación con copolimeros sobre el índice de cristalinidad del material lignocelulósico de la <i>Guadua a.</i>	154
Tabla 3-25. Porcentaje de absorción de agua de las probetas de <i>Guadua a.</i>	157
Tabla 3-26. Variación porcentual de la absorción de agua en las probetas a diferentes tiempos de inmersión	157
Tabla 3-27. Variación porcentual del hinchamiento en la espesura (t) de las probetas a diferentes tiempos de inmersión	158
Tabla 3-28. Variación porcentual del hinchamiento en el ancho (b) de las probetas a diferentes tiempos de inmersión	158
Tabla 3-29. Variación porcentual del largo (L) de las probetas a diferentes tiempos de inmersión	159
Tabla 3-30. Variación porcentual del volumen (V) de las probetas a diferentes tiempos de inmersión	159

Introducción

Admirar la belleza que imprime el bambú a las obras en las que se le exhibe, aprovechar la abundancia de ese material versátil y gozar de los beneficios que éste le brinda a las estructuras en las que interviene, fueron las principales consideraciones para mostrar interés en proponer esta investigación, la cual se refiere al mejoramiento de las propiedades mecánicas de los culmos de la *Guadua angustifolia* Kunth. En yuxtaposición a la relevancia que esta especie adquirió desde el evento sísmico del año 1999 en la región cafetera de Colombia, y con la importancia adjudicada como elemento estructural para uso en edificaciones y puentes, como consta en el reglamento de construcción sismo resistente, NSR-10 en su título G (AIS, 2010).

No obstante, a través del intercambio de información con reconocidos investigadores en el tema del bambú, y teniendo en cuenta una extensa revisión bibliográfica, así como la participación en eventos internacionales sobre el tema, se identificaron algunas deficiencias persistentes en los culmos, entre las cuales se asumieron algunas como materia de estudio en este trabajo:

- a. El desempeño estructural del culmo de bambú es afectado por la descomposición del tejido vegetal, ya que algunas sustancias como ceras, almidones y azúcares que lo constituyen son foco de atracción para insectos, fuente para la producción de hongos, o sirven como iniciadores de reacciones bioquímicas que deterioran el material.
- b. Las células que componen el tejido vegetal contienen la celulosa, sustancia que aporta grupos hidroxilos capaces de absorber humedad, y de ejercer un efecto directo sobre la variación dimensional y la degradación del culmo.
- c. El proceso de infiltración de sustancias en el interior del bambú es limitado debido a que el tejido parenquimatoso presenta membranas microporosas que limitan el

flujo por las estrechas cavidades que las interconectan. Además, los vasos conductores que llegan a representar máximo un 10% del volumen total del culmo, traspasan los tallos longitudinalmente con alguna discontinuidad en la región de los nudos, lo que impide la impregnación total de la vara.

- d. La impregnación con polímeros iniciada hace más de 50 años por el profesor W. Liese y colaboradores, no ha tenido un uso generalizado como método de modificación de los culmos de bambú (Liese W. 1994).
- e. En Colombia y en otras regiones tropicales existen grandes extensiones de bambusales generalmente en condiciones de cultivo inadecuadas que acentúan las deficiencias de los culmos y conllevan al rechazo de este material. En este caso, la impregnación con polímeros se torna una alternativa viable para su aprovechamiento.

Los ítems anteriores junto con el inconformismo manifestado por algunos autores sobre los tratamientos de preservación del bambú, y aprovechando los avances en la obtención de materiales compósitos usando matrices poliméricas, se propuso la producción de bambú impregnado con polímeros, con el fin de evaluar un método de polimerización “in situ” que afirmara la hipótesis que la impregnación en el interior de la *Guadua a.* con el copolímero poli-(estireno-co-metacrilato de metilo) adicionado con acrilato de butilo lograba disminuir la absorción de humedad, aumentar la resistencia a la degradación y mejorar las respuestas frente a esfuerzos de flexión y de compresión paralela a la fibra.

El desarrollo y la evaluación de estos planteamientos se llevó a cabo entre la Universidad Nacional de Colombia y la Universidade Federal da Paraíba de Brasil. El uso de los monómeros de estireno y de metacrilato de metilo, se justificaron debido a su fácil consecución, precio económico, antecedentes bibliográficos en el tema de estudio, adecuadas propiedades mecánicas para los fines propuestos y su afinidad con la matriz vegetal. La adición del acrilato de butilo además de permitir el estudio de su efecto sobre la resistencia mecánica del material compuesto, fue útil como agente reductor de la temperatura de transición vítrea del copolímero.

La metodología, hipótesis y resultados de este trabajo son detallados en los capítulos que componen esta tesis y cuya estructura se explica a continuación.

En el presente capítulo, que es una introducción al trabajo general, se presenta la justificación, los objetivos y la hipótesis general de esta investigación propuesta como tesis doctoral.

El capítulo 2, Obtención y caracterización de los copolímeros, explica el proceso de polimerización de las mezclas de monómeros, la influencia de las velocidades de reacción de los diferentes copolímeros y homopolímeros. Además presenta métodos de caracterización por dilatometría, viscosimetría, análisis por calorimetría, y resistencia a la compresión del copolímero, que le permiten su identificación y diferenciación al cotejarlo con el compuesto bambú-polímero.

En el capítulo 3, *Guadua a.* impregnada con polímeros y sus propiedades, se centra al lector en una visión general sobre el bambú. Se muestra una sinopsis de su clasificación taxonómica dentro de la familia de las *Poaceae*, y se realiza la descripción del tejido parenquimatoso, esclerenquimatoso y de los haces vasculares que componen el bambú, tratando de mantener el enfoque sobre el transporte de sustancias en su interior y ubicando anatómicamente los espacios libres del tejido en los cuales se puede lograr la polimerización interna. Se presenta la discusión específica de la infiltración con sustancias fijadoras de tejido y la impregnación de monómeros con posterior polimerización “in situ”. La caracterización del compuesto de bambú-polímero por métodos físicos y mecánicos. Referenciando también los antecedentes de las técnicas de impregnación y de caracterización de materiales compósitos estudiados previamente por otros autores, usando diversas mezclas poliméricas, y tejidos vegetales de otras especies de bambú y de madera.

El capítulo 4, conclusiones, resume los alcances logrados en cada uno de los capítulos anteriores. Se presentan párrafos que sintetizan la discusión de los datos y que permiten proponer nuevas alternativas para reforzar esta tesis en futuros trabajos.

Finalmente, se presentan los anexos, donde se detallan informaciones sobre resultados o procedimientos mencionados dentro de los anteriores capítulos.

Sin embargo, antes de abordar los capítulos que definen los resultados de éste trabajo, se presentan la justificación y los objetivos sobre los cuales se centra la investigación.

1.1 Justificación

El auge por el uso de los materiales renovables en las diferentes estructuras dentro de la ingeniería civil y en la arquitectura, de cara a disminuir los problemas ambientales causados por la exagerada producción, consumo y residuos de materiales industrializados, es una tendencia internacional que logra aprovechar la armonía que los recursos naturales brindan a las construcciones y al paisajismo.

En Colombia durante los últimos años, los recursos renovables y sustentables como el bambú *Guadua a.* han tenido una mayor aplicación en los sistemas constructivos urbanos y rurales, debido a su óptimo desempeño sismo-resistente, a pesar de no haberse superado definitivamente los problemas asociados con la durabilidad, la absorción de agua, la resistencia y la adhesión a las matrices circundantes.

La demanda del bambú en el mercado global es alta, incluso en grandes obras como el aeropuerto de Barajas en Madrid (España), el cual tiene al bambú como elemento de revestimiento, dando al ambiente un agradable aspecto estético. Sin embargo, de una manera general, se tiene poca oferta de ese material con la calidad apropiada para los procesos de construcción. Los cultivos de bambú en su mayoría son esporádicos y sin la silvicultura adecuada para fines comerciales. En este punto, como expresan Espinal *et. al.* (2005), se reconoce la necesidad de desarrollar una transferencia de tecnología tendiente a crear conciencia de la gestión y la utilización adecuada de ese recurso.

La ciencia de los materiales ofrece alternativas que promueven la modificación de las matrices lignocelulósicas, fibras naturales o piezas provenientes de material vegetal, con el fin de optimizar sus propiedades, y de ampliar su aplicación industrial. Por ejemplo, Preechatiwong *et. al.* (2006), han propuesto la impregnación con polímeros dentro de láminas de bambú, usando monómeros de metacrilato de metilo, con el objetivo de disminuir

la proliferación de hongos, y de promover la adhesión en piezas laminadas usando resinas de fenol-formaldehído. Ese tipo de resina también fue estudiada por Anwar *et. al.* (2009), las impregnaciones realizadas sobre probetas de bambú en sistemas a vacío, lograron aumentar la resistencia a la compresión de las láminas analizadas.

Los trabajos de impregnación sobre pequeñas piezas de madera han sido difundidos en mayor proporción que el uso de probetas de bambú. Como ejemplo, Rashmi, *et. al.* (2003), lograron la modificación química del material lignocelulósico del árbol de siringueira, usando monómeros de estireno junto con un agente de reticulación, impregnando las piezas al vacío. Los autores reportaron la disminución de absorción de agua y la retracción pos-secado, mientras que el módulo de elasticidad se mostró en aumento.

Recapitulando, el bambú siendo un material renovable con propiedades que lo posicionan en el área de la construcción, puede requerir de modificaciones biológicas, físicas o químicas para aumentar su durabilidad y aplicación industrial. Por tanto, teniendo como base una extensa revisión bibliográfica y un metódico trabajo experimental, en esta tesis doctoral se presenta el proceso de impregnación con monómeros de metacrilato de metilo y de estireno, evaluando el acrilato de butilo como agente plastificante interno durante la polimerización, a fin de analizar el efecto que la impregnación con esos copolímeros puede ejercer sobre las propiedades mecánicas de compresión y de flexión, así como al porcentaje de absorción agua de las probetas impregnadas.

El uso de los monómeros de estireno y metacrilato de metilo han sido mencionados en la impregnación de bambú y madera, sin embargo, al generarse la polimerización por radicales libres, la humedad residual de las fibras y la falta de transporte radial de sustancias en el interior del tejido, pueden comprometer el proceso de infiltración e impregnación.

1.2 Objetivos

El principal objetivo de este trabajo fue evaluar el efecto que la impregnación dentro de la *Guadua angustifolia* Kunth macana con copolímeros a partir de estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo, tiene sobre las propiedades mecánicas de compresión y flexión, la absorción de agua y la variación dimensional.

Los objetivos específicos fueron:

- Obtener y caracterizar los copolímeros poli-(estireno-co-metacrilato de metilo) y poli-(estireno-co-metacrilato de metilo-co-acrilato de butilo), y evaluar el efecto que produce el acrilato de butilo a la resistencia de compresión del copolímero.
- Caracterizar morfológicamente las muestras de *Guadua a.* teniendo en cuenta el tamaño de los vasos de metaxilema, así como conocer el efecto que causa la infiltración de soluciones fijadoras sobre el tamaño de ese elemento conductor.
- Producir la impregnación con copolímeros dentro del tejido vegetal, a partir de la polimerización “in situ” de los monómeros infiltrados adaptando la norma ASTM 1413-07.
- Caracterizar el nuevo material compuesto bambú-polímero por ensayos físicos, mecánicos, absorción de agua y variación dimensional.

1.3. Hipótesis

La hipótesis con la que se inició esta investigación fue que la impregnación parcial de polímeros obtenidos a partir de monómeros de estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo, dentro del material vegetal de la *Guadua a. Kunth* macana mejora las propiedades mecánicas, disminuye la absorción de agua y aumenta la durabilidad en términos de resistencia al ataque de insectos.

2. PRODUCCION Y CARACTERIZACION DE LOS POLIMEROS

2.1. Proceso de polimerización y caracterización del polímero

Los polímeros termoplásticos son materiales de gran aplicación en la industria debido a sus beneficios, bajos costos de producción y posibilidad de reprocesamiento. El polimetacrilato de metilo (PMMA) como ejemplo, ha sido ampliamente estudiado en las últimas décadas por sus múltiples usos en la fabricación de partes para automóviles, vidrios laminados y techos, debido a sus cualidades de transparencia y levedad, pero con la desventaja de su elevado costo, lo que hace necesario que sea mezclado con otros monómeros más económicos. Por tanto, una de las opciones más viables por afinidad química, es el uso de estireno, aunque la fragilidad que infringe este polímero pueda repercutir en la resistencia al impacto y en la rigidez del copolímero (Van Melick, *et.al.* 2003). Como alternativas para mejorar las propiedades de elasticidad, se usa la adición de moléculas de agentes plastificantes entre las cadenas de los copolímeros rígidos, logrando como ventaja adicional la disminución de la temperatura de transición vítrea (Cerrada, *et.al.* 2001), y el mejoramiento del procesamiento del material termoplástico (Gloaguen, *et. al.* 1995)

2.1.1. Proceso de polimerización

El estireno y el metacrilato de metilo han sido citados en varias publicaciones que describen la cinética de su homopolimerización o copolimerización (Hiemenz P.C. 1984). Sin embargo, es de resaltar que las constantes cinéticas dependen de los sistemas en los cuales se realiza la polimerización como son: tipo y concentración de iniciador, solvente usado para

diluir, agente de transferencia de cadena y temperatura. En la tabla 2-1, se puede apreciar la diferencia existente entre las constantes cinéticas de los monómeros empleados en este trabajo, y la escasa información sobre el estudio cinético del acrilato de butilo, a pesar de su amplio uso en pinturas, tintes y otros procesos industriales.

Tabla 2-1: Constantes cinéticas de los monómeros en función de la temperatura.

Constante cinéticas ^(a)	Monómeros		
	Estireno ^(b) (x10 ⁻⁷)	Metacrilato de metilo ^(b) (x10 ⁻⁷)	Acrilato de butilo ^(c*) (x10 ⁻³)
K _p 60°C	1650	5150	-----
K _t 60°C	6,00	2,55	-----
K _p 50°C	148	446	K _p / K _t ^{1/2} =2,25
K _t 50°C	5,49	2,23	
K _p 40°C	11,4	33	----
K _t 40°C	4,99	1,94	-----

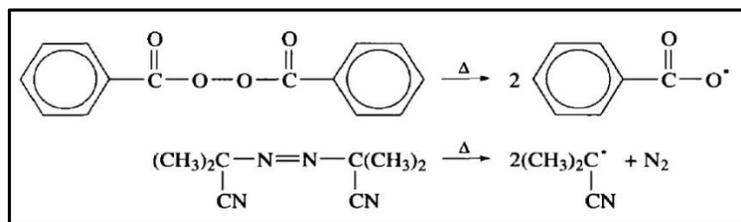
(a) Las constantes están expresadas en (L/mol.s).

(b) Hiemenz P.C. (1984). Constantes referidas a temperatura de 60°C, ajustadas por ecuación de Arrhenius.

(c*) Fernández García M. (1995). Relación de las constantes cinéticas de propagación y de terminación.

Los monómeros vinílicos como el estireno, y los acrílicos como el metacrilato de metilo siguen el proceso de polimerización de crecimiento en cadena (Rawe, 2000), el cual inicia con la formación de radicales libres a partir de iniciadores como el peróxido de benzoilo (BPO) o el 2,2'- azobis-(isobutironitrilo) (AIBN). La figura 2-1 muestra la descomposición térmica de una molécula del PBO, produciendo dos (2) moléculas de radicales, y la reacción del AIBN, produciendo adicionalmente una molécula de nitrógeno gaseoso (Bruckner, 2002). Debido a las reacciones colaterales de autoaceleración, es recomendable usar concentraciones de iniciador menores a 2.0% con respecto a la concentración de monómeros.

Figura 2-1: Mecanismo de iniciación de los catalizadores PBO y AIBN



Adaptado de Bruckner (2002).

La naturaleza del iniciador, el solvente y las condiciones térmicas afectan las constantes de disociación de esas sustancias iniciadoras, como se observa en la tabla 2-2. Nótese que a medida que aumenta la temperatura, la constante de disociación (k_d) aumenta y que, al usar el solvente, la constante disminuye.

Tabla 2-2: Constantes cinéticas de los iniciadores en tolueno y en monómeros de estireno.

Constante cinética	Iniciadores	
	AIBN ($\times 10^{-7}$)	PBO($\times 10^{-7}$)
$K_{d_{\text{Tolueno}/60^\circ\text{C}}}$	99,8	38,5
$K_{d_{60^\circ\text{C}}}$	113	275
$K_{d_{\text{Tolueno}/50^\circ\text{C}}}$	25,2	9,69
$K_{d_{50^\circ\text{C}}}$	26	22,3
$K_{d_{\text{Tolueno}/40^\circ\text{C}}}$	5,83	2,23
$K_{d_{40^\circ\text{C}}}$	-----	-----

Valores reportados en *Odian G.* (1991) en (s^{-1}), y corregidos a la temperatura usando la ecuación de Arrhenius.

La polimerización en cadena es regida inicialmente por la velocidad de disociación, y por la concentración del iniciador, como se presenta en la siguiente ecuación:

$$R_i = 2fk_d[I]^{1/2} \quad \text{Ec. 2-1}$$

Siendo f , la eficiencia del iniciador, valor que se mantendrá como 0,58 al usar AIBN o 0,80 al usar PBO (Kent y Riegel's. 2007, y Odian G. 1991). K_d , la constante de disociación e $[I]$, la concentración molar del iniciador.

En seguida de iniciarse la producción de radicales consecuentemente se inicia una etapa de propagación (Ec. 2-2), la cual depende de la capacidad del monómero ($[M]$) para interactuar con los radicales generados, y de la formación de los nuevos radicales ($[M\cdot]$). En el transcurso, la concentración del monómero disminuye gradualmente con la producción del polímero (Hiemenz P. 1984). Por tanto, la velocidad de polimerización estará limitada por la concentración de monómero y del iniciador, así como por los solventes que se incorporen al sistema de reacción.

$$R_p = [M][M\cdot] = -\frac{d[M]}{dt} \quad \text{Ec. 2-2}$$

En general, la etapa de terminación de la polimerización depende de las diferentes reacciones de combinación, y de desproporción entre los radicales presentes. En la primera, se obtiene una única cadena a partir de dos radicales, mientras que, en la segunda, se logran dos (2) productos diferentes. La ecuación 2-3 describe esa etapa final basada en la constante de terminación (K_t) y $[M\cdot]$.

$$R_t = 2K_t[M\cdot]^2 = -\frac{d[M\cdot]}{dt} \quad \text{Ec. 2-3}$$

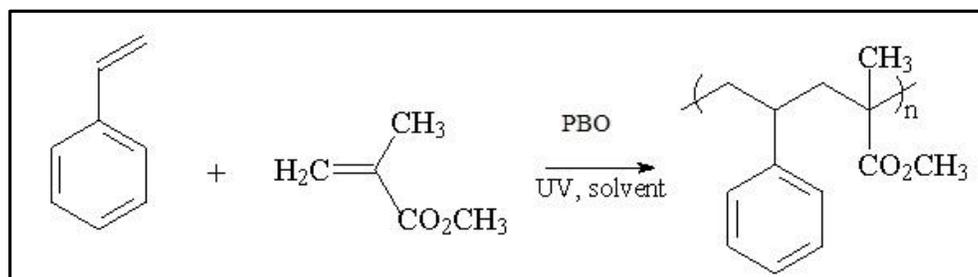
Los análisis por dilatometría realizados en esta investigación se basan especialmente en el estudio de la polimerización en solvente o en disolución. Por tanto, algunas de las ecuaciones y constantes mencionadas fueron utilizadas en los diferentes cálculos y aproximaciones como se explica en el aparte correspondiente a la discusión de resultados.

2.1.2. Copolimerización

La producción de un copolímero como en cualquier proceso de polimerización por radicales libres, inicia desde moléculas de monómeros insaturados con un electrón desapareado (radical libre), que se forman por la acción de un iniciador sobre el monómero, y desarrolla su crecimiento en cadena. Este mecanismo es referente al copolímero poli-(estireno-co-metacrilato de metilo) denominado poli-(St-co-MMA) y al terpolímero poli-(estireno-co-metacrilato de metilo-co-acrilato de butilo) nombrado como poli-(St-co-MMA-co-BuA), los cuales hacen parte del análisis en el presente trabajo.

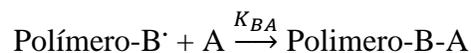
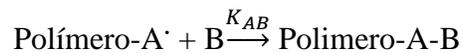
En el caso particular de los monómeros vinílicos como el estireno (St) y el metacrilato de metilo (MMA), la polimerización se inicia cuando las moléculas radicales abren el doble enlace de los compuestos vinílicos, logrando que en poco tiempo los monómeros también se transformen en radicales y se unan como eslabones de una cadena A-B-, siguiendo diferentes ensamblajes.

Figura 2-2: Reacción de polimerización entre monómeros de estireno y metacrilato de metilo



Fuente: adaptado de <http://www.imc.cas.cz/sympo/39micro/poster.htm>

La distribución y la longitud de la secuencia (S) del copolímero se relaciona con la variación de las concentraciones de los monómeros $\left(\frac{[A]}{[B]}\right)$, y con las constantes de reactividad r_A y r_B , en forma general:



De lo anterior se tiene que valores de reactividades muy bajos, es decir cuando tienden a cero ($r \rightarrow 0$), el producto $r_A r_B$ tiende a cero (0), conllevando a la producción de un copolímero alternado, ya que el radical A prefiere unirse al monómero B. Por el contrario, cuando las reactividades son muy grandes, es decir $r_A r_B > 1$, el copolímero se conforma principalmente en bloques al azar. Sin embargo, las reactividades de los monómeros presentan variaciones relacionadas con el grado de conversión, naturaleza, concentración del monómero y la temperatura de polimerización, lo que implica su caracterización por métodos como la resonancia magnética nuclear para identificar la estructura del copolímero.

Aunque la estructura específica del copolímero no está dentro de los objetivos propuestos en este trabajo, sí lo es el inferir el efecto que el acrilato de butilo logra dar a la estructura del copolímero, ya que uno de los objetivos es el análisis de estos monómeros como agente plastificante en el terpolímero.

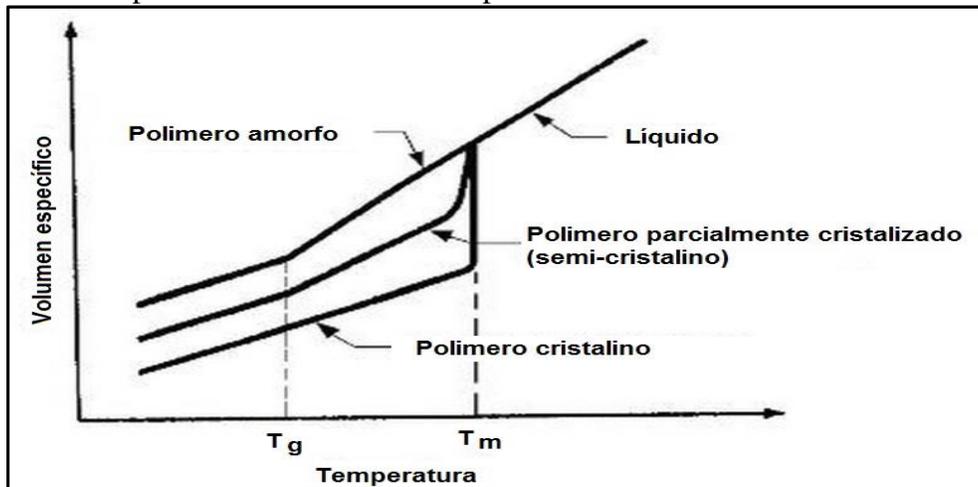
2.1.3 Temperatura de transición vítrea (T_g)

Una consecuencia debida a los factores termodinámicos y cinéticos del sistema de polimerización es el grado de cristalinidad. La estructura química y las fuerzas intermoleculares entre las cadenas generan una regularidad estructural responsable por la

aparición de fases cristalinas (Hiemenz, 1984), las cadenas más lineales y con menos ramificaciones tienden mayoritariamente a la cristalización y por tanto a aumentar la densidad del polímero. La presencia de regiones con cadenas asimétricas en el interior del polímero conforma la fase amorfa que le impide tener un punto único de fusión, y en su lugar, se expresa un rango denominado temperatura de fusión (T_m). Durante el calentamiento del polímero antes de alcanzar la T_m , las moléculas adquieren cierto grado de libertad en sus movimientos conducentes a un comportamiento viscoelástico, aumentando así la fluidez en un estado transitorio conocido como temperatura de transición vítrea (T_g).

En la figura 2-3 se presenta el comportamiento térmico ideal del polímero teniendo en cuenta la composición cristalina o amorfa dentro de su estructura molecular. Hiemenz (1984) destaca que por encima de la T_m el polímero se comporta como un líquido viscoso, mientras que en la región entre la T_m y la T_g , donde se identifica la región amorfa, el material polimérico se asemeja a un líquido sobre-enfriado que puede presentar cristalitas que imitan un efecto reticulante en el comportamiento mecánico del material. Y por debajo de la T_g , el material es duro y rígido, mostrando un comportamiento mecánico entre el polímero amorfo y el polímero cristalino.

Figura 2-3. Comportamiento térmico de los polímeros



Fuente: Adaptado de Hiemenz, (1984).

Los polímeros amorfos como el polimetacrilato de metilo (PMMA) y el poliestireno (PSt) generalmente son adicionados con sustancias plastificantes para disminuir su T_g , y mejorar sus propiedades mecánicas. Las pequeñas moléculas o las cortas cadenas de monómeros que se distribuyen a lo largo, o entre las largas cadenas del homopolímero proveen la posibilidad de deslizamientos internos, lo que aumenta la plasticidad del copolímero (Lapman, 2003).

La disminución de la temperatura de transición vítrea (T_g) permite disminuir la rigidez y la fragilidad del polímero, por eso aumenta el interés de la industria en la producción de nuevos copolímeros o formulaciones que apoyen los procesos y mejoren la procesabilidad del material polimérico a temperaturas relativamente bajas. El valor de la T_g puede ser proyectado ajustando el valor a la relación en promedio de la masa molecular de los dos o más monómeros que contribuyen a la cadena, y a la fracción en masa dentro de la composición total, como se resume en la ecuación de Fox (Ec. 2-6).

$$\frac{1}{T_g} = \frac{W_A}{T_{gA}} + \frac{W_B}{T_{gB}} \quad \text{Ec. 2-6}$$

Donde W_A y W_B , son las fracciones en masa de cada monómero en la mezcla y T_{gA} , T_{gB} sus respectivas temperaturas de transición vítrea.

Específicamente para este trabajo, el polimetacrilato de metilo (PMMA) y el poliestireno (PSt) son polímeros de baja cristalinidad, que debido a su rigidez y fragilidad requieren de la adición de un agente plastificante, como el acrilato de butilo (BuA).

2.1.4 Caracterización del copolímero

Los polímeros presentan una amplia gama de propiedades físicas, reológicas, mecánicas, térmicas y químicas, que sirven como referencia para definir sus aplicaciones industriales. Así que, con el objetivo final de evaluar la capacidad de impregnación del copolímero poli-(St-co-MMA) y el terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA), en el material lignocelulósico presente en el interior del tejido del bambú, se definen las siguientes caracterizaciones.

2.1.4.1. Análisis térmicos

Los polímeros experimentan cambios en sus propiedades físicas y químicas en función de la temperatura y del tiempo. Con base en ese planteamiento fundamentado en las transiciones termodinámicas, se han desarrollado técnicas que permiten medir las variaciones relacionadas con la descomposición térmica como: la determinación de calor específico, temperatura de transición vítrea o la temperatura de fusión, entre otros, donde la atmosfera y las condiciones dentro del equipo influyen en los análisis térmicos, diferenciándose los resultados cuando el ambiente es oxidante o cuando es inerte (Gonçalves y de Azevedo, 2009).

2.1.4.1.1. Calorimetría exploratoria diferencial (DSC)

Con esta técnica es posible conocer la temperatura de transición vítrea del polímero, la temperatura y el tiempo de cristalización, la temperatura de fusión, el calor específico y las respectivas entalpías, entre otros parámetros termodinámicos.

La temperatura de transición vítrea (T_g) del copolímero puede sufrir algunas desviaciones a la ecuación de Fox (Ec. 2-6) en una polimerización aleatoria, debido a la organización de

los monómeros en las cadenas poliméricas, como concluye George *et. al.* (1998). Por tanto, se hace necesario identificar experimentalmente la T_g de los copolímeros producidos para evaluar la incidencia de las proporciones molares de los monómeros durante el proceso de copolimerización.

2.1.4.1.2. Análisis termogravimétrico (TGA)

Los polímeros sufren transformaciones físicas y químicas que causan variación de su masa en función del tiempo o de la temperatura. La técnica de análisis termogravimétrico (TGA) mide esa pérdida o ganancia de masa durante un proceso continuo a temperatura constante o dinámica, produciendo termogramas que indican las etapas en las que se degrada el material.

2.1.4.2. *Propiedades mecánicas*

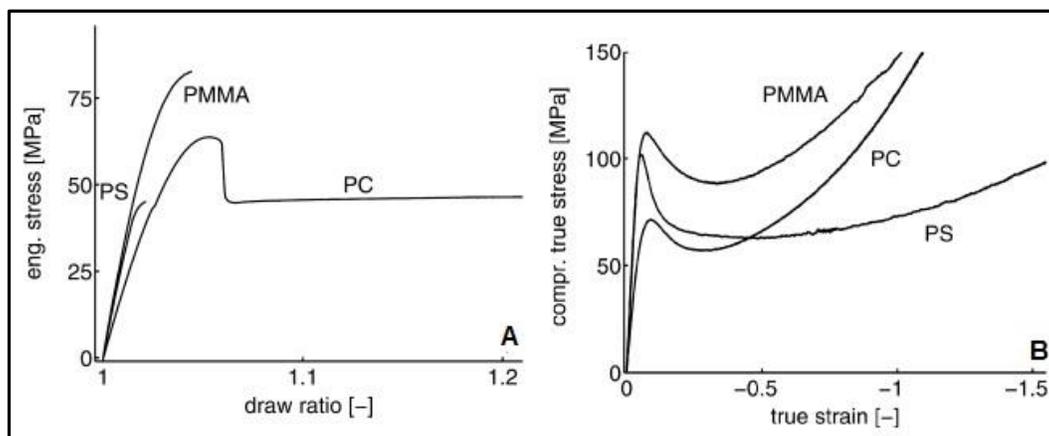
El comportamiento de deformación de los polímeros se fundamenta en su viscoelasticidad. Por tanto, un material viscoelástico forzado a una deformación tendrá un comportamiento mixto entre viscoso y elástico, recuperando parcialmente su deformación al retirarse la fuerza que actúa sobre él. Se ha establecido, además, que la deformación de esos materiales poliméricos termoplásticos se halla asociada al mecanismo de fractura, a su capacidad de absorción de energía y a la propagación de fisuras durante los ensayos mecánicos.

Para efectos del presente trabajo, solo se enfatiza en la resistencia a la compresión, debido a que este ensayo será uno de los principales puntos de análisis del efecto que la impregnación con el copolímero poli-(St-co-MMA) y el terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA) causa sobre esta propiedad mecánica del bambú (capítulo 3).

La deformación puntual sobre las probetas de polimetacrilato de metilo (PMMA), poliestireno (PSt) y policarbonato (PC) se presenta en la figura 2-4. El ensayo a tensión muestra que el PMMA y PSt presentan un comportamiento frágil, mientras el PC se muestra dúctil. Aunque es de recordar que los polímeros se encuentran ligados a su historia térmica

y mecánica desde su procesamiento o producción. Van Melick, *et. al.* (2003) mostraron que la deformación durante la compresión es similar para los tres (3) homopolímeros mencionados, mostrando solo algunas diferencias luego del punto máximo de resistencia, donde se observa que la deformación intrínseca de ablandamiento durante la evolución en esa zona plástica, y el efecto estabilizador de endurecimiento es diferente para el PS comparado con el PMMA y el PC.

Figura 2-4. Comportamiento de deformación de polímeros vítreos. A) en tensión. B). en compresión.



Fuente: Tomado de van Melick *et. al.* 2003

Otros autores refieren que los polímeros amorfos como el PMMA y PSt, generalmente son mezclados con sustancias plastificantes para disminuir su T_g y para mejorar las propiedades mecánicas como resistencia al impacto, tensión y compresión (Lapman S., 2003). Con la adición de acrilato de etilo, por ejemplo, durante la polimerización de metacrilato de metilo, permitió aumentar la resistencia a la ruptura y a la flexión del homopolímero (Anusavice, 2004).

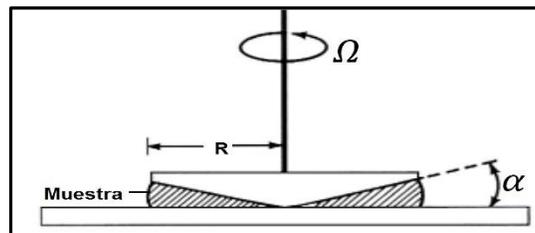
El efecto plastificante del BuA ya había sido estudiado por Gebizlioghu *et.al.* (1990), a partir de los ensayos de fluencia relacionados con los módulos de corte sobre mezclas del BuA con polímeros vítreos, mostrando que la deformación plástica local se produce por la relajación segmentos en grupos, más que por una organización intermolecular propia de una copolimerización.

2.1.4.3. Viscosimetría

Desde los fundamentos de la reología, la viscosidad es la resistencia que experimenta un material a fluir o deformarse por causa de una fuerza o energía que actúe sobre él. Los polímeros generalmente son materiales que presentan comportamiento viscoelástico, por comprometer las propiedades de viscosidad y elasticidad conjuntamente. La viscosidad está asociada a las uniones químicas y al grado de libertad para la difusión de los átomos en el material, mientras que la elasticidad se da como resultado del desplazamiento de los átomos a lo largo de los planos cristalográficos. La deformación lograda sobre el polímero es una variable dependiente del tiempo, lo que lleva a relacionarla con la velocidad final del flujo.

Existen varios métodos para medir la viscosidad, entre ellos, los reómetros rotacionales de cono y placa. Como mencionan Kumar y Gupta, (2003), consta de un cono rotatorio que forma un ángulo de aproximadamente 3° con la placa estacionaria, estableciendo una cavidad triangular entre el cono y la placa que retiene el material polimérico, como se muestra en la figura 2-5.

Figura 2-5: Geometría de un viscosímetro de cono y placa



Fuente: Adaptado de Kumar y Gupta (2003)

Manteniendo controlada la temperatura y la velocidad de rotación se produce el arrastre viscoso de la muestra sobre la superficie del cono rotatorio que genera un torque proporcional a la tensión de deslizamiento. Esto da como resultado una velocidad de corte uniforme en todo el material, que depende de la velocidad angular y del ángulo del cono. El

volumen de muestra para este ensayo es del orden de 0,5 mL y la viscosidad aparente de los materiales no newtonianos como los polímeros, es dada por:

$$\eta = \frac{3M\alpha}{2\pi\Omega R^3} \text{ Ec 2-7}$$

Siendo M el torque, α el ángulo del cono, Ω la velocidad angular y R el radio del cono.

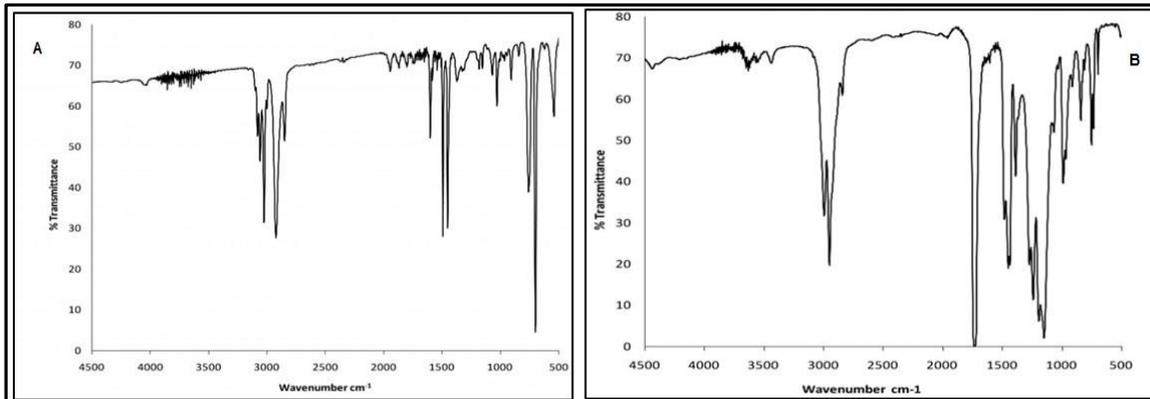
2.1.4.4. Espectroscopia Infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)

La estructura molecular de los polímeros presenta agrupaciones particulares de átomos que los clasifican dentro de los diferentes compuestos orgánicos. Los átomos que conforman las cadenas poliméricas al ser irradiados con la energía suficiente logran movimientos únicos y propios que lo identifican de los demás. Basados en esa propiedad, la espectroscopia en el infrarrojo mide la radiación absorbida por las moléculas de polímero en función de la longitud de onda irradiada sobre la muestra, en el espectro electromagnético entre 4000 y 400 cm^{-1} .

Kaniappan *et. al.* (2011) usando el espectro de transmitancia para el poliestireno (figura 2-6A), mostraron que los picos cercanos a 3000 cm^{-1} identifican los enlaces C-H sp^2 , en 1630 cm^{-1} el enlace C=C vinílico, entre 1600 y 1440 cm^{-1} el enlace C=C del grupo fenilo, en el rango de 1900-1990 el enlace C-H de las olefinas mono-sustituido, en 776 cm^{-1} el benceno mono-sustituido y en 697 cm^{-1} la deformación del anillo bencénico.

En cuanto el espectro del polimetacrilato de metilo mostrado en la figura 2-6B presentó bandas de absorción en 2951 y 1736 cm^{-1} , debido a los estiramientos asimétricos de los grupos -CH₃ y a los estiramientos del grupo C=O, respectivamente. Las bandas en 1483 y 1449 cm^{-1} se atribuyeron al tijereo de los grupos -CH₂ y al estiramiento asimétrico del -CH₃. La presencia de un pico en 1390 cm^{-1} era debido a la deformación del grupo -OCH₃ y las bandas en 1273 y 860 cm^{-1} correspondían al estiramiento de los grupos -C-O y -C-O-C.

Figura 2-6. Espectro FT-IR de A.) Poliestireno y B.) Polimetacrilato de metilo



Fuente: Kaniappan K. y Latha S. (2011)

Cerrada *et.al.* 2001, confirmaron la presencia del acrilato de butilo en los copolímeros PS/PBuA por análisis de los espectros infrarrojo, identificando las bandas debidas al estiramiento del grupo carbonilo y del acrilato en 3000 y 700 cm^{-1} respectivamente.

Esos valores referenciados para los espectros de los diferentes homopolímeros, fueron presentados con el fin de apoyar la identificación de los copolímeros durante la caracterización por espectrofotometría infrarroja del copolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA) y poli (St-co-MMA) propios de esta investigación.

2.2 Metodología

2.2.1 Copolimerización del poli-(St-co-MMA) y el terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA)

Los reactivos utilizados en la copolimerización fueron: monómeros de acrilato de butilo, estireno y metacrilato de metilo de la empresa BASF. El peróxido de benzoilo, tolueno, dodecilmercaptano y cloruro de calcio anhidro de la compañía Merck.

Los monómeros fueron lavados por triplicado con una solución al 3.0% de hidróxido de sodio, para eliminar el inhibidor. El exceso de agua en los monómeros se retiró con la adición de cloruro de calcio anhidro. El peróxido de benzoilo fue recristalizado en metanol controlando la temperatura a 60°C dado que el producto es altamente exotérmico. Durante el proceso se alternó el calentamiento con enfriamiento usando un baño de hielo.

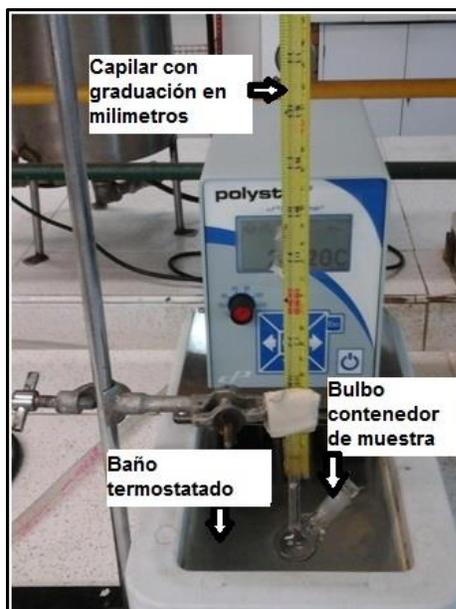
2.2.2. Dilatometría

La dilatometría se basa en la medida de la disminución del volumen de los monómeros a medida que avanza el proceso de polimerización, debido a que la densidad del polímero es mayor que la del monómero.

El dilatómetro usado fue un instrumento de vidrio con capacidad aproximada de 30 mL como se muestra en la figura 2-7. Consta de un bulbo adaptado con un capilar de diámetro interno de 1.0 mm y 50 cm de altura, totalmente graduado desde el punto más alto (altura inicial) hasta el cuello del bulbo.

La mezcla de monómeros en la proporción de 1:1 en masa entre los monómeros de estireno: metacrilato de metilo, y en relación 2:2:1 para los monómeros estireno:metacrilato de metilo: acrilato de butilo, adicionada con 40% de tolueno, fueron vertidas en sistemas individuales variando la cantidad de iniciador peróxido de benzoilo (PBO) dentro del bulbo. Al cerrarse la tapa esmerilada el volumen alcanzaba la máxima altura posible sobre la escala del dilatómetro. El sistema se mantuvo dentro de un baño de agua provisto de control de temperatura. Las alturas se registraron en intervalos de 5 minutos durante 60 minutos.

Figura 2-7. Fotografía sistema usado en la dilatometría



Fuente: propia

Al terminar las lecturas se hicieron varios lavados con tolueno para eliminar los residuos de la mezcla y evitar el taponamiento del capilar.

La cinética de reacción de los homopolímeros y copolímeros de interés en esta investigación se evaluó variando la cantidad del iniciador en concentraciones de 1.0, 2.0 y 4.0% en relación a la cantidad de monómeros. La incidencia de la temperatura de polimerización se evaluó a 40, 50 y 60°C, solo sobre las mezclas usando 1.0 % del iniciador. Con los resultados obtenidos fue posible conocer la cinética de la reacción y calcular el tiempo de polimerización en las diferentes condiciones experimentales. El análisis de los

resultados permitió elegir los mejores parámetros de polimerización para ser aplicados en la impregnación de la *Guadua a.*

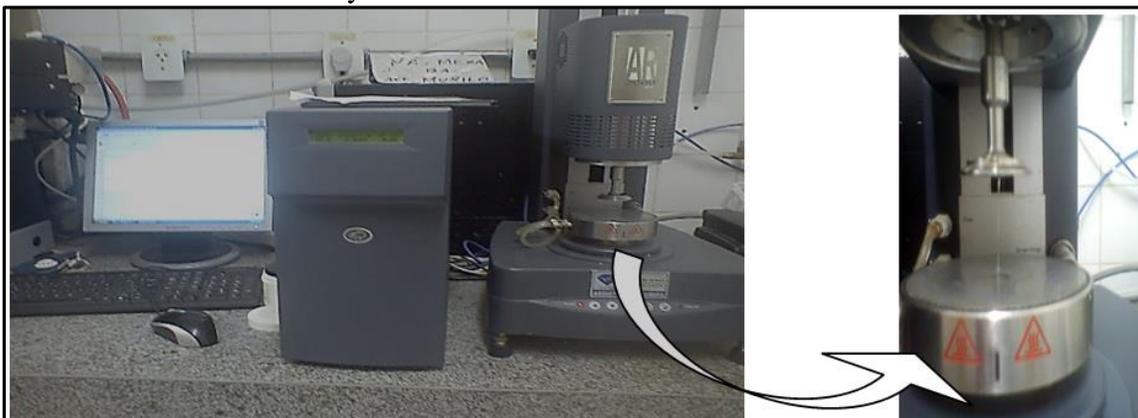
2.2.3. Viscosimetría

Para lograr la infiltración de los polímeros dentro del bambú y lograr la polimerización “in situ” dentro del tejido vegetal fue necesario conocer la variación de la viscosidad de la mezcla con el avance de la reacción.

Con el fin de medir la viscosidad de las mezclas y analizar la variación de esa propiedad en función del avance de la reacción, se llevó a cabo la polimerización en masa del polimetacrilato de metilo y los copolímeros usando 1.0% de peróxido de benzoilo y temperatura de 60°C. Las muestras se retiraron luego de 1, 2, 4, 6 y 12 horas. Se les adicionó hidroquinona en solución alcohólica hasta completar 1000 ppm del inhibidor en la solución. Para estandarizar los resultados obtenidos, se realizaron lecturas usando polimetacrilato de metilo las cuales fueron cotejados con los resultados publicados por otros autores en condiciones experimentales similares.

La viscosidad se mide a 25°C en el reómetro de cono y placa AR 2000 con software acoplado, como se muestra en la figura 2-8. Se usó el cono de 2° de ángulo y 40 mm de diámetro en las condiciones estándar de calibración. El programa de medida se ajustó a las siguientes condiciones: velocidad inicial de corte de 10 rad/s durante 10 segundos, luego se aumentó a 6280 rad/s y se mantuvo por 600 segundos, y se programó esfuerzo de corte constante a 0.1134 Pa. El software acoplado al reómetro reportó la gráfica con los resultados de viscosidad en función del tiempo.

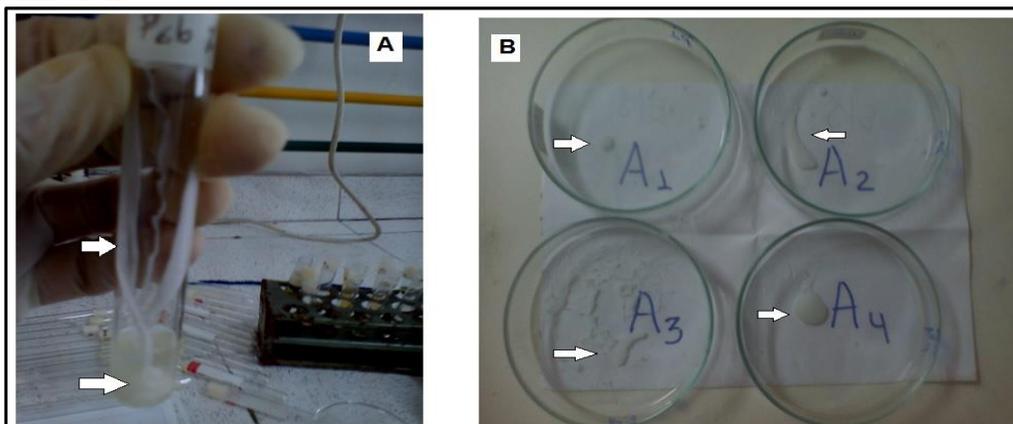
Figura 2-8. Fotografía del reómetro de cono y placa AR 2000 mostrando el levantamiento del cono al culminar el ensayo.



Fuente: Propia

En el mismo orden en el que se evalúa la viscosidad, se tomaron 5.0 mL de la misma muestra y se precipita con 25 mL de metanol enfriado a 2°C. Como se muestra en la figura 2-9, las muestras fueron precipitadas en tubos de ensayo y luego traspasadas a cajas de Petri para acelerar la evaporación de los solventes a temperatura ambiente, con los valores de masa inicial y masa final se logró obtener la cantidad de monómero polimerizado, medida relacionada con el avance de la reacción.

Figura 2-9. Fotografías (A) polímero precipitado con metanol enfriado, (B) sólidos finales obtenidos para el sistema poli-(St-co-MMA-co-BuA) en diferentes tiempos de polimerización.



2.2.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM) –adaptado de Gebizlioghu, et al., (1990).

La morfología exhibida por el polímero fue analizada bajo las mismas condiciones de las muestras de material vegetal, que se presenta en el capítulo 3 de esta tesis. Cabe anotar que la importancia de ésta técnica aplicada en el polímero, fue la caracterización del material compuesto en el capítulo 3, como un recurso visual para evaluar la impregnación del material lignocelulósico.

La estructura de los copolímeros poli-(St-co-MMA) y poli-(St-co-MMA-co-BuA) es observada sobre cortes criogénicos en el microscopio electrónico de barrido (SEM). Las muestras se depositaron en nitrógeno líquido por 10 minutos y luego se fracturaron a presión usando pinzas con material aislante. Las muestras de polímeros no son conductores, por tanto, se requirió de un proceso de recubrimiento con oro antes de ser observadas en el microscopio. El análisis se realizó en el SEM modelo Leo 1430 Zeiss, al vacío, corriente 120 pA, y tensión de aceleración de 10kV. Se tomaron microfotografías con aumentos de 500, 1000 y 2000x.

2.2.5. Calorimetría diferencial exploratoria DSC- Adaptado de Bing Meng, et. al., (2012)

Con el objetivo de conocer las temperaturas de transición vítrea y de fusión de los polímeros, y para identificar el efecto de la adición con acrilato de butilo en el copolímero del poli-(St-co-MMA), las muestras pulverizadas de los homopolímeros poliestireno y polimetacrilato de metilo, así como los correspondientes copolímeros fueron tamizados por malla 100. Aproximadamente 4.0 mg de la muestra fue analizada en el equipo DSC-60 Shimadzu, utilizando un flujo de 50 mL/s de nitrógeno y velocidad de calentamiento de 10°C/min, El análisis se realizó en el rango de temperatura entre 25 y 450°C.

2.2.6 Análisis termogravimétrico TGA -Adaptado de Leskovac, et al., (1999).

Una muestra de aproximadamente 5.0 mg del material en polvo pasado por malla 100, se analizó en el DTG-60H Shimadzu usando una cápsula de platino en ambiente de nitrógeno, con flujo de gas de 50 mL/s y con velocidad de calentamiento de 20°C/min.

2.2.7 Espectroscopia en el infrarrojo con transformada de Fourier- adaptado de Cerrada M.L. et al. (2001)

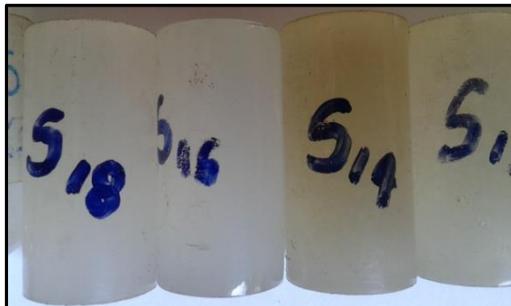
El método usado para este análisis se adaptó del aplicado para el material compuesto de bambú-polímero, con el fin de mantener las condiciones del ensayo para obtener resultados cotejables. Las muestras de polímero tamizadas por malla No 100, fueron mezcladas con aproximadamente 2% de cloruro de potasio para elaborar las pastillas a presión. El material así preparado se analizó en el espectrómetro Shimadzu, modelo: FTIR-8400S, de serie IRAffinity-1; acoplado con el módulo HATR MIRacle y con prisma de ZnSe. Los análisis se realizaron en la región de 4000 a 600cm⁻¹, usando 32 escaneos y con resolución de 4 cm⁻¹.

2.2.8. Ensayo a compresión- Adaptado de Manrich Silvio (2005) de acuerdo a norma ASTM D 695

Las probetas de homopolímeros fueron producidas a partir de cada monómero adicionando peróxido de benzoilo, de tal forma que la cantidad del iniciador fuera el 1.0 % de la masa del monómero. Para la producción del poli-(St-co-MMA), se mezclaron cantidades iguales en masa de los monómeros de estireno y metacrilato de metilo, con la cantidad de iniciador como se explicó para los homopolímeros. La copolimerización del poli-(St-co-MMA-co-BuA) se obtuvo a partir de la mezcla de monómeros de estireno, metacrilato

de metilo y acrilato de butilo en proporciones de 2:2:1, usando 1.0 % de peróxido de benzoilo como iniciador. La temperatura de polimerización en todos los procesos se estableció en 50°C. La polimerización se llevó a cabo en tubos de ensayo de vidrio de media (1/2) pulgada de diámetro, una vez solidificado el polímero se procedió a cortar las probetas en relación 1:2 respecto al diámetro: altura como se observa en la figura 2-10.

Figura 2-10. Probetas para ensayo a compresión



El ensayo a compresión, se realizó sobre muestras cilíndricas en proporción 1:2 diámetro: altura del cuerpo de prueba del polímero. Se mantuvo constante la aplicación de la fuerza que actúa sobre las caras paralelas en dirección de la probeta, y se mantuvo la velocidad de 5mm/min. Antes de realizarse el ensayo, las probetas fueron calentadas a 40°C durante 30 minutos para corregir efectos de memoria térmica o mecánica del polímero.

2.3 Resultados y Discusión

Los productos obtenidos durante el proceso de copolimerización de los monómeros de estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo, llamados para fines prácticos poli-(St-co-MMA). y poli-(St-co-MMA-co-BuA).

Los copolímeros obtenidos por la síntesis mencionada, fueron diseñados bajo algunos parámetros, entre ellos:

- Producir un copolímero que combinara las características del estireno y del metacrilato de metilo.
- Disminuir la rigidez del poli-(St-co-MMA) usando el acrilato de butilo para aumentar la plasticidad.
- Mantener el copolímero resultante a una temperatura de transición vítrea aproximada a 60°C
- Bajas temperaturas de polimerización.
- Mezcla de monómeros con baja viscosidad
- Afinidad con la matriz vegetal, entre otros.

2.3.1. *Proceso de polimerización*

Con el objetivo de obtener y caracterizar el copolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA), se realizó el estudio cinético de la polimerización del estireno y del metacrilato de metilo usando las técnicas de dilatometría, gravimetría y viscosimetría.

2.3.1.1. Dilatometría

Al inicio de la polimerización, en conversiones bajas, menores del 10%, existe un equilibrio entre la iniciación y la terminación de la polimerización, llamado estado estacionario, donde ocurre que:

$$R_i = R_t \quad \text{Ec 2-8}$$

Así que:

$$2fKd[I] = 2Kt[M \cdot]^2 \quad \text{Ec. 2-9}$$

Y entonces:

$$[M \cdot] = \left[\left(\frac{fKd[I]}{Kt} \right) \right]^{1/2} \quad \text{Ec. 2-10}$$

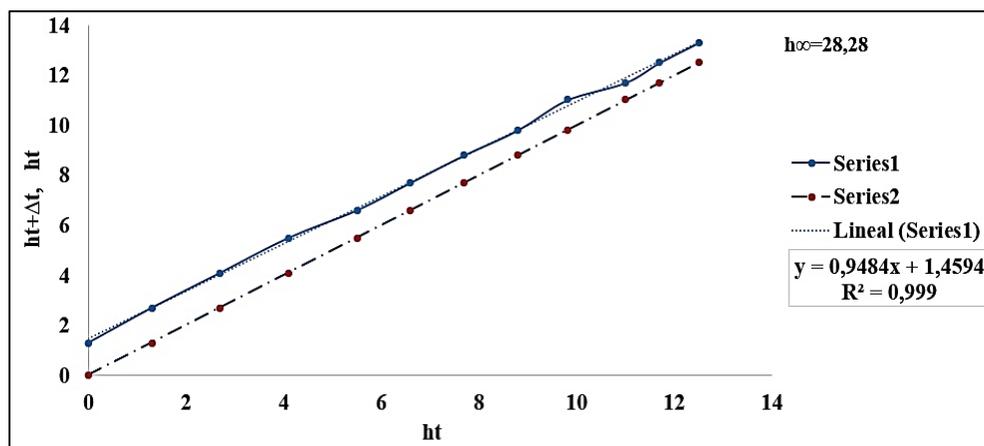
La ecuación 2-10 es la base para el estudio cinético de la reacción de polimerización por la técnica de dilatometría.

En los porcentajes de conversión menores de 10%, como se alcanzan en el sistema utilizado, al graficar $\ln((h_0 - h_\infty)/(h_t - h_\infty))$ contra el tiempo, siendo h_0 la altura inicial medida sobre el dilatómetro, h_t la altura luego de un tiempo t , y h_∞ la altura final a la cual se evalúa la polimerización, la gráfica obtenida presenta una relación totalmente lineal que indica una reacción de polimerización de primer orden (Stuart, 2002). La pendiente (m) de la curva es expresada por la ecuación 2-11. Así que conociendo los valores de f , kd e $[I]$, y reemplazando en la ecuación 2-11, es posible conocer el valor de $kp/kt^{1/2}$ experimentalmente. El valor de h_∞ , que en realidad es un valor extrapolado sobre la gráfica, se halla aplicando el método de Kezdy-Swimbourne realizando medidas a intervalos iguales de tiempo (Δt). Con los datos recolectados se grafica $h_{\Delta t}$ vs h_t y una línea recta obtenida a partir de h_t vs h_t , el intercepto sobre las líneas se asume como el valor de h_∞ .

$$m = kp \left(\frac{fKd[I]}{kt} \right)^{1/2} \quad \text{Ec. 2-11}$$

En la figura 2-11 se presenta la curva obtenida en la polimerización del estireno durante los primeros 60 minutos de polimerización. A partir del valor de la pendiente de la gráfica, se calcula el término h_{∞} y se elaboran los gráficos de $\ln(h_0 - h_{\infty}) / (h_t - h_{\infty})$ contra el tiempo (t). La pendiente de esta gráfica brinda información sobre la velocidad aparente de polimerización, tal como fue referido en la ecuación 2-11.

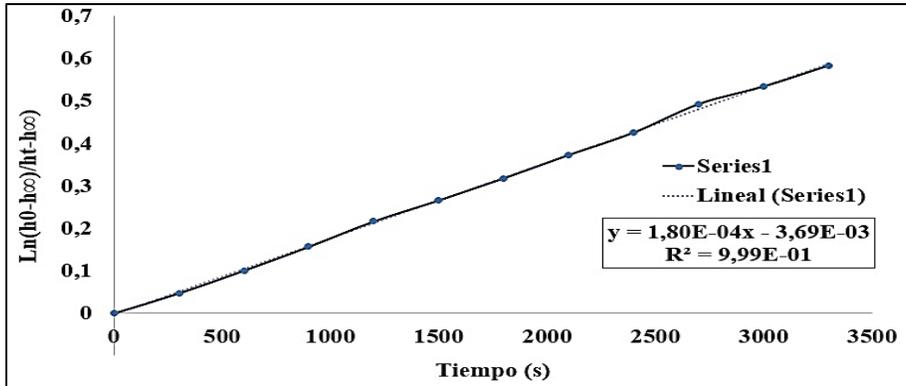
Figura 2-11. Gráfico obtenido a partir de datos experimentales aplicando el método Kezdy Swimbourne



* Polimerización en masa de poliestireno a 60°C.

Como resultado experimental en la polimerización del estireno, según se presenta en la figura 2-12, el valor de la pendiente de la gráfica (K_{ap}) es de $1.80 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Así que, a partir de los datos experimentales obtenidos, con el valor de K_d referenciada en la tabla 2-2, la concentración de iniciador como 0.037M y la eficiencia del iniciador asumida como 0.58, se obtiene el valor de la relación $K_p/K_t^{1/2}$ con el fin de comparar con los datos referenciados por otros autores. Experimentalmente se obtuvo el valor de $2.39 \times 10^{-1} \text{ L}^{1/2} \text{ mol}^{-1/2} \text{ s}^{-1/2}$, cotejada con el valor $2.13 \times 10^{-1} \text{ L}^{1/2} \text{ mol}^{-1/2} \text{ s}^{-1/2}$ reportado por Hiemenz .P. C. (1984), lo que muestra una alta aproximación entre los datos.

Figura 2-12. Gráfico obtenido aplicando el método de Kezdy-Swimbourne para determinar la velocidad de polimerización



Establecido el valor de la constante aparente de polimerización, es posible extrapolar el tiempo de polimerización y conocer el avance de la reacción, usando las variables ya establecidas en el sistema experimental y de acuerdo con la siguiente ecuación presentada por Stuart (2002):

$$Conversion(\%) = \frac{w_{m0} - w_m}{w_{m0}} * 100 = \frac{K_{ap} * t}{[M]_0} * 100 \quad \text{Ec. 2-12}$$

Donde w_{m0} es la masa inicial del monómero, w_m es la masa de monómero residual, t es el tiempo y $[M]_0$ es la concentración inicial de monómero.

El análisis por la técnica de dilatometría se efectuó sobre las muestras de homopolímeros de estireno, metacrilato de metilo, acrilato de butilo, y para diferentes mezclas que produjeran los copolímeros a partir de los monómeros mencionados. Los sistemas fueron referenciados en la tabla 2-4. La concentración de iniciador se mantuvo en 1.0% con respecto a la masa de los monómeros y la relación entre monómero: tolueno en 60:40 en todas las muestras analizadas. Para demostrar la relación entre las variables de $\text{Ln}(h_0-h_\infty)/(h_t-h_\infty)$ contra el tiempo, se publicaron también los valores del coeficiente de correlación lineal obtenidos en las gráficas elaboradas para cada uno de los sistemas.

A partir de la ecuación 2-12 se calculó el tiempo necesario para el avance del 80% de la polimerización con el objetivo de predecir la finalización de la polimerización. Los resultados que se presentan en la tabla 2-3 resaltan las diferencias propias de los sistemas de homopolímeros, y de los copolímeros conformados por dos (2) o por tres (3) de los monómeros que se analizan en el presente trabajo. Es de resaltar que el tiempo calculado es realmente una aproximación al tiempo real de la polimerización, debido a que existen factores como la viscosidad, autoaceleración o efecto Trommsdorff, efecto del solvente, eficiencia del iniciador en la mezcla, transferencias de cadenas, y las relaciones entre las reactividades específicas de los monómeros involucrados en la copolimerización, que no se tienen en cuenta en el cálculo.

Tabla 2-3 Velocidades aparentes y proyección del tiempo de polimerización a 60°C

Sistema	[M] ₀	Kap (s ⁻¹)(x10 ⁻⁴)	Correlación lineal (R ²)	t _{80% conversión} (minutos)
Poli-St	5,04	1,80	0,998	370,3
Poli-MMA	5,14	2,40	0,993	266,6
Poli-BuA	4,15	5,90	0,998	93,89
Poli-(St-co-MMA)	5,24	1,57	0,954	444,4
Poli-(St-co-BuA)	4,93	3,02	0,999	218,5
Poli-(MMA-co-BuA)	4,74	3,33	0,974	189,7
Poli-(St-co-MMA-co-BuA)	5,05	0,673	0,999	1002,5

*No se realizó eliminación de datos para la elaboración de los gráficos. Los nombres de los copolímeros fueron simplificados.

El tiempo de polimerización del estireno (St) y del metacrilato de metilo (MMA), han sido publicados por autores como Kumar, *et.al.*, (2003), por ejemplo, para el sistema de MMA en 40% de benceno a 50°C, el autor reporta un avance de 20% de la polimerización en 250 minutos. Ese valor fue comparado con los resultados obtenidos en esta tesis, usando temperatura de polimerización de 60°C y tolueno como disolvente, así, el tiempo para alcanzar el 20% de polimerización fue de 66,5 minutos. Esa diferencia entre los valores es causada por las variables propias del sistema, sin embargo, usando la ecuación de Arrhenius

para corrección de las constantes con respecto a la temperatura, se estableció una buena concordancia entre los valores experimentales y los teóricos. En general los tiempos calculados a 60 y 50°C permitieron concluir que la conversión de los monómeros durante la polimerización, se encuentran dentro del rango esperado para su aplicación en los procesos que se requieren en esta investigación.

Las proporciones de reactividad entre las mezclas de monómeros del copolímero poli-(St-co-MMA) se diferencian significativamente de las referenciadas para la mezcla poli-(St-co-BuA) y poli-(MMA-co-BuA). Para el par estireno/metacrilato de metilo los valores publicados por Teodorescu M. (2002), $r_{St}=0.52$ y $r_{MMA}=0.46$, indican que cada uno de los monómeros tienen preferencia por reaccionar con aquellos de su misma especie y no por unirse al otro monómero. Por tanto, se asume que el copolímero presenta una cadena compuesta de bloques alternados de cada homopolímero. En las combinaciones de St/BuA de acuerdo con los valores de reactividad, $r_{St}=0,886$ y $r_{BuA}=0,216$, referenciadas por Ziaee *et al.* (1998), se predice que los monómeros de estireno se consumen con mayor rapidez que los de acrilato de butilo, debido a que el estireno tiene preferencia por unirse a monómeros de estireno y no al acrilato de butilo. Este mismo comportamiento lo expresan Roos *et al.* (1999) para el sistema MMA/BuA.

Para uno de los sistemas analizados en este estudio, estireno-metacrilato de metilo a 60°C, Kricheldorf, *et al.* (2004), reportaron los valores de r_{St} y r_{MMA} , como 0,52 y 0,40 respectivamente, lo que indicó que cada radical se adiciona al otro monómero aproximadamente dos veces más rápido que al propio, generando estructuras alternadas. En cuanto que el sistema acrilato de butilo (BuA) – Metacrilato de metilo (MMA) muestra una distribución baja de las masas moleculares dentro del sistema después de la adición de monómeros de BuA, induciendo una alta polidispersidad y la reducción de la velocidad de conversión (Leskovac *et al.* 1999).

Brar y Satyanarayana (1992) determinaron que en la estructura del copolímero estireno-acrilato de butilo pueden existir múltiples opciones de secuencias, las cuales dependen de las concentraciones de los monómeros y de las constantes de reactividad.

$$\bar{S}_A = 1 + r_A \frac{[A]}{[B]} \quad \text{Ec. 2.6}$$

$$\bar{S}_B = 1 + r_B \frac{[B]}{[A]} \quad \text{Ec. 2.7}$$

Donde \bar{S} puede adquirir valores de 1, representando un polímero totalmente al azar, valores de 2 indica un polímero totalmente alternante y de 0 para polímeros totalmente en bloques. Los autores concluyeron que a bajas concentraciones de BuA las mayores probabilidades de secuencias son SSS y SBS.

De lo anterior y teniendo en cuenta los resultados presentados en la tabla 2-4, se deduce que la estructura de la cadena principal del copolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA) presenta bloques de poliestireno y polimetacrilato de metilo alternados con el poliacrilato de butilo.

Con el objetivo de disminuir el tiempo de polimerización del poli-(St-co-MMA-co-BuA), se realizaron ensayos con diferentes concentraciones de peróxido de benzoilo. Los resultados expuestos en la tabla 2-4 muestran que el aumento de iniciador al doble de su concentración, disminuye el tiempo de la polimerización en aproximadamente 22%, lo que se explica a partir de la relación que existe entre la constante cinética y la concentración de iniciador. Al aumentar cuatro (4) veces la concentración se logró disminuir en 47,5% el tiempo de reacción.

El aumento del iniciador conlleva a una mayor concentración de radicales libres que modifican energéticamente el sistema en polimerización a bajas conversiones, es decir, la energía de disociación del iniciador contribuye significativamente a la entalpia de polimerización en la primera etapa de la reacción. Por tanto, durante esas polimerizaciones en masa fue necesario usar tolueno como agente amortiguador que disminuye la viscosidad, reduce la concentración de especies reactivas y remueve el calor de la reacción. Generalmente, cuando el iniciador es eficaz para un proceso de polimerización específico, la concentración máxima no debería sobrepasar el 2% con respecto a la concentración en masa de los monómeros.

Tabla 2-4. Conversión del poli-(St-co-MMA-co-BuA) en función de la concentración de iniciador

$[I]_0$ M	Kap (s^{-1}) ($\times 10^{-4}$)	Correlación lineal (R^2)	t _{80% conversión} (minutos)
0,037	1,44	0,981	459,8
0,074	1,89	0,958	360,4
0,149	2,58	0,993	241,4

La temperatura durante el proceso de polimerización afecta la constante de disociación y por tanto el tiempo de reacción. Con el fin de conocer la velocidad de reacción de la mezcla del copolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA) a 40 y 50 °C, se realizaron los análisis por dilatometría de una mezcla de monómeros 5.05M y peróxido de benzoilo 0.037M. Los resultados que se presentan en la tabla 2-5, indican una diferencia altamente significativa entre el tiempo proyectado a 60°C en comparación con las otras temperaturas. Lo cual ya era predecible, teniendo en cuenta la energía de disociación del peróxido de benzoilo, y su tiempo de vida media en monómeros como el estireno, por lo cual, de acuerdo con las especificaciones de los proveedores y de otros investigadores se sugiere su uso a temperaturas mayores de 60°C. Sin embargo, en este trabajo no se alcanza ese valor ya que el objetivo es la impregnación con polímeros dentro del tejido de la *Guadua a.* y como sugieren las normas AIS (2010), la temperatura de trabajo con ese material por encima de 60 °C genera efectos directos sobre su desempeño mecánico.

Tabla 2-5. Conversión del poli-(St-co-MMA-co-BuA) en función de la temperatura.

Temperatura (°C)	Kap (s^{-1}) ($\times 10^{-4}$)	Correlación lineal (R^2)	t _{80% conversión} (minutos)
60	1,44	0,981	459,8
50	0,850	0,999	15686,3
40	0,496	0,999	26881,7

En general, el ensayo de dilatometría permitió comparar el avance de la polimerización en los diferentes homopolímeros y copolímeros de las mezclas estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo como base para la proyección del tiempo de

reacción. Sin embargo, anotamos que el uso del tolueno como solvente en la reacción, fue solo para evitar el taponamiento del capilar, es decir, en la producción del copolímero para los fines de este trabajo la polimerización se realizará sin solvente.

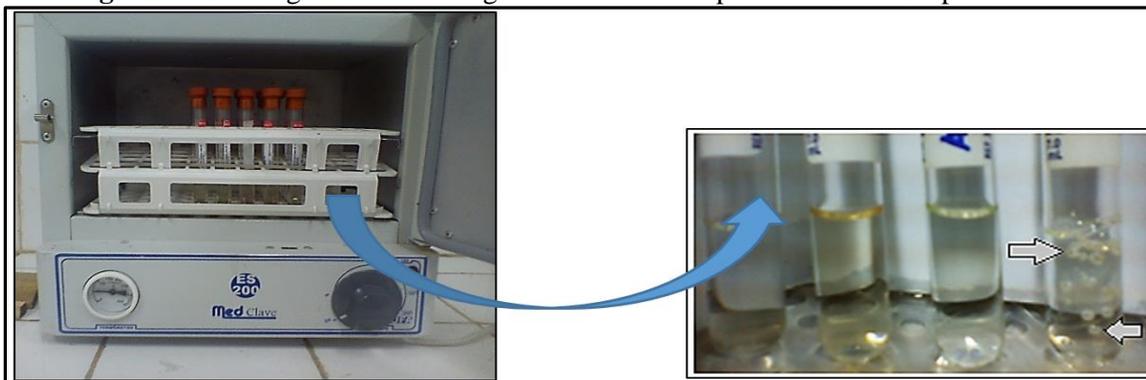
La copolimerización del St y del MMA también podría realizarse en ausencia del iniciador a altas temperaturas, o a temperatura ambiente en presencia de luz u oxígeno, pero con repercusión sobre las propiedades del copolímero y sobre el tiempo de polimerización, como afirma Kent *et al*, (2007), por lo que se ajustó el proceso a las condiciones ya mencionadas para este trabajo.

2.3.1.2. Avance de reacción por gravimetría– efecto gel Trommsdorff - Norrish

La polimerización de la mayoría de monómeros acrílicos y vinílicos, no diluidos o en soluciones muy concentradas, presentan un remarcado desvío a la cinética de reacción de primer orden que rige el proceso a bajas conversiones de monómero (Kumar y Gupta, 2003). Durante la polimerización se genera un aumento en la temperatura del sistema, una autoaceleración conocida como efecto gel o efecto Trommsdorff, que se relaciona con la disminución de la velocidad de terminación debida al aumento de la viscosidad en puntos específicos del sistema en reacción (Billmeyer, 1984).

Experimentalmente las muestras durante la polimerización de estireno, y especialmente de metacrilato de metilo, con avance de reacción por encima de 20%, exhibieron “autoaceleración” como se muestra en la figura 2-13, presentando sobrecalentamiento del sistema, y producción de burbujas internas atrapadas en el material polimérico, el cual, luego de tornarse viscoso se solidificaba formando una estructura porosa. Este evento conocido como efecto gel Trommsdorff-Norrish se presenta durante la polimerización debido a la desproporción entre la velocidad de terminación y la velocidad de iniciación de la reacción, por lo que se hace necesario mantener un cuidadoso control durante los avances de reacción, ya que como se ha mencionado no se usa solvente en las mezclas poliméricas.

Figura 2-13. Fotografía del efecto gel observado en la polimerización del poliestireno.



En general, todas las mezclas polimerizadas mostraron autoaceleración en algunas de las réplicas, siendo el tiempo que lleva en aparecer el efecto el parámetro representativo para cada muestra. Se identificó que dicho tiempo se encuentra asociado a la naturaleza del monómero, la temperatura y el avance de la reacción. Por ejemplo, las reacciones de polimerización usando estireno y metacrilato de metilo con 1.0% de peróxido de benzoilo y temperatura de 60°C, presentaron el efecto luego de 2 horas de reacción, mientras que en las mezclas binarias y ternarias que contienen acrilato de butilo, las burbujas aparecían antes de las 2 primeras horas de polimerización, tiempo en el cual las mezclas pasaban del 25% de avance de la reacción.

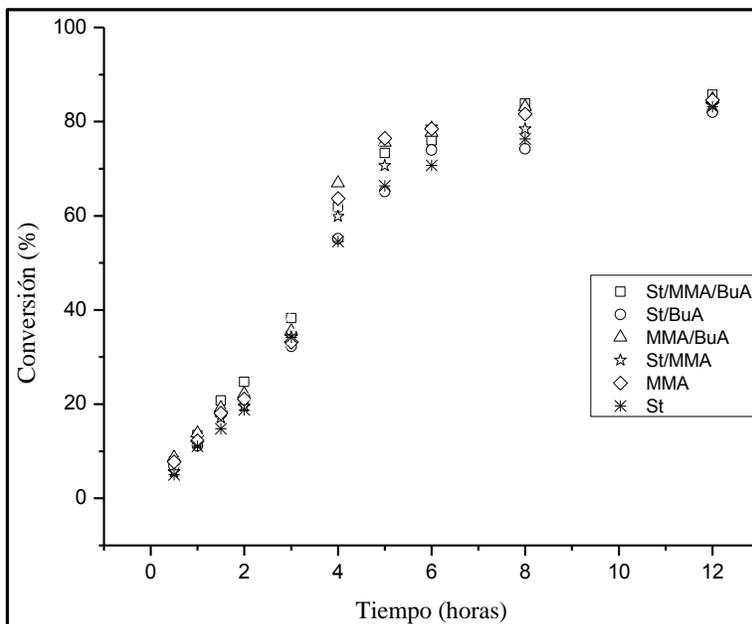
Con el aumento de la viscosidad durante el avance de la reacción, se infiere que la difusión de los macrorradicales se disminuye y por tanto se presenta un descenso en la velocidad de terminación y de la velocidad de transferencia de calor de reacción, así entonces, la temperatura en el sistema tiende a aumentar y con ello a producir el incremento en las constantes cinéticas de propagación, evidenciándose macroscópicamente como se muestra en la figura 2-14, la producción de un material heterogéneo y quebradizo, en general, un polímero defectuoso.

Figura 2-14. Polímeros defectuosos por causa del efecto gel



Finalmente, como se muestra en la figura 2-15, se obtiene el avance de cada polimerización expresado como el porcentaje de sólidos a diferentes intervalos de tiempo, precipitando el polímero con metanol a 4 °C y manteniendo el control térmico de las muestras para evitar la autoaceleración. Las muestras que fueron adicionadas con acrilato de butilo muestran un avance mayor de la polimerización con respecto a las no adicionadas, lo que coincide con los resultados ya presentados en el ítem de ensayo por dilatometría para dichos sistemas, además de los aportes de Beauchemin y Dubé (1999) quienes mencionan incrementos en el porcentaje de conversión cuando el acrilato de butilo es adicionado a mezclas que contienen otros monómeros acrílicos.

Figura 2-15. Conversiones obtenidas para las diferentes mezclas de estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo a 60°C y $[I]_0=0.037$ M.



El avance de la polimerización muestra que antes de las dos (2) primeras horas de polimerización todas las muestras que contienen acrilato de butilo han alcanzado más del 20% de conversión, siendo este resultado un parámetro importante para el objetivo principal de este trabajo, donde se pretende encontrar las mejores condiciones del sistema polimérico para ser infiltrado dentro del tejido del bambú. Los monómeros y las respectivas mezclas de estireno y metacrilato de metilo presentan tendencias diferentes en cuanto a la conversión con el tiempo, luego de cuatro (4) horas de reacción se observa mayor dispersión de los resultados hasta alcanzar el 80% de avance sobre las doce (12) horas de reacción, donde se percibe la aproximación de los resultados hacia una tendencia en común.

2.3.1.3. Viscosimetría

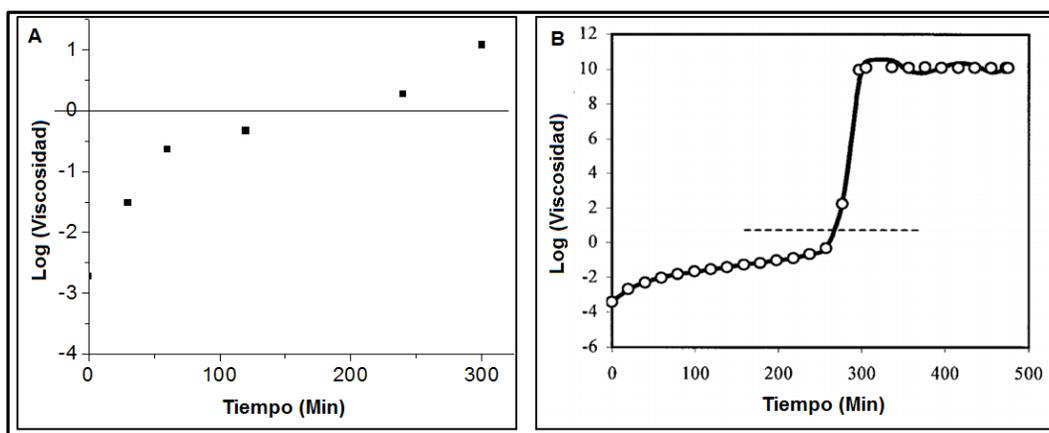
La determinación del valor de la viscosidad de las mezclas de monómeros durante el proceso de polimerización, permite inferir la capacidad de infiltración que dichas mezclas logran alcanzar dentro de los tejidos vegetales del bambú. En trabajos previos, se expuso la capacidad de impregnación lograda con sustancias de viscosidad entre 0.5 a 26 Pa.s usando un equipo adaptado del sistema Boucherie a presión (Sobrinho *et. al.* (2012). Ahora, en este trabajo, con el objetivo de lograr la polimerización dentro del material vegetal, se mide la viscosidad alcanzada durante la conversión a 30, 60, 120 y 240 minutos de polimerización a 60°C de polimetacrilato de metilo, poli- (estireno-co-metacrilato de metilo) y poli-(estireno-co-metacrilato de metilo-co-acrilato de butilo), usando las muestras cuyo avance de reacción fue analizado en el numeral anterior.

El reómetro de cono y plato AR2000 tiene mayor aplicación en muestras poco diluidas, es decir, donde el comportamiento tiende a ser no newtoniano, por tal razón como acondicionamiento de esta técnica para los sistemas de monómeros en estudio, se produjo la polimerización de metacrilato de metilo como parámetro de comparación entre los valores de viscosidad obtenidos experimentalmente y los referidos en la literatura. Basados en la ecuación 2-7, al mantener la velocidad angular constante, se logró obtener el valor de la viscosidad como respuesta a la variación del torque del sistema. Schweizer T. (2004), mostró

el uso del reómetro de cono y placa ajustando la relación entre la temperatura de fusión con la viscosidad de corte cero (0), y los valores de viscosidad del poliestireno, y además remarcó la dificultad que ese reómetro presenta para medir la viscosidad en sistemas diluidos como son los polímeros en solución.

En la figura 2-16 se muestra la gráfica de Log (viscosidad) contra tiempo obtenida en algunas muestras que alcanzaron el 50% de su conversión junto a un gráfico simulado en similares condiciones de reacción (Curteanu *et.al.* 2004). Como se observa, ocurre un pequeño desplazamiento entre los resultados, pero la diferencia no se considera significativa, por tanto, se implementó el uso de esta técnica a los demás sistemas de polimerización.

Figura 2- 16. A) gráfico experimental PMMA con $[PBO]=0,037M$ y B) Simulación para el sistema PMMA con $[PBO]=0,0155M$ a $50^{\circ}C$ (tomada de Curteanu *et.al.*2004).



Durante el proceso de polimerización la densidad y la viscosidad aumentan como resultado de la formación del polímero, es decir, avance de reacción, luego del 40% de conversión la alta viscosidad de la muestra impidió la medida de la densidad usando el picnómetro, por eso no se refieren los resultados. Las proporciones en que aumenta la viscosidad podrían indicar el aumento en la fuerza química de unión y el incremento de la longitud de la cadena, lo que a su vez se relaciona con la naturaleza de los monómeros, como

se aprecia en la tabla 2-6, el uso del acrilato de butilo disminuye la viscosidad en el terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA).

Tabla 2-6. Valores de densidad y viscosidad con respecto a la conversión durante la polimerización

Sistema*		Conversión (%)	Densidad (g/mL)	Viscosidad (Pa.s)	Log(η)
MMA	0	0	0,8553 \pm 0,0026	1,90E-03 \pm 2,53 E-04	-2,72
	30	7,76	0,8896 \pm 0,0012	3,044E-02 \pm 3,14 E-03	-1,52
	60	12,20	1,0079 \pm 0,0872	2,34E-01 \pm 1,33E-02	-0,63
	120	21,09	1,0197 \pm 0,0798	4,65E-1 \pm 1,287E-02	-0,33
	240	63,67	-----	1,87 \pm 0,38	0,27
	300	76,45	-----	12,52 \pm 1,24	1,10
St-MMA	0	0	0,8745 \pm 0,0031	1,78E-03 \pm 3,56 E-04	-2,75
	30	5,59	0,9214 \pm 0,0268	1,24E-02 \pm 4,24 E-03	-1,91
	60	11,66	1,0156 \pm 0,0785	2,78E-01 \pm 8,82E-02	-0,56
	120	19,5	1,0322 \pm 0,0012	3,03E-01 \pm 3,72E-02	-0,52
	240	59,86	-----	2,42 \pm 0,18	0,38
	300	70,63	-----	17,50 \pm 2,05	1,24
St-MMA-BuA	0	0	0,8347 \pm 0,0032	1,56E-03 \pm 4,15 E-04	-2,81
	30	7,86	0,9033 \pm 0,0395	1,11E-02 \pm 1,76E-03	-1,95
	60	13,4	1,0067 \pm 0,0785	3,03E-01 \pm 3,25E-02	-0,52
	120	24,74	1,0129 \pm 0,0012	3,42E-01 \pm 3,28E-02	-0,46
	240	61,83	-----	3,58 \pm 0,22	0,55
	300	73,29	-----	10,12 \pm 2,28	0,96

* Los nombres de los copolímeros fueron simplificados

Teniendo en cuenta los resultados presentados a este punto, la infiltración de los diferentes sistemas en polimerización debe realizarse antes de lograrse el 25% de conversión, debido a la fluidez que presenta cada sistema de monómeros antes de alcanzar dicho valor, lo cual permite la impregnación del bambú. Sin embargo, fue necesario realizar un ensayo de capilaridad sobre el tejido vegetal para comprobar el flujo antes de la infiltración a vacío.

2.3.2. Caracterización de los polímeros

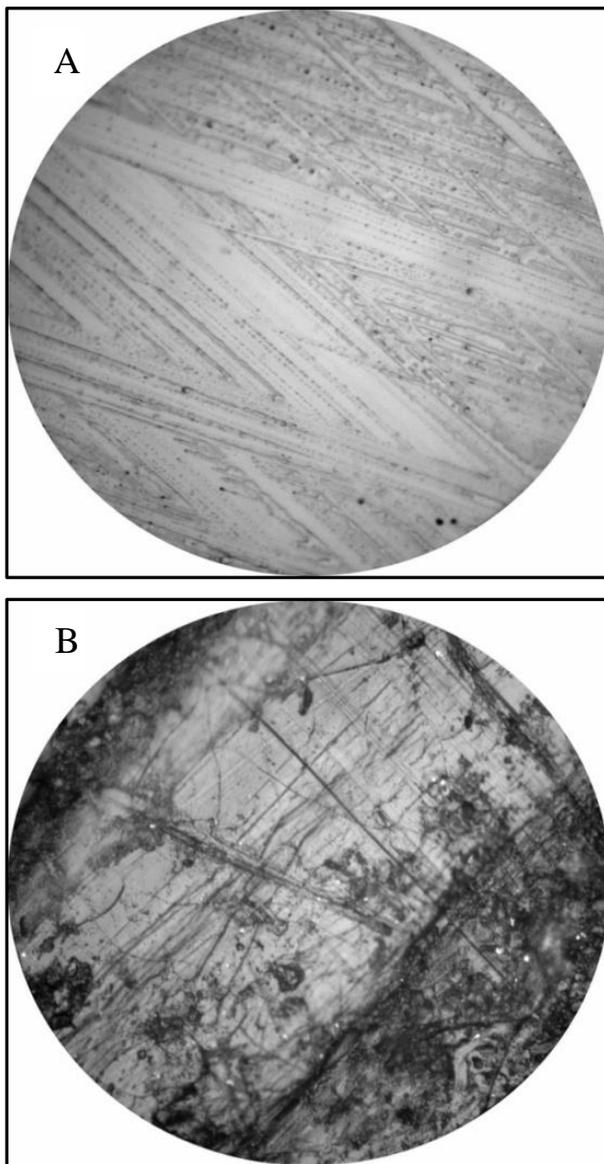
El copolímero poli-(St-co-MMA) y el terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA) son caracterizados con el fin de tener un parámetro de identificación específico, teniendo en cuenta que el objetivo principal es su infiltración como monómeros y polimerización “in situ” en el interior del tejido vegetal del bambú.

A continuación, se presentan los resultados de los análisis realizados sobre los homopolímeros polimetacrilato de metilo (PMMA), poliestireno (PSt), el copolímero poli-(St-co-MMA) y el terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA).

2.3.2.1. Microscopia óptica (MO) y electrónica de barrido (SEM)

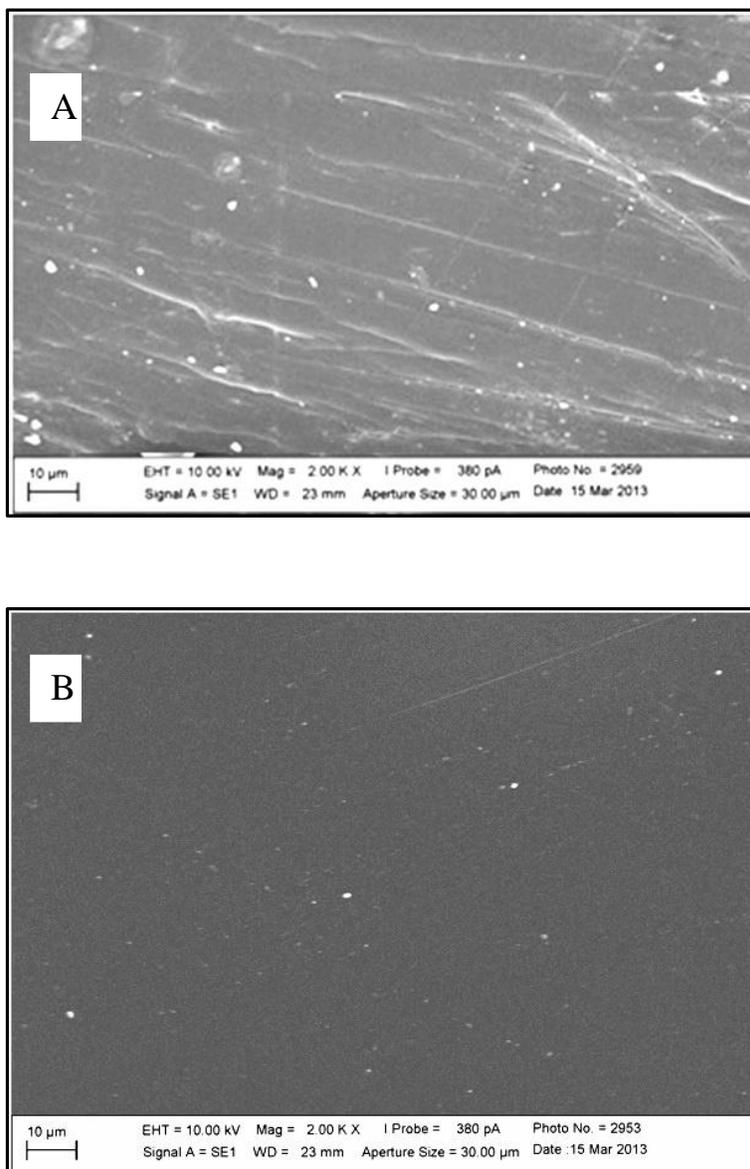
La morfología del copolímero y del terpolímero se observaron inicialmente mediante el microscopio óptico de alta resolución con aumento de 20X. En la figura 2-17 se muestran las microfotografías del copolímero poli-(St-co-MMA) que presenta estrías y algunos microgránulos posiblemente como resultado del proceso de lijado, sin embargo se aprecia una grande diferencia con la microfotografía del terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA) el cual presenta algunas fibras unidas por asociaciones de microglóbulos que se distribuyen en la superficie de la muestra. Esta característica se debe a la adición del acrilato de butilo en la mezcla polimérica, lo que explicaría parcialmente su desempeño como material plastificante en los polímeros.

Figura 2-17. Microfotografías del copolímero y terpolímero con aumento de 20X



Las microfotografías que se obtuvieron en el microscopio electrónico de barrido con 2000X de aumento muestran algunas diferencias en la morfología de los polímeros. En la figura 2-18 se observa que la morfología de los homopolímeros poliestireno (A) y el polimetacrilato de metilo (B) son caracterizadas por superficies poco estriadas sobre las cuales aparecen pequeños gránulos, características definidas también por Mathur y Sharma (2013).

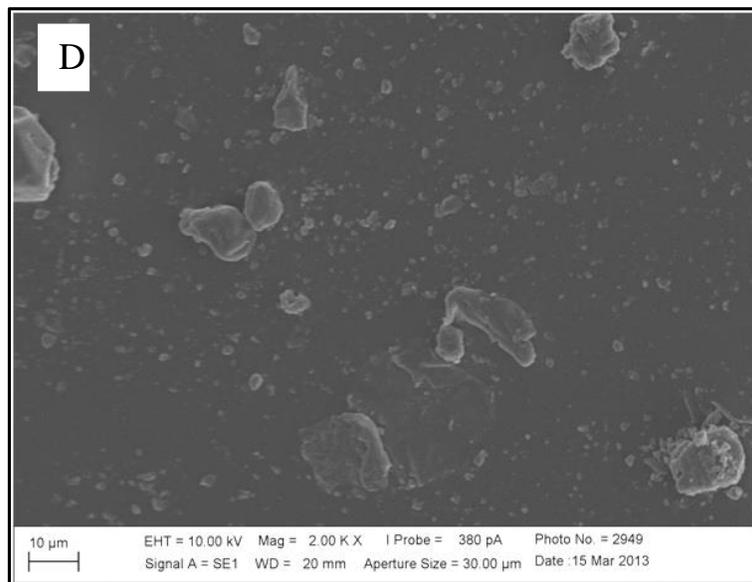
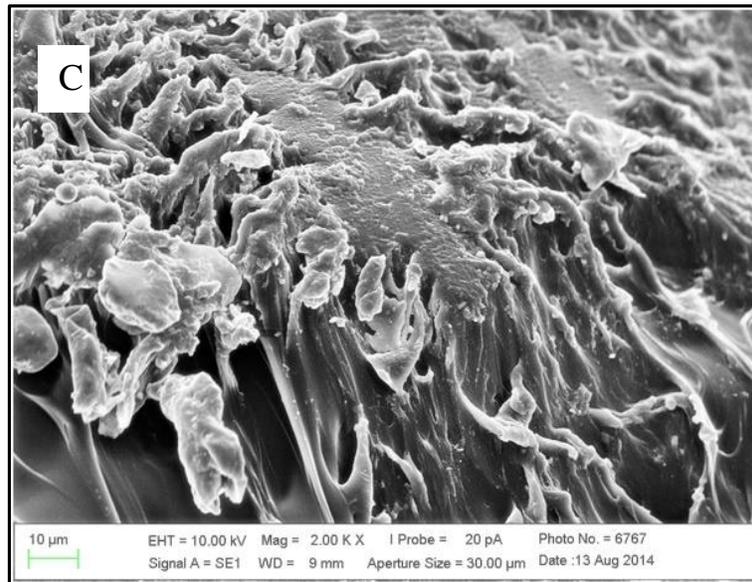
Figura 2-18. Microfotografías obtenidas por SEM sobre los polímeros y copolímeros



La microfotografía del copolímero (C) en la figura 2-18, tomada sobre una muestra fracturada criogénicamente usando nitrógeno líquido, permite observar que la superficie es rugosa y formada por hojas, que tras la fractura presenta algunos estiramientos formando ondulaciones sobre los bordes de las láminas, indicando la baja plasticidad o moderada fragilidad del copolímero. El terpolímero (D) muestra algunos glóbulos debidos a la presencia del acrilato de butilo, esas áreas puntuales caracterizan puntos concentrados de acción plastificante dentro de la matriz polimérica, como se ha referenciado en trabajos

usando poli-(estireno-co-butadieno-co-estireno) en blendas con poliestireno (Ibrahim y Kadum, 2012).

Figura 2-18. Microfotografías obtenidas por SEM sobre los polímeros y copolímeros (continuación)



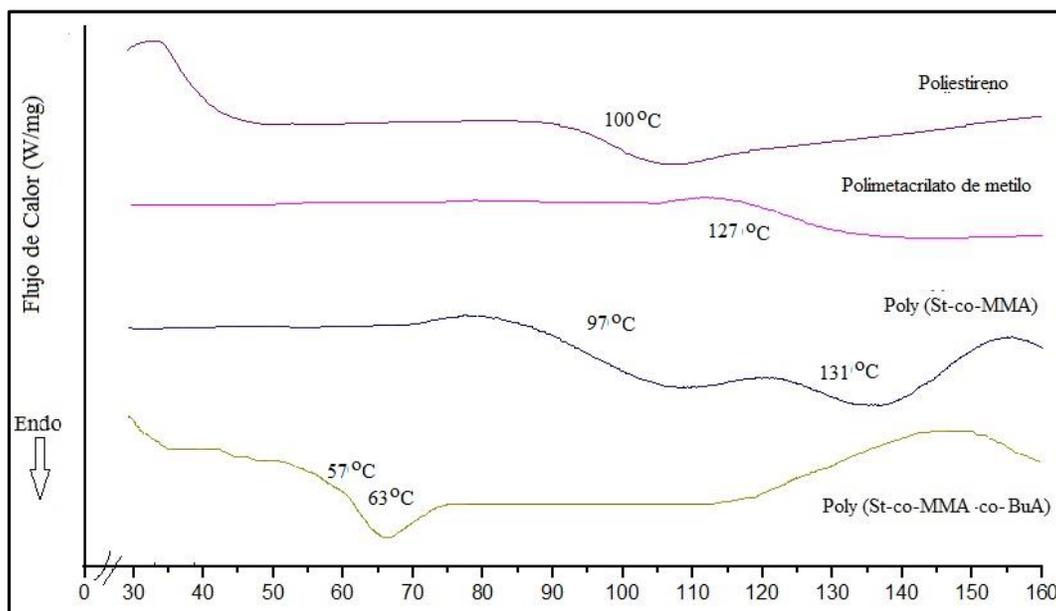
2.3.2.2. Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Las muestras de polímeros y copolímeros obtenidas son catalogadas como termoplásticos, por tanto, su comportamiento viscoelástico puede ser descrito a partir de la temperatura de transición vítrea (Tg). Las curvas calorimétricas de los homopolímeros poliestireno y polimetacrilato de metilo que se presentan en la figura 2-19, indican un único valle que distingue el valor de la Tg, mientras que en el copolímero se pueden observar dos depresiones y en el terpolímero una depresión con dos valles definidos y una parte superior del declive calorimétrico un poco difusa, aquí es de resaltar que no se evidencian temperaturas de transición vítrea sobre la Tg propia de cada homopolímero.

De acuerdo con Fernández García et.al. (1999) la adición de hasta 20% de acrilato de butilo en el polimetacrilato de metilo disminuye su Tg a valores entre 57-68°C, valores cercanos a los obtenidos para el terpolímero en este trabajo. La aparición de las dos depresiones en la región de la gráfica que define la Tg indica la presencia de cadenas de copolímeros con posibles secuencias de monómeros que fluyen con diferentes energías según su capacidad calorífica o diferencias en la distribución espacial, es decir, existen algunas cadenas que requieren valores energéticos para su transformación de sólido a una sustancia viscoelástica diferentes de otras presentes en la misma muestra.

El relativo bajo peso molecular y la baja temperatura de transición vítrea del acrilato de butilo (BuA), también fueron aprovechados por Bing Meng, *et.al.* (2012) para disminuir la cristalinidad del poliácido láctico (PLA). Observaron que la estructura química del BuA le permitió mayores migraciones entre las moléculas del polímero que en el interior de las extensas cadenas formadas, e indicaron que en concentraciones mayores a 11% de BuA, el sistema polimérico podría presentar segregación de fases.

Figura 2-19. Termogramas obtenidos por DSC sobre los polímeros y copolímeros



Los valores de Tg obtenidas para los homopolímeros son 100 y 127°C para el poliestireno y el polimetacrilato de metilo respectivamente. Morais *et. al.* (2006) muestran que los mismos polímeros producidos con un proceso experimental diferente presentan valores de Tg de 102 y 121°C, respectivamente. Esas diferencias en la Tg pueden indicar las distribuciones de los monómeros en la cadena polimérica, por ejemplo, una conformación isotáctica presentaría diferencias de la sindiotáctica o de la atáctica, así también el tamaño de las cadenas y la organización de éstas en esferulitos o lamelas a lo largo del polímero. Los valores de capacidad calorífica no se publicaron en este trabajo, sin embargo, se indica que los resultados obtenidos fueron del orden de 0,30 mW/mg para los homopolímeros.

2.3.2.3. Análisis termogravimétrico (TGA) y su derivada (DTGA)

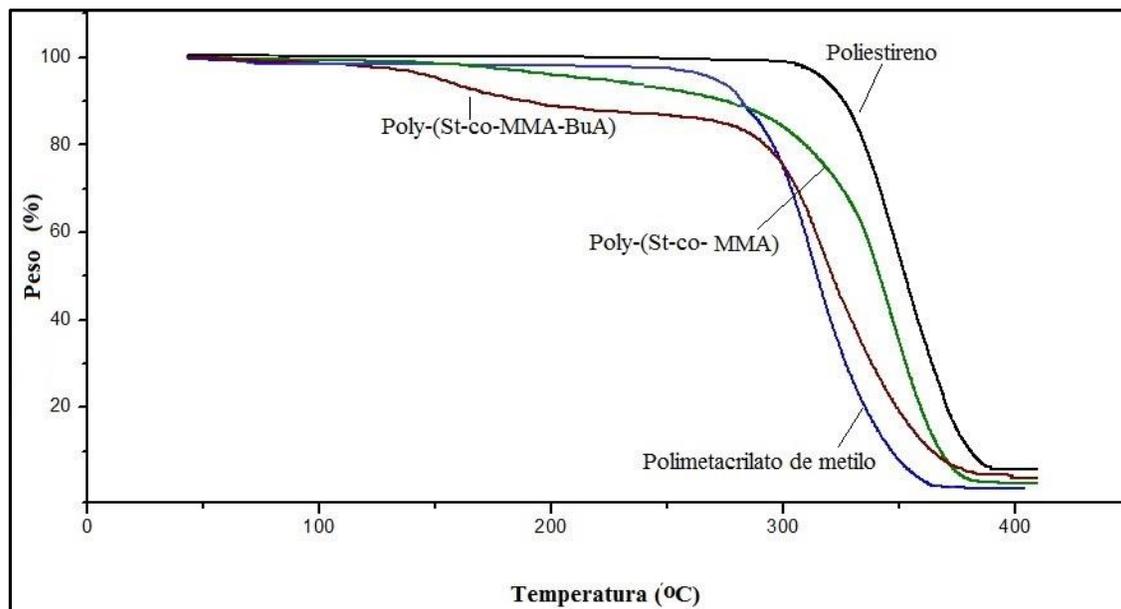
La variación de masa de los copolímeros en función de la temperatura en atmósfera inerte se presenta en los termogramas reportados en la figura 2-20. Se observan diferencias en la pérdida de masa del poliestireno y el metacrilato de metilo, por ejemplo, una pérdida de masa del 10% en el PSt ocurre a 320°C y la temperatura final de descomposición fue de

374°C quedando un residuo de 5,0%, mientras que esos mismos parámetros en el PMMA se observaron en 272°C y 389°C, sin dejar residuo. En los homopolímeros sólo se evidencia una etapa durante la pérdida de masa, mientras que en el copolímero y el terpolímero se percibe la aparición de una pérdida adicional.

En el copolímero la pérdida de masa de 10% se da en 276°C y la final en 389°C con residuo de 3,0%, mientras que el poli-(St-co-MMA-co-BuA) la pérdida de 10% de masa aparece en 191°C y la final en 391°C, con residuo de 5,1%. Las fracciones obtenidas durante la descomposición de los polímeros no se analizaron, sin embargo del termograma se infiere que el copolímero y el terpolímero contienen uniones químicas, u organizaciones estereoquímicas entre diferentes grupos de monómeros en algunos puntos de sus cadenas que se degradan en distintas temperaturas, además se observa que el copolímero muestra una descomposición en dos etapas intermedias entre los termogramas de los homopolímeros, mientras que el terpolímero que contiene acrilato de butilo muestra dos etapas de descomposición bien definidas, una de ellas fuera del rango de los homopolímeros.

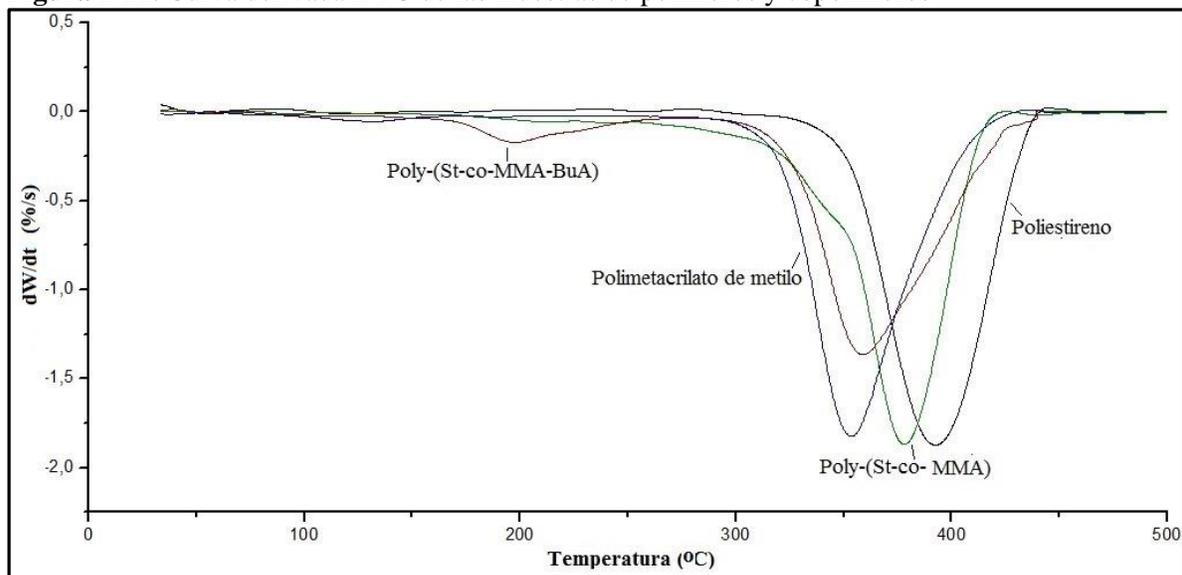
Resultados similares han sido reportados por Leskovac M. *et. al.* (1999) quienes en sus estudios con mezclas de acrilato de butilo- estireno, acrilato de butilo-metacrilato de metilo indicando la disminución de las temperaturas de descomposición con el aumento del acrilato de butilo, y Kaniappan *et.al.* (2011) en su trabajo sobre metacrilato de metilo-estireno donde muestran como el copolímero sigue las mismas etapas de descomposición que los homopolímeros.

Figura 2-20. Termograma obtenido por TGA sobre las muestras de polímeros



La derivada de cada termograma obtenido para los polímeros se presenta en la figura 2-21, en esta se evidencia que los procesos de pérdida de masa equivalente a una reacción de degradación ocurren en etapas específicas, y a temperaturas definidas. Se observa que el poliestireno se degrada en una única etapa a 392°C mientras que el polimetacrilato de metilo lo hace a 353°C. El copolímero poli-(St-co-MMA) presenta una etapa de descomposición a 378°C con un pequeño hombro en 337°C lo que indica una alteración en la degradación. El terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA) presenta dos etapas de reacción bien definidas, una a 201°C y otra a 359°C.

Figura 2-21. Curva derivada DTG de las muestras de polímeros y copolímeros

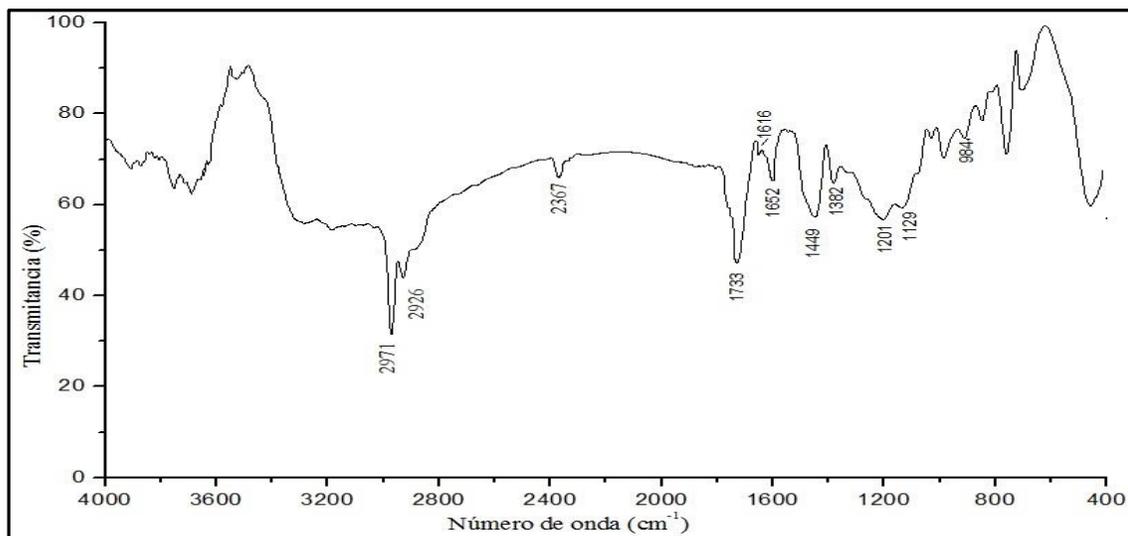


Los análisis termogravimétricos muestran la tendencia propia de la degradación del material, los enlaces en su mayoría covalentes entre los grupos vinílicos de los monómeros que conforman las diferentes secuencias en las cadenas poliméricas, permiten tener un parámetro de comparación con otros componentes cuando el polímero hace parte de un compuesto como el bambú-polímero.

2.3.2.4. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)

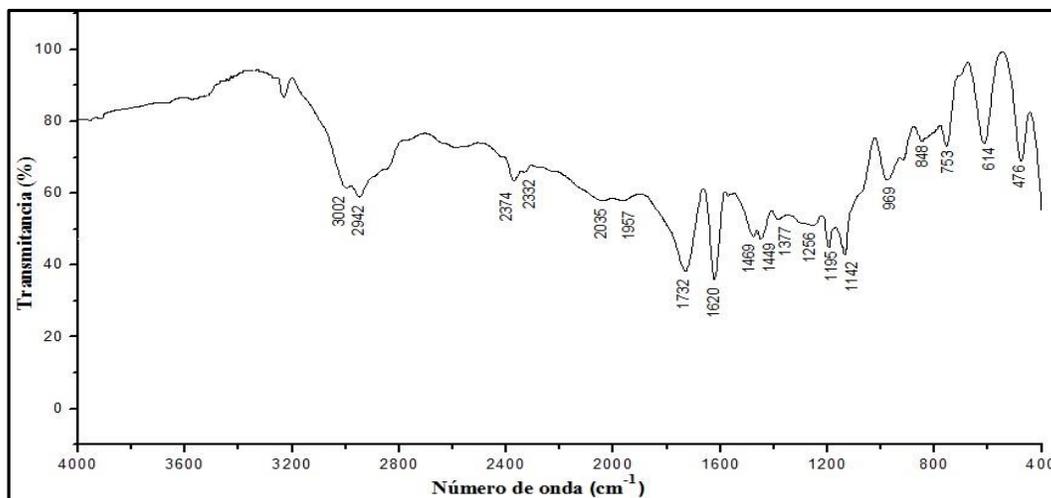
La identificación por medio de la espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) permitió la identificación de los grupos funcionales presentes en los polímeros de acuerdo con los espectros referidos en literatura, los cuales se presentan en el anexo A. En la figura 2-22 se puede identificar las bandas características del poliacrilato de butilo desde el espectro obtenido usando el polímero sólido en pastilla de KBr, así como se obtuvieron todos los espectros. La pegajosidad debida a la viscoelasticidad del polímero a temperatura ambiente, fue reducida usando nitrógeno líquido para obtener la muestra en polvo. Los picos en 1733 cm^{-1} debido al estiramiento del grupo carbonilo ($\text{C}=\text{O}$) y en 1201 cm^{-1} al estiramiento del $\text{C}-\text{O}$ fueron los más representativos para confirmar la presencia del acrilato.

Figura 2-22. Espectro en el infrarrojo del poliacrilato de butilo (PBuA)



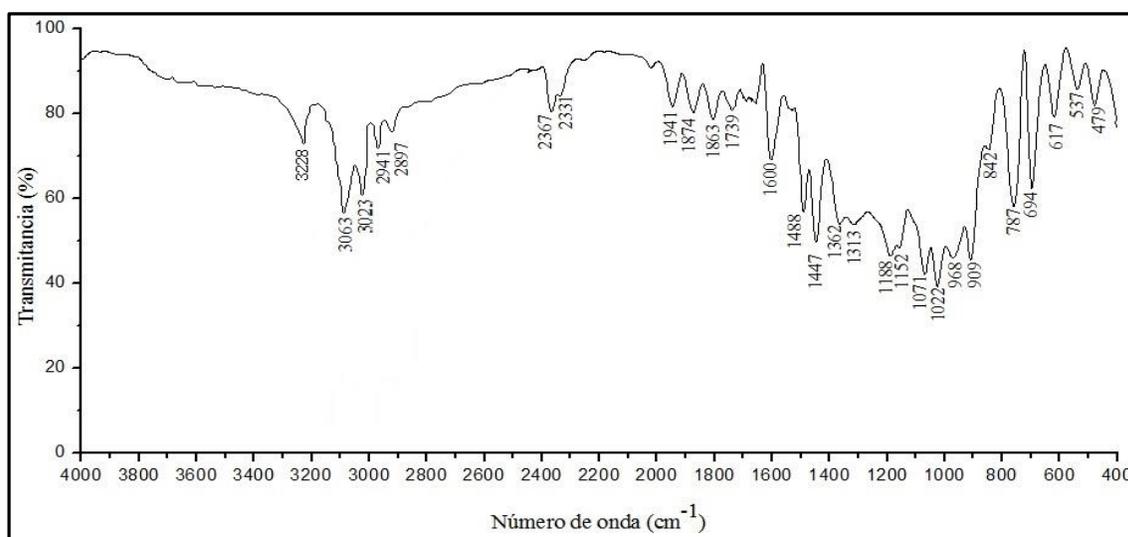
El espectro IR del PMMA en la figura 2-23 muestra bandas de absorción en 3002 cm^{-1} y 2942 cm^{-1} debidos a los estiramientos asimétricos de los enlaces $-\text{CH}_3$ y el estiramiento del grupo $\text{C}=\text{O}$ en 1732 cm^{-1} . También presenta bandas en 1469 cm^{-1} y 1449 cm^{-1} que se atribuyen a movimientos de tijera del $-\text{CH}_2$ y al estiramiento asimétrico del $-\text{CH}_3$ respectivamente. El pico característico en 1377 cm^{-1} se debe a la deformación del $-\text{OCH}_3$, y las bandas correspondientes al estiramiento de los enlaces $\text{C}-\text{O}$ y $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ en 1142 cm^{-1} y 1195 cm^{-1} .

Figura 2-23. Espectro en el infrarrojo del polimetacrilato de metilo (PMMA)



La figura 2-24 muestra la banda de absorción del poliestireno, en 3026 y 2949 cm^{-1} que corresponde al estiramiento de los grupos C-H aromáticos y alifáticos respectivamente. Los picos en 1600, 1488 y 1447 cm^{-1} son asignados a los estiramientos del grupo C=C aromático. La banda de deformación del C-H de los hidrógenos del anillo bencénico (5 hidrógenos adyacentes) aparece en 787. La deformación vibratoria del anillo bencénico se observa en 694 cm^{-1} . El estiramiento de los hidrógenos en el anillo se ha observado en 3063 y en 3023 cm^{-1} .

Figura 2-24. Espectro en el infrarrojo del poliestireno (PSt)



El espectro en infrarrojo para el copolímero poli-(St-co-MMA) presentado en la figura 2-25 muestra picos propios del PMMA debidos al estiramiento de los grupos C=O y $-\text{OCH}_3$ en 1732 y 1147 cm^{-1} respectivamente y los picos en 1618, 1641, 693 y 753 cm^{-1} característicos del estiramiento de los enlaces C-C del anillo del poliestireno. El terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA) presenta los mismos picos anteriores como se observa en la figura 2-26, con la salvedad de pequeños desplazamientos debidos a la presencia del acrilato de butilo. Los picos de los acrilatos pueden duplicarse, como ejemplo se puede distinguir el estiramiento del C=O que se haya con picos en 1735 y 1722 cm^{-1} cuando en general es un único pico fuerte, o causando la aparición de una banda que impide la localización de los

picos, como ocurre en 1383cm^{-1} donde se identificarían los picos relativos al estiramiento del $-\text{OCH}_3$.

Figura 2-25. Espectro en el infrarrojo del copolímero poli-(St-co-MMA)

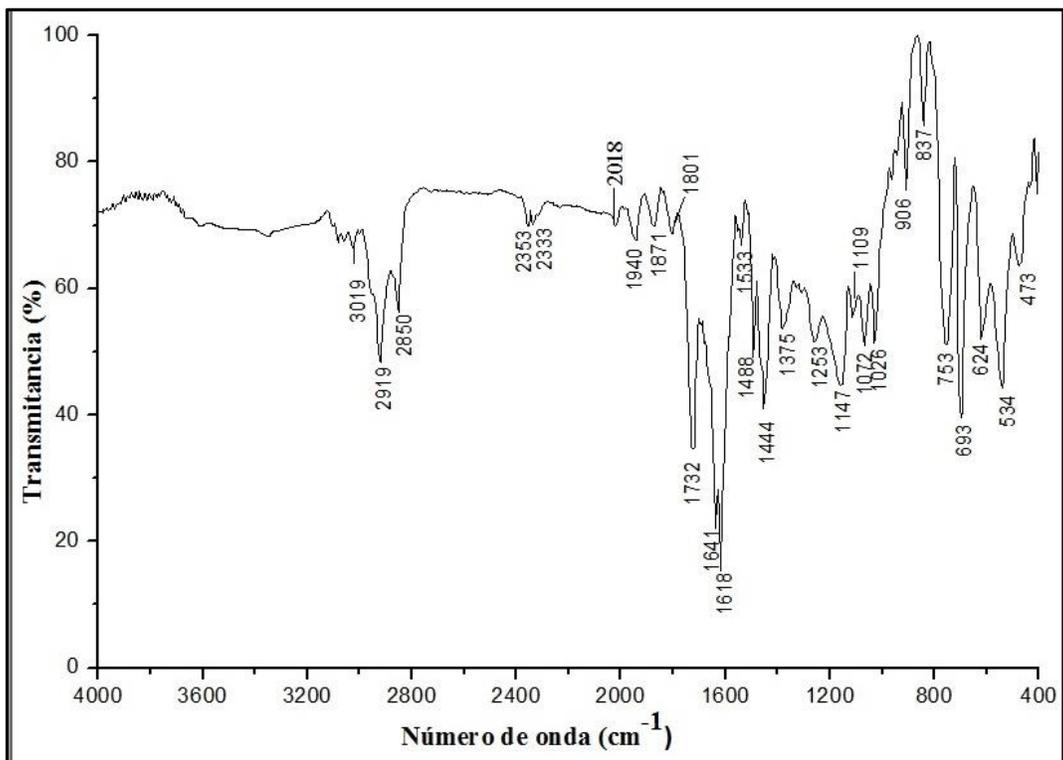
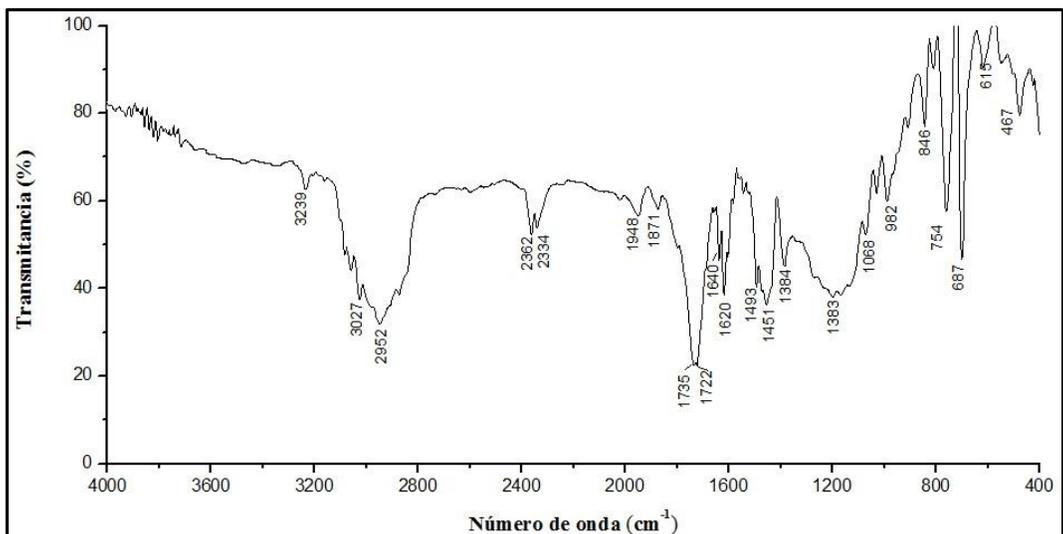


Figura 2-26. Espectro en el infrarrojo del terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA)

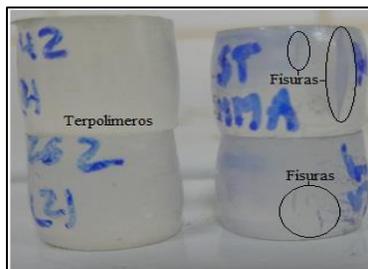


Los análisis de los anteriores espectros fueron realizados teniendo en cuenta la tabla de caracterización de los enlaces básicos de los polímeros en el IR, y autores como Kwon T S. (1998), Kaniappan y Latha (2011).

2.3.2.5. Ensayo a compresión sobre las probetas de polímeros

La deformación propia de un polímero bajo carga uniaxial sobre su superficie se debe básicamente a la organización interna del material, es decir, el desplazamiento de las lamelas o de los esferulitos pueden provocar microvacíos en las regiones cristalinas o amorfas del polímero que se evidencian en resultados macroscópicos como la formación de fisuras o la deformación permanente durante el ensayo de compresión, de acuerdo con Van Melick (2003). Las muestras de homopolímeros pSt, PMMA y el copolímero indican una clara diferencia con relación a las muestras del terpolímero, tal como se aprecia en la fotografía de la figura 2-27. La aparición de fisuras en las muestras de poliestireno también se apreció en el polimetacrilato de metilo y en el poli-(St-co-MMA), lo que indica que la adición de acrilato de butilo en el terpolímero imprime un comportamiento plástico a las probetas.

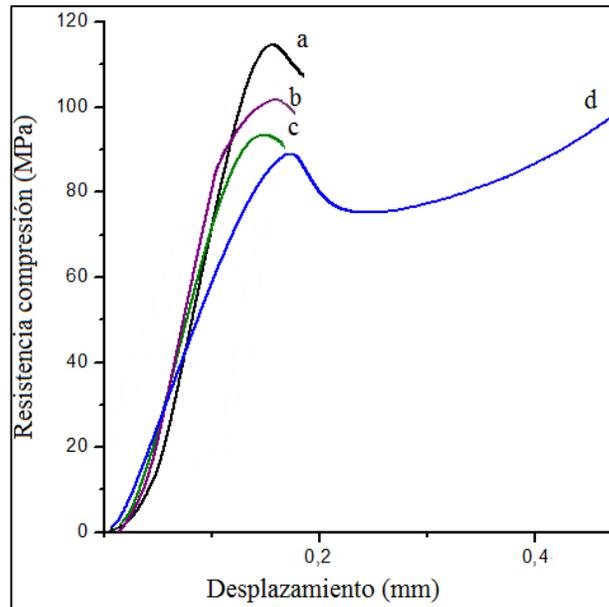
Figura 2-27. Fotografía de las probetas de los polímeros luego de efectuarse el ensayo a compresión.



La gráfica de fuerza contra deformación que procede del ensayo a compresión se expone en la figura 2-28, el calentamiento a 40°C antes del ensayo permite eliminar la memoria térmica que repercute en la resistencia mecánica de las probetas. El comportamiento frágil de los homopolímeros y del copolímero se diferencia del comportamiento plástico del

terpolímero, mientras que los primeros presentan fracturas al alcanzar su resistencia máxima, el poli-(St-co-MMA-co-BuA) tras un tiempo de resistir la fuerza sobre su estructura equilibra sus cargas y aumenta el valor de resistencia. Bing Meng *et. al.* (2012) lo explican usando el acrilato de butilo adicionado al poliácido láctico concluyendo que la cristalinidad del PLA disminuye con la adición del acrilato y como resultado se obtiene un comportamiento dúctil al disminuir la rigidez de la mezcla polimérica.

Figura 2-28. Gráficos de ensayo a compresión de las probetas de los polímeros y copolímeros



3. *Guadua a.* impregnada con polímeros y sus propiedades

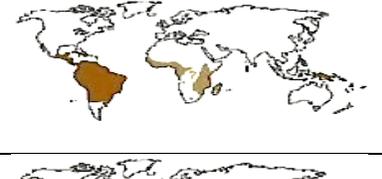
3.1. Generalidades sobre el Bambú

El bambú es una gramínea gigante de rápido crecimiento que está dotado de relevantes propiedades mecánicas aprovechables para su aplicación en el campo artesanal, industrial, en la arquitectura y la ingeniería.

La clasificación botánica incluye al bambú dentro de la familia *Poaceae* de las gramíneas por compartir sus características con angiospermas monocotiledóneas como los cereales y la caña de azúcar. De acuerdo con Van der Lugt, *et.al.*, (2005), ha sido fuente de explotación durante muchos siglos principalmente en los países orientales, donde las condiciones geográficas, altitud y humedad son apropiadas para el crecimiento de esta planta no maderera.

Recientemente, en respuesta a una sociedad interesada en la categorización taxonómica del bambú, Kelchner, S.A. *et. al.*(2012) lograron organizar la información y publicar una distribución biogeográfica del bambú sobre la zona ecuatorial de todos los continentes, como indica la figura 3-1, identificando 116 géneros diferentes y aproximadamente 1439 especies de este arbusto, con el objetivo de propender por una producción más organizada de este recurso. La *Guadua angustifolia* propia de esta investigación, fue clasificada en la subfamilia bambúsoideae, en la tribu Bambúseae del genero guaduinae, con localización en Suramérica.

Figura 3-1: Clasificación y ubicación geográfica de los cultivos de bambú en el mundo.

Familia	Gramíneas (<i>Poaceae</i>)	
Subfamilia	<i>Bambúsoideae</i>	
Tribus	Arundinareae: Leñosos de clima templado	
Géneros	Tribe Arundinareae.	
Tribus	Olyreae: Bambúes herbáceos	
Géneros	Olyrinae, Parianinae, Buergersiochloinae.	
Tribus	Bambúseae: Leñosos neotropicales	
Géneros	Arthrotylidinilae, Guaduinae, Chusqueinae	
Tribus	Bambúseae: Leñosos paleotropicales	
Géneros	Bambúsinae, Guaduinae, Hickelinae, Racemobambosinae, Melocanninae.	

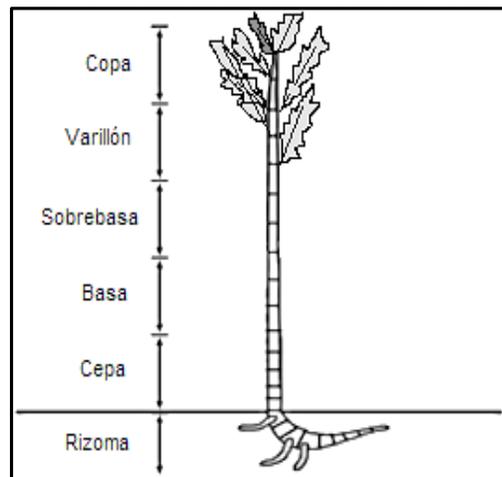
Adaptación desde: Scot A. Kelchner and Bamboo Phylogenic Group. Higher level phylogenetic relationships within the bamboos (*Poaceae*:*Bambúsoideae*) based on five plastid markers. *Molecular Phylogenetic and Evolution* 67. 2013.

La estructura genotípica del bambú es causal de la diversificación de tamaños del culmo. Existen arbustos que alcanzan pocos centímetros en cuanto otros llegan a medir más de 40 metros en pocos meses. La aparición de un tallo de bambú, llamado también culmo, vara o caña, se inicia desde un rizoma en la raíz del arbusto, a partir de un brote de germinación a manera de una tráquea constituida de anillos, que en pocos días y debido a la elongación de sus células, logra una diferenciación del tallo en nudos y entrenudos, como se muestra en la Figura 3-2.

Durante el crecimiento del culmo pueden ser eliminadas algunas células que originan la cavidad medular, o inician el proceso de lignificación para formar la frontera entre esa cavidad y el diafragma, con el fin de bloquear la pérdida de agua a través de esa membrana.

Los primeros estiramientos del culmo forman la copa y los últimos la cepa, dando lugar a las partes en que se divide el tallo y que se relacionan con sus aplicaciones y usos.

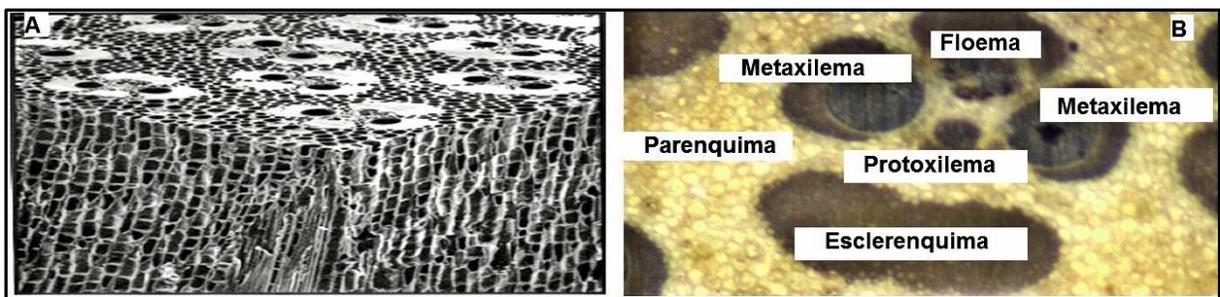
Figura 3-2: Partes de un culmo de bambú.



Adaptado de: <http://es.slideshare.net/FerminBlanco/guadua-angustifolia>

El bambú está compuesto principalmente por tres tejidos fundamentales como se indica en la Figura 3-3, el parénquima, el esclerénquima o fibras, y el tejido vascular conformado por los vasos conductores, cada uno de ellos con funciones anatómicas específicas y relacionadas con sus propiedades físicas, biológicas y mecánicas.

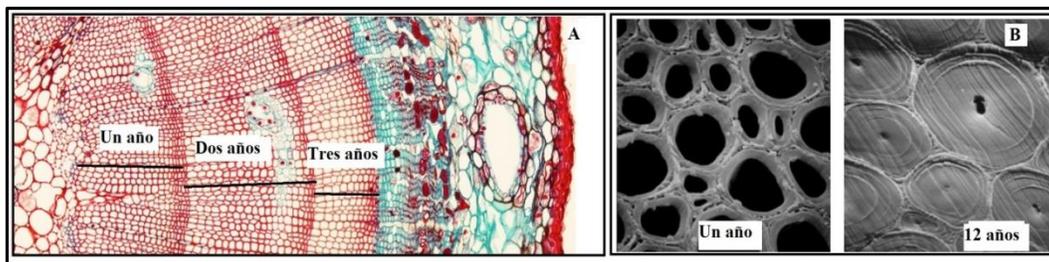
Figura 3-3: Tejidos fundamentales del Bambú. Microfotografía tomada por MEB (A)*. Micrografía de corte transversal de la especie *Guadua angustifolia* tomada en microscopio óptico (B).



*Autor Liese, W., 1998. The Anatomy of Bamboo Culms. INBAR Technical Report N° 18. International Network for Bamboo and Rattan, Beijing.

A diferencia de las coníferas y de las dicotiledóneas leñosas, el culmo del bambú carece de albura, duramen y cambium vascular, células necesarias para el desarrollo secundario, anulando así la producción de anillos de crecimiento radial concéntrico que aumenten el grosor del tallo en formación. El bambú tiene una distribución de paquetes de xilema y floema rodeados por un anillo de fibras y tejido parenquimatoso, lo que se denomina haz vascular. Durante los dos primeros años se aprecia el engrosamiento sobre las paredes celulares de los tejidos fundamentales (Liese, 2004). En la figura 3-4A se observa los anillos de crecimiento obtenidos en tres años a partir de células que se reproducen para permitir el crecimiento radial en la madera, en cuanto el bambú (figura 3-4B) se lignifica hacia el interior de los tejidos ya formados, sin presentar crecimiento radial.

Figura 3-4. Engrosamiento en madera* (A) y en fibras de bambú** (B).

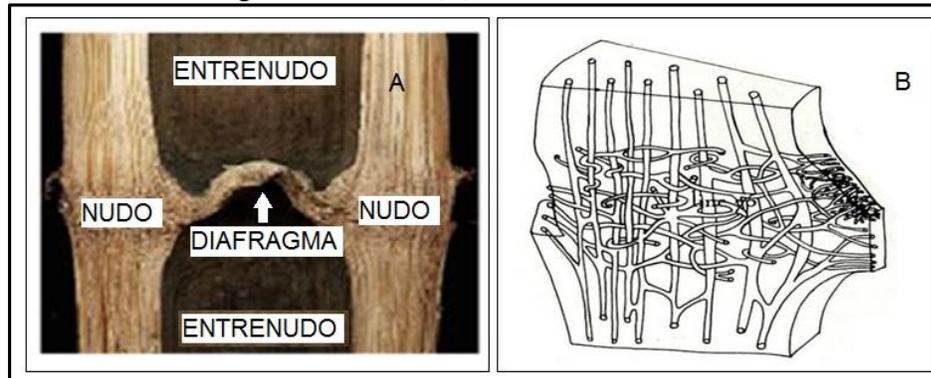


*Fuente: <http://mmegias.webs.uvigo.es/2-organos-v/o-imagenes-grandes/imagenes/tallo-secundario-gim.png>

**Fuente: tomada desde Liese W. (2004)

El culmo de bambú como se exhibe en la figura 3-5A, consiste en una estructura cilíndrica conformada por nudos y entrenudos separados longitudinalmente por un diafragma. Esa pared divisoria en la superficie exterior de la vara se puede observar como una cicatriz, e internamente como un tejido que interconecta transversalmente las células en el nudo. Aunque Liese, W. (2004) menciona que existen especies denominadas “bambúes macho” en las que no se evidencian esas cavidades medulares.

Figura 3-5: Estructura general de un culmo de bambú(A). Diseño de los elementos de los haces vasculares en la región internudo (B).



Adaptación desde Liese W., (1998). The anatomy of bamboo culms. INBAR Technical Report N° 18. Beijing.

En el nudo se presentan dos situaciones diferentes de acuerdo al área observada. Como se muestra en la Figura 3-5B, en la región del nudo que no pertenece al diafragma, un haz vascular básico compuesto por xilema, metaxilema y protofloema rodeado por capas de fibras se desvanece, y en su lugar se evidencia una aglomeración de elementos filiformes que conectan el floema con los haces vasculares axiales y con algunos elementos del haz que logran cruzar el internudo (Liese y Ding. 2003). Las observaciones topoquímicas hechas por Lybeer, *et. al.*, (2006) sobre la región del diafragma, confirman la existencia de dichas bifurcaciones y la aparición de elementos individuales distribuidos de forma aleatoria sobre el parénquima, sin ninguna tendencia en cuanto al tamaño.

3.1.1. Histología del bambú y transporte de sustancias

- Corteza

Básicamente el sostén y protección superficial del culmo de bambú según Liese, W. (1998), se debe a la corteza que cubre el tallo. Esta envoltura constituida principalmente por células de paredes celulares gruesas y prolongadas axialmente impregnadas con suberina alternada con dióxido de silicio, es la que brinda el mayor aporte a la resistencia mecánica del bambú. La capa más externa en la corteza es la epidermis, su conformación en lamelas con paredes celulares que contienen cutina, pectina, cera, polímeros y polisacáridos. Impide la transpiración del culmo y mantiene el equilibrio hídrico en el interior del tallo. Además,

esa capa permite el intercambio gaseoso entre el parénquima y el ambiente por medio de los estomas que se distribuyen con mayor frecuencia sobre la base del culmo.

Luego de la epidermis, se encuentra la hipodermis, una capa de células esclerenquimáticas de pared celular gruesa que no ocupa más del 5% del área transversal del culmo, no presenta haces vasculares y funciona como complemento al sistema termorregulador y al equilibrio hídrico de la epidermis. Para fines prácticos en esta investigación, el bloqueo generado por esas capas laminares es un factor limitante en el tratamiento químico de conservación.

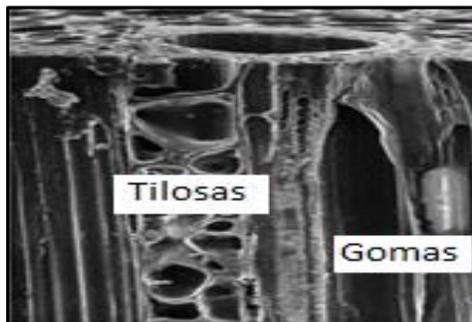
- Tejido parenquimatoso

El tejido vascular y las fibras del bambú se encuentran embebidos sobre una matriz de parénquima. Este tejido fundamental para el sostén de la planta no presenta lignificación durante los tres primeros años, lo que repercute en las débiles propiedades mecánicas del tallo verde. En los culmos maduros con cuatro años de crecimiento las células del parénquima pueden medir entre 20 y 80 μm de largo, y entre 25 y 40 μm de ancho, encontrándose los valores máximos en la región media entre la periferia de la epidermis y la parte más interna del tallo sobre el anillo de la cavidad medular (Liese W., 1998).

El tejido parenquimatoso llega a ocupar aproximadamente el 54% del área transversal del culmo, valor relacionado con la especie, la parte del culmo y su edad (Liese, W. 1998). Las células del parénquima suelen mantenerse activas en cuanto el culmo se mantiene vivo, almacenando almidones que le proveen energía para su crecimiento, y para la producción de nuevos rizomas. Son más pequeñas en los extremos del tallo, transversalmente, en la pared más externa y en la parte interna cerca del anillo sobre la cavidad medular, y axialmente cerca de los nudos, ya que en el área media del entrenudo sus células incrementan el tamaño como consecuencia del engrosamiento y alargamiento del tallo.

El bambú reacciona ante las incisiones a través de un sistema de cicatrización anti-cortes de su parénquima de defensa. El efecto se manifiesta por un sellamiento de la entrada de sustancias, produciendo segregaciones dentro del tejido que envuelve los haces vasculares conllevando a la formación de tilosas, y produciendo escleridas lignificadas que taponan los tubos cribosos del floema, o secretando gomas y lignificando las células adyacentes como se muestra en la Figura 3-6 modificada desde Liese W. (2004).

Figura 3-6: Tilosas generando bloqueo en los vasos conductores*.



*Liese, W. (2004). La preservación de culmo de bambú con relación a su estructura. Conferencia presentada en el Simposio Internacional sobre Guadua. Pereira. Colombia

- Tejido esclerenquimatoso

Las fibras que se localizan dentro de la matriz parenquimatosa constituyen el tejido esclerenquimatoso del culmo, y son relevantes para explicar el comportamiento mecánico del bambú, tal como lo confirman Osorio *et.al.* (2007a) quienes relacionan la distribución de las fibras con la resistencia a la tracción y a la compresión del bambú *Guadua angustifolia*.

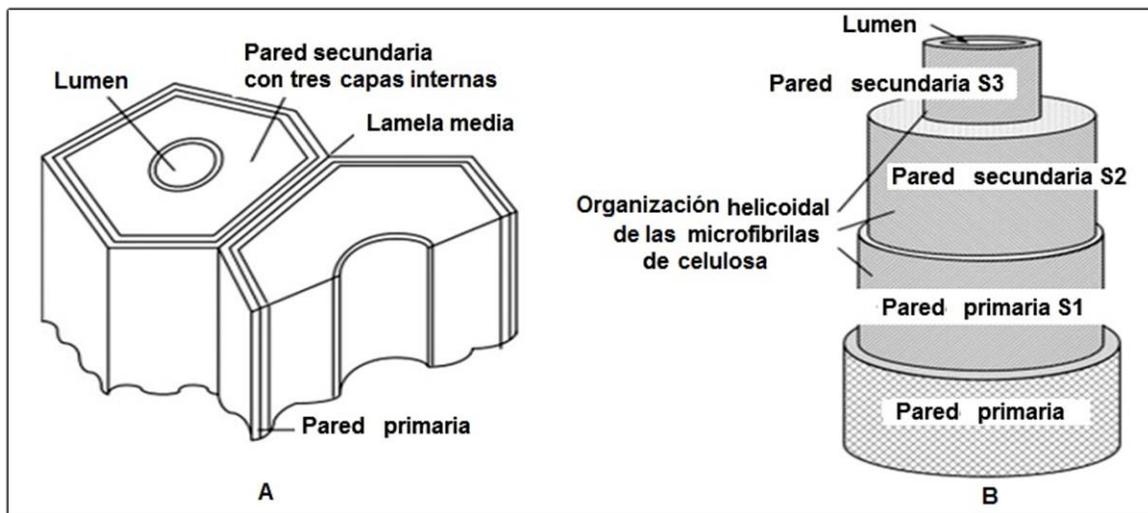
En los entrenudos, las fibras se encuentran como sostén y protección de los haces vasculares, aunque se conocen algunas especies que las contienen como paquetes aislados distribuidos sobre el parénquima. Osorio. *et.al.* (2009) mencionan que cerca del nudo las fibras son cortas y que aumentan su tamaño hacia la mitad del entrenudo. Estructuralmente

son alargadas y con forma de aguja en los extremos, y su abundancia aumenta diametralmente de la parte interna a la externa, extremo donde el tamaño de los vasos disminuye al igual que el contenido de parénquima dando espacio para aumentar su densidad. Ese mismo comportamiento se presenta en el sentido de la cepa a la copa del culmo. De acuerdo con (Osorio *et.al.* 2007b), esas distribuciones de la fibra son relevantes en el comportamiento anisotrópico del bambú, puesto que la respuesta ante esfuerzos depende del sentido en que se realice la sollicitación sobre el haz de fibras, siendo diferente en sentido axial, perpendicular radial, perpendicular tangencial así como en las diferentes áreas de corte, cepa, basa y sobrebasa.

Liese W. (1998) así como Londoño, X., *et.al.* (2002) y Liu K., *et.al.* (2012) mencionan que las fibras contribuyen con aproximadamente el 50% del tejido del culmo y con cerca del 70% de su masa. La proporción máxima entre diámetro y longitud se establece en 1:500, manteniendo un lumen central menor a 4 μm .

Como se muestra en la Figura 3-7, la fibra consiste en un arreglo de capas concéntricas con microfibrillas lignificadas organizadas en diferentes orientaciones angulares, sin separación evidente de los componentes como sucede en la madera. Las direcciones angulares de las microfibrillas que rodean la pared secundaria y su engrosamiento por lignificación, están fuertemente relacionadas con la rigidez y la flexión del culmo, dependiendo desde luego de la edad y la especie de bambú. Los contenidos de hemicelulosa permanecen constantes en las diferentes capas de la pared celular en cuanto la celulosa aumenta regularmente desde la primera capa a la segunda, en el sentido contrario que se evidencia el contenido de lignina.

Figura 3-7: Estructura de la pared de la fibra natural del Bambú (A). Detalles sobre la estructura de la fibra de bambú (B)*.



*Adaptado de: Liu K., Takagi H., Osugi R. y Yang Z. (2012)

- Tejido vascular

Las gramíneas como el bambú presentan dentro de la matriz parenquimatosa una distribución de haces vasculares, los cuales son conformados por conductos de elementos del xilema primario, floema primario y fibras, que se encargan del transporte de sustancias dentro del tallo, como se presenta en la figura 3-8A. Las estructuras presentan variación de tamaño a lo largo y ancho del tallo de acuerdo con la especie, la parte del culmo y la edad de la planta (Liese, W.2004).

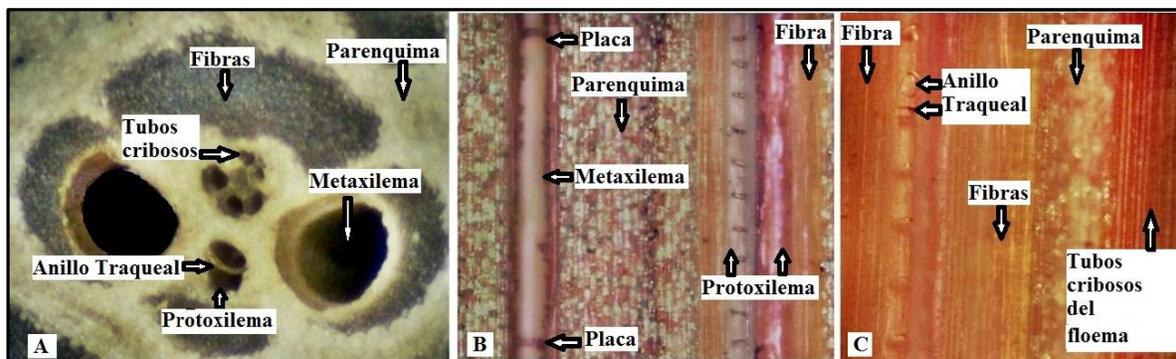
El metaxilema está caracterizado por dos estructuras tubulares con diámetros que varían entre 40 y 120 μm , distribuidos de mayor a menor tamaño desde la capa más interna hacia la epidermis de la corteza. Está conformado por tubos continuos de células muertas lignificadas, conectados axialmente por placas planas o ligeramente oblicuas, con perforaciones que permiten el transporte de agua y sales minerales desde la raíz por transporte pasivo, al generarse un gradiente de presión interno, el líquido es impulsado por las fuerzas de adhesión y cohesión que se presenta entre sus paredes y las moléculas de agua. Se encuentra rodeado de parénquima lignificado y conectados por aberturas o *pits* que les permiten la difusión entre sus células. De acuerdo con Liese W. (1994), sus lúmenes o aberturas representan menos del 8% de la sección transversal del culmo, a diferencia con

otras plantas madereras que alcanzan valores entre 30 y 70% lo que les permite una distribución radial de sustancias.

El protoxilema ubicado en medio de los vasos del metaxilema, exhibe una estructura asociada a su formación durante el estiramiento del culmo, este conducto está compuesto de anillos traqueales lignificados como aparece en la figura 3-8B y 3-8C, conectados a las membranas de las fibras o del tejido parenquimatoso que les rodea dentro de la laguna protoxilemática, es probable que durante el alargamiento del culmo muchos anillos sean destruidos sin presentar mayores repercusiones sobre su función.

El floema es otra estructura tubular de los haces vasculares, es un conducto provisto de paredes finas, deslignificadas, y rodeado de algunas células parenquimatosas acompañantes que le colaboran en el proceso de transporte de sustancias y les proveen resistencia y sostén a los conductos. Su estructura interna presenta una conexión entre placas porosas reconocidas como elementos cribosos que se conectan a lo largo del tubo por medio de poros. El paso de sustancias longitudinalmente a través de estas placas se logra cuando se genera un gradiente de presión adecuado para el movimiento de las biomoléculas por transporte pasivo o activo (Qisheng, *et.al.* 2002).

Figura 3-8: Microfotografías tejido conductor. Corte longitudinal (A). Corte transversal (B, C).



Fuente: Propia, Universidade Federal da Paraíba. Brasil.

El intercambio de fluidos entre el floema y las células vecinas se realiza a través de los “*pits*” u orificios que intercomunican tangencialmente las paredes celulares. El gradiente de presiones dentro del lumen es la principal razón para transportar el contenido hacia la célula adyacente por medio de las membranas. Los *pits* son distribuidos por la pared del tubo en forma aleatoria, y pueden presentar membranas o taponamientos que disminuyen el paso de sustancias.

Los vasos y tubos cribosos que conforman el floema pueden tornarse impermeables tras la acumulación de sustancias cerosas, o por la obstrucción causada por las tilides, cuyas protuberancias impiden el paso de los fluidos dentro de esos conductos generalmente en edades maduras, lo cual se asume como una limitante en el proceso de impregnación con monómeros propios de este trabajo.

3.1.2. Procesos de preservación del culmo de Bambú

La utilización de culmos de bambú está sujeta a ciertas condiciones de corte que se relacionan con el contenido de humedad, concentración de almidón, madurez y fase de nutrición en la que se encuentra la planta. En general, se aconseja cortar el bambú en épocas de escasas lluvias, en fase de luna menguante y cuando el culmo este maduro. La distancia entre el rizoma y el primer corte es en promedio de un metro y se deben evitar golpes fuertes que resquebrajen el culmo. De acuerdo con la especie y con la utilidad que se le dará a la vara, se realizan otros cortes sobre distancias o números específicos de nudos para marcar las secciones correspondientes a la cepa, basa, sobrebasa y copa del culmo según se solicite para su aplicación.

De acuerdo con Liese (2004), Montoya Arango (2008) y González Y. et al. (2009), la durabilidad natural del bambú es baja y depende de la especie, las condiciones de cultivo y la aplicación a la que será sometida el culmo. Según Chiozzini (2007), bajo cubierta, los culmos sin tratamiento preservante pueden soportar entre 4 y 7 años, o entre 10 y 15 años en condiciones muy favorables de almacenamiento. Las áreas más bajas del culmo y las más externas son las más duraderas, ya que presentan menor ataque de insectos y degradación de sus tejidos.

El bambú es un material vulnerable a la degradación por factores bióticos y abióticos. De acuerdo con Liese W. (1998), la cantidad de almidón depositado en el parénquima es una de las principales fuentes de atracción de insectos xilófagos como el *Dinoderus minutus* y de algunos hongos que descomponen el tejido del bambú. En la figura 3-9 A se puede apreciar la afectación que sufre un nudo del culmo de la *Guadua a.* que se mantuvo almacenado sin tratamiento de preservación y el daño causado por el ataque de insectos que conllevó a la fractura del elemento de *Bambusa vulgaris* (fig. 3-9B).

Figura 3-9: Fotografías del ataque causado por insectos sobre un nudo de *Guadua angustifolia*(A). Deterioro causado por ataque de insectos (B).



Fuente: Propia, Universidade Federal da Paraíba. Brasil.

La vulnerabilidad frente a las condiciones atmosféricas, la presencia de grietas o fisuras en los culmos, los daños por mal secado y la susceptibilidad a la ignición son algunos factores abióticos que afectan la durabilidad y el desempeño del bambú. Comúnmente, se aplican tratamientos preservantes con el fin de disminuir esos procesos biodegradables y aumentar la vida útil del culmo, siendo el más recomendado la impregnación con sustancias que modifican el contenido de polisacáridos y/o la estructura celular, así como la infiltración de agentes bloqueadores de organismos invasores.

No obstante durante el proceso de infiltración, el recubrimiento de células esclerenquimáticas localizadas sobre la corteza y en la cavidad medular del entrenudo, actúa como barrera impermeable hacia la matriz del parénquima evitando el ingreso de material preservante, dejando sólo los haces vasculares expuestos sobre los cortes transversales del culmo como única vía de acceso al interior del tejido, ya que el ingreso de material preservante a través de las cicatrices dejadas por el corte de las ramas del nudo es poco significativa (González Y., *et.al.*, 2009). Así que para mejorar la absorción de sustancias se aconseja lijar la epidermis que será expuesta al material conservante y perforar los diafragmas con varillas de media pulgada para facilitar el flujo de preservante.

De acuerdo con Liese W., (1998), los tratamientos químicos de infiltración deberían realizarse a presión, puesto que la compleja anatomía del tejido permite un recorrido axial de las sustancias en el entrenudo, sin embargo, en el nudo, los conductos vasculares enfrentan una desviación que dificulta la transferencia de material la cual aún no ha sido suficientemente explicada pero sí evidenciada por diferentes autores. En el sentido radial, el transporte de material preservante hacia el parénquima o a las fibras es aún más complejo, dada la escasa difusión del conservante a través de las pequeñas perforaciones, o “*pits*” presentes en los haces vasculares.

Antes de realizar algún tratamiento sobre los culmos de bambú es necesario elaborar un análisis de las características básicas que deberá exhibir el culmo, ya que cada tratamiento presenta algunas ventajas y desventajas que repercuten en el efecto final (Gnanaharan, 2000).

En su estudio sobre los métodos de conservación del bambú, Montoya Arango (2008) presenta una amplia variedad de técnicas de preservación que dependen de la viabilidad de los recursos y de la aplicabilidad de los culmos. Entre los tratamientos de preservación mencionados se encuentran: el avinagrado, la inmersión en agua y en derivados de boro, el ahumado o flameado, la difusión vertical y el desplazamiento de savia con y sin presión. Como enfatiza Liese W. (1998), las técnicas de preservación deberían propender por ser amigables al medio ambiente y en no generar impacto sobre la salud de quien los aplica. Sin embargo, si se desean implementar algunos métodos en los que intervienen sustancias nocivas, es aconsejable usar un ciclo de recolección, reutilización y/o descarte en cumplimiento con las normas ambientales vigentes.

- ***Tratamientos físicos***

Entre los métodos que no precisan de sustancias químicas conservantes se encuentra **el avinagrado**, proceso natural por el cual se permiten la fermentación de azúcares y almidones para producir alcoholes, mientras la vara permanece recostada sobre el bambusal durante 8 o 15 días después de su corte.

El curado por inmersión en agua para desplazar las sustancias solubles, se realiza depositando los culmos dentro de un estanque por un tiempo no mayor a cuatro semanas, para luego dejarlas escurrir hasta que se sequen. Este método es generalmente usado como pretratamiento para el método Boucherie modificado dado que aumenta la permeabilidad de los tejidos internos. Sin embargo, de acuerdo con Hidalgo O. (2003) como consecuencia, el bambú puede presentar manchas y fisuras en los nudos durante la fase de secado debidas a la retracción.

Para enderezar los culmos y modificar la composición interna de los tejidos y del almidón se utiliza **el flameado**, que consiste en pasar las varas sobre brasas, humo o fuego directo, a una distancia y durante un tiempo prudente para evitar quemarlas. Cabe anotar que este método no es tan efectivo como los anteriores y que el bambú con baja humedad puede presentar fisuras durante el proceso.

- ***Tratamientos químicos***

La inmersión de los culmos en soluciones de boro, requiere de agujerear los diafragmas con varilla, y la corteza por medio de brocas antes de sumergirlos en un tanque que contenga las soluciones de boro, generalmente ácido bórico y bórax en relación 1:1, en concentración entre 2 – 4% durante 8 a 15 días. El uso de sales de cromo y otros metales pesados en el tratamiento de los culmos ha sido prohibido, sin embargo, existe una variación al proceso usando una solución de hidróxido de calcio al 3% con el fin de generar carbonatación dentro de los tejidos, o de sulfato de cobre pentahidratado al 4% para preservarlos. El método también permite el uso de sustancias oleosolubles como la creosota, derivado del alquitrán.

El tratamiento de culmos en posición vertical es favorecido por la gravedad. Durante el proceso, las sustancias preservantes atraviesan los tejidos **por lixiviación** y se distribuyen en el recorrido. En este método el primer canuto no se perfora, mientras los otros se traspasan por el diafragma con una varilla de media pulgada. En posición vertical, se abastece el canuto no perforado con una solución de ácido bórax en relación 1:1, en concentración entre 4 – 6% durante 14 días. Este proceso requiere de culmos sin desgarres ni fisuras para evitar derrames del químico y en ocasiones se refuerza este tratamiento inyectando sales de boro entre algunas perforaciones provocadas con brocas sobre el nudo, con el fin de corregir áreas específicas afectadas por insectos u hongos. De acuerdo con González Y., et al. (2009), la penetración del boro en los culmos es comprobada tiñendo el tejido con una solución de cúrcuma en alcohol.

Para Liese W. (1998), el método más eficiente para la conservación del culmo contra ataque de insectos es el **desplazamiento de savia o Boucherie modificado**. Este procedimiento requiere de soluciones de pentaborato de sodio y ácido bórico en relaciones semejantes a las usadas para el tratamiento por inmersión. Los culmos se conectan ajustadamente a derivaciones de los tanques que cargan el preservante, como se puede observar en la figura 3-10A, y donde las soluciones son presurizadas por medio de compresores usando entre 0,1 y 0,2 MPa, hasta lograr el paso de sustancias como muestra la figura 3-10B. El culmo durante el tratamiento debe sujetarse en posición axial, en el sentido ascendente en que ocurriría el transporte de sustancias naturalmente en el interior de la planta, como remarca Montoya Arango (2008), ya que en esa dirección los vasos favorecen el flujo.

Como aclara Liese W., (1998), es necesario mantener la presión hasta lograr que todos los vasos sean lavados con las sustancias conservantes, aunque como se ha mencionado anteriormente, se enfrentan limitantes asociadas al tamaño de los vasos, su distribución en el parénquima y su aporte al volumen total del culmo que no logran representar ni el 10% del total.

Figura 3-10: Fotografías A) Sistema modificado para el tratamiento por desplazamiento de savia, B) salida de material conservante impregnado a presión.



Fuente: Universidade Federal da Paraíba (João Pessoa, Brasil).

3.1.3. Composición química del bambú

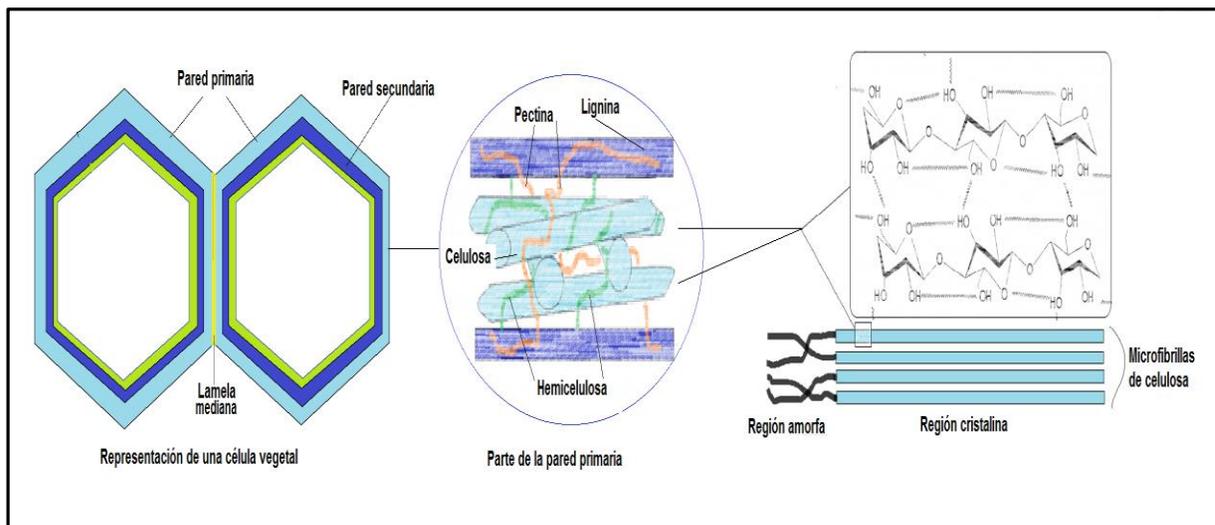
La madera y el bambú están constituidos por compuestos químicos similares que les permiten su clasificación botánica en el grupo de las plantas, sin embargo, la concentración y distribución de estas sustancias dentro de sus estructuras biológicas son los factores fundamentales que definen las propiedades fisiológicas y mecánicas particulares.

La principal sustancia que compone el bambú es la lignocelulosa, llamada así por contener el polímero natural lignina y los polisacáridos que constituyen la holocelulosa, es decir la mezcla de celulosa y hemicelulosa. En los culmos de bambú según Liese W. (1998) y Yao F., *et.al.* (2008), se evidencia un contenido aproximado de 50% de celulosa, 20% de hemicelulosa y de 25% de lignina, así como otros compuestos en menor proporción tales como azúcares, almidones, ceras, taninos, sales inorgánicas, u óxidos como la sílice, que se encuentra distribuida en la epidermis del culmo mejorando la resistencia mecánica. Sin embargo, en contrapartida la degradación de algunas de estas sustancias a través de agentes externos, llega a ser el principal factor de debilitamiento de la matriz del culmo.

Las paredes celulares del tejido de sostén y de almacenamiento de la planta están compuestas principalmente de celulosa. La estructura química de éste homopolisacárido en general constituido por enlaces glucosídicos 1-4 entre las moléculas de β -glucopiranososa (Xiaobo L., 2004) se presenta en la figura 3-11. A nivel atómico la macromolécula logra mediante puentes de hidrogeno unir dos de sus tres grupos hidroxilos (OH^-) intermolecularmente, y el tercero con otra de las macromoléculas adyacentes, formando así una estructura química lineal e impermeable al agua.

Las cadenas de celulosa asociadas y alineadas entre sí conforman celdas ordenadas que originan la fase cristalina del polisacárido, como menciona García-García L. *et. al.* (2013), aproximadamente 60% de esa fase se presenta mezclada con fases amorfas constituidas por algunas cadenas en desfase con los planos de las celdas cristalinas. Li *et.al.* 2010, indicaron que la región cristalina aporta rigidez a las microfibras, mientras que la amorfa además de brindar flexibilidad le genera capacidad de hinchamiento o retracción tras la absorción de agua, resinas y otras sustancias durante una impregnación. Según Osorio S., *et al.* (2007a), los paquetes de macromoléculas de celulosa se agregan unos con otros formando microfibrillas que envuelven las paredes celulares primaria y secundaria, conformando geometrías angulares helicoidales relacionadas con las propiedades mecánicas del tejido que las contienen.

Figura 3-11: Representación de las microfibrillas de celulosa en la pared celular

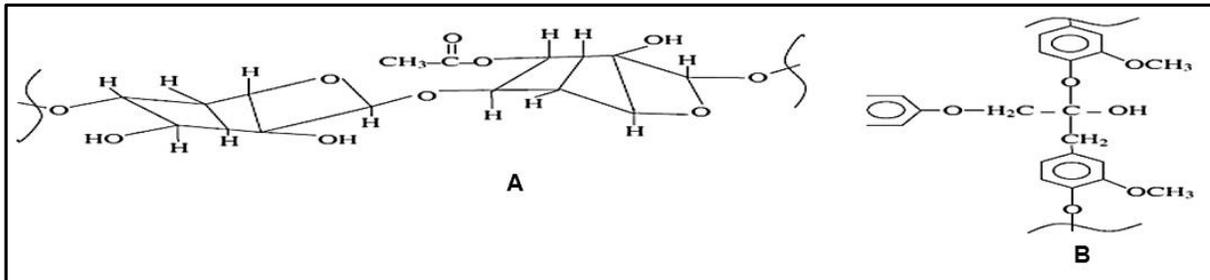


* Adaptación propia desde: <http://www.euita.upv.es/varios/biologia/Temas/Pared%20celular%20ampliada.html>

La hemicelulosa es un polisacárido ramificado semicristalino constituido por pentosas y hexosas como la xilosa, arabinosa, manosa y galactosa unidas por enlaces β (1-4) glucosídico, tal como se muestra en la figura 3-12A. En la pared celular primaria según Vena P.F. *et. al.* (2009) se encuentra entre el 25 y 35% de hemicelulosa rodeando y recubriendo las microfibrillas de celulosa que la constituyen. Además, según Kabir *et.al.* (2012), esa

holocelulosa presenta uniones adicionales con moléculas de pectina para proporcionar porosidad a la membrana celular, lo que le confiere resistencia y rigidez a los tejidos.

Figura 3-12: Estructuras químicas de hemicelulosa (A). Lignina (B).



* Adaptada desde Primo Y., E., (1996).

En la figura 3-12B se presenta un esquema de la macromolécula de lignina constituida por monómeros de ácidos y alcoholes fenilpropilicos que se unen por enlaces covalentes o por puentes de hidrógeno para formar el biopolímero amorfo. De acuerdo con Donaldson, L.A. (2001), la pared celular vegetal contiene paredes secundarias con alto grado de lignificación, donde el biopolímero producido a través de catálisis enzimática a partir de monolignoles, es distribuido concéntricamente para aumentar la resistencia al tejido que lo contiene.

El proceso de lignificación del bambú logra un avance significativo entre los 4 y 6 años de crecimiento, tiempo en el cual las paredes celulares de los diferentes tejidos maduran, y las estructuras internas de los culmos se tornan mecánicamente resistentes para su utilización en la construcción, la abundancia de lignina en la periferia del culmo, por ejemplo, tiene una marcada relación con su resistencia a la tracción.

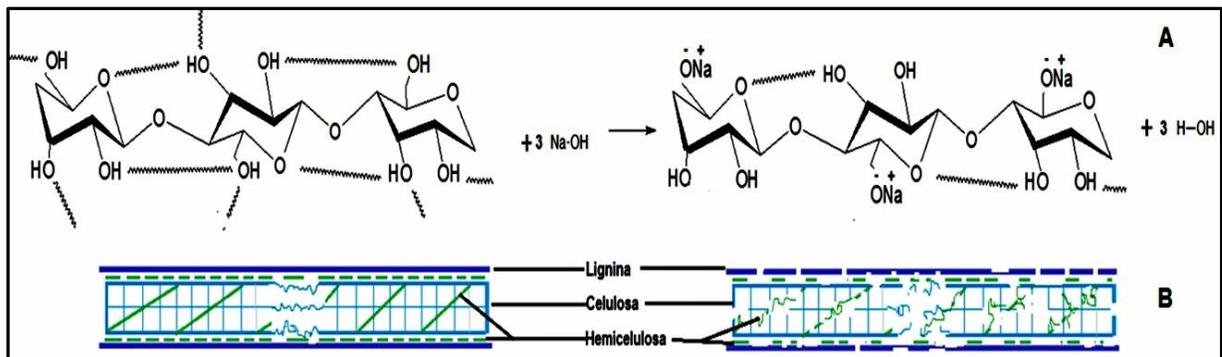
La mayor lignificación ocurre en las células que componen el metaxilema y las fibras, aunque algunas células parenquimatosas, especialmente las alargadas o las de acompañamiento, también experimentan ese proceso que les confiere aumento de la hidrofobia.

- *Reactividad y fijación del material lignocelulósico*

Las sustancias estructurales del bambú tales como celulosa, hemicelulosa, lignina, pectina y las sustancias cerosas, de acuerdo con Kabir. *et.al.* (2012), contienen grupos funcionales que permiten reacciones específicas o sustituciones en las cadenas lignocelulósicas que logran mudar las propiedades fisicoquímicas y mecánicas del tejido de acuerdo con los requerimientos que se solicitan de ese material. Por ejemplo, los grupos hidroxilos de los componentes amorfos son los principales responsables de la hidratación de las fibras y de su variación dimensional dado el alto carácter hidrofílico, pero en contraparte esos grupos pueden ser bloqueados o modificados por reacciones de esterificación o de silanización, adicionando grupos que favorezcan un comportamiento hidrofóbico.

Según Saurina *et.al.*(1998), y Flores M. (2011), las soluciones de hidróxido de sodio logran destruir las uniones químicas de la celulosa y modificar sus grupos hidroxilo (OH) convirtiéndolos en grupos alcoxi (O^-Na^+) como se representa en la figura 3-13A, transformando la superficie y gran parte de la celulosa cristalina en amorfa, degradando la hemicelulosa y modificando la lignina como se muestra en la figura 3-13B El tratamiento aumenta el área superficial de penetración de sustancias químicas y su resistencia a la absorción de agua. La lignina es fragmentada en segmentos fenólicos, lo cual conlleva a la reducción del diámetro de las fibras. Las ceras durante el proceso son lixiviadas. Los tratamientos dependen de la concentración, presión y la temperatura principalmente.

Figura 3-13: Reacción de alcalinización de la celulosa (A). Representación de la modificación del hidróxido de sodio sobre las sustancias lignocelulósicas (B).



El exceso de hidróxido de sodio puede deslignificar y ocasionar un debilitamiento extremo del tejido (Guimarães *et.al.* 2013), razón por la cual se usa una concentración máxima de 10% de la base, en condiciones ambiente y tiempos no mayores a 72 horas durante el tratamiento de las fibras de bambú. Sin embargo, ese proceso deja expuesta la superficie al ataque de enzimas y bacterias que terminan degradando los componentes de las fibras. Aun así, este tratamiento ha demostrado mejorar la adhesión de las fibras con la matriz polimérica y su resistencia a la tracción.

La acetilación con ácido acético o anhídrido acético, según Kabir *et al.* (2012) es otra de las reacciones donde el grupo hidroxilo hidrofílico de los polisacáridos es modificado, esta vez por un grupo acetilo ($\text{CH}_3\text{-CO}$), disminuyendo la humectación y mejorando la estabilidad dimensional de las fibras. Este tratamiento produce una superficie rugosa y reducción de espacios internos de los componentes lignocelulósicos de la fibra, lo que mejora la adhesión con matrices poliméricas.

Los peróxidos como el de benzóilo o dicumilo actúan por descomposición de radicales libres sobre los grupos hidroxilos de los componentes lignocelulósicos, causando la remoción de la hemicelulosa y la lignina, mejorando así la adhesión con otros grupos hidrofóbicos y aumentando la estabilidad térmica del tejido.

Los grupos hidroxilos (OH) de los polisacáridos al igual que los alcoholes reaccionan con los aldehídos para formar acetales. En el trabajo de Kabir *et al.* (2012) se menciona haber mejorado la estabilidad dimensional del tejido, cuando se complementa el proceso con formaldehído o con alguna resina derivada como la urea-formaldehído.

El tratamiento con hongos y bacterias están fuera de esta investigación, pero es importante mencionar que ese proceso, es uno de los más amigables con el medio ambiente, y es usado para remover los componentes no celulósicos como ceras o almidones por medio de enzimas específicas como peroxidasas o alfa-amilasas, las cuales además logran solubilizar la hemicelulosa o degradar la lignina para reducir la tendencia hidrofílica de sus componentes (Kabir *et al.* 2012).

Como una funcionalidad de los métodos anteriores que modifican los componentes lignocelulósicos del tejido del bambú, se encuentran los métodos de fijación de los componentes celulares desarrollados para mantener las células en estados estables e inmóviles, tras la alteración de la configuración tridimensional de las biomoléculas, y con el fin de facilitar el corte del tejido en el micrótopo, y la difusión intracelular de sustancias de tinción dentro de los organelos para su observación en el microscopio. Las sustancias inorgánicas presentes en los tejidos son generalmente disueltas o en ocasiones precipitadas por un agente fijador. Según Krishnamurthy (1999), entre los fijadores más comunes se encuentran los aldehídos como el formaldehído y el glutaraldehído, este último con menor viscosidad y con doble grupo funcional lo que le brinda ventajas sobre el primero.

De acuerdo con Lux A (s.a.), los aldehídos como el formaldehído y el glutaraldehído, el etanol, el ácido acético, la acroleína y el tetróxido de osmio son utilizados como sustancias fijadoras por sus efectos deshidratantes, conservantes o polimerizantes (entrecruzamiento con proteínas), como un tratamiento previo a las inclusiones con resinas poliméricas.

El formaldehído frecuentemente se mezcla con ácido acético y alcohol para producir la solución fijadora FAA. El ácido acético no fija carbohidratos, pero logra hinchar los componentes proteicos, mientras que el alcohol aumenta la penetración de material y genera retracción de los organelos. En general esta solución fijadora es útil para la inmovilización de polisacáridos y proteínas.

En la fijación de tejidos realizada por Sandoval Z., (2005) concluyó que la mezcla de formaldehído, ácido acético y alcohol (FAA) usado sobre los tejidos de tallos, raíces y demás partes duras de algunos vegetales, ejercen una contracción de los constituyentes debido al alcohol y al formaldehído, mientras que el ácido acético los dilata. Indicó también que el formaldehído tiende a polimerizar los fenoles libres presentes en los tejidos vegetales endureciéndolos excesivamente. El glutaraldehído por su parte, además de preservar las partes internas de las células genera reacciones irreversibles de entrecruzamiento que mantienen rígida la estructura interna.

- ***Identificación de compuestos lignocelulósicos***

La celulosa cristalina y amorfa, la hemicelulosa y la lignina presentan claras diferencias en su composición que permiten caracterizarlas teniendo en cuenta sus constituyentes, capacidad calórica, grupos funcionales, índice de cristalinidad o enlaces químicos. Por tanto, una estructura particular dentro de cada uno de esos componentes induce respuestas diferenciables de reactividad, capacidad de absorber humedad desde el medio que la rodea, temperaturas de fusión, entalpía y reacciones de oxidación entre otras. La identificación de los componentes lignocelulósicos ha sido abordada por diversos autores, usando diferentes métodos y matrices vegetales, pero con resultados similares entre sí, los cuales presentaremos a continuación ya que sirven de base en la discusión de esta investigación.

Durante la modificación de fibras de maíz por tratamientos químicos, específicamente con hidróxido de sodio, Mahato *et.al.*, (2013), evidenciaron desplazamientos de las bandas térmicas, así como la disminución y dislocación de las bandas de infrarrojo y el aumento de la fracción cristalina de la celulosa. Según Ciolacu D., *et. al.*, (2011), las partes amorfas del material lignocelulósico son ampliamente afectadas por los ataques químicos, y de acuerdo con Liu K., *et. al.*, (2012) el desplazamiento de la banda exotérmica relacionada con la degradación de la hemicelulosa hacia temperaturas mayores, se debería al aumento en la cristalinidad del material luego de los tratamientos químicos, de acuerdo con los análisis calorimétricos realizados por calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Las vibraciones específicas de los enlaces químicos que identifican los grupos funcionales dentro de las moléculas, son captadas por análisis espectroscopicos en infrarrojo. Al respecto, Guimarães (2013) por medio de espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), determinaron que la celulosa, la hemicelulosa y la lignina están compuestos principalmente por grupos alcanos, esterés, cetonas, alcoholes y aromáticos, con dos regiones fundamentales de absorción, la primera entre 700 y 1800 cm^{-1} y la segunda entre 2700 y 3500 cm^{-1} .

En adición, los grupos aromáticos de la lignina se han encontrado entre 1500 y 1600 cm^{-1} , mientras los grupos O-CH₃, C-O-C y C=C se han identificado entre 1030 y 1728 cm^{-1} . En cuanto a la hemicelulosa, si no se presentan procesos de esterificación, muestra una banda característica cercana a 1728 cm^{-1} debida al grupo carbonilo (C=O).

La celulosa presente en las fibras vegetales contiene fases cristalinas y amorfas. La precipitación alcohólica de la pulpa del algodón disuelta en solventes tipo di-metilsulfoxido (DMSO), por ejemplo, permite el análisis de la celulosa amorfa, de acuerdo con los análisis en FTIR realizado por Ciolacu D. *et. al.*, (2011). La pérdida de la cristalinidad se relaciona con una disminución en la banda de 1430 cm^{-1} y un aumento en la banda cercana a 898 cm^{-1} correspondiente al grupo C-O-C del enlace β -1-4-glucosídico está relacionado con el

aumento de fase amorfa. En los tejidos tratados químicamente se observa el corrimiento de la banda en 2900 cm^{-1} correspondiente al estiramiento del grupo C-H, y su disminución en intensidad confirma la presencia de celulosa amorfa. De otro lado Guimarães Junior M. *et. al.*, (2014) en su trabajo con fibras de bambú, notaron una disminución en la banda 1636 cm^{-1} correspondiente al estiramiento del grupo C=O relacionada con la pérdida de agua absorbida. Además, la remoción de polisacáridos de bajo peso molecular se caracteriza por la deformación axial asimétrica del grupo C-O-C en 1252 cm^{-1} , y por la deformación del grupo C-H en 1376 cm^{-1} . La lignina contiene grupos aromáticos tipo guaiacil que logran identificarse en las bandas cercanas a 1512 y 1431 cm^{-1} .

Los tratamientos químicos producen desplazamientos de las bandas relativas a los componentes lignocelulósicos en los espectros infrarrojos. Li M. *et. al.* (2010) explicaron que la modificación química del material vegetal produce el corrimiento en las bandas presentes en 3423 cm^{-1} debidas al estiramiento del grupo -OH, y en 2929 cm^{-1} correspondiente al estiramiento de los grupos CH_2 y CH_3 de la celulosa, hemicelulosa y lignina. Otro desplazamiento notable ocurre en la banda característica de absorción de agua en 1632 cm^{-1} , que a su vez se relaciona con la modificación de las fases de la celulosa, amorfa o cristalina durante la reacción. Los enlaces β -1,4 de las uniones glucosídicas reactivas durante el proceso se analizan en la banda de 1160 cm^{-1} , confirmándose en los hombros presentes en 1030 y 1000 cm^{-1} correspondientes a la celulosa y la hemicelulosa respectivamente. La modificación propia de la lignina es confirmada en las bandas 1263 y 1238 cm^{-1} .

El orden espacio-molecular de la estructura cristalina es identificable por medio de análisis de difracción de rayos x. Liu K., *et.al.*, (2012) describen el uso de esa técnica para analizar la estructura cristalina de la celulosa e incluso los ángulos de las microfibras espiraladas sobre las fibras de bambú. El difractograma en general presenta picos en $22,3^\circ$ [002], y $15,8^\circ$ [$10\bar{1}$], correspondientes a planos longitudinales, y en $17,3^\circ$, $44,8^\circ$ y $53,8^\circ$ [020] relativos a los planos transversales, la parte amorfa de la celulosa es caracterizada sobre

18,5° por una banda amplia sobre el espectrograma. Sin embargo, de acuerdo con Li M., *et. al.*, (2010) esos picos pueden variar de acuerdo a la especie vegetal de la cual deriva el material lignocelulósico y al tratamiento químico realizado.

3.1.4 *Proceso de impregnación con polímeros*

La producción de lignomonómeros a partir de madera mezclada con monómeros con el objetivo de mejorar sus propiedades tecnológicas y su resistencia biológica, ha sido tema de investigación en las últimas tres décadas. Liese (1994) se ha interesado por la modificación del bambú y del mimbre con el objetivo de mejorar su resistencia natural a la degradación biológica, ya que a diferencia de la madera el bambú carece de duramen, lo que hace necesario realizar tratamientos químicos que prolonguen su vida media. Los trabajos publicados usando muestras de bambú se centran en el uso para la elaboración de láminas.

Teniendo en cuenta la metodología y los monómeros usados en esta investigación, se referencia el trabajo de Baysal *et.al.* (2007), quienes usaron probetas de madera de pino de 25x20x150 mm, pretratadas con una solución al 1% de la mezcla de bórax y ácido bórico en relación 1:5. Para impregnarlas dentro de un sistema de vacío de 760 mmHg⁻¹ por 30 minutos, con monómeros vinílicos de metacrilato de metilo (MMA) y estireno (St) en proporción 50:50, iniciador PBO y divinilbenceno como agente reticulante, logrando mejorar las propiedades físicas, biológicas, mecánicas y a la llama. Los resultados publicados por Saiful *et. al.* (2012), fueron similares a los de Baysal, *et. al.*, (2007). Realizando pretratamiento alcalino con soluciones de hidróxido de sodio de hasta 10% de concentración para reducir el número de grupos hidroxilos y las impurezas de las fibras de celulosa de cinco especies de madera tropical, incluida el árbol de caucho. Como resultado lograron aumentar la adhesión entre las fibras y la matriz polimérica, mejores resultados sobre las propiedades mecánicas y morfológicas que las muestras que sólo contienen polímero, y las naturales.

Autores como Anwar *et. al.* (2009), publicaron resultados sobre piezas de bambú de 4x20x400 mm, impregnadas con resina fenol formaldehído, polimerizadas por condensación.

Las probetas con fines de laminación presentaban menos de 10% de humedad y 4 años de crecimiento. La infiltración la lograron con vacío de 750mmHg durante 1 hora, seguido de un relajamiento hasta lograr la presión atmosférica por 1.5 horas. Las muestras envueltas y secas a 60°C por hasta 9 horas. Las probetas presentaron parches de resina sobre el parénquima, y como conclusión aumentaron la resistencia a la compresión.

Otro trabajo con láminas de bambú fue el elaborado por Preechatiwong *et. al.* (2006) con el fin de aumentar su resistencia al ataque de hongos. Usaron la impregnación al vacío a 100 mmHg, por 5 minutos, con subsecuente inmersión en metacrilato de metilo activado con 2% de peróxido de benzóilo por 5 minutos. Las muestras secas a 60 °C por 30 minutos, presentaron aumento en la durabilidad y especialmente en la impregnación en la parte nodal.

La impregnación de pequeñas probetas de bambú ha sido posible parcialmente usando algunos pretratamientos y procesos de polimerización cada vez más sofisticados. En este trabajo, se propuso la modificación del material lignocelulosico en el interior de las probetas de la *Guadua a.*, dirigiendo el proceso de impregnación hacia condiciones de bajo gasto energético.

3.2 Metodología

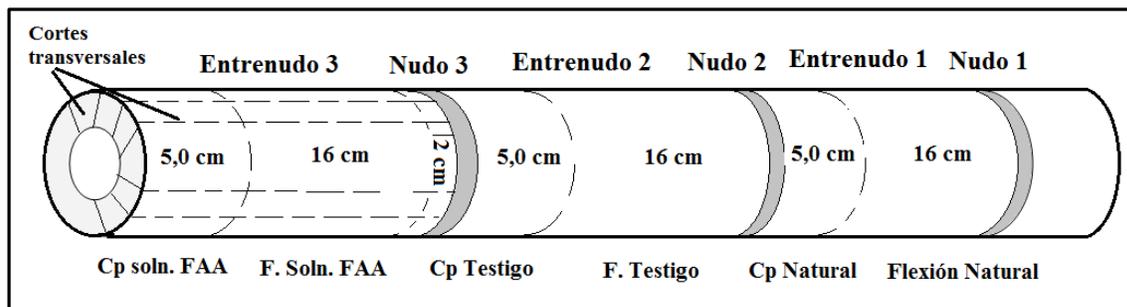
En relación con el objetivo general de esta tesis, en esta sección se describen los procedimientos adoptados para la producción y la caracterización de las probetas de *Guadua a.* infiltradas con sustancias fijadoras de tejido, y las probetas impregnadas con polímeros.

3.2.1. Ubicación y características del culmo de la *Guadua angustifolia*

En el transcurso de la investigación se utilizaron quince (15) culmos de *Guadua Angustifolia* Kunth seleccionados por sus condiciones de madurez, cortados de la parte inferior o los más rectos posibles. Los culmos fueron cortados en un guadual natural, localizado en el municipio de Yacopí al norte del departamento de Cundinamarca en Colombia. De acuerdo con el proveedor, los cortes se realizaron aproximadamente a 1,0 m del inicio del culmo, durante la madrugada en cuarto menguante. Tres (3) culmos de *Guadua angustifolia* Kunth fueron avinagrados por 20 días dentro del guadual. Las varas cortadas entre los 4 y 8,5 m de altura pertenecientes a la región denominada como basa, fueron divididas en tres (7) toletes para ser enviadas para el taller de carpintería de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Colombia donde se almacenaron a condiciones ambientales, y donde se elaboraron las probetas.

Los cortes para la obtención de los entrenudos fueron realizados en zonas cercanas a los nudos. Cada tolete presentaba entre tres y cuatro entrenudos, los cuales fueron cortados del culmo a una distancia de 2,0 cm del nudo más próximo. Los cilindros resultantes fueron rotulados de acuerdo a los ensayos para los cuales se producirían las probetas de pequeños tamaños. Las longitudes promedio de los entrenudos fueron de 28,2 cm, lo que permitió realizar los cortes respectivos para los ensayos de flexión y compresión paralela a la fibra usando el mismo entrenudo como se indica en la figura 3-14. Los cortes sobrantes se destinaron para la elaboración de las probetas para determinación de contenido de humedad, y para la determinación de absorción de agua.

Fig. 3-14. Seccionamiento de los toletes para elaboración de probetas



3.2.2 Elaboración de los cuerpos de prueba– Norma ASTM 143-09

Las probetas de *Guadua a.* fueron elaboradas adaptando la norma ASTM 143-09 “Standard test methods for small clear specimens of timber”, aplicada en muestras de bambú por algunos autores como: Dixon y Gibson (2014), y Osorio *et.al.* (2007b).

Como se presenta en la figura 3-15A, los entrenudos clasificados fueron cortados para elaborar las probetas de los diferentes ensayos. Una vez obtenidos los cilindros, se realizaron cortes transversales de aproximadamente 15 mm sobre la cara interna, con la ayuda de un bisturí y un martillo. Durante el procedimiento se mantuvieron todas las muestras en las mismas condiciones de almacenamiento. Luego del corte y rotulado de las probetas se realizó el lijado, usando un disco con motor giratorio de baja revolución adaptado con lija para madera No 120 (figura 3-15B). Con ese proceso cada probeta fue desprovista de la corteza remanente y de la epidermis del área del diafragma. La forma prismática de la probeta depende del ensayo al que es sometida, así que, para los ensayos de compresión paralela y radial, se mantuvo la proporción 1:1:4 de ancho: grueso: largo y para los ensayos de flexión y absorción de agua se destinaron las probetas de 1:1:15 de ancho: grueso: largo.

En las figuras 3-15 C y 3-15 D, se muestran algunas de las 326 probetas que se elaboraron en total dentro de la investigación.

Figura 3-15: Elaboración de las probetas de *Guadua a.* Corte de entrenudos (A), lijado de las probetas(B), etiquetado (C) y almacenamiento (D).



En la tabla 3-1 se presenta la distribución de las muestras dentro de los diferentes ensayos de la siguiente manera: setenta (70) para los ensayos a compresión paralela a la fibra (Cp), setenta (70) para ensayos a flexión (F), y setenta (70) para porcentaje de absorción de agua. Las probetas fueron mantenidas en refrigeración a 6°C y 58% de humedad relativa dentro de un refrigerador.

Tabla 3-1. Distribución y rotulado de las probetas de *Guadua a.*

Numero de probetas	Parámetro	Probeta
116	Determinar y evaluar el proceso de infiltración de sustancias e impregnación con monómeros	*
40	Natural (N)	N**
40	Testigo térmico (T)	T**
40	Tratado con glutaraldehído al 2,5% (GA)	GA**
40	Tratado con solución de formaldehído- ácido acético y alcohol (FAA)	FAA**
40	Impregnado con copolímero poli-(estireno-co- metacrilato de metilo)	SM**
40	Tratado con glutaraldehído e impregnado con poli-(estireno-co- metacrilato de metilo)	GA-SM**
40	Tratado con glutaraldehído e impregnado con poli-(estireno-co- metacrilato de metilo-acrilato de butilo)	GA-SMB**

* Se usaron diferentes códigos para identificar las probetas durante esos ensayos, los cuales indicaban la parte del culmo de la procedían y el ensayo que se realizaría.

** El número de probetas fue dividido en partes iguales entre los cuatro (4) ensayos a ser evaluados.

3.2.3 Infiltración con soluciones fijadoras de tejido –Adaptación de la Norma ASTM D 1413-99

En este trabajo se utilizaron dos (2) tratamientos químicos con sustancias fijadoras diferentes para conocer la influencia que cada uno de ellos ejerce sobre la variación dimensional y el tamaño de los vasos del metaxilema, así como en la modificación de la cristalinidad de la celulosa, y sobre los principales grupos funcionales que constituyen el material lignocelulósico.

Las soluciones usadas para la infiltración dentro de las probetas fueron: Solución fijadora de tejido vegetal FAA (4% formaldehido, 4% ácido acético, 55% alcohol etílico) y solución de glutaraldehído al 2.5% en fosfato sódico pH 7.5. Las soluciones fueron preparadas con dos días de anterioridad a las infiltraciones y mantenidas en refrigeración para su aplicación.

Durante los ensayos preliminares se utilizaron diferentes técnicas de impregnación, como capilaridad y el paso de sustancias a presión a través de la probeta, sin embargo, el método de infiltración final con el cual se prepararon las probetas para los ensayos mecánicos y de absorción de agua fue adaptado de la norma ASTM D 1413-07 “Test method for wood preservatives by Laboratory Soil-Block Cultures” aplicado por Anwar *et.al.* (2009) en láminas de bambú (*Gigantochloa scortechinii*).

El sistema utilizado para la infiltración consta de un recipiente de vidrio dentro del cual se coloca un portamuestras plástico o de vidrio en el que se depositan las probetas para la infiltración. En la parte externa del recipiente de vidrio se tienen dos (2) salidas por medio de llaves con válvulas de abrir-cerrar, de una de ellas sale una conexión a una bomba de vacío, y de la otra, una conexión a un sistema de entrada de líquido, como se indica en la figura 3-16.

El proceso de infiltración se efectuó ajustando el vacío a 550 mmHg^{-1} . Durante una (1) hora, se permitió la liberación del aire desde el interior de las probetas, y cumplido ese tiempo con ayuda de un vaso de precipitados se adicionó la solución a infiltrar por medio del sistema de entrada de líquido, sin desconectar el sistema de vacío. La solución debe sumergir completamente las muestras, en caso de ser necesario para evitar que algunas floten, se colocan piezas de mayor peso sobre las muestras para que las mantengan sumergidas. El sistema de vacío se mantuvo por una hora (1) adicional y luego se permitió el relajamiento del sistema hasta alcanzar la presión atmosférica, las muestras se mantuvieron en esa condición durante una (1) hora.

Con los datos obtenidos se logró obtener el porcentaje de variación volumétrica (V), de acuerdo con la ecuación 3-1 y la variación en masa (m) de acuerdo con la ecuación 3-2.

$$V (\%) = \left[\frac{(V_f - V_i)}{V_i} \right] \times 100 \quad \text{Ec. 3-1.}$$

$$m (\%) = \left[\frac{(m - m_0)}{m_0} \right] \times 100 \quad \text{Ec. 3-2}$$

Donde V_i es el volumen de la muestra sin tratar y V_f el volumen de la muestra luego del proceso de infiltración. Y siendo m es el peso de la muestra después de la absorción y m_0

el peso inicial de la muestra. Estas medidas fueron realizadas en las muestras en húmedo y luego del proceso de secado.

Figura 3-16: Sistema de infiltración



Las probetas elaboradas para el ensayo a compresión paralela a la fibra fueron pesadas, medidas sus aristas en dos puntos, uno superior y otro inferior, marcados como referencia para las medidas posteriores. Los cortes transversales pulidos con lija No 1200 fueron fotografiados con una cámara acoplada al microscopio de reflexión antes de ser infiltradas y posterior a ese proceso, con el objetivo de analizar el efecto que la infiltración con soluciones fijadoras ejerció sobre el tamaño de los vasos de metaxilema.

Cada grupo de probetas pertenecientes a los demás ensayos mecánicos y de absorción de agua que requieren de infiltración con las soluciones fijadoras, también fueron pesadas y medidas sus aristas, antes y después del proceso de infiltración. Todas las muestras al ser retiradas del sistema de infiltración se pesaron y midieron de nuevo, luego se envolvieron en papel aluminio, como se observa en la figura 3-17, y se llevaron al horno a 50°C, por 72 horas, que de acuerdo con los ensayos previos es el tiempo requerido para obtener un contenido de humedad menor de 12% en las probetas. Los cuerpos de prueba se pesaron y se midieron sus aristas nuevamente al quitárseles el papel de aluminio.

Figura 3-17. Preparación de las probetas para el secado posterior a la infiltración



Durante el proceso se mantuvo un grupo de cuarenta (40) probetas como muestra natural, es decir, para cada ensayo y absorción de agua se mantuvo un grupo de cuerpos de prueba sin proceso térmico y sin infiltración. Otras cuarenta (40) probetas fueron usadas como testigo térmico, diez (10) probetas por cada ensayo mecánico y diez (10) probetas para absorción de agua. Esos grupos de probetas acompañaron todos los procesos de exposición a condiciones ambientales, y los procesos térmicos a los que se sometieron las muestras, pero no se les realizó ninguna infiltración de sustancias.

3.2.4. Impregnación con monómeros y polimerización “in situ”

Con el objetivo de lograr la impregnación con los copolímeros evaluados anteriormente en el capítulo 2, y como se mencionó en la tabla 3-1, se seleccionó un grupo de diez (10) probetas sin infiltración de sustancia fijadora, y dos grupos para cada ensayo mecánico y de absorción de agua, de probetas infiltradas con glutaraldehído (2,5%). Las probetas fueron pesadas y medidas sus aristas en dos puntos, o tres en el caso de las probetas usadas en el ensayo a flexión.

Grupos de diez (10) probetas fueron infiltrados con mezclas de monómeros de estireno y metacrilato de metilo en proporción 1:1, y con la mezcla de monómeros de estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo en proporción 2:2:1 respectivamente. Las mezclas de monómeros que contenían 1,0 % de peróxido de benzoilo y dodecilmercaptano

al 0,5% como agente de transferencia de cadena, fueron llevadas a 50°C durante 1 hora para iniciar la reacción de polimerización antes de ser infiltradas en las probetas.

Siguiendo el protocolo de infiltración de las sustancias fijadoras de tejido, explicado en el ítem 3.2.3, se realizaron las infiltraciones correspondientes a los monómeros catalizados, una vez terminado el proceso, de igual manera se midieron las aristas y se pesaron las muestras, luego se envolvieron en papel aluminio y se llevaron al horno a 50°C, por 24 horas, haciendo medidas hasta lograr una masa constante. Cumplido ese tiempo se pesaron sin el papel aluminio y se midieron sus aristas nuevamente.

Durante el proceso se mantuvieron las probetas catalogadas como natural y los testigos térmicos, las cuales se habían mencionado en el ítem 3.2.3 para cada ensayo mecánico y para absorción de agua.

Se determinó la variación volumétrica y la ganancia de peso en las muestras de acuerdo con las ecuaciones 3-1 y 3-2, usando los datos de las muestras húmedas y secas.

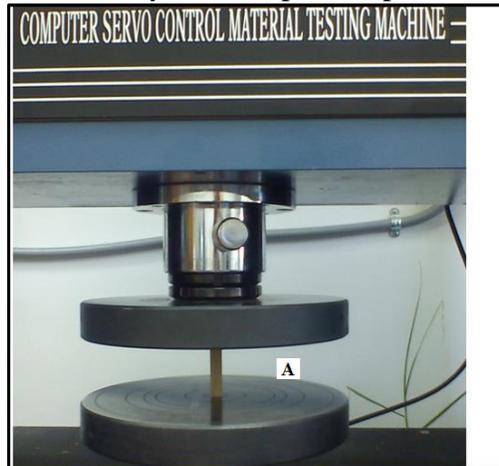
3.2.5. Ensayos mecánicos- Adaptación de la norma ASTM 143-09

El ensayo de compresión se realizó sobre las probetas de proporción 1:1:4 como se observa en la figura 3-18. Cada probeta fue identificada en el sentido del ensayo, así que se tiene compresión paralela (Cp) acompañadas con el símbolo del proceso que caracteriza, como se distribuyó en la tabla 3-1, y un número que identifica la probeta durante el ensayo. Los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos universal a una velocidad de 0,01 mm/s. Las probetas fueron colocadas directamente sobre los platos de carga. Las curvas obtenidas se reportaron como esfuerzo-deformación. En total se determinaron setenta (70) curvas para el ensayo de compresión paralela.

Cada arista de las probetas, ancho (b), el espesor (t) y la longitud (L), fue medida en dos (2) puntos diferentes antes del ensayo. Los cuerpos de prueba fueron pesados antes del ensayo, y al finalizar fueron llevadas al horno a 105°C durante 24 horas, y pesadas

nuevamente hasta registrar una diferencia de lecturas inferior a 0,01 g. Con esos datos se obtuvo el valor de contenido de humedad.

Figura 3-18. Ensayo de compresión paralela a la fibra



El ensayo a flexión fue realizado sobre los cuerpos de prueba de proporción 1:1:15, usando la máquina de ensayo universal como se muestra en la figura 3-19. La velocidad de aplicación de la carga fue de 0,04 mm/s. Se tomaron tres (3) medidas del ancho (b), el espesor (t) y longitud (L) de cada probeta. Las probetas fueron identificadas con la letra F, seguidas de la naturaleza de la muestra de acuerdo con la tabla 3-1, y un número dentro del ensayo. Las curvas obtenidas fueron reportadas como esfuerzo – desplazamiento.

Se realizó la determinación del contenido de humedad en las probetas ensayadas de acuerdo con la ecuación 3-3, donde m es la masa inicial y m_0 es la masa después del secado en estufa.

$$C.H. = \frac{m-m_0}{m_0} \times 100 \quad \text{Ec. 3-3}$$

Figura 3-19: Ensayo de flexión longitudinal



3.2.6. Microscopia óptica – Adaptado de Liese W. (1994)

Las probetas usadas en los ensayos mecánicos y una vez obtenido el contenido de humedad en ellas, fueron cortadas en pequeñas muestras para ser observadas en el microscopio de luz Carl Zeiss Axiotech 30, con el objetivo de identificar la presencia de los copolímeros dentro del tejido vegetal. Para mejorar la observación al microscopio se utilizaron sustancias de tinción de tejido como la safranina. Las muestras se calentaban por 30 minutos a 50°C para corregir la memoria térmica del polímero y hacer más fácil su observación.

3.2.7. Microscopia electrónica de barrido – adaptada de Gebizlioghu O.S., et al., (1990).

Con el objetivo de visualizar la impregnación lograda en el interior de las probetas de polímero fueron observados algunas muestras usando el microscopio electrónico de barrido (MEV) modelo Leo 1430 Zeiss, sub-vacío, corriente de 120 pA, y tensión de aceleración de 10kV. Las muestras fueron obtenidas de dos maneras diferentes, algunas fueron fracturadas

depositándolas en nitrógeno líquido por 10 minutos, y otras fueron cortadas con la ayuda de un minitomo Struers usando 350 rpm y agua destilada como lubricante (Figura 3-20), siendo luego pulidas con lija de tamaño de grano 1200. Las muestras obtenidas por ambas técnicas pasaron por un proceso de recubrimiento con oro debido a su naturaleza no-conductora. Se tomaron microfotografías con aumentos de 150, 500, 700, 1000, 1500 y 3000x.

Figura 3-20. Corte de las probetas usando equipo de corte de precisión



3.2.8. Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)- adaptado de Cerrada M.L. et al. (2001)

Cuatro (4) probetas de cada grupo requerido para el análisis en FTIR, fueron cortadas y pulverizadas usando un molino de cuchillas de acero tipo Willye Star FT 50 (figura 3-21) El material en polvo fue tamizado por abertura 200 para elaborar las pastillas usando una prensa hidráulica. La mezcla para obtener la pastilla está compuesta de aproximadamente 2,0% del material en polvo en bromuro de potasio (KBr).

Figura 3-21. Proceso de molienda de las probetas



El análisis se realizó en el espectrofotómetro de infrarrojo marca Shimadzu, modelo: FTIR-8400S, de serie IRAffinity-1; acoplado con el módulo HATR MIRacle y con prisma de ZnSe. El barrido se efectuó en la región entre 4000 y 600cm^{-1} usando 32 exploraciones y resolución de 4 cm^{-1} .

3.2.9. Difracción de rayos X. (DRX) – Adaptado de Liu K. et. al. (2012)

Las muestras pulverizadas y pasadas por tamiz 200, fueron analizadas en el difractómetro da marca Siemens, modelo D5000.a 30 kV y 15 mA . Se realizaron lecturas a $5^\circ/\text{min}$ entre 10 y 60° .

3.2.10 Porcentaje de absorción de agua

Las fibras naturales se hinchan al absorber agua y producen una variación dimensional en su forma prismática. Para determinar si el proceso térmico, el de infiltración o el de impregnación con polímeros ejercían alguna influencia significativa en la cantidad de agua absorbida por las probetas, se determinó el porcentaje de absorción de agua, de acuerdo con la ecuación 3-4, donde m es la masa de la probeta luego de 1, 8, 24, 48, 320 y 726 horas de tiempo de absorción, y m_0 es la masa de la muestra inicial. La variación volumétrica se estableció de acuerdo con la ecuación 3-1.

$$\text{W.A. (\%)} = \left[\frac{(m-m_0)}{m_0} \right] \times 100 \text{ Ec. 3-4}$$

3.3 Resultados y Discusión

3.3.1 Tamaño y distribución de los vasos conductores y las fibras

La caracterización morfológica se realizó sobre cortes transversales del bambú *Guadua a.* para evidenciar la distribución y el tamaño de los vasos de metaxilema y de las fibras. Los vasos con diámetros entre 40 y 220 μm se evidenciaron organizados en orden creciente desde la corteza hacia el interior en dirección a la cavidad medular contrario al porcentaje de las fibras. La distribución de los tejidos fundamentales a lo largo del culmo varía con la altura, por esta razón en la presente investigación se utilizó la parte del culmo reconocida como basa (entre 4 – 7 m desde el punto del corte sobre el rizoma), región que en la especie *Guadua a.* ha demostrado ser la más recta, con diámetros uniformes y óptimas propiedades como elemento estructural según Prieto A. (2004) y Takeuchi C. P.. *et. al.* (2007).

En el laboratorio de ensaios de materiais e estruturas LABEME de la universidad Federal da Paraíba (Brasil), se fabricó un sistema de impregnación basado en los principios del método Boucherie a presión (Fig. 3-10), con la particularidad de requerir menos de 2 litros de solvente durante la ejecución del tratamiento. En la figura 3-22 se exhibe el flujo obtenido durante un ensayo de lavado con agua para remover sustancias solubles del tejido interno del bambú *bambusa vulgaris*. Se realizaron los ensayos usando esta especie ya que era de fácil acceso en la región, y por compartir características con la especie *Guadua angustifolia*. El líquido amarillento que traspasó el culmo contenía algunas partículas en suspensión, que luego del secado en condiciones ambientales resultaba en un residuo sólido de tonalidad amarilla.

Figura 3-22: Proceso de desplazamiento de sustancias usando agua en un sistema adaptado del método Boucherie.



El uso del sistema adaptado a presión para la infiltración de los solventes en los culmos presentó inconvenientes en la medida del flujo. Por ejemplo, el tiempo y el volumen de líquido medido con respecto a la longitud del culmo y al número de nudos no presentaron tendencias estadísticas que probaran una distribución normal de los resultados, que permitiera delimitar las variables del proceso. En otras palabras, cuando se realizaba el tratamiento a presión, los solventes podían aparecer en pocos segundos, pocos minutos o no aparecer en el transcurso de una (1) hora. Ese comportamiento se presentaba en culmos recién cortados, culmos almacenados en agua o culmos en proceso de secado durante una semana. Es de aclarar que los resultados obtenidos se refieren a ese sistema específico de infiltración y no, sobre otros sistemas de diferentes condiciones hidráulicas o neumáticas.

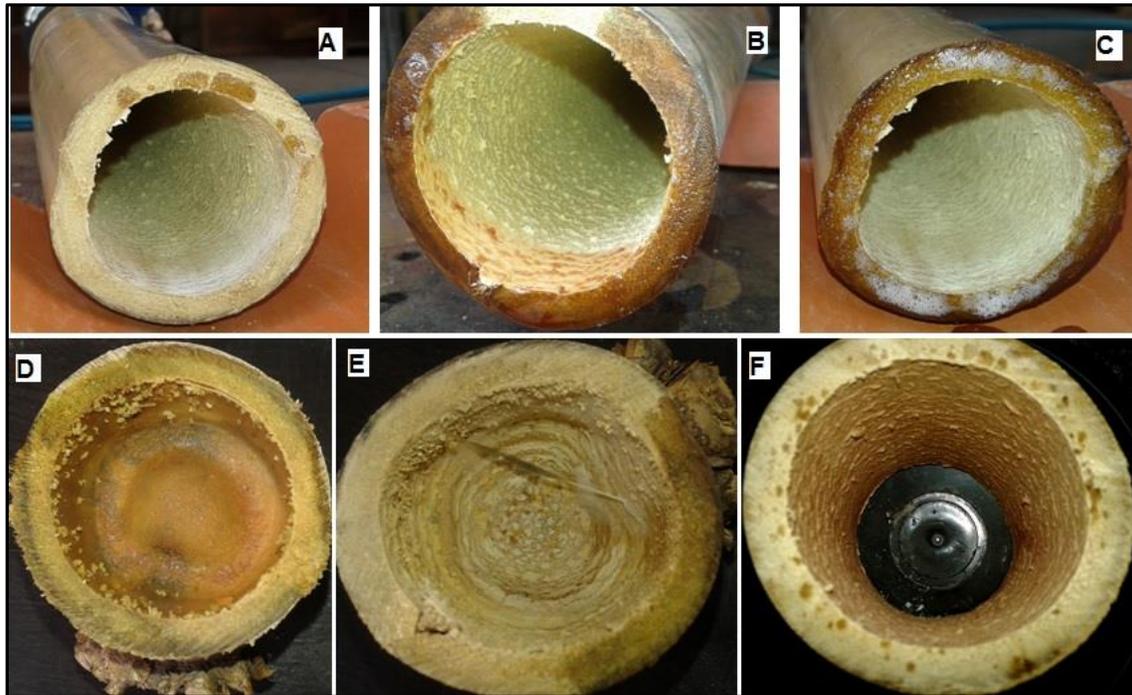
En su disertación doctoral Sobrinho J., (2010) reportó ensayos con culmos de *Bambusa vulgaris* de un único nudo, usando agua, aceite y resinas poliéster como solventes usando un sistema análogo al elaborado en este trabajo. Los culmos impregnados a presión y curados a temperatura ambiente reportaron un aumento significativo sobre la resistencia a compresión, sin embargo, no se menciona la evidencia de sustancias en el interior como parte del trabajo.

En la fase inicial de este trabajo se realizaron infiltraciones con agua en los culmos usando un sistema a partir de compresores de aire y pistones para aumentar la presión de flujo de sustancias.

En la figura 3-23 se muestra el desplazamiento del líquido dentro del culmo al pasar por un nudo, inicialmente en los primeros 10 segundos aparecen las primeras gotas en el extremo final (Fig. 3-23A), en menos de dos (2) minutos la superficie del extremo final está terminando de ser humedecida (Fig. 3-23B), luego de 10 minutos de ser evidenciado el flujo por toda el área superficial del extremo final del culmo, se desactiva la presión (Fig. 3-23C). Sobre un corte antes del nudo (Fig. 3-23D) se nota la presencia de humedad en el total del área observada, pero, al cortar el lado contrario del nudo, se evidencia que el líquido cubre parcialmente la superficie (Fig. 3-23E), luego, en un corte justo antes del extremo del culmo (Fig. 3-23F) se observan algunas manchas alternadas sobre la superficie.

El corte transversal expuesto por el cual se presenta la salida de los preservantes durante la infiltración a presión, se humedece y debido a las fuerzas de tensión superficial y de gravedad, el líquido cubre totalmente el área dando la apariencia de fluir material por todo el tejido vegetal. Por lo anterior, se evidencia que a pesar de observarse la salida de líquido a presión del otro del culmo, no es concluyente indicar que el líquido recorre o impregna el total del tejido vegetal interno del bambú, en otras palabras, los resultados obtenidos indicaron que la observación de un flujo de líquido en el extremo del culmo no indica que los agentes preservantes estén fluyendo por todos los vasos conductores en el interior.

Figura 3-23: Fotografías que indican el desplazamiento del líquido dentro del tejido interno



Los resultados del lavado usando agua como solvente, se presentan en la tabla 3-2, en la cual se evidencia que algunos culmos no permiten el paso del líquido, de acuerdo con las medidas del flujo hidrodinámico durante 60 minutos, posiblemente debido a obstrucciones relacionadas en gran medida con el complejo sistema de capilaridad intersticial dentro del tejido, así como con la presencia de nudos en el culmo. En la tabla 3-2 se logra evidenciar que con cada lavado, los culmos aumentan su peso debido a la absorción de agua, pero tras un secado natural a condiciones ambientales por 1 semana, se aprecia una pérdida de masa con respecto al peso inicial, lo anterior no solo debido al proceso de transpiración del vapor de agua, o por la pérdida de humedad natural, sino también por el desalojo de sustancias durante el tratamiento de infiltración a presión, lo cual se concluye al analizar los datos obtenidos para los culmos que permitieron el flujo y aquellos que no lo permitieron.

Tabla 3-2: Flujo de agua a través de los culmos

Número de nudos	Diámetro interno (cm)	Diámetro externo (cm)	Área de la corona circular (cm ²)	Largo (cm)	Volumen del culmo	Flujo (mL/min)
1	16,18	17,70	15,00	83,30	1249,70	7,20
	17,74	19,05	12,90	78,70	1017,50	3,54
	15,25	16,76	14,90	67,40	1004,50	11,10
Promedio	16,39	17,84	14,27	76,47	1090,57	9,15
DS	1,26	1,15	1,18	8,18	137,97	2,76
2	15,40	17,27	18,50	127,90	2360,60	0,00
	17,02	18,53	14,90	116,40	1730,10	11,30
	15,90	17,35	14,30	119,80	1712,10	3,20
Promedio	16,11	17,72	15,90	121,37	1934,27	4,83
DS	0,83	0,71	2,27	5,91	369,33	5,82
3	17,98	19,82	18,20	114,50	2081,60	9,40
	18,18	20,34	21,30	136,20	2898,20	3,70
	16,46	18,65	21,60	129,50	2796,50	0,00
Promedio	17,54	19,60	20,37	126,73	2592,10	4,37
DS	0,94	0,87	1,88	11,11	445,02	4,74

Tabla 3-3. Variación de masa en los culmos en relación al flujo hídrico

Número de nudos	Flujo (mL/min)	Masa inicial	Masa húmedo	Masa seco	Variación en húmedo (%)	Variación en seco (%)
1	7,20	1350,00	1520,00	1220,00	12,59	-8,55
	3,54	1310,00	1340,00	1225,00	2,29	-6,34
	11,10	1125,00	1210,00	1070,00	7,56	-4,55
Promedio	9,15	1261,67	1360,00	1171,67	7,48	-6,48
DS	2,76	120,03	155,67	88,08	5,15	2,01
2	0,00	1540,00	1590,00	1455,00	3,25	-5,35
	11,30	1780,00	1890,00	1620,00	6,18	-8,47
	3,20	2710,00	2880,00	2490,00	6,27	-7,64
Promedio	4,83	2010,00	2120,00	1855,00	5,23	-7,15
DS	5,82	617,98	675,06	556,08	1,72	1,62
3	9,40	2890,00	2925,00	2730,00	1,21	-5,47
	3,70	2480,00	2520,00	2315,00	1,61	-6,55
	0,00	2740,00	2765,00	2675,00	0,91	-2,35
Promedio	4,37	2703,33	2736,67	2573,33	1,25	-4,79
DS	4,74	207,44	203,98	225,41	0,35	2,18

Los valores de las tablas 3-2 y 3-3 permiten evaluar la eficiencia del sistema de infiltración adaptado del método Boucherie a presión. Se evidencia de acuerdo a los resultados que la infiltración es susceptible a las características internas del bambú, ya que no existe una distribución normalizada de los resultados de flujo a través del tejido, y de la ganancia o la pérdida de masa durante el proceso de lavado. En cuanto al número de nudos, se puede observar que contrarrestan el flujo, pero no es posible lograr una relación matemática que lo defina. Por tanto, a pesar de ser esta técnica de preservación ampliamente utilizada en el bambú, aún se encuentra en estudio el mecanismo de absorción, como lo ha sugerido Chiozzini (2007), al explicar que en algunos culmos no se lleva a cabo la infiltración de sustancias debido a la naturaleza propia y compleja del tejido vegetal.

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos usando el sistema adaptado a Boucherie, se decidió usar como método de infiltración de solventes la norma ASTM D 1413-99, aplicada sobre las probetas elaboradas de acuerdo al ítem 3.2.2 de este capítulo, con el fin de mejorar la reproducibilidad de los resultados y tener un mayor control sobre los parámetros de medida. De otro lado, para el proceso de infiltración fueron seleccionadas las sustancias fijadoras y preservantes de tejidos debido a sus efectos deshidratantes, grupo al que pertenecen el ácido acético y el etanol; o por su papel como agente de reticulación de los componentes lignocelulósicos, grupo al que pertenecen el glutaraldehído y el formaldehído (Roshan P., 2014).

Las probetas con contenidos de humedad menores de 11% fueron infiltradas usando el sistema a vacío, durante los primeros 30 minutos del procedimiento se extrae el aire de la cámara donde se encuentran las probetas, y luego al apagar la bomba la solución preservante entra en contacto con el bambú, dado que el sistema succiona los solventes. En ese momento aún se logra apreciar la salida de burbujas, sin embargo se espera que por medio de la capilaridad y el vacío producido, las probetas absorban los solventes durante los 60 minutos siguientes. Las muestras se retiran y se cubren con papel aluminio para reducir la probabilidad de pérdida por evaporación, forzando además, el contacto entre el tejido vegetal y los reactivos.

La temperatura de secado se mantiene en 50°C con el fin de disminuir las modificaciones químicas del material lignocelulósico, ya que algunas reacciones de polimerización de polisacáridos y deshidratación de las fibras pueden ocurrir sobre los 65°C, afectando considerablemente la respuesta mecánica del bambú (AIS G-112).

Durante los ensayos previos, usando agua como solvente, se determinó que 72 horas a 50°C, son suficientes para lograr que el contenido de humedad en las muestras se aproxime al 10% como se muestra en la tabla 3-4. Es remarcable el hecho que las características complejas, y específicas de cada probeta de bambú son relevantes durante el secado, conllevando a resultados con diferentes tendencias, lo que se evidencia con los valores de desviación estándar.

Tabla 3-4. Variación de parámetros físicos durante el proceso de infiltración con agua.

Parámetros	Variación de masa (%)	Desviación estándar
Húmedad	14,43	2,30
Seca (24 horas)	3,89	2,04
Seca (48 horas)	1,45	1,57
Seca (72 horas)	0,43	0,23
Seca (96 horas)	-0,17	0,46

* Se usaron nueve (9) muestras para cada lectura

Con los resultados obtenidos a partir de las medidas realizadas a las probetas sin y con tratamiento, se elabora un análisis ANOVA o análisis de varianza para identificar la diferencia entre los promedios de los diferentes grupos y contrastar las hipótesis, nula (H_0) y alternativa (H_1), con un nivel de confianza de 95%. La hipótesis nula representará que las medias no son significativamente diferentes y la alternativa lo contrario, que son significativamente diferentes. Adicionalmente se contrastan los resultados usando el test de Tukey, donde la significancia de valor cero (0) indica que los promedios no son significativamente diferentes y el valor de uno (1) que los promedios son significativamente diferentes.

Para evaluar el efecto que ejercen el calentamiento y el almacenamiento sobre las probetas durante el tratamiento, se usaron nueve (9) testigos, los cuales acompañaron el proceso de secado de las muestras tratadas con soluciones preservantes y con agua. En los diagramas de cajas que aparecen en la figura 3-24 se puede observar que algunos datos parecen atípicos, sin embargo no se realiza su eliminación porque se desea evaluar la amplia diversidad de respuestas que presentan las muestras. De acuerdo con la mediana estadística, la masa y el volumen disminuyen durante el secado, lo cual se confirma en la tabla 3-5, donde se muestra que la reducción de la masa y del volumen alcanzan valores menores al 5%, y que la densidad de las probetas es afectada por el proceso.

Los resultados coinciden con las divulgaciones realizadas por Liese (1998), la variación dimensional depende del contenido de humedad, y de la arista medida, siendo las medidas longitudinales las que presentan menor retracción, y las medidas sobre la cara radial fueron menores a la tangencial. La dependencia de la densidad con el volumen de la probeta hace que ese parámetro sea afectado con el contenido de humedad.

Figura 3-24. Variación de la masa y del volumen en las muestras testigos

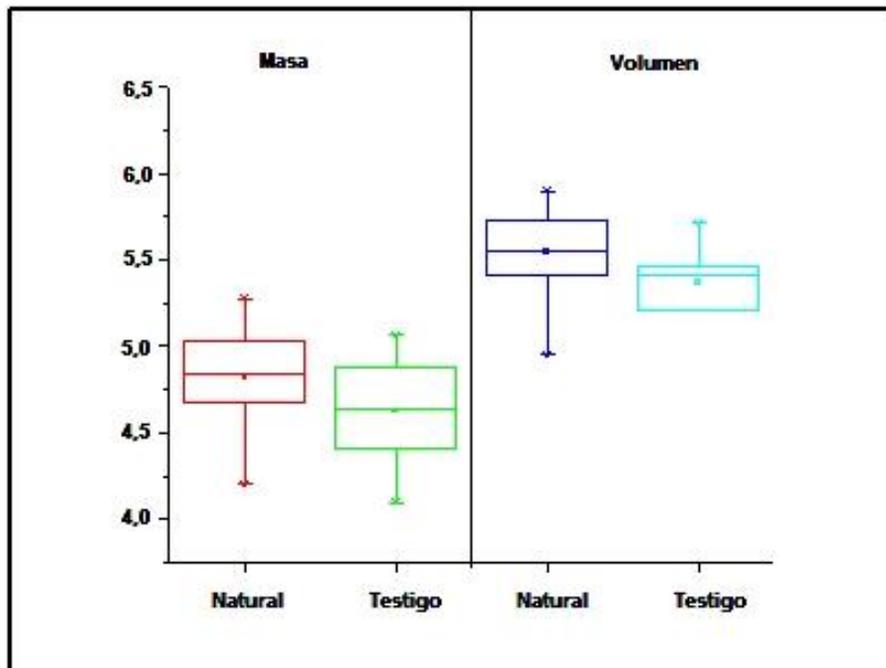


Tabla 3-5. Variación de parámetros físicos durante el proceso de secado

Parámetros	Promedio	Desviación estándar	Error estándar	Variación (%)
Masa	4,822	0,322	0,107	-4,25238
	4,625	0,322	0,107	
Volumen	5,547	0,285	0,101	-3,41577
	5,364	0,324	0,115	
Densidad	0,892	0,045	0,015	-1,03826
	0,883	0,050	0,017	

El análisis de varianza presentado en la tabla 3-6, indica que en el intervalo de confianza de 95%, las medias son similares, es decir, no hay diferencia significativa entre los resultados. Por tanto, el proceso de secado no parece ejercer un efecto relevante sobre las probetas.

Tabla 3-6. ANOVA del tratamiento de secado sobre las probetas testigo de *Guadua a.*

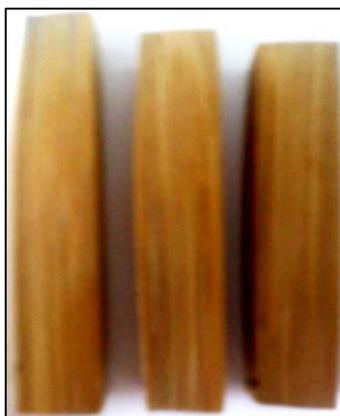
Parámetro	Muestras	Diferencia de promedios	Error estándar de la media	Valor q	Valor P	Sig.
Masa	después vs antes	-0,19667	0,152	1,830	0,214	0,000
Volumen	después vs antes	-0,18322	0,153	1,697	0,250	0,000
Densidad	después vs antes	-0,00917	0,023	0,576	0,689	0,000

3.3.1.1. Infiltración de la solución fijadora FAA (formaldehído, ácido acético y alcohol) en probetas de *Guadua a.*

Las probetas utilizadas para el tratamiento químico son desprovistas de nudo, y de la corteza para disminuir la restricción de flujo de las soluciones químicas en el interior. Al realizarse cada tratamiento se percibe una variación dimensional en la forma prismática de las probetas, como se puede observar en la figura 3-25. Algunas aristas de las zonas de los extremos muestran mayor retracción que el centro de la probeta, lo que se relaciona con

transformaciones propias del material, como la pérdida por lixiviación durante el tratamiento de secado y mayor deshidratación.

Figura 3-25: Variación dimensional pos-tratamiento



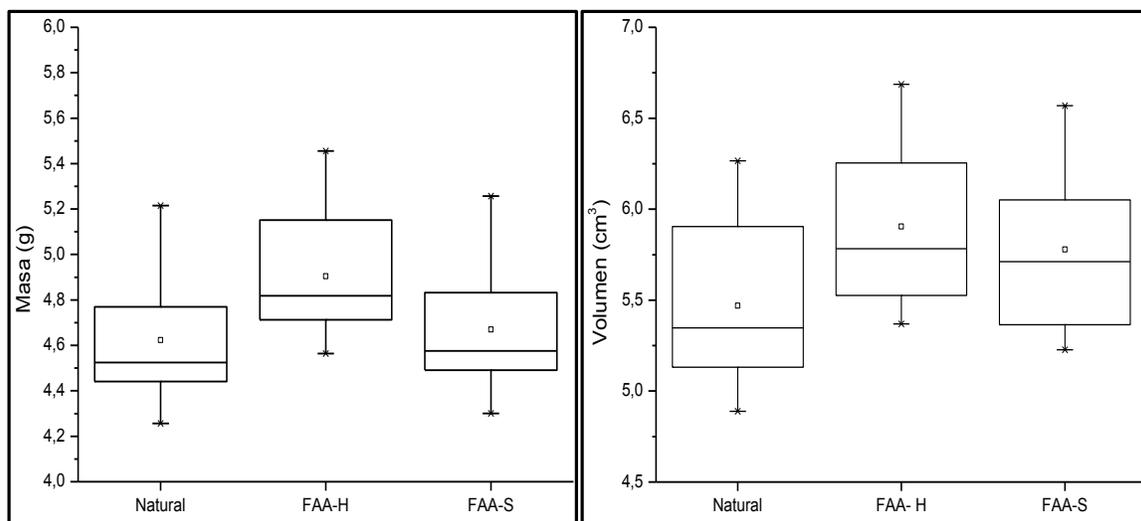
En la tabla 3-7 se observa que la masa de las probetas húmedas aumentan 6.1% en masa y 7.97% en volumen, y luego del secado presentan ganancia de masa y de volumen, sin embargo, se nota que la densidad de las muestras disminuye tanto en húmedo como en seco, resultados que sugieren la retención de sustancias libres o enlazadas a los componentes lignocelulósicos.

Tabla 3-7. Variación de las probetas usando solución fijadora FAA

Parámetro	Tratamiento	Promedio	Desviación estándar	Variación (%)
Masa (g)	Natural	4,623	0,302	---
	FAA-H	4,905	0,299	6,10
	FAA-S	4,670	0,308	1,02
Volumen (cm ³)	Natural	5,469	0,473	---
	FAA-H	5,905	0,450	7,97
	FAA-S	5,779	0,458	5,67
Densidad (g/cm ³)	Natural	0,847	0,029	---
	FAA-H	0,826	0,027	-2,48
	FAA-S	0,808	0,024	-4,60

En la figura 3-26 se muestran los resultados de masa y volumen en diagramas de caja que permiten la visualización de las medias en distintos cuartiles porcentuales. Los valores de masa natural y seca se encuentran en intervalos similares, mientras que los otros grupos presentan medianas en niveles diferentes, en general, los resultados presentan dispersión con respecto al promedio y algunos valores atípicos, sin embargo, se evita hacer eliminación de esos datos, dado que se pretende tener en cuenta la variabilidad de los resultados en una matriz tan compleja como puede ser el tejido vegetal; además, el análisis ANOVA requiere que los grupos sean homogéneos en número de datos para realizar la comparación entre grupos.

Figura 3-26. Tratamiento de muestras con solución fijadora FAA



La comparación entre grupos presentada en la tabla 3-8 teniendo en cuenta la variación de masa y de volumen, indica algunas diferencias significativas entre las medias aritméticas de las muestras natural y húmeda; mientras que los resultados de densidad no muestran diferencia significativa, lo cual revela que la variación de masa y de volumen al infiltrar la solución preservante, mantiene una relación proporcional a la que presenta el material vegetal en estado natural.

Tabla 3-8. ANOVA entre grupos de probetas tratadas con solución fijadora FAA

Parámetro	Muestras	Diferencia de promedios	Error estándar de la media	Valor q	Valor P	Sig
Masa	FAA-H vs Natural	0,28	0,141	2,80	0,06	1
	FAA-S vs Natural	0,04	0,143	0,45	0,75	0
	FAA-S vs FAA-H	-0,23	0,143	2,31	0,12	0
Volumen	FAA-H vs Natural	0,43	0,218	2,83	0,06	1
	FAA-S vs Natural	0,30	0,219	1,99	0,18	0
	FAA-S vs FAA-H	-0,12	0,214	0,83	0,56	0
Densidad	FAA-H vs Natural	-0,01	0,011	1,65	0,26	0
	FAA-S vs Natural	-0,04	0,012	4,39	0,01	1
	FAA-S vs FAA-H	-0,02	0,010	3,57	0,02	1

3.3.1.2. Infiltración de la solución fijadora glutaraldehído en probetas de Guadua a.

La solución de glutaraldehído al 2,5% en fosfato de sodio debe ser almacenada en refrigerador y ser utilizada en menos de quince (15) días. Las probetas que fueron tratadas con este preservante no presentan una variación apreciable de su forma prismática. En la figura 3-27 se visualizan los datos en diagramas de cajas, en estos se nota que la mediana en todos los casos es menor que el promedio de los valores, y además que existen valores atípicos leves que están dentro del intervalo límite, y por lo tanto, no son descartados. Los bigotes o brazos de los diagramas son asimétricos lo que implica una distribución no simétrica de los valores.

En la tabla 3-9 se observa que el porcentaje de masa que gana la probeta con el tratamiento en húmedo es cercano al valor obtenido con el tratamiento usando solución FAA, sin embargo, con glutaraldehído se evidencia mayor retención de masa con respecto al material seco. En cuanto al volumen, el tratamiento con glutaraldehído conlleva a un menor hinchamiento volumétrico de las probetas húmedas que el presentado en el tratamiento con solución FAA, lo que se refleja en los valores de la densidad. Las probetas secas mostraron

una mayor retracción dimensional durante el tratamiento de secado, al compararse con el proceso usando el fijador FAA.

Figura 3-27. Tratamiento de muestras con solución de glutaraldehído al 2,5%

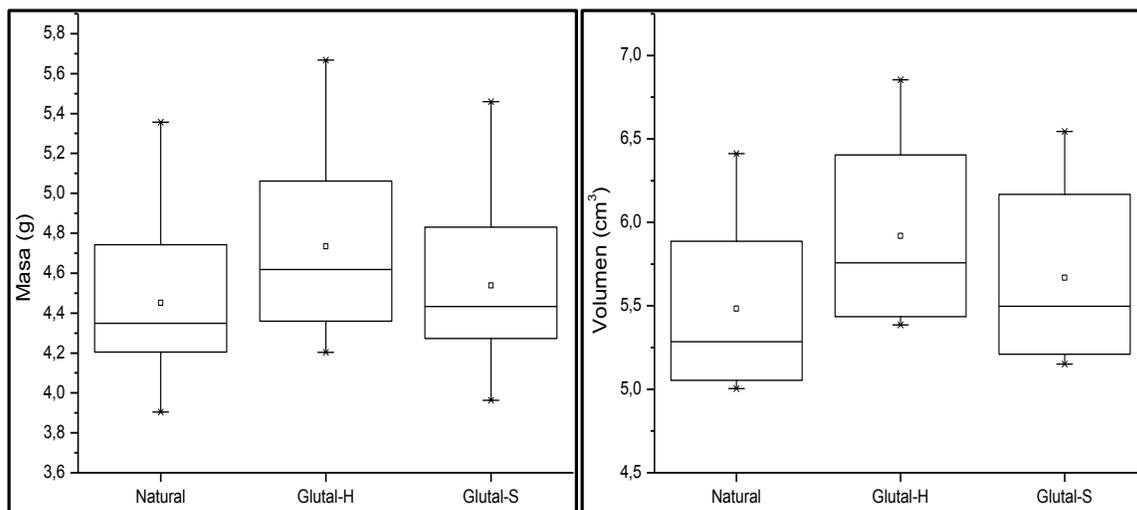


Tabla 3-9. Variación de las probetas usando solución de glutaraldehído al 2,5%.

Parámetro	Tratamiento	Promedio	Desviación estándar	Variación (%)
Masa (g)	Natural	4,452	0,449	---
	Glutal-H	4,734	0,476	5,957
	Glutal-S	4,538	0,456	1,895
Volumen (cm ³)	Natural	5,483	0,501	---
	Glutal-H	5,920	0,532	7,382
	Glutal-S	5,668	0,527	3,264
Densidad (g/cm ³)	Natural	0,837	0,026	---
	Glutal-H	0,858	0,027	2,448
	Glutal-S	0,812	0,079	-3,079

La comparación entre grupos que se presenta en la tabla 3-10, indica que solo existe diferencia significativa entre las medias aritméticas del volumen de las probetas naturales y húmedas, es decir que el tratamiento afecta el hinchamiento volumétrico en húmedo, pero que con el tratamiento de secado, no existe diferencia significativa. Comparado con los

valores obtenidos usando la solución FAA, se atribuye la mayor pérdida de volumen de las muestras tratadas con glutaraldehído luego del proceso de secado al hecho que esa solución contiene mayor cantidad de agua que la solución FAA, en otras palabras, menor cantidad de sustancias que puedan fijarse en el tejido vegetal.

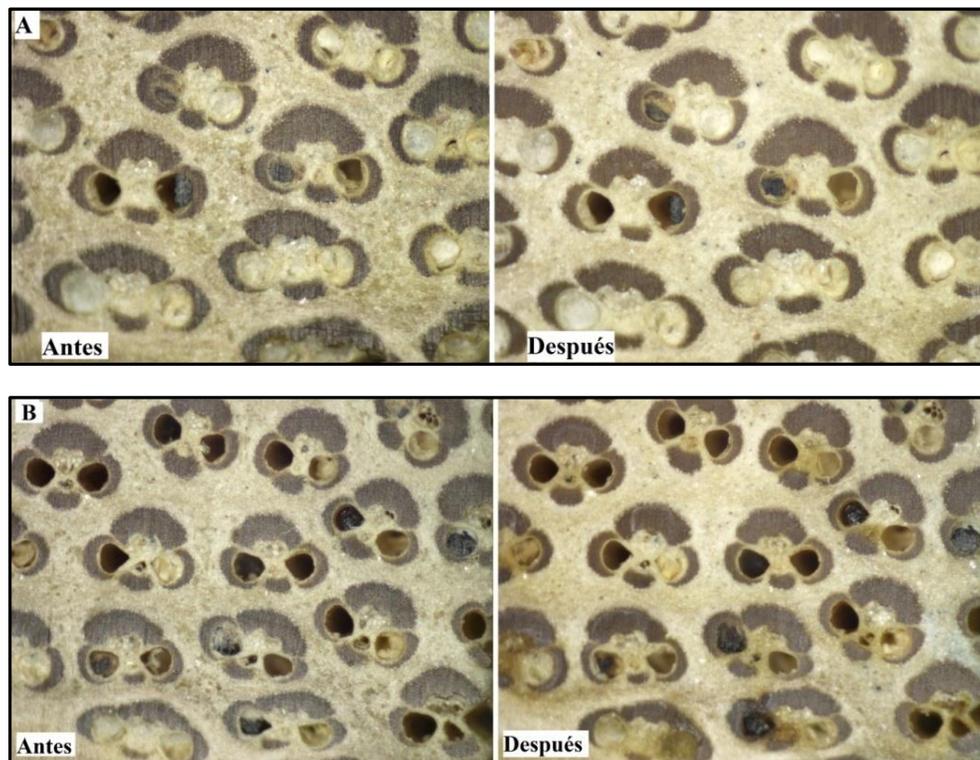
Tabla 3-10. ANOVA entre grupos de muestras tratadas con glutaraldehído al 2,5%.

Parámetro	Muestras	Diferencia de promedios	Error estándar de la media	Valor q	Valor P	Sig
Masa	FAA-H vs Natural	0,28	0,218	1,83	0,21	0
	FAA-S vs Natural	0,09	0,213	0,57	0,69	0
	FAA-S vs FAA-H	-0,19	0,217	1,28	0,64	0
Volumen	FAA-H vs Natural	0,43	0,243	2,54	0,09	1
	FAA-S vs Natural	0,18	0,242	1,08	0,45	0
	FAA-S vs FAA-H	0,18	0,242	1,08	0,45	0
Densidad	FAA-H vs Natural	-0,01	0,012	0,77	0,59	0
	FAA-S vs Natural	0,09	0,010	1,26	0,38	0
	FAA-S vs FAA-H	0,01	0,010	2,07	0,16	0

Una implicación directa de la modificación dimensional es la contracción o la expansión de los principales tejidos que conforman las probetas de bambú, vasos conductores, fibras y parénquima, por tanto, a continuación se presenta el análisis de varianza con respecto al diámetro del metaxilema obtenido por medio de análisis de imagen, a partir de microfotografías de probetas tratadas y sin tratar con las soluciones preservantes.

Las microfotografías que se presentan en la figura 3-28 pertenecen a cortes transversales extraídos de los culmos que han sido tratados con solución de glutaraldehído al 2.5% (figura 3-23A), en la muestra se logra identificar una tenue variación en el color superficial al igual que el resultado obtenido con el tratamiento usando la solución de FAA (figura 3-23B).

Figura 3-28: Microfotografías de bambú *Guadua a.* después del tratamiento con (A) solución de glutaraldehído 2.5% y (B) solución FAA.



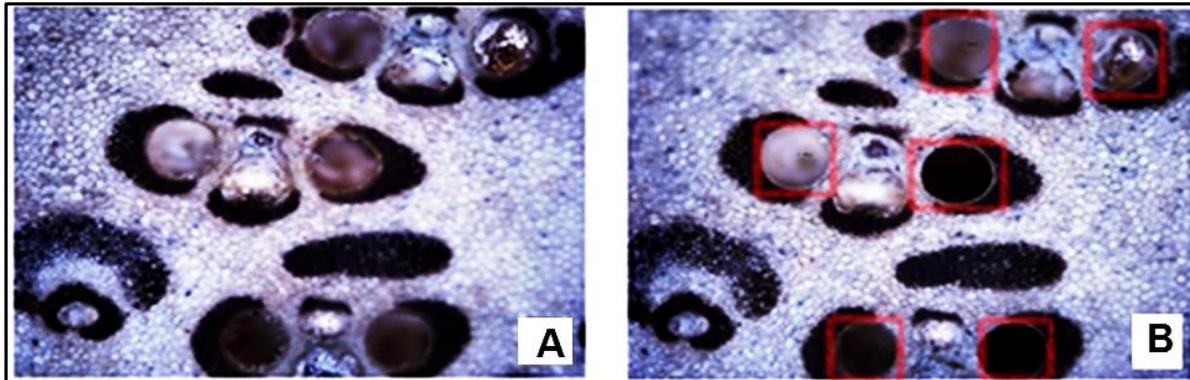
Por tanto, como primera anotación, se puede asumir que la modificación del color es consecuencia propia de las reacciones que se desarrollan en la matriz lignocelulósica, las cuales están relacionadas con la naturaleza de los solventes, como ejemplo, por el bajo pH y alto poder deshidratante de la solución FAA, o por las factibles reacciones de reticulación provocada por el glutaraldehído.

3.3.1.3. Análisis del diámetro del metaxilema

Las probetas son microfotografiadas sobre un área puntual, como se muestra en la figura 3-29, antes y después de la infiltración con cada solvente para tener el mismo punto de referencia en la microfoto que permita conocer el efecto del tratamiento sobre el tamaño de los vasos de metaxilema, y la distribución de las fibras. Los diámetros de los vasos de

metaxilema fueron medidos en el sentido vertical y horizontal como lo describe Sobrinho Junior *et.al.* (2012), usando el software propio del microscopio Carl Zeiss Axiotech 30. Los resultados se expresan en la tabla 3-11.

Figura 3-29: Microfotografías antes (A), y después del tratamiento con solución de glutaraldehído al 2.5% (B).



Con cada tratamiento fueron realizadas 15 medidas del diámetro horizontal y 15 del diámetro vertical de tal manera que en nueve muestras puntuales, se tienen 270 datos por cada tratamiento y para las probetas usadas como testigos naturales durante el proceso. Las muestras fueron fotografiadas y sometidas al tratamiento en las mismas condiciones y en una sola etapa. Esta técnica requiere de concentración, y practica en el uso del software para disminuir el error experimental.

Los resultados en la tabla 3-11 muestran una distribución poco homogénea de los datos, lo cual es confirmado al observar los valores de desviación estándar respecto al promedio, lo que indica la existencia de valores que amplían exageradamente la variación con respecto a la media dentro de los grupos. No obstante, las probetas sometidas sólo al proceso de secado se presentaron una distribución más simétrica de los datos. Los resultados indican que el tratamiento térmico aumenta el tamaño de los vasos de metaxilema en proporción semejante en los dos sentidos. Lo que permite inferir que tras la pérdida de humedad a través de los tejidos, parenquimatoso o esclerenquimatoso, los vasos mantienen una hidratación remanente que les brindan estabilidad ante los cambios producidos a los tejidos que le circundan. De otro lado, los resultados obtenidos durante los tratamientos de infiltración indican mayor tendencia de los vasos a aumentar el diámetro horizontal (en la

dirección de la cara radial) que el diámetro vertical (dirección tangencial, de corteza hacia diafragma), como resultado de las reacciones sobre todos los tejidos internos infiltrados, y no exclusivo de la acción sobre los vasos.

Tabla 3-11. Variación del diámetro del metaxilema

Tratamiento	Muestra	Muestras sin tratar		Muestras tratadas		Variación dimensional pos-tratamiento (%)	
		Diámetro vertical (µm)	Diámetro horizontal (µm)	Diámetro vertical (µm)	Diámetro horizontal (µm)	Diámetro vertical (µm)	Diámetro horizontal (µm)
Solución fijadora de tejidos FAA	G1	124	123,6	120,1	126,7	-3,15	2,51
	G2	127,8	129,8	131,1	131,9	2,58	1,62
	G3	128,8	128,6	130	124,9	0,93	-2,88
	G4	123,6	119,3	123,6	126,7	0,00	6,20
	G5	126,4	122,5	129,7	122,7	2,61	0,16
	G6	128,2	126,4	127,2	124,7	-0,78	-1,34
	G7	128,4	127,9	130,4	125,6	1,56	-1,80
	G8	126,3	125,2	124,2	124,4	-1,66	-0,64
	G9	128,8	129,2	125,5	129,3	-2,56	0,08
Promedio		126,9	125,8	126,9	126,3	-0,05	0,43
Desviación estándar		2,0	3,5	3,8	2,8	2,14	2,73
Solución fijadora de tejidos Glutaraldehído 2,5%	G11	145,2	141,6	137,5	141,0	-5,30	-0,42
	G12	139,2	136,6	137,3	137,6	-1,36	0,73
	G13	142,2	149,2	148,9	151,1	4,71	1,27
	G14	131,2	123,4	127,5	128,6	-2,82	4,21
	G15	139,5	118,2	137,8	117,6	-1,22	-0,51
	G16	133,7	139,7	136,4	143,6	2,02	2,79
	G17	139,2	149,2	134,6	148,2	-3,30	-0,67
	G18	142,7	149,2	140,7	148,5	-1,40	-0,47
	G19	137,6	135,8	140,8	140,6	2,33	3,53
Promedio		138,9	138,1	137,9	139,6	-0,71	1,16
Desviación estándar		4,4	11,2	5,7	10,7	3,14	1,91
Blanco de reactivos	G21	142,13	136,80	145,87	136,93	2,63	0,10
	G22	148,77	135,38	153,54	138,92	3,21	2,61
	G23	131,6	128,53	132,86	129,12	0,96	0,46
	G24	124,17	121,88	126,06	126,69	1,52	3,95
	G25	143,93	135,33	147,67	136,13	2,60	0,59
	G26	149,62	134,38	154,23	138,23	3,08	2,87
	G27	133,07	126,73	133,79	127,62	0,54	0,70
	G28	124,94	120,63	127,72	125,44	2,23	3,99
	G29	129,00	131,88	130,83	135,75	1,42	2,93
Promedio		136,4	130,2	139,2	132,8	2,02	2,02
Desviación estándar		9,9	6,0	11,1	5,4	0,95	1,56

3.3.1.4 Caracterización post-tratamiento de infiltración con sustancias fijadoras

3.3.1.4.1 Difracción de rayos X (DRX)

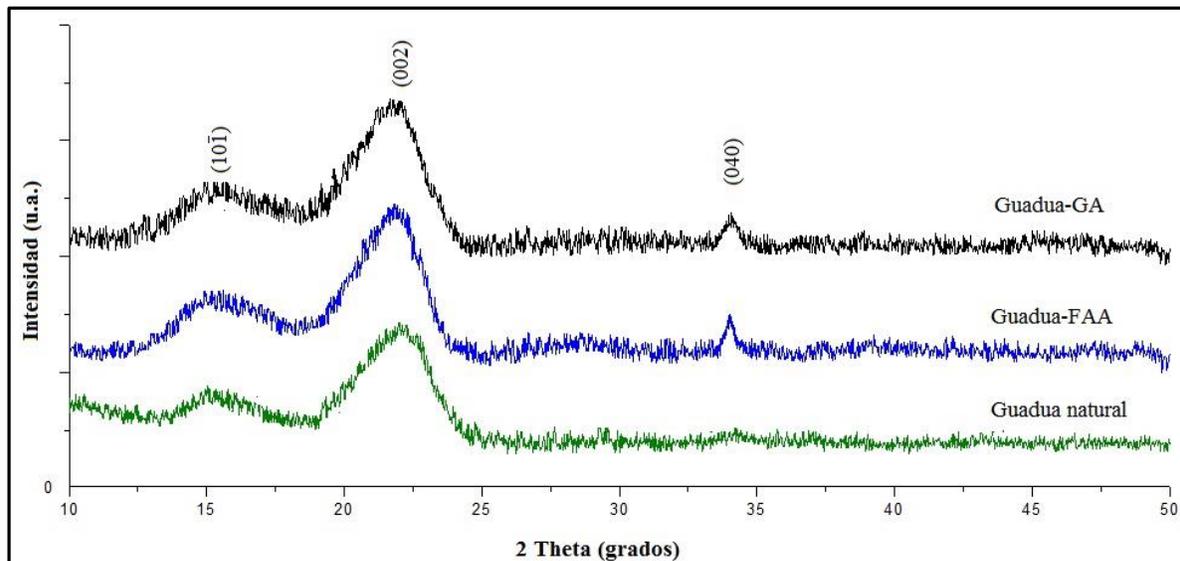
Los planos de red exhibidos por las muestras lignocelulósicas analizadas mediante difracción de rayos X (DRX) son presentados en la figura 3-30. El cotejo entre los difractogramas obtenidos de la especie *Guadua angustifolia* Kunth con los resultados publicados por Sánchez y Rodríguez (2011), permite inferir que las muestras presentaron principalmente picos de difracción relacionados con la sección longitudinal de las fibras celulósicas, dado que en el sentido tangencial el plano (040) sobre el pico $34,4^\circ$, se haría más evidente. El material lignocelulósico de la *Guadua a.* mostró también orientaciones preferenciales en los planos (002) y $(10\bar{1})$, caracterizados por los picos en $22,0^\circ$ y $15,6^\circ$, valores muy cercanos a los referidos por Liu (2012) sobre los difractogramas de las fibras de bambú Moso en los picos en $22,3^\circ$ (002), y $15,8^\circ$ ($10\bar{1}$), correspondientes a los planos longitudinales.

Los difractogramas de las muestras que fueron tratadas con solución de glutaraldehído y con la solución FAA mostraron un aumento en el pico a $34,4^\circ$, en el material natural ese pico parece ser enmascarado por la hemicelulosa y la lignina amorfa, tal como indican Nazir *et. al.* (2013), además como resultado del tratamiento se evidencia el aumento en el pico del plano $(10\bar{1})$. Por tanto, de los difractogramas se logra inferir que los tratamientos químicos generaron la eliminación de material amorfo, lo cual se confirmó con la obtención del porcentaje de cristalinidad de las muestras, usando la siguiente relación:

$$CI = \frac{I_{002} - I_{amorfo}}{I_{002}} \times 100 \quad \text{Ec-3-5}$$

Donde I_{002} es la intensidad del pico característico del plano de red (002), y cuya reflexión es atribuida a la parte cristalina y amorfa de la muestra, mientras que I_{amorfo} es la depresión entre los picos en $15,6^\circ$ y 22° la cual representa el material amorfo ($2\theta \sim 18,4^\circ$), de acuerdo con diversos autores (Morán 2008, Simarani *et.al.* 2009, Nguyen *et.al.* 2013, y Li *et.al.* 2010).

Figura 3-30. Difractogramas comparativos entre la muestra natural y muestras con tratamientos químicos.



Los resultados presentados en la tabla 3-12 provenientes de la figura 3-30, indican que la infiltración con las sustancias químicas repercutió en el aumento de la cristalinidad, es decir, los resultados indicaron la eliminación de material amorfo presente en las probetas de *Guadua a.* Se realizaron duplicados de las medidas de difracción para confirmar los valores obtenidos, y al ser cotejados, los resultados mostraron coeficientes de variación menores a 7% para los índices de cristalinidad con respecto a los expuestos en el difractograma inicial, lo que indicó una aceptada reproducibilidad de los valores e indirectamente buena conservación de las muestras. De acuerdo con Liu *et.al.* (2012), en su análisis de las fibras de bambú en sentido longitudinal y radial, indicaron que la celulosa presente es en general de tipo I, y que el porcentaje de cristalinidad encontrado era de 59,7% para el material natural, valor cercano al obtenido para la especie *Guadua a.*

Tabla 3-12. Influencia de la infiltración con soluciones fijadoras sobre el índice de cristalinidad del material lignocelulósico de la *Guadua a.*

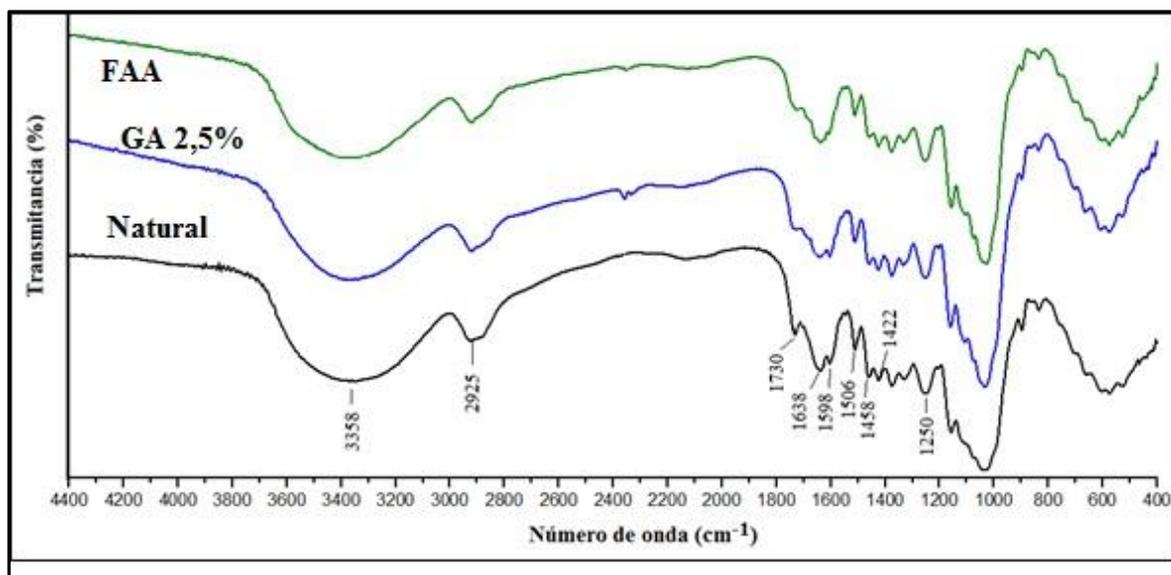
Muestra	I₀₀₂	I_{amorfo}	C.I. (%)
Natural	728	312	57,14
Tratada con solución de glutaraldehído	829	307	62,96
Tratada con solución FAA	843	295	65,00

Aunque no se encontraron antecedentes bibliográficos sobre el efecto que las soluciones preservantes o las soluciones fijadoras ejercen sobre el grado de cristalinidad del material lignocelulósico del bambú, de acuerdo con Saiful *et. al.* (2012), el tratamiento del bambú con sustancias alcalinas como el hidróxido de sodio al 5 y 10%, origina cinco (5) nuevos picos en los difractogramas, y aumenta los cinco picos (5) iniciales, además de incrementar el grado de cristalinidad y de mejorar las propiedades mecánicas. Mahato *et.al.* (2013) también mencionaron que el uso de solventes alcalinos en fibras celulósicas causaba la degradación de la hemicelulosa y la lignina ejerciendo cambios en los difractogramas obtenidos de las muestras tratadas por mercerización.

3.3.1.4.2. Espectrofotometría Infrarroja con transformada de Fourier (FTIR)

Se realizó el análisis por espectrofotometría infrarroja (FTIR) de la *Guadua a.* natural y luego de ser tratada, usando las soluciones fijadoras de tejidos, se realizó con el objetivo de cotejar los cambios que dichos tratamientos proporcionaron al material lignocelulósico contenido en las muestras provenientes de los especímenes infiltrados con las soluciones. Por tanto, las condiciones de procesamiento, almacenamiento y del contenido de humedad, se mantuvieron constantes para todas las muestras con el fin de evitar posibles interferencias en los resultados. Resaltándose la importancia de mantener las muestras en polvo en desecadores para disminuir la absorción de agua desde la atmósfera durante el proceso experimental.

Figura 3-31. Espectros en el infrarrojo de las muestras natural y tratadas químicamente.



En los espectros de todas las muestras que se presentan en la figura 3-31, se observó una banda amplia en 3358 cm^{-1} debida al estiramiento del grupo -OH , mostrándose un poco desplazada, reducida y ancha en los espectros de las muestras con tratamiento, lo que fue asociado a la disminución de contenido de agua, o a la modificación del enlace -OH de la molécula de celulosa por causa de las reacciones con los solventes usados. Cerca de esa banda se observó el pico en 2925 cm^{-1} que corresponde al estiramiento del grupo C-H de compuestos alifáticos saturados propios de la celulosa, hemicelulosa o polisacáridos de la lignina (Nguyen *et.al.* 2013), ese pico fue ligeramente desplazado como resultado de los tratamientos químicos en los dos métodos usados.

Los resultados anteriores podrían indicar la presencia de celulosa amorfa, sin embargo, su forma e intensidad también podrían haberse afectado por la presencia de aldehídos que componen las soluciones usadas durante la infiltración. Estos desplazamientos fueron explicados por Li. *et. al.* (2010), anotando que la modificación química del material vegetal produce el corrimiento en las bandas presentes en 3423 cm^{-1} debidas al estiramiento del grupo OH , y en 2929 cm^{-1} correspondiente al estiramiento de los grupos CH_2 y CH_3 de la celulosa, hemicelulosa y lignina.

El pico que se presentó en 1730 cm^{-1} en el espectrograma de la muestra sin tratar fue atribuido a los grupos carbonilo (C=O) de esteres cetílicos o urónicos de la hemicelulosa, así como a grupos carboxílicos y ácidos ferulicos o p-cumerico de la lignina. Nguyen *et.al.* (2013) y (Nazir *et. al.* 2013) advirtieron que los tratamientos con soluciones alcalinas sobre el material lignocelulósico eliminaban ese pico del espectro, induciendo de esa manera la pérdida de material amorfo, o la presencia de algunas reacciones de esterificación. Sin embargo, los resultados obtenidos en esta tesis usando las sustancias fijadoras mostraron la disminución y modificación del pico en 1730 cm^{-1} , pero no su eliminación, hecho que puede deberse a que el grupo carbonilo está presente en los aldehídos que forman parte de la solución química, los cuales contribuyeron a los resultados.

Como referencia bibliográfica, Guimarães *et. al.*, (2014) publicaron que el pico en 1632 cm^{-1} es debido a la absorción de agua, en cuanto Ciolacu D. *et. al.*, (2011) además lo refirió a la modificación de las fases de la celulosa, amorfa o cristalina durante la reacción, confirmando que puede valorarse la pérdida de la cristalinidad a través de la disminución de la banda en 1430 cm^{-1} , y con el aumento de la banda cercana a 898 cm^{-1} correspondiente al grupo C-O-C del enlace β -1-4-glucosídico que confirma el incremento de la fase amorfa. En los espectros de la figura 3-31 se evidencia que los tratamientos químicos mostraron una reducción en el pico en 1638 cm^{-1} y el aumento del pico en 1458 cm^{-1} , especialmente en la muestra *Guadua*-FAA, infiriéndose una menor capacidad de absorción de agua y el aumento de la fase cristalina. Lo anterior corroboró los resultados obtenidos en los análisis por difracción de rayos X, y se confirmó con la disminución del pico 896 cm^{-1} .

Los grupos aromáticos de la lignina se han encontrado entre 1500 y 1600 cm^{-1} de acuerdo con Saiful *et. al.* (2012). En los espectros obtenidos para la *Guadua a.* el pico se encontró en 1506 cm^{-1} , y su disminución y desplazamiento fueron indicadores de la pérdida de componentes de la lignina como el guaiacil durante el proceso de infiltración, ese resultado principalmente se observó con el uso de la solución FAA. Sin embargo, la remoción de

algunos polisacáridos de bajo peso molecular caracterizado por la deformación axial asimétrica del grupo C-O-C fue analizada a partir del pico en 1252 cm^{-1} que confirmaría a su vez la pérdida de lignina, pero que, en la práctica, no presentó modificaciones apreciables en los espectros obtenidos.

Como resultado general del análisis por espectrofotometría en el infrarrojo, se observó que las muestras con tratamiento químico exhibieron bandas referentes a la celulosa cristalina, así como modificaciones en las bandas correspondientes a los componentes de la hemicelulosa y lignina indicando la eliminación de sustancias, o la modificación de los enlaces químicos. Los resultados permiten inferir que los tratamientos permiten la disminución de absorción de humedad sobre las probetas.

*3.3.1.5. Polimerización “in situ” en probetas de *Guadua angustifolia**

Los primeros trabajos que se publicaron en el área de la impregnación con polímeros en el tejido vegetal fueron reportados en muestras de madera, sin embargo, la implementación del bambú como elemento estructural ha dado relevancia a las investigaciones en esta área de los materiales compuestos.

De acuerdo con Liese (1994), los monómeros penetran bordeando los canales que limitan la pared celular del tejido de bambú y por las aberturas que comunican los canales, y no por las membranas entre las cavidades directamente. Como lo habían descrito Morita *et al.* (1991), cuando analizaron por microscopía de luz polarizada un compósito de maderapolietilenimina que contenía 4% del polímero en su interior. El 70% del polímero se almacenaba en la región de la lamela media y el 30% en la pared celular secundaria.

El solvente debe ser de bajo peso molecular para lograr su infiltración, y el material debe estar en óptimas condiciones de sequedad como para no bloquear el flujo de monómeros o inhibir la polimerización. Para superar las barreras estructurales e impedimento por aire comprimido debido al vapor de monómero infiltrado, Liese (1994) recomienda el uso de sistema a presión, además con el fin de contrarrestar la falta de duramen y de difusión radial de sustancias en el bambú, que si presenta la madera y que mejora la calidad de impregnación en esta última.

Los pretratamientos realizados en las probetas han mejorado las propiedades mecánicas y de durabilidad. El uso de sales de boro y ácido bórico mejoraron la impregnación en madera de pino (Baysal *et.al.* 2007), y la infiltración con solución de hidróxido de sodio en especies madereras tropicales indicaron el mismo resultado (Saiful *et. al.* 2012). En probetas de bambú la polimerización “in situ” ha conllevado al aumento en la resistencia a la compresión (Anwar *et. al.* 2009), o a la resistencia al ataque de hongos (Preechatiwong *et. al.* (2006).

Las probetas cortadas de acuerdo con la norma ASTM 143-09 y designadas para cada uno de los ensayos mecánicos, resistencia a compresión paralela de la fibra, y de flexión fueron impregnadas con las mezclas de monómeros respectivas a fin de conocer la capacidad de impregnación y la variación de los parámetros dimensionales y en masa, producidos por el proceso de polimerización “in situ”. En la tabla 3-13 se indican los nombres usados en las diferentes probetas y el proceso que fue realizado en cada grupo.

Tabla 3-13. Descripción de las probetas impregnadas

Muestra	Proceso
CpSM	Probetas 1:1:4 para ensayo a compresión paralela a la fibra, impregnada con monómeros de estireno y metacrilato de metilo de acuerdo con las normas ASTM 1413-99, polimerizadas a 55 ° C durante 12 horas.
CpGA-SM	Probetas 1:1:4 para ensayo a compresión paralela a la fibra, con pre-tratamiento de infiltración de glutaraldehído al 2,5%, con tratamiento térmico a 50°C por 48 horas, impregnadas con monómeros de estireno y metacrilato de metilo de acuerdo con la norma ASTM 1413-99, polimerizadas a 55°C durante 12 horas.
CpGA-SMB	Probetas 1:1:4 para ensayo a compresión paralela a la fibra, con pre-tratamiento de infiltración de glutaraldehído al 2,5%, con tratamiento térmico a 50°C por 48 horas, impregnadas con monómeros de estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo de acuerdo con la norma ASTM 1413-99, polimerizadas a 55°C durante 12 horas.
FSM	Probetas 1:1:15 para ensayo de flexión impregnadas con monómeros de estireno y metacrilato de metilo de acuerdo con la norma ASTM 1413-99, polimerizadas a 55°C durante 12 horas.
FGA-SM	Probetas 1:1:15 para ensayo de flexión con pre-tratamiento de infiltración de glutaraldehído al 2,5%, con tratamiento térmico a 50°C por 48 horas, impregnadas con monómeros de estireno y metacrilato de metilo de acuerdo con la norma ASTM 1413-99, polimerizadas a 55°C durante 12 horas.
FGA-SMB	Probetas 1:1:15 para ensayo de flexión con pre-tratamiento de infiltración de glutaraldehído al 2,5%, con tratamiento térmico a 50°C por 48 horas, impregnadas con monómeros de estireno, metacrilato de metilo y acrilato de butilo de acuerdo con la norma ASTM 1413-99, polimerizadas a 55°C durante 12 horas.

En total se destinaron diez (10) probetas para cada ensayo. Las probetas fueron producidas en serie junto con las probetas natural, testigo térmico y las tratadas con glutaraldehído, se escogió este tratamiento previo a la impregnación, dada la menor cantidad de agentes agresivos presentes en su formulación y menor modificación del material lignocelulósico de acuerdo con los resultados de los análisis por DRX e FTIR.

En las tablas 3-14 y 3-15 aparecen los valores medios de la variación porcentual en el sentido: ancho (b), grueso (h) y longitudinal (L), así como del volumen (V), la masa (m) y la densidad (d), para las probetas usadas en los ensayos de compresión paralela a la fibra y a flexión. Los valores referidos individualmente a cada probeta se dispusieron en el anexo B.

Tabla 3-14. Variación porcentual de los parámetros analizados en las probetas impregnadas con polímeros para ensayos a compresión paralela a la fibra

Ubicación de la probeta	Muestra	Parámetro estadístico	b	h	L	V	m	d
	CpSM	Promedio	1,85	1,27	0,02	3,17	6,23	2,96
		D.S,	2,33	1,76	0,05	4,19	6,10	1,85
		C.V.	0,85	0,64	0,14	1,38	2,31	2,51
	CpGA-SM	Promedio	4,90	3,47	0,15	8,71	10,84	1,97
		D.S,	0,88	0,70	0,14	1,47	2,29	2,05
		C.V.	18,04	20,20	94,37	16,84	21,10	103,99
	CpGA-SMB	Promedio	4,66	3,63	0,33	8,82	11,37	2,35
		D.S,	1,25	0,85	0,28	1,82	2,00	1,03
		C.V.	26,93	23,55	86,24	20,68	17,59	43,75

Tabla 3-15. Variación porcentual de los parámetros analizados en las probetas impregnadas con polímeros para ensayos a Flexión.

Ubicación de la probeta	Muestra	Parámetro estadístico	b	h	L	V	m	d
	FSM	Promedio	4,65	4,73	0,36	1,73	5,73	3,90
		D.S,	1,06	2,03	0,20	0,34	1,96	2,14
		C.V.	22,81	43,00	57,15	19,81	34,29	54,77
	FGA-SM	Promedio	4,95	2,79	0,15	7,43	11,34	3,07
		D.S,	0,94	0,52	0,20	1,18	1,44	1,98
		C.V.	19,07	18,70	134,32	15,93	12,69	64,26
	FGA-SMB	Promedio	4,36	2,81	0,13	6,91	10,45	2,81
		D.S,	0,92	0,75	0,25	0,94	1,96	1,90
		C.V.	21,14	26,64	188,79	13,55	18,73	67,54

Los resultados de impregnación obtenidos en las diferentes probetas, tanto las de ensayo a compresión paralela como en las probetas para ensayos a flexión mostraron aumento dimensional en el sentido radial (ancho de la probeta) mayores al sentido tangencial (grosor). La variación longitudinal de las probetas fue muy baja, menores a 0,35%. La variación del volumen fue más significativa en las probetas a las cuales se habían realizado infiltración con glutaraldehído antes de ser impregnadas, siendo el máximo valor de 8,82%. La cantidad de polímero impregnado podría establecerse a partir de la ganancia de masa, que se reportó máxima en 11,37%, sin embargo, como se había mencionado, durante el proceso de infiltración con monómeros existe la posibilidad de pérdida de material lignocelulósico por lixiviación de sustancias, lo que haría variar el peso tomado como el inicial de la muestra antes del proceso, y sobre el cual se reporta el resultado.

La densidad de las probetas varía, de acuerdo con la variación entre masa y volumen de la probeta, sin embargo, se estableció que el proceso de impregnación aumenta dichos valores de densidad en más de 2,0 %. La impregnación con los copolímeros poli-(St-co-MMA) y poli-(St-co-MMA-co-BuA) no muestran una marcada diferencia entre los valores obtenidos en las probetas infiltradas y luego polimerizadas. El tamaño de las probetas no muestra una diferencia significativa con respecto al porcentaje de impregnación.

3.3.1.6. Propiedades Mecánicas

La modificación de las propiedades mecánicas sometidas a los diferentes tratamientos, es el principal objetivo de este trabajo debido a su implícita relación con el uso estructural de los culmos de bambú. Sin embargo, aunque este estudio se inició en muestras piloto con culmos entre 1 y 2 metros, se optó por cambiar a la experimentación con pequeñas muestras con el fin de aumentar la reproducibilidad en los resultados, como se explicó al inicio de esta discusión.

El uso de pequeñas muestras de bambú en ensayos mecánicos se ha venido implementando basándose en la norma ASTM D143-09 que trata sobre las propiedades mecánicas en pequeñas muestras de madera. Los resultados obtenidos son muy cercanos a

los reportados usando las probetas de los culmos enteros, esa gran significancia ha sido un factor influyente en el aumento de su aplicación durante los últimos años (Abang. 1984, Osorio. 2007b y Guimarães. 2013).

Las probetas elaboradas para las dos primeras de las cuatro veces que se repitió el procedimiento de infiltración, e impregnación en las muestras de *Guadua a.*, fueron pequeños especímenes con nudo y sin nudo, tomados de diferentes culmos con el mismo tiempo de corte y con el mismo origen geográfico. Sin embargo, los resultados obtenidos revelaban coeficientes de variación del orden de 120 a 1600; lo que podría tomarse como poco significativo dado los pequeños incrementos numéricos que revelaban los tratamientos químicos, pero que en relación a la variación del muestreo hacía evidente una alta dispersión de los datos. Por tanto, en la fase final de experimentación se optó por elaborar las probetas desde la misma región de un único culmo, y mantener un estricto control sobre las siguientes variables: elaboración de probetas, temperatura, almacenamiento, tiempo y ensayos de caracterización, ajustando todo el proceso a un único cronograma de producción en línea.

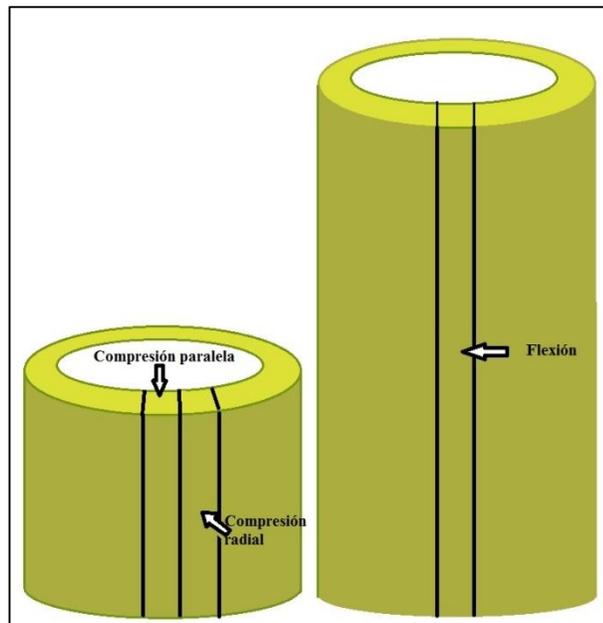
Las especies biológicas como el bambú son sistemas complejos, con un gran número de variables que pueden repercutir sobre los resultados de los análisis a los que se deban someter las muestras durante los ensayos. Liese (1994) mencionó como ejemplo, que la estructura anatómica, la edad y la época de corte mantienen una amplia relación con las propiedades físicas y mecánicas del bambú. Para disminuir los errores asociados a la naturaleza de la muestra, es común que las investigaciones que involucran dichos especímenes presenten resultados estadísticos basados en cientos de probetas ensayadas, con el fin de encontrar una tendencia matemática apoyada en la eliminación de datos anómalos, y delimitar así los resultados dentro de un tratamiento numérico específico. Sin embargo, como el diseño experimental asumido en este trabajo consta de un número total de diez (10) muestras para cada ensayo, de acuerdo con Gómez-Biedma (2001), es aconsejable evitar el uso de pruebas como la Q de Dixon u otras similares para eliminar datos atípicos. Por tanto,

el uso de una población de datos pequeña exige un control más riguroso sobre las variables que pueden afectar la muestra para evitar la eliminación de datos anómalos.

El aumento del contenido de humedad amortigua en general las propiedades mecánicas del bambú (Moradian, 2013). González (2006), González *et.al.* (2008), Osorio *et.al.* (2005b), Dumar (2014) y Takeuchi (2014) han mencionado que el contenido de humedad influye sobre la resistencia a la compresión o a la flexión de las probetas de *Guadua Angustifolia*, y han reportado diferentes rangos dentro de los cuales se observa un comportamiento definido de las fibras ante una carga y una dirección de aplicación. Por tanto, fue importante homogenizar la humedad de las probetas de *Guadua a.* cuyo contenido en verde se encontró entre 17 y 32%, y establecer experimentalmente un tiempo de equilibrio para lograr contenidos de humedad de las probetas entre 9 y 13%. Para lograr lo anterior, los especímenes fueron almacenados durante 5 días a temperatura ambiente entre 18 y 20°C, una vez alcanzado ese valor de contenido de humedad, todas las muestras eran almacenadas entre 5.0 y 7.0°C y entre 55 y 61% de humedad ambiental.

El proceso de infiltración con sustancias fijadoras de tejido y su caracterización se realizó cuatro (4) veces durante las diferentes etapas del desarrollo experimental de este trabajo. Sin embargo, con el objetivo de atenuar el efecto que la naturaleza de la muestra causaba sobre la dispersión de los datos, y para disminuir los errores derivados del procedimiento, los datos finales reportados en este trabajo provienen de la cuarta producción y caracterización de las probetas. En la figura 3-32 se indican las regiones de las cuales se han extraído las probetas para los ensayos de compresión paralela a la fibra y de flexión, que se discutirán a continuación.

Fig. 3-32. Diseño de las probetas para ejecución de los ensayos mecánicos



Los especímenes fueron marcados con señales en tres (3) puntos diferentes, manteniéndose esa referencia para realizar las medidas de grosor, ancho y alto que determinaron el valor promedio del área sobre la cual se aplicó la carga, el volumen de las muestras, e indirectamente los valores de densidad aparente, usando la siguiente relación:

$$Densidad = \frac{Masa}{Volumen} \quad \text{Ec.3-6}$$

La densidad del bambú está estrechamente relacionada con la cantidad porcentual del paquete vascular, del tejido que lo rodea y de la distribución de las fibras, de tal manera que esa propiedad física dependiente de la organización morfológica logra influir sobre las propiedades mecánicas del bambú. En el ítem sobre la infiltración con sustancias fijadoras se discutió la variabilidad dimensional promovida por la pérdida de humedad, y la modificación de los espacios internos del metaxilema, los valores de la densidad seca, y los

coeficientes volumétricos. Los resultados en general mostraron la disminución de la densidad luego del tratamiento de infiltración y del proceso térmico de secado de las probetas.

Los tratamientos térmicos o químicos causan hinchamiento y retracción en las caras prismáticas de las probetas, así como Osorio *et.al.* (2007b) lo demostraron en su estudio sobre la *Guadua angustifolia*, el contenido de parénquima fue considerado uno de los factores de mayor relación con la deformación del cuerpo de prueba, por tanto, su modificación conlleva a efectos sobre las propiedades mecánicas. Teniendo en cuenta lo anterior, antes y después de la infiltración o del secado de los especímenes, se tomaron medidas en puntos específicos sobre la probeta para determinar la variación dimensional y volumétrica durante los tratamientos, para permitir la evaluación intrínseca que el tratamiento ejerce en el tejido interno por donde es infiltrado.

La medida de la retracción (ϵ_r) se halló a partir de las dimensiones (L) de las probetas en las diferentes direcciones, tangencial, radial y longitudinal, sobre puntos específicos que fueron marcados sobre cada probeta. El coeficiente de anisotropía dimensional de retracción (A_r), se obtuvo a partir de la relación de la deformación de la dirección tangencial sobre la radial, de acuerdo con las siguientes ecuaciones:

$$\epsilon_r = \frac{L_{seca} - L_{nat}}{L_{nat}} \times 100 \quad \text{Ec. 3-7}$$

$$A_r = \frac{\epsilon_{r.tang}}{\epsilon_{r.rad}} \times 100 \quad \text{Ec. 3-8}$$

Las variaciones porcentuales sobre la espesura (t), ancho (b), largo (L), volumen (V), coeficiente anisotrópico (c.a.), masa (m) y densidad (d), obtenidas para cada probeta en los diferentes tratamientos, y para los diferentes ensayos fueron tabulados en el anexo B. Sin embargo, en la tabla 3-16 se presenta un resumen de los promedios obtenidos. La complejidad de las muestras biológicas, y posiblemente los tamaños de las probetas imparten efectos sobre los parámetros evaluados.

Aunque los resultados obtenidos para los diferentes grupos de probetas muestran valores diferentes, las tendencias son similares. Así, la retracción del ancho y el espesor, y por consiguiente del volumen, se evidencia en las probetas natural, testigo térmico, y las infiltradas con glutaraldehído. En cuanto el coeficiente de anisotropía se observa que los valores mayores a 1 indican que la variación tangencial es mayor con respecto a la radial, este comportamiento lo exceptuaron las probetas infiltradas con FAA y las impregnadas con poli-(St-co-MMA).

La variación en masa para las probetas natural, testigo térmico y las infiltradas con solución FAA presentaron tendencias de pérdida, en cuanto los demás procesos indicaron la ganancia de peso, lo que permite inferir la acumulación o transformación del material en el interior de los cuerpos de prueba. Los valores pueden tomarse como relativos, ya que durante la experimentación se puede perder algo de material por lixiviación durante las infiltraciones o impregnaciones. Sin embargo, la metodología aplicada controlando las variables seleccionadas sobre todas las probetas en un mismo tiempo, permite el cotejo entre los resultados obtenidos. Las impregnaciones con los diferentes copolímeros mostraron aumento de masa, siendo menor en las probetas que no fueron infiltradas con glutaraldehído. Las impregnaciones aumentaron la densidad de las probetas.

Tabla 3-16. Variación porcentual promedio de las muestras infiltradas e impregnadas usadas para ensayo a compresión paralela a la fibra y a flexión.

Ensayo	Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
Compresión	Nat	-0,61	-0,54	-0,01	-1,15	1,31	-1,66	-0,51
	Test	-3,90	-2,38	-0,68	-6,81	1,77	-7,93	-1,18
	Glutal	2,30	1,23	-0,45	3,09	1,97	1,46	-1,57
	FAA	-1,89	-2,51	-1,12	-5,42	0,77	-8,56	-3,34
	SM	2,60	0,83	-0,25	3,21	0,54	6,10	2,85
	FSM	5,19	3,83	-0,11	9,11	1,37	10,84	1,60
	FSMB	4,66	3,63	0,33	8,82	1,31	11,37	2,35
Flexión	Nat	-2,83	-1,91	-0,27	-4,93	1,51	-6,31	-1,45
	Test	-2,72	-1,84	-0,72	-5,19	1,60	-5,11	0,12
	Glutal	-4,58	-3,02	-0,51	-7,94	1,59	-7,03	1,01
	FAA	1,65	1,26	-0,55	2,37	1,35	1,43	-0,91
	SM	0,65	0,75	0,35	1,73	1,03	5,73	3,90
	FSM	4,95	2,79	0,15	7,43	1,79	11,34	3,07
	FSMB	4,36	2,81	0,13	6,91	1,69	10,45	2,81

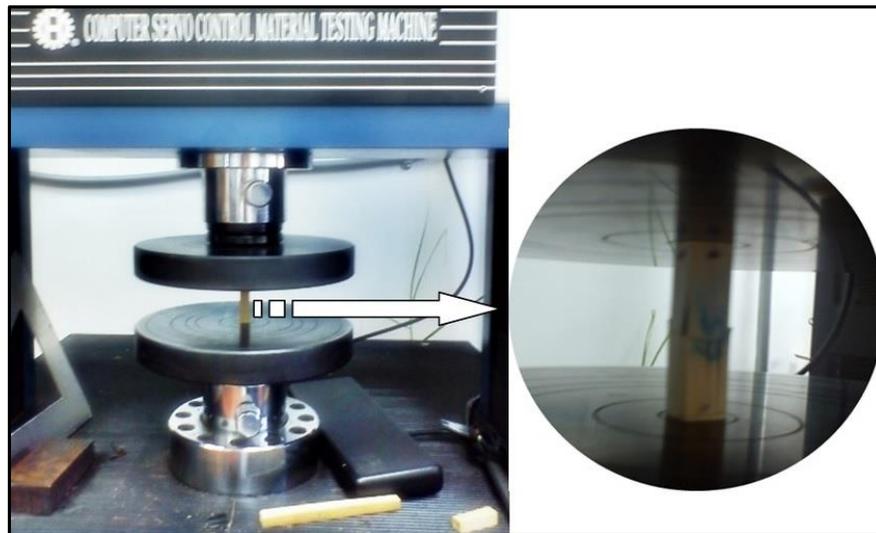
3.3.1.6.1. Ensayo a compresión paralela de las fibras (Cp)

Los ensayos a compresión paralela a la fibra sobre pequeñas muestras de bambú *Guadua a.* se realizaron sobre diez (10) probetas desprovistas de nudo y de corteza, debido a la mayor rigidez que la coraza externa del culmo opone a la resistencia a la compresión comparada con los tejidos internos. Disminuyendo así desplazamientos de carga en dirección transversal, deslizamientos de las probetas y por tanto la repercusión negativa sobre los resultados.

Las probetas fueron llevadas al horno durante 4 horas a 50°C antes de los ensayos mecánicos como un factor de corrección de humedad relativa a la fibra, ya que algunos análisis previos habían indicado que ese era el procedimiento apropiado para lograr valores de contenido de humedad entre 9 y 13% luego de ser retiradas del refrigerador. Los parámetros ambientales de temperatura y humedad en el laboratorio fueron registrados durante los ensayos mecánicos, como también el cálculo del contenido de humedad de las probetas.

El ensayo de compresión paralela a la fibra fue realizado ubicando las probetas directamente sobre los platos de la máquina de ensayos universal como se muestra en la figura 3-33. Los cortes transversales de las muestras durante los ensayos preliminares eran pulidos con lijas para madera de diferentes granos, 600, 800 y 1200, pero difícilmente se lograba el paralelismo uniforme de las caras, lo que conllevaba a medidas anómalas y fallas debidas al deslizamiento de la probeta, razón por la cual se desistió de usar lijas manuales, y se usaron como alternativas: el cortador minitomo Struers y una lijadora de banda para aumentar la correlación de las caras.

Fig. 3-33. Ensayo de compresión paralela a la fibra.



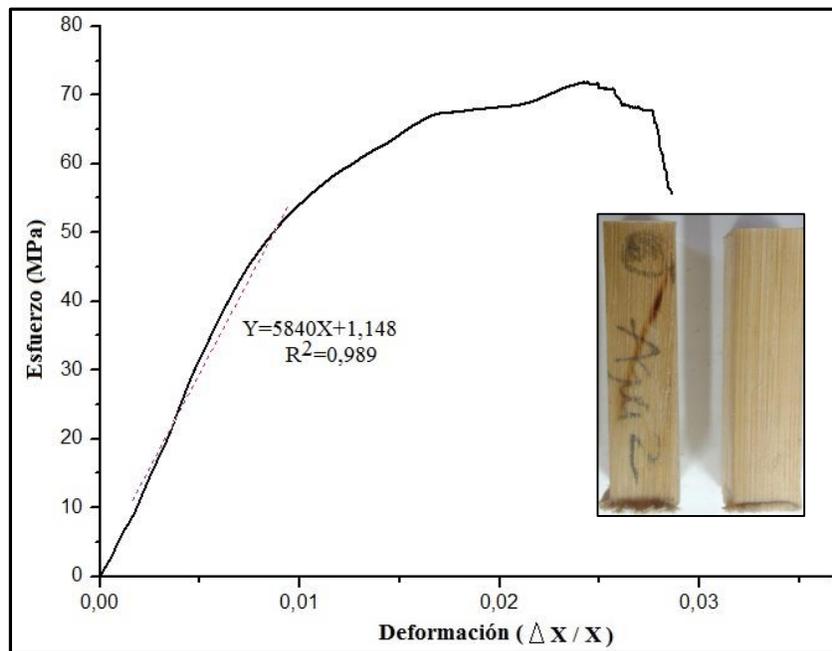
La resistencia a la compresión paralela a la fibra (F_c) se calculó con base en ecuación 3-9, donde P_{max} se refiere a la fuerza aplicada, y A , al área de la sección transversal de la probeta. Como medida adicional se calculó el esfuerzo en el límite proporcional (σ_{LP}), considerando este como el 75% de la resistencia a la compresión, con el fin de obtener diversos parámetros de comparación entre las muestras (Takeuchi, 2014).

$$F_c = \frac{P_{max}}{A} \quad \text{Ec 3-9}$$

El comportamiento característico de las probetas ensayadas a compresión se muestra en la figura 3-34. La curva pertenece a una muestra de *Guadua a.* que fue sometida al tratamiento térmico como testigo del proceso de secado a 50°C. Las muestras exhibieron curvas de resistencia a la compresión propias de los materiales frágiles, presentando regiones características de comportamiento elástico, donde describieron una alta relación entre el esfuerzo y la deformación hasta el punto donde el desplazamiento se hizo mayor a la medida de compresión, lo que indicó el cambio en el comportamiento de la *Guadua a.* a la fase plástica, generándose una depresión en la curva hasta lograr la falla de la probeta. Arce en 1995, asoció ese comportamiento a los enlaces químicos que mantienen unidas las moléculas en los tejidos vegetales, y explicó que la inexistencia de las células radiales era uno de los factores que debilitaba los enlaces transversales, así que, tras el aumento de las tensiones

tangenciales al exigirse la probeta en el sentido longitudinal, consecuentemente se finaliza en la ruptura de las fibras.

Figura. 3-34. Curva de esfuerzo frente a la deformación durante ensayo a compresión paralelo a la fibra



No obstante, se haya mantenido un estricto control sobre el paralelismo de las caras prismáticas de la probeta, se observó que las muestras sometidas a tratamientos térmicos, una vez han logrado su máxima resistencia de carga, presentan generalmente separación de fibras en algunas de sus caras. No hubo evidencia de deslizamiento tangencial de la probeta sobre los platos, de haberse presentado sería un parámetro eliminatorio del ensayo como resultado de una mala elaboración del cuerpo de prueba.

El tipo de falla obtenida en los ensayos se podría explicar teniendo en cuenta que existe una mayor distribución de las fibras en la región externa de la probeta, sobre lo que sería la parte de la corteza del culmo, lo cual probablemente estaría aumentando la resistencia

en esa zona, mientras que la cara interna estaría amortiguando la carga hasta que la tensión sobre las fibras llegara al máximo de resistencia, teniendo que ceder de forma abrupta al final del ensayo, ocasionando la desfibración.

La caracterización sobre la fase elástica del bambú se expresó teniendo en cuenta el módulo de elasticidad obtenido a partir de los gráficos directamente en las curvas esfuerzo-deformación del ensayo de compresión paralela a la fibra, haciendo uso de la pendiente de la línea ajustada al intervalo entre el 20 y 75% de la carga aplicada a la probeta, como se muestra en la tabla 3-17. Los valores de correlación lineal de los datos obtenidos fueron mayores a 0,968 lo que confirma la linealidad de las curvas. Los coeficientes obtenidos se reportan en el anexo C junto con los gráficos correspondientes.

Tabla 3-17. Parámetros de caracterización ante resistencia a la compresión para muestras de Guadua a. natural

Muestra	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Módulo de Elasticidad	Densidad	Contenido de humedad
	F_c	σ_{LP}	E	ρ	C. H.
	(MPa)	(MPa)	(MPa)	(g/cm ³)	(%)
GNCp1	50,93	38,20	17641,03	0,84	9,99
GNCp2	42,95	32,21	12910,11	0,75	13,25
GNCp3	51,33	38,50	21252,40	0,87	9,23
GNCp4	44,47	33,35	15741,19	0,78	11,58
GNCp5	50,27	37,70	18698,90	0,82	8,62
GNCp6	50,01	37,51	23053,33	0,82	10,61
GNCp7	54,94	41,21	19746,87	0,89	11,07
GNCp8	45,73	34,30	12242,49	0,79	13,05
GNCp9	49,02	36,77	15367,20	0,81	11,85
GNCp9	50,14	37,61	21492,29	0,83	9,57
Promedio	48,98	17814,58	0,82	0,82	10,88
D.S.	3,59	3692,71	0,04	0,04	1,57
C.V.	7,34	20,73	4,96	4,96	14,44

En la tabla 3-18 se presentan los resultados obtenidos durante los ensayos a compresión paralela a la fibra, para las muestras que han sido sometidas a tratamiento térmico (TCp), a tratamiento con solución de glutaraldehído (GACp) y con solución fijadora FAA (FAACp). Los resultados son expuestos con sus respectivos valores de promedio, desviación estándar (DS) y coeficiente de variación (CV). Los valores individuales se muestran en el anexo D.

Tabla 3-18. Resultados estadísticos de la caracterización ante resistencia a la compresión para probetas de *Guadua a.* con diferentes tratamientos.

Probetas	Medida Estadística	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Módulo de Elasticidad	Densidad seca	Contenido de humedad
		Fc (MPa)	σ LP (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	C. H. (%)
Natural	Promedio	48,98	36,73	14251,67	0,82	10,88
	D.S.	3,59	2,69	2954,17	0,04	1,57
	C.V.	7,34	7,34	20,73	4,96	14,44
Testigo temperatura	Promedio	58,06	43,54	16505,85	0,79	10,84
	D.S.	6,52	4,89	2922,22	0,05	1,04
	C.V.	11,24	11,24	17,70	6,28	9,63
Solución FAA	Promedio	71,37	53,53	13871,74	0,72	10,55
	D.S.	5,12	3,84	2846,72	0,06	1,30
	C.V.	7,18	7,18	20,52	9,07	12,27
Glutaraldehído	Promedio	66,19	49,64	16900,21	0,76	11,28
	D.S.	6,67	5,00	1629,52	0,04	1,96
	C.V.	10,08	10,08	9,64	5,04	17,41
Poli-SM	Promedio	69,29	51,97	19098,75	0,84	10,42
	D.S.	6,51	4,88	3737,49	0,05	0,90
	C.V.	9,39	9,39	19,57	6,31	8,65
Glutaraldehído + poli-SM	Promedio	82,71	62,03	16980,86	0,79	11,27
	D.S.	8,59	6,44	3333,18	0,05	1,08
	C.V.	10,39	10,39	19,63	6,09	9,62
Glutaraldehído + poli-SMB	Promedio	83,62	62,71	20034,39	0,83	11,28
	D.S.	9,37	7,03	4070,11	0,06	1,42
	C.V.	11,21	11,21	20,32	7,70	12,59

Los resultados referentes al módulo de elasticidad muestran una alta dispersión de los datos, de acuerdo con los valores de desviación estándar y del coeficiente de variación. El comportamiento elástico de la *Guadua a.* en las probetas falladas a compresión paralela muestran una heterogeneidad cercana al 20%, valor relativamente alto al compararse con los coeficientes de variación obtenidos en los resultados de esfuerzo máximo y esfuerzo en el límite plástico. Sin embargo, es de anotar que no se realizó eliminación de datos atípicos, ya que se mantuvo el análisis sobre el total de las probetas ensayadas.

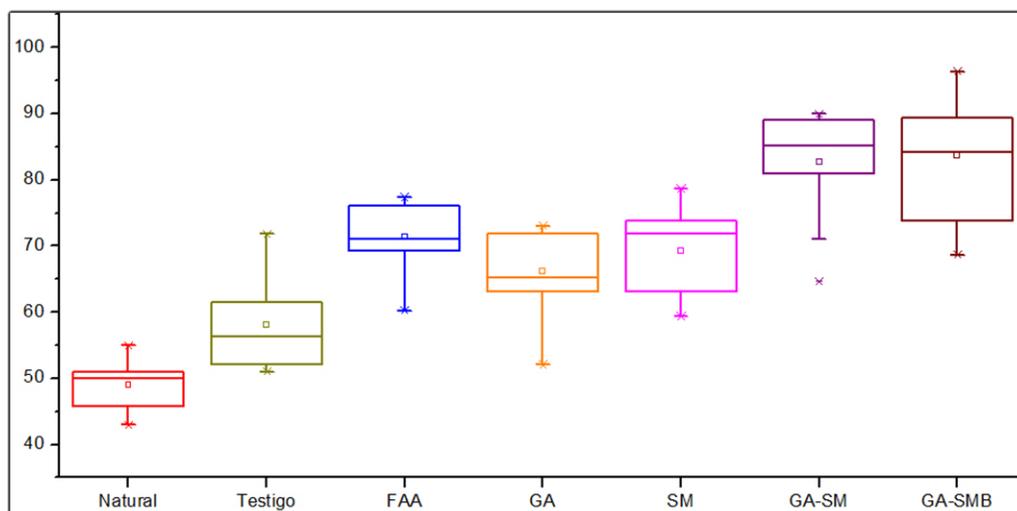
El uso de pequeñas probetas en ensayos a compresión paralela a la fibra reportados por Dixon y Gibson (2014), usando bambú Moso, arrojó como resultado valores de esfuerzo máximo entre 40-110 MPa con C.H. aproximado a 7%. Comparado con los valores reportados en la literatura para probetas cilíndricas, entre 45-65% en condiciones verde, los autores a través de una serie de ecuaciones empíricas correlacionaron los resultados, y concluyeron en la implementación de la norma ASTM D-143-99 a pequeñas muestras de bambú.

Gonzales B. *et. al.* (2008) mencionaron que el valor del esfuerzo máximo para una probeta cilíndrica elaborada en relación 1:1 relación diámetro: altura del culmo de *Guadua angustifolia* Kunth, es de 43,62 MPa con un contenido de humedad de 12,4 %. Takeuchi y González (2007) reportaron valores de esfuerzo máximo entre 50,6 y 59,7 MPa para la especie macana en seco, con valores de módulo de elasticidad entre 17,4 y 18,16 GPa. En cuanto Correal y Arbeláez (2010), para la *Guadua a.* atlántico de cuatro (4) años de madurez y densidades entre 620-900 Kg/m³, reportaron valores de esfuerzo máximo entre 37,6-42,1 MPa y módulos de elasticidad entre 14,9-20,6 MPa. En general los autores remarcaron la influencia que ejerce la madurez del culmo, densidad y contenido de humedad en los resultados. Peña L. (2009) además reportó un aumento mayor al 50% de la resistencia a la compresión, al tratar las probetas de *Guadua a.* infiltradas con ácido bórico/bórax, o con urea formaldehído.

Los resultados obtenidos en pequeñas probetas de *Guadua a.* usados en esta investigación arrojaron valores de máximo esfuerzo (Fc) entre 42,95-54,94 MPa, para probetas entre 0,75-0,89 (g/cm³) de densidad y 13,25-8,62 % de contenido de humedad. El módulo de elasticidad se encontró entre 12,2 y 23,0 GPa. El cotejo con los valores reportados en literatura indicó que los resultados obtenidos son muy aproximados.

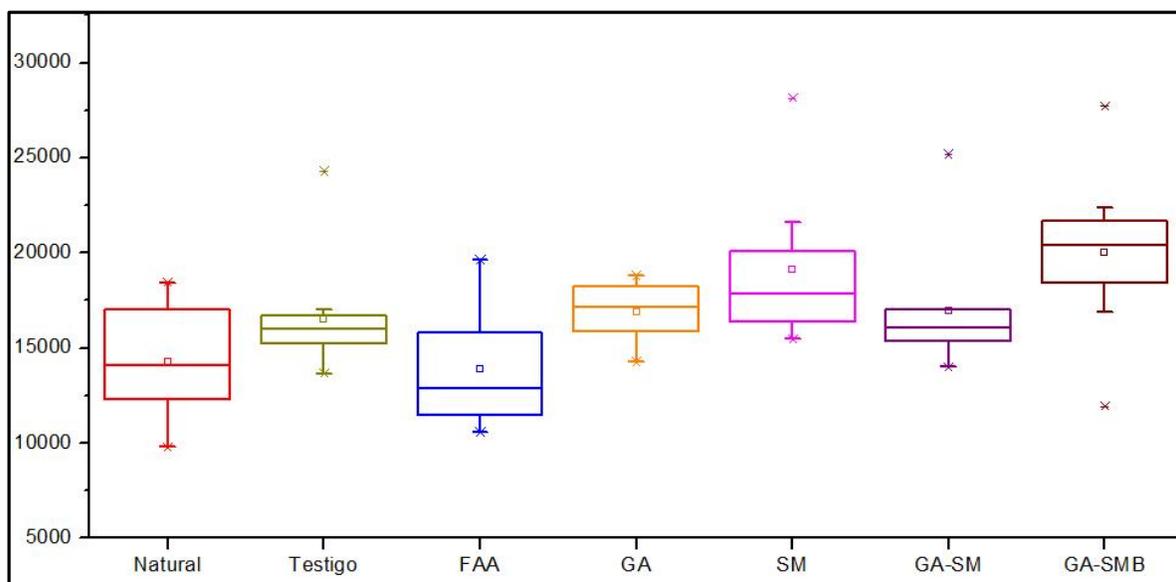
Los diagramas de cajas presentados en la figura 3-35 permiten identificar los efectos que causan los diversos tratamientos sobre las probetas. Como se observa, el tratamiento térmico aumenta los valores de esfuerzo máximo (Fc). Los tratamientos de infiltración también aumentan los valores de Fc, siendo mayor el valor encontrado usando la solución FAA. En cuanto a la impregnación con polímeros, los resultados son reportados para las muestras previamente infiltradas con solución de glutaraldehído 2,5%. Los resultados muestran promedios muy cercanos, pero la dispersión de los datos es notable en las probetas que contienen poli-(St-co-MMA-BuA). El dato fuera del intervalo en el grupo de las probetas impregnadas con poli-(St-co-MMA) no se eliminó, con el fin de estudiar la heterogeneidad inherente a la complejidad propia de las muestras.

Figura 3-35. Valores de esfuerzo máximo obtenidos por ensayo de compresión paralela a la fibra (MPa)



Los valores obtenidos para el módulo de elasticidad (MOE) por ensayo a compresión paralela a las fibras, mostrados en la figura 3-36, permiten inferir el efecto que cada tratamiento ejerce en las probetas. La comparación usando las probetas naturales como referencia, mostró que la infiltración con solución FAA redujo el valor del MOE, en cuanto que el mayor valor se logró en las muestras infiltradas con glutaraldehído y posteriormente impregnadas con poli-(St-co-MMA-co-BuA). La impregnación con poli-(St-co-MMA) disminuyó el valor del MOE, con respecto al tratamiento de infiltración.

Figura 3-36. Valores de módulo de elasticidad obtenidos por ensayo de compresión paralela a la fibra (MPa)



La variación porcentual de los resultados con respecto a los valores del material sin tratamiento se muestra en la tabla 3-19. Las probetas sometidas a tratamiento térmico indican una modificación de 18,54% de la resistencia máxima, mientras que la infiltración con glutaraldehído indica el 35,14%, y el uso de la solución FAA un 45,71%. Sin embargo, el comportamiento de la resistencia en el límite de proporcionalidad difiere en la muestra tratada con glutaraldehído, ya que su valor aumentó, influyendo sobre el módulo de elasticidad.

El tratamiento que mayor implicó pérdida de densidad y de contenido de humedad fue el uso de la solución fijadora FAA. Las probetas impregnadas con poli-(St-co-MMA) mostraron aumento de la resistencia, siendo 41,47% cuando no se realiza la infiltración de glutaraldehído, y de 68,86% al precederse la infiltración. Las probetas infiltradas con GA 2,5% e impregnadas con poli-(St-co-MMA-co-BuA) reportaron el mayor valor de resistencia. Es de anotar que los altos valores obtenidos en las muestras impregnadas, tienen implícito el efecto del proceso térmico, y en los últimos dos casos, la infiltración de GA.

Saiful *et. al.* (2012). Reportaron aumento de la resistencia máxima de madera de caucho usando pretratamiento con solución alcalina entre 18-20% y del módulo de elasticidad entre 7-10%, mientras que la impregnación con poli-(St-co-MMA) luego de la mercerización conllevó a un aumento entre 66-86% del esfuerzo y 48-61% del MOE. Yildiz Ü *et. al.* (2005), reportaron que la polimerización usando monómeros de estireno y de metacrilato de metilo en pequeñas probetas de árbol de pino, aumentó la resistencia de las muestras entre 10-44% y el módulo de rotura entre 6-24%.

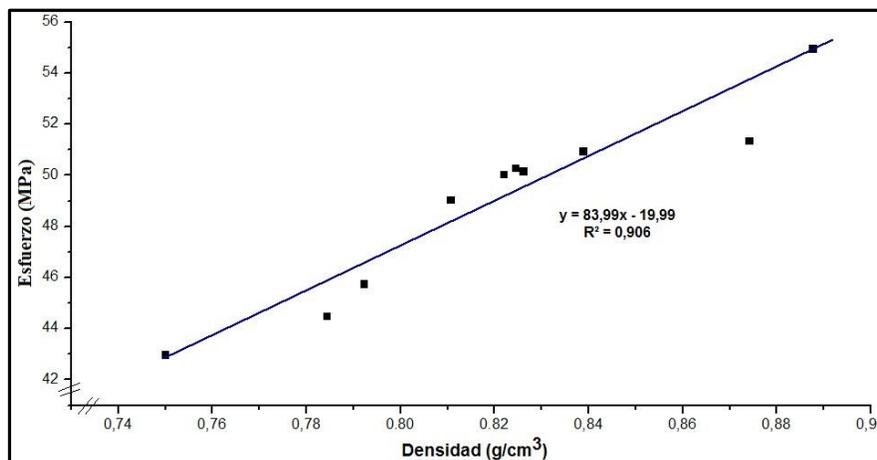
Tabla 3-19. Variación porcentual con referencia a los valores de las probetas de *guadua a.* en estado natural en ensayo a compresión paralela a la fibra

Muestra	Nomenclatura	Esfuerzo Max. (%)	Esfuerzo en LP (%)	Módulo de Elasticidad (%)	Densidad Seca (%)	Contenido de humedad (%)
Testigo temperatura	T-Cp	18,54	18,54	15,82	-3,66	-0,37
Solución FAA	FAA-Cp	45,71	45,74	-2,67	-12,20	-3,03
Glutaraldehído	GA-Cp	35,14	35,15	18,58	-7,32	3,68
Poli-SM	SM-Cp	41,47	41,49	34,01	2,44	-4,23
Glutaraldehído + poli-SM	GA-SM-Cp	68,86	68,88	19,15	-3,66	3,58
Glutaraldehído +poli-SMB	GA-SMB-Cp	70,72	70,73	40,58	1,22	3,68

El valor de la densidad presenta una alta correlación lineal con la resistencia a la carga ejercida sobre las fibras del bambú, como han publicado Tommy Y. *et. al.* (2004), Osorio *et.al.* (2005a) y Takeuchi C. (2014) en relación a la *Guadua a.* En la figura 3-37 se muestra la linealidad referida a los valores de densidad de las probetas ensayadas a compresión paralela a la fibra usando muestras de *Guadua a.* natural, es decir sin tratamiento térmico o químico.

En el anexo C se muestran los gráficos organizados por grupo de tratamiento. En general, los resultados mostraron una tendencia a aumentar el valor de resistencia máxima con el valor de la densidad. Este comportamiento fue observado también para los valores del MOE. En el anexo también se muestran los gráficos del esfuerzo en función del contenido de humedad de las probetas. El coeficiente de linealidad confirma la relación entre esas variables, siendo que a medida que se disminuye el contenido de humedad, el esfuerzo máximo aumenta.

Figura. 3-37. Resistencia a la compresión en función de la densidad



En la tabla 3-20 se muestran los valores que describen el comportamiento lineal del esfuerzo en función de la densidad de las probetas sobre las que se han realizado los tratamientos químicos y térmicos. Se observó que la co-relación lineal disminuye con el tratamiento químico, y para el caso de infiltración con solución FAA, disminuye la razón de cambio entre las variables. Ya en el análisis microscópico se había determinado que la solución FAA afecta agresivamente a las fibras causando retracción volumétrica de las probetas.

Tabla 3-20. Factores de linealidad del esfuerzo en función de la densidad de las probetas de guadua angustifolia

Muestra	d (g/cm ³)	r	m	b
Natural	0,83	0,91	83,99	-19,99
Testigo	0,79	0,91	125,60	-41,27
GA	0,76	0,87	162,30	-57,49
FAA	0,72	0,80	70,82	20,71
SM	0,79	0,82	158,18	-39,54
SMB	0,83	0,86	135,93	-29,39

En el anexo C, además se muestran los gráficos de los cuales se extrajeron los coeficientes de linealidad entre los datos que avalan la correlación entre el esfuerzo máximo y el contenido de humedad. Bajos valores de contenido de humedad presentan mayores valores de resistencia. Como se mostró en la tabla 3-19, cada tratamiento afecta el contenido de humedad. Como por ejemplo, durante el proceso de secado, la infiltración con solución FAA y con la impregnación con poli-(St-co-MMA). Sin embargo, de acuerdo a los resultados, ese aumento del contenido de humedad durante el proceso no afecta el valor de resistencia máxima, lo que significa que es el proceso que ha ejercido el efecto sobre la propiedad mecánica.

3.3.1.6.2. Ensayo a flexión longitudinal

La importancia de la resistencia a la flexión del bambú para su aceptación como elemento versátil de construcción, conllevó al análisis del comportamiento de las probetas de *Guadua a.* en este trabajo. Como se argumentó en páginas anteriores, fue necesario el uso de pequeñas muestras para realizar las infiltraciones e impregnaciones, de acuerdo con Dixon y Gibson (2014) quienes también elaboraron las probetas de bambú adaptando la norma ASTM D143-09, sin nudo ni corteza externa. Se ensayaron diez (10) probetas naturales, testigos térmicos, infiltrada con glutaraldehído, infiltradas con solución FAA, y las impregnadas de acuerdo a la posición indicada en la tabla 3-15.

En la figura 3-38 se presenta el comportamiento característico de una probeta para ensayo a flexión longitudinal, correspondiente a la probeta FNat8. La curva indica la carga contra el desplazamiento, y con base en esos datos se obtuvieron los valores de esfuerzo en el límite de proporcionalidad (σ_{LP}), la carga máxima (P_{max}) y el módulo de elasticidad (E). Para obtener los valores se utilizó un formato creado por las profesoras: Patricia Luna y Caori Takeuchi, de la Universidad Nacional de Colombia, en el cual se tiene en cuenta las siguientes ecuaciones:

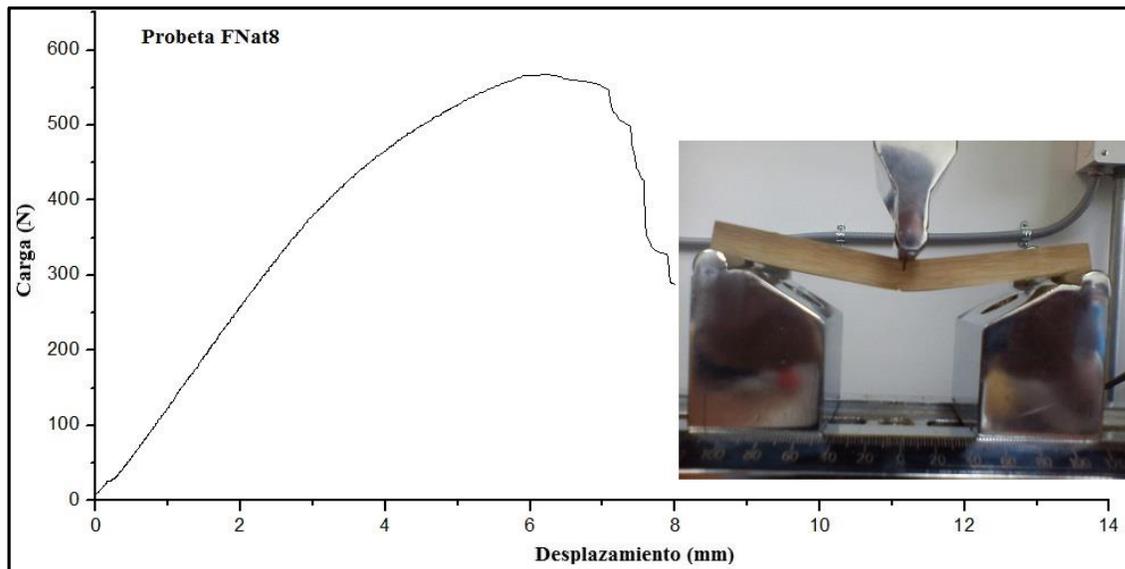
$$\sigma_{LP} = \frac{0,75M_{max}}{S} \quad \text{Ec. 3-10}$$

$$E = \frac{PL^3}{\Delta 48EI} \quad \text{Ec. 3-11}$$

El esfuerzo en el límite de proporcionalidad se calculó para cada probeta con el 75% de la carga máxima lograda en el ensayo. En la ecuación 3-10, S indica el modulo elástico de la sección, L la luz de apoyos, M_{max} el momento en el centro de luz y P_{max} la fuerza máxima aplicada. El módulo de elasticidad se calculó usando el grupo de datos entre el 20 y el 75%

de la carga máxima (P_{\max}), en la ecuación 3-11 Δ indica el desplazamiento en el centro de la luz, e I el momento de inercia de la sección transversal.

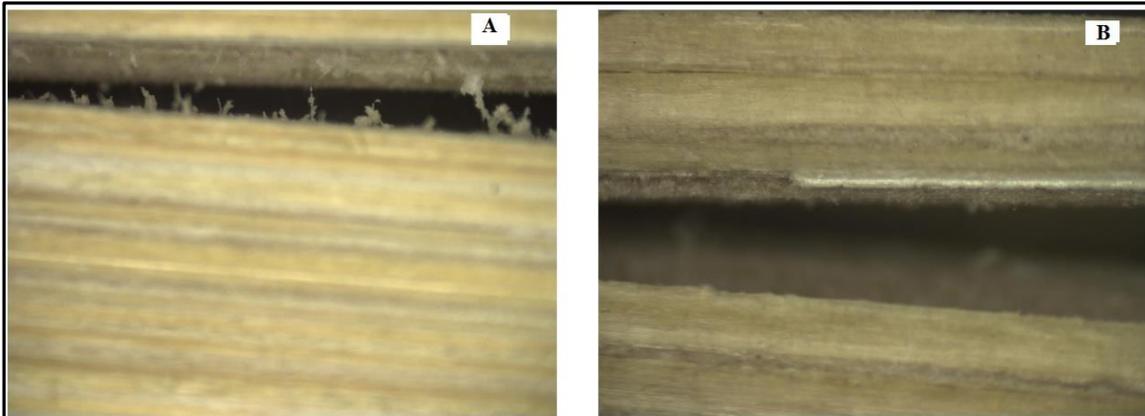
Figura 3-38. Curva de carga – desplazamiento de la probeta FNat8



El comportamiento observado en la mayoría de las muestras fue la deformación de la probeta sin identificación de fisuras o desprendimiento de fibras. Al alcanzar el esfuerzo máximo se observa como las fibras localizadas en la región inferior se rompen. Luego, el aplastamiento y la rotura continúan aumentando, pero al retirarse la carga, las probetas tendieron a reponer su energía potencial elástica en dirección al punto central de flexión.

En la figura 3-39 se presentan algunas microfotografías 10X que diferencian los desprendimientos de las microfibras durante el ensayo de flexión, en una probeta natural (A), comparada con una probeta infiltrada con glutaraldehído e impregnada con poli-(St-co-MMA-co-BuA). Se observó una sustancia blanca que caracterizaría al polímero depositado en el tejido, y que permitió inferir que la zona de impregnación (más arriba de donde corrió la rotura) no causó directamente la rotura presentada por la probeta durante el ensayo a flexión (B).

Figura 3-39. Microfotografías de probeta natural (A) y probeta impregnada con polímero (B) luego del ensayo a flexión.



De acuerdo con los resultados obtenidos para las probetas de *Guadua a.* en la tabla 3-21, las probetas denominadas como natural con contenido de humedad promedio de 12,64% y densidad de $0,81 \text{ g/cm}^3$, presentan los valores cercanos a 113,24 MPa de esfuerzo máximo y 11,6 GPa de módulo de elasticidad que fueron reportados por Takeuchi (2014), para pequeñas probetas prismáticas de la misma especie. Lobo *et.al.* (2014) reportaron valores de 120 MPa para probetas de *Guadua a.* con contenidos de humedad cercanos a 5%, y MOE entre 10 y 20 GPa. Gonzáles H. *et. al.* (2007) reportaron esfuerzo de rotura de probetas con contenido de humedad cercano al 10% de 128,8 MPa y MOE de 14,1 GPa. Los resultados obtenidos para las probetas usadas como testigo térmico, en las cuales el contenido de humedad promedio es de 9,48% y densidad de $0,81 \text{ g/cm}^3$, los valores obtenidos, indicaron mayor aproximación a los referenciados por los autores mencionados que usaron cuerpos de prueba mayores.

El contenido de humedad y la densidad afectan la resistencia a la compresión, flexión y corte, de acuerdo con Zaragosa-Hernández *et.al.* (2015), aumenta con la densidad y disminuye con el contenido de humedad. Los tratamientos usando infiltraciones con solución de FAA disminuyeron los valores de resistencia y de MOE, a diferencia de la solución de glutaraldehído, teniendo en cuenta que la densidad y el contenido de humedad promedio de

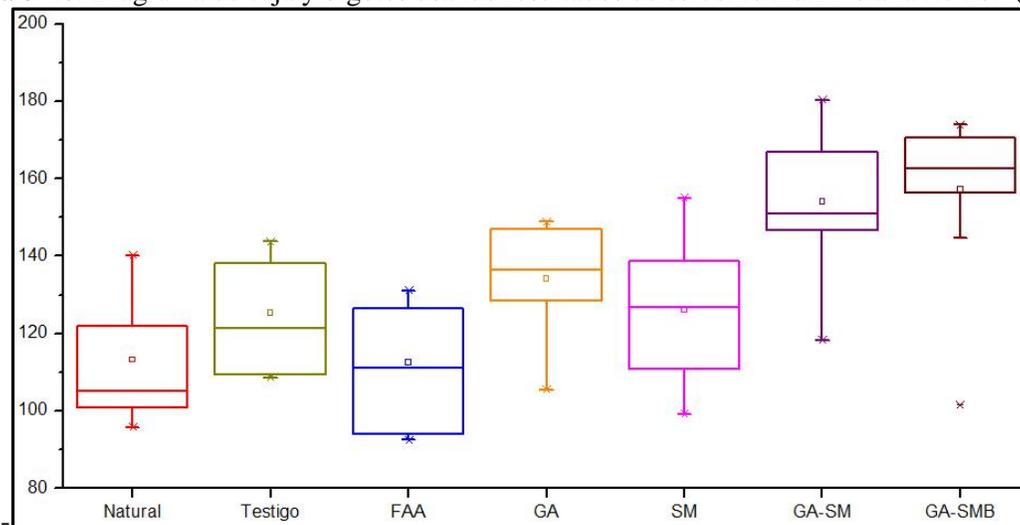
las probetas son semejantes. Por tanto, la infiltración con solución de glutaraldehído al 2,5% genera mayores valores de resistencia a la flexión que la infiltración con solución fijadora FAA, proceso que además no presenta diferencia significativa con los resultados proporcionados usando las probetas en estado natural.

Tabla 3-21. Valores obtenidos de las probetas falladas a flexión

Muestra	Medida Estadística	Esfuerzo en LP	Esfuerzo Max.	Módulo de Elasticidad	Densidad seca	Contenido de humedad
		σ_{LP} (MPa)	Fr (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	CH (%)
Nat-F	Promedio	84,80	113,24	11579,96	0,81	10,10
	D.S.	12,18	16,51	1717,08	0,02	0,97
	C.V.	14,36	14,58	14,83	2,26	9,60
Test-F	Promedio	93,91	125,21	13204,40	0,75	9,96
	D.S.	11,04	14,71	2969,85	0,02	1,19
	C.V.	11,75	11,75	22,49	2,27	11,95
FAA-F	Promedio	84,36	112,49	12490,84	0,73	9,48
	D.S.	11,56	15,42	3006,97	0,02	1,20
	C.V.	13,71	13,71	24,07	2,97	12,66
GA-F	Promedio	100,58	134,10	13766,46	0,78	10,69
	D.S.	11,76	15,68	1984,09	0,04	1,33
	C.V.	11,69	11,69	14,41	5,60	12,43
SM-F	Promedio	94,61	126,15	13051,39	0,79	9,75
	D.S.	13,04	17,38	2480,03	0,05	1,42
	C.V.	13,78	13,78	19,00	6,27	14,58
GA-SM-F	Promedio	115,59	154,12	14891,08	0,83	10,53
	D.S.	13,40	17,87	3413,20	0,06	1,06
	C.V.	11,60	11,60	22,92	6,62	10,10
GA-SMB-F	Promedio	117,97	157,30	16836,41	0,82	10,46
	D.S.	16,15	21,54	2077,76	0,03	1,55
	C.V.	13,69	13,69	12,34	3,42	14,85

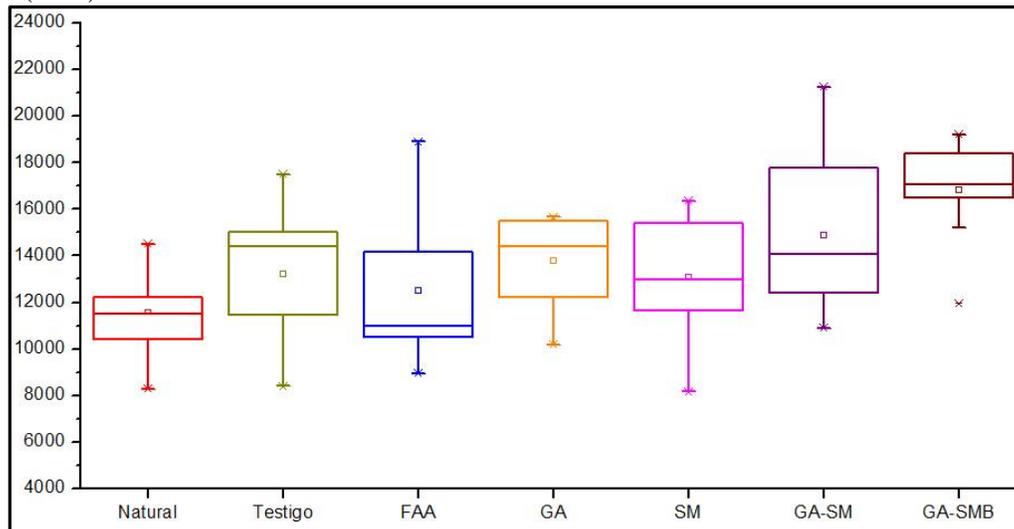
Los diagramas de caja de la figura 3-40 muestran los valores de resistencia máxima a flexión indicando desviaciones significativas del promedio con respecto a la mediana, y la aparición de puntos atípicos, que como ya se expresó, se conservaron dentro de la población analizada estadísticamente. En general, del gráfico se logró inferir que los tratamientos de infiltración con solución de glutaraldehído, e impregnados con poli-(St-co-MMA) y poli-(St-co-MMA-co-BuA) aumentaron significativamente los valores de resistencia a la flexión.

Figura 3-40. Diagrama de caja y bigotes usando resultados de esfuerzo máximo a la flexión (MPa)



Los diagramas de cajas y bigotes de la figura 3-41 indican el módulo de elasticidad hallados en los diferentes grupos ensayados a flexión. Se encontró que la infiltración con glutaraldehído al 2,5% junto con la impregnación de los copolímeros, aumenta significativamente el MOE, presentándose menor dispersión de los valores al usar poli-(St-co-MMA-co-BuA).

Figura 3-41. Diagrama de caja y bigotes usando resultados de módulo de elasticidad en ensayo a flexión (MPa)



Las probetas de acuerdo a los tratamientos a los que se sometieron, presentaron variaciones porcentuales diferentes con respecto a los valores de las probetas denominadas natural. En la tabla 3-22 se presentan los resultados obtenidos. Se encontró que el esfuerzo máximo aumenta con excepción en las probetas tratadas con solución FAA, las cuales mostraron aumento en el módulo de elasticidad a pesar de la disminución de la densidad pero con reducción del contenido de humedad. El mismo comportamiento se encontró en las probetas infiltradas con glutaraldehído, y las impregnadas con poli-(St-co-MMA) sin previo tratamiento de infiltración. Las probetas infiltradas e impregnadas presentaron aumento en la densidad, el esfuerzo máximo y el módulo de elasticidad, aunque hayan mostrado aumento del contenido de humedad. Los resultados de contenido de humedad pueden estar enmascarados por la cantidad de polímero impregnada, su localización dentro del tejido y por ende, el efecto viscoelástico que el polímero impregnado genere en el tejido en el interior de las probetas al calentarse a 105°C, dado que como se explicó en el capítulo 2, los copolímeros impregnados mantienen una temperatura de transición vítrea cercana a 60°C, lo que indica que a temperaturas mayores, el copolímero presentará un comportamiento viscoso y tenderá a fluir en el tejido.

Tabla 3-22. Variación porcentual con referencia a los valores de las probetas de *Guadua a.* en estado natural en ensayo a flexión longitudinal

Muestra	Nomenclatura	Esfuerzo Max. (%)	Esfuerzo en LP (%)	Módulo de Elasticidad (%)	Densidad Seca (%)	Contenido de humedad (%)
Testigo temperatura	T-F	10,74	10,57	14,03	-7,41	-1,39
Solución FAA	FAA-F	-0,52	-0,66	7,87	-9,88	-6,14
Glutaraldehído	GA-F	18,61	18,42	18,88	-3,70	5,84
Poli-SM	SM-F	11,57	11,40	12,71	-2,47	-3,47
Glutaraldehído + poli-SM	GA-SM-F	36,31	36,10	28,59	2,47	4,26
Glutaraldehído +poli-SMB	GA-SMB-F	39,12	38,91	45,39	1,23	3,56

La resistencia a la flexión presenta correlación lineal positiva con la densidad y negativa en función al contenido de humedad, en cuanto el módulo de elasticidad no muestra esa tendencia (Lobo D. 2014). En el anexo D se exponen los gráficos de esfuerzo en función de la densidad y del contenido de humedad. En la tabla 3-23 se presenta un resumen de los valores obtenidos. Los coeficientes de linealidad indicaron que hay una correlación significativa entre los parámetros evaluados en las probetas nombradas como naturales. Los resultados mostraron que el esfuerzo es mayor en probetas con densidad mayor, y el esfuerzo es menor cuando el contenido de humedad mayor. Esa tendencia se mantiene en las probetas denominadas como testigos térmicos. Sin embargo, la infiltración con solución FAA a cambio no presenta esa tendencia de correlación de esfuerzo- contenido de humedad.

En cuanto la densidad, esta continua siendo un parámetro correlacionado con el valor de la resistencia, según los resultados obtenidos en las probetas infiltradas con solución de glutaraldehído, no se presentaron diferencias significativas con las probetas que no fueron infiltradas, mientras que la impregnación con poli-(St-co-MMA-BuA) luego de la infiltración con glutaraldehído, presentó un aumento en el coeficiente de correlación lineal en función de la densidad, pero lo disminuyó en función de lo que se ha asumido como contenido de humedad.

Tabla 3-23. Coeficientes de correlación lineal en los gráficos de esfuerzo en función de la densidad y del contenido de humedad

Muestra	Densidad	Contenido de humedad
Natural	0,6649	0,7583
Testigo térmico	0,5016	0,6449
Solución FAA	0,5210	0,3002
Solución GA (2,5%)	0,7257	0,6555
Poli-(St-co-MMA)	0,4267	0,5651
GA+Poli-(St-co-MMA)	0,4174	0,6596
GA+Poli-(St-co-MMA-BuA)	0,6336	0,3886

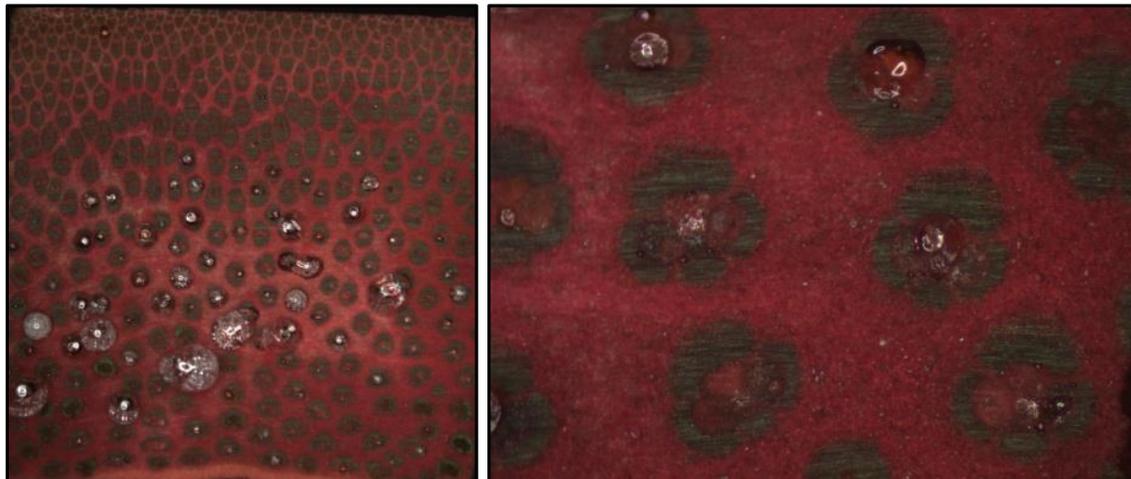
En general de acuerdo a lo expuesto por Ortigosa *et. al.* (2004) sobre las muestras de Pinus Caribaea y Eucaliptus Grandis, las diferencias en la impregnación son debidas a la estructura anatómica de la especie. Por tanto, se puede inferir de los resultados de los ensayos mecánicos, que el comportamiento de las probetas además de ser asociado a la naturaleza de la muestra, es afectado por el proceso al que se haya sometido.

3.3.1.7. Caracterización del material impregnado con polímeros

3.3.1.7.1. Microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido

Las probetas impregnadas con los copolímeros fueron analizadas a través de microscopia óptica. Las imágenes de la figura 3-42, mostraron la presencia de los copolímeros que habían fluido fuera del tejido por causa del calentamiento en la estufa. No se evidenció presencia del material polimérico en todos los vasos, pero si generalmente en los de mayor tamaño.

Figura 3-42. Imágenes captadas en microscopio óptico



La figura 3-43 muestra las imágenes captadas sobre un corte transversal de una probeta infiltrada con GA e impregnada con poli-(St-co-MMA) (Fig. 3-43 A) y otra impregnada con poli-(St-co-MMA-co-BuA) (Fig. 3-43 B). El material polimérico parece cubrir también parte del parénquima, además de evidenciarse parte de este en el metaxilema, protoxilema y floema. La imagen B a diferencia de la A, fue realizada sobre la muestra lijada manualmente con diferentes lijas hasta 1200. La fricción causaba calentamiento de la superficie de la probeta, lo que difuminaba la imagen, interfiriendo en la identificación del parénquima. La figura 3-44 muestra las microfotografías sobre los cortes transversales infiltradas con GA e impregnada con poli-(St-co-MMA) (Fig. 3-44 A) y otra impregnada con poli-(St-co-MMA-co-BuA) (Fig. 3-44 B). Las imágenes presentan vasos de metaxilema parcialmente impregnados con el copolímero.

Figura 3-43. Imágenes captadas en microscopio óptico 10X sobre un haz vascular en un corte transversal en las probetas de *Guadua a.*

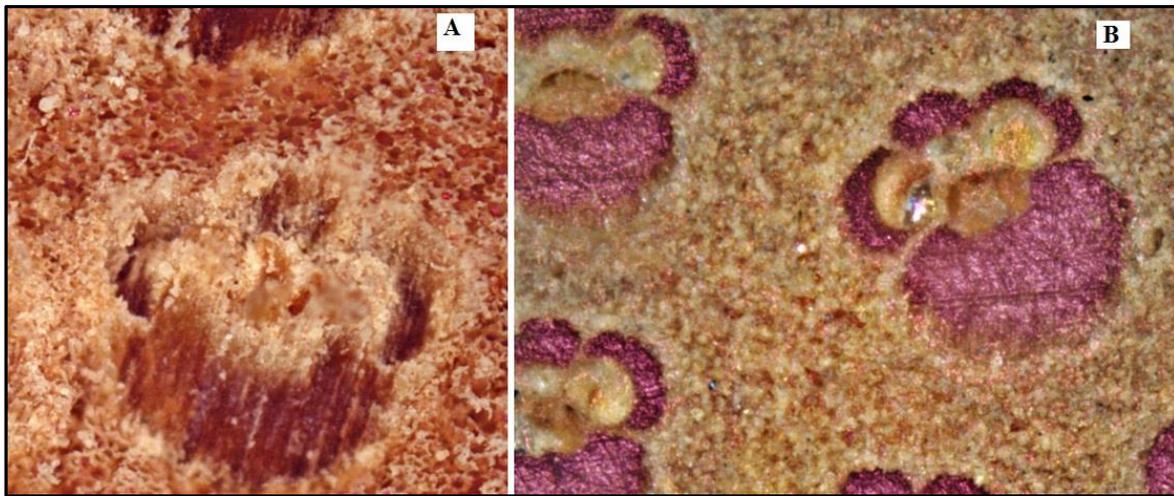
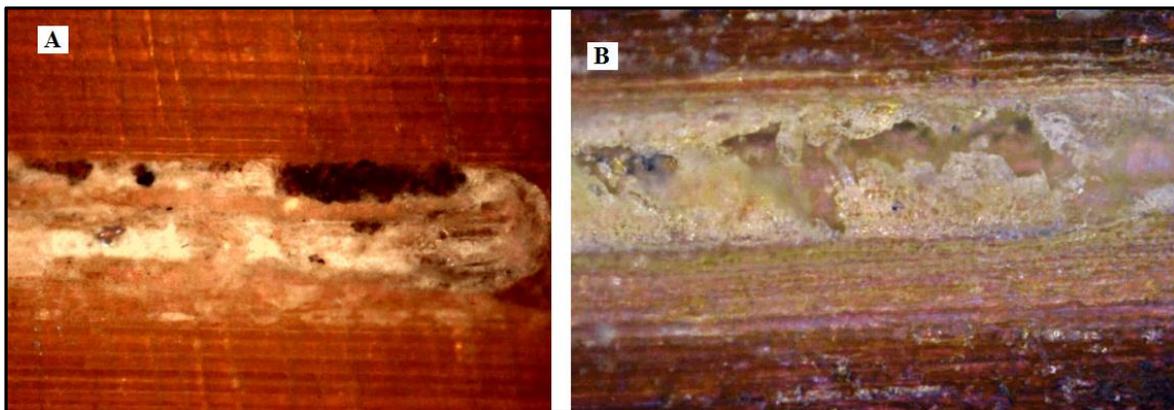


Figura 3-44. Imágenes captadas en microscopio óptico 10X sobre un haz vascular en un corte longitudinal en las probetas de *Guadua a.*



La microscopía electrónica de barrido requiere de escanear la superficie de la muestra usando un haz de electrones para formar la imagen. Las muestras infiltradas con GA e impregnadas con poli-(St-co-MMA-co-BuA), expuestas al microscopio, mostraron un calentamiento tal que se modificó la morfología del copolímero. En la figura 3-45 se presenta la microfotografía en 500X, se logra identificar la pared del vaso con los pits que permitirían el paso de material, así como restos de almidón y residuos del polímero solidificado luego de la fusión que tomó lugar durante el escaneo. La figura 3-46 presenta una microfotografía en 500X de la región del parénquima en la misma muestra de la figura anterior. No se logra identificar claramente material polimérico almacenado, en parte por falta de resolución, dado

que los átomos constituyentes del material lignocelulósico y del copolímero son los mismos, carbono, hidrogeno y oxígeno, por lo que el equipo no logra realizar una diferenciación significativa. Sin embargo, se notó en las microfotografías relieves que indican una apariencia morfológica diferente de las muestras sin tratamiento de infiltración o impregnación.

Figura 3-45. Microfotografía de vaso de metaxilema impregnado con copolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA)

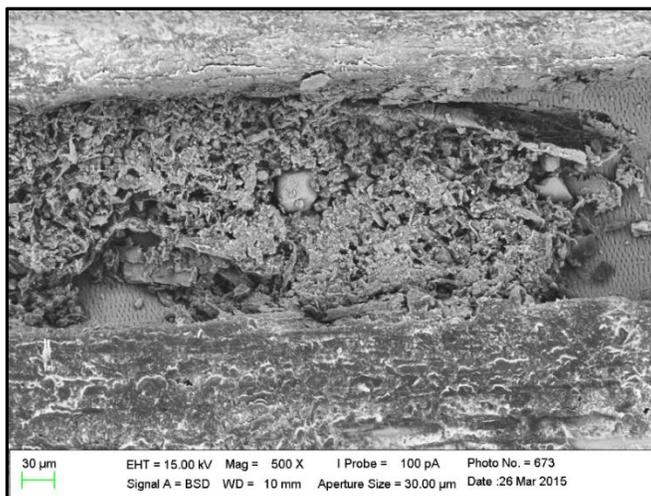
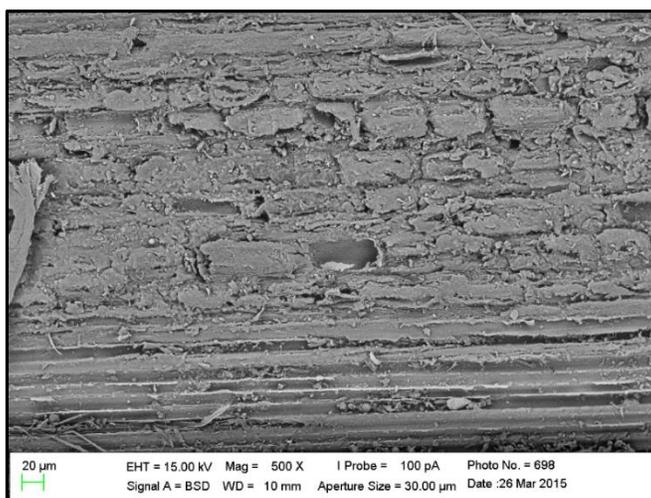


Figura 3-46. Microfotografía de parénquima y fibras en muestra impregnada con copolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA)



Chiozzini (2007), tras la observación en el microscopio electrónico de barrido (SEM) concluye que el camino con mayor probabilidad para permitir el flujo del líquido a través del culmo son los vasos de mayor diámetro, es decir, los más internos cercanos al diafragma. A partir de las microfotografías se logró identificar que la distribución de las sustancias en el interior no es homogénea, y que algunas regiones del parénquima cercano al vaso sirven como depósito de las sales a pesar de la escasa difusión del material a través de las membranas. Los resultados concuerdan con lo expresado por Liese, W. (2004). El tejido conductor representa cerca de un 10% del volumen total del culmo, y son un espacio disponible para los tratamientos de preservación por desplazamiento de savia, y para la infiltración de sustancias, sin embargo, Keplinger *et.al.* (2015) comprobaron la alteración de los grupos hidroxilo de la celulosa en las paredes celulares de la madera a partir de anhídrido metacrílico, e identificaron la presencia de injertos poliméricos como resultado de la polimerización “in situ” usando monómeros de estireno en la misma región del tejido.

3.3.1.7.2. Difracción de rayos X (DRX)

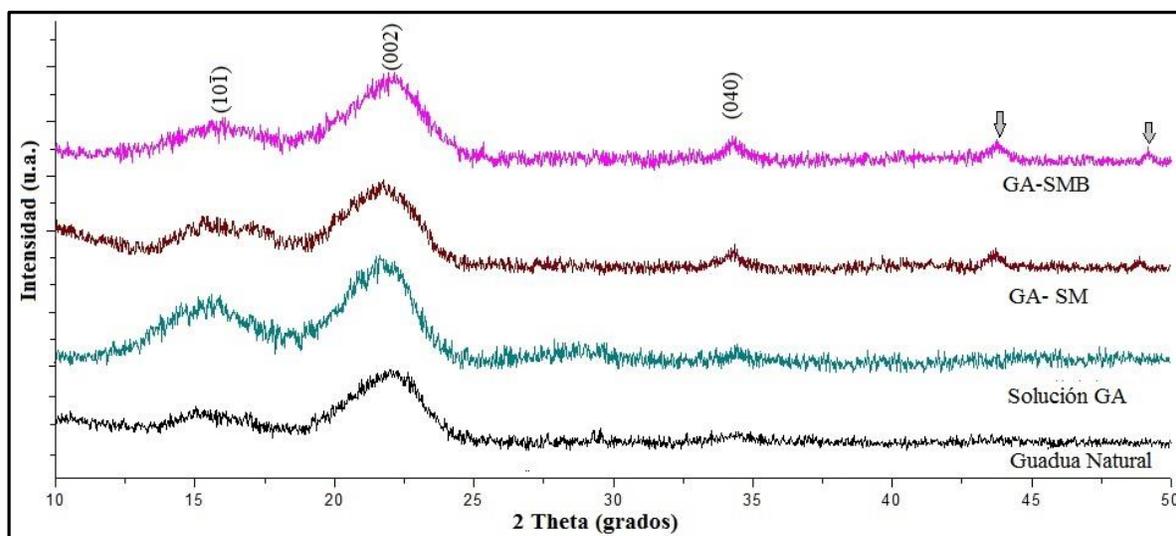
El análisis por medio de difracción de rayos X fue realizado sobre una muestra compuesta de 2 de las probetas usadas para los ensayos de compresión y de flexión. Siendo parte de la muestra, el sobrante de las probetas usadas para el análisis microscópico.

El difractograma de la figura 3-47 muestra que el material lignocelulósico en estudio presenta reflexión predominante en los planos de celda (002) y $(10\bar{1})$, los cuales para el material lignocelulósico natural es representado por los picos 22.02° y 15.16° . Las difracciones propias de la muestra natural y de la muestra con tratamiento químico usando la solución fijadora de tejido GA se establecieron como parámetro de cotejo con las muestras impregnadas, ya que teniendo en cuenta los resultados obtenidos en el capítulo de esta tesis que trata sobre el material lignocelulósico, se optó por realizar la impregnación con los polímeros sobre las muestras tratadas con la solución de glutaraldehído.

Los difractogramas de las muestras infiltradas con glutaraldehído al 2,5% e impregnadas con poli-(St-co-MMA), nombrada como GA-SM, y la de GA-SMB que se refiere al poli-(St-co-MMA-co-BuA), presentan poca diferencia entre ellos, sin embargo,

fueron marcadas dos flechas que indican la aparición de dos nuevos picos en 44.03 y 49,16°, los cuales no se refieren a la cristalinidad del copolímero ya que esos compuestos son esencialmente amorfos. Lo anterior, puede deberse a las modificaciones causadas por los copolímeros en el interior del material lignocelulósico, permitiendo así que se evidencie ese nuevo plano de red. Saiful *et.al.* (2012), también publicaron la aparición de nuevos picos en esa región amorfa del difractograma entre 40 y 75°, luego de impregnar y polimerizar pequeñas muestras de madera del árbol de caucho (*Heveas brasiliensis*) con monómeros de St/MMA. La aparición de los picos en 43.6, 49.1, 49.2, 50.9 y 72.7° fue atribuida por dichos autores a la formación de material compuesto de los monómeros en el interior de la madera.

Figura 3-47. Difractograma comparativo de las muestras de *Guadua a.* con proceso de impregnación, infiltración y natural.



El índice de cristalinidad de las muestras que se presenta en la tabla 3-24 se refieren a los difractogramas presentados en la figura 3-47, sin embargo, la realización de duplicados de los análisis cristalográficos permitió conocer que el coeficiente de variación de las medidas fue inferior a 6%. De acuerdo con los resultados de la polimerización “in situ” con las diferentes mezclas de monómeros se observó una leve disminución del índice de cristalinidad, lo que pudo ser consecuencia de la retención de material amorfo sumado al

hecho de la modificación o la extracción de la celulosa cristalina durante la infiltración de los monómeros. Xiaoying *et.al* (2012) usando pequeñas probetas de madera del Álamo tras la polimerización “in situ” con monómeros de St/MMA refieren la pérdida de la cristalinidad en 8,0%, asociándola a la retención de material amorfo dentro del lumen celular.

Tabla 3-24. Influencia de la infiltración e impregnación con copolímeros sobre el índice de cristalinidad del material lignocelulósico de la *Guadua a.*

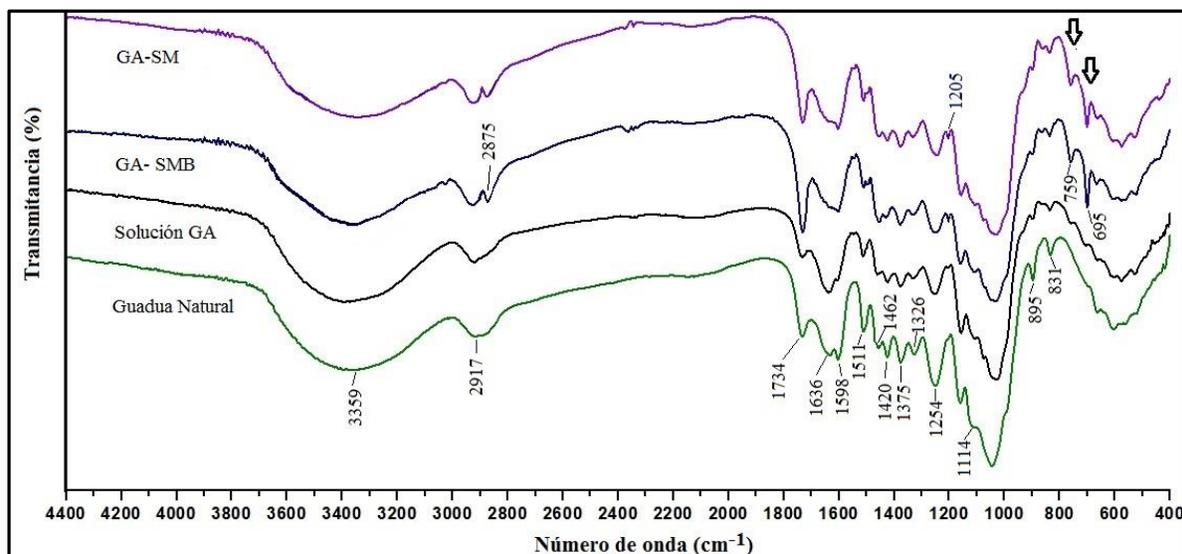
Muestra	I ₀₀₂	I _{amorfo}	C.I. (%)
Natural	929	388	58,23
Tratada con solución GA	1112	395	64,79
Impregnadas con poli-(St-co-MMA)	879	371	57,80
Impregnadas con poli-(St-co-MMA-co-BuA)	863	385	55,39

Los resultados obtenidos mostraron en general que la fracción cristalina del material lignocelulósico natural fue modificada por el tratamiento de polimerización, y que la adición del acrilato de butilo no contribuye significativamente a la pérdida de cristalinidad.

3.3.1.7.3. Espectrofotometría por infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

Los análisis realizados por espectrofotometría de infrarrojo (FTIR) mostraron diferencias notorias entre los espectros de la *Guadua a.* natural y la modificada por la infiltración con solución fijadora de tejidos GA, comparadas con las muestras impregnadas con los copolímeros poli-(St-co-MMA) y poli-(St-co-MMA-co-BuA), como se observa en la figura 3-48. Cabe mencionar que la discusión sobre las modificaciones en el material natural y el tratamiento con soluciones fijadoras ya se realizó en páginas anteriores, por tanto en este apartado se enfocará en los tratamientos de impregnación con los copolímeros.

Figura 3-48. Espectros en el infrarrojo de las muestras natural y las impregnadas con copolímeros.



La banda en 3359 cm^{-1} debido al grupo -OH se reduce y muestra alteración de su forma, lo que supone la disminución de absorción de agua o modificación de los grupos hidroxilo de la celulosa, confirmándose estas hipótesis con la disminución del pico en 1636 cm^{-1} . El pico en 2917 cm^{-1} referido al estiramiento del grupo C-H de la celulosa, hemicelulosa y lignina mostró un pico adjunto en 2875 cm^{-1} , como habían mencionado Saiful *et.al.*(2012) en 2924 cm^{-1} , en la obtención de compósitos de madera con mezclas de monómeros de St/MMA.

Como fue expuesto en el capítulo sobre los copolímeros, los picos en 1734 cm^{-1} debido al estiramiento del grupo carbonilo (C=O) y en 1205 cm^{-1} representan al estiramiento del C-O son representativos de los acrilatos como el acrilato de butilo y el metacrilato de metilo que son parte de los monómeros usados en la polimerización “in situ”. En el espectro se logra observar un ligero incremento en estos picos a pesar que pueden estar afectados por las vibraciones propias de la hemicelulosa y lignina, indicando la presencia de dichos compuestos. En cuanto al estireno, sus picos principales, como se mencionó en el capítulo dedicado a los copolímeros, se encuentran en 694 cm^{-1} y 787 cm^{-1} debida a la deformación de los grupos C-H y a la deformación de resonancia vibratoria del anillo bencénico. Esos picos

en el espectro de la figura 3-48 aparecen en 695 y 759 cm^{-1} y se indican con una flecha dada la relevancia de su aparición para comprobar la presencia de los copolímeros en el interior del material lignocelulósico.

3.3.1.8. Porcentaje de absorción de agua

Entre las deficiencias reportadas para el uso del bambú como elemento estructural, se encuentra la alta tasa hidrofílica que presenta ese material. El hinchamiento o retracción del bambú causa modificaciones sobre los elementos estructurales. Para el estudio se escogieron nueve (9) probetas con el fin de determinar la variación dimensional, en masa y densidad que se produce durante tiempos de inmersión de 1, 8, 24,48, 336 y 720 horas en agua, como se muestra en la figura 3-49. La tabla 3-25 presenta los resultados obtenidos en cuanto al aumento de peso durante la absorción. El tratamiento térmico no muestra un efecto notable sobre los resultados, a diferencia de las muestras infiltradas con solución GA, e impregnadas con los copolímeros poli-(St-co-MMA) y poli-(St-co-MMA-co-BuA). En términos de variación porcentual la tabla 3-26 muestra que se logra una disminución de 33,98 y 31,52% en la absorción de agua, respectivamente.

Figura 3-49. Ensayo de absorción de agua en probetas de *Guadua a.*



Tabla 3-25. Porcentaje de absorción de agua de las probetas de *Guadua a.*

Probeta	Parámetro estadístico	Tiempo (h)					
		1	8	24	48	336	720
Natural	Prom.	0,21	1,57	11,63	15,60	22,90	30,11
	D.S.	1,81	2,04	1,54	2,11	3,71	3,38
	C.V.	866,29	130,21	13,22	13,52	16,22	11,21
Testigo térmico	Prom.	1,11	2,03	12,26	14,13	19,74	29,32
	D.S.	1,15	0,83	1,74	1,87	1,42	3,27
	C.V.	103,43	40,98	14,18	13,24	7,21	11,16
GA	Prom.	0,28	2,23	11,22	13,38	17,41	25,69
	D.S.	1,69	1,18	2,19	2,11	2,06	2,76
	C.V.	599,36	53,02	19,52	15,76	11,82	10,76
SM	Prom.	-0,22	1,19	11,07	14,39	20,48	26,52
	D.S.	1,42	1,12	2,31	2,00	1,88	2,40
	C.V.	-653,54	94,27	20,88	13,89	9,16	9,04
GA-SM	Prom.	1,04	1,72	9,75	10,57	16,72	19,88
	D.S.	0,65	0,57	1,24	1,55	2,16	1,95
	C.V.	62,97	33,12	12,69	14,69	12,94	9,81
GA-SMB	Prom.	0,88	1,61	10,84	13,07	17,30	20,62
	D.S.	0,51	0,87	1,09	0,68	0,51	1,37
	C.V.	58,36	53,94	10,03	5,22	2,94	6,66

Tabla 3-26. Variación porcentual de la absorción de agua en las probetas a diferentes tiempos de inmersión

Muestra	Tiempo (h)					
	1	8	24	48	336	720
Testigo	428,74	29,90	5,41	-9,45	-13,81	-2,64
GA	34,44	42,47	-3,54	-14,26	-23,98	-14,70
SM	-203,70	-23,88	-4,78	-7,77	-10,59	-11,95
GA-SM	396,48	9,59	-16,21	-32,22	-26,97	-34,00
GA-SMB	320,23	2,83	-6,81	-16,20	-24,46	-31,52

La absorción de agua conlleva un hinchamiento de la probeta. En el anexo E se presentan los resultados obtenidos a partir del análisis de esos parámetros durante el tiempo de análisis. La tabla 3-27 presenta la variación porcentual de los resultados del hinchamiento en el sentido de la espesura (t) de la probeta. Durante las primeras 24 horas la tendencia de los resultados no es constante, sin embargo luego de ese tiempo la tendencia continúa, y se

observa que algunos tratamientos, al final del tiempo del ensayo, han alcanzado mayores variaciones o menores con respecto a las probetas naturales. Los testigos térmicos mostraron un aumento significativo de hinchamiento por encima de los valores de las probetas naturales, que al final del ensayo reportó valor de hinchamiento de 10,93%. En general, el uso de glutaraldehído, y las impregnaciones luego de esa infiltración, generaron menor hinchamiento en esa orientación dimensional.

Tabla 3-27. Variación porcentual del hinchamiento en la espesura (t) de las probetas a diferentes tiempos de inmersión

Muestra	Tiempo (h)					
	1	8	24	48	336	720
Testigo	9,84	-8,07	-8,93	-0,19	10,73	13,11
GA	-68,58	-24,05	-46,58	-39,07	-20,41	-11,41
SM	-20,45	-41,66	-40,92	-34,45	-8,82	-5,55
GA-SM	-58,88	-50,77	-45,73	-43,51	-16,31	-15,79
GA-SMB	-32,03	10,52	-42,74	-35,93	-13,53	-8,97

La anchura (b) de las probetas mostró una variación negativa con respecto a las probetas naturales que reportaron a las 720 horas un hinchamiento de 21,55%. De acuerdo con los datos de la tabla 3-28, las probetas con los diferentes procesos mostraron aumento en el grosor, sin embargo, los resultados fueron menores que los valores encontrados para las probetas denominadas como natural.

Tabla 3-28. Variación porcentual del hinchamiento en el ancho (b) de las probetas a diferentes tiempos de inmersión

Muestra	Tiempo (h)					
	1	8	24	48	336	720
Testigo	15,30	18,17	-29,63	-24,63	-20,04	-3,95
GA	-60,73	-29,01	-60,08	-46,08	-37,79	-21,45
SM	-8,09	-38,28	-57,79	-50,04	-27,84	-11,60
GA-SM	-45,47	-41,96	-50,78	-52,50	-50,45	-41,63
GA-SMB	-28,64	-20,86	-58,16	-49,05	-46,57	-42,38

La variación longitudinal de las probetas con los diferentes tratamientos, tabla 3-29, indicó que el tratamiento térmico causó un mayor incremento de las medidas en esa dirección que las obtenidas sobre las probetas llamadas natural. Igual comportamiento fue presentado por las probetas infiltradas con GA e impregnadas con poli-(St-co-MMA) y con poli-(St-co-MMA-co-BuA).

Tabla 3-29. Variación porcentual del largo (L) de las probetas a diferentes tiempos de inmersión

Muestra	Tiempo (h)					
	1	8	24	48	336	720
Testigo	63,64	50,09	42,72	47,59	41,13	29,87
GA	-19,17	-25,89	-27,46	-22,96	-18,17	-16,72
SM	-24,97	-28,45	-26,40	-20,35	-14,03	-15,13
GA-SM	-50,15	-16,69	24,46	30,17	42,76	36,81
GA-SMB	-43,17	-20,79	-9,59	5,65	8,56	35,50

Teniendo en cuenta las variaciones en conjunto, espesor, ancho y largo, se determinó la variación en volumen de las probetas (Tabla 3-30). En general los resultados mostraron variaciones negativas con respecto a las probetas denominadas natural, lo que indica que a pesar de aumentar el volumen durante la inmersión en agua, los resultados fueron inferiores a los presentados por las probetas naturales.

Tabla 3-30. Variación porcentual del volumen (V) de las probetas a diferentes tiempos de inmersión

Muestra	Tiempo (h)					
	1	8	24	48	336	720
Testigo	17,95	9,77	-20,94	-14,88	-9,17	2,86
GA	-61,85	-27,51	-55,73	-44,52	-33,05	-18,91
SM	-14,64	-39,91	-52,15	-45,09	-22,31	-10,17
GA-SM	-51,85	-45,13	-48,88	-49,24	-39,14	-32,87
GA-SMB	-31,21	-8,81	-52,82	-44,68	-36,21	-31,05

Guimarães *et.al.* (2013) usando probetas de *bambusa vulgaris* reportaron variaciones de coeficiente anisotrópico, durante el hinchamiento y la retracción causada por la absorción de agua, indicando además que valores mayores de densidad conllevan a mayor absorción de agua. En general, los resultados indicaron que durante la absorción de agua, las probetas sufren hinchamiento que se revela especialmente en el sentido del grueso (b) de las probetas.

3.3.1.9. Resistencia a la degradación

El tratamiento del bambú con sustancias preservantes ha sido reportada no solo para mejorar las propiedades mecánicas, sino principalmente para aumentar la resistencia a la degradación. Generalmente, se usan métodos de inmersión o a presión infiltrando mezclas de sales de boro y ácido bórico. Según Montoya (2008) la inmersión en ácido bórico y el bórax en relación 1:1, en concentración entre 2 – 4% durante 8 a 15 días, redujo en más del 50% el ataque por insectos y hongos, los resultados pueden en ocasiones ser paulatinos y el ataque de los insectos no prospera en las muestras tratadas.

El tratamiento con sales de boro permite ventajas, como las relatadas por Peña *et.al.* (2009), quienes lograron mejorar la resistencia a la compresión y al ataque del *Dinoderus minutus* infiltrando los culmos con solución de bórax: ácido bórico al 2,0% alternando con urea-formaldehído 2,0%.

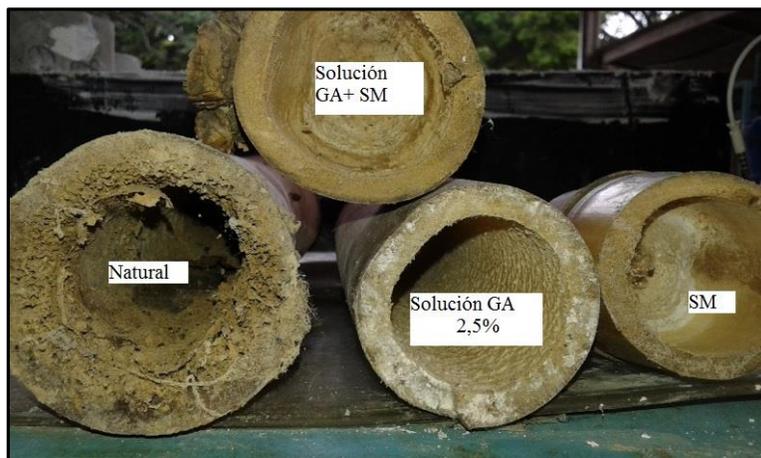
En este trabajo, se innovó en la infiltración con sustancias preservantes, solución de glutaraldehído al 2,5% y solución FAA. Así como las impregnaciones con poli-(St-co-MMA) y poli-(St-co-MMA-co-BuA), realizándose la evaluación sobre las probetas del tamaño usado para el ensayo de flexión. Los cuerpos de prueba fueron dejados en contacto con *Dinoderus minutus* en ambiente abierto a 28°C, como se presenta en la figura 3-50. Las probetas naturales, luego de seis (6) meses presentan efectos remarcados sobre su estructura (figura 3-50 B), las probetas usadas como testigos térmicos presentaron manchas negras e hifas de hongos en la superficie.

Figura 3-50. Fotografías de las probetas sometidas a contacto con *Dinoderus minutus*



Los culmos usando el equipo de infiltración a presión, el cual se expuso en la figura 3-22, y del que se mencionó la deficiencia de un flujo continuo en el interior del tejido al pasar por la región del nudo, fueron almacenados durante un año a las condiciones del laboratorio. En la figura 3-51 se puede observar que el culmo natural presenta alta degradación, en cuanto los culmos con manchas blancas en la superficie, son los infiltrados con solución GA y las impregnadas con poli-(St-co-MMA) sin un tratamiento previo de infiltración con GA. El culmo que fue impregnado con monómeros de estireno y metacrilato de metilo, no presentó ataque de insecto ni aparición de hongos.

Figura 3-51. Fotografías de los culmos infiltrados a presión con diferentes tratamientos natural



4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El proceso de impregnación con polímeros en culmos de bambú a pesar de muchos años de estudio, continúa siendo de interés en las comunidades que se benefician de ese recurso natural, con el fin de mejorar sus propiedades mecánicas y aumentar su durabilidad.

Para iniciar un proceso de polimerización “in situ” dentro de un material,. Al respecto, los monómeros de estireno (St), metacrilato de metilo (MMA) y acrilato de butilo (BuA) que fueron usados en la impregnación de la *Guadua a.* en este trabajo, polimerizan en reacción en cadena al ser adicionados con el peróxido de benzoilo (PBO) al 1%, requiriendo calor para la iniciación. Entre las temperaturas que fueron analizadas 40, 50 y 60°C, se evidenció mayor avance de polimerización usando la temperatura de 60°C, pero con la desventaja de presentar el efecto gel al realizarse la polimerización sin solvente. Por esa razón y debido a que los monómeros serian infiltrados en las probetas de *Guadua a.* la temperatura de polimerización se mantuvo en 50°C para no afectar térmicamente las propiedades de la *Guadua a.*, como lo recomiendan las normas (AIS, 2010).

Los monómeros aumentan su viscosidad en función a la temperatura, por eso es necesario conocer su comportamiento antes de la infiltración. Los resultados obtenidos por viscosimetría revelaron que el sistema polimerizable puede calentarse a 50°C hasta por 90 minutos antes de la impregnación, tiempo en el cual el efecto gel puede hacerse evidente. Sin embargo, las impregnaciones con monómeros dentro de la *Guadua a.* se favorecieron cuando

se infiltraba el sistema catalizado con 1% de iniciador PBO, 0.5% de dodecilmercaptano como agente de transferencia, calentados a 50°C, durante 60 minutos.

El uso del acrilato de butilo en mezclas con estireno y metacrilato de metilo 1:2:2 respectivamente, aportó dos (2) modificaciones en las propiedades del copolímero poli-(St-co-MMA), la primera, disminuyó su temperatura de transición vítrea a 63°C y la segunda, le redujo la rigidez, aunque se haya apreciado una disminución en el valor del esfuerzo máximo con respecto a los homopolímeros y al copolímero, el terpolímero reportó valores de resistencia a compresión mayores a 90MPa, y la deformación presentada en la curva esfuerzo-desplazamiento permitió identificar su comportamiento plástico a diferencia de los homopolímeros y el copolímero.

La caracterización por termogravimetría (TGA) permitió identificar las etapas de degradación del terpolímero poli-(St-co-MMA-co-BuA), permitiendo conocer el efecto que el acrilato de butilo imprime en el copolímero poli-(St-co-MMA). Por medio de espectrofotometría FTIR se obtuvieron las bandas características de los homopolímeros, el copolímero y terpolímero, permitiendo identificar la presencia de los principales grupos en cada compuesto polimérico. Estos resultados son útiles como prueba de cotejo para materiales en los cuales se impregne los polímeros en análisis.

La infiltración de sustancias dentro de los culmos de *Guadua a.* usando un sistema a presión adaptado del sistema Boucherie, desarrollado para esta investigación, permitió identificar la falta de infiltración homogénea de los solventes dentro de los tejidos. Se estableció que los nudos generan limitantes al proceso, y que el traspaso de sustancias puede realizarse muy parcialmente dentro del tejido debido a la estructura anatómica del bambú, además, el hecho de observarse la salida de sustancias a través del culmo, no es una señal de tener la infiltración total en el interior.

El uso de la norma ASTM 1413-99 para la infiltración de pequeñas probetas elaboradas adaptando la norma ASTM 143-09 permitió mantener un mayor control sobre otras variables del culmo de la *Guadua a.*, como la homogeneidad de los datos en parte debido al tamaño, al proceso de elaboración de las probetas, al proceso de infiltración al vacío y al hecho de las probetas estar desprovistas del nudo y de corteza, lo que se reflejó en resultados estadísticamente más homogéneos, comparados con el sistema a presión tipo Boucherie.

Los vasos del metaxilema mostraron diámetros entre 40-220 μm . La variación que estos canales sufren luego del tratamiento de infiltración con sustancias fijadoras FAA y glutaraldehído 2.5%, fue determinado a partir de 270 medidas para cada tratamiento. Los resultados obtenidos durante los tratamientos de infiltración indican mayor tendencia de los vasos a aumentar el diámetro horizontal (en la dirección de la cara radial) que el diámetro vertical (dirección tangencial, de corteza hacia diafragma).

La infiltración usando las soluciones fijadoras de tejido presentó diferencias significativas en el efecto que lograban sobre la composición del material lignocelulósico, la variación dimensional, absorción de agua y resistencia mecánica de las probetas infiltradas. Teniendo en cuenta los resultados, se optó por realizar las impregnaciones con polímeros usando las probetas que habían sido infiltradas con glutaraldehído 2.5%, por presentar menor efecto agreste en las probetas y mejores propiedades aplicables a mejorar la resistencia de la *Guadua a.*

A partir de la difracción de rayos X, se determinó que las probetas identificadas como natural tienen un índice de cristalinidad de 57,14%, y al ser tratadas con la solución de glutaraldehído se registró un incremento de 62,95 %, al igual que al tratarlas con la solución FAA que mostró un aumento de 65%. Por medio de la espectrofotometría (FTIR) también se lograron identificar desplazamientos de los grupos a partir de la modificación del material

lignocelulósico, y correlacionar algunas modificaciones en las bandas con el aumento de la fase cristalina que algunas referencias bibliográficas lo relacionan con la disminución de la absorción de agua.

En el proceso de impregnación con polímeros, la variación del volumen fue más significativa en las probetas a las cuales se había realizado infiltración con glutaraldehído antes de ser impregnadas, siendo el máximo valor de 8,82%. La cantidad de polímero impregnado reportado a partir de la ganancia de masa de las probetas, reportó un valor máximo de 11,37%, sin embargo, como se había mencionado, durante el proceso de infiltración con monómeros existe la posibilidad de pérdida de material lignocelulósico por lixiviación de sustancias, lo que haría variar el peso inicial de la muestra antes del proceso, sin embargo, el proceso experimental es igual para todas las probetas lo que generaliza ese efecto en todas las muestras y por tanto en el total de los resultados. La densidad de las probetas varía, así como resulte la variación entre masa y volumen de la probeta, sin embargo, se encontró que el proceso de impregnación aumenta dichos valores de densidad en más de 2,0 %.

Los resultados de los ensayos a compresión paralela de la fibra indican un aumento en el valor de la resistencia máxima, al igual que los valores reportados en los ensayos de flexión. En este último ensayo, el módulo de elasticidad también presentó aumento con respecto a la muestra natural. Es de tener en cuenta que el uso del testigo térmico permite conocer que no todo el incremento obtenido en los resultados finales se debe al proceso de infiltración e impregnación, como se determinó, la temperatura disminuye el contenido de humedad en la muestra y por tanto las propiedades mecánicas mejoran.

El contenido de absorción de agua llevado a cabo por 28 días en las probetas con todos los procesos ya descritos de infiltración, impregnación y procesos térmicos, indicaron que la absorción de agua disminuye en un 15% con respecto al material natural, lo que confiere una

mayor durabilidad a la *Guadua a.* modificada. Se encontró que el mayor efecto de hinchamiento sucede en el grosor de las probetas, alcanzando el 21% contra el 10% en sentido del ancho.

El tratamiento térmico no muestra un efecto notable sobre los resultados de absorción de agua, a diferencia de las muestras infiltradas con solución GA, e impregnadas con los copolímeros poli-(St-co-MMA) y poli-(St-co-MMA-co-BuA), que en términos de variación porcentual lograron una disminución de 33,98 y 31,52%, respectivamente, sobre la absorción de agua de las probetas denominadas natural.

Los espectros en el infrarrojo mostraron la presencia de los grupos funcionales característicos de los polímeros. Por medio de la difracción con rayos X, también se logra identificar la modificación que los polímeros ejercen sobre la celulosa amorfa y cristalina, disminuyendo el índice de cristalinidad, lo que no implicó aumento en la absorción de agua.

Para identificar la impregnación por medio de imágenes, resultó mejor el uso del microscopio óptico, ya que por medio del microscopio electrónico de barrido (SEM), el haz de electrones degrada los polímeros y las imágenes son poco claras, además de causar daños al filamento de tungsteno.

La impregnación de la *Guadua a.* con el polímero poli-(St-co-MMA) mejoró las propiedades mecánicas y disminuyó la absorción de agua del material natural cuando fueron realizadas las impregnaciones luego del proceso de fijación de tejido con la solución de glutaraldehído, sin embargo, el uso del poli-(St-co-MMA-co-BuA) registró los mejores resultados en general teniendo en cuenta el proceso de impregnación “in situ”.

RECOMENDACIONES

Elaborar las pequeñas probetas de *Guadua a.* del mismo culmo y área de corte, además de mantenerlas en iguales condiciones ambientales y de almacenamiento, con el fin de disminuir la dispersión de los resultados.

Las soluciones fijadoras de tejido como FAA y glutaraldehído 2,5%, pueden ser almacenadas hasta por dos (2) semanas. Para su aprovechamiento en la infiltración de la *Guadua a.*

Para dar continuidad a este trabajo, es posible realizar ensayos en las probetas infiltradas para identificar la vía de penetración de las sustancias preservantes, y conocer los efectos que causa sobre el tejido. Puede ser usado por ejemplo, el método de tinción de tejido vegetal, u otros métodos de reacción química específicos para los componentes de las soluciones fijadoras.

Usar solventes mezclados con los monómeros activados, con el fin de estudiar su efecto sobre el flujo de infiltración y el efecto gel en el interior de los tejidos donde se deposita el polímero.

Explorar métodos de imagen acoplados a equipos de análisis químico para determinar composición puntual sobre los tejidos afectados por las sustancias infiltradas con soluciones fijadoras o por los polímeros impregnados en su interior.

ANEXO A. Espectros de los homopolímeros tomados del Aldrich

Las figuras A1, A2 y A3 fueron tomados de una biblioteca de espectros del Aldrich-Merck, en su parte inferior muestra los picos que caracterizan los grupos funcionales que caracterizan cada polímero. Estos espectros fueron comparados con los espectros obtenidos durante el trabajo experimental, para identificar si en la *Guadua a.* se encontraban esos grupos que identifican al polímero, convirtiéndose en una herramienta de confirmación para la impregnación de polímeros en el material lignocelulósico.

Figura A1. Espectro en FTIR del acrilato de butilo

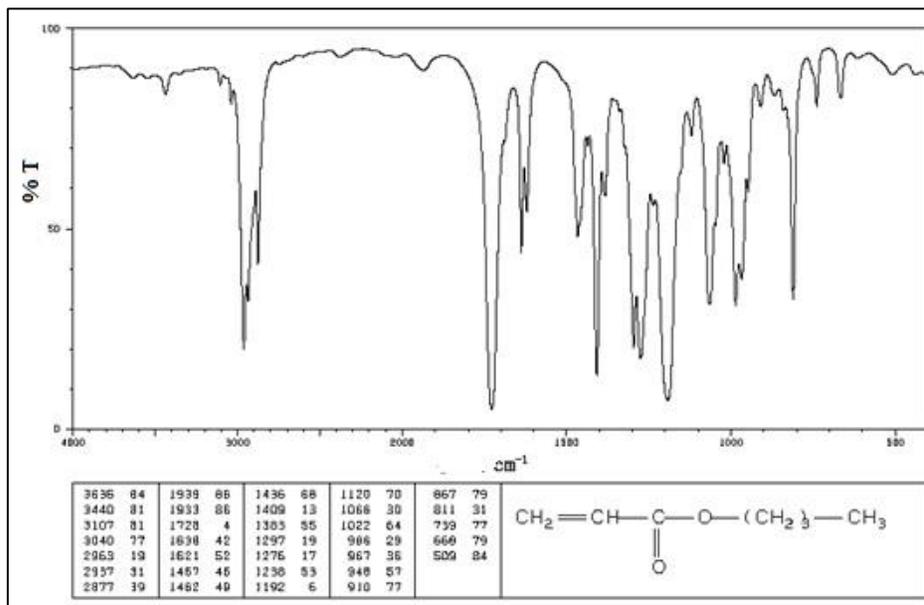


Figura A2. Espectro en FTIR del metacrilato de metilo

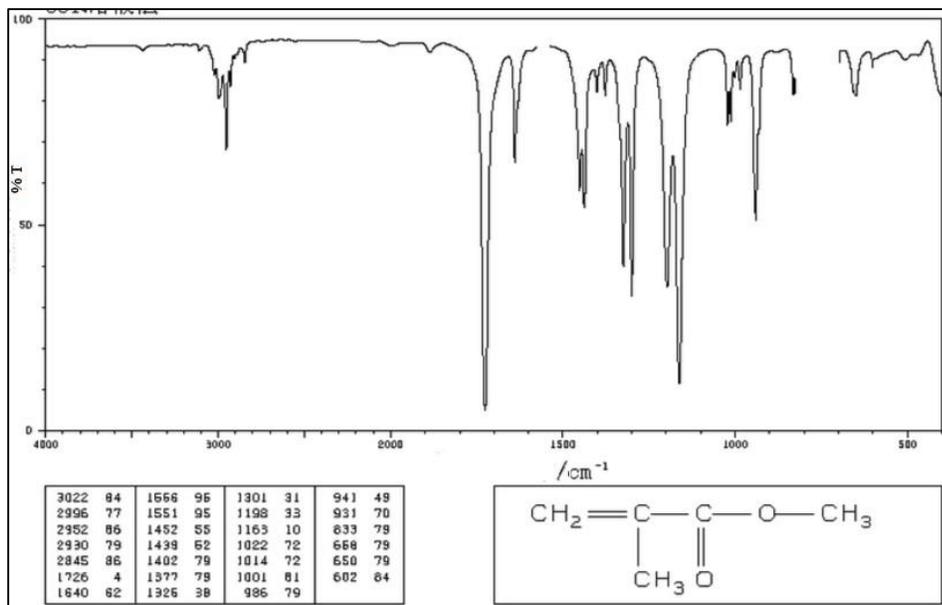
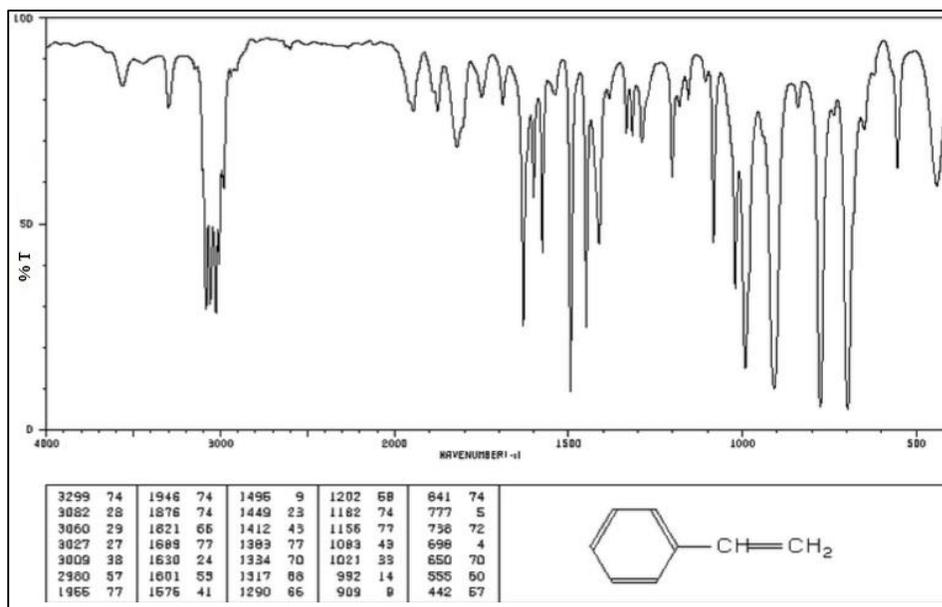


Figura A3. Espectro en FTIR del estireno



ANEXO B. IMPREGNACION DE LA GUADUA A. CON LOS COPOLIMEROS

A continuación se presentan los datos obtenidos durante el proceso de infiltración en las diferentes probetas usadas luego en los ensayos mecánicos, como se identifican en sus rótulos. Las tablas presentan las medidas porcentuales de variación de espesor (t), ancho (b), largo (L), volumen (V), coeficiente anisotrópico (c.a.), masa (m) y densidad (d).

Tabla B1. Variación porcentual en probetas de *Guadua a.* natural para ensayo a compresión paralela a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
Nat-Cp1	-0,38	-0,27	0,14	-0,51	1,40	-2,21	-1,72
Nat-Cp2	-0,57	-0,85	-0,35	-1,76	0,67	-3,85	-2,13
Nat-Cp3	-0,65	-0,78	-0,12	-1,55	0,83	-2,35	-0,81
Nat-Cp4	-0,97	-0,80	-0,16	-1,93	1,21	-2,74	-0,82
Nat-Cp5	-0,48	-0,74	0,12	-1,10	0,64	-2,74	-1,66
Nat-Cp6	-0,38	-0,28	0,17	-0,50	1,35	-2,52	-2,03
Nat-Cp7	-0,39	-0,28	0,00	-0,67	1,36	1,26	1,94
Nat-Cp8	-0,85	-0,59	0,02	-1,41	1,45	0,54	1,97
Nat-Cp9	-0,95	-0,29	0,16	-1,07	3,24	-1,25	-0,17
Nat-Cp10	-0,48	-0,48	-0,07	-1,03	0,99	-0,74	0,29
Promedio	-0,61	-0,54	-0,01	-1,15	1,31	-1,66	-0,51
D.S.	0,24	0,24	0,17	0,51	0,74	1,60	1,52
C.V.	-38,68	-45,47	-1797,96	-43,88	56,63	-96,37	-295,81

Tabla B2. Variación porcentual en probetas usadas como testigo térmico para ensayo a compresión paralela a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
Test-Cp1	-3,99	-2,76	-0,69	-7,28	1,45	-8,34	-1,15
Test-Cp2	-3,86	-2,16	-0,68	-6,57	1,79	-8,63	-2,20
Test-Cp3	-4,57	-3,91	-1,19	-9,39	1,17	-8,55	0,92
Test-Cp4	-2,89	-1,23	-0,50	-4,57	2,35	-6,75	-2,29
Test-Cp5	-5,17	-3,27	-0,51	-8,75	1,58	-9,66	-0,99
Test-Cp6	-5,06	-2,39	-0,65	-7,93	2,12	-8,08	-0,17
Test-Cp7	-1,54	-0,81	-0,63	-2,96	1,90	-5,45	-2,57
Test-Cp8	-4,68	-3,80	-0,59	-8,84	1,23	-8,79	0,06
Test-Cp9	-2,88	-1,60	-0,53	-4,93	1,80	-6,77	-1,93
Test-Cp10	-4,33	-1,84	-0,80	-6,84	2,35	-8,23	-1,49
Promedio	-3,90	-2,38	-0,68	-6,81	1,77	-7,93	-1,18
D.S.	1,15	1,06	0,20	2,09	0,42	1,24	1,15
C.V.	-29,44	-44,43	-29,84	-30,76	23,80	-15,60	-97,37

Tabla B3. Variación porcentual en probetas infiltradas con solución FAA para ensayo a compresión paralela a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
FAA-Cp1	-2,31	-2,76	-1,52	-6,45	0,84	-13,12	-7,13
FAA-Cp2	-1,98	-3,21	-1,84	-6,86	0,62	-13,13	-6,73
FAA-Cp3	-1,68	-2,57	-1,03	-5,19	0,65	-10,19	-5,28
FAA-Cp4	-1,37	-1,18	-0,91	-3,42	1,17	-2,98	0,46
FAA-Cp5	-1,80	-2,28	-0,69	-4,70	0,79	-11,13	-6,75
FAA-Cp6	-1,90	-2,48	-0,81	-5,11	0,77	-5,27	-0,17
FAA-Cp7	-2,54	-3,56	-0,96	-6,92	0,71	-9,13	-2,37
FAA-Cp8	-0,84	-1,69	-1,44	-3,91	0,50	-3,57	0,36
FAA-Cp9	-1,91	-2,28	-1,08	-5,18	0,84	-8,12	-3,10
FAA-Cp10	-2,55	-3,09	-0,89	-6,40	0,83	-8,94	-2,72
Promedio	-1,89	-2,51	-1,12	-5,42	0,77	-8,56	-3,34
D.S.	0,52	0,71	0,36	1,22	0,18	3,63	2,99
C.V.	-27,74	-28,36	-32,56	-22,50	23,08	-42,40	-89,59

Tabla B4. Variación porcentual en probetas infiltradas con glutaraldehído 2,5% para ensayo a compresión paralela a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	P
GA-Cp1	3,98	1,69	-0,26	5,46	2,36	1,92	-3,36
GA-Cp2	1,84	1,30	-0,14	3,01	1,42	1,53	-1,44
GA-Cp3	2,39	1,71	-0,26	3,86	1,39	1,69	-2,09
GA-Cp4	1,25	0,56	-0,73	1,08	2,25	0,33	-0,74
GA-Cp5	2,16	1,24	-0,41	3,01	1,74	0,93	-2,02
GA-Cp6	1,06	0,81	-0,30	1,57	1,31	2,27	0,69
GA-Cp7	1,96	0,58	-0,37	2,18	3,36	0,89	-1,26
GA-Cp8	3,94	2,27	-0,64	5,62	1,73	1,63	-3,77
GA-Cp9	2,58	1,16	-0,93	2,80	2,22	2,16	-0,63
GA-Cp10	1,81	0,96	-0,48	2,30	1,88	1,24	-1,04
Promedio	2,30	1,23	-0,45	3,09	1,97	1,46	-1,57
D.S.	0,99	0,54	0,25	1,51	0,62	0,61	1,32
C.V.	43,09	44,25	-54,41	48,92	31,30	42,01	-84,12

Tabla B5. Variación porcentual en muestras impregnadas con SM, ensayo a compresión paralela a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
SMCp1	-3,02	-2,03	-0,22	-5,20	1,49	1,27	6,83
SMCp2	2,91	-1,56	-0,24	1,06	-1,87	3,89	2,80
SMCp3	2,89	2,05	-0,22	4,77	1,41	6,86	1,99
SMCp4	1,37	1,17	-0,15	2,40	1,17	5,48	3,01
SMCp5	1,70	-1,42	-0,33	-0,07	-1,20	4,84	4,91
SMCp6	4,12	3,98	-0,48	7,74	1,04	8,38	0,60
SMCp7	3,68	2,78	-0,19	6,35	1,32	7,84	1,40
SMCp8	4,59	4,22	-0,29	8,68	1,09	10,19	1,38
SMCp9	-2,12	-0,86	-0,22	-3,17	2,45	2,33	5,69
SMCp10	5,00	-3,30	-0,17	1,37	-1,52	4,96	3,54
Promedio	2,60	0,83	-0,25	3,21	0,54	6,10	2,85
D.S.	2,07	2,53	0,10	3,70	1,49	2,31	1,60
C.V.	79,57	303,90	-39,24	115,34	277,54	37,79	56,07

Tabla B6. Variación porcentual en muestras infiltradas con glutaraldehído 2,5% impregnadas con SM, ensayo a compresión paralela a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
GA-SMCp1	6,15	4,11	0,05	10,57	1,50	13,39	2,55
GA-SMCp2	6,52	5,19	-0,24	11,78	1,26	11,17	-0,55
GA-SMCp3	5,12	2,72	-0,10	7,88	1,88	8,69	0,75
GA-SMCp4	5,39	3,42	0,05	9,05	1,58	13,52	4,10
GA-SMCp5	3,06	3,37	0,07	6,61	0,91	8,44	1,72
GA-SMCp6	4,08	2,98	-0,41	6,74	1,37	9,13	2,23
GA-SMCp7	4,74	4,44	-0,60	8,74	1,07	11,76	2,78
GA-SMCp8	6,67	4,55	0,10	11,64	1,47	13,21	1,41
GA-SMCp9	4,18	3,82	0,27	8,45	1,09	7,29	-1,07
GA-SMCp10	5,96	3,71	-0,26	9,60	1,61	11,82	2,02
Promedio	5,19	3,83	-0,11	9,11	1,37	10,84	1,60
D.S.	1,18	0,76	0,27	1,82	0,29	2,29	1,55
C.V.	22,74	19,81	-247,13	20,02	21,44	21,10	97,14

Tabla B7. Variación porcentual en muestras infiltradas con glutaraldehído 2,5% impregnadas con SMB, ensayo a compresión paralela a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	ρ
GA-SMBCp1	3,03	2,93	0,38	6,45	1,03	8,95
GA-SMBCp2	3,32	2,15	0,29	5,85	1,55	7,76
GA-SMBCp3	3,03	4,17	0,97	8,37	0,73	11,65
GA-SMBCp4	5,91	3,51	0,07	9,70	1,68	12,94
GA-SMBCp5	4,29	3,19	0,27	7,90	1,35	11,63
GA-SMBCp6	5,23	4,76	0,05	10,29	1,10	14,67
GA-SMBCp7	4,54	3,54	0,17	8,42	1,28	10,29
GA-SMBCp8	6,73	4,49	0,17	11,71	1,50	12,93
GA-SMBCp9	5,40	4,59	0,27	10,54	1,18	11,37
GA-SMBCp10	5,13	2,97	0,63	8,93	1,73	11,46
Promedio	4,66	3,63	0,33	8,82	1,31	11,37
D.S.	1,25	0,85	0,28	1,82	0,31	2,00
C.V.	26,93	23,55	86,24	20,68	23,87	17,59

Tabla B8. Variación porcentual en probetas de *Guadua a.* natural para ensayo a flexión.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
Nat-F1	-2,08	-1,81	-0,58	-4,41	1,15	-9,69	-5,52
Nat-F2	-2,60	-1,86	-0,35	-4,76	1,40	-4,97	-0,23
Nat-F3	-2,39	-1,27	-0,43	-4,05	1,87	-4,71	-0,69
Nat-F4	-3,50	-2,65	-0,22	-6,26	1,32	-8,14	-2,01
Nat-F5	-4,05	-2,78	-0,16	-6,87	1,46	-7,26	-0,41
Nat-F6	-1,84	-1,19	-0,16	-3,16	1,55	-5,24	-2,15
Nat-F7	-2,61	-1,40	-0,34	-4,30	1,87	-4,72	-0,45
Nat-F8	-2,40	-1,91	0,04	-4,22	1,26	-5,79	-1,64
Nat-F9	-3,51	-2,00	-0,21	-5,64	1,76	-6,44	-0,84
Nat-F10	-3,27	-2,23	-0,24	-5,65	1,46	-6,17	-0,55
Promedio	-2,83	-1,91	-0,27	-4,93	1,51	-6,31	-1,45
D.S.	0,72	0,54	0,17	1,14	0,25	1,63	1,59
C.V.	-25,38	-28,24	-64,19	-23,11	16,65	-25,85	-109,76

Tabla B9. Variación porcentual en probetas de testigos térmicos para ensayo a flexión.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
Test-F1	-3,32	-2,13	-0,79	-6,14	1,56	-6,57	-0,46
Test-F2	-2,06	-1,76	-0,64	-4,40	1,17	-4,58	-0,18
Test-F3	-2,71	-1,74	-0,66	-5,03	1,56	-6,51	-1,55
Test-F4	-1,20	-2,23	-0,76	-4,13	0,54	-5,13	-1,04
Test-F5	-2,06	-2,19	-0,69	-4,87	0,94	-5,48	-0,64
Test-F6	-4,42	-3,19	-0,70	-8,12	1,38	-1,14	7,60
Test-F7	-1,85	-1,29	-0,70	-3,79	1,44	-4,20	-0,42
Test-F8	-2,28	-1,20	-0,75	-4,17	1,90	-4,91	-0,77
Test-F9	-3,42	-1,48	-0,82	-5,63	2,30	-6,60	-1,03
Test-F10	-3,82	-1,38	-0,67	-5,80	2,76	-6,95	-1,23
Promedio	-2,72	-1,84	-0,72	-5,19	1,60	-5,11	0,12
D.S.	1,09	0,67	0,05	1,38	0,71	1,87	3,04
C.V.	-39,98	-36,53	-7,45	-26,60	44,60	-36,50	2638,60

Tabla B10. Variación porcentual en probetas infiltradas con solución FAA para ensayo a flexión a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
FAA-F1	1,42	1,08	-0,43	2,08	1,31	1,58	-0,49
FAA-F2	2,00	1,49	-0,59	2,91	1,34	1,21	-1,65
FAA-F3	1,29	1,03	-0,67	1,65	1,26	1,69	0,05
FAA-F4	1,74	1,19	-0,61	2,33	1,46	0,90	-1,40
FAA-F5	1,14	0,69	-0,77	1,06	1,65	0,89	-0,16
FAA-F6	1,51	1,79	-0,74	2,57	0,84	0,98	-1,55
FAA-F7	0,69	1,40	-0,48	1,61	0,49	2,87	1,25
FAA-F8	1,70	1,35	-0,30	2,77	1,26	3,24	0,47
FAA-F9	2,50	1,31	-0,47	3,35	1,92	0,37	-2,89
FAA-F10	2,50	1,28	-0,42	3,38	1,95	0,58	-2,71
Promedio	1,65	1,26	-0,55	2,37	1,35	1,43	-0,91
D.S.	0,57	0,29	0,15	0,77	0,45	0,95	1,35
C.V.	34,80	23,34	-27,89	32,61	33,15	66,43	-149,11

Tabla B11. Variación porcentual en probetas infiltradas con glutaraldehído 2,5% para ensayo flexión a la fibra.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
GA-F1	-4,86	-2,83	-0,34	-7,87	1,72	-7,80	0,08
GA-F2	-4,83	-2,78	-0,63	-8,06	1,73	-11,29	-3,51
GA-F3	-7,56	-4,05	-0,57	-11,80	1,87	-7,64	4,72
GA-F4	-3,54	-2,52	-0,29	-6,24	1,41	-14,04	-8,32
GA-F5	-4,15	-2,74	-0,67	-7,40	1,51	-8,66	-1,36
GA-F6	-5,44	-1,94	-0,66	-7,88	2,81	-9,69	-1,96
GA-F7	-3,29	-4,29	-0,53	-7,92	0,77	-0,58	7,98
GA-F8	-4,31	-3,85	-0,60	-8,55	1,12	-1,45	7,77
GA-F9	-4,07	-2,50	-0,49	-6,93	1,63	0,23	7,69
GA-F10	-3,78	-2,73	-0,31	-6,70	1,38	-9,43	-2,94
Promedio	-4,58	-3,02	-0,51	-7,94	1,59	-7,03	1,01
D.S.	1,23	0,77	0,15	1,53	0,54	4,82	5,68
C.V.	-26,88	-25,41	-28,70	-19,28	33,60	-68,51	560,08

Tabla B12. Variación porcentual en probetas impregnadas con SM para ensayo a flexión.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
SM-F1	0,49	0,29	0,35	1,12	1,70	7,29	6,09
SM-F2	0,88	0,55	0,59	1,99	1,59	6,66	4,54
SM-F3	0,69	0,46	0,60	1,72	1,50	4,06	2,27
SM-F4	0,48	0,58	0,51	1,55	0,84	8,37	6,69
SM-F5	0,77	0,55	0,14	1,44	1,40	3,95	2,45
SM-F6	0,46	0,76	0,31	1,52	0,61	8,94	7,29
SM-F7	0,67	0,91	0,47	2,02	0,73	3,77	1,67
SM-F8	0,56	1,35	0,44	2,31	0,42	4,26	1,84
SM-F9	0,68	0,97	0,07	1,70	0,71	5,73	3,94
SM-F10	0,82	1,05	0,07	1,91	0,78	4,25	2,26
Promedio	0,65	0,75	0,35	1,73	1,03	5,73	3,90
D.S.	0,15	0,32	0,20	0,34	0,47	1,97	2,14
C.V.	22,58	43,11	57,70	19,88	45,58	34,33	54,78

Tabla B13. Variación porcentual en probetas infiltradas con glutaraldehido e impregnadas con SM para ensayo a flexión.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
GA-SM-F1	5,39	3,48	0,02	8,33	1,55	13,11	3,69
GA-SM-F2	4,11	2,38	0,03	6,21	1,72	12,25	5,27
GA-SM-F3	5,45	3,09	0,53	8,50	1,76	13,47	3,83
GA-SM-F4	4,76	2,25	0,11	6,75	2,12	10,46	3,00
GA-SM-F5	4,60	3,24	0,00	7,39	1,42	10,82	2,63
GA-SM-F6	5,85	3,13	0,03	8,42	1,87	8,70	-0,45
GA-SM-F7	5,21	2,60	0,03	7,38	2,01	11,04	2,84
GA-SM-F8	2,95	1,85	0,51	5,12	1,60	11,57	5,87
GA-SM-F9	6,31	3,20	0,12	8,96	1,97	10,07	0,20
GA-SM-F10	4,89	2,66	0,10	7,23	1,84	11,93	3,84
Promedio	4,95	2,79	0,15	7,43	1,79	11,34	3,07
D.S.	0,94	0,52	0,20	1,18	0,22	1,44	1,98
C.V.	19,07	18,70	134,32	15,93	12,26	12,69	64,26

Tabla B14. Variación porcentual en muestras infiltradas con glutaraldehído e impregnadas con SMB, ensayo a flexión.

Muestra	b	t	L	V	c.a.	m	ρ
GA-SMB-F1	4,30	3,35	0,11	7,33	1,28	14,37	5,99
GA-SMB-F2	4,60	1,69	-0,26	5,75	2,72	10,79	4,42
GA-SMB-F3	3,24	2,57	0,24	5,79	1,26	8,23	1,97
GA-SMB-F4	3,49	3,28	0,47	6,87	1,06	12,06	4,36
GA-SMB-F5	4,10	4,28	0,36	8,21	0,96	9,42	0,43
GA-SMB-F6	5,08	3,00	0,37	7,95	1,69	8,42	-0,19
GA-SMB-F7	3,25	2,68	0,30	5,97	1,21	9,21	2,70
GA-SMB-F8	4,16	2,56	0,05	6,43	1,63	8,91	1,91
GA-SMB-F9	5,85	2,82	-0,11	8,01	2,08	11,58	2,64
GA-SMB-F10	5,59	1,85	-0,18	6,84	3,02	11,52	3,89
Promedio	4,36	2,81	0,13	6,91	1,69	10,45	2,81
D.S.	0,92	0,75	0,25	0,94	0,71	1,96	1,90
C.V.	21,14	26,64	188,79	13,55	41,85	18,73	67,54

ANEXO C. Datos y resultados de los ensayos de resistencia a compresión paralela a la fibra

En este anexo se presentan los gráficos obtenidos para todas las probetas ensayadas a compresión paralela y a flexión. Además de los valores obtenidos de esfuerzo y módulo de elasticidad para todas las probetas, así como los gráficos de esfuerzo contra densidad y esfuerzo contra contenido de humedad.

Figura C1. Gráficos Esfuerzo-Deformación probetas natural durante ensayo a compresión paralela a la fibra

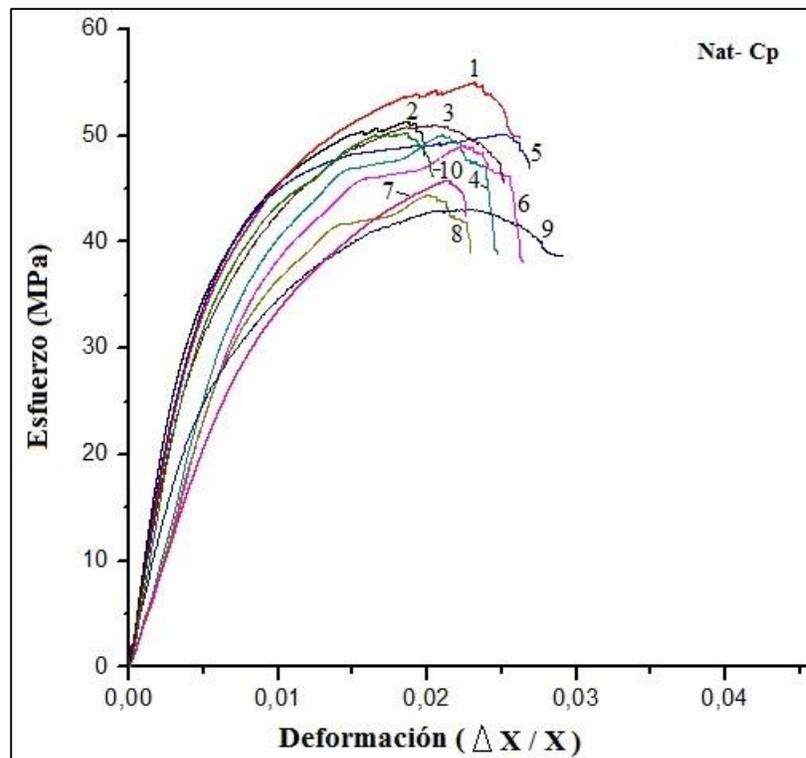


Tabla C1. Valores de esfuerzo máximo, esfuerzo en el límite elasticidad y el coeficiente de correlación para las probetas naturales falladas a compresión paralela a la fibra

Muestra	Esfuerzo Max. F _c (MPa)	Pendiente (m) E (MPa)	Coefficiente de correlación (r ²)
Nat-Cp1	54,94	14112,83	0,986
Nat-Cp2	51,33	10328,09	0,979
Nat-Cp3	50,93	17001,92	0,986
Nat-Cp4	50,01	12592,95	0,968
Nat-Cp5	50,14	14959,12	0,991
Nat-Cp6	49,02	18442,67	0,969
Nat-Cp7	45,73	15797,50	0,983
Nat-Cp8	44,47	9793,99	0,992
Nat-Cp9	42,95	12293,76	0,990
Nat-Cp10	50,27	17193,83	0,976

Tabla C2. Parámetros de resistencia a compresión paralela a la fibra determinados para las probetas naturales

Muestra	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Modulo de Elasticidad	Densidad	Contenido de humedad
	F _c (MPa)	σ _{LP} (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	C. H. (%)
Nat-Cp1	50,93	38,20	14112,83	0,84	9,99
Nat-Cp2	42,95	32,21	10328,09	0,75	13,25
Nat-Cp3	51,33	38,50	17001,92	0,87	9,23
Nat-Cp4	44,47	33,35	12592,95	0,78	11,58
Nat-Cp5	50,27	37,70	14959,12	0,82	8,62
Nat-Cp6	50,01	37,51	18442,67	0,82	10,61
Nat-Cp7	54,94	41,21	15797,50	0,89	11,07
Nat-Cp8	45,73	34,30	9793,99	0,79	13,05
Nat-Cp9	49,02	36,77	12293,76	0,81	11,85
Nat-Cp10	50,14	37,61	17193,83	0,83	9,57
Promedio	48,98	36,73	14251,67	0,82	10,88
D.S.	3,59	2,69	2954,17	0,04	1,57
C.V.	7,34	7,34	20,729	4,96	14,44

Figura C2. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la densidad para probetas naturales

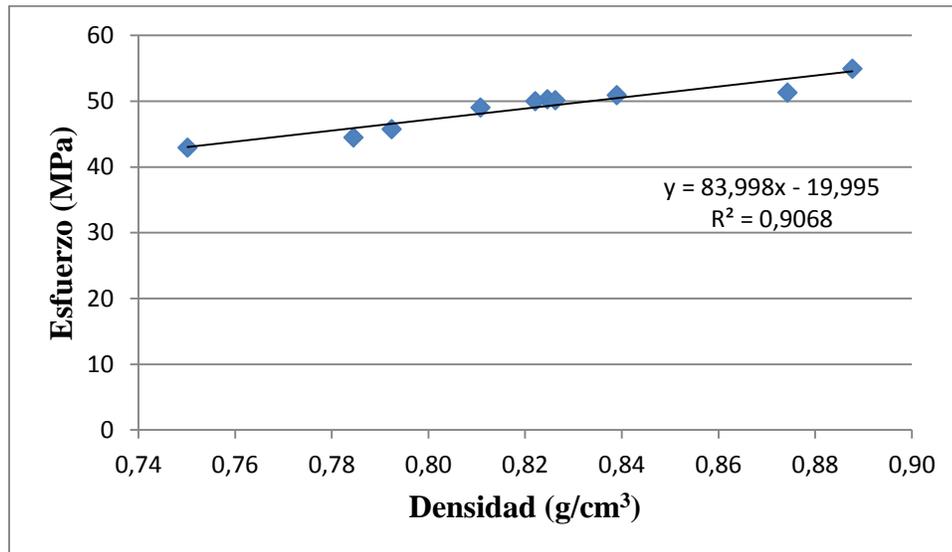


Figura C3. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la humedad para probetas naturales

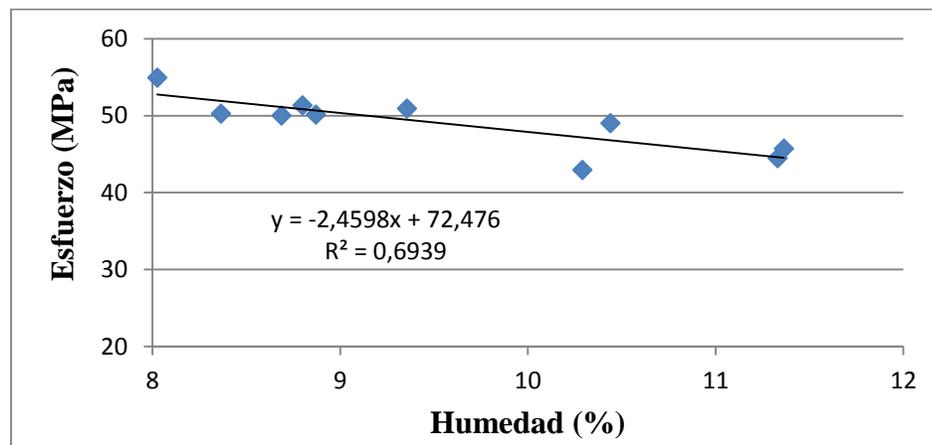


Figura C4. Gráficos Esfuerzo-Deformación probetas testigo térmico durante ensayo a compresión paralela a la fibra

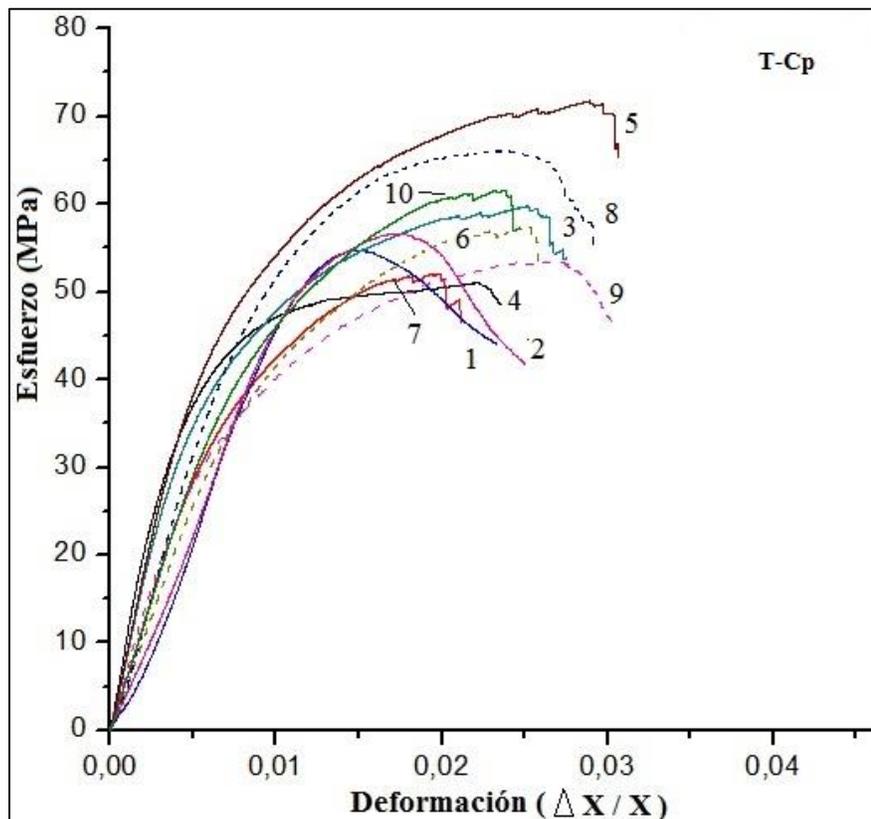


Tabla C3. Valores de esfuerzo máximo, esfuerzo en el límite elasticidad y el coeficiente de correlación para las probetas testigo térmico falladas a compresión paralela a la fibra

Muestra	Esfuerzo Max. Fc (MPa)	Pendiente (m) E (MPa)	Coefficiente de correlación (r ²)
Test-Cp1	52,09	15638,2	0,977
Test-Cp2	51,8	16176,0	0,993
Test-Cp3	61,49	15237,0	0,967
Test-Cp4	54,66	15974,3	0,982
Test-Cp5	56,29	24300,0	0,989
Test-Cp6	64,45	17016,0	0,978
Test-Cp7	71,77	16720,9	0,957
Test-Cp8	57,26	14354,4	0,979
Test-Cp9	51,02	13650,8	0,984
Test-Cp10	59,76	15990,8	0,990

Tabla C4. Parámetros de resistencia a compresión paralela a la fibra determinados para las probetas testigo térmico

Muestra	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Módulo de Elasticidad	Densidad	Contenido de humedad
	F _c (MPa)	σ _{LP} (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	C. H. (%)
Test-Cp1	52,09	39,07	15638,2	0,75	11,59
Test-Cp2	51,8	38,85	16176,0	0,73	10,41
Test-Cp3	61,49	46,12	15237,0	0,84	10,22
Test-Cp4	54,66	41,00	15974,3	0,76	11,38
Test-Cp5	56,29	42,22	24300,0	0,78	12,08
Test-Cp6	64,45	48,34	17016,0	0,84	9,36
Test-Cp7	71,77	53,83	16720,9	0,87	9,03
Test-Cp8	57,26	42,95	14354,4	0,8	11,4
Test-Cp9	51,02	38,27	13650,8	0,73	11,84
Test-Cp10	59,76	44,82	15990,8	0,8	11,08
Promedio	58,06	43,55	16505,85	0,79	10,84
D.S.	6,52	4,89	2922,22	0,05	1,04
C.V.	11,24	11,24	17,70	6,17	9,63

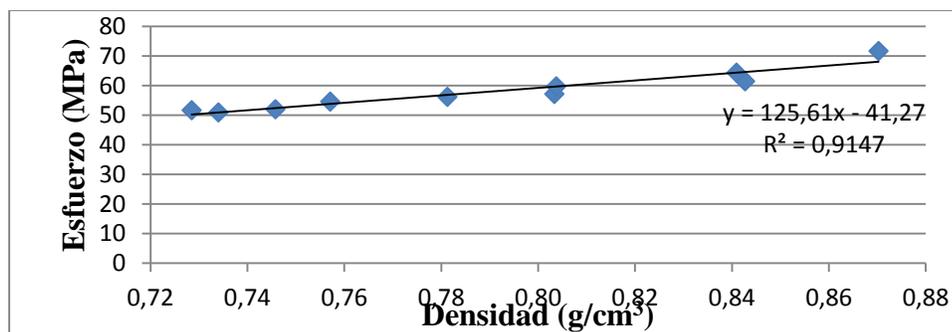
Figura C5. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la densidad para probetas testigo térmico

Figura C6. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la humedad para probetas testigo térmico

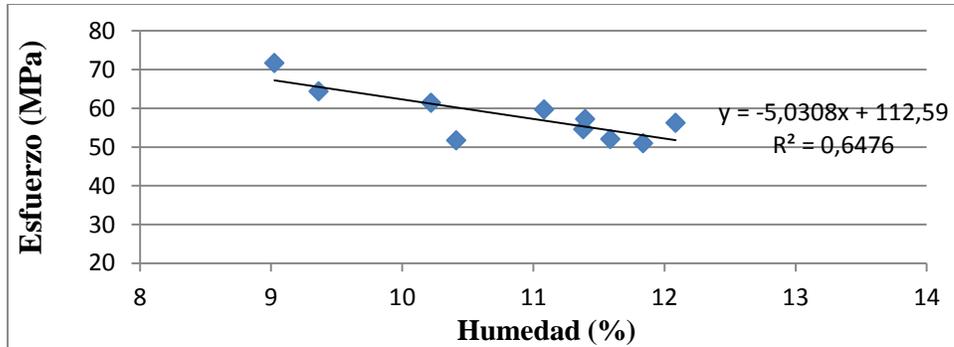


Figura C7. Gráficos Esfuerzo-Deformación probetas infiltradas con glutaraldehído durante ensayo a compresión paralela a la fibra

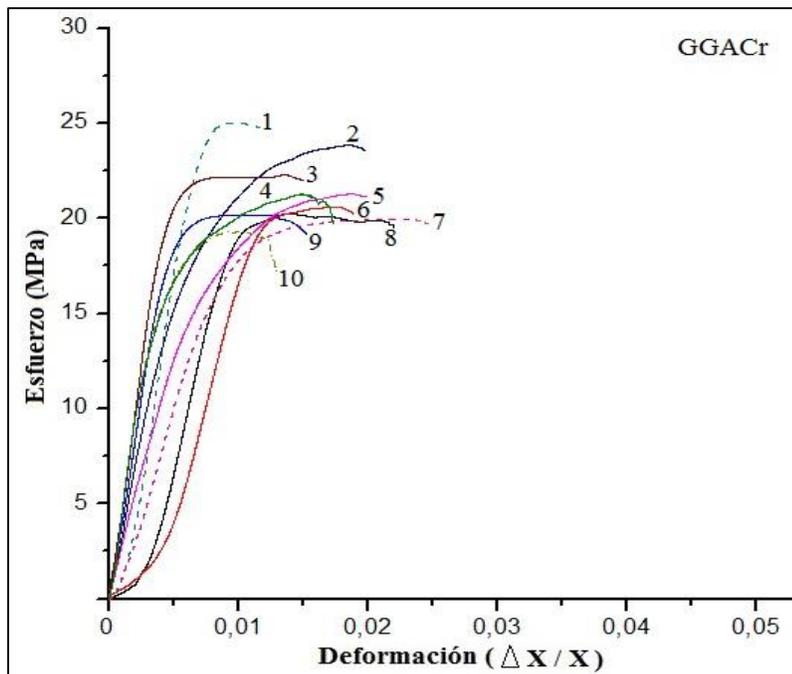


Tabla C5. Valores de esfuerzo máximo, esfuerzo en el límite elasticidad y el coeficiente de correlación para las probetas infiltradas con glutaraldehído 2,5% falladas a compresión paralela

Muestra	Esfuerzo Max. F _c (MPa)	Pendiente (m) E (MPa)	Coefficiente de correlación (r ²)
GA-Cp1	59,55	15846,77	0,983
GA-Cp2	71,77	18221,54	0,977
GA-Cp3	63,14	16533,33	0,981
GA-Cp4	52,09	14325,00	0,978
GA-Cp5	73,00	18796,88	0,988
GA-Cp6	70,28	17568,18	0,936
GA-Cp7	72,5	18401,54	0,949
GA-Cp8	65,13	17910,00	0,983
GA-Cp9	64,88	14272,00	0,972
GA-Cp10	69,55	17126,87	0,977

Tabla C6. Parámetros de resistencia a compresión paralela a la fibra determinados para las probetas infiltradas con glutaraldehído 2,5%

Muestra	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Módulo de Elasticidad	Densidad	Contenido de humedad
	F _c (MPa)	σ _{LP} (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	C. H. (%)
GA-Cp1	59,55	44,66	15846,77	0,71	12,84
GA-Cp2	71,77	53,83	18221,54	0,79	10,38
GA-Cp3	63,14	47,36	16533,33	0,73	11,73
GA-Cp4	52,09	39,07	14325	0,7	14,41
GA-Cp5	73	54,75	18796,88	0,81	9,72
GA-Cp6	70,28	52,71	17568,18	0,77	8,61
GA-Cp7	72,5	54,38	18401,54	0,81	13,67
GA-Cp8	65,13	48,85	17910	0,77	10,78
GA-Cp9	64,88	48,66	14272	0,75	8,89
GA-Cp10	69,55	52,16	17126,87	0,78	11,78
Promedio	66,19	49,64	16900,21	0,76	11,28
D.S.	6,67	5,00	1629,52	0,04	1,96
C.V.	10,08	10,08	9,64	5,09	17,41

Figura C8. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la densidad para probetas infiltradas con glutaraldehído 2,5%.

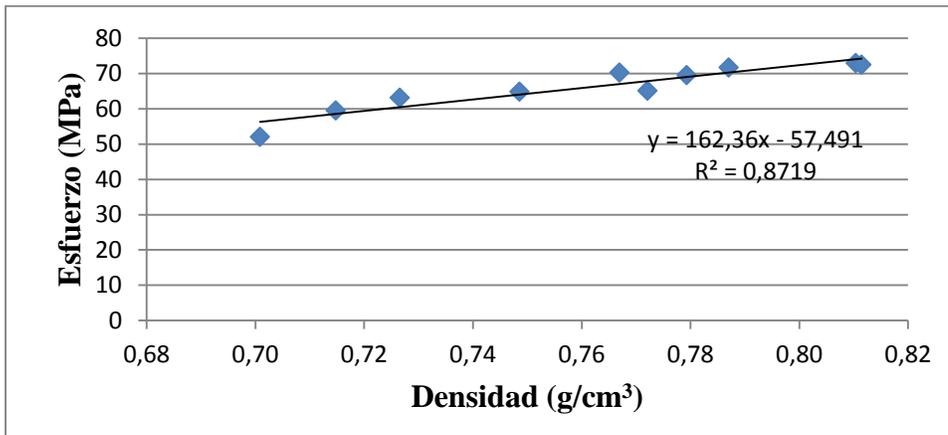


Figura C9. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la humedad para probetas infiltradas con glutaraldehído 2,5%.

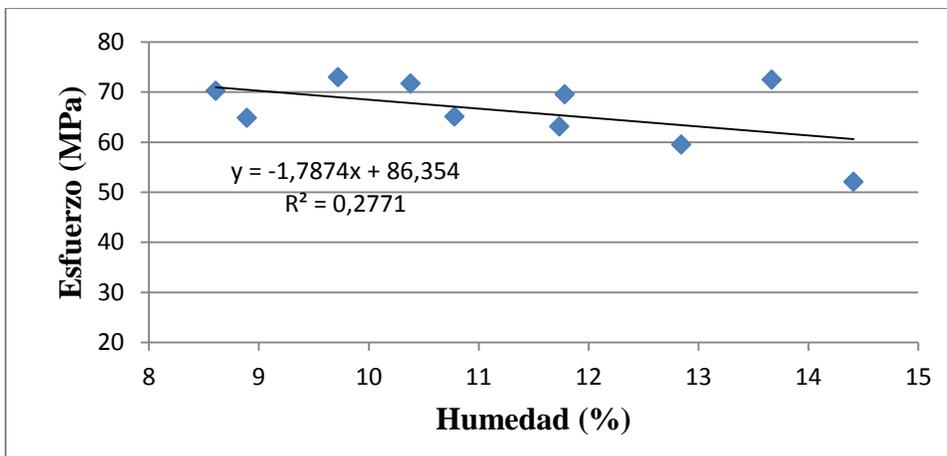


Figura C10. Gráficos Esfuerzo-Deformación probetas infiltradas con FAA durante ensayo a compresión paralela a la fibra

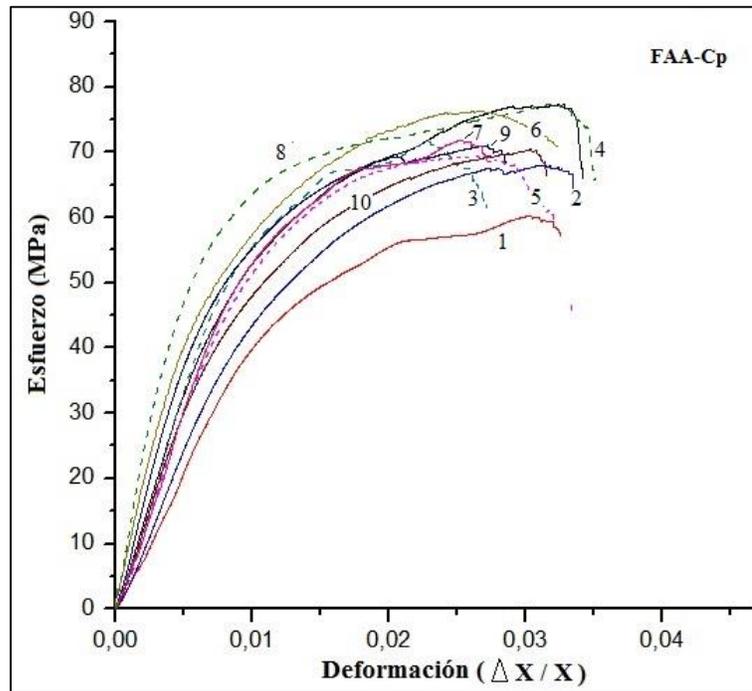


Tabla C7. Valores de esfuerzo máximo, esfuerzo en el límite elasticidad y el coeficiente de correlación para las probetas infiltradas con solución FAA falladas a compresión paralela

Muestra	Esfuerzo Max. Fc (MPa)	Pendiente (m) E (MPa)	Coficiente de correlación (r ²)
FAA-Cp1	60,25	10576,6	0,977
FAA-Cp2	67,92	10893,2	0,983
FAA-Cp3	71,09	15839,2	0,992
FAA-Cp4	77,36	19638,5	0,987
FAA-Cp5	69,33	14661,5	0,968
FAA-Cp6	76,11	15807,7	0,976
FAA-Cp7	72,23	11457,7	0,982
FAA-Cp8	77,36	12893,9	0,978
FAA-Cp9	71,77	14992,4	0,980
FAA-Cp10	70,28	11956,7	0,993

Tabla C8. Parámetros de resistencia a compresión paralela a la fibra determinados para las probetas infiltradas con solución FAA

Muestra	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Módulo de Elasticidad	Densidad	Contenido de humedad
	F_c (MPa)	σ_{LP} (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	C. H. (%)
FAA-Cp1	60,25	45,19	10576,6	0,74	7,92
FAA-Cp2	67,92	50,94	10893,2	0,71	7,17
FAA-Cp3	71,09	53,32	15839,2	0,76	4,94
FAA-Cp4	77,36	58,02	19638,5	0,70	9,37
FAA-Cp5	69,33	52,00	14661,5	0,69	6,85
FAA-Cp6	76,11	57,08	15807,7	0,63	5,91
FAA-Cp7	72,23	54,17	11457,7	0,69	8,34
FAA-Cp8	77,36	58,02	12893,9	0,77	5,54
FAA-Cp9	71,77	53,83	14992,4	0,63	7,87
FAA-Cp10	70,28	52,71	11956,7	0,84	6,26
Promedio	71,37	53,53	13871,74	0,72	7,02
D.S.	5,12	3,84	2846,72	0,06	1,38
C.V.	7,18	7,18	20,52	9,07	19,71

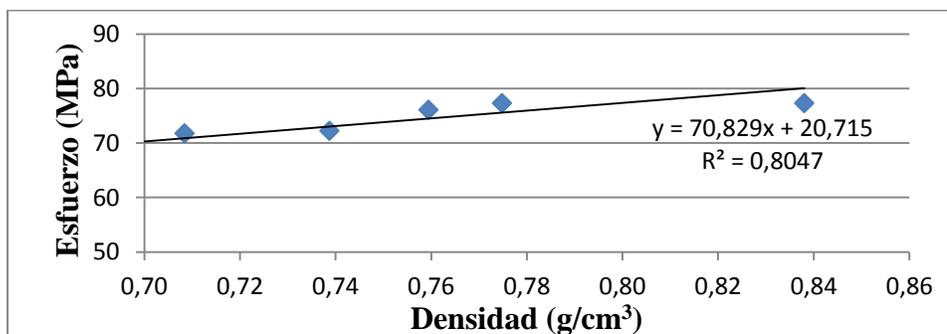
Figura C11. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la densidad para probetas infiltradas con solución FAA

Figura C12. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la humedad para probetas infiltradas con solución FAA

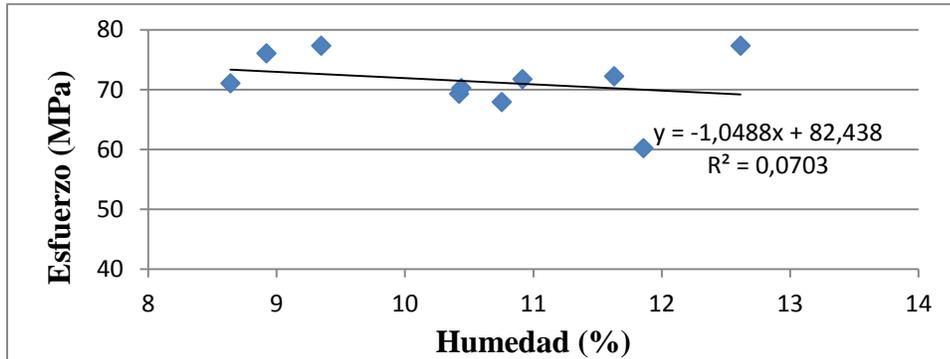


Figura C13. Gráficos Esfuerzo-Deformación probetas impregnadas con SM durante ensayo a compresión paralela a la fibra

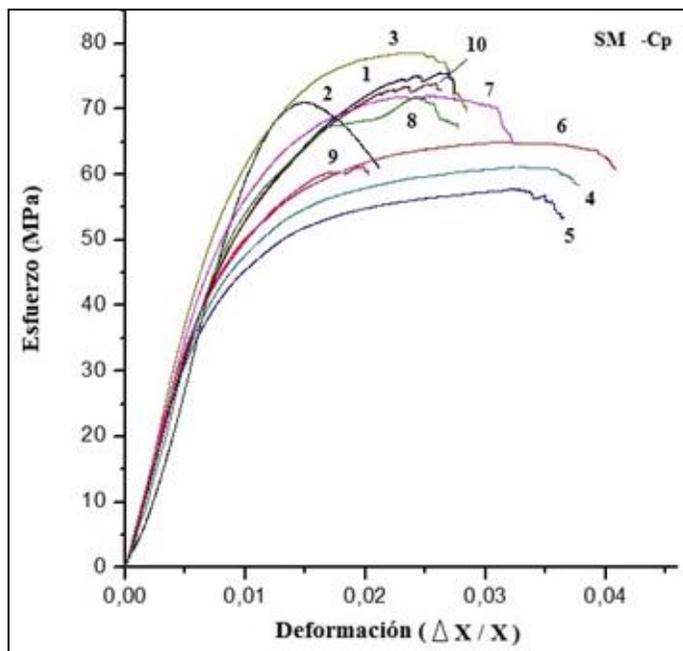


Tabla C9. Valores de esfuerzo máximo, esfuerzo en el límite elasticidad y el coeficiente de correlación para las probetas impregnadas con SM falladas a compresión paralela

Muestra	Esfuerzo Max. F _c (MPa)	Pendiente (m) E (MPa)	Coefficiente de correlación (r ²)
SMCp1	75,54	16802,70	0,956
SMCp2	71,77	19206,49	0,973
SMCp3	78,65	21630,00	0,940
SMCp4	63,14	16024,62	0,967
SMCp5	59,37	15470,53	0,923
SMCp6	64,89	17845,00	0,919
SMCp7	72,04	28130,40	0,903
SMCp8	72,01	20078,87	0,912
SMCp9	61,70	19388,57	0,921
SMCp10	73,76	16410,34	0,893

Tabla C10. Parámetros de resistencia a compresión paralela a la fibra determinados para las probetas impregnadas con SM sin infiltración

Muestra	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Módulo de Elasticidad	Densidad	Contenido de humedad
	F _c (MPa)	σ _{LP} (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	C. H. (%)
SMCp1	75,54	56,66	16802,70	0,89	9,62
SMCp2	71,77	53,83	19206,49	0,82	10,89
SMCp3	78,65	58,99	21630,00	0,91	10,49
SMCp4	63,14	47,36	16024,62	0,81	10,87
SMCp5	59,37	44,53	15470,53	0,73	11,63
SMCp6	64,89	48,67	17845,00	0,81	11,38
SMCp7	72,04	54,03	28130,40	0,87	9,70
SMCp8	72,01	54,01	20078,87	0,86	9,61
SMCp9	61,70	46,28	19388,57	0,81	11,12
SMCp10	73,76	55,32	16410,34	0,87	8,93
Promedio	69,29	51,97	19098,75	0,84	10,42
D.S.	6,51	4,88	3737,49	0,05	0,90
C.V.	9,39	9,39	19,57	6,31	8,65

Figura C14. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la densidad para probetas impregnadas con SM

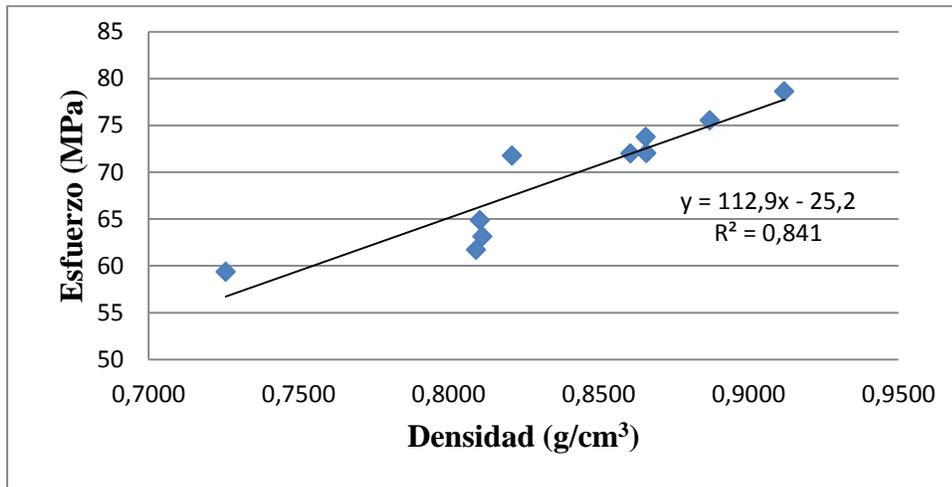


Figura C15. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la humedad para probetas impregnadas con SM

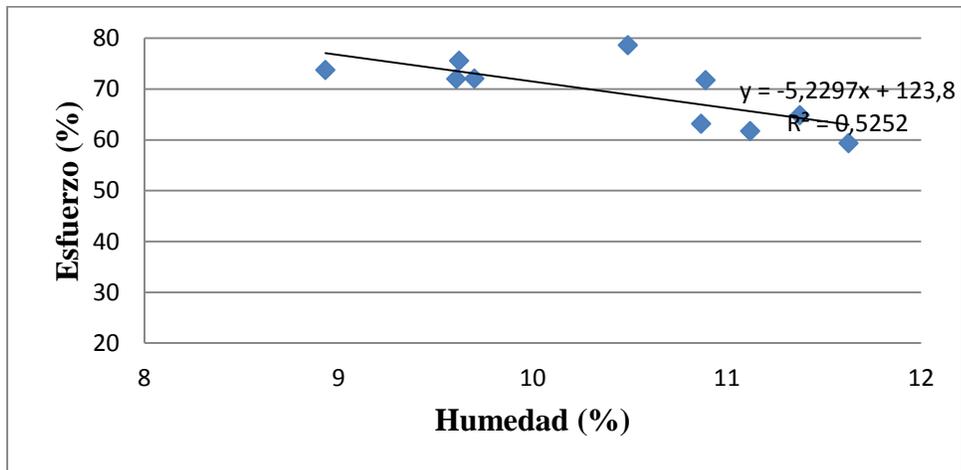


Figura C16. Gráficos Esfuerzo-Deformación probetas infiltradas con GA e impregnadas solo con SM durante ensayo a compresión paralela a la fibra

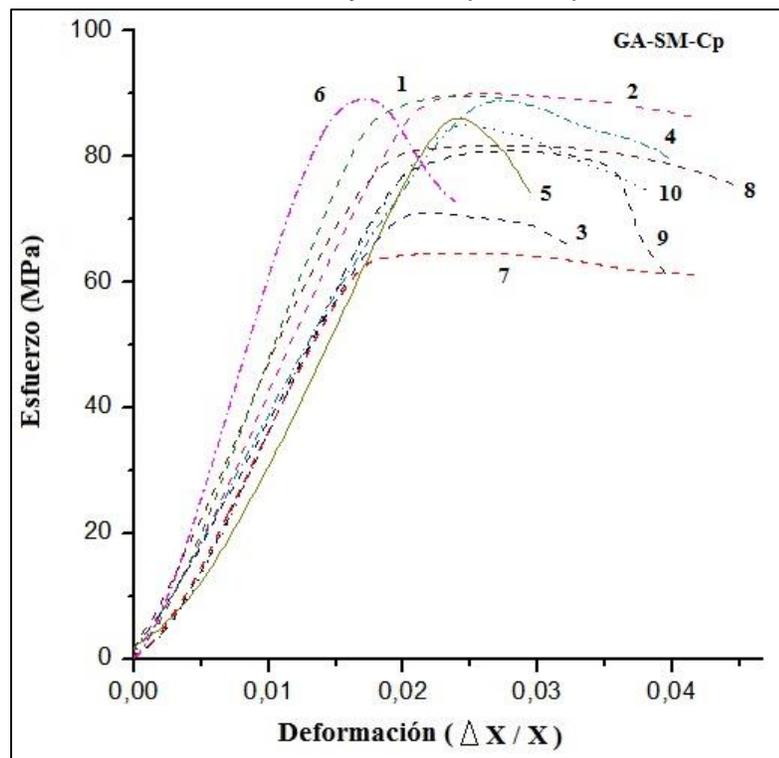


Tabla C11. Valores de esfuerzo máximo, esfuerzo en el límite elasticidad y el coeficiente de correlación para las probetas infiltradas con GA e impregnadas con SM falladas a compresión paralela

Muestra	Esfuerzo Max. Fc (MPa)	Pendiente (m) E (MPa)	Coefficiente de correlación (r ²)
GA-SMCp1	89,66	19945,62	0,972
GA-SMCp2	89,94	16335,41	0,983
GA-SMCp3	71,04	14065,20	0,973
GA-SMCp4	89,05	13991,43	0,960
GA-SMCp5	85,12	16052,57	0,951
GA-SMCp6	89,05	25184,57	0,983
GA-SMCp7	64,66	15392,31	0,974
GA-SMCp8	81,67	17022,32	0,982
GA-SMCp9	80,86	16335,92	0,937
GA-SMCp10	86,02	15483,27	0,972

Tabla C12. Parámetros de resistencia a compresión paralela a la fibra determinados para las probetas infiltradas con GA e impregnadas con SM

Muestra	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Módulo de Elasticidad	Densidad	Contenido de humedad
	F _c (MPa)	σ _{LP} (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	C. H. (%)
GA-SMCp1	89,66	67,25	19945,62	0,83	9,97
GA-SMCp2	89,94	67,46	16335,41	0,84	10,22
GA-SMCp3	71,04	53,28	14065,20	0,78	12,73
GA-SMCp4	89,05	66,79	13991,43	0,83	12,73
GA-SMCp5	85,12	63,84	16052,57	0,78	11,53
GA-SMCp6	89,05	66,79	25184,57	0,84	11,30
GA-SMCp7	64,66	48,50	15392,31	0,68	12,25
GA-SMCp8	81,67	61,25	17022,32	0,78	11,58
GA-SMCp9	80,86	60,65	16335,92	0,77	10,17
GA-SMCp10	86,02	64,52	15483,27	0,80	10,18
Promedio	82,71	62,03	16980,86	0,79	11,27
D.S.	8,59	6,44	3333,18	0,05	1,08
C.V.	10,39	10,39	19,63	6,37	9,63

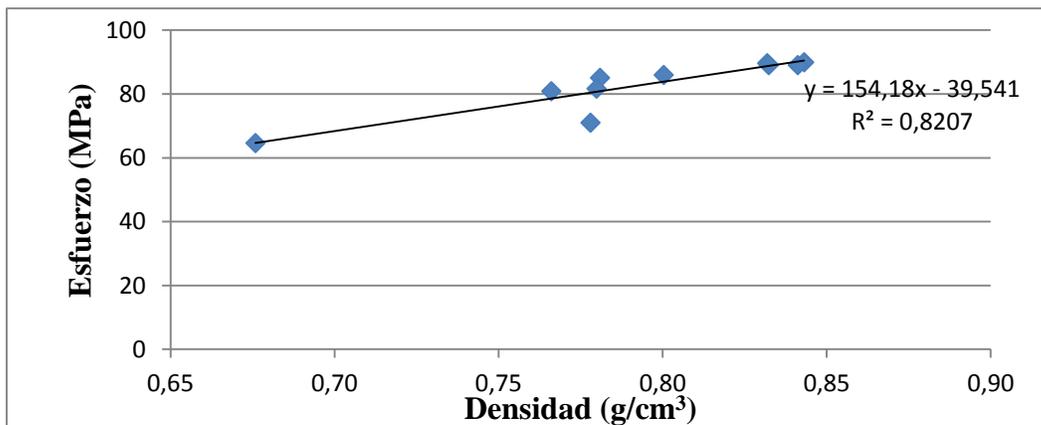
Figura C17. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la densidad para probetas infiltradas con GA e impregnadas con SM

Figura C18. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la humedad para probetas infiltradas con GA e impregnadas con SM

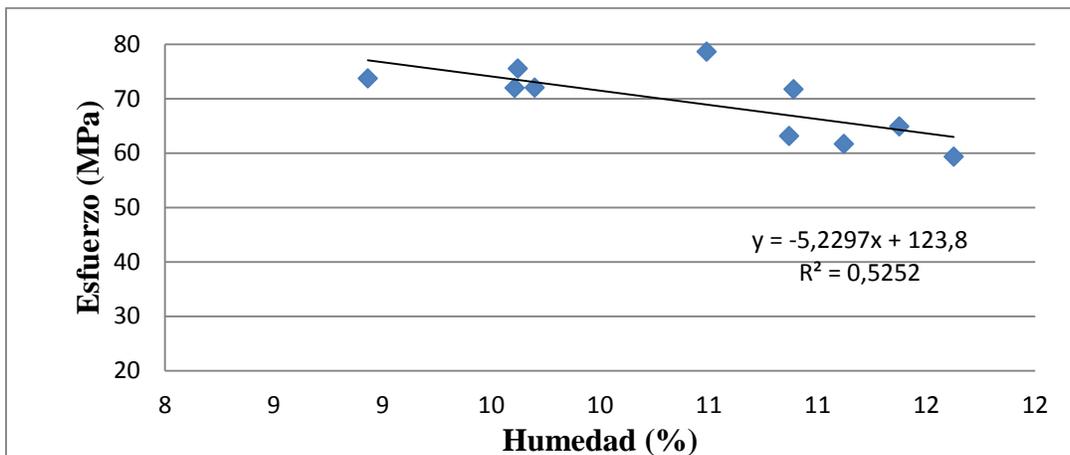


Figura C19. Gráficos Esfuerzo-Deformación probetas infiltradas con GA e impregnadas solo con SMB durante ensayo a compresión paralela a la fibra

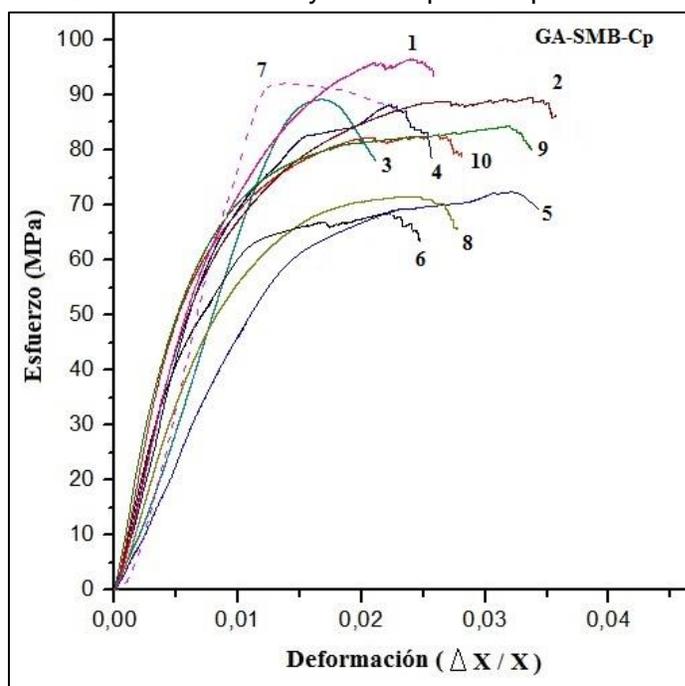


Tabla C13. Parámetros de resistencia a compresión paralela a la fibra determinados para las probetas infiltradas con GA e impregnadas con SMB

Muestra	Esfuerzo Max.	Esfuerzo en LP	Módulo de Elasticidad	Densidad	Contenido de humedad
	F _c (MPa)	σ _{LP} (MPa)	E (MPa)	ρ (g/cm ³)	C. H. (%)
GA-SMBCp1	96,38	72,29	20384,62	0,92	9,49
GA-SMBCp2	89,34	67,01	18423,75	0,90	9,09
GA-SMBCp3	88,12	66,09	21073,91	0,87	11,46
GA-SMBCp4	89,05	66,79	20991,43	0,85	12,61
GA-SMBCp5	73,76	55,32	11932,35	0,78	10,83
GA-SMBCp6	68,63	51,47	18870,00	0,74	13,90
GA-SMBCp7	92,37	69,28	27714,55	0,91	10,86
GA-SMBCp8	71,54	53,66	16864,29	0,77	11,64
GA-SMBCp9	84,20	63,15	22408,06	0,81	10,76
GA-SMBCp10	82,77	62,08	21680,95	0,77	12,12
Promedio	83,62	62,71	20034,39	0,83	11,28
D.S.	9,37	7,03	4070,11	0,06	1,42
C.V.	11,21	11,21	20,32	7,70	12,59

Figura C20. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la densidad para probetas infiltradas con GA e impregnadas con SMB

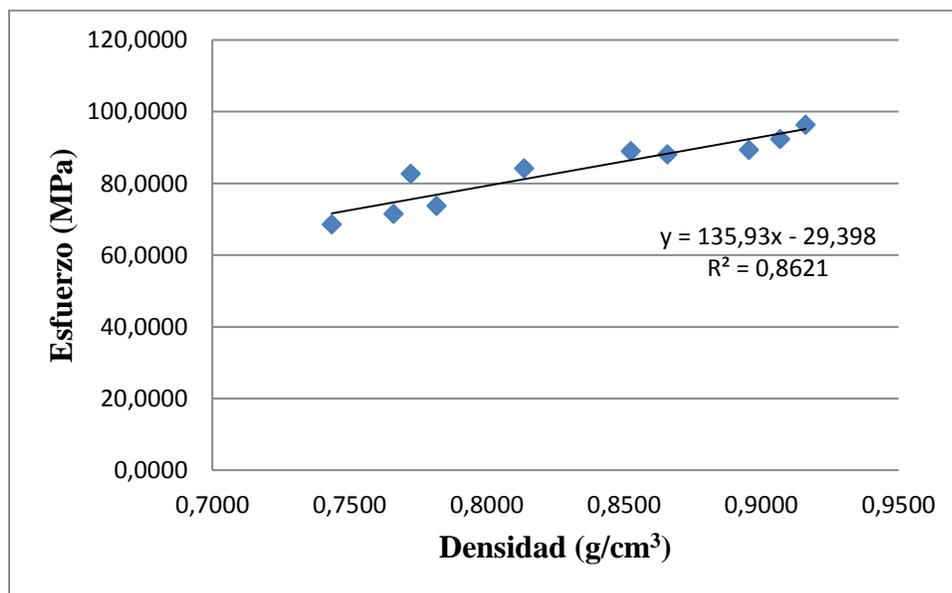
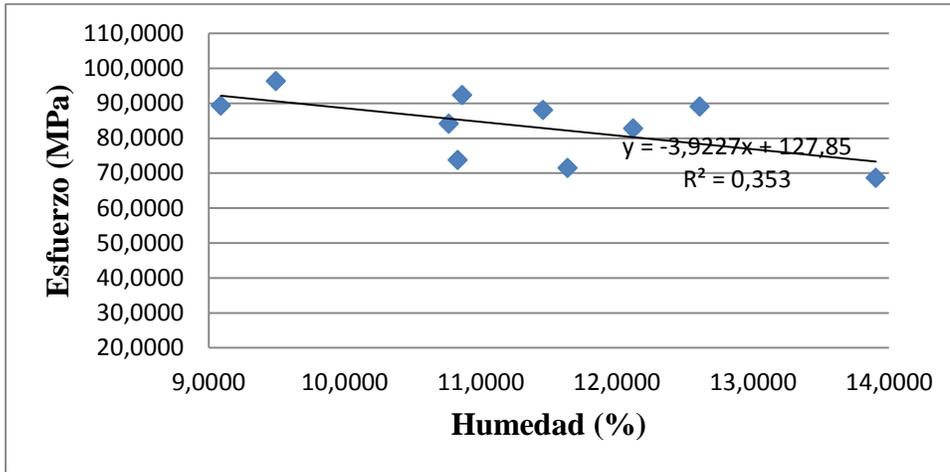


Figura C21. Resistencia a compresión paralela a la fibra en función de la humedad para probetas infiltradas con GA e impregnadas con SMB



ANEXO D. RESULTADOS DE ENSAYO DE RESISTENCIA A FLEXIÓN

Figura D1. Gráfico carga –desplazamiento de las probetas natural durante ensayo a flexión

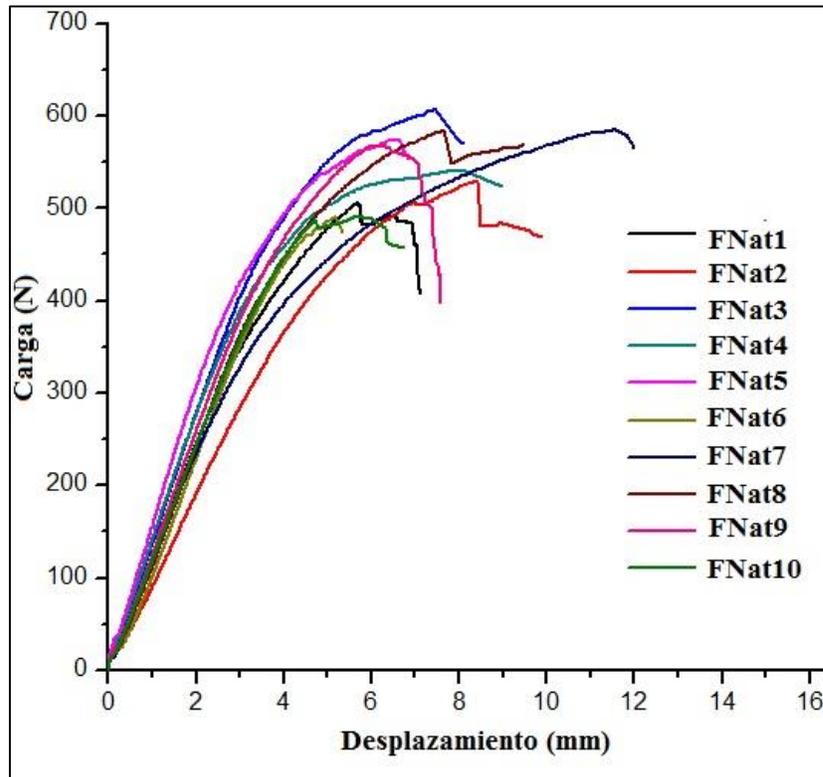


Tabla D1. Resultados ensayo a flexión en probetas natural

Muestra	LP (MPa)	P. max (MPa)	MOE (MPa)	Densidad (g/cm ³)	CH (%)
Nat-F1	76,33	101,77	10432,12	0,79	10,89
Nat-F2	78,79	105,06	14498,78	0,80	10,37
Nat-F3	91,50	122,01	11831,83	0,82	9,99
Nat-F4	81,31	108,41	11459,14	0,79	10,11
Nat-F5	71,88	95,84	10340,99	0,81	10,10
Nat-F6	73,47	97,96	12206,45	0,81	11,00
Nat-F7	90,85	121,14	8283,66	0,83	9,95
Nat-F8	105,12	140,16	13530,28	0,83	8,13
Nat-F9	103,23	139,25	11503,73	0,85	9,02
Nat-F10	75,56	100,75	11712,57	0,80	11,47
Promedio	84,80	113,24	11579,96	0,81	10,10
D.S.	12,18	16,51	1717,08	0,02	0,97
C.V.	14,36	14,58	14,83	2,26	9,60

Figura D2. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la densidad para probetas naturales

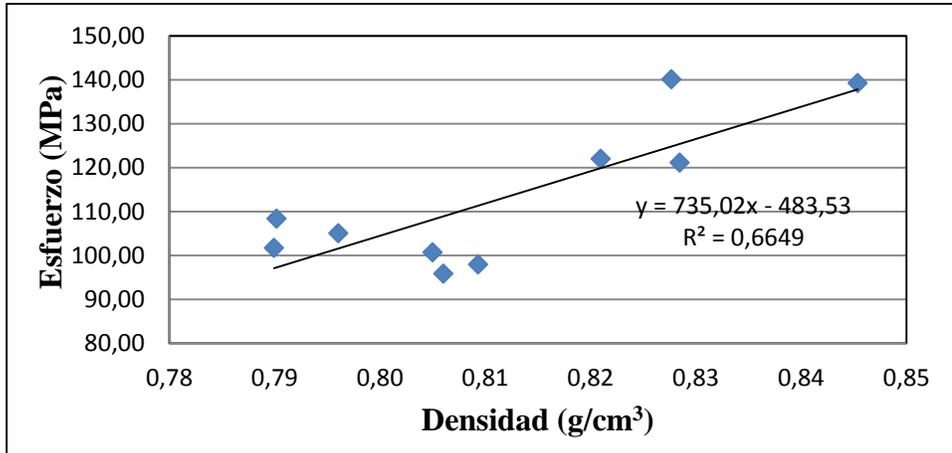


Figura D3. Resistencia a flexión longitudinal a la fibra en función de la humedad para probetas naturales

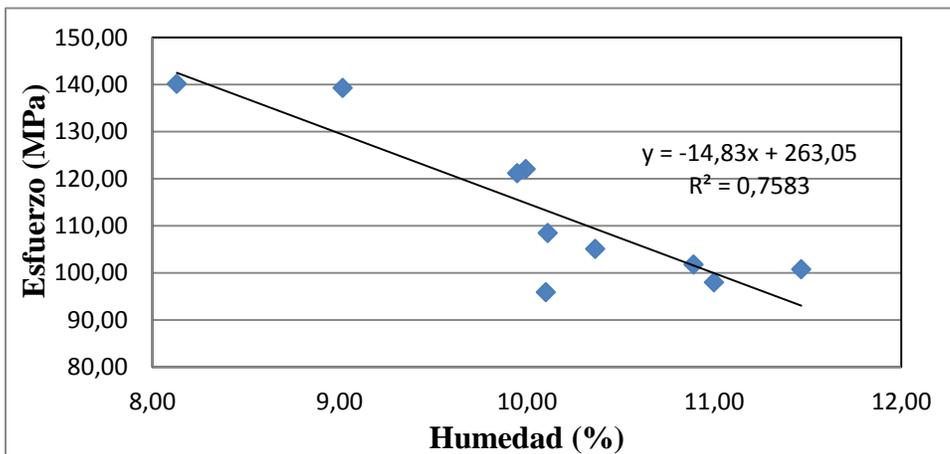


Figura D4. Gráfico carga –desplazamiento de las probetas testigo térmico durante ensayo a flexión

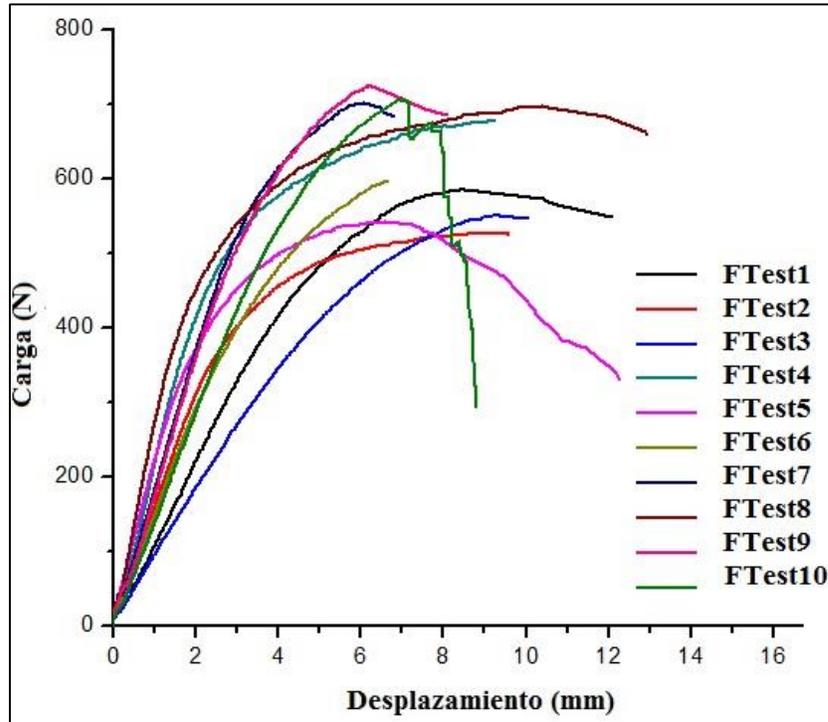


Tabla D2. Resultados ensayo a flexión en probeta testigos térmicos

Muestra	LP (MPa)	Pmax (MPa)	MOE (MPa)	Densidad (g/cm3)	CH (%)
Test-F1	82,07	109,42	14817,98	0,72	10,48
Test-F2	81,40	108,54	9008,81	0,73	11,30
Test-F3	83,23	111,04	8405,15	0,73	9,52
Test-F4	103,70	138,26	17490,28	0,77	8,37
Test-F5	81,63	108,84	14996,80	0,74	10,37
Test-F6	90,95	121,26	11432,60	0,77	9,47
Test-F7	103,85	138,46	15336,91	0,75	8,20
Test-F8	101,56	135,42	14709,29	0,74	8,55
Test-F9	107,79	143,72	14414,62	0,76	9,96
Test-F10	102,87	137,18	11431,57	0,76	8,58
Promedio	93,91	125,21	13204,40	0,75	9,48
D.S.	11,04	14,71	2969,85	0,02	1,05
C.V.	11,75	11,75	22,49	2,27	11,05

Figura D5. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la densidad para probetas testigos térmico

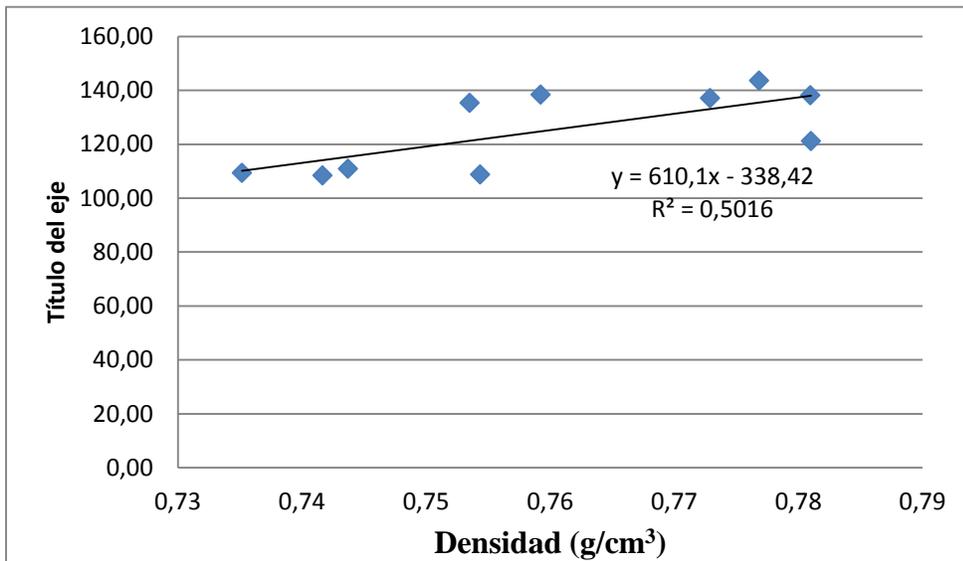


Figura D6. Resistencia a la flexión longitudinal de la fibra en función de la humedad para probetas testigos térmicos

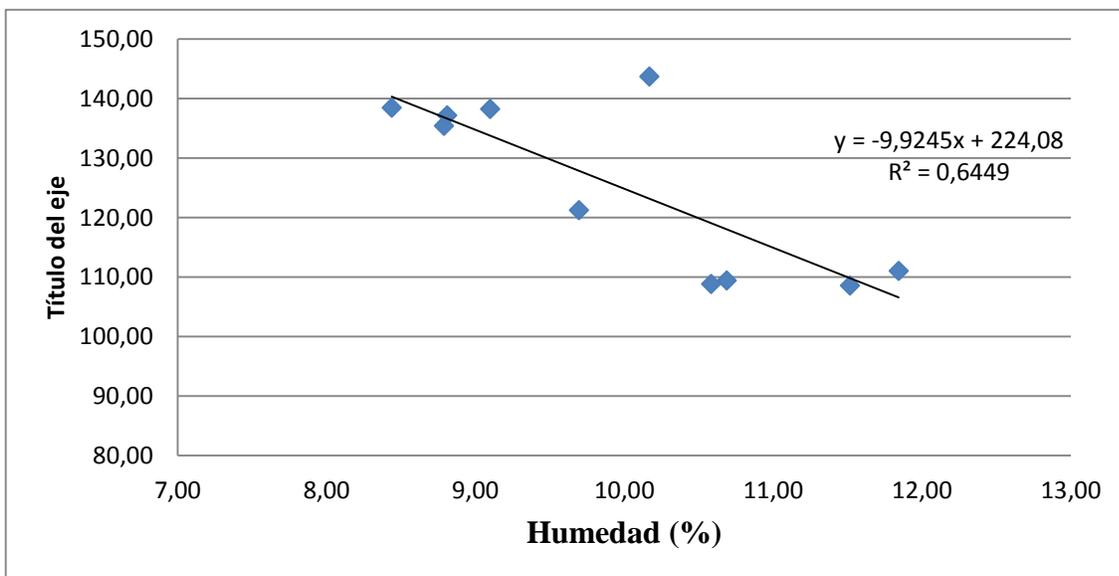
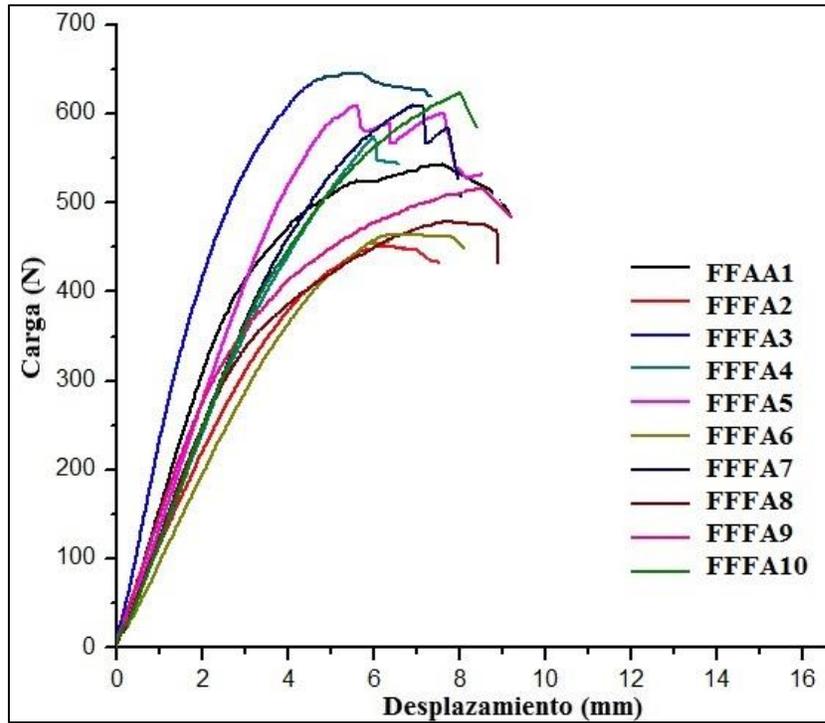


Figura D7. Gráfico Carga –Desplazamiento de las probetas infiltradas con FAA durante ensayo a flexión**Tabla D3.** Resultados ensayo a flexión en probetas infiltrada con FAA

Muestra	LP (MPa)	Pmax (MPa)	MOE (MPa)	Densidad (g/cm3)	CH (%)
FAA-F1	83,22	110,96	13785,40	0,73	8,96
FAA-F2	69,94	93,26	15117,25	0,73	11,07
FAA-F3	98,35	131,14	18895,38	0,75	7,92
FAA-F4	88,26	117,68	10792,31	0,73	11,49
FAA-F5	94,94	126,59	14154,64	0,73	8,96
FAA-F6	69,33	92,44	8942,23	0,69	9,40
FAA-F7	92,86	123,81	10957,07	0,76	9,10
FAA-F8	70,39	93,85	11893,59	0,73	10,74
FAA-F9	79,54	106,06	9870,15	0,72	8,58
FAA-F10	96,80	129,07	10500,38	0,76	8,55
Promedio	84,36	112,49	12490,84	0,73	9,48
D.S.	11,56	15,42	3006,97	0,02	1,20
C.V.	13,71	13,71	24,07	2,97	12,66

Figura D8. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la densidad para probetas infiltradas con solución FAA

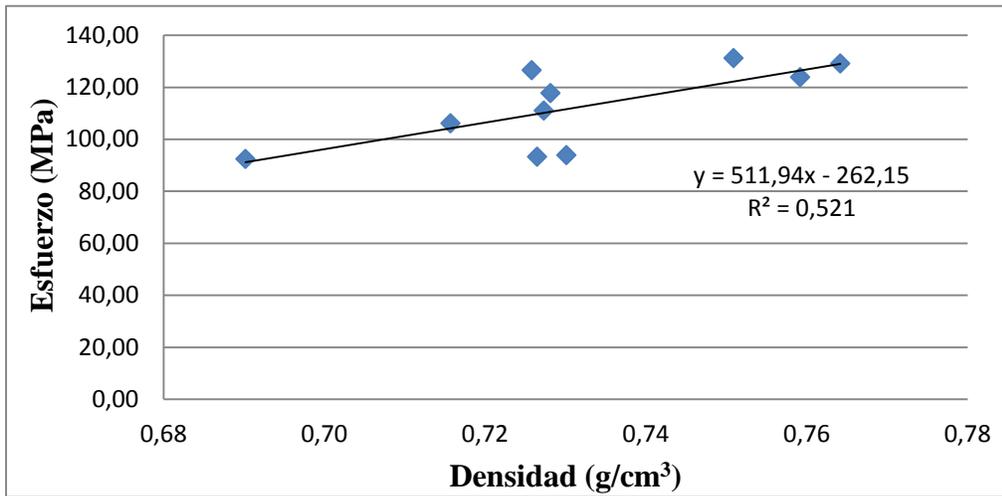


Figura D9. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la humedad para probetas infiltradas con solución FAA

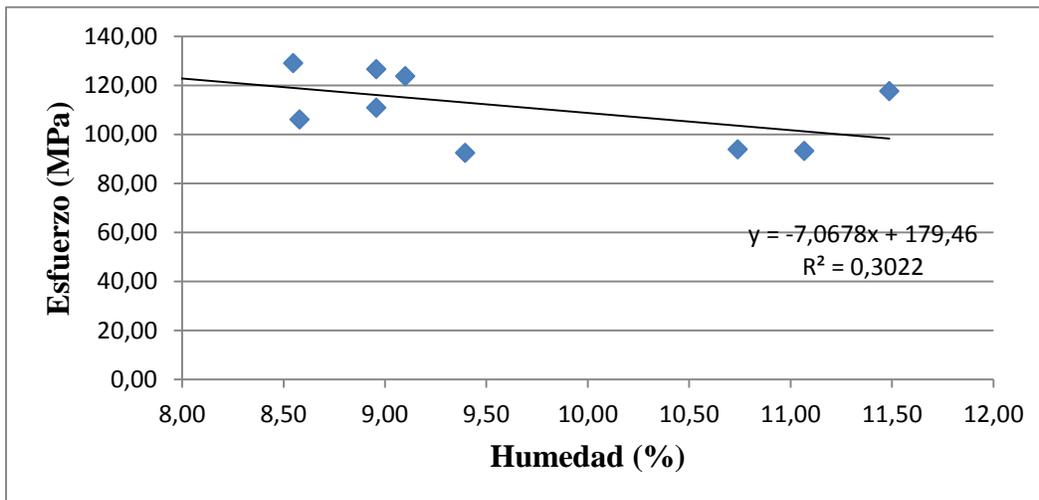


Figura D10. Gráfico Carga –Desplazamiento de las probetas infiltradas con GA durante ensayo a flexión

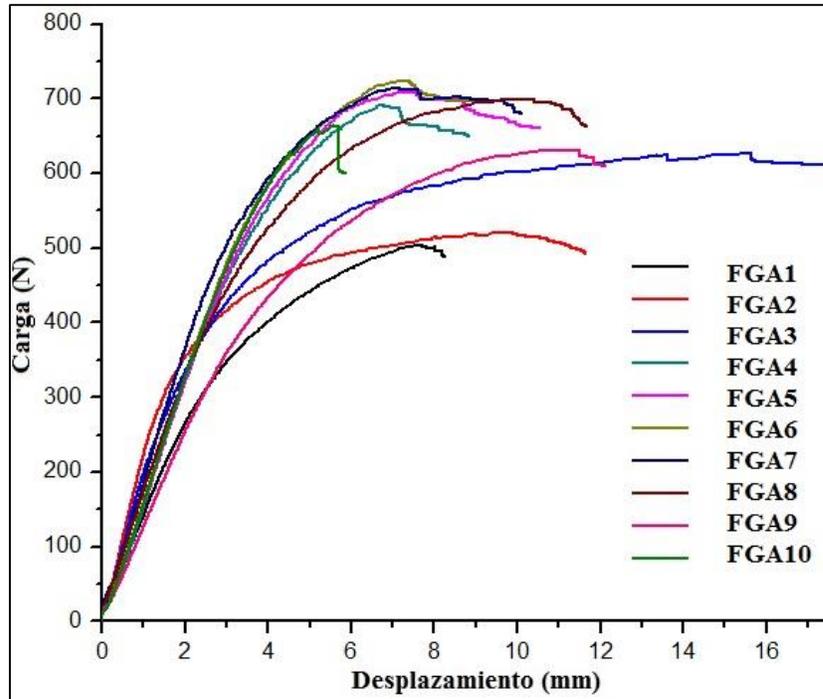


Tabla D4. Resultados ensayo a flexión en probetas infiltrada con GA

Muestra	LP (MPa)	Pmax (MPa)	MOE (MPa)	Densidad (g/cm ³)	CH (%)
GA-F1	79,13	105,51	10177,23	0,72	11,60
GA-F2	82,35	109,80	14463,02	0,74	13,88
GA-F3	96,41	128,54	10868,55	0,73	10,57
GA-F4	107,47	143,29	14082,66	0,81	10,44
GA-F5	110,19	146,92	14692,87	0,82	10,54
GA-F6	111,63	148,84	14382,74	0,79	10,19
GA-F7	110,72	147,62	15669,21	0,84	9,14
GA-F8	108,19	144,25	12232,74	0,81	9,40
GA-F9	97,41	129,88	15488,74	0,73	11,02
GA-F10	102,29	136,38	15606,82	0,78	10,10
Promedio	100,58	134,10	13766,46	0,78	10,69
D.S.	11,76	15,68	1984,09	0,04	1,33
C.V.	11,69	11,69	14,41	5,60	12,43

Figura D11. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la densidad para probetas infiltradas con solución de glutaraldehído 2,5%

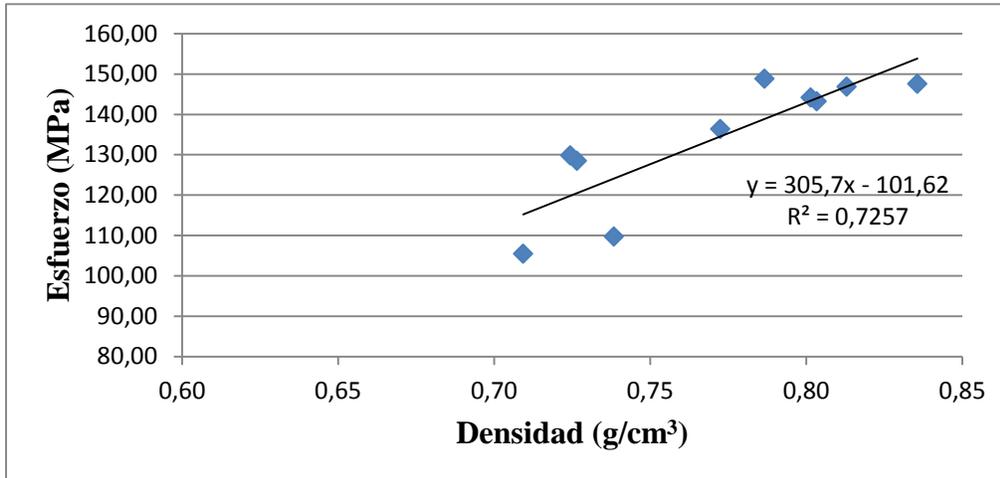


Figura D12. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la humedad para probetas infiltradas con solución de glutaraldehído 2,5 %

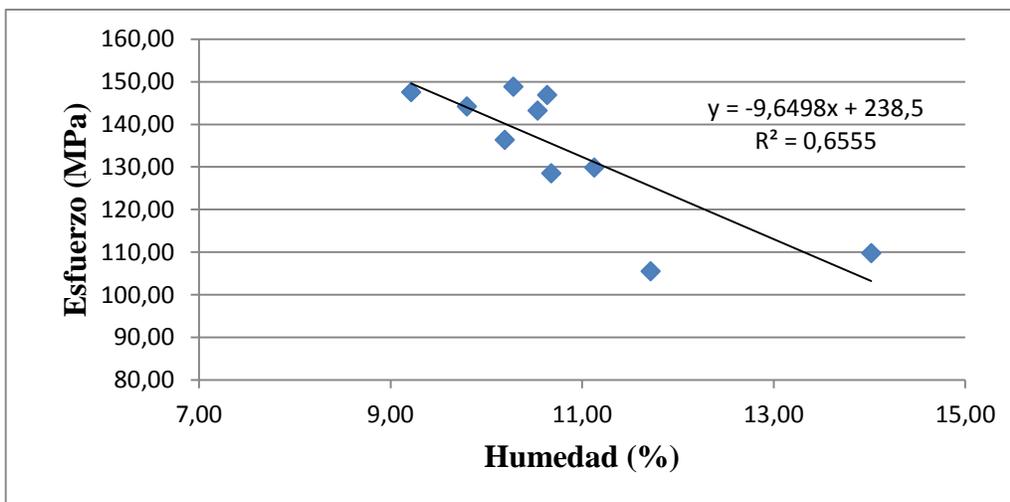
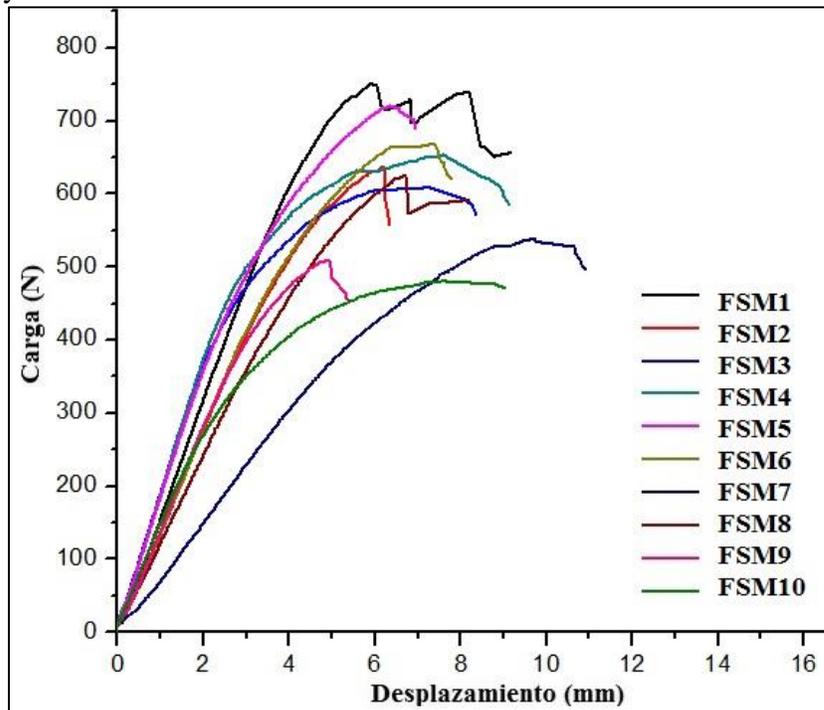


Figura D13. Gráfico Carga –Desplazamiento de las probetas impregnada con SM durante ensayo a flexión**Tabla D5.** Resultados ensayo a flexión en probeta impregnada con SM

Muestra	LP (MPa)	Pmax (MPa)	MOE (MPa)	Densidad (g/cm3)	CH (%)
SM-F1	116,30	155,07	15773,88	0,87	7,67
SM-F2	97,32	129,76	12638,97	0,74	10,43
SM-F3	93,97	125,29	15391,23	0,72	10,96
SM-F4	107,69	143,58	16368,72	0,80	7,99
SM-F5	95,44	127,26	12988,88	0,81	9,76
SM-F6	104,04	138,72	13124,39	0,85	8,01
SM-F7	83,10	110,80	11632,87	0,77	11,43
SM-F8	95,03	126,71	10810,68	0,84	10,23
SM-F9	78,77	105,03	13624,05	0,76	11,40
SM-F10	74,43	99,25	8160,24	0,75	9,59
Promedio	94,61	126,15	13051,39	0,79	9,75
D.S.	13,04	17,38	2480,03	0,05	1,42
C.V.	13,78	13,78	19,00	6,27	14,58

Figura D14. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la densidad para probetas impregnadas con poli-(St-co-MMA)

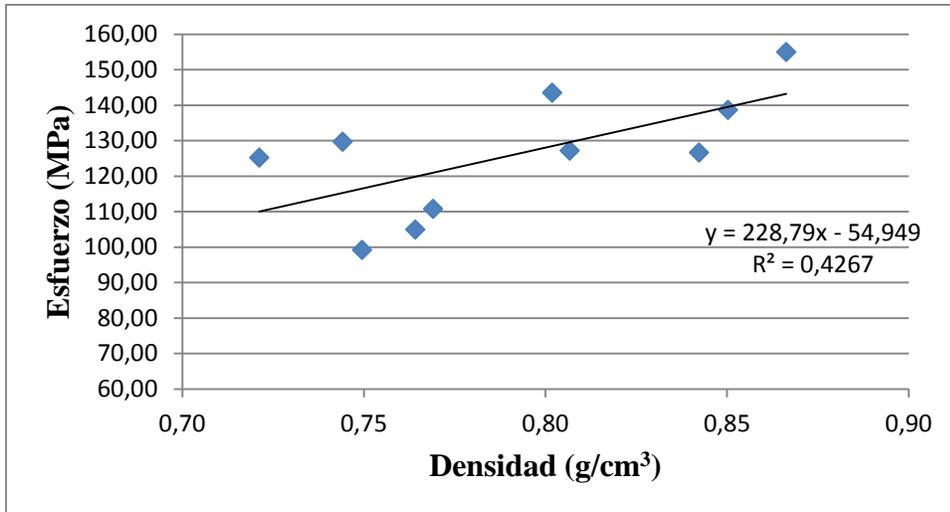


Figura D15. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la humedad para probetas impregnadas con poli-(St-co-MMA)

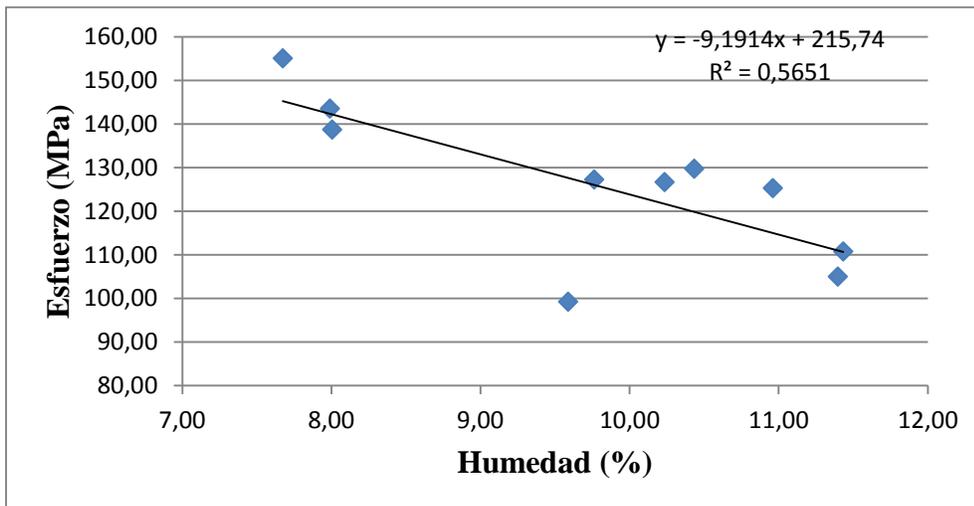


Figura D16. Gráfico Carga –Desplazamiento de las probetas infiltradas con GA e impregnada con SM durante ensayo a flexión

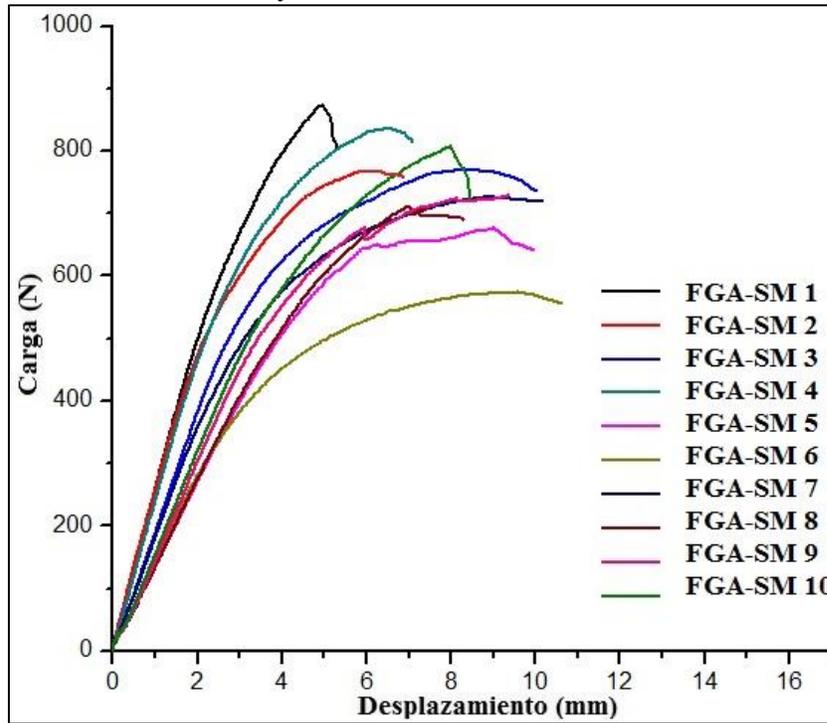


Tabla D6. Resultados ensayo a flexión en probetas infiltradas con GA e impregnadas con SM

Muestra	LP (MPa)	Pmax (MPa)	MOE (MPa)	Densidad (g/cm ³)	CH (%)
GA-SM-F1	135,22	180,29	21250,77	0,87	9,284228
GA-SM-F2	118,97	158,63	11395,56	0,86	10,96307
GA-SM-F3	118,26	157,69	15967,34	0,86	11,22794
GA-SM-F4	130,49	173,99	18566,20	0,92	8,845719
GA-SM-F5	104,62	139,49	12474,30	0,87	10,63445
GA-SM-F6	88,66	118,21	10894,28	0,76	11,90596
GA-SM-F7	113,31	151,08	14163,99	0,83	9,729182
GA-SM-F8	109,99	146,65	12393,21	0,79	11,48638
GA-SM-F9	111,30	148,40	14046,38	0,75	11,51791
GA-SM-F10	125,11	166,81	17758,73	0,81	9,707964
Promedio	115,59	154,12	14891,08	0,83	10,53
D.S.	13,40	17,87	3413,20	0,06	1,06
C.V.	11,60	11,60	22,92	6,62	10,10

Figura D17. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la densidad para probetas infiltradas con GA e impregnadas con poli-(St-co-MMA)

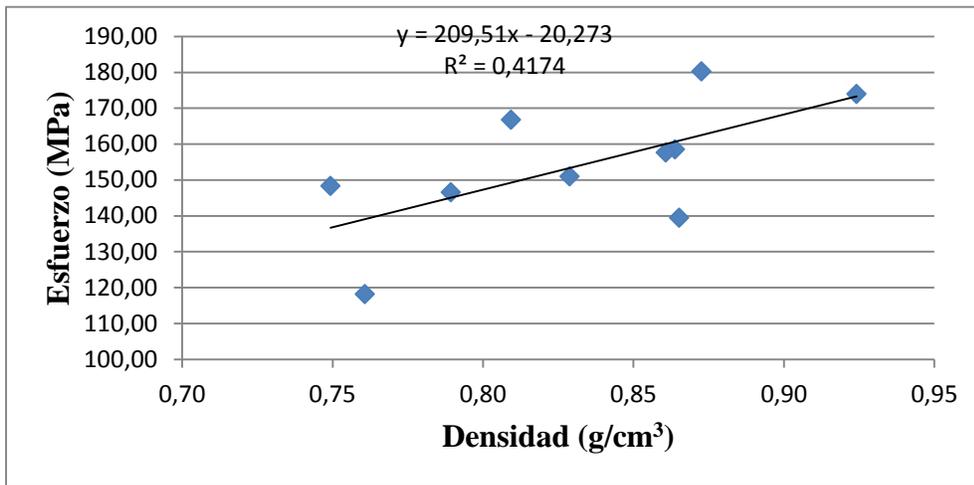


Figura D18. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la humedad para probetas infiltradas con GA e impregnadas con poli-(St-co-MMA)

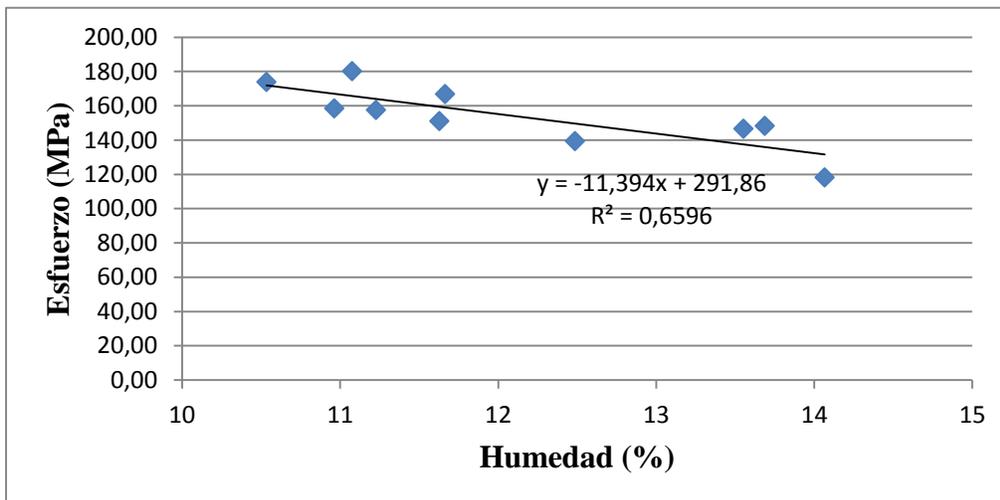


Figura D19. Gráfico Carga –Desplazamiento de las probetas infiltradas con GA e impregnada con SMB durante ensayo a flexión

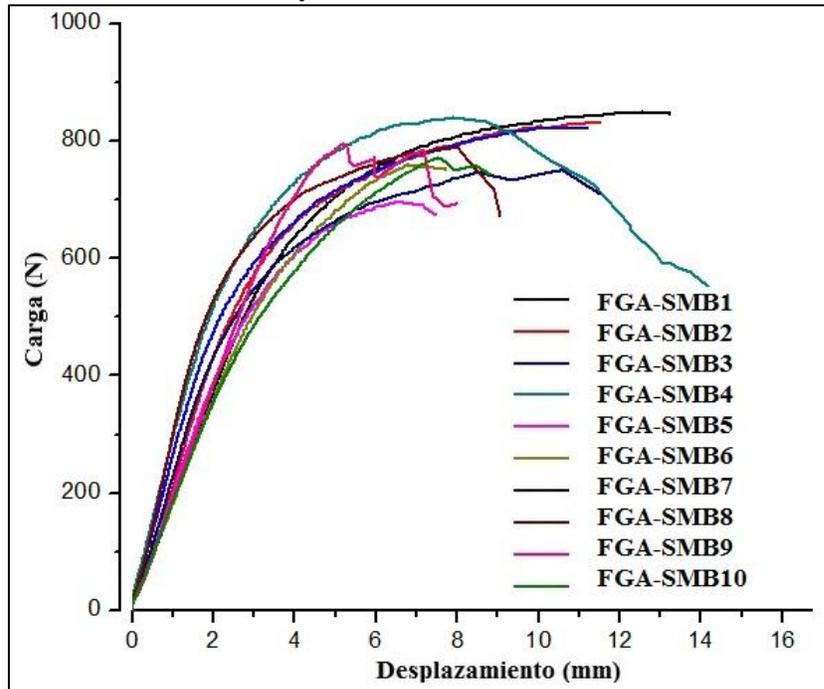


Tabla D7. Resultados ensayo de compresión en probeta infiltrada con GA e impregnada con SMB

Muestra	LP (MPa)	Pmax (MPa)	MOE (MPa)	Densidad (g/cm ³)	CH (%)
GA-SMB-F1	130,46	173,95	18379,84	0,83	9,03
GA-SMB-F2	127,90	170,54	16478,61	0,85	9,98
GA-SMB-F3	127,84	170,46	16651,35	0,85	10,07
GA-SMB-F4	129,46	172,61	19211,61	0,86	9,71
GA-SMB-F5	108,52	144,70	17076,52	0,79	9,47
GA-SMB-F6	117,27	156,36	15183,99	0,82	13,69
GA-SMB-F7	118,04	157,39	17070,85	0,80	10,08
GA-SMB-F8	121,86	162,49	17715,84	0,82	10,14
GA-SMB-F9	122,15	162,87	18638,09	0,80	9,50
GA-SMB-F10	76,23	101,65	11957,37	0,77	12,94
Promedio	117,97	157,30	16836,41	0,82	10,46
D.S.	16,15	21,54	2077,76	0,03	1,55
C.V.	13,69	13,69	12,34	3,42	14,85

Figura D20. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la densidad para probetas infiltradas con GA e impregnadas con poli-(St-co-MMA-co-BuA)

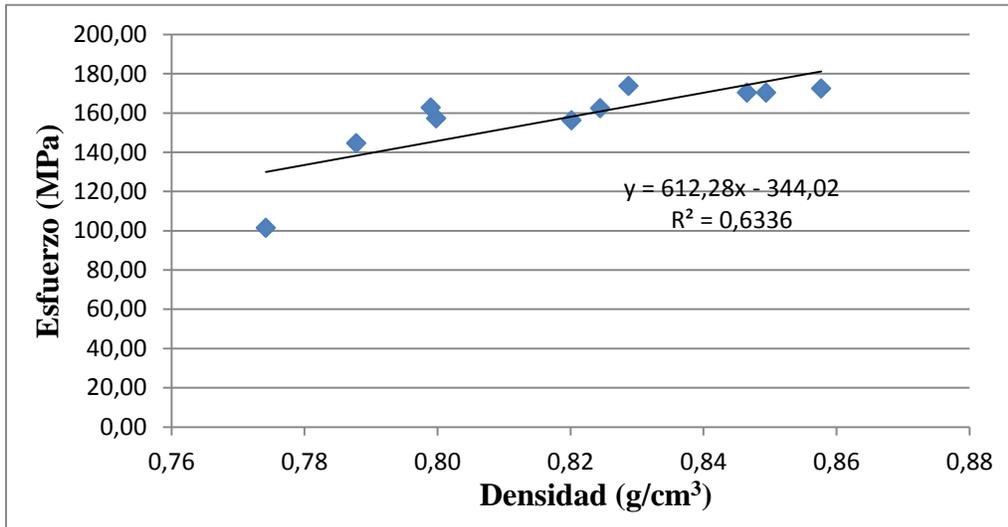
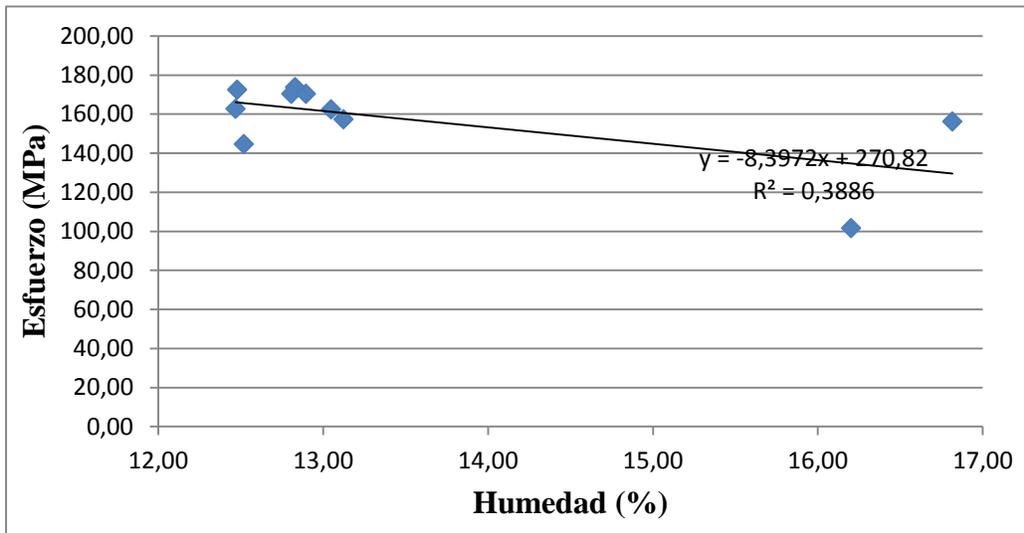


Figura D21. Resistencia a la flexión longitudinal a la fibra en función de la humedad para probetas infiltradas con GA e impregnadas con poli-(St-co-MMA-co-BuA)



ANEXO E. ABSORCION DE AGUA

Las tablas muestran el comportamiento de las probetas durante el proceso de absorción de agua, durante 1, 8, 24, 48, 336 y 720 horas en condiciones ambientales. Se evaluaron los parámetros dimensionales de ancho (b), espesura (t), Longitudinal, (L), Volumen (V), y masa (WA).

Tabla E1. Hinchamiento radial de las muestras durante el proceso de absorción de agua

Probetas	Variable estadística	Tiempo (h)					
		1	8	24	48	336	720
Natural	promedio	promedio	3,80	5,03	6,16	8,35	9,95
	D.S.	D.S.	0,69	0,47	0,55	1,23	1,53
	C.V.	C.V.	18,10	9,42	8,99	14,76	15,34
Testigo	promedio	promedio	3,16	8,01	9,59	10,70	12,36
	D.S.	D.S.	0,70	0,98	0,72	0,85	1,09
	C.V.	C.V.	22,11	12,28	7,53	7,92	8,85
GA	promedio	promedio	2,61	4,70	5,86	7,69	9,68
	D.S.	D.S.	0,61	0,64	0,85	1,18	1,61
	C.V.	C.V.	23,27	13,68	14,45	15,32	16,63
FAA	promedio	promedio	2,01	5,19	6,30	8,81	10,32
	D.S.	D.S.	0,40	0,90	1,34	0,99	0,71
	C.V.	C.V.	19,96	17,34	21,25	11,23	6,91
SM	promedio	promedio	1,69	4,77	5,43	8,08	9,20
	D.S.	D.S.	0,61	0,86	0,84	0,54	0,66
	C.V.	C.V.	35,75	18,12	15,40	6,71	7,19
SMB	promedio	promedio	3,80	5,03	6,16	8,35	9,95
	D.S.	D.S.	0,69	0,47	0,55	1,23	1,53
	C.V.	C.V.	18,10	9,42	8,99	14,76	15,34

Tabla E2. Hinchamiento tangencial de las muestras durante el proceso de absorción de agua

Probetas	Variable estadística	Tiempo (h)					
		1	8	24	48	336	720
Natural	promedio	2,12	4,93	14,18	16,04	19,83	21,55
	D.S.	0,98	2,19	2,54	1,96	1,57	1,49
	C.V.	46,23	44,47	17,90	12,20	7,91	6,90
Testigo	promedio	2,45	5,83	9,98	12,09	15,86	20,70
	D.S.	0,51	1,66	1,11	1,66	2,53	1,12
	C.V.	20,89	28,40	11,09	13,74	15,97	5,41
GA	promedio	0,83	3,50	5,66	8,65	12,34	16,92
	D.S.	0,31	0,81	0,38	0,71	1,28	1,18
	C.V.	36,61	23,01	6,75	8,16	10,35	6,99
FAA	promedio	1,95	3,04	5,99	8,01	14,31	19,05
	D.S.	0,45	0,84	1,77	3,10	2,20	1,44
	C.V.	23,03	27,68	29,48	38,73	15,35	7,54
SM	promedio	1,16	2,86	6,98	7,62	9,83	12,58
	D.S.	0,35	1,10	1,29	1,29	1,37	1,86
	C.V.	30,07	38,42	18,53	16,99	13,98	14,76
SMB	promedio	1,51	3,90	5,93	8,17	10,59	12,42
	D.S.	0,65	0,90	1,00	1,58	1,24	1,11
	C.V.	42,77	22,94	16,87	19,34	11,74	8,91

Tabla E3. Hinchamiento longitudinal de las muestras durante el proceso de absorción de agua

Probetas	Variable estadística	Tiempo (h)					
		1	8	24	48	336	720
Natural	promedio	0,26	0,32	0,38	0,41	0,47	0,56
	D.S.	0,13	0,13	0,13	0,12	0,15	0,14
	C.V.	52,53	38,88	33,77	30,19	32,60	25,68
Testigo	promedio	0,42	0,49	0,54	0,60	0,66	0,73
	D.S.	0,15	0,17	0,17	0,15	0,16	0,17
	C.V.	37,05	35,34	30,52	25,62	23,88	22,68
GA	promedio	0,21	0,24	0,28	0,31	0,38	0,47
	D.S.	0,05	0,06	0,06	0,05	0,05	0,06
	C.V.	24,50	23,88	19,99	17,09	12,84	12,64
FAA	promedio	0,19	0,23	0,28	0,32	0,40	0,48
	D.S.	0,05	0,04	0,04	0,04	0,07	0,07
	C.V.	23,51	16,99	15,36	11,03	16,28	15,64
SM	promedio	0,13	0,27	0,47	0,53	0,66	0,77
	D.S.	0,01	0,04	0,07	0,14	0,11	0,13
	C.V.	8,21	14,59	15,36	27,12	16,22	16,64
SMB	promedio	0,15	0,26	0,34	0,43	0,51	0,76
	D.S.	0,03	0,06	0,11	0,11	0,13	0,09
	C.V.	24,00	24,63	31,13	26,24	25,08	11,18

Tabla E4. Hinchamiento volumétrico de las muestras durante el proceso de absorción de agua

Probetas	Variable estadística	Tiempo (h)					
		1	8	24	48	336	720
Natural	promedio	4,24	8,92	24,69	27,71	32,03	35,59
	D.S.	1,72	3,52	2,85	2,57	3,19	2,72
	C.V.	40,61	39,42	11,53	9,29	9,95	7,63
Testigo	promedio	5,00	9,79	19,52	23,59	29,09	36,61
	D.S.	0,99	1,95	1,88	2,56	3,11	2,04
	C.V.	19,88	19,90	9,63	10,84	10,67	5,58
GA	promedio	1,62	6,47	10,93	15,37	21,44	28,86
	D.S.	0,49	1,42	0,92	1,43	2,46	3,01
	C.V.	30,26	22,03	8,43	9,33	11,49	10,41
FAA	promedio	3,62	5,36	11,81	15,22	24,88	31,97
	D.S.	0,70	1,22	2,60	4,51	3,06	2,28
	C.V.	19,33	22,81	22,05	29,65	12,30	7,14
SM	promedio	2,04	4,89	12,62	14,07	19,49	23,89
	D.S.	0,53	1,72	2,05	2,03	1,56	2,46
	C.V.	26,15	35,21	16,25	14,40	8,02	10,32
SMB	promedio	2,92	8,13	11,65	15,33	20,43	24,54
	D.S.	1,19	1,29	1,36	2,07	1,41	1,83
	C.V.	40,82	15,84	11,70	13,50	6,92	7,44

Tabla E5. Hinchamiento en aumento de masa de las muestras durante el proceso de absorción de agua

Probetas	Variable estadística	Tiempo (h)					
		1	8	24	48	336	720
Natural	promedio	0,21	1,57	11,63	15,60	22,90	30,11
	D.S.	1,81	2,04	1,54	2,11	3,71	3,38
	C.V.	866,29	130,21	13,22	13,52	16,22	11,21
Testigo	promedio	1,11	2,03	12,26	14,13	19,74	29,32
	D.S.	1,15	0,83	1,74	1,87	1,42	3,27
	C.V.	103,43	40,98	14,18	13,24	7,21	11,16
GA	promedio	0,28	2,23	11,22	13,38	17,41	25,69
	D.S.	1,69	1,18	2,19	2,11	2,06	2,76
	C.V.	599,36	53,02	19,52	15,76	11,82	10,76
FAA	promedio	-0,22	1,19	11,07	14,39	20,48	26,52
	D.S.	1,42	1,12	2,31	2,00	1,88	2,40
	C.V.	-653,54	94,27	20,88	13,89	9,16	9,04
SM	promedio	1,04	1,72	9,75	10,57	16,72	19,88
	D.S.	0,65	0,57	1,24	1,55	2,16	1,95
	C.V.	62,97	33,12	12,69	14,69	12,94	9,81
SMB	promedio	0,88	1,61	10,84	13,07	17,30	20,62
	D.S.	0,51	0,87	1,09	0,68	0,51	1,37
	C.V.	58,36	53,94	10,03	5,22	2,94	6,66

Bibliografía

Abang A. (1984). Development of Basic Mechanical Tests for Malaysian Bamboos. *Pertanika* 7(2), 13-17.

AIS, Asociación Colombiana de Ingeniería Sísmica (2010). *Normas Colombianas de Diseño Sismo Resistente. (NSR-10)*. Bogotá.

Anwar, O.M.K., Paridah, M.T., Hamdan, H., Sapuan, S.M. e Bakar, E. J. (2009). Effect of curing time on physical and mechanical properties of phenolic – treated bamboo strips. *Industrial crops and products*, 29, 214-219.

[Anusavice](#), K. J., 2004. *Phillips la ciencia de los materiales dentales*. Elsevier España.

Baysal, E., Yalinkilic, M.K., Altinok, M., Sonmez, A., Peker, H., e Colak, M. (2007). Some physical, biological, mechanical and fire properties of wood polymer composite (WPC) pretreated with boric acid and borax mixture. *Construction and Bulding Materials*. 21. 1879-1885.

Beauchemin R.C. y Dubé M.A.(1999). Bulk terpolymer composition prediction from copolymer reactivity ratios *Polymer reaction engineering*, 7(4), 485-499.

Billmeyer, F.W. Jr. (1984). *Textbook of the polymer science*. 3rd Edition. Wiley – interscience. New York.

Bing Meng, Jingjing Deng, Qiing Liu, Zhihua Wu y Wei Yang (2012). Transparent and ductile poly(lactic acid)/poly (butyl acrylate) blends: structure and properties. *European Polymer Journal*. 48. 127-135.

Brar A.S., y Satyanarayana C.U.V. (1992). Microstructure determination of Styrene-butyl acrylate copolymers by NMR-spectroscopy. *Polymer Journal*. 24 (9) 879-887.

Bruckner R., (2002). *Advanced organic chemistry*. Reactions mechanisms. Harcourt academic press. U.S.A. 636 p.

Cerrada M.L., Fuente J. L. de la, Fernandez – García M. Y Madruga E. L. (2001). Viscoelastic and mechanical properties of poly(butyl acrylate-g-styrene) copolymers. *Polymers*. 42. 4647 -4655.

Ciolacu D., Ciolacu F. y Popa V. (2011) Amorphous cellulose—structure and characterization. *Cellulose Chemistry and Technology*. 45. 13-21.

Chiozzini E., J.C. (2007). *Tratamento químico de colmos de bamboo pelo método de Boucherie modificado*. Disertación de maestría. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de engenharia agrícola. SP. Brasil.

Correal, J.F.; Arbeláez, J. 2010. Influence of age and height position on colombian Guadua angustifolia bamboo mechanical properties. *Maderas: Ciencia y Tecnología* 12(2):105-113.

Curteanu, S. e Bulacovschi V. (2004). Empirical models for viscosity variation in bulk free radical polymerization. *Chem. Ind.* 58 (9) 393-400.

Dixon P. G. y Gibson L. J.. (2014). The structure and mechanics of Moso bamboo material. *J R Soc Interface* 11. DOI: 20140321

Donaldson L.A. (2001). Lignification and lignin topochemistry- An ultrastructural View. *Phytochemistry*. 57. 859-873.

Dumar Lobo, Jorge (2014). *Determinación de la variación de la resistencia a flexión y módulo de elasticidad longitudinal de la guadua angustifolia Kunth, con el contenido de humedad*. Tesis de Maestría, Universidad Nacional de Colombia. Bogotá.

Espinel C.F., Martínez Covaleta H.J., Pinzón Ruíz N. (2005). *La cadena de la guadua en Colombia. Una mirada global de su estructura y dinámica 1991-2005*. Min. Agricultura y desarrollo rural.

Fernández-García M., Cuervo-Rodríguez R., y Madruga I. (1999). Glass transition temperatures of butyl acrylate-methyl methacrylate copolymers. *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, Vol. 37, 2512-2520.

Flores Manrique Nadia Magali (2011). *Efectos del tratamiento químico en las propiedades físicas y mecánicas de las fibras de la Musa Paradisiaca L. para refuerzos en composites*. Trabajo de grado para obtener el título de Ingeniero Químico. Escuela Superior Politécnica del Litoral. Instituto de ciencias químicas y ambientales. Guayaquil. Ecuador.

García-García, Lucía; Bordallo-López, Eduardo; Dopico-Ramírez, Daisy; Cordero-Fernández, Dolores (2013). *Obtención de celulosa microcristalina a partir del bagazo de la caña de azúcar ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*. Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar Ciudad de La Habana, Cuba. vol. 47, núm. 1, enero-abril. 57-63.

Gebizlioghu O.S., Beckman H.W., Argon A.S., Cohen R.E y Brown H.R.(1990). A new mechanism of toughening glassy polymers. *J. Experimental Procedures Macromolecules*. 23. 3968-3974.

George P., S., Charles L., B., Stuart R., A., Sara S. y Graham W. (1998). Dielectric relaxation spectroscopy of a styrene/ n-butyl methacrylate copolymer series. *Polymer*. Vol. 39 No. 24. 5929–5937.

Gloaguen J. M., Escaig B., Lefebvre J. M. (1995). Plasticity of styren-co-methylmethacrylate random copolymers. *Journal of materials science* 30. 1111-1116.

Gnanaharan, R. (2000). *Preservative treatment methods for bamboo: A review. Part - II of bamboo shelter: A demonstration of best construction practice*. (KFRI Research Report No: 177(II): 19p.

Gomez-Biedma, S.; Vivo, M. y Soria, E. (2001). Pruebas de significación en Bioestadística. *Rev Diagn Biol.*, vol.50, n.4, 207-218.

Gonzalez Y., Mora N., y Molina Y. (2009). Preservación de Bambusa Vulgaris Schrad ex wendl mediante métodos sin presión. *Revista Forestal Venezolana*, año XLIII, vol 53. Enero-Junio. 43-50

González B., H.A., Montoya A., J. A., Bedoya, J., (2008). Comportamiento de muestras de guadua angustifolia kunth con diafragma y sin diafragma sometidas a esfuerzo de compresión. *Scientia et Technica* Año XIV, No 38, Junio 2008. Universidad Tecnológica de Pereira, 449 – 454.

González B., H.A., Montoya A., J. A., Bedoya, J., (2007). Resultados del ensayo a flexión en muestras de bambú de la especie *Guadua angustifolia* Kunth. *Scientia et Technica*, (35), 503-508.

González, C. E. (2006). *Resistencia a la compresión paralela a la fibra de la guadua angustifolia y determinación del módulo de elasticidad*. Bogotá: Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Colombia.

Gonçalves Mothé.C., y Damico de Azevedo A.D. (2009). *Análise térmica de materiais*. São Paulo. Artliber Editora Ltda.

Guimarães Mario (2013). Estudo da modificação química de polpa kraft de bambu com dianidrido 3,3',4,4' benzofenona tetracarboxílico. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 14(1), 196-205.

Guimarães Mario, Botaro Vagner Roberto, Monteiro Novack Kátia. (2013). Dimensional stability of *Bambusa vulgaris* for the production of GLB and furniture. *Journal of the Indian Academy of Wood Science*, 2013, Page 1.

Hidalgo O., (2003). *Bamboo. The gift of the gods*. O. Hidalgo (Ed.) Bogotá, Colombia. 553 p.

Hiemenz Paul C. (1984). *Polymer chemistry. The basic concepts*. U.S.A.: Ed. Marcel Dekker, INC.361, 366.

Ibrahim, B.; Kadum, K. M., (2012). Morphology Studies and Mechanical Properties for PS/SBS Blends. *Int. J. Eng. Technol.* 12 (3), 19-27.

INBAR. (1999). International standard for determination of physical and mechanical properties of bamboo. *The international network for bamboo and rattan*. Beijing. China.

Kabir, M.M., Wang, H., Lau, K.T., Cardona, F.,(2012). Chemical Treatments on Plant-based Natural Fibre Reinforced Polymer Composites: An Overview, *Composites: Part B*, DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2012.04.053>.

Kaniappan K. y Latha S. (2011). Certain Investigations on the Formulation and Characterization of Polystyrene / Poly(methyl methacrylate) Blends. *International Journal of ChemTech Research*. Vol 3. (2), 708-717.

Kelchner S.A. and Bamboo Phylogenic Group. (2013). Higher level phylogenetic relationships within the bamboos (Poaceae:Bambúsoideae) based on five plastid markers. *Molecular Phylogenetic and Evolution* 67.

Kent, J. A. y Riegel's E. R. (2007). *Handbook of industrial chemistry and biotechnology*. Vol 1. Springer. Pp 63.

Keplinger Tobias; Cabane Etienne; Chanana Munish; Hass Philipp; Merk Vivian; Gierlinger Notburga; Burgert Ing. (2015). A versatile strategy for grafting polymers to wood cell walls. *Acta biomaterialia*. 11(1):256-263. DOI:10.1016/j.actbio.2014.09.016

Kricheldorf Hans R., Oskar Nuyken , and Swift Graham (2004). Chapter 2. Polystyrenes and Other Aromatic Poly(vinylcompound)s. *Handbook of Polymer Synthesis*. CRC Press. Second. Edition. Edited Print ISBN: 978-0-8247-5473-0.

Krishnamurthy K.V. (1999). *Methods in cell wall cytochemistry*. Boca Raton, Florida. U.S.A. CRC Press. ISBN:0-8493-0729-5. 336p.

Kumar A., y Gupta R,K,, (2003) *Fundamentals of Polymer Engineering*. New York USA: Marcel Dekker. Cap. 14, 578-580.

Kwon Tae Seok, Kondo Shuji, Kunisada Hideo y Yuki Yasuo (1998). Synthesis of polystyrene and poly (methyl methacrylate) each with a Phenyl Seleno group at terminal chain end by radical polymerization in presence of Benzyl Phenyl Selenide as a photoiniferter. *Polymer Journal*. Vol. 30, No 7, 559-565.

Lapman Steve. (2003). *Characterization and failure analysis of plastics*. 1ª Edición. ASM International. Ohio. U.S.A. 131-134.

Leskovac Mirela, Kovacevic Vera, Fles Draqtin y Hace Drago (1999). Thermal stability of poly(methyl methacrylate-co-butylacrylate) and Poly (styrene-co-butyl acrylate) polymers. *Polymers Engineering and Science*. 39 (3), 600-608.

Li M. F., Fan Y. M., Xu F., Sun R. C., y Zhang X. L. (2010). Cold sodium hydroxide/urea based pretreatment of bamboo for bioethanol production: characterization of the cellulose rich fraction. *Industrial Crops and Products*, 32(3), 551-559.

Liese, W., (2004). A preservação do colmo de bambú com relação a sua estrutura. Conferência apresentada no Simposio Internacional Guadua. Pereira.Colombia. Tradução do Professor Antonio L. Beraldo, Feagri. Brasil. Recuperado el 25 de marzo de 2014, de <http://www.apuama.org/wp-content/uploads/2012/04/LIESE-Preserva%C3%A7%C3%A3o-do-colmo-do-bambu.pdf>

Liese, W.; Ding, Y. (2003). *Structure and functions of the nodes in bamboo. Recent advances in bamboo research*. 193-199 ISBN 81-7233-318-8

Liese, W., 1998. The Anatomy of Bamboo Culms. INBAR Technical Report N° 18. *International Network for Bamboo and Rattan*, Beijing. P204.

Liese, W., (1994). Biological aspects of Bamboo and Rattan for quality improvement by polymer impregnation. *Folia Forestalia Polonica*. Serie B. 43-56.

Liu, K., Takagi, H., Osugi, R., & Yang, Z. (2012). Effect of physicochemical structure of natural fiber on transverse thermal conductivity of unidirectional abaca/bamboo fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43(8), 1234-1241. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.02.020>.

Lobo J.D. (2014). *Determinación de la variación de la resistencia a flexión y módulo de elasticidad longitudinal de la guadua angustifolia Kunth, con el contenido de humedad*. Disertación tesis de maestría. Facultad de Ingeniería. Departamento de Ingeniería Civil y Agrícola. Universidad Nacional de Colombia. Bogotá D.C.

Londoño, X., Camayo, G. C, Riaño, N. M., y López, Y. (2002). Caracterización anatómica del culmo de *Guadua angustifolia* Kunth (Poaceae: Bambusoideae). *Bamboo, Science & Culture*, Vol. 16.

Lybeer Bieke, Koch Gerald, Van Acker Joris, Goetghebeur Paul (2006) Lignification and Cell Wall Thickening in Nodes of *Phyllostachys viridiglaucescens* and *Phyllostachys nigra*, *Ann Bot.* April; 97(4): 529–539. doi: 10.1093/aob/mcl016).

Lux Alexander. (s.a.). *Manual de microscopia electrónica ultraestructura y citología vegetal*. Universidad de Bratislava. Checoslovaquia. Vol1. Traducido. Facultad de ciencias biológicas. División de estudios de posgrado. Universidad Autónoma de Nuevo León. México.

Mahato D.N., Mathur B.K. y Bhattacharjee S. (2013). DSC and IR methods for determination of accessibility of cellulosic coir fibre and thermal degradation under mercerization. *Indian journal of fiber and textile research*, 38. 96–100

Manrich Silvio. (2005). *Processamento de termoplásticos*. São Paulo. Artliber Editora. Cap 1 Pp 55.

Montoya Arango, J.A (2008). Evaluación de métodos para la preservación de la Guadua Angustifolia Kunth. *Scientia et Technica. XIV. (38)*. Universidad Tecnológica de Pereira.

Morais V., Encinar M., Prolongo M G., Rubio R. G. (2006). Dynamical mechanical behavior of copolymers made of styrene and methyl methacrylate: Random, alternate and diblock copolymers. *Polymer*, Volume 47, Issue 7, 2349-2356.

Morán, J. (2008). Extracción de celulosa y obtención de nanocelulosa a partir de fibra Sisal- Caracterización. Asociación Argentina de Materiales. 2° encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de Materiales, Posadas, Misiones. Recuperado de: http://www.materialessam.org.ar/sitio/biblioteca/jovenesSAM08/Trabajos_completos/14.Materiales%20Nanoestructurados/14067MoranJ.pdf

Nazir, M.S., Wahjoedi, B.A., Yussof, A.W., y Abdullah, M.A. (2013). Eco-Friendly Extraction and Characterization of Cellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunches. *Bioresources*, 8(2), 2162-2172.

Nguyen H. D., Thuy Mai T. T., Nguyen N. B., Dang T. D., Phung Le M. L., y Dang T. T.(2013). A novel method for preparing microfibrillated cellulose from bamboo fibers, *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 4, no. 1. 1-9.

Odian G. (1991). *Principles of Polymerization*, 3rd ed., John Wiley & Son. New York . USA.

Ortigosa Stolf Denise y Rocco Lahr Francisco Antonio. (2004). Wood-polymer composite: Physical and mechanical properties of some wood species impregnated with styrene and Methyl Methacrylate. *Materials and Research*. 7 (4), 611-617.

Osorio S., J.A., Espinosa Bedoya A., García Galeano E.A. (2009). Evaluación de las propiedades mecánicas de la estructura interna de la guadua con un modelo matemático. *Dyna*, año 76, nro. 160, Medellín, 169-178.

Osorio S., J.A., Velez J. M. y Ciro H.J. (2007a). Estructura interna de la guadua y su incidencia en las propiedades mecánicas. *Dyna*, Año 74 No 153, 81-94.

Osorio S., J.A., Velez J. M. y Ciro H.J. (2007b). Determinación de la relación de Poisson de la guadua *angustifolia kunth* a partir de procesamientos de imágenes y su relación con la estructura interna. *Rev.Fac.Nal.Agr.Medellín*. Vol.60, No.2, 4067-4076.

Osorio S., Jairo Alexander; Ciro V., Héctor José y Velez R., Juan Manuel. (2005a). Influencia de parámetros físicos en la resistencia de diseño a compresión de la guadua *angustifolia kunth*. *dyna rev.fac.nac.minas*. vol.72, n.147, 1-6.

Osorio S, Jairo Alexander; Ciro V, Héctor José y Vélez, Juan Manuel. (2005b) Efectos de algunos parámetros físicos y geométricos en la resistencia de diseño a flexión de la Guadua *angustifolia kunth*. *Dyna rev. fac. nac. minas*. vol.72, n.145, 37-44. ISSN 0012-7353.

Peña V. Luis, Burgos Amarilis. González F. Aura y Valero Styles Will. (2009). Efecto de la preservación con mezclas de bórax-ácido bórico y urea formaldehído sobre las propiedades físico mecánicas y el ataque de insectos en guadua (*Guadua angustifolia Kunth*). *Revista Forestal Venezolana*, Año XLIII, Volumen 53(2) Julio-Diciembre, 2009, 135-144

Preechatiwong W., Malanit P., Kyokong B. y Kamlangdee N. (2006). Effects of polymer impregnation on properties of bamboo. *Walailak J. Sci &Tech*; 3(1): 79-91.

Prieto A., R. (2004). *Optimización de unión en guadua ante sollicitación de fuerza sísmica*. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías físico-mecánicas. Bucaramanga. Colombia.

Primo Y., E., (1996). *Química orgánica básica y aplicada: de la molécula a la industria*. Tomo 1. Universidad Politécnica de Valencia. Reverte. Barcelona. España.

Rashmi R. Devi, Ilias Ali, Maji T.K. (2003). Chemical modification of rubber wood with styrene in combination with a crosslinker: effect on dimensional stability and strength property. *Bioresource Technology* 88. 185–188

Rawe, A., (2000). *Principles of polymers chemistry*. Vol 1. 2nd edition. Springer. U.S.A. 622 p.

Roos S. G., Müller A. H. E. y Matyjaszewski K. (1999). copolymerization of n-butylacrylate with methyl methacrylate and pmma macromonomers: comparison of reactivity ratios in conventional and atom transfer radical copolymerization. *Macromolecules* .32. 8331-8335.

Roshan Paul. (2014). *Functional finishes for textiles: Improving comfort, performance and protection*. Publishing Elsevier Science & Technology, Cambridge, United Kingdom.

Sá Ribeiro, R. A., SáRibeiro M. G.(2008). *Non-destructive evaluation of structural bamboo used in sustainable house construction in amazonia*. Memorias: Tenth international conference on non-conventional materials and technologies Cali, Colombia.

Sanchez-Echeverri L.A y Rodriguez García M.E. (2011). Determinación del contenido de fibra insoluble en *Guadua angustifolia* Kunth. *Fuente:*<http://www.academia.edu/7348996>

Saiful Islam M., Hamdan S., Jusoh I., Rezaur Rahman M., Ahmed A.S. (2012). The effect of alkali pretreatment on mechanical and morphological properties of tropical Wood. *Polymer composites*. 33, 419-424.

Sandoval, E. (2005). *Técnicas aplicadas al estudio de la anatomía vegetal*. Cuadernos 38. Instituto de Biología, Universidad Nacional Autónoma de México. 278 páginas.

Saurina, J., Melchor, V., Berlanga, R., Arnau, J., Jover A. y Suñol J. (1998). Metodología de trabajo en el tratamiento de madera arqueológica subacuática. *Información Tecnológica*. 9 (6).

Simarani K., Hassan M.A., Abd-Aziz S., Wakisaka M. y Shirai Y., (2009). Effect of palm oil mill sterilization process on the physicochemical characteristics and enzymatic hydrolysis of empty fruit bunch. *Asian Journal of Biotechnology*, 1: 57-66.

Sobrinho Jr. A., Marden Torres S., Perazzo Barbosa N., Reyes Ortiz S. P., Ghavami K. (2012). Impregnation of bambusa vulgaris with polymeric resins. *Key Engineering Materials* Vol. 517 (2012) pp 27-33 Trans Tech Publications, Switzerland doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.517.27

Sobrinho Jr. A. (2010). *Avaliação do efeito de parâmetros microestruturais e de processo de impregnação de fluidos em colmos de Bambusa vulgaris*. Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica. Universidade Federal da Paraíba. João Pessoa. Brasil.

Stuart, B. (2002). *Polymer analysis*. Segunda edición. Chichester U.S.A: J. Wiley.

Schweizer Thomas. (2004). A quick guide to better viscosity measurements of highly viscous fluids. *Applied Rheology*. 14 (4), 197-201

Takeuchi T. C, P. (2014). *Caracterización mecánica del bambú guadua laminado para uso estructural*. Tesis de doctorado en Ingeniería Ciencia y tecnología de los materiales. Universidad nacional de colombia. Diciembre 2014. Bogotá. Colombia.

Takeuchi T., C.P. y Gonzalez, C.E. (2007). *Resistencia a la compresión paralela a la fibra de la guadua angustifolia y determinación del módulo de elasticidad*. Ing. Univ. Bogotá (Colombia), 11 (1): 89-103, enero-junio.

Teodorescu M. (2002). Free-radical copolymerization of methyl methacrylate with styrene in the presence of 2-mercaptoethanol. II. Influence of methyl methacrylate/styrene ratio. *European Polymer Journal*.38. 841–846.

Tommy, Y., Lo, H.Z., Leung, H.C. (2004). The effect of fiber density on strength capacity of bamboo. *Materials Letters* 58. 2595– 2598.

Van der Lugt, A.A., Van den Dobbelsteen J.F. y Janssen J.J. (In press). An environmental, economic and practical assessment of bamboo as a building material for supporting structures. *Construction and Building Materials*.

Van Melick H.G.H., Govaert L.E. Meijer H.E.H. (2003). On the origin of strain hardening in glassy polymers. *Polymer* 44. 2493–2502.

Vena, P.F., Görgens, J.F. y Rypstra, T. (2009). Hemicelluloses extraction from giant bamboo prior to kraft and soda AQ pulping to produce paper pulps, value-added biopolymers and bioethanol. *Cellulose Chem. Technol.*, 44 (4-6), 153-163.

Xiaobo, Li. (2004). *Physical, chemical, and mechanical properties of bamboo and its utilization potential for fiberboard manufacturing*. Disertacion trabajo de maestría en ciencias en the school of renewable natural resources. Universidad del Estado de Lousiana.

Xiaoying D., Yongfeng L., Yunlin F., Jiali G.,y Yixing L.(2012). Characterization and durability of wood-polymer composite prepared by in-situ polymerization of methyl methacrylate and styrene. *Sci. Res. Essays*, 7, 2143-2149.

Yao Fei, Wu Qinglin, Lei Yong, Guo Weihong Xu Yanjun. (2008). Thermal decomposition kinetics of natural fibers: Activation energy with dynamic thermogravimetric analysis. *Polymer Degradation and Stability*. 93. 90-98.

Yildiz Ü. C., Yildiz S., Gezer E.D. (2005) Mechanical properties and decay resistance of wood-polymer composites prepared from fast growing species in Turkey. *Bioresource Technol* 96:1003–1011

Zaragoza-Hernández, Idalia, Ordóñez-Candelaria, Víctor Rubén, Bárcenas- Pazos, Guadalupe Martha, Borja-de la Rosa, Amparo Máxima, & Zamudio- Sánchez, Francisco José. (2015). Propiedades físico-mecánicas de una guadua mexicana (*Guadua aculeata*). *Maderas. Ciencia y tecnología*, 17(3), 505-516.

Ziaee F. y Nekoomanesh M. (1998). Monomer reactivity ratios of styrene-butylacrylate copolymers at low and high polymers. *Polymer*. 39 (1), 203-207.