



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

“OBTENCIÓN DE BRIQUETAS OBTENIDAS A PARTIR DE RESIDUOS DEL TALLO DE LA PAPA PARA SU USO COMO COMBUSTIBLE”

TRABAJO DE TESIS PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE MAGÍSTER EN MATERIALES

MARLON ANDRÉS PIARPUEZÁN ENRÍQUEZ
marlon.piarpuezan@epn.edu.ec

DIRECTOR: LUIS FERNANDO PANTOJA SUÁREZ, Ph.D.
fernando.pantoja@epn.edu.ec

Noviembre, 2023

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por **Marlon Andrés Piarpuezán Enríquez**, bajo mi supervisión.

Fernando Pantoja Ph.D.

DIRECTOR DE PROYECTO

DECLARACIÓN

Yo, **Marlon Andrés Piarpuezán Enríquez**, declaro bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

A través de la presente declaración cedo mis derechos de propiedad intelectual correspondiente a este trabajo, a la Escuela Politécnica Nacional, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

Ing. Marlon Andrés Piarpuezán Enríquez

DEDICATORIA

A Dios, gracias por siempre mostrarme la luz.

AGRADECIMIENTO

Quiero agradecer a Dios y mi familia, especialmente mi hermano y mi madre, por apoyarme en mis decisiones día a día.

Al Dr. Fernando Pantoja, por plantear y dar seguimiento a este proyecto de investigación que ha permitido lograr reconocimientos a nivel nacional e internacional en proyectos basados en el presente estudio.

Al personal de la EPN que labora en las distintas áreas y laboratorios, y que han apoyado este estudio, especialmente a: LANUM (Laboratorio de Nuevos Materiales) FIM, Laboratorio de Análisis Instrumental de la FIQ, Laboratorio de Máquinas y Herramientas, DEMEX (Departamento de Metalurgia Extractiva) Laboratorio de Fundición, Centro de Investigación Aplicada a Polímeros y a la Ing. Patricia Pontón por su guía y paciencia.

Al Ing. Lenin Claudio, por su amistad y servicios prestados en su empresa INMECEIN.

Al D-Lab del MIT (Massachusetts Institute of Technology), por la guía en procesos de obtención de biocombustibles.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	1
Pregunta de Investigación	3
Objetivo general	3
Objetivos específicos	3
1. MARCO TEÓRICO	4
1.1. Biomasa de residuos orgánicos.....	4
1.2. Biocombustibles sólidos.....	6
1.3. Briquetas y aglutinantes.....	7
1.3.1. Briquetas de biomasa	7
1.3.2. Aglutinantes.....	8
1.3.3. Métodos de caracterización de briquetas.....	9
1.4. Métodos de obtención de briquetas	14
1.4.1. Pirólisis	14
1.4.2. Torrefacción.....	15
1.4.3. Densificación	16
2. MATERIALES Y MÉTODOS	17
2.1. Materiales.....	17
2.1.1. Tallo de papa.....	17
2.1.2. Aglutinantes.....	18
2.1.3. Carbonilla	18
2.2. Metodología.....	20
2.2.1. Diseño experimental	20
2.2.2. Obtención de briquetas.....	21
2.3. Caracterización del material	23
2.3.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM)	23
2.3.2. Espectroscopía Raman	24
2.3.3. Análisis termogravimétrico (TGA)	24

2.3.4.	Ensayo de compresión de briquetas	25
2.3.5.	Caracterización térmica – poder calorífico	26
3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	27
3.1.	Resultados de microscopía electrónica de barrido (SEM).....	27
3.2.	Resultados de espectroscopía Raman	29
3.3.	Resultados del análisis termogravimétrico (TGA)	32
3.4.	Resultados de ensayo de compresión	35
3.5.	Resultados de la caracterización térmica (poder calorífico)	36
4.	CONCLUSIONES	39
5.	RECOMENDACIONES.....	41
	Referencias Bibliográficas	42
	ANEXOS	57

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Principales fuentes de Biomasa.	4
Figura 1.2. Representación esquemática de la Biomasa de tipo lignocelulósica.	5
Figura 1.3. Esquema de la transformación de biomasa en biocombustibles.	6
Figura 1.4. Biochar de tallo de papa	7
Figura 1.5. Briquetas de biomasa y carbonilla.....	8
Figura 1.6. Esquema de la microscopía SEM, columna de haz de electrones, lentes, detectores, cámara de vacío con muestras y ordenador para visualización.	9
Figura 1.7. Espectros Raman, que representa distintas formas de carbono.	10
Figura 1.8. Esquema de dispersión de la luz (a) Rayleigh (b) Stokes y (c) anti-Stokes.	11
Figura 1.9. a) Esquema del equipo de TGA. b) Zonas de diagrama de TGA, A: zona de pérdida de humedad, B: zona de pirólisis y C: zona de carbonización.....	12
Figura 1.10. Esquema de prueba de compresión por carga.....	13
Figura 1.11. Esquema de una bomba calorimétrica.	14
Figura 2.1. Etapas de la pirólisis de biomasa propuesto por el D-Lab MIT. a) adecuación de barrica, b) relleno de biomasa, c) encendido, d) combustión de biomasa, e) aislamiento de aire con arena y f) molienda de carbonilla o biochar.	19
Figura 2.2. Proceso de mezcla para briquetado. 1) medición de materia prima (carbonizada y no carbonizada), 2) adición de aglutinante, 3) mezcla de componentes y 4) adición de agua destilada y mezcla final.....	21
Figura 2.3. Sistema cilindro pistón utilizado en la obtención briquetas a presiones de 10MPa.....	21
Figura 2.4. Proceso de prensado y extracción de las briquetas.	22
Figura 2.5. Secado de briqueta en horno	22
Figura 2.6. Equipo SEM del LANUM.....	23
Figura 2.7. Muestras con recubrimiento de oro conductor.	23
Figura 2.8. Equipo de Espectroscopía Raman del LANUM.....	24
Figura 2.9. Equipo TGA del LANUM.	25
Figura 2.10. Máquina universal de ensayos utilizada en el ensayo de compresión.....	25
Figura 2.11. Bomba calorimétrica para determinación de poder calorífico.	26
Figura 3.1. a) NCB35: micrografía SEM a 100X con marcación de partículas de aglutinante de achira y b) NCA35: imagen SEM a 100X con marcación de partículas de aglutinante de papa.	27

Figura 3.2. Porosidad en la superficie de las muestras (1000 X) a) CALI, b) CBLI, c) CVI y CVII.....	28
Figura 3.3. Diferencias entre micrografías de muestras obtenidas por tiempos de compactación de 30 y 60 s. a) CAHII, b) CALII, c) CBHII, d) CBLII compactadas a 60 s. e) CAHI, f) CALI, g) CBHI y h) CBLI compactadas 30 s.	29
Figura 3.4. Espectros Raman de las muestras CALI, CAHII, CA35 y CA50.	30
Figura 3.5. Espectros Raman de las muestras CALI, CAHII, CA35 y CA50.	30
Figura 3.6. Espectro Raman del carbón vegetal comercial con las bandas características.	32
Figura 3.7. Curva TGA de tallo de papa.....	33

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1. Tipo y fuentes de biocombustibles sólidos	7
Tabla 1.2. Fuerzas de enlace generadas por aglutinantes y sus mecanismos.....	8
Tabla 1.3. Pirólisis a distintas temperaturas.....	15
Tabla 2.1. Recolección y secado de tallo de papa.....	17
Tabla 2.2. Molienda y tamizado de tallo de papa.....	18
Tabla 2.3. Variables propuestas en la obtención de briquetas.....	20
Tabla 3.1. Relación de intensidades de muestras carbonizadas y carbón vegetal carbonizado.....	31
Tabla 3.2. Análisis próximo de biomasa carbonizada y no carbonizada.....	33
Tabla 3.3. Valores de porcentaje de humedad, volátiles y contenido de carbón de otro tipo de residuos.....	34
Tabla 3.4. Resultados de ensayo de compresión a briquetas carbonizadas y no carbonizadas.....	35
Tabla 3.5. Poder calorífico superior de varias muestras.....	37
Tabla 3.6. Valores de poder calorífico de residuos vegetales.....	38

RESUMEN

Los procesos de producción de nuevos combustibles basados en la economía circular y que buscan reemplazar a los combustibles no renovables han experimentado un aumento significativo en los últimos años. En el presente estudio, se obtuvieron briquetas de biomasa carbonizada y no carbonizada a partir de tallos de papa, con el objetivo de evaluar su potencial aplicación como biocombustible sólido. Para su obtención se utilizó tallo de papa seco con un contenido de humedad del 10 %, el cual fue sometido a un proceso de pirólisis para carbonizar el material. Posteriormente, se trituró la biomasa carbonizada y no carbonizada y se mezcló con aglutinantes obtenidos a partir de papa y achira en proporciones del 10 % y 20 %. La fase de briquetado se llevó a cabo aplicando una presión de 10 MPa, con tiempos de compactación de 30 y 60 s, seguidos de un proceso de secado. La caracterización de microscopía electrónica de barrido (SEM) de las briquetas reveló una estructura porosa y una distribución adecuada de las partículas y el aglutinante, lo que evidenció una buena adhesión de las partículas. Los espectros Raman de las briquetas carbonizadas proporcionaron información sobre las bandas D y G propias de un material de carbono amorfo con defectos de tipo grafito. Por otro lado, las curvas del análisis termogravimétrico (TGA) permitieron realizar un análisis próximo de las muestras, estimando un contenido de humedad del 10 %, lo cual es ideal para biocombustibles. Además, se observaron altos porcentajes de volátiles en las briquetas no carbonizadas. En cuanto a la resistencia a la compresión, se encontró que las briquetas de biomasa no carbonizada presentaron un mejor comportamiento, soportando más de 400 N con una deformación del 20 % y mostrando un buen comportamiento como aglomerado. Finalmente, los poderes caloríficos promedio de briquetas carbonizadas y no carbonizadas fueron de 15 MJ/kg, similares a bagazo de caña y cáscara de arroz; CALII y NCALI destacaron con 15,76 y 15,22 MJ/kg, superando el umbral de 12,00 MJ/kg para biomasa como biocombustible.

Palabras clave: biomasa, pirólisis, briqueta, biocombustible sólido, poder calorífico.

ABSTRACT

The production processes of new fuels based on the circular economy and aimed at replacing non-renewable fuels have experienced a significant increase in recent years. In this study, carbonised and non-carbonised biomass briquettes were obtained from potato stalks in order to evaluate their potential application as a solid biofuel. Dried potato stalks with a moisture content of 10 % were used to obtain the briquettes, which were subjected to a pyrolysis process to carbonise the material. Subsequently, the charred and uncharred biomass was crushed and mixed with binders obtained from potato and achira in proportions of 10 % and 20 %. The briquetting phase was carried out by applying a pressure of 10 MPa, with compaction times of 30 and 60 s, followed by a drying process. Scanning electron microscopy (SEM) characterization of the briquettes revealed a porous structure and an adequate distribution of particles and binder, which evidenced good particle adhesion. Raman spectra of the charred briquettes provided information on D and G bands typical of an amorphous carbon material with graphite-type defects. On the other hand, the thermogravimetric analysis (TGA) curves allowed a close analysis of the samples, estimating a moisture content of 10 %, which is ideal for biofuels. In addition, high percentages of volatiles were observed in the non-carbonised briquettes. In terms of compressive strength, it was found that the non-carbonised biomass briquettes performed better, withstanding more than 400 N with a deformation of 20 % and showing good behavior as an agglomerate. Finally, the average calorific values of carbonised and non-carbonised briquettes were 15 MJ/kg, similar to sugarcane bagasse and rice husk; CALII and NCALI stood out with 15.76 and 15.22 MJ/kg, exceeding the threshold of 12.00 MJ/kg for biomass as biofuel.

Keywords: biomass, pyrolysis, briquette, solid biofuel, calorific value.

INTRODUCCIÓN

El uso de energía a gran escala ha traído un gran avance en la calidad humana de la población mundial, pese a los beneficios, existen una serie de problemas relacionados con la contaminación y disminución de recursos energéticos, que en gran parte son de origen no renovable [1]. El consumo de recursos no renovables de manera exponencial a través del tiempo, ha generado preocupación en distintas organizaciones globalmente, impulsando la necesidad de encontrar nuevas fuentes de energía renovables [2]. Además, los costos elevados y la disponibilidad cada vez menor de combustibles fósiles han aumentado la necesidad de obtener y utilizar combustibles alternativos [3].

Los residuos de biomasa generados por procesos agrícolas, son considerados como productos de desechos, por lo general son quemados o se dejan descomponer in situ produciendo gases de efecto invernadero (GEI) y otros problemas medioambientales [4],[5]. Sin embargo, el uso de estos desperdicios agrícolas ha significado una alternativa de combustible debido a diversas características y propiedades que se pueden aprovechar. Por ejemplo, en las regiones rurales se utiliza por la población como una importante fuente de energía, principalmente para cocinar alimentos, que constituye casi más del 90 % del consumo total de energía [6].

En los países en desarrollo alrededor del 75 % de la población usa biomasa como combustible para cocción de alimentos, que representa el 14 % de la energía total en el mundo [7]. Las características químicas, físicas y sobre todo las propiedades caloríficas de la biomasa, la han catalogado como una fuente importante de energía [8]. Una alternativa para sustituir el uso como combustible del carbón vegetal, el cual proviene de recursos forestales en situación vulnerable, radica en la utilización de una gama diversificada de briquetas. Las briquetas en gran parte, se obtienen a partir de distintos residuos lignocelulósicos como residuos agrícolas, estiércol de animales, leña y desechos forestales, utilizados eficazmente en forma de pellets densificados, que pueden sustituir a la leña tradicional [9].

La obtención de briquetas a partir de residuos lignocelulósicos genera una fuente de energía alternativa, que puede reemplazar al carbón vegetal, proveniente de la explotación de bosques primarios. La biomasa de origen vegetal, es de naturaleza lignocelulósica, se compone de lignina, celulosa y hemicelulosa, y de componentes orgánicos como lípidos [10], los cuales le proporcionan características altamente energéticas [11]. La celulosa mejora la combustión de las briquetas debido a su alto contenido de carbono y a su alto poder calórico [12]. La hemicelulosa, al poseer propiedades adhesivas, desempeña un

papel crucial en la cohesión de la biomasa durante el proceso de densificación, de forma comparable a la lignina [13]. Sin embargo, es la lignina la que favorece la unión a temperaturas elevadas, aportando así una mayor durabilidad a las briquetas y mejorando la eficiencia del proceso de combustión [13], [14]. El CO₂ liberado en el manejo de biomasa no provoca aumento de CO₂ atmosférico, y puede ser reutilizado por plantas para producir nuevamente biomasa [15]. Esta última característica le da un carácter renovable y sobre todo sostenible para la producción y uso de briquetas, que en combinación con ciertos aglutinantes de distinta naturaleza permite una mejora en el producto final.

Las briquetas se obtienen a partir de residuos que han sido sometidos previamente a procesos de pirólisis a 350 °C y luego triturados en tamaños que oscilan entre 0,5 mm y 1 mm [16], [17]. Estas partículas se mezclan con aglutinantes, en su mayoría de origen natural, como maíz, yuca, almazara, entre otros, en proporciones que pueden llegar hasta un 40 % del peso total [16], [18]–[20]. Las mezclas se prensan variando el tiempo y en algunos casos la temperatura de densificación hasta 110 °C, para luego secarlas a temperatura ambiente o acelerando su proceso en un horno, hasta obtener valores preferenciales de humedad de menos del 10 % [18], [19], [21], [22].

En el presente estudio, se buscó obtener briquetas de biomasa a partir de residuos agrícolas disponibles en la sierra norte de Ecuador (Pichincha, Imbabura, Carchi). Los residuos fueron seleccionados del tallo de la papa en reemplazo de carbón vegetal proveniente principalmente de la deforestación de especies en peligro de extinción. Para obtener las briquetas se desarrolló un método donde se trituró la biomasa carbonizada y posteriormente se compactó con diferentes aglutinantes (almidón de papa y achira). Se realizó la caracterización del producto final para evaluar las propiedades caloríficas, morfológicas, porcentaje de humedad, tipo de carbono y resistencia mecánica, a través de diversas técnicas: microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés), espectroscopia Raman, análisis termogravimétrico (TGA, por sus siglas en inglés), ensayo de compresión y bomba calorimétrica.

Pregunta de Investigación

¿Cuál es la viabilidad técnica de utilizar residuos de tallo de papa para la producción de briquetas como una alternativa de combustible al carbón vegetal, evaluada mediante técnicas de caracterización de materiales?

Objetivo general

Sintetizar briquetas obtenidas a partir de residuos de tallo de papa como alternativa de combustible al carbón vegetal.

Objetivos específicos

- Fabricar briquetas a partir de los residuos del tallo de la papa carbonizados y no carbonizados variando el tipo de aglutinante para su mezcla, las fracciones en peso y el tiempo de compactación.
- Seleccionar la briqueta que presenta mejores propiedades como alternativa al carbón vegetal, a partir de la caracterización e investigaciones previas.
- Analizar las ventajas y desventajas de las briquetas de residuos de papa en comparativa al carbón vegetal proveniente de procesos de deforestación.

1. MARCO TEÓRICO

1.1. Biomasa de residuos orgánicos

La biomasa es un término utilizado para nombrar a la materia orgánica de origen vegetal o animal presente en la biosfera, ya sea obtenida de forma natural o mediante procesos artificiales [23]–[26]. Debido a su amplia gama de orígenes, la biomasa exhibe una variabilidad inherente en su composición. Esta diversidad conlleva a que la biomasa derivada de fuentes vegetales presente una mezcla de componentes que abarcan lignina, hemicelulosa, celulosa y almidones [15]. Por otro lado, en el caso de la biomasa de origen animal, las proteínas constituyen elementos fundamentales en su estructura [15]. La biomasa tiene su origen en una variedad de desechos, tanto de origen animal como vegetal, como por ejemplo residuos derivados de la madera, de plantas herbáceas, aguas residuales y otros subproductos [27]–[30]. En la Figura 1.1 se muestra un esquema explicativo de las fuentes de biomasa.

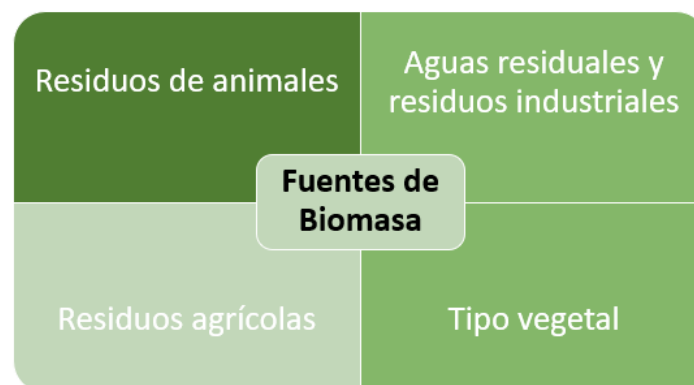


Figura 1.1. Principales fuentes de Biomasa.
(Fuente propia).

En el caso de la biomasa proveniente de plantas, esta se forma a través del proceso de la fotosíntesis, en la cual la fuente es la energía solar, el CO_2 y el agua que se encuentra en el suelo, formando compuestos orgánicos [31], [32]. A este tipo de biomasa también se le conoce como lignocelulósica [31], [32]. La biomasa lignocelulósica tiene 3 componentes principales: celulosa, hemicelulosa y lignina, con porcentajes entre 50 %, 30 % y 16 % respectivamente, y el restante porcentaje correspondiente a otros materiales (Figura 1.2) [32].

La **celulosa** se encuentra en mayor porcentaje en la biomasa y corresponde a un polisacárido, en el cual las unidades monoméricas de D-glucosa están formadas por

enlaces β -1,4 glucosídicos [32]–[34]. Este componente se encuentra en gran parte en el ambiente siendo la base de la madera y algodón (>50 %), donde su principal característica son las funciones estructurales, las cuales se llevan a cabo a través de enlaces de hidrógeno tanto intramoleculares como intermoleculares, así como mediante fuerzas de Van der Waals [33].

La **hemicelulosa** ocupa el segundo lugar, después de la celulosa, y se encuentra como componente de las paredes celulares vegetales formando polisacáridos heterogéneos, con monosacáridos como la D-xilosa, la L-arabinosa, la D-glucosa, la D-galactosa, la D-manosa y ramnosa. Además, forma enlaces covalente con la lignina y enlaces de hidrógeno con la celulosa [35]–[38]. La **lignina** es un polímero aromático con una estructura tridimensional de tipo amorfo con unidades de fenilpropano unidas entre sí, encontrándose en las paredes celulares, cumple la función de unir las fibras favoreciendo a la resistencia de la estructura vegetal [35], [39], [40].

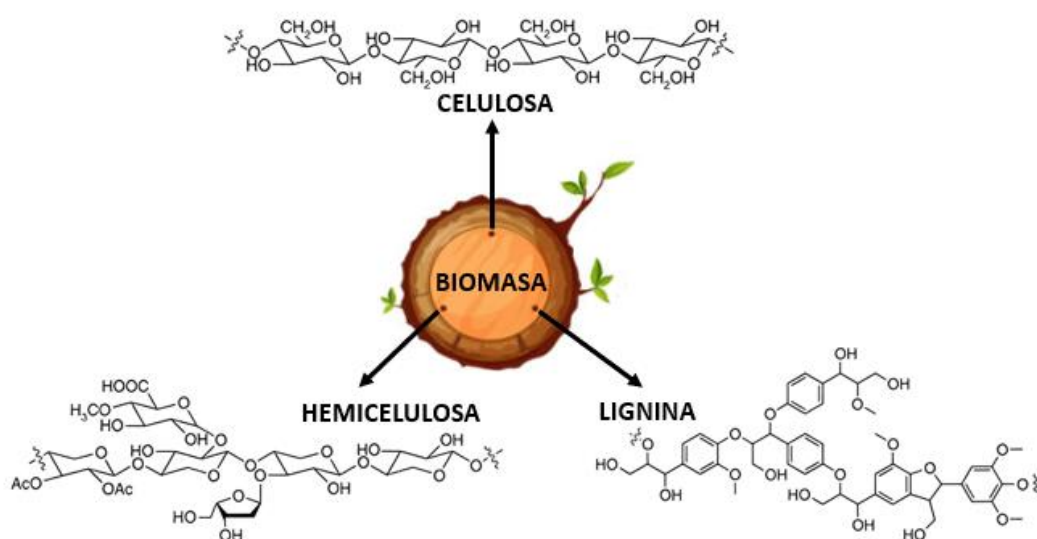


Figura 1.2. Representación esquemática de la Biomasa de tipo lignocelulósica.
(Fuente: Adaptación de [32], [33], [41])

La biomasa ha sido utilizada como fuente de energía renovable y su aplicación ha aumentado en los últimos lustros, disminuyendo el consumo de combustibles fósiles y la emisión gases de efecto invernadero GEI, lo cual ha permitido la descarbonización de la economía [33], [42]. Los procesos que se encargan de convertir la biomasa en combustibles usualmente la clasifican en procesos de conversión termoquímica, química biológica y de tipo físico químico, donde se puede obtener carbón, diésel, jet fuel, biodiesel, gasolina y subproductos químicos [27].

Los procesos de conversión termoquímica se producen por medio de la aplicación de calor y reacciones químicas, y se destacan los siguientes: combustión, pirólisis, gasificación y licuefacción [33]. En el ámbito químico-biológico, como ocurre en los procesos de digestión anaerobia, se emplean diversos agentes biológicos como bacterias y enzimas para transformar la biomasa en hidratos de carbono, con el propósito de generar combustibles líquidos y biogás [43], [44]. En procesos físico químicos se obtienen biocombustibles con características de alta densidad como el biodiesel de aceite de colza y de girasol, aplicando esterificación, representando más del 80 % de producción mundial de biodiesel [45]. Los procesos mencionados se representan de manera esquemática en la Figura 1.3.

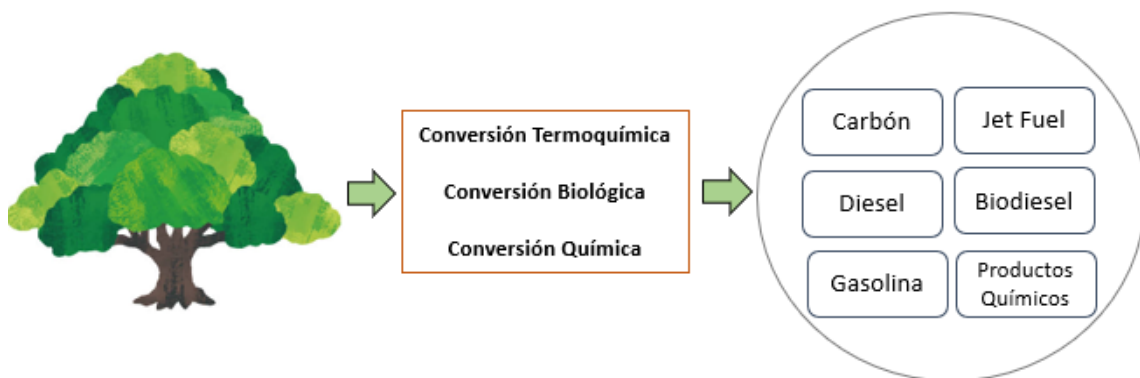


Figura 1.3. Esquema de la transformación de biomasa en biocombustibles.
(Fuente: Adaptación de [32], [33])

1.2. Biocombustibles sólidos

Los biocombustibles corresponden a todo material que está compuesto por biomasa orgánica sólida de origen no fósil, de tipo biológico, cuya principal aplicación es como combustible [46]–[49]. Existe una variedad de materias primas que pueden usarse para producir biocombustibles como los residuos agrícolas, de actividades forestales, desechos de animales y otros residuos renovables de tipo industrial [50], [51]. Los biocombustibles pueden aprovecharse en varios procesos industriales como calderas de generación de energía, y en ciertas regiones del mundo, como fuente para calentar y cocinar [52].

Los biocombustibles pueden ser naturales, si las fuentes o materias primas se usan tal y como se encuentran, o sintéticos si se transforman a través de procesos mecánicos o químicos [53]. En la Tabla 1.1 se puede evidenciar algunas fuentes de biocombustibles sólidos usualmente utilizados y las formas finales después de su tratamiento.

Tabla 1.1. Tipo y fuentes de biocombustibles sólidos

Materia prima	Tipo de biocombustible
Aserrín y virutas de madera (residuos)	Briquetas, pellets y troncos
Árboles de plantaciones controladas	Cilindros de varias formas y tamaños
Residuos agrícolas	Briquetas y pellets
Tallo de plantas y paja	Briquetas, esferas y cilindros
Turba	Briquetas y pellets

(Fuente: [53])

Uno de los biocombustibles más comunes y que está experimentando un crecimiento significativo en investigación y desarrollo es el biocarbón (biochar) [54]–[56]. El biocarbón es un subproducto poroso, de alto contenido en carbono y de color negro grisáceo (Figura 1.4), que se obtiene de la descomposición térmica de la biomasa, en procesos de pirólisis a temperaturas en el rango de 350 °C y 900 °C, en procesos de pirólisis [51], [57]. Puede utilizarse en diversas aplicaciones, que van desde fertilizantes y acondicionador del suelo, hasta biocombustible, por su alto poder calorífico [51]. Los procesos más comunes para la obtención del biocarbón son la pirólisis, la torrefacción, gasificación y carbonización hidrotérmica [51].



Figura 1.4. Biochar de tallo de papa (Fuente propia).

1.3. Briquetas y aglutinantes

1.3.1. Briquetas de biomasa

Las briquetas son biocombustibles sólidos que se presentan en diversas formas comprimidas [9], [58], [59]. La materia prima de las briquetas suele ser típicamente residuos agrícolas o industriales, como se ilustra en la Figura 1.5 [9]. Estos biocombustibles tienen aplicaciones tanto en entornos industriales como domésticos, y su calidad depende de una serie de características fundamentales como el contenido energético, el coste y la disponibilidad de las materias primas, así como la durabilidad y su capacidad para resistir

la compresión [60]. En los últimos años se han logrado producir briquetas de alta calidad utilizando materias primas como salvado de arroz [61], mazorcas de maíz [62], residuos de té [60], bagazo de caña [62], tallos de algodón y trigo [60].

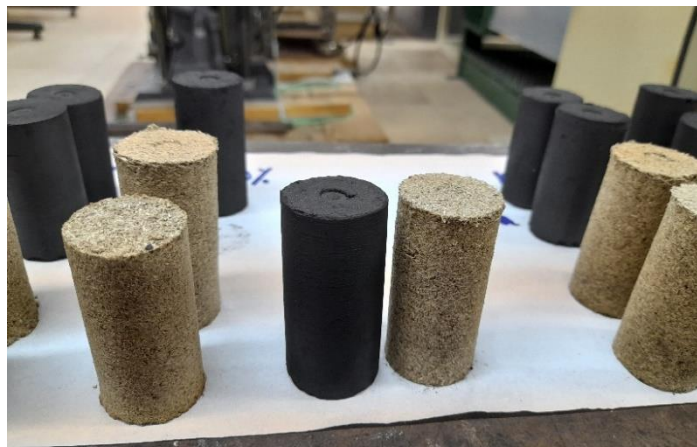


Figura 1.5. Briquetas de biomasa y carbonilla.
(Fuente propia).

1.3.2. Aglutinantes

La mayoría de briquetas que pasan por procesos de densificación requieren de un aglutinante de origen natural, el cual le permite aumentar la durabilidad de la briqueta, evitando la contaminación y siendo seguros con el ambiente [63]. Existe una diversidad de aglutinantes, pero los más utilizados en el proceso de formación de briquetas son el estiércol de vaca, almidones naturales, aserrín, microalgas y melaza [60], [64], [65]. Los aglutinantes permiten la adhesión de las partículas del material base o materia prima, por medio de fuerzas y mecanismos descritos en la Tabla 1.2.

Tabla 1.2. Fuerzas de enlace generadas por aglutinantes y sus mecanismos.

Fuerzas de enlace	Mecanismos
Puentes sólidos	Se forman tras el enfriamiento de los gránulos, cristalizando algunos componentes moleculares, el endurecimiento de los aglutinantes y la solidificación de los materiales.
Fuerzas de atracción	Se forman dentro de las partículas, son de corto alcance, y son del tipo moleculares, de hidrógeno, electrostáticas y magnéticas.
Fuerzas de enclavamiento mecánico	Se produce la unión de fibras durante la compresión y no se relacionan con fuerzas atómicas. Este tipo de fuerza depende de la compresión aplicada, el tipo de aglutinante y su fracción en peso utilizada.
Fuerzas de adhesión y cohesión	Se producen a partir de aglutinantes de alta viscosidad, con la unión en las partículas sólidas, de manera similar a los puentes sólidos.

(Fuente: [66]–[68])

1.3.3. Métodos de caracterización de briquetas

Microscopía electrónica de barrido – SEM

La microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés), es un tipo de caracterización en donde se pueden visualizar las características de morfología y la composición, por lo que es ideal para el análisis superficial de las briquetas [69]–[71]. El equipo SEM comprende una fuente de haz de electrones, detectores de señales emitidos por la muestra, lentes de enfoque de los electrones y una cámara de vacío, donde esta se aloja la muestra e interactúa con el haz [69], [72].

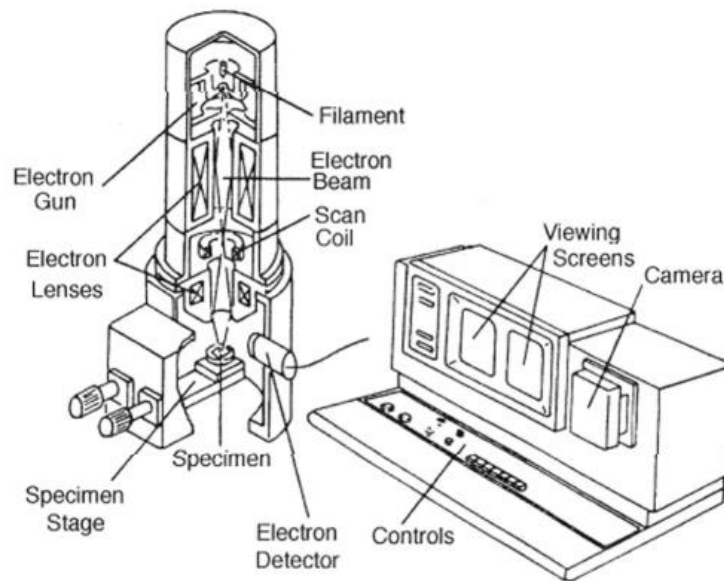


Figura 1.6. Esquema de la microscopía SEM, columna de haz de electrones, lentes, detectores, cámara de vacío con muestras y ordenador para visualización. (Fuente: [73])

La fuente del haz de electrones se construye generalmente utilizando materiales como el tungsteno o el LaB_6 , la cual se emplea para acelerar los electrones mediante una tensión de 1-30 keV, y a continuación las lentes producen un haz convergente que facilita el escaneo y barrido de la superficie del espécimen [72], [74]. La cámara de vacío, mantiene a la muestra a una presión de 0,1 a 10^{-4} Pa, permitiendo que no se evaporen los componentes volátiles de la muestra [72]. Las señales se recogen por los detectores y se digitalizan, existiendo una correspondencia inmediata entre el punto analizado en la muestra y el punto de la imagen, lo que permite obtener imágenes en tiempo real [73].

El ojo humano puede alcanzar una resolución de aproximadamente de 0,1 mm a una distancia óptima de 25 cm, limitando la visualización de microestructuras, pero el SEM permite lograr resoluciones menores a 1 nm y aumentos superiores a 400.000x, lo que

permite observar imágenes con rugosidad y en combinación con espectroscopía de energía dispersa (EDS, por sus siglas en inglés), evidenciar la composición química elemental de la muestra [72].

Espectroscopía Raman

La espectroscopia Raman es un proceso no destructivo y no invasivo que proporciona resultados acerca de la composición molecular y la estructura de la muestra [75]. Para el caso de los alótropos del carbono, es posible obtener información acerca del tipo de material presente, lo que incluye nanotubos de carbono, grafito, grafeno y carbón amorfo, como se observa en la Figura 1.7 [76]. Esta técnica de caracterización mide la dispersión inelástica de fotones, también conocida como dispersión Raman [77]. Esta dispersión representa los estados vibratorios de las moléculas y es específica para cada material, lo que permite definir este proceso como una "huella digital vibratoria" [78].

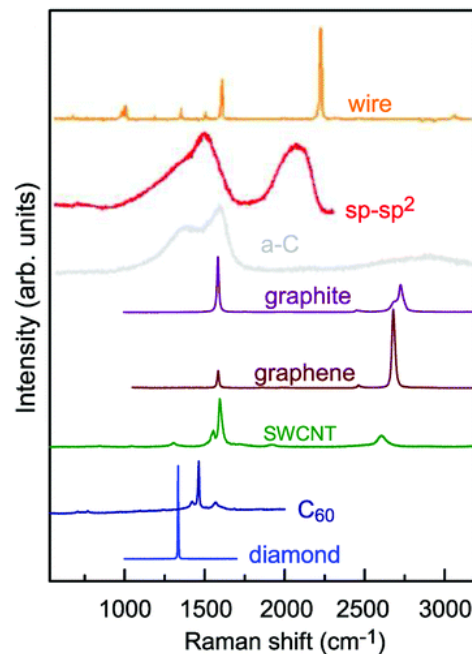


Figura 1.7. Espectros Raman, que representa distintas formas de carbono.
(Fuente: [76])

Como se mencionó anteriormente, el principio de la espectroscopia Raman se basa en la dispersión inelástica de la luz que ocurre cuando un haz incide sobre la muestra, dando lugar a una interacción entre la luz y la muestra [79]. Si la energía del fotón vuelve su estado de origen, no existe transferencia de energía entre la luz de incidencia y la dispersada, e idealmente no se producen cambios, y se denomina dispersión elástica o dispersión de Rayleigh, como se observa en la Figura 1.8 [80]. Por el contrario, cuando hay pérdida o ganancia de energía del fotón se denomina dispersión inelástica, y este valor de energía

es igual a la energía del nivel electrónico inicial menos el final [79], [81]. Si la energía del fotón inicial es mayor que la del fotón saliente de la muestra, se denomina dispersión Raman de Stokes y la longitud de onda aumenta en relación a la de Rayleigh, caso contrario existe una dispersión Raman anti-Stokes, con menor longitud de onda, como se esquematiza en la Figura 1.8 [79], [81]. La diferencia de energía inelástica Stokes o anti-Stokes se denomina desplazamiento Raman (Raman Shift) [80].

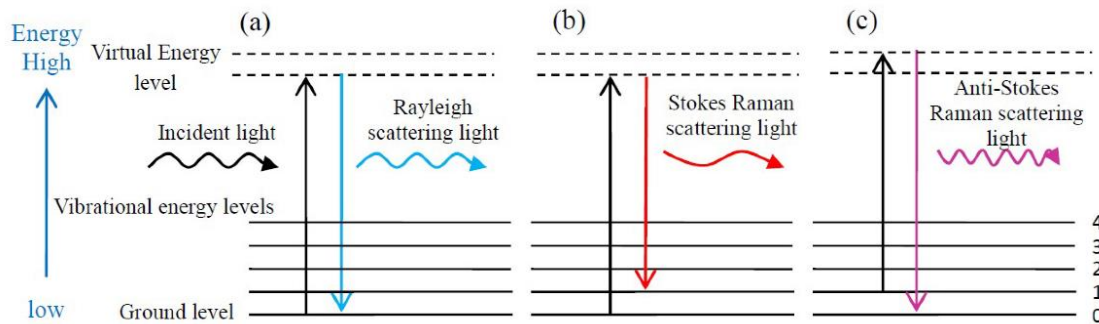


Figura 1.8. Esquema de dispersión de la luz (a) Rayleigh (b) Stokes y (c) anti-Stokes. (Fuente: [79])

Análisis termogravimétrico - TGA

El análisis termogravimétrico, TGA por sus siglas en inglés, es una técnica esencial para la caracterización de diversos tipos de materiales, que abarcan desde polímeros hasta materiales compuestos y cerámicos. Este método implica someter una muestra a un análisis térmico con el objetivo de estudiar su respuesta frente a variaciones de temperatura [82], [83]. La esencia del proceso radica en la medición precisa de la variación en la masa de la muestra a medida que se calienta a una velocidad controlada y en un entorno gaseoso que puede mantenerse constante o variar [84], [85]. Normalmente, la caracterización TGA se usa para determinar las características de materiales que pierden o ganan masa por descomposición térmica y otros procesos físico-químicos [82]. Entre otras aplicaciones se encuentra la caracterización de acuerdo a una descomposición térmica propia de cada material, análisis de la cinética de reacción, determinación de contenido orgánico e inorgánico, y análisis de elementos químicos [82].

El equipo utilizado para llevar a cabo el análisis termogravimétrico incluye una balanza altamente sensible y un horno [86]. Como se observa en la Figura 1.9-a, la balanza está diseñada con aislamiento térmico y se conecta al soporte de la muestra mediante un cable colgante de gran precisión, lo que garantiza una mayor sensibilidad y exactitud en las mediciones [86]. En este sistema, se puede analizar muestras menores a 1 g, con

temperaturas cercanas a 1000 °C, atmósferas de gas, y velocidades de calentamiento en el rango de 0,1 °C a 200 °C/min [86].

Los datos obtenidos a través del TGA son similares a los que se presentan en la Figura 1.9-b. En esta gráfica el eje de las “X” indica la temperatura de calentamiento que aumenta hacia la derecha, y el eje de las “Y” el porcentaje en peso. Las etapas A, B y C, de la Figura 1.9-b representan zonas específicas de descomposición térmica de la biomasa. La etapa A, que abarca desde la temperatura ambiente hasta 110 °C, corresponde a la pérdida de humedad, liberando elementos de bajo punto de ebullición como el agua [87]. La etapa B, que se sitúa entre los 200 °C y 600 °C, se conoce como zona de pirólisis, caracterizada por una significativa pérdida de masa debido a la eliminación de compuestos volátiles [87]. Finalmente, a partir de los 600 °C hasta los 800 °C, se encuentra la zona de carbonización [87].

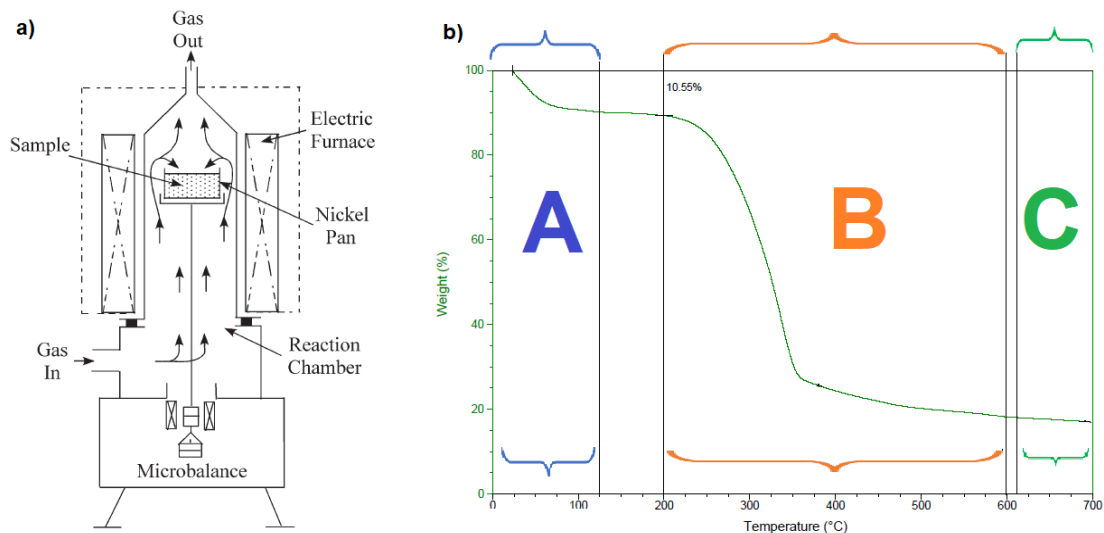


Figura 1.9. a) Esquema del equipo de TGA. b) Zonas de diagrama de TGA, A: zona de pérdida de humedad, B: zona de pirólisis y C: zona de carbonización. (Fuente: Adaptación de: [87], [88])

Ensayo de compresión

El ensayo de compresión es uno de los más importantes en la ciencia de materiales, posee relevancia en la caracterización de diversos tipos de materiales, debido a que este ensayo permite evaluar tanto la velocidad de deformación como el desplazamiento del material hasta alcanzar el punto de falla [89]. En las pruebas de compresión se somete la briqueta a la compresión entre dos mecanismos móviles de manera uniaxial utilizando una celda de carga y un extensómetro o galga extensiométrica para medir la carga y el desplazamiento, como se observa en la Figura 1.10 [90]. Dependiendo del tipo de material se debe usar un estándar acorde, en el cual se especifica la velocidad de compresión, los tipos de falla,

acoplamiento de los platos móviles, la forma de la briqueta y el cálculo del porcentaje de deformación. La mayoría de normas se basan en la ASTM.

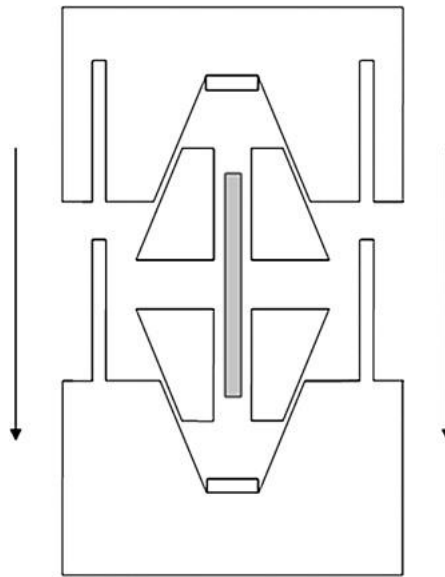


Figura 1.10. Esquema de prueba de compresión por carga.
(Fuente: [91])

Determinación del poder calorífico

Cuando se combustiona materia orgánica se libera energía térmica, la cual puede ser cuantificada en forma de poder calorífico o valor calorífico [92]. Este último, es específicamente la cantidad de calorías generadas cuando una unidad de materia se oxida completamente [93]. Se distinguen dos tipos de poder calorífico: superior e inferior. Estas medidas representan la relación entre una unidad de energía y una de masa, siendo comúnmente expresadas en kJ/kg.

El poder calorífico superior corresponde al calor almacenado en la biomasa e incluye el calor latente de vaporización del agua, mientras que el poder calorífico inferior excluye este valor [94]. Al poder calorífico superior PCS o HHV, por sus siglas en inglés, también se le conoce como poder calorífico bruto. Por otro lado, al poder calorífico inferior (PCI o LHV, por sus siglas en inglés), se le conoce como poder calorífico neto. El PCS o HHV generalmente es entre un 2 % y un 20 % mayor que el PCI o LHV [95].

La determinación del poder calorífico se realiza mediante el uso de bombas calorimétricas, las cuales permiten llevar a cabo una reacción completa de la muestra con oxígeno a alta presión [96]. La bomba calorimétrica consta de dos componentes principales: la cámara y la chaqueta. En la cámara se encuentra la bomba de calor, la cual realiza la reacción y está sumergida en un líquido calorimétrico inerte y de baja presión de vapor [97]. Por su parte,

la chaqueta se encarga de regular el intercambio de calor entre la cámara y el entorno [97]. En la Figura 1.11 se muestra los componentes básicos de una bomba calorimétrica.

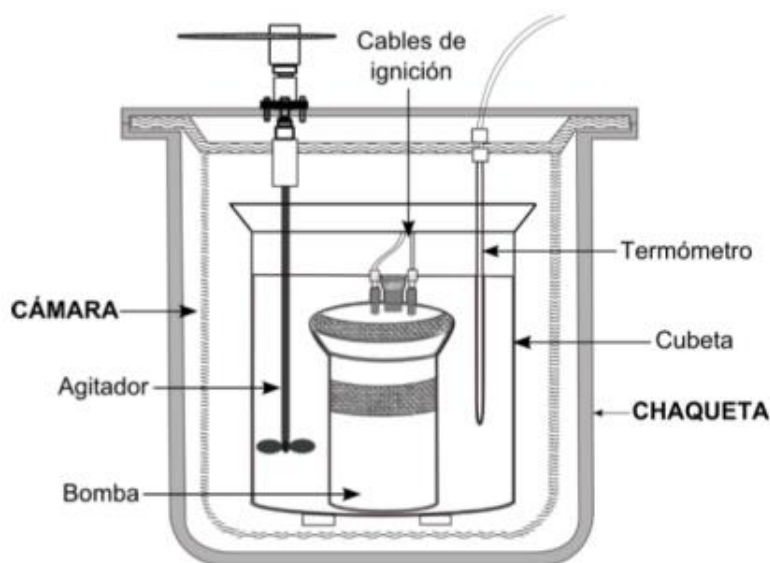


Figura 1.11. Esquema de una bomba calorimétrica.
(Fuente: [97])

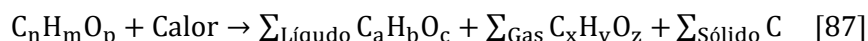
1.4. Métodos de obtención de briquetas

Las briquetas pueden ser obtenidas a partir de carbonilla o biomasa previamente seca, donde los valores de humedad recomendables no deben exceder al 15 % [9]. Los principales métodos de obtención de briquetas se basan en procesos de descomposición térmica de la biomasa, como es el caso de la torrefacción y pirólisis, siendo este último utilizado para obtener briquetas de carbón [98]. En el caso de las briquetas de biomasa sin carbonizar son secadas previamente y reducidas a tamaños cercanos a 1 mm [98]. Gurdil & Demirel (2018) determinaron que el tamaño de las partículas influye en la calidad de las briquetas; las partículas más pequeñas generan briquetas más densas, resistentes, duras y duraderas, con mayor resistencia al impacto y tiempo de combustión, así como una superficie más lisa, lo que indica alta calidad, especialmente para fines comerciales [99].

1.4.1. Pirólisis

La pirólisis es un proceso de descomposición de la biomasa de tipo térmica y química (termoquímica), en ausencia de oxígeno [100], partiendo de temperaturas de 300 °C hasta 800 °C, y presiones de 0,1 MPa a 0,5 MPa, con una atmósfera de gases inertes [87], [98], [101]. Cuando los procesos se dan de manera lenta oscilan entre 300 °C y 500 °C y se denomina pirólisis lenta, mientras que la pirólisis rápida se da hasta 800 °C [102]. La

pirólisis se aplica para la producción de carbón, y se representa mediante la siguiente reacción:



En la Tabla 1.3 se presenta el proceso de pirólisis en función de los rangos de temperatura, donde se evidencia el comportamiento y la respuesta de la biomasa a este proceso.

Tabla 1.3. Pirólisis a distintas temperaturas.

Temperatura	Tipo de reacción	Producto final
T < 350 °C	Pérdida de humedad, generación de radicales libres y despolimerización.	CO y CO ₂ , biochar.
350 °C < T < 450 °C	Reacción de sustitución, para romper la cadena de glucósida del polisacárido	Alquitrán con levo glucosano, anhídridos y oligosacáridos.
Alrededor de 450 °C	Fisión de unidades de azúcar y deshidratación	Acetaldehído, glioxílica y acroleína.
Alrededor de 500 °C	Mezcla de los procesos de pérdida de humedad, despolimerización, reacción de sustitución y fisión de azúcar y deshidratación.	Mezcla de CO, CO ₂ , biochar, alquitrán con levo glucosano, anhídridos, oligosacáridos, acetaldehído, glioxílica y acroleína
Condensación	Los productos insaturados se separan del carbón condensado.	Residuo de carbón con radicales libres atrapados.

(Fuente: [101], [102])

1.4.2. Torrefacción

Al igual que la pirólisis, la torrefacción es un proceso de descomposición termoquímico de la biomasa, con la diferencia que se da a menores temperaturas de 200 °C a 300 °C [103], [104]. Una de las ventajas de la torrefacción es el aumento de la hidrofobicidad, disminuyendo el contenido de humedad de la biomasa, aspecto que es inversamente proporcional al poder calorífico y carbono fijo [105], [106]. Otra de las ventajas de la torrefacción es que este proceso ayuda a eliminar material volátil y el humo que se producen en una futura combustión [14]. Los componentes lignocelulósicos de la biomasa que se descomponen son la hemicelulosa, la celulosa y la lignina, de donde el primero es el que se degrada más, logrando la despolimerización de la estructura con la remoción de grupos OH, eliminando el vapor de agua [68].

Existen 4 etapas marcadas en las que se produce la torrefacción, partiendo de un secado sin reacción química de 50 °C a 100 °C, donde se elimina agua de la superficie [107]–[109]. En segundo lugar, se da un secado neutro de 150 °C a 200 °C, donde se da la ruptura de enlaces tipo H-C, y el inicio de la descomposición de la hemicelulosa. En tercer lugar, se da un secado del tipo destructivo, con la interrupción de los enlaces C-C y C-O, iniciando la carbonización [110]. Por último, se da la descomposición completa de la hemicelulosa, eliminando la naturaleza fibrosa de la biomasa, formando carbón y eliminando volátiles, con la despolimerización de la celulosa y lignina [68]. Los productos finales de la torrefacción, por lo general, representan aproximadamente el 70 % del peso inicial, y suelen ser triturados y compactados, ya sea con o sin la presencia de aglutinantes, para la formación de briquetas [14].

1.4.3. Densificación

La densificación es el proceso donde se agrupan las partículas de un material con el objetivo de aumentar la densidad a través del aumento de presión (compactación) y temperatura [12]. El briquetado es un proceso de densificación que implica la compresión de material, como la biomasa, entre dos rodillos con el aumento de la temperatura, resultando en la obtención de briquetas con una forma deseada [111]. Este método se emplea comúnmente para aumentar la densidad de materiales como el carbón y otros minerales [111]. El proceso de densificación se logra a la temperatura de granulación de los materiales, logrando modificaciones químicas y enlaces fuertes, mejorando las características de los pellets obtenidos [66], [111], [112].



2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Materiales

2.1.1. Tallo de papa




El tallo de papa de la variedad super chola (*Solanum tuberosum*) fue seleccionado como materia prima para la presente investigación, debido a que es un residuo que se encuentra en gran abundancia en la zona norte del Ecuador, específicamente en la provincia del Carchi, comunidad El Colorado. El proceso de tratamiento de tallo de papa sigue los pasos esquematizados en la Tabla 2.1 y en la Tabla 2.2. La materia prima se recolectó 15 días después de la cosecha del tubérculo. Posteriormente, se secó a temperatura ambiente durante un período de 30 días con la intención de disminuir la humedad de la biomasa al valor recomendado del 10 % [11]. Este valor sería verificado mediante el proceso de TGA (análisis termogravimétrico).

Tabla 2.1. Recolección y secado de tallo de papa.

Orden	Proceso	Fotografía
1	Recolección	
2	Secado a temperatura ambiente	

Después de que la biomasa fue secada, se procedió a molerla en un molino manual (molino corona) reduciendo el tamaño de las partículas a menos de 2,5 mm. Con el fin de lograr una mayor compactación en la formación de briquetas, se disminuyó el tamaño de las partículas a un tamaño menor a 1 mm. Para lograr esto, se utilizó un tamizador que permitió clasificar el material de manera adecuada [17].

Tabla 2.2. Molienda y tamizado de tallo de papa.

Orden	Proceso	Fotografía
3	Molienda	
4	Tamizado	
5	Producto final	

2.1.2. Aglutinantes

Los aglutinantes que se utilizaron en el presente estudio corresponden a polvos de almidón de papa (A) y de achira (B), los cuales se producen artesanalmente en la sierra centro ecuatoriana, y son accesibles por su precio y disponibilidad en el mercado. Los aglutinantes no han sido sometidos a fases de procesamiento adicionales previo a ser mezclados con carbonilla y biomasa molida. Además, se utilizaron estos aglutinantes debido a que aún no existen estudios previos del uso de estos productos.

2.1.3. Carbonilla

La carbonilla o biochar se obtuvo a partir de la pirólisis de la materia prima (tallos de la papa en la fase de secado). El proceso de transformación de la biomasa (tallos de papa) en biochar se fundamentó en las etapas planteadas por el D-Lab del MIT (Instituto Tecnológico

de Massachusetts), donde se utilizó un dispositivo diseñado de manera artesanal que está concebido para su utilización en zonas rurales de todo el mundo (Figura 2.1) [113].

En primer lugar, se colocó el tallo de papa previamente seco, con una humedad promedio del 10 %, en una barrica equipada con agujeros y aberturas que permitieron el proceso de pirólisis (Figura 2.1-a y b). A continuación, se dispusieron guías del mismo tallo de papa en la base de la barrica metálica con el objetivo de facilitar el inicio de la combustión (Figura 2.1-c). El siguiente paso consistió en lograr que la biomasa se encendiera completamente durante 10 min, luego se colocó una tapa en la parte superior y se esperó otros 10 min (Figura 2.1-d). Posteriormente, se taparon todos los accesos de aire en la base de la barrica y en la parte superior con la ayuda de arena, y se esperó durante 2 h hasta que se enfriara (Figura 2.1-e). Finalmente, se obtuvo el biochar, el cual se sometió a molienda con el objetivo de reducir el tamaño de partícula a menos de 1 mm (Figura 2.1-f).



Figura 2.1. Etapas de la pirólisis de biomasa propuesta por el D-Lab MIT. a) adecuación de barrica, b) relleno de biomasa, c) encendido, d) combustión de biomasa, e) aislamiento de aire con arena y f) molienda de carbonilla o biochar.
(Fuente: Adaptación de [113])

2.2. Metodología

2.2.1. Diseño experimental

En el presente estudio, se propuso obtener briquetas a partir de dos materias primas: residuo de tallo molido y carbonilla molida. Con el objetivo de lograr cohesión en la materia prima se emplearon dos tipos de aglutinantes naturales: aglutinante de origen vegetal de achira y aglutinante de origen vegetal de papa, en proporciones de 10 % y 20 % en peso [19]. Los aglutinantes deben ser mezclados con agua destilada para lograr emular una especie de pegamento natural. Otras variables consideradas fueron el tiempo de compactación (30 s y 60 s) y una presión de trabajo constante de 10 MPa [20]–[22]. El diseño utilizado para el estudio se resume en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3. Variables propuestas en la obtención de briquetas.

Muestras	Tipo de biomasa	Aglutinante	Fracción en peso de aglutinante	Tiempo de compactación
CALI	Carbonizada (C)	Aglutinante de papa (A)	10 % (L)	I (30 s)
CALII				II (60 s)
CAHI			20 % (H)	I (30 s)
CAHII				II (60 s)
CBLI		Aglutinante de achira (B)	10 % (L)	I (30 s)
CBLII				II (60 s)
CBHI			20 % (H)	I (30 s)
CBHII				II (60 s)
NCALI	No Carbonizada (NC)	Aglutinante de papa (A)	10 % (L)	I (30 s)
NCALII				II (60 s)
NCAHI			20 % (H)	I (30 s)
NCAHII				II (60 s)
NCBLI		Aglutinante de achira (B)	10 % (L)	I (30 s)
NCBLII				II (60 s)
NCBHI			20 % (H)	I (30 s)
NCBHII				II (60 s)

Además de las variables mencionadas en la Tabla 2.3, se generaron briquetas adicionales con diversas combinaciones, como CA35 (carbonizadas con un 35 % de aglutinante de papa y 60 s de compactación), CB35 (carbonizadas con un 35 % de aglutinante de archira y 60 s de compactación), CA50 (carbonizadas con un 50 % de aglutinante de papa y 60 s de compactación), CB50 (carbonizadas con un 50 % de aglutinante de archira y 60 s de compactación), CVI, CVII (dos tipos comerciales de carbón vegetal de madera), y TP (tallo de papa). La inclusión de estas muestras se realizó con el fin de proporcionar un punto de referencia para el análisis comparativo en los procesos de caracterización que se detallarán más adelante.

2.2.2. Obtención de briquetas

El proceso de formación de briquetas inicia preparando las materias primas correspondientes a la biomasa carbonizada y no carbonizada, producto de los procesos de pirólisis y molienda del tallo de papa que se mencionó en el apartado 2.1. El primer paso fue medir las cantidades establecidas en la Tabla 2.3 donde las fracciones en peso tienen una variación entre 10 % y 20 % de aglutinante (Figura 2.2). Para darle la característica de pigmento natural al aglutinante, a la mezcla se le añade agua destilada con porcentajes entre 60 % y 100 % del peso final [16]–[18], logrando una mezcla más homogénea que se complementa manualmente durante 5 min con movimientos circulares. Los pasos descritos anteriormente se pueden evidenciar en la Figura 2.2.



Figura 2.2. Proceso de mezcla para briquetado. 1) medición de materia prima (carbonizada y no carbonizada), 2) adición de aglutinante, 3) mezcla de componentes y 4) adición de agua destilada y mezcla final. (Fuente propia).

Para lograr la forma deseada de las briquetas, y que se puedan estructurar a 10 MPa, se diseñó y construyó un sistema de cilindro pistón, que permitió su fácil acople a la prensa hidráulica y la fácil extracción de la briqueta formada, el sistema se puede visualizar en la Figura 2.3.



Figura 2.3. Sistema cilindro pistón utilizado en la obtención de briquetas a presiones de 10MPa. (Fuente propia).

El proceso se complementó añadiendo la mezcla húmeda en el interior del cilindro y posteriormente acoplándolo en la prensa hidráulica manual, donde se logró una presión de 10 MPa (1450 PSI) manteniéndola entre 30 s y 10 s según el diseño del experimento. Para extraer las briquetas se acopló un mecanismo que permitió que salga de una manera uniforme y sin alteraciones al empujar el émbolo. El proceso paso a paso se explica gráficamente en la Figura 2.4. Las dimensiones de las briquetas obtenidas se encuentran en dos tipos: 20x40 mm y 30x60 mm.



Figura 2.4. Proceso de prensado y extracción de las briquetas.
(Fuente propia).

Finalmente, las briquetas obtenidas a través de los procesos descritos anteriormente fueron sometidas a un proceso de secado en horno (Figura 2.5). Este método acelera el proceso que normalmente ocurre a temperatura ambiente, reduciendo la humedad a niveles inferiores al 10 %. Este nivel de humedad es ideal para obtener poderes caloríficos característicos y adecuados para un buen biocombustible [19], [20]. El secado se realizó por un lapso de 8 h a 60 °C, con aumentos de 5 °C para evitar choque térmico.



Figura 2.5. Secado de briqueta en horno
(Fuente propia).

2.3. Caracterización del material

2.3.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Las muestras para microscopía electrónica de barrido (SEM) se prepararon con una superficie plana y en diámetros de 1 mm aproximadamente. El equipo que permitió la caracterización fue un SEM marca: ASPEX, tipo: PSEM eXpress, el cual posee una detección en el rango de 500 nm a 5 mm, perteneciente al Laboratorio de Nuevos Materiales, de la Escuela Politécnica Nacional. Las micrografías fueron adquiridas con las siguientes condiciones: voltaje de aceleración: 10 kV y 5 kV, carga del filamento: 70,2 %, magnificaciones: 100 X, 500 X y 1500 X. El equipo utilizado se puede visualizar en la Figura 2.6.



Figura 2.6. Equipo SEM del LANUM.
(Fuente propia).

Las muestras que no fueron carbonizadas, es decir, aquellas en las que se utilizó tallo de papa molido como materia prima, presentaron dificultades para ser observadas con claridad. Para observarlas se colocó un recubrimiento superficial de oro a las muestras (Figura 2.7). Este recubrimiento permitió obtener una superficie conductora que facilitó la observación de la morfología de las muestras a magnificaciones de 100 X, 500 X y 1500 X, utilizando voltajes de aceleración de 10 kV y 5 kV.



Figura 2.7. Muestras con recubrimiento de oro conductor.
(Fuente propia).

2.3.2. Espectroscopía Raman

La espectroscopía Raman se utilizó para determinar el tipo de carbono presente en las briquetas, considerando todas las muestras de la Tabla 2.3. En particular, se realizó una caracterización adicional de las muestras que contenían un aglutinante con un porcentaje en peso del 35 %, así como de las briquetas que consistían en carbón vegetal comercial y tallo de papa. Estas muestras se analizaron en forma de polvo.

Para garantizar la representatividad de los resultados, se tomaron espectros en dos puntos al azar en cada muestra, permitiendo así obtener una visión global de su composición y propiedades carbonosas. La instrumentación utilizada en este estudio fue el Espectroscopio Raman de la marca Horiba Scientific, modelo Lab Ram Evolution (Figura 2.8). Para el análisis de las muestras se utilizaron las siguientes condiciones: potencia del láser de 50 MW, lente objetiva de 50 X, 100 μm de apertura focal, longitud de onda de láser de 532 nm.



Figura 2.8. Equipo de Espectroscopía Raman del LANUM.
(Fuente propia).

2.3.3. Análisis termogravimétrico (TGA)

Se realizó un análisis termogravimétrico, TGA por sus siglas en inglés, en un total de nueve muestras seleccionadas, incluyendo cuatro muestras de materia base no carbonizada, cuatro muestras carbonizadas y una muestra específica de tallo de papa. Para cada análisis, se utilizó un rango de peso de muestra entre 5 y 30 mg. El objetivo principal del análisis TGA fue determinar la humedad promedio de las muestras después del proceso de secado y verificar si se encontraban dentro del rango objetivo del 10 %. Con el fin de determinar la calidad de las muestras como biocombustible.

El análisis se realizó en un Analizador Termogravimétrico (TGA) de la marca TA Instruments, modelo TA Q500 (Figura 2.9). Los parámetros para el análisis fueron los

siguientes: rango de temperatura de 25-700 °C, y una rampa constante de 5 °C/min, en una atmósfera inerte de nitrógeno, con flujos de 50 mL a la muestra y microbalanza.

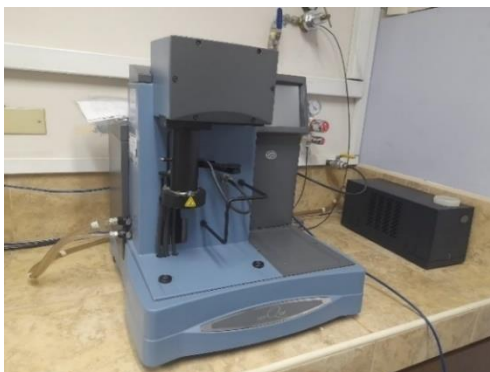


Figura 2.9. Equipo TGA del LANUM.
(Fuente propia).

2.3.4. Ensayo de compresión de briquetas

El ensayo de compresión se aplicó a todas las muestras de la Tabla 2.3 en forma cilíndrica. El método empleado fue el descrito en la norma ASTM DC39/C39M-21, donde la altura y el diámetro de los especímenes es 2:1. El fin del ensayo se determinó cuando las briquetas se rompieron (briquetas carbonizadas) o alcanzaron una deformación del 20 % (briquetas no carbonizadas), en donde las muestras tuvieron un comportamiento de un material aglomerado. Se realizaron tres mediciones por muestra con el fin de tener una menor desviación standard. La velocidad de ensayo fue de 0,25 MPa/s +/- 0,05 MPa/s. Los equipos utilizados fueron los siguientes:

Máquina universal de ensayos: Tinius Olsen, modelo: H25KS; rango máximo: 25 KN; precisión: 0,01 N, evalúa la compresión de materiales compuestos (Figura 2.10). Termohigrómetro ELITECH, modelo RCW-800, apreciación de 0,1 °C y 0,1 % HR, utilizado para medir y registrar las condiciones ambientales durante los ensayos.



Figura 2.10. Máquina universal de ensayos utilizada en el ensayo de compresión.
(Fuente propia).

2.3.5. Caracterización térmica – poder calorífico

El poder calorífico de las muestras se determinó con una bomba calorimétrica de marca Parr, modelo 6400 de 120 V (Figura 2.11). Las normas de referencia para el procedimiento fueron la BS EN 14918 2009 [114], donde se establecen los pasos para encontrar el poder calorífico de la biomasa sólida en una bomba calorimétrica. Se caracterizaron 22 muestras, incluidas todas las de la Tabla 2.3, en las que se determinó el poder calorífico superior. Adicional se caracterizaron briquetas con fracciones en peso de 35 % de aglutinante, el carbón vegetal comercial y el tallo de papa. En los casos donde se requirió los valores de humedad, se utilizó los valores determinados por los ensayos de TGA.



Figura 2.11. Bomba calorimétrica para determinación de poder calorífico.
(Fuente: [115])

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Resultados de microscopía electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido SEM permitió evidenciar la morfología de las briquetas carbonizadas y no carbonizadas especificadas en el apartado 2.2.1. Se analizó las briquetas no carbonizadas, específicamente las que se obtuvieron a partir de fracciones en peso de aglutinante de achira y de papa con codificaciones NCB35 (no carbonizadas, con aglutinante de achira y 35 % en peso) y NCA35 (no carbonizadas, con aglutinante de papa y 35 % en peso) y prensadas a 60 s.

En estas briquetas se pudo observar que las partículas de aglutinante presentan formas semiesféricas como se ilustra en la Figura 3.1. La distribución de partículas no se encuentra completamente uniforme en el material base (tallo de papa) y su tamaño se ha determinado en promedio a través del software ImageJ (ANEXO I). Los resultados del tamaño de partícula se determinaron a partir de 34 datos para ambos casos, en el caso de NCB35 el diámetro promedio fue de 51,33 μm , mientras que para NCA35 se obtuvo 41,05 μm . La interfaz entre el aglutinante y el material base (tallo de papa triturado), según la Figura 3.1 a y b, no permite asegurar que exista una adhesión considerable, ya que se observa claramente la dispersión de partículas del aglutinante sobre el material base.

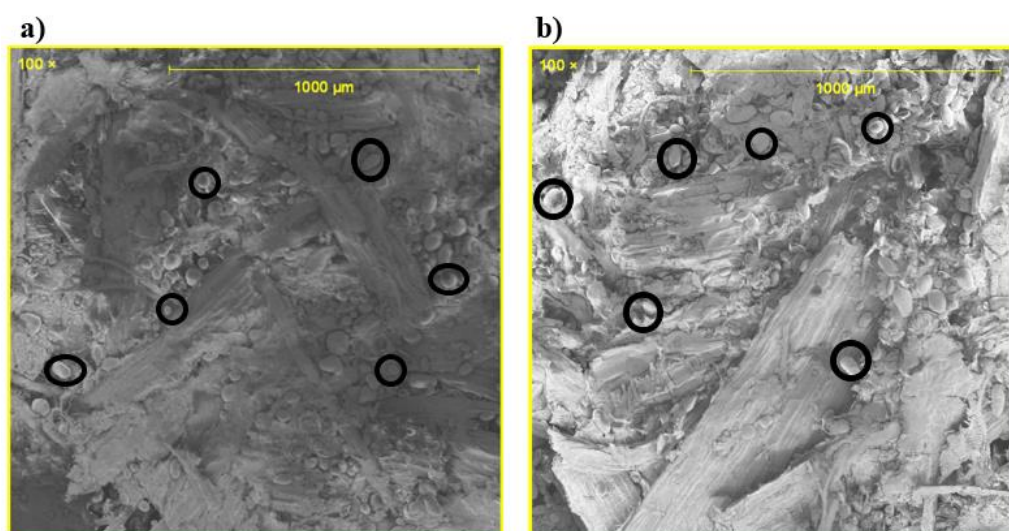


Figura 3.1. a) NCB35: micrografía SEM a 100X con marcación de partículas de aglutinante de achira y b) NCA35: imagen SEM a 100X con marcación de partículas de aglutinante de papa. (Fuente propia).

Otro parámetro que influye altamente en la combustión de una briketa es la porosidad [116]. Según IUPAC los poros se clasifican en tres tamaños: microporos (<2 nm), mesoporo (2-50 nm) y macroporo (>50 nm) [54]. En las Figuras 3.2 a y b, se visualizan las micrografías

de las probetas CALI (carbonizadas con un porcentaje de aglutinante de papa de 10 % y tiempo de compactación 30 s) y CBLI (carbonizadas con un porcentaje de aglutinante de achira de 10 % y tiempo de compactación 30 s), donde evidentemente los poros se encuentran en el rango de macroporo, con la presencia de aglutinante en la superficie.

Al comparar a las muestras de carbón comercial CVI (carbón comercial tipo I) y CVII (carbón comercial tipo II) mostradas en las Figuras 3.2 c y b, se aprecia un aumento en el tamaño de los macroporos, lo que destaca una característica clave de los biocombustibles de alto poder calorífico: su porosidad en toda la estructura, siempre y cuando la humedad se haya reducido a niveles cercanos al 0 % [116], [117]. En caso contrario, los macroporos de gran tamaño facilitan la retención de humedad, lo que a su vez disminuye el poder calorífico del biocombustible [116], [117].

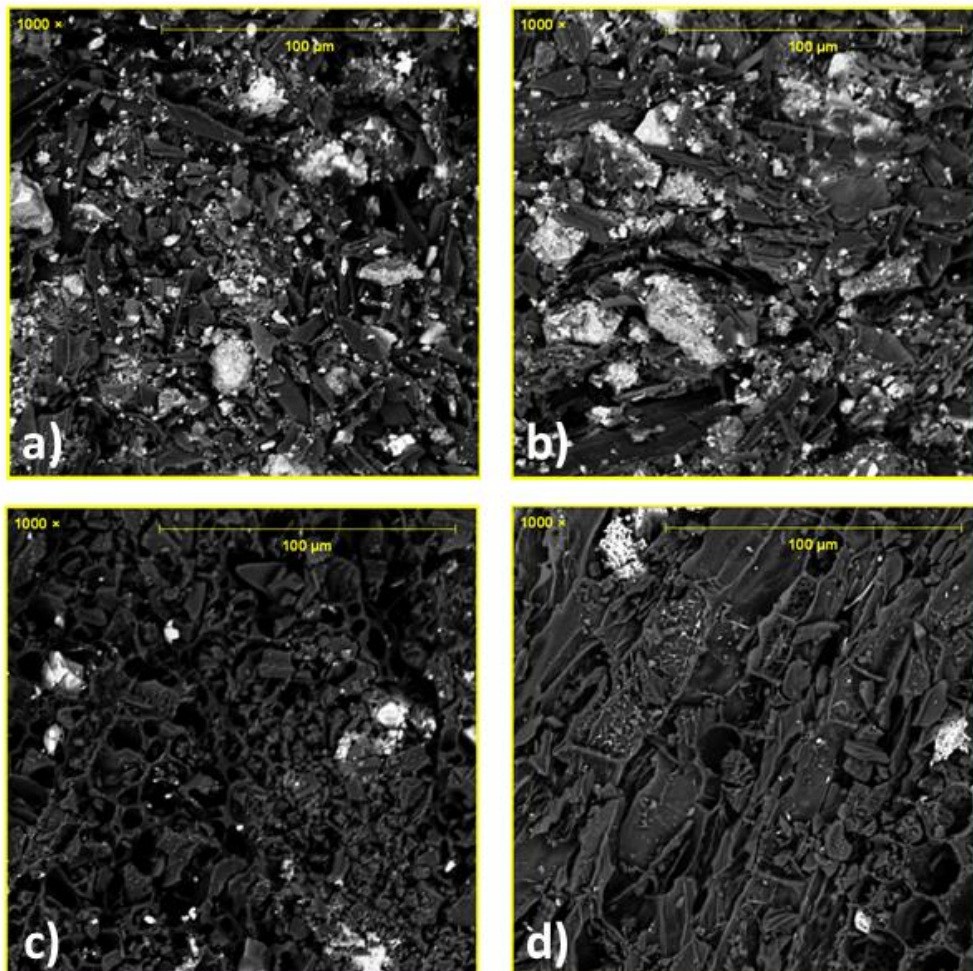


Figura 3.2. Porosidad en la superficie de las muestras (1000 X) a) CALI, b) CBLI, c) CVI y CVII. (Fuente propia).

En el proceso de briquetado otro factor fundamental es el tiempo de compactación [19]. En la Figura 3.3 se presentan las micrografías de 4 tipos de briquetas obtenidas en dos tiempos de compactación, 30 s y 60 s. Uno de los objetivos del aumento en el tiempo de compactación, es una mayor densidad de las briquetas y aumentar la cohesión entre partículas del material base y la adhesión con el aglutinante [17], [22], [118]. En las Figuras 3.3 - a, b, c y d, se presentan las micrografías de briquetas carbonizadas correspondientes a un tiempo de compactación de 60 s, a una magnificación de 100 X, las cuales presentan una uniformidad en la superficie. Mientras que en el caso de las Figuras 3.3 - e, f, g y h, correspondientes a un tiempo de compactación de 30 s, a una magnificación de 100 X, existen diferencias por un leve agrietamiento en la superficie (flechas azules en la micrografía), que puede deberse a la falta de compactación de las briquetas [17], ya que el tiempo utilizado para este proceso fue de 60 s. La falta de compactación afecta directamente a la calidad del biocombustible [22].

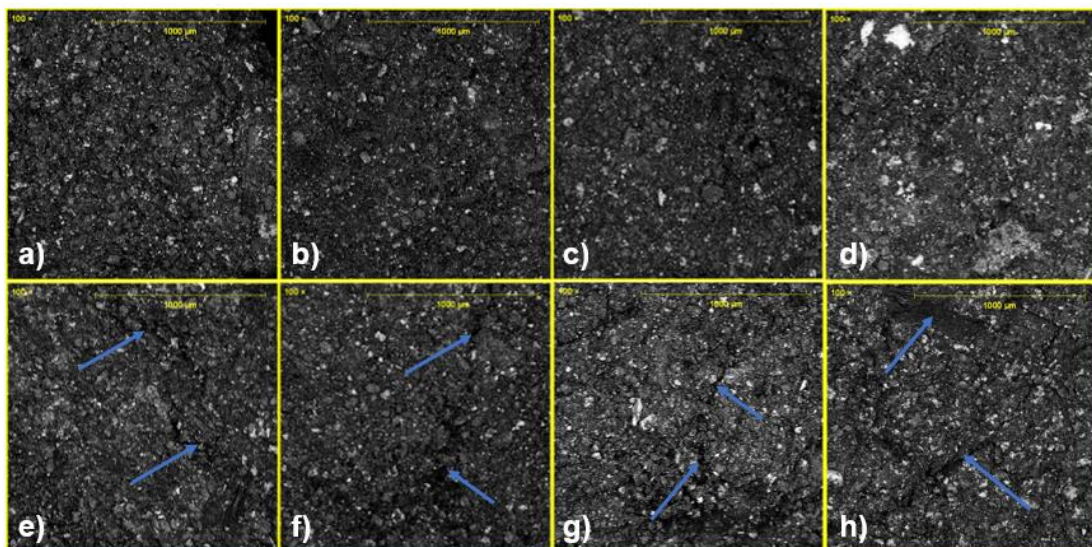


Figura 3.3. Diferencias entre micrografías de muestras obtenidas por tiempos de compactación de 30 y 60 s. a) CAHII, b) CALII, c) CBHII, d) CBLII compactadas a 60 s. e) CAHI, f) CALI, g) CBHI y h) CBLI compactadas 30 s. (Fuente propia).

3.2. Resultados de espectroscopía Raman

Se obtuvo resultados de la espectroscopia Raman de las briquetas carbonizadas y del carbón vegetal comercial (Tabla 2.3). En las Figuras 3.3 y 3.5 se puede evidenciar que los espectros tienen marcadas las bandas D y G principalmente, y no se distinguen las bandas 2D, y D+G (características de materiales gráfenicos) [76]. Las bandas D se forman aproximadamente a 1350 cm^{-1} , la banda G alrededor de los 1580 cm^{-1} , y las bandas 2D y D+G, a partir de los 2700 cm^{-1} [119]. En todos los espectros analizados para briquetas

carbonizadas se distingue claramente las bandas D y G, y gran similitud entre los espectros (Figura 3.4 y Figura 3.5). Las bandas D y G son comunes en los materiales con presencia de carbono, o carbonosos; en el presente estudio su presencia evidenció que las briquetas carbonizadas contienen grafito (banda G), del tipo amorfo, característico de la biomasa carbonizada (banda D) [120]. La literatura permite predecir que las briquetas carbonizadas tienen carbón amorfo por la banda D, debido al movimiento radial de los átomos de carbono, donde cabe recalcar que si no se presenta la banda D se habla de un grafito idealmente perfecto [121]. Los picos G y D de los espectros corresponden a configuraciones sp^2 donde se da el estiramiento de los pares de enlace (G) [122].

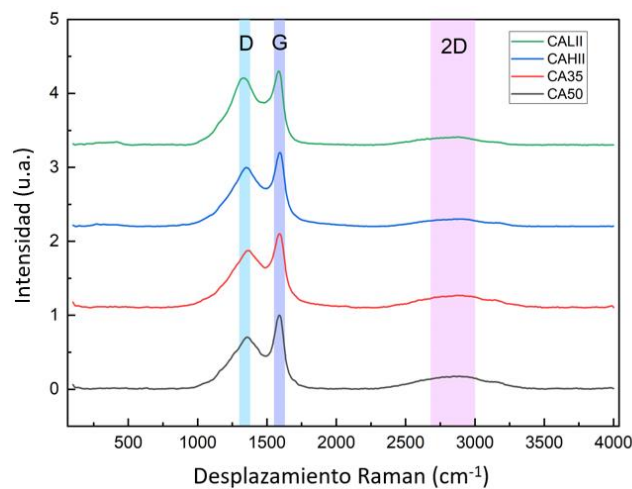


Figura 3.4. Espectros Raman de las muestras CALI, CAHII, CA35 y CA50. (Fuente propia).

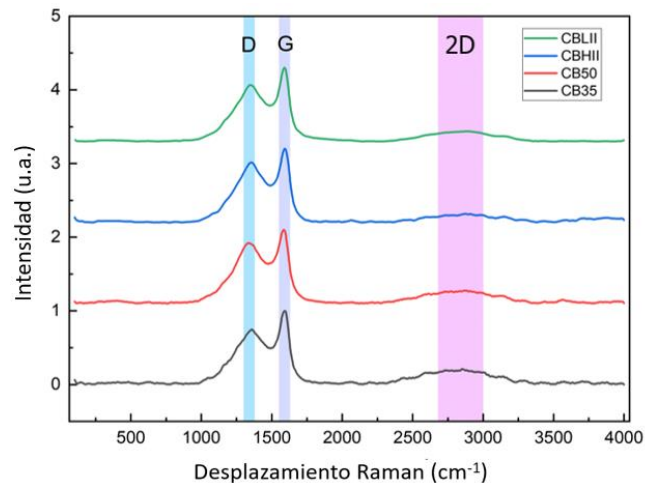


Figura 3.5. Espectros Raman de las muestras CALI, CAHII, CA35 y CA50. (Fuente propia).

Otro aspecto que se ha determinado a partir de los espectros de las Figuras 3.3 y 3.5, es la relación de intensidades I_D/I_G , donde los resultados de la relación son menores, si la

banda D es menor, debido a una mínima cantidad de defectos y desorden del material, que de otra manera de existir valores de la relación cercanos a 1, existe una disminución de enlaces sp^2 entre los átomos de carbono [121]. Las bandas del carbón vegetal comercial se pueden visualizar en la Figura 3.6. Por otro lado, las relaciones I_D/I_G de las briquetas carbonizadas presentan mayor cantidad de defectos, con la disminución de enlaces tipo sp^2 , característica que se puede atribuir al proceso de obtención y la variación del tamaño de partículas [121]. Se esperaba valores mayores en la relación I_D/I_G de las briquetas de carbón en comparación al carbón vegetal, por la presencia del carbón amorfo, representada por la intensidad de la banda D, mayor a la intensidad de la banda G [123], evidenciado en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Relación de intensidades de muestras carbonizadas y carbón vegetal carbonizado.

Muestra	Parámetros	Banda D	Banda G	I_D/I_G
CALII	Posición (cm^{-1})	1328,68	1585,04	0,91
	Intensidad (u.a.)	0,90701	1	
CAHII	Posición (cm^{-1})	1350,79	1594,29	0,80
	Intensidad (u.a.)	0,79632	1	
CA35	Posición (cm^{-1})	1356,06	1589,67	0,78
	Intensidad (u.a.)	0,775	1	
CA50	Posición (cm^{-1})	1357,13	1589,67	0,70
	Intensidad (u.a.)	0,70363	1	
CBLII	Posición (cm^{-1})	1352,18	1589,67	0,76
	Intensidad (u.a.)	0,76442	1	
CBHII	Posición (cm^{-1})	1353,76	1592,57	0,81
	Intensidad (u.a.)	0,81187	1	
CB35	Posición (cm^{-1})	1360,1	1592,57	0,75
	Intensidad (u.a.)	0,74644	1	
CB50	Posición (cm^{-1})	1334,84	1584,85	0,82
	Intensidad (u.a.)	0,82092	1	
CVI	Posición (cm^{-1})	1376,13	1595,83	0,72
	Intensidad (u.a.)	0,7209698	1	

Se puede observar que las muestras de briquetas carbonizadas no presentan diferencias significativas en sus propiedades, en particular en lo que respecta a las variables como el tipo de aglutinante, el porcentaje en peso de aglutinante y el tiempo de compactación, en comparación con el carbón vegetal [19]–[21]. La excepción a esta tendencia se encuentra en el caso de las briquetas denominadas "CALII", las cuales poseen un bajo porcentaje de aglutinante de papa y un tiempo de compactación de 60 s. Estas briquetas muestran una mayor presencia de carbono amorfo.

En cuanto a las briquetas que se encuentran dentro de los rangos de aglutinantes del 35 % y el 50 % en peso, no se observan diferencias significativas, especialmente en los casos

de las briquetas fabricadas con archira y aglutinante de papa. Los valores de intensidad en estas muestras se sitúan en un rango que va desde 0,70 hasta 0,82, lo que confirma la presencia de una menor intensidad en la banda D en comparación con la banda A, característica propia del carbono amorfo.

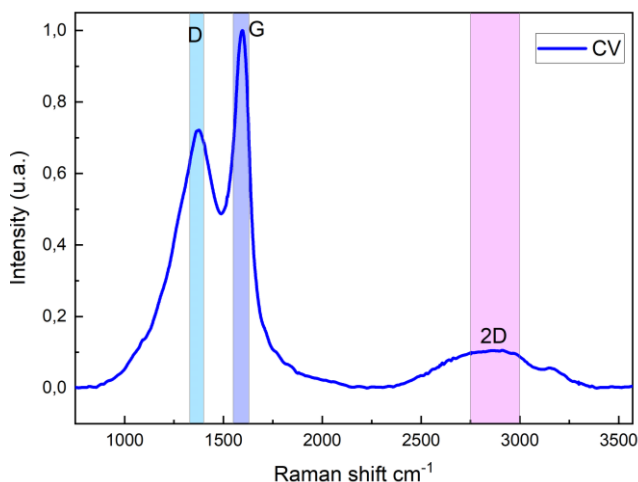


Figura 3.6. Espectro Raman del carbón vegetal comercial con las bandas características. (Fuente propia).

3.3. Resultados del análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico se realizó a 9 muestras obtenidas en este estudio. De estas, 4 correspondieron a briquetas de biomasa carbonizada, mientras que los otros 4 correspondieron a briquetas no carbonizadas y una al tallo de papa. Las muestras fueron seleccionadas considerando el tipo de aglutinante y si la muestra fue carbonizada o no, factores que influyen en el análisis TGA, ya que se analiza la variación de la masa en función de la temperatura para la determinación de volátiles, humedad y porcentaje de carbón [124]. No se considera el tiempo de compactación, ya que las muestras se analizan en forma de polvo.

El análisis de TGA desveló tres aspectos fundamentales acerca de los biocombustibles, los cuales se manifiestan a lo largo de las tres etapas que se representan en la Figura 3.7. Estos aspectos comprenden la presencia de humedad, el porcentaje de volátiles generados durante la etapa de pirólisis del análisis, y el porcentaje de carbón que resulta de la descomposición térmica de la hemicelulosa, la celulosa y la lignina [124]. En la Figura 3.7 correspondiente al tallo de papa se evidencian las 3 zonas mencionadas anteriormente, donde se cuantifica la humedad (0 °C – 190 °C), material volátil (190 °C – 380 °C) y el carbón fijo (380 °C – 700 °C), valores descritos en la Tabla 3.2 y que se encuentran dentro

de lo esperado y descrito en investigaciones previas [87]. Las curvas TGA de las 9 muestras analizadas se pueden observar en el ANEXO 2.

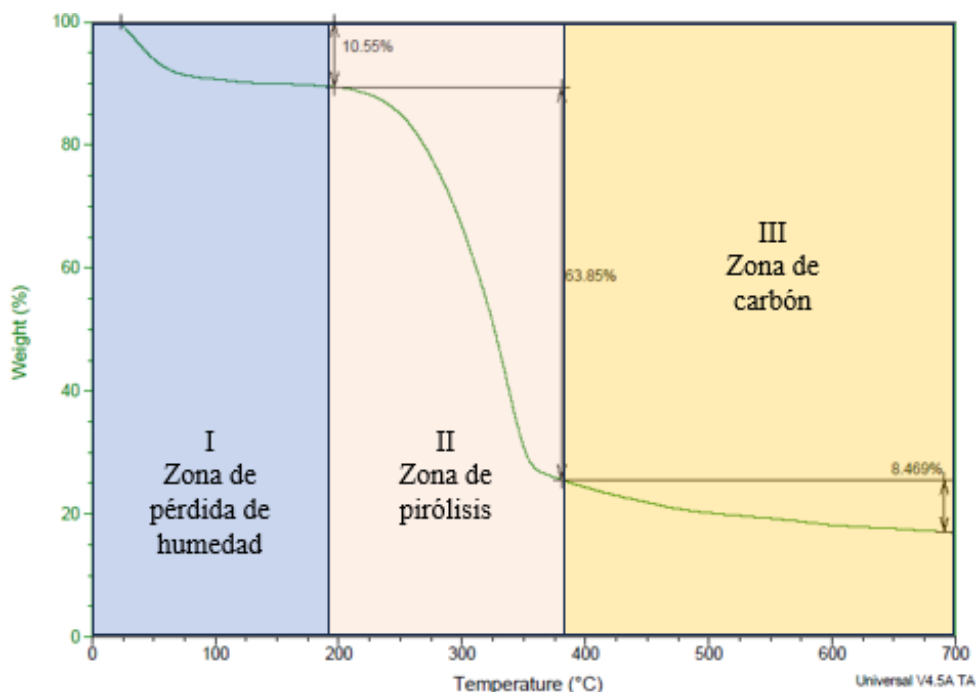


Figura 3.7. Curva TGA de tallo de papa. (Fuente propia).

Tabla 3.2. Análisis próximo de biomasa carbonizada y no carbonizada.

Muestra	Humedad (%)	Volátiles (%)	Carbón a 700 °C (%)
NCAL II	12,35	57,58	30,07
NCAH II	12,14	58,50	29,36
NCBL II	13,32	57,19	29,49
NCBH II	13,06	56,26	30,68
TP	10,55	63,85	25,60
CAL II	7,55	11,60	80,85
CAH II	7,73	17,31	74,96
CBL II	7,69	11,81	80,50
CBH II	7,89	18,16	73,95

En la Tabla 3.2 se evidencia que la cantidad de humedad de las muestras no carbonizadas, las carbonizadas y el tallo de papa presentan una humedad de $10\% \pm 3$, aproximadamente, que son valores esperados para biocombustibles [18], [21]. Los volátiles que son producto de la descomposición térmica representan en porcentaje en peso alrededor del 57 % en el caso de briquetas no carbonizadas y del 17 % en briquetas carbonizadas, mientras que el

tallo de papa tiene más volátiles con 63.85 %, esta mayor pérdida puede deberse a la falta de aglutinante como en las briquetas, resultando una mayor cantidad de hemicelulosa y celulosa, que se descompone en la zona de pirólisis [125].

El porcentaje de carbón que se presenta en briquetas no carbonizadas a 700 °C es de alrededor del 30 % en las 4 muestras analizadas, indicando que la tercera parte se puede aprovechar como carbón comercial [87]. En la Tabla 3.3 se compara los resultados obtenidos con los principales residuos de tipo agrícola utilizados como fuente de energía para la elaboración de briquetas como biocombustibles. Se ha incluido el tallo de papa y una briketa referencial no carbonizada con aglutinante de archira en 10 % en peso y 60 s de compactación, que posee valores similares a las briquetas de naturaleza no carbonizada.

Tabla 3.3. Valores de porcentaje de humedad, volátiles y contenido de carbón de otro tipo de residuos.

Tipo de residuo	Humedad (%)	Volátiles (%)	Contenido de carbón (%)	Fuente
Tallo de papa	10,55	63,85	25,60	Propia
NCBLII	13,32	57,19	29,49	Propia
Cáscara de trigo	5,98	69,19	12,72	[126]
Cáscara de arroz	4,65	68,89	17,17	[126]
Paja de maíz	6,10	76,00	13,20	[127]
Paja de trigo	4,39	67,36	19,32	[127]
Rama de madera	4,39	82,96	10,51	[127]
Aserrín pelletizado torrefactado	5,50	75,60	24,00	[128]

Los valores de humedad en el tallo de papa y el NCBLII son significativamente más altos, casi el doble que en la mayoría de los otros residuos. En contraste, los valores de porcentaje de volátiles son más bajos debido a la presencia de un bajo contenido de celulosa. Además, se observa un mayor contenido de carbón en el tallo de papa y el NCBLII, lo que aumenta su rendimiento en términos de fabricación y transformación térmica, en comparación con otros residuos [87].

3.4. Resultados de ensayo de compresión

Este ensayo se aplicó a todos los grupos de briquetas correspondiente a carbonizadas y no carbonizadas mostradas en la Tabla 3.4, y que corresponden al diseño experimental propuesto en la Tabla 2.3, con una repetición de 3 muestras por cada caso (ANEXO 3). De acuerdo con la norma ASTM C39/C39M-21, el ensayo se llevó a cabo hasta el punto de fractura en el caso de las briquetas carbonizadas. Por otro lado, en el caso de las briquetas no carbonizadas, debido a su comportamiento como aglomerado, el material tiende a comprimirse sin llegar a fracturarse. En consecuencia, se evaluó la carga aplicada hasta alcanzar una deformación del 20 %.

Tabla 3.4. Resultados de ensayo de compresión a briquetas carbonizadas y no carbonizadas.

Muestra	Carga (N)	Esfuerzo último (MPa)
CALI	30,00	0,09
CAHI	11,11	0,03
CBLI	11,94	0,03
CBHI	10,28	0,03
CALII	25,28	0,07
CAHII	18,33	0,05
CBLII	19,45	0,05
CBHII	16,11	0,05
NCALI	446,90	1,35
NCAHI	426,05	1,30
NCBLI	420,84	1,28
NCBHI	566,47	1,70
NCALII	368,36	1,10
NCAHII	436,88	1,39
NCBLII	513,93	1,55
NCBHII	582,39	1,78

En las briquetas carbonizadas con un aglutinante de papa al 10 % en peso (CALI), se observa que la resistencia a la compresión es superior en comparación con las demás muestras carbonizadas. Esto confirma que las briquetas carbonizadas con una alta resistencia mecánica a la compresión se obtienen utilizando porcentajes de aglutinante inferiores al 15 % [19], e incluso pueden lograrse con valores de aglutinante del 0 %, gracias a las características lignocelulósicas del residuo que actúan como pegamento natural [19], [22]. Por otra parte, las briquetas no carbonizadas presentaron mayor resistencia a la compresión, y exhiben una máxima carga en los casos NCBHII y NCBHI (1,70 y 1,78 MPa),

traducido en una buena resistencia mecánica a la compresión, en comparativa a biocombustibles similares a base de cáscara de arroz y residuos de palma africana (< 1 MPa) [63].

Además, se evidencia que las briquetas sometidas a calcinación (C) exhiben notoriamente cargas y esfuerzos últimos inferiores en comparación con aquellas no carbonizadas (NC). Por otro lado, no se distingue una diferencia sustancial en términos de carga y esfuerzo último entre las muestras con aglutinante de papa (A) y las de aglutinante de archira (B), debido a la naturaleza similar de los aglutinantes. En el caso de las briquetas no carbonizadas, se aprecia que las muestras con un contenido de almidón del 20 % (H) tienden a presentar cargas y esfuerzos últimos ligeramente superiores en comparación con las que contienen un 10 % de almidón (L), aunque esta tendencia no se refleja en las briquetas carbonizadas. En general, las muestras sujetas a un tiempo de compactación de 60 s (II) tienden a registrar cargas y esfuerzos últimos ligeramente superiores que las sometidas a 30 s de compactación (I), indicando así que un tiempo de compactación prolongado puede incrementar la resistencia de las muestras [22].

3.5. Resultados de la caracterización térmica (poder calorífico)

Adicionalmente, a las muestras propuestas en la Tabla 2.3 se evaluó el poder calorífico del carbón vegetal, tallo de papa y briquetas obtenidas con 35 % de aglutinante en peso, teniendo en total 22 muestras. En la Tabla 3.5 se observa el poder calorífico superior de las briquetas, en donde el tallo de papa destaca como una materia prima con HV (poder calorífico superior) aceptable como biomasa para procesos de biocombustible, ya que los valores oscilan desde los 12 MJ/kg en adelante [98], [126], [127]. De igual manera, las briquetas de biomasa no carbonizadas, presentan un valor de poder calorífico cercano al tallo de papa que es su material base, pero con la ventaja que ya es un producto preparado bajo un proceso de prensado y aglutinado.

Otro punto a destacar es, que en el presente estudio los mayores valores de poder calorífico superior corresponden a muestras con el mínimo porcentaje de aglutinante de 10 % (CALII, CBLI, NCALI y NCBLI). Aunque se aprecia una diferencia mínima en el poder calorífico entre las muestras carbonizadas y las no carbonizadas, es importante destacar que el proceso de carbonización no asegura una marcada variación en la cantidad de energía que un producto puede proporcionar, evidenciando que depende del tipo de residuo a utilizarse un aumento en el poder calorífico, como es el caso del bagazo de caña, cascarilla de arroz y cáscara de coco que aumentan su poder calorífico [9], [127]. Además,

es fundamental tener en cuenta que el poder calorífico de estas muestras difiere considerablemente del carbón vegetal comercial, que posee un contenido energético de 30,48 MJ/kg.

En general, las briquetas no carbonizadas (NC) tienen un poder calorífico ligeramente menor que las muestras carbonizadas (C). Esto sugiere que la calcinación tiende a aumentar el poder calorífico de las muestras [128]. Por otro lado, el contenido de almidón en las briquetas (< 35 %), así como el tipo de aglutinante usado en este caso (A, B), no influyen significativamente en los resultados de poder calorífico [129], ya que la máxima diferencia entre el valor máximo y mínimo de 1,24 MJ/kg, no es considerable. Adicional, las briquetas con un tiempo de compactación de 60 s (II) tienden a tener un poder calorífico un poco más bajo que las muestras con un tiempo de compactación de 30 s (I). Sin embargo, las diferencias son relativamente pequeñas, condición que se le puede atribuir a la diferencia en los tiempos de compactación que es solo de 30 s [21].

Tabla 3.5. Poder calorífico superior de varias muestras.

Muestra	Poder calorífico (MJ/ kg)	Muestra	Poder calorífico (MJ/ kg)
CALI	15,03	NCALI	15,22
CALII	15,76	NCALII	15,16
CAHI	15,52	NCAHI	15,08
CAHII	15,52	NCAHII	15,20
CBLI	15,40	NCBLI	15,07
CBLII	14,52	NCBLII	14,99
CBHI	15,26	NCBHI	14,98
CBHII	15,31	NCBHII	14,95
CA35	15,04	NCA35	14,96
CB35	14,96	NCB35	15,09
TP	15,44	CVI	30,48

Finalmente, hemos seleccionado valores de referencia para el poder calorífico de los grupos de briquetas carbonizadas y no carbonizadas (CALII y NCALI), así como para el tallo de papa (TP), con el propósito de representarlos y compararlos en la Tabla 3.6 junto con otras fuentes de biomasa más comunes que se utilizan como materiales base en la producción de biocombustibles sólidos. Destaca especialmente el tallo de papa, que muestra un rendimiento similar al de residuos comunes, como la cáscara de arroz, el tallo y la mazorca de maíz, y se encuentra solo un 16,4 % por debajo del bagazo de caña, que

es conocido por su alto contenido de energía y es ampliamente valorado en este contexto [127].

Estos materiales (Tabla 3.6), que a menudo se desechan o se utilizan de manera limitada, tienen un potencial significativo en la economía circular, ya que se aprovechan para transformarlos en biocombustibles [10]. El descubrimiento de que el tallo de papa tiene un rendimiento similar al bagazo de caña destaca la importancia de investigar y desarrollar soluciones creativas para aprovechar los recursos en todos los sectores económicos. Esta es una prueba más de que la economía circular es un enfoque prometedor para abordar los desafíos ambientales y económicos de nuestro tiempo, lo cual podría abrir la puerta a nuevas aplicaciones para el tallo de papa y así reducir la cantidad de residuos agrícolas y, potencialmente, disminuir la dependencia de recursos más limitados y costosos en la generación de energía, ampliando las prácticas sostenibles [11].

Tabla 3.6. Valores de poder calorífico de residuos vegetales.

Tipo de Biomasa	Poder calorífico (MJ/ kg)	Fuente
CALII	15,76	Propia
NCALI	15,22	Propia
TP	15,44	Propia
Fibra de bambo	18,15	[127]
Bagazo de caña	18,47	[127]
Cáscara de arroz	13,38	[9]
Mazorca de maíz	15,23	[9]
Papel	14,00 – 18,24	[130], [131]
Residuos alimenticios	17,53	[132], [133]

4. CONCLUSIONES

En este estudio, se obtuvieron satisfactoriamente briquetas de biomasa a partir de residuos de tallos de papa. Los resultados obtenidos evidencian que la biomasa de tallo de papa presenta características potenciales para ser utilizada como materia prima en la elaboración de briquetas (biocombustibles sólidos). Estas características incluyen bajos porcentajes de humedad, mínima cantidad de volátiles, alta resistencia a la compresión a bajas tasas de deformación en briquetas no carbonizadas, así como poderes caloríficos similares a otros tipos de biomasa utilizados como biocombustibles sólidos.

La obtención de briquetas involucró un proceso de pirólisis, mezcla con aglutinantes vegetales (papa y achira), un proceso de compactación con una presión de 10 MPa durante 30 y 60 s, y secado en horno, dando como resultado briquetas cilíndricas compactas de tipo calcinado (C) y no calcinado (NC).

Las briquetas que presentaron mejores propiedades fueron las CALII y NCALI con poder calorífico de 15,76 y 15,22 MJ/kg, respectivamente, superando el umbral de 12,00 MJ/kg considerado para biomasa con potencial como biocombustible. Estos resultados, respaldados por los ensayos de compresión que revelaron una mayor resistencia en las briquetas con un 10 % de aglutinante (L), se ven complementados por la observación de que la cantidad de humedad, evaluada mediante el análisis de TGA, se mantuvo en un rango óptimo del 10 % \pm 3 %. Este nivel de humedad es ideal para combustibles de biomasa, consolidando así la eficiencia y calidad de estas briquetas innovadoras.

Las variables utilizadas, como el tiempo de compactación de 30 y 60 s, contribuyeron a una mayor uniformidad en el material, resaltando especialmente las briquetas compactadas durante 60 s. Esta mejora en la uniformidad se evidenció claramente en las micrografías generadas por la microscopía electrónica de barrido (SEM) de las muestras carbonizadas. En cuanto al tipo de aglutinante A y B, no se observaron diferencias significativas en el poder calorífico. No obstante, la cantidad de aglutinante mostró resultados más prometedores con un porcentaje del 10 % en peso.

Las briquetas de material carbonizado evidenciaron una estructura porosa en la caracterización por SEM, similar a la del carbón convencional, y que se sustenta en el análisis Raman, con presencia de la banda D de carbón amorfo, resultados ligados a materiales con alto contenido de carbono y poder calorífico aceptable.

La utilización del tallo de papa para obtener biocombustibles sólidos es una perspectiva prometedora, especialmente debido a la abundancia de materia prima disponible en las zonas de Los Andes sudamericanos. Este estudio ha evidenciado que es posible obtener aglomerados sin carbonizar la materia prima, lo que presenta un enfoque interesante. Sin embargo, una de las limitaciones más importantes es la capacidad de igualar el poder energético del carbón vegetal utilizando residuos agrícolas como materia prima.

Una ventaja significativa de estas alternativas radica en su capacidad para establecer una cadena productiva basada en la economía circular. Esto desempeña un papel crucial en la protección de los bosques, que suelen ser la materia prima predominante en la producción de carbón vegetal. Lo destacado de este estudio reside en su enfoque innovador que utiliza aglutinantes no convencionales, lo que representa un paso importante hacia métodos más sostenibles para la obtención de briquetas a partir de tallos de papa. De esta manera, se fusiona la eficiencia productiva con prácticas amigables con el medio ambiente.

5. RECOMENDACIONES

Para obtener resultados más confiables en la carbonización de la biomasa, se recomienda controlar cuidadosamente los parámetros de la pirólisis, como el tiempo de calcinación, la temperatura y asegurar la ausencia de oxígeno. Estos procesos pueden llevarse a cabo utilizando métodos semiautomáticos, lo que garantiza una mayor precisión y reproducibilidad en los resultados.

Con el fin de investigar el efecto de los aglutinantes en el proceso de formación de las briquetas, se sugiere variar la composición en peso de los mismos, llegando hasta un 50 %, con incrementos del 8 %. Además, se pueden utilizar mezclas de aglutinantes naturales, como yuca y melaza, para obtener un análisis comparativo más amplio y determinar la combinación más eficiente.

Es importante continuar con los estudios en relación al uso de residuos de tallos de papa en la fabricación de aglomerados, ya que se ha comprobado en este estudio su alta resistencia a la compresión. Explorar más a fondo esta materia prima como base para la formación de briquetas puede abrir la puerta a la generación de nuevas oportunidades de aprovechamiento de residuos y el aumento de materiales sostenibles.

Se sugiere explorar procesos de densificación, como la extrusión de tornillo, la prensa de rodillos y el pelletizado, aplicados a las mezclas para la producción de briquetas, manteniendo un control de temperatura en el rango de 60 °C a 140 °C. Esta temperatura facilitará una mayor adhesión entre el aglutinante y el material base, lo que a su vez mejorará la calidad energética y la resistencia de las briquetas obtenidas.

Referencias Bibliográficas

- [1] T. Espinoza-Tellez *et al.*, "Agricultural, forestry, textile and food waste used in the manufacture of biomass briquettes: a review," *Scientia Agropecuaria*, vol. 11, no. 3, pp. 427–437, 2020, doi: 10.17268/sci.agropecu.2020.03.15.
- [2] C. Ji, K. Cheng, D. Nayak, and G. Pan, "Environmental and economic assessment of crop residue competitive utilization for biochar, briquette fuel and combined heat and power generation," *J Clean Prod*, vol. 192, pp. 916–923, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2018.05.026.
- [3] V. Sampathkumar, S. Manoj, V. Nandhini, N. J. Lakshmi, and S. Janani, "Briquetting of biomass for low cost fuel using farm waste, cow dung and cotton industrial waste," *International Journal of Recent Technology and Engineering*, vol. 8, no. 3, pp. 8349–8353, 2019, doi: 10.35940/ijrte.C6616.098319.
- [4] J. Arévalo, G. Quispe, and C. Raymundo, "Sustainable Energy Model for the production of biomass briquettes based on rice husk in low-income agricultural areas in Peru.," *Energy Procedia*, vol. 141, pp. 138–145, 2017, doi: 10.1016/j.egypro.2017.11.026.
- [5] E. N. Chidumayo and D. J. Gumbo, "The environmental impacts of charcoal production in tropical ecosystems of the world: A synthesis," *Energy for Sustainable Development*, vol. 17, no. 2, pp. 86–94, 2013, doi: 10.1016/j.esd.2012.07.004.
- [6] W. Bogale, "Preparation Of Charcoal Using Agricultural Wastes," *Ethiopian Journal of Education and Sciences*, vol. 5, no. 1, 2010, doi: 10.4314/ejesc.v5i1.56314.
- [7] M. Baqir, R. Kothari, and R. P. Singh, "Fuel wood consumption, and its influence on forest biomass carbon stock and emission of carbon dioxide. A case study of Kahinaur, district Mau, Uttar Pradesh, India," *Biofuels*, vol. 10, no. 1, pp. 145–154, Jan. 2019, doi: 10.1080/17597269.2018.1442666.
- [8] A. Amarasekara, F. S. Tanzim, and E. Asmatulu, "Briquetting and carbonization of naturally grown algae biomass for low-cost fuel and activated carbon production," *Fuel*, vol. 208, pp. 612–617, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.fuel.2017.07.034.
- [9] P. Dinesha, S. Kumar, and M. A. Rosen, "Biomass Briquettes as an Alternative Fuel: A Comprehensive Review," *Energy Technology*, vol. 7, no. 5, 2019, doi: 10.1002/ente.201801011.

- [10] R. K. Mishra and K. Mohanty, "Characterization of non-edible lignocellulosic biomass in terms of their candidacy towards alternative renewable fuels," *Biomass Conversion and Biorefinery* 2018 8:4, vol. 8, no. 4, pp. 799–812, Aug. 2018, doi: 10.1007/S13399-018-0332-8.
- [11] S. Y. Kpaló, M. F. Zainuddin, L. A. Manaf, and A. M. Roslan, "A Review of Technical and Economic Aspects of Biomass Briquetting," *Sustainability*, vol. 12, no. 11, p. 4609, Jun. 2020, doi: 10.3390/su12114609.
- [12] T. Miranda, I. Montero, F. J. Sepúlveda, J. I. Arranz, C. V. Rojas, and S. Nogales, "A Review of Pellets from Different Sources," *Materials* 2015, Vol. 8, Pages 1413-1427, vol. 8, no. 4, pp. 1413–1427, Mar. 2015, doi: 10.3390/MA8041413.
- [13] A. Gendek, M. Aniszewska, J. Malaťák, and J. Velebil, "Evaluation of selected physical and mechanical properties of briquettes produced from cones of three coniferous tree species," *Biomass Bioenergy*, vol. 117, pp. 173–179, Oct. 2018, doi: 10.1016/J.BIOMBIOE.2018.07.025.
- [14] J. S. Tumuluru, C. T. Wright, J. R. Hess, and K. L. Kenney, "A review of biomass densification systems to develop uniform feedstock commodities for bioenergy application," *Biofuels, Bioproducts and Biorefining*, vol. 5, no. 6, pp. 683–707, Nov. 2011, doi: 10.1002/BBB.324.
- [15] A. Tursi, "A review on biomass: importance, chemistry, classification, and conversion," *Biofuel Research Journal*, vol. 6, no. 2, pp. 962–979, Jun. 2019, doi: 10.18331/BRJ2019.6.2.3.
- [16] M. Sawadogo, S. Tchini Tanoh, S. Sidibé, N. Kpai, and I. Tankoano, "Cleaner production in Burkina Faso: Case study of fuel briquettes made from cashew industry waste," *J Clean Prod*, vol. 195, pp. 1047–1056, 2018, doi: 10.1016/j.jclepro.2018.05.261.
- [17] S. Ujjinappa and L. K. Sreepathi, "Evaluation of physico-mechanical-combustion characteristics of fuel briquettes made from blends of areca nut husk, simarouba seed shell and black liquor," *International Journal of Renewable Energy Development*, vol. 7, no. 2, pp. 131–137, 2018, doi: 10.14710/ijred.7.2.131-137.
- [18] M. Morales-Máximo, V. M. Ruíz-García, L. B. López-Sosa, and J. G. Rutiaga-Quiñones, "Exploitation of wood waste of pinus spp for briquette production: A case study in the community of San Francisco Pichataro, Michoacan, Mexico," *Applied Sciences (Switzerland)*, vol. 10, no. 8, 2020, doi: 10.3390/APP10082933.

- [19] S. Khelifi, M. Lajili, S. Belghith, S. Mezlini, F. Tabet, and M. Jeguirim, "Briquettes production from olive mill waste under optimal temperature and pressure conditions: Physico-chemical and mechanical characterizations," *Energies (Basel)*, vol. 13, no. 5, 2020, doi: 10.3390/en13051214.
- [20] M. Lubwama, V. A. Yiga, F. Muhairwe, and J. Kihedu, "Physical and combustion properties of agricultural residue bio-char bio-composite briquettes as sustainable domestic energy sources," *Renew Energy*, vol. 148, pp. 1002–1016, 2020, doi: 10.1016/j.renene.2019.10.085.
- [21] C. J. L. G. Navalta, K. G. C. Banaag, V. A. O. Raboy, A. W. Go, L. K. Cabatingan, and Y. H. Ju, "Solid fuel from Co-briquetting of sugarcane bagasse and rice bran," *Renew Energy*, vol. 147, pp. 1941–1958, 2020, doi: 10.1016/j.renene.2019.09.129.
- [22] A. Niño, N. Arzola, and O. Araque, "Experimental Study on the Mechanical Properties of Biomass Briquettes from a Mixture of Rice Husk and Pine Sawdust," *Energies (Basel)*, vol. 13, no. 5, p. 1060, Feb. 2020, doi: 10.3390/en13051060.
- [23] C. I. Contescu, S. P. Adhikari, N. C. Gallego, N. D. Evans, and B. E. Biss, "Activated Carbons Derived from High-Temperature Pyrolysis of Lignocellulosic Biomass," *C 2018, Vol. 4, Page 51*, vol. 4, no. 3, p. 51, Sep. 2018, doi: 10.3390/C4030051.
- [24] A. A. Muresan and S. Attia, "Energy efficiency in the Romanian residential building stock: A literature review," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 74, pp. 349–363, Jul. 2017, doi: 10.1016/J.RSER.2017.02.022.
- [25] A. Mehedintu, M. Sterpu, and G. Soava, "Estimation and Forecasts for the Share of Renewable Energy Consumption in Final Energy Consumption by 2020 in the European Union," *Sustainability 2018, Vol. 10, Page 1515*, vol. 10, no. 5, p. 1515, May 2018, doi: 10.3390/SU10051515.
- [26] M. A. Perea-Moreno, E. Samerón-Manzano, and A. J. Perea-Moreno, "Biomass as renewable energy: Worldwide research trends," *Sustainability (Switzerland)*, vol. 11, no. 3, 2019, doi: 10.3390/su11030863.
- [27] A. I. Osman, N. Mehta, A. M. Elgarahy, A. Al-Hinai, A. H. Al-Muhtaseb, and D. W. Rooney, *Conversion of biomass to biofuels and life cycle assessment: a review*, vol. 19, no. 6. Springer International Publishing, 2021. doi: 10.1007/s10311-021-01273-0.

- [28] C. C. Farrell *et al.*, "Technical challenges and opportunities in realising a circular economy for waste photovoltaic modules," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 128, p. 109911, Aug. 2020, doi: 10.1016/J.RSER.2020.109911.
- [29] C. Farrell *et al.*, "Assessment of the energy recovery potential of waste Photovoltaic (PV) modules," *Scientific Reports 2019 9:1*, vol. 9, no. 1, pp. 1–13, Mar. 2019, doi: 10.1038/s41598-019-41762-5.
- [30] S. Quereshi, P. R. Jadhao, A. Pandey, E. Ahmad, and K. K. Pant, "Overview of sustainable fuel and energy technologies," *Sustainable Fuel Technologies Handbook*, pp. 3–25, Jan. 2021, doi: 10.1016/B978-0-12-822989-7.00001-9.
- [31] G. S. Tkemaladze and K. A. Makhashvili, "Climate changes and photosynthesis," *Ann Agrar Sci*, vol. 14, no. 2, pp. 119–126, Jun. 2016, doi: 10.1016/J.AASCI.2016.05.012.
- [32] K. Alper, K. Tekin, S. Karagöz, and A. J. Ragauskas, "Sustainable energy and fuels from biomass: A review focusing on hydrothermal biomass processing," *Sustain Energy Fuels*, vol. 4, no. 9, pp. 4390–4414, 2020, doi: 10.1039/d0se00784f.
- [33] A. Tursi, "A review on biomass: Importance, chemistry, classification, and conversion," *Biofuel Research Journal*, vol. 6, no. 2, pp. 962–979, 2019, doi: 10.18331/BRJ2019.6.2.3.
- [34] L. Hu, L. Lin, Z. Wu, S. Zhou, and S. Liu, "Chemocatalytic hydrolysis of cellulose into glucose over solid acid catalysts," *Appl Catal B*, vol. C, no. 174–175, pp. 225–243, Sep. 2015, doi: 10.1016/J.APCATB.2015.03.003.
- [35] D. Mohan, C. U. Pittman, and P. H. Steele, "Pyrolysis of Wood/Biomass for Bio-oil: A Critical Review," *Energy and Fuels*, vol. 20, no. 3, pp. 848–889, May 2006, doi: 10.1021/EF0502397.
- [36] F. Hu and A. Ragauskas, "Pretreatment and Lignocellulosic Chemistry," *Bioenergy Res*, vol. 5, no. 4, pp. 1043–1066, Dec. 2012, doi: 10.1007/S12155-012-9208-0/METRICS.
- [37] M. K. Jindal and M. K. Jha, "Hydrothermal liquefaction of wood: A critical review," *Reviews in Chemical Engineering*, vol. 32, no. 4, pp. 459–488, Aug. 2016, doi: 10.1515/REVCE-2015-0055/ASSET/GRAPHIC/J_REVCE-2015-0055_CV_002.JPG.

- [38] D. Carpenter, T. L. Westover, S. Czernik, and W. Jablonski, "Biomass feedstocks for renewable fuel production: a review of the impacts of feedstock and pretreatment on the yield and product distribution of fast pyrolysis bio-oils and vapors," *Green Chemistry*, vol. 16, no. 2, pp. 384–406, Jan. 2014, doi: 10.1039/C3GC41631C.
- [39] J. Fromm, B. Rockel, S. Lautner, E. Windeisen, and G. Wanner, "Lignin distribution in wood cell walls determined by TEM and backscattered SEM techniques," *J Struct Biol*, vol. 143, no. 1, pp. 77–84, Jul. 2003, doi: 10.1016/S1047-8477(03)00119-9.
- [40] R. C. Sun, X. F. Sun, and J. Tomkinson, "Hemicelluloses and their derivatives," *ACS Symposium Series*, vol. 864, pp. 2–22, 2004, doi: 10.1021/BK-2004-0864.CH001.
- [41] Q. Xia *et al.*, "Direct hydrodeoxygenation of raw woody biomass into liquid alkanes," *Nat Commun*, vol. 7, Mar. 2016, doi: 10.1038/NCOMMS11162.
- [42] J. Popp, S. Kovács, J. Oláh, Z. Divéki, and E. Balázs, "Bioeconomy: Biomass and biomass-based energy supply and demand," *N Biotechnol*, vol. 60, no. October 2020, pp. 76–84, 2021, doi: 10.1016/j.nbt.2020.10.004.
- [43] S. Brethauer and M. H. Studer, "Biochemical Conversion Processes of Lignocellulosic Biomass to Fuels and Chemicals - A Review," *Chimia (Aarau)*, vol. 69, no. 10, pp. 572–581, Oct. 2015, doi: 10.2533/CHIMIA.2015.572.
- [44] W. Y. Chen, T. Suzuki, J. Seiner, and M. Lackner, "Handbook of climate change mitigation," *Handbook of Climate Change Mitigation*, vol. 1–4, pp. 1–2130, Jan. 2012, doi: 10.1007/978-1-4419-7991-9/COVER.
- [45] H. Fukuda, A. Kondo, and H. Noda, "Biodiesel fuel production by transesterification of oils," *J Biosci Bioeng*, vol. 92, no. 5, pp. 405–416, Jan. 2001, doi: 10.1016/S1389-1723(01)80288-7.
- [46] T. O. Olugbade and O. T. Ojo, "Biomass Torrefaction for the Production of High-Grade Solid Biofuels: a Review," *Bioenergy Res*, vol. 13, no. 4, pp. 999–1015, 2020, doi: 10.1007/s12155-020-10138-3.
- [47] S. Mahapatra, D. Kumar, B. Singh, and P. K. Sachan, "Biofuels and their sources of production: A review on cleaner sustainable alternative against conventional fuel, in the framework of the food and energy nexus," *Energy Nexus*, vol. 4, p. 100036, Dec. 2021, doi: 10.1016/J.NEXUS.2021.100036.

- [48] M. Kaltschmitt and M. Weber, "Markets for solid biofuels within the EU-15," *Biomass Bioenergy*, vol. 30, no. 11, pp. 897–907, Nov. 2006, doi: 10.1016/J.BIOMBIOE.2006.06.009.
- [49] S. Mahapatra, D. Kumar, B. Singh, and P. K. Sachan, "Biofuels and their sources of production: A review on cleaner sustainable alternative against conventional fuel, in the framework of the food and energy nexus," *Energy Nexus*, vol. 4, p. 100036, Dec. 2021, doi: 10.1016/J.NEXUS.2021.100036.
- [50] H. A. Alalwan, A. H. Alminshid, and H. A. S. Aljaafari, "Promising evolution of biofuel generations. Subject review," *Renewable Energy Focus*, vol. 28, pp. 127–139, Mar. 2019, doi: 10.1016/J.REF.2018.12.006.
- [51] R. Ruan *et al.*, "Biofuels: Introduction," *Biomass, Biofuels, Biochemicals: Biofuels: Alternative Feedstocks and Conversion Processes for the Production of Liquid and Gaseous Biofuels*, pp. 3–43, Jan. 2019, doi: 10.1016/B978-0-12-816856-1.00001-4.
- [52] I. A. Kapitonov and N. T. Batyrova, "Economic prospects of replacing distributed generation with biofuel," *Int J Energy Res*, vol. 45, no. 12, pp. 17502–17514, Oct. 2021, doi: 10.1002/ER.7105.
- [53] A. Knapczyk, S. Francik, J. Fraczek, and Z. Slipek, "Analysis of research trends in production of solid biofuels," *Engineering for Rural Development*, vol. 18, pp. 1503–1509, 2019, doi: 10.22616/ERDev2019.18.N415.
- [54] S. Khawkomol *et al.*, "Potential of biochar derived from agricultural residues for sustainable management," *Sustainability (Switzerland)*, vol. 13, no. 15, Aug. 2021, doi: 10.3390/SU13158147.
- [55] K. Sahoo, E. Bilek, R. Bergman, and S. Mani, "Techno-economic analysis of producing solid biofuels and biochar from forest residues using portable systems," *Appl Energy*, vol. 235, no. October 2018, pp. 578–590, 2019, doi: 10.1016/j.apenergy.2018.10.076.
- [56] Z. Liu, F. Zhang, H. Liu, F. Ba, S. Yan, and J. Hu, "Pyrolysis/gasification of pine sawdust biomass briquettes under carbon dioxide atmosphere: Study on carbon dioxide reduction (utilization) and biochar briquettes physicochemical properties," *Bioresour Technol*, vol. 249, pp. 983–991, 2018, doi: 10.1016/j.biortech.2017.11.012.
- [57] R. Sindhu, P. Binod, A. Pandey, S. Ankaram, Y. Duan, and M. K. Awasthi, "Biofuel Production From Biomass: Toward Sustainable Development," *Current*

Developments in Biotechnology and Bioengineering: Waste Treatment Processes for Energy Generation, pp. 79–92, Jan. 2019, doi: 10.1016/B978-0-444-64083-3.00005-1.

- [58] C. L. Mendoza Martinez, E. Sermyagina, A. de Cassia Oliveira Carneiro, E. Vakkilainen, and M. Cardoso, “Production and characterization of coffee-pine wood residue briquettes as an alternative fuel for local firing systems in Brazil,” *Biomass Bioenergy*, vol. 123, no. January, pp. 70–77, 2019, doi: 10.1016/j.biombioe.2019.02.013.
- [59] M. A. Waheed, O. A. Akogun, and C. C. Enweremadu, “An overview of torrefied bioresource briquettes: quality-influencing parameters, enhancement through torrefaction and applications,” *Bioresour Bioprocess*, vol. 9, no. 1, pp. 1–18, 2022, doi: 10.1186/s40643-022-00608-1.
- [60] T. Olugbade, O. Ojo, and T. Mohammed, “Influence of Binders on Combustion Properties of Biomass Briquettes: A Recent Review,” *Bioenergy Res*, 2019, doi: 10.1007/s12155-019-09973-w.
- [61] T. I. Mohammed and T. O. Olugbade, “Characterisation of briquettes from Rice Bran and Palm Kernel Shell,” *International Journal of Material Science Innovations*, vol. 3, no. 2, pp. 60–67, 2015.
- [62] R. I. Muazu and J. A. Stegemann, “Biosolids and microalgae as alternative binders for biomass fuel briquetting,” *Fuel*, vol. 194, pp. 339–347, Apr. 2017, doi: 10.1016/J.FUEL.2017.01.019.
- [63] A. N. Mohd-Faizal, M. S. H. Mohd-Shaid, and M. A. Ahmad-Zaini, “Solid fuel briquette from biomass: Recent trends,” *Ovidius University Annals of Chemistry*, vol. 33, no. 2, pp. 150–155, 2022, doi: 10.2478/auoc-2022-0022.
- [64] S. A. Rahaman and P. A. Salam, “Characterization of cold densified rice straw briquettes and the potential use of sawdust as binder,” *Fuel Processing Technology*, vol. 158, pp. 9–19, 2017, doi: 10.1016/J.FUPROC.2016.12.008.
- [65] E. A. Emerhi, “Physical and combustion properties of briquettes produced from sawdust of three hardwood species and different organic binders.,” *Advances in Applied Science Research*, vol. 2, no. 6, pp. 236–246, 2011.
- [66] A. Anukam, J. Berghel, G. Henrikson, S. Frodeson, and M. Ståhl, “A review of the mechanism of bonding in densified biomass pellets,” *Renewable and Sustainable*

- Energy Reviews*, vol. 148, p. 111249, Sep. 2021, doi: 10.1016/J.RSER.2021.111249.
- [67] L. Riva *et al.*, “Analysis of optimal temperature, pressure and binder quantity for the production of biocarbon pellet to be used as a substitute for coke,” *Appl Energy*, vol. 256, p. 113933, Dec. 2019, doi: 10.1016/J.APENERGY.2019.113933.
- [68] J. W. Butler, W. Skrivan, and S. Lotfi, “Identification of Optimal Binders for Torrefied Biomass Pellets,” *Energies (Basel)*, vol. 16, no. 8, pp. 1–23, 2023, doi: 10.3390/en16083390.
- [69] B. J. Inkson, “Scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) for materials characterization,” *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*, pp. 17–43, Jan. 2016, doi: 10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X.
- [70] W. Zhou, R. P. Apkarian, Z. Lin Wang, and D. Joy, “Fundamentals of Scanning Electron Microscopy,” in *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*, vol. 1, 2007, pp. 1–40. Accessed: Jun. 20, 2023. [Online]. Available: https://bpb-us-e1.wpmucdn.com/blogs.gwu.edu/dist/1/159/files/2017/06/SEM_fundamentals_UFA_M-1rnfmit.pdf
- [71] A. Mohammed and A. Abdullah, “SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM): A REVIEW,” *Proceedings of 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics - HERVEX*, vol. 1, no. 1, pp. 77–85, 2018, Accessed: Jun. 20, 2023. [Online]. Available: <https://fluidas.ro/hervex/proceedings2018/77-85.pdf>
- [72] B. Kwiecińska, S. Pusz, and B. J. Valentine, “Application of electron microscopy TEM and SEM for analysis of coals, organic-rich shales and carbonaceous matter,” *Int J Coal Geol*, vol. 211, p. 103203, Jul. 2019, doi: 10.1016/J.COAL.2019.05.010.
- [73] J. I. Goldstein *et al.*, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Boston, MA: Springer US, 2003. doi: 10.1007/978-1-4615-0215-9.
- [74] H. Schatten and J. B. Pawley, *Biological Low-Voltage Scanning Electron Microscopy*, 1st ed., vol. 1. New York: Springer, 2008. Accessed: Jun. 21, 2023. [Online]. Available: <https://download.e-bookshelf.de/download/0000/0021/14/L-G-0000002114-0002339907.pdf>

- [75] E. Cordero, I. Latka, C. Matthäus, I. W. Schie, and J. Popp, “In-vivo Raman spectroscopy: from basics to applications,” <https://doi.org/10.1117/1.JBO.23.7.071210>, vol. 23, no. 7, p. 071210, Jun. 2018, doi: 10.1117/1.JBO.23.7.071210.
- [76] J. Bin Wu, M. L. Lin, X. Cong, H. N. Liu, and P. H. Tan, “Raman spectroscopy of graphene-based materials and its applications in related devices,” *Chem Soc Rev*, vol. 47, no. 5, pp. 1822–1873, Mar. 2018, doi: 10.1039/C6CS00915H.
- [77] R. Luo, J. Popp, and T. Bocklitz, “Deep Learning for Raman Spectroscopy: A Review,” *Analytica 2022, Vol. 3, Pages 287-301*, vol. 3, no. 3, pp. 287–301, Jul. 2022, doi: 10.3390/ANALYTICA3030020.
- [78] T. W. Bocklitz, S. Guo, O. Ryabchykov, N. Vogler, and J. Popp, “Raman Based Molecular Imaging and Analytics: A Magic Bullet for Biomedical Applications!?,” *Anal Chem*, vol. 88, no. 1, pp. 133–151, Jan. 2016, doi: 10.1021/ACS.ANALCHEM.5B04665/ASSET/IMAGES/ACS.ANALCHEM.5B04665.SOCIAL.JPEG_V03.
- [79] Z. Xu *et al.*, “Topic Review: Application of Raman Spectroscopy Characterization in Micro/Nano-Machining,” *Micromachines 2018, Vol. 9, Page 361*, vol. 9, no. 7, p. 361, Jul. 2018, doi: 10.3390/MI9070361.
- [80] C. F. G. C. Geraldes, “Introduction to Infrared and Raman-Based Biomedical Molecular Imaging and Comparison with Other Modalities,” *Molecules 2020, Vol. 25, Page 5547*, vol. 25, no. 23, p. 5547, Nov. 2020, doi: 10.3390/MOLECULES25235547.
- [81] A. Orlando *et al.*, “A Comprehensive Review on Raman Spectroscopy Applications,” *Chemosensors 2021, Vol. 9, Page 262*, vol. 9, no. 9, p. 262, Sep. 2021, doi: 10.3390/CHEMOSENSORS9090262.
- [82] M. Nasrollahzadeh, M. Atarod, M. Sajjadi, S. M. Sajadi, and Z. Issaabadi, “Plant-Mediated Green Synthesis of Nanostructures: Mechanisms, Characterization, and Applications,” *Interface Science and Technology*, vol. 28, pp. 199–322, Jan. 2019, doi: 10.1016/B978-0-12-813586-0.00006-7.
- [83] A. Strandberg, P. Holmgren, and M. Broström, “Predicting fuel properties of biomass using thermogravimetry and multivariate data analysis,” *Fuel Processing Technology*, vol. 156, pp. 107–112, Feb. 2017, doi: 10.1016/J.FUPROC.2016.10.021.

- [84] M. J. Díaz, M. Ruiz-Montoya, A. Palma, and M. V. de-Paz, "Thermogravimetry Applicability in Compost and Composting Research: A Review," *Applied Sciences* 2021, Vol. 11, Page 1692, vol. 11, no. 4, p. 1692, Feb. 2021, doi: 10.3390/APP11041692.
- [85] N. Saadatkah et al., "Experimental methods in chemical engineering: Thermogravimetric analysis—TGA," *Can J Chem Eng*, vol. 98, no. 1, pp. 34–43, Jan. 2020, doi: 10.1002/CJCE.23673.
- [86] S. Ebnesajjad, "Surface and Material Characterization Techniques," *Surface Treatment of Materials for Adhesion Bonding*, pp. 43–75, Jan. 2006, doi: 10.1016/B978-081551523-4.50006-7.
- [87] T. M. C. Sanchez, "TGA-MS Studies of the Pyrolysis of Corn Stover for Charcoal Production," pp. 1–172, 2014.
- [88] S. Ogata, S. Homma, A. Sasahira, F. Kawamura, J. Koga, and S. Matsumoto, "Fluorination reaction of uranium dioxide by fluorine," *J Nucl Sci Technol*, vol. 41, no. 2, pp. 135–141, 2004, doi: 10.1080/18811248.2004.9715469.
- [89] N. Y. Abu-Thabit and A. S. H. Makhlof, *Stimuli Responsive Polymeric Nanocarriers for Drug Delivery: Types and Triggers*. Matthew Deans, 2018. Accessed: Jun. 23, 2023. [Online]. Available: <http://www.sciencedirect.com:5070/book/9780857096982/shape-memory-polymers-for-biomedical-applications>
- [90] R. Arunachalam and P. K. Krishnan, "Compressive Response of Aluminum Metal Matrix Composites," *Encyclopedia of Materials: Composites*, vol. 1, pp. 325–343, Jan. 2021, doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.11818-1.
- [91] C. J. G. Plummer, "Testing of Polymeric Materials," *Comprehensive Materials Processing*, vol. 1, pp. 35–70, Jan. 2014, doi: 10.1016/B978-0-08-096532-1.00103-5.
- [92] N. Gallo Conrado, E. R. Gutiérrez Gualotuña, G. Torres Rodríguez, and Á. Villavicencio Poveda, "Caracterización energética del lechuguín y pasto alemán con 100%, 50% y 25% de humedad utilizando la bomba calorimétrica adiabática," *Aporte Santiaguino*, ISSN 2070-836X, ISSN-e 2616-9541, Vol. 11, Nº. 1 (Enero-Junio), 2018, págs. 31-42, vol. 11, no. 1, pp. 31–42, 2018, doi: 10.32911/as.2018.v11.n1.454.

- [93] R. W. Fowler and R. Hu, "Methods of Classification and Characterization of Coal," *Stud Surf Sci Catal*, vol. 150, no. C, pp. 1–79, Jan. 2004, doi: 10.1016/S0167-2991(04)80006-5.
- [94] G. K. Gupta and M. K. Mondal, "Bioenergy generation from agricultural wastes and enrichment of end products," *Refining Biomass Residues for Sustainable Energy and Bioproducts: Technology, Advances, Life Cycle Assessment, and Economics*, pp. 337–356, Jan. 2020, doi: 10.1016/B978-0-12-818996-2.00015-6.
- [95] K. Yamamoto, M. Fukuda, and A. Hanatani, "Ultrasupercritical and advanced ultrasupercritical power plants," *Advances in Power Boilers*, pp. 345–390, Jan. 2021, doi: 10.1016/B978-0-12-820360-6.00007-2.
- [96] T. Kozai and G. Niu, "Plant factory as a resource-efficient closed plant production system," *Plant Factory: An Indoor Vertical Farming System for Efficient Quality Food Production: Second Edition*, pp. 93–115, Jan. 2020, doi: 10.1016/B978-0-12-816691-8.00005-4.
- [97] R. D. Lopez Castañeda, "DETERMINACION DE LOS CALORES DE COMBUSTION DE GRASAS Y ACEITES COMESTIBLES," Universidad de Guadalajara, 2020. [Online]. Available: <https://riudg.udg.mx/handle/20.500.12104/82933>
- [98] P. Donald, C. Sanchez, M. Me, T. Aspe, and K. N. Sindol, "An Overview on the Production of Bio-briquettes from Agricultural Wastes: Methods, Processes, and Quality," *Journal of Agricultural and Food Engineering*, vol. 3, no. 1, pp. 1–17, 2022, doi: 10.37865/jafe.2022.0036.
- [99] G. A. K. Gürdil and B. Demirel, "Effect of particle size on surface smoothness of bio-briquettes produced from agricultural residues," *Manufacturing Technology*, vol. 18, no. 5, pp. 742–747, 2018, doi: 10.21062/UJEP/180.2018/A/1213-2489/MT/18/5/742.
- [100] Y. Zhang *et al.*, "Gasification Technologies and Their Energy Potentials," *Sustainable Resource Recovery and Zero Waste Approaches*, pp. 193–206, Jan. 2019, doi: 10.1016/B978-0-444-64200-4.00014-1.
- [101] H. Y. Setyawan *et al.*, "Energy potential from Areca Palm through Direct Combustion and Pyrolysis in Indonesia: A review," *Indonesian Food Science & Technology Journal*, vol. 4, no. 1, pp. 19–26, Dec. 2020, doi: 10.22437/IFSTJ.V4I1.11200.

- [102] I. Quispe, R. Navia, and R. Kahhat, "Energy potential from rice husk through direct combustion and fast pyrolysis: A review," *Waste Manag*, vol. 59, pp. 200–210, Jan. 2017, doi: 10.1016/J.WASMAN.2016.10.001.
- [103] J. Recari, C. Berrueco, N. Puy, S. Alier, J. Bartrolí, and X. Farriol, "Torrefaction of a solid recovered fuel (SRF) to improve the fuel properties for gasification processes," *Appl Energy*, vol. 203, pp. 177–188, Oct. 2017, doi: 10.1016/J.APENERGY.2017.06.014.
- [104] Y. P. Rago, F. X. Collard, J. F. Görgens, D. Surroop, and R. Mohee, "Torrefaction of biomass and plastic from municipal solid waste streams and their blends: Evaluation of interactive effects," *Fuel*, vol. 277, p. 118089, Oct. 2020, doi: 10.1016/J.FUEL.2020.118089.
- [105] M. J. C. van der Stelt, H. Gerhauser, J. H. A. Kiel, and K. J. Ptasinski, "Biomass upgrading by torrefaction for the production of biofuels: A review," *Biomass Bioenergy*, vol. 35, no. 9, pp. 3748–3762, Oct. 2011, doi: 10.1016/J.BIOMBIOE.2011.06.023.
- [106] C. L. Mendoza Martinez, J. Saari, Y. Melo, M. Cardoso, G. M. de Almeida, and E. Vakkilainen, "Evaluation of thermochemical routes for the valorization of solid coffee residues to produce biofuels: A Brazilian case," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 137, p. 110585, Mar. 2021, doi: 10.1016/J.RSER.2020.110585.
- [107] J. S. Tumuluru, S. Sokhansanj, J. R. Hess, C. T. Wright, and R. D. Boardman, "REVIEW: A review on biomass torrefaction process and product properties for energy applications," <https://home.liebertpub.com/ind>, vol. 7, no. 5, pp. 384–401, Oct. 2011, doi: 10.1089/IND.2011.7.384.
- [108] M. J. C. van der Stelt, H. Gerhauser, J. H. A. Kiel, and K. J. Ptasinski, "Biomass upgrading by torrefaction for the production of biofuels: A review," *Biomass Bioenergy*, vol. 35, no. 9, pp. 3748–3762, Oct. 2011, doi: 10.1016/J.BIOMBIOE.2011.06.023.
- [109] K. A. Abdulyekeen, A. A. Umar, M. F. A. Patah, and W. M. A. W. Daud, "Torrefaction of biomass: Production of enhanced solid biofuel from municipal solid waste and other types of biomass," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 150, p. 111436, Oct. 2021, doi: 10.1016/J.RSER.2021.111436.
- [110] N. Brosse, R. El Hage, M. Chaouch, M. Pétrissans, S. Dumarçay, and P. Gérardin, "Investigation of the chemical modifications of beech wood lignin during heat

- treatment,” *Polym Degrad Stab*, vol. 95, no. 9, pp. 1721–1726, Sep. 2010, doi: 10.1016/J.POLYMDEGRADSTAB.2010.05.018.
- [111] N. S. Kamal Baharin *et al.*, “Impact and effectiveness of Bio-Coke conversion from biomass waste as alternative source of coal coke in Southeast Asia,” *Journal of Material Cycles and Waste Management* 2022 25:1, vol. 25, no. 1, pp. 17–36, Nov. 2022, doi: 10.1007/S10163-022-01539-X.
- [112] M. T. Reza, J. G. Lynam, V. R. Vasquez, and C. J. Coronella, “Pelletization of biochar from hydrothermally carbonized wood,” *Environ Prog Sustain Energy*, vol. 31, no. 2, pp. 225–234, Jul. 2012, doi: 10.1002/EP.11615.
- [113] D-Lab, “Charcoal Press Build-It Teachers Notes.” p. 5, 2023.
- [114] C.-E. C. F. STANDARDIZATION, “EN 14918 Solid biofuels - Determination of calorific value,” 2009
- [115] C. Parr Instrument, “Series 6000 Oxygen Bom Calorimeters Catalogue.” 2017.
- [116] A. Trubetskaya *et al.*, “Characterization of woodstove briquettes from torrefied biomass and coal,” *Energy*, vol. 171, pp. 853–865, 2019, doi: 10.1016/j.energy.2019.01.064.
- [117] L. Florentino-Madiedo, E. Díaz-Faes, and C. Barriocanal, “Reactivity of biomass containing briquettes for metallurgical coke production,” *Fuel Processing Technology*, vol. 193, no. March, pp. 212–220, 2019, doi: 10.1016/j.fuproc.2019.05.017.
- [118] S. Y. Kpalo, M. F. Zainuddin, H. B. A. Halim, A. F. Ahmad, and Z. Abbas, “Physical characterization of briquettes produced from paper pulp and Mesua ferrea mixtures,” <https://doi.org/10.1080/17597269.2019.1695361>, 2019, doi: 10.1080/17597269.2019.1695361.
- [119] L. Miguel and M. Cadavid, “Análisis Raman en películas de carbono depositadas por ablación láser en sustratos de Silicio.” Pereira : Universidad Tecnológica de Pereira, 2019. Accessed: Jun. 27, 2023. [Online]. Available: <https://hdl.handle.net/11059/10807>
- [120] A. C. Deiana *et al.*, “Catalytic Oxidation of Aqueous Sulfide Promoted by Oxygen Functionalities on the Surface of Activated Carbon Briquettes Produced from Viticulture Wastes,” *J Braz Chem Soc*, vol. 25, no. 12, pp. 2392–2398, Dec. 2014, doi: 10.5935/0103-5053.20140265.

- [121] G. Flores Jerónimo, C. A. Guerrero Salazar, V. A. González González, and T. E. Guerrero Salas, “Química verde en la síntesis de rGO partiendo de la exfoliación electroquímica del grafito,” vol. XXII, no. 83, 2019.
- [122] A. C. Ferrari and J. Robertson, “Resonant Raman spectroscopy of disordered, amorphous, and diamondlike carbon,” *Phys Rev B*, vol. 64, no. 7, p. 075414, Jul. 2001, doi: 10.1103/PhysRevB.64.075414.
- [123] A. K. Singh, N. Yasri, K. Karan, and E. P. L. Roberts, “Electrocatalytic Activity of Functionalized Carbon Paper Electrodes and Their Correlation to the Fermi Level Derived from Raman Spectra,” *ACS Appl Energy Mater*, vol. 2, no. 3, pp. 2324–2336, Mar. 2019, doi: 10.1021/ACSAEM.9B00180.
- [124] A. Zabaniotou and O. Ioannidou, “Evaluation of utilization of corn stalks for energy and carbon material production by using rapid pyrolysis at high temperature,” *Fuel*, vol. 87, no. 6, pp. 834–843, 2008, doi: 10.1016/j.fuel.2007.06.003.
- [125] S. Sinha, A. Jhalani, M. R. Ravi, and A. Ray, “Modelling of Pyrolysis in Wood : A Review,” *SESI Journal*, vol. 10, no. December 2000, pp. 1–17, 2000, [Online]. Available: <http://web.iitd.ac.in/~ravimr/Publications/IndianJournals/sesi-sanjiv.pdf>
- [126] A. Yank, M. Ngadi, and R. Kok, “Physical properties of rice husk and bran briquettes under low pressure densification for rural applications,” *Biomass Bioenergy*, vol. 84, pp. 22–30, 2016, doi: 10.1016/j.biombioe.2015.09.015.
- [127] A. Brunerová, H. Roubík, and M. Brožek, “Bamboo fiber and sugarcane skin as a bio-briquette fuel,” *Energies (Basel)*, vol. 11, no. 9, 2018, doi: 10.3390/en11092186.
- [128] S. Wu, S. Zhang, C. Wang, C. Mu, and X. Huang, “High-strength charcoal briquette preparation from hydrothermal pretreated biomass wastes,” *Fuel Processing Technology*, vol. 171, no. November 2017, pp. 293–300, 2018, doi: 10.1016/j.fuproc.2017.11.025.
- [129] B. C. Falemara, V. I. Joshua, O. O. Aina, and R. D. Nuhu, “Performance evaluation of the physical and combustion properties of briquettes produced from agro-wastes and wood residues,” *Recycling*, vol. 3, no. 3, 2018, doi: 10.3390/recycling3030037.
- [130] Y. P. Rago, F. X. Collard, J. F. Görgens, D. Surroop, and R. Mohee, “Torrefaction of biomass and plastic from municipal solid waste streams and their blends: Evaluation of interactive effects,” *Fuel*, vol. 277, p. 118089, Oct. 2020, doi: 10.1016/J.FUEL.2020.118089.

- [131] N. D. Berge, K. S. Ro, J. Mao, J. R. V. Flora, M. A. Chappell, and S. Bae, "Hydrothermal carbonization of municipal waste streams," *Environ Sci Technol*, vol. 45, no. 13, pp. 5696–5703, Jul. 2011, doi: 10.1021/ES2004528/SUPPL_FILE/ES2004528_SI_001.PDF.
- [132] H. Yuan, Q. Yang, Y. Wang, J. Gu, M. He, and F. Sun, "Impact of Torrefaction on the Fuel Properties and Combustion Characteristics of Compost of Food Waste and Sawdust," *Energy & Fuels*, vol. 32, no. 3, pp. 3469–3476, Mar. 2018, doi: 10.1021/ACS.ENERGYFUELS.7B03421.
- [133] K. A. Abdulyekeen, A. A. Umar, M. F. A. Patah, and W. M. A. W. Daud, "Torrefaction of biomass: Production of enhanced solid biofuel from municipal solid waste and other types of biomass," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 150, no. July, p. 111436, 2021, doi: 10.1016/j.rser.2021.111436.

ANEXOS

ANEXO I.

DATOS OBTENIDOS DEL SOFTWARE IMAGE J MUESTRA NCB35

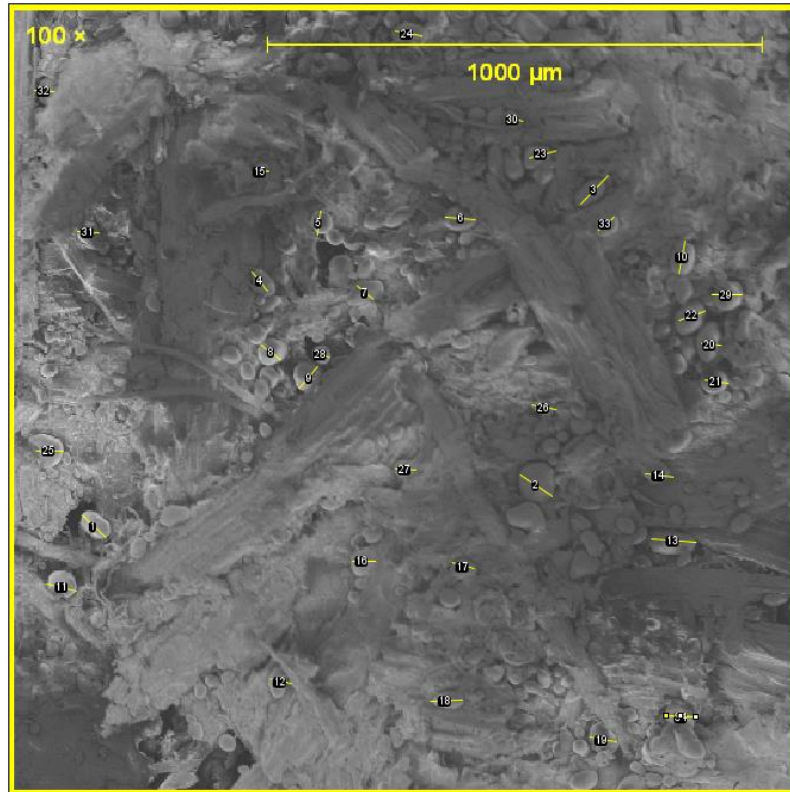


TABLA DE ANÁLISIS MUESTRA NCB35

N°	Área	Min	Max	Ang.	Long.
1	160.392	62	106	-49.764	50.834
2	187.124	62	132	0	59.701
3	178.213	68	94.537	15.524	55.766
4	106.928	71	92.727	-15.255	34.035
5	124.749	71	124	-4.399	38.921
6	98.017	73	93	0	29.851
7	178.213	74.158	100.789	-8.973	57.419
8	276.231	75	99.533	-3.814	53.033
9	240.588	75.97	94	-133.452	78.127
10	151.481	76.75	161.25	-7.125	48.133
11	151.481	78.562	133.938	-10.62	48.593
12	133.66	79	127.857	-4.086	41.898
13	151.481	79.5	169.5	-97.125	48.133
14	169.303	80	131.833	19.44	53.814
15	133.66	80.571	143	-12.095	42.74
16	124.749	80.846	121.846	-4.399	38.921
17	204.945	82	180.463	-43.152	65.468
18	142.571	83	98	-15.945	43.463
19	196.035	83	184.113	-14.036	61.539
20	204.945	84	114.545	-100.305	66.748
21	240.588	85	110.941	-35.538	77.036
22	187.124	88	105	-5.711	59.999
23	169.303	88.333	167	49.399	55.042
24	169.303	90	112	-9.462	54.473
25	133.66	90.592	138.337	-39.289	42.426
26	106.928	92.884	138	-21.801	32.15
27	196.035	97.571	137.857	2.726	62.758
28	169.303	102.222	139.111	-12.529	55.042
29	142.571	105	131	0	44.776
30	169.303	106	180	0	53.731
31	133.66	112	127.071	-4.086	41.898
32	151.481	112	173.25	-37.569	48.959
33	124.749	90.734	100	41.987	40.16
34	187.124	102	145	-2.862	59.776
Media	164.59	84.76	129.63	-16.60	51.33

MUESTRA NCA35

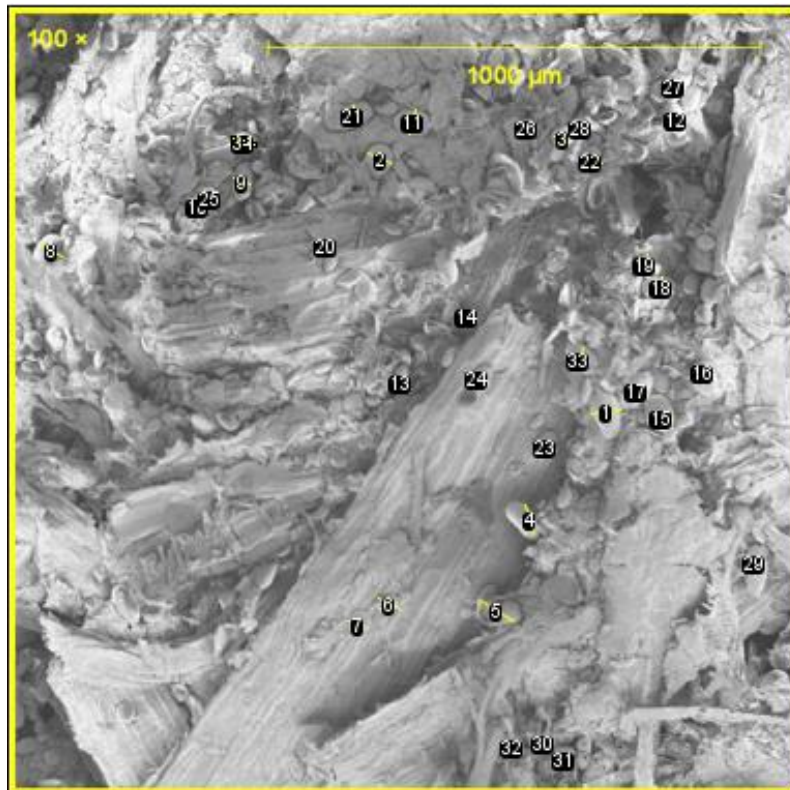


TABLA DE ANÁLISIS MUESTRA NCA35

N°	Área	Min	Max	Ang.	Long. (um)
1	267.051	181.403	205.376	9.462	58.467
2	231.444	137.718	154.511	-27.759	51.594
3	142.427	122.15	233.112	-18.435	30.396
4	267.051	132.23	190.473	-73.072	57.772
5	356.068	130.372	181.402	-31.264	78.714
6	213.641	124.588	206.919	-25.201	45.148
7	160.231	166.244	193.528	-24.775	34.405
8	231.444	119.567	229.697	-32.905	48.657
9	178.034	106.356	149.018	-21.801	38.821
10	178.034	137.579	172.255	-39.806	37.536
11	231.444	115.791	156.512	-103.392	51.873
12	178.034	153.146	251.08	-14.036	39.631
13	106.82	123.792	156.454	0	19.224
14	124.624	100.913	122.168	-37.875	27.398
15	213.641	149.047	207.905	-15.524	44.891
16	178.034	143.308	193.477	53.13	36.045
17	195.838	154.502	221.318	-29.358	44.113
18	195.838	155.051	223.789	-90	40.851
19	178.034	131.198	198.659	-111.801	38.821
20	160.231	104.531	148.992	-42.274	35.723
21	195.838	137.741	149.545	-90	43.254
22	213.641	115.577	161.967	-18.435	45.593
23	178.034	109.04	170.758	-34.695	37.994
24	178.034	142.158	181.204	-14.931	37.304
25	160.231	136.643	170.014	-56.31	34.656
26	142.427	120.967	149.793	22.62	31.239
27	178.034	145.874	251.503	-26.565	37.613
28	160.231	169.22	224.384	-41.987	32.329
29	178.034	163.24	205.676	0	36.045
30	142.427	143.289	179.167	0	31.239
31	178.034	114.681	170.371	0	38.448
32	178.034	132.003	175.976	-3.814	36.125
33	231.444	139.404	162.906	67.166	49.539
34	213.641	109.581	179.238	-12.529	44.309
Media	191.65	134.38	186.15	-26.06	41.05

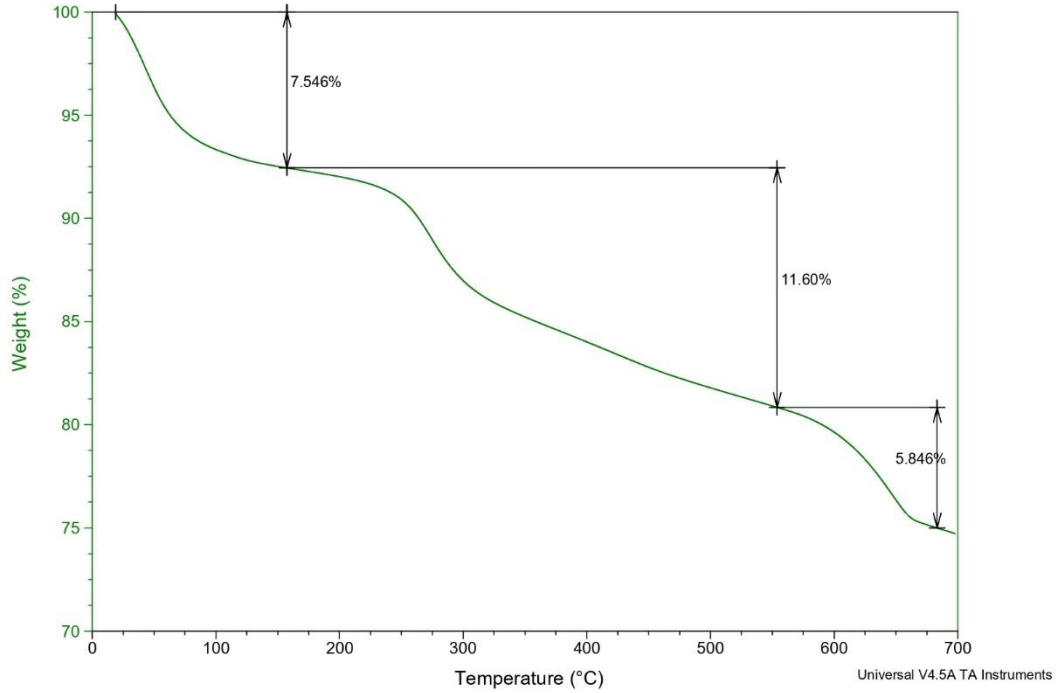
ANEXO II.

CURVAS TGA OBTENIDAS

Sample: MI-23-225 (CAL-II)
Size: 43.4520 mg
Method: Ramp

TGA

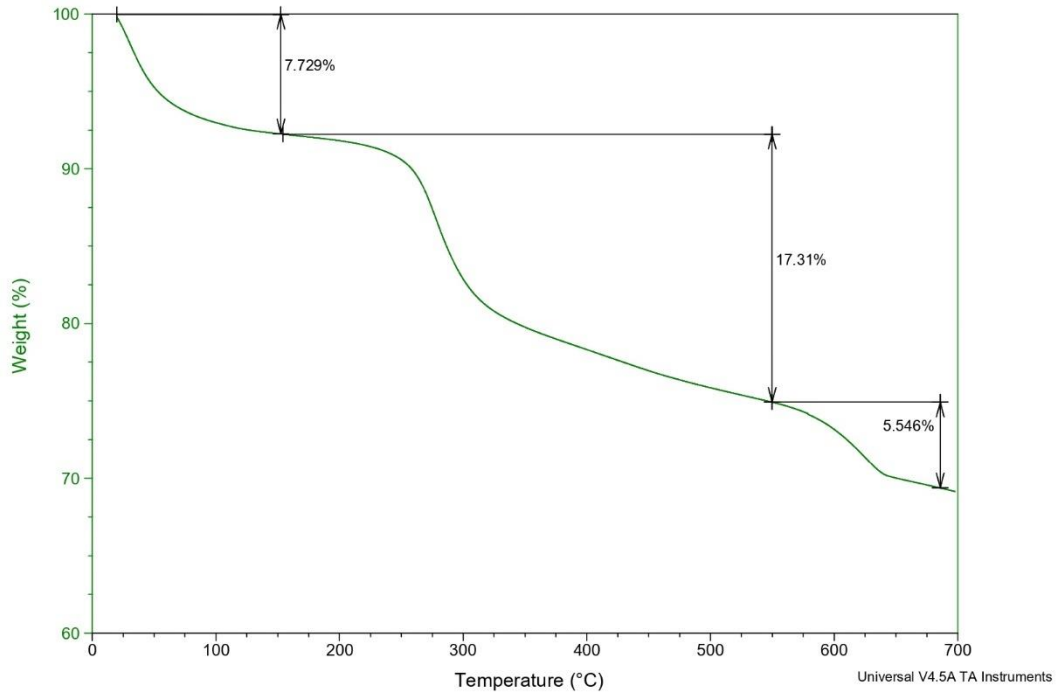
File: C:\...MI-23-225 (CAL-II).001
Operator: kl
Run Date: 09-Mar-2023 08:11
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



Sample: MI-23-222 (CAH-II)
Size: 17.3190 mg
Method: Ramp

TGA

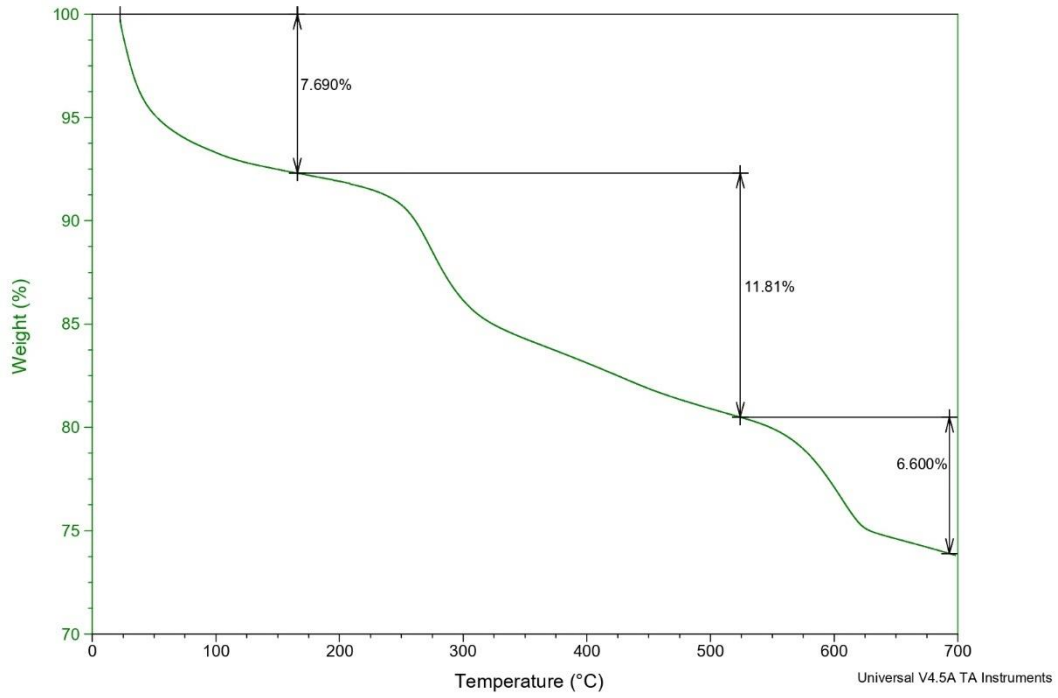
File: C:\...MI-23-222 (CAH-II).001
Operator: kl
Run Date: 08-Mar-2023 08:08
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



Sample: MI-23-224 (CBL-II)
Size: 8.6680 mg
Method: Ramp

TGA

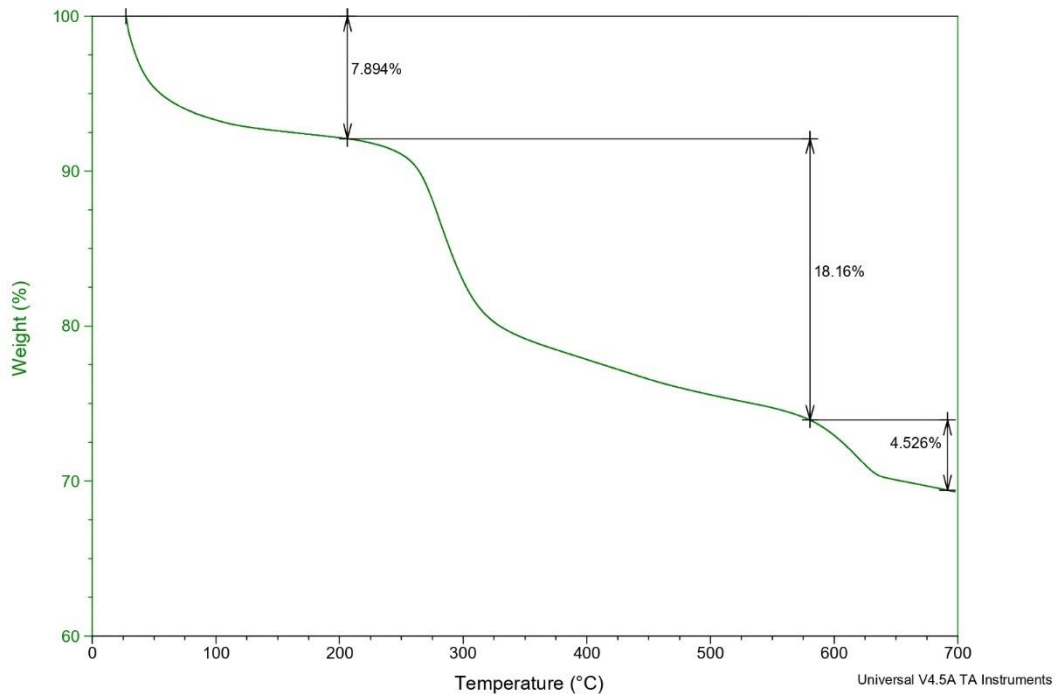
File: C:\...MI-23-224 (CBL-II).001
Operator: kl
Run Date: 08-Mar-2023 14:13
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



Sample: MI-23-223 (CBH-II)
Size: 12.2440 mg
Method: Ramp

TGA

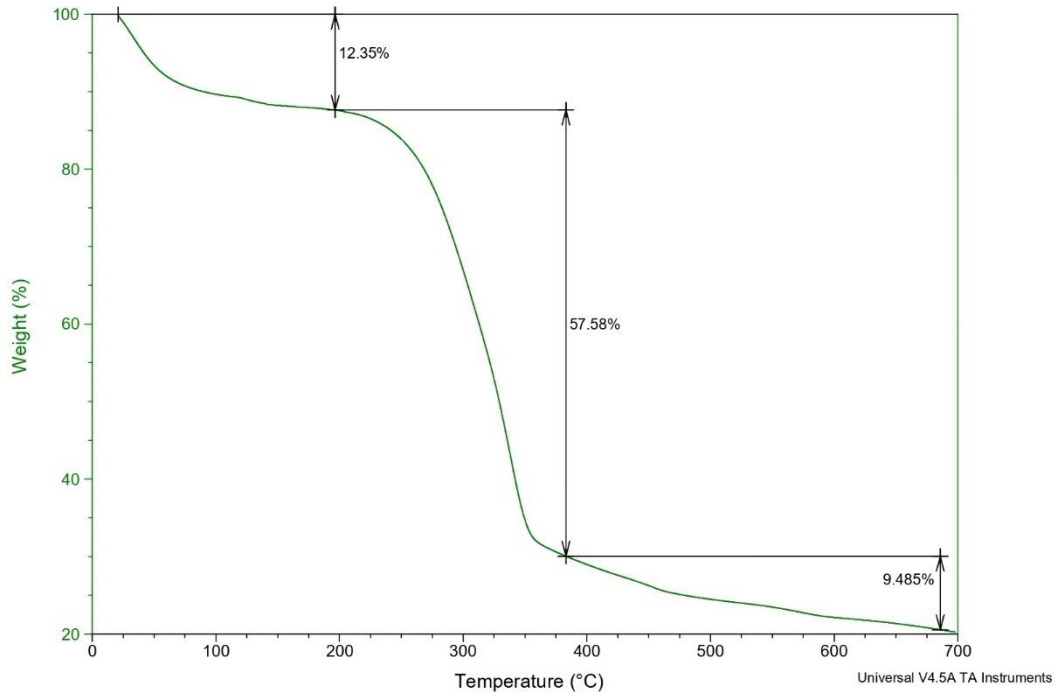
File: C:\...MI-23-223 (CBH-II).001
Operator: kl
Run Date: 08-Mar-2023 11:00
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



Sample: MI-23-217 (NCAL-II)
Size: 8.5880 mg
Method: Ramp

TGA

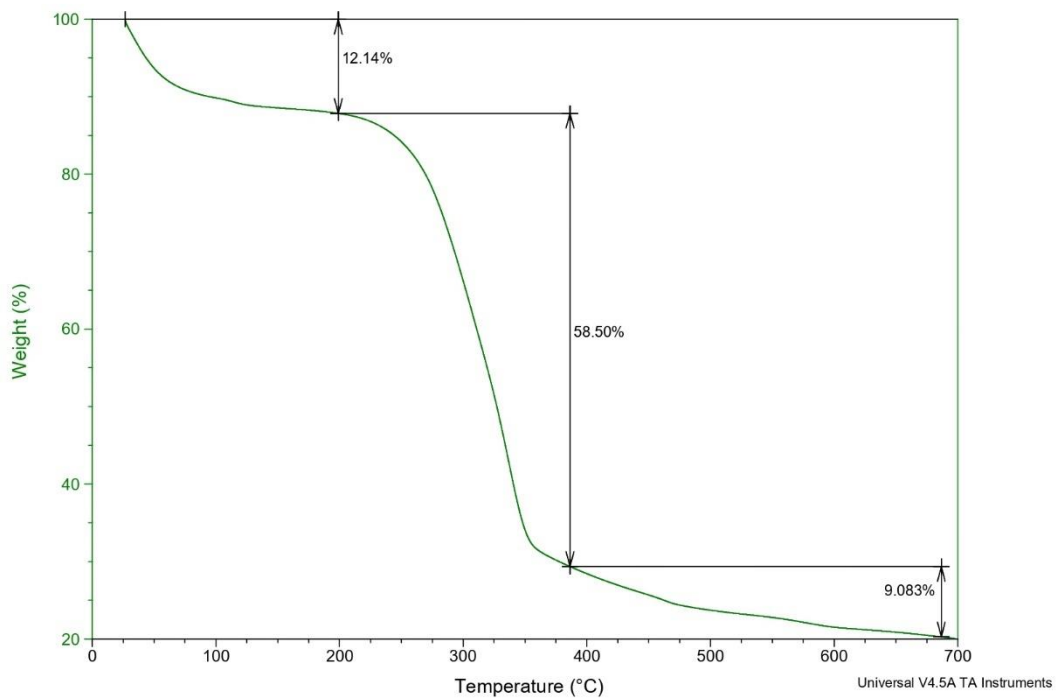
File: C:\...MI-23-217 (NCAL-II).001
Operator: kl
Run Date: 02-Mar-2023 10:10
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



Sample: MI-23-218 (NCAH-II)
Size: 8.7740 mg
Method: Ramp

TGA

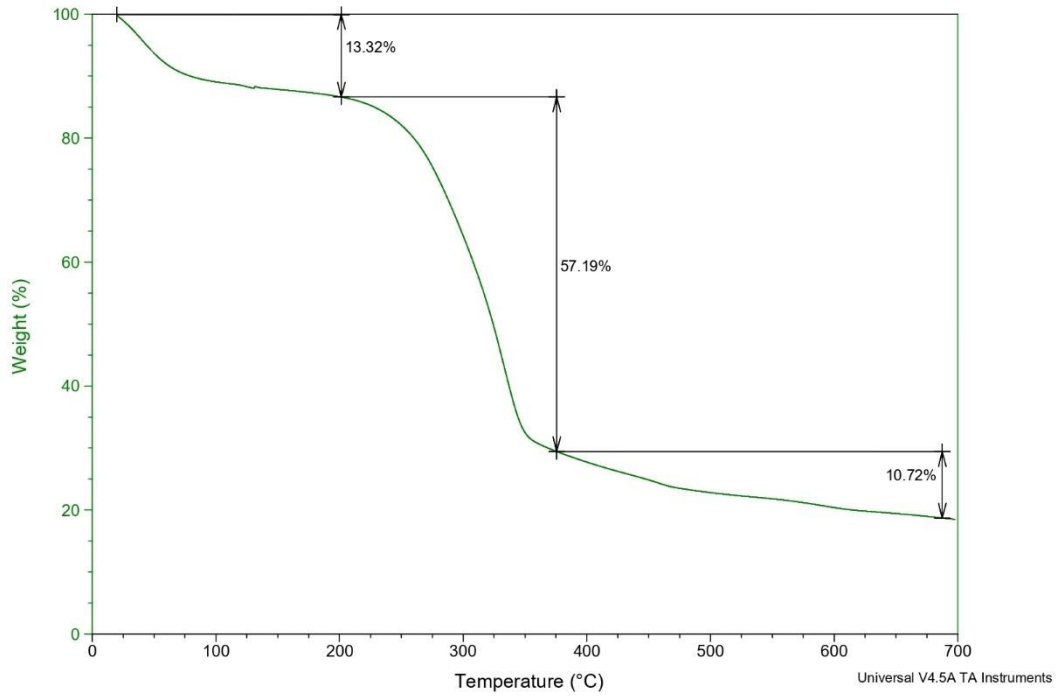
File: C:\...MI-23-218 (NCAH-II).001
Operator: kl
Run Date: 02-Mar-2023 13:21
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



Sample: MI-23-219 (NCBL-II)
Size: 11.6640 mg
Method: Ramp

TGA

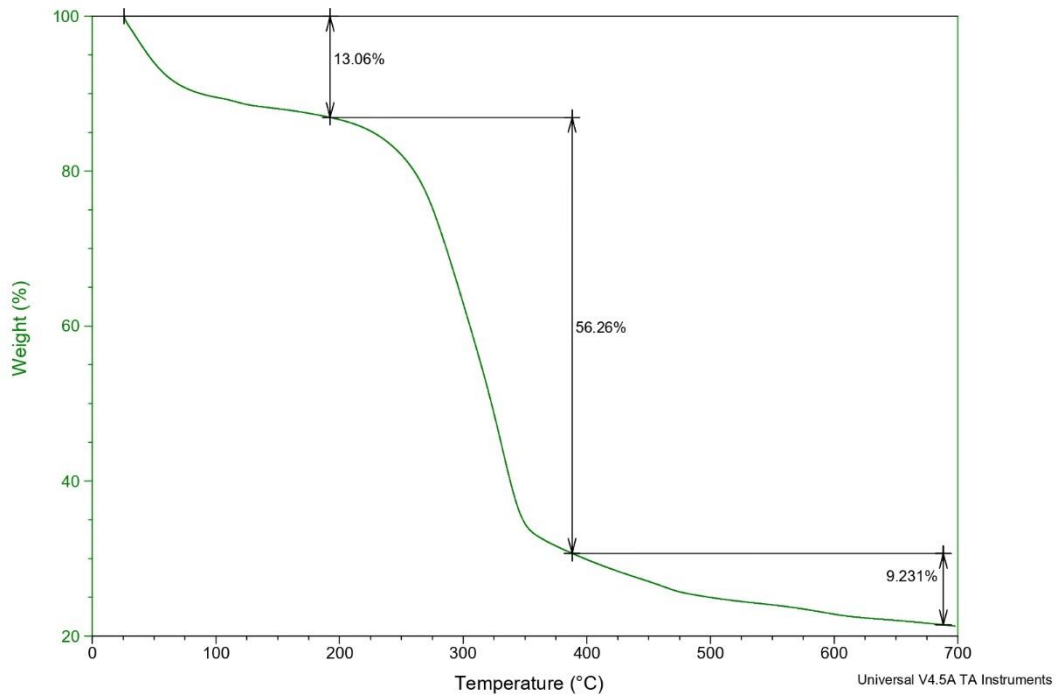
File: C:\...MI-23-219 (NCBL-II).001
Operator: kl
Run Date: 07-Mar-2023 08:25
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



Sample: MI-23-220 (NCBH-II)
Size: 11.8240 mg
Method: Ramp

TGA

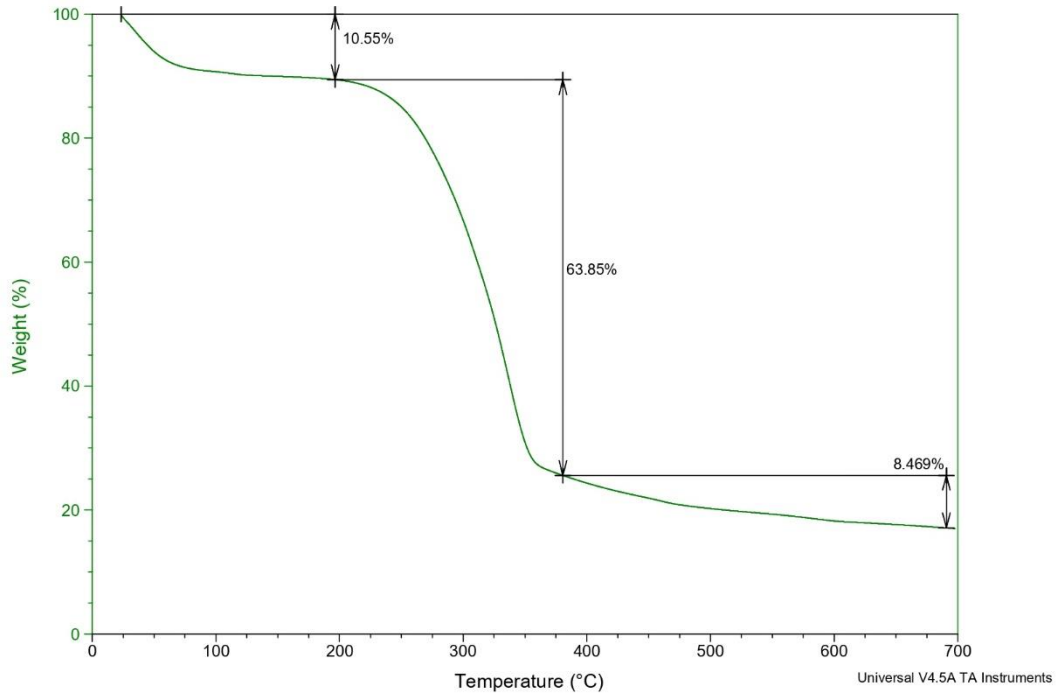
File: C:\...MI-23-220 (NCBH-II).001
Operator: kl
Run Date: 07-Mar-2023 10:58
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



Sample: MI-23-221 (TP)
Size: 15.1700 mg
Method: Ramp

TGA

File: C:\...MI-23-221 (TP).001
Operator: kl
Run Date: 07-Mar-2023 14:13
Instrument: TGA Q500 V20.13 Build 39



ANEXO III.

RESULTADOS DE ENSAYO DE COMPRESIÓN

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CALI A 23-29-0001	20,83	340,78	45,35	2	32,50	0,10
CALI B 23-29-0002	20,8	339,8	43,41	2	37,50	0,11
CALI C 23-29-0003	20,89	342,74	43,69	3	20,00	0,06
Promedio				\bar{x}	30,00	0,09
Desviación estándar				S_{n-1}	9,01	0,03
Coeficiente de variación				CV (%)	30,05	29,40

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CALII A 23-29-0004	20,95	344,71	44,28	2	27,50	0,08
CALII B 23-29-0005	20,94	344,39	44,82	2	28,33	0,08
CALII C 23-29-0006	43,51	344,71	43,51	3	20,00	0,06
Promedio				\bar{x}	25,28	0,07
Desviación estándar				S_{n-1}	4,59	0,01
Coeficiente de variación				CV (%)	18,15	15,75

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CAHI A 23-29-0007	20,94	344,39	42,66	3	16,67	0,05
CAHI B 23-29-0008	20,78	339,14	43,04	3	10,00	0,03
CAHI C 23-29-0009	20,86	341,76	42,82	3	6,67	0,02
Promedio				\bar{x}	11,11	0,03
Desviación estándar				S_{n-1}	5,09	0,02
Coeficiente de variación				CV (%)	45,82	45,83

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CAHII A 23-29-0010	21,18	352,33	42,29	2	18,33	0,05
CAHII B 23-29-0011	20,98	345,7	44,09	2	20,00	0,06
CAHII C 23-29-0012	20,87	342,09	42,62	2	16,67	0,05
			Promedio	\bar{x}	18,33	0,05
			Desviación estándar	S_{n-1}	1,67	0,01
			Coefficiente de variación	CV (%)	9,08	10,83

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CBLI A 23-29-0013	20,86	341,76	42,02	3	10,00	0,03
CBLI B 23-29-0014	21,01	346,53	43,71	3	15,00	0,04
CBLI C 23-29-0015	21,02	346,86	41,9	3	10,83	0,03
			Promedio	\bar{x}	11,94	0,03
			Desviación estándar	S_{n-1}	2,68	0,01
			Coefficiente de variación	CV (%)	22,43	17,32

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CBLII A 23-29-0016	21,04	347,68	42,74	2	22,50	0,06
CBLII B 23-29-0017	21,00	346,36	42,49	3	11,67	0,03
CBLII C 23-29-0018	21,00	346,36	42,18	2	24,17	0,07
			Promedio	\bar{x}	19,45	0,05
			Desviación estándar	S_{n-1}	6,79	0,02
			Coefficiente de variación	CV (%)	34,90	39,03

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CBHI A 23-29-0019	21,01	346,69	42,75	3	12,50	0,04
CBHI B 23-29-0020	20,91	343,40	43,24	3	3,33	0,01
CBHI C 23-29-0021	21,20	352,99	43,77	2	15,00	0,04
			Promedio	\bar{x}	10,28	0,03
			Desviación estándar	S_{n-1}	6,14	0,02
			Coefficiente de variación	CV (%)	59,79	57,74

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CBHII A 23-29-0022	20,85	341,43	43,99	3	7,50	0,02
CBHII B 23-29-0023	20,99	345,87	44,01	3	27,50	0,08
CBHII C 23-29-0024	20,87	342,09	43,16	3	13,32	0,04
			Promedio	\bar{x}	16,11	0,05
			Desviación estándar	S_{n-1}	10,29	0,03
			Coefficiente de variación	CV (%)	63,87	65,47

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
CBHII A 23-29-0022	20,85	341,43	43,99	3	7,50	0,02
CBHII B 23-29-0023	20,99	345,87	44,01	3	27,50	0,08
CBHII C 23-29-0024	20,87	342,09	43,16	3	13,32	0,04
			Promedio	\bar{x}	16,11	0,05
			Desviación estándar	S_{n-1}	10,29	0,03
			Coefficiente de variación	CV (%)	63,87	65,47

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga al 20% de deformación (N)	Esfuerzo último (MPa)
NCALI A 23-29-0025	20,48	329,55	38,61	-	486,91	1,48
NCALI B 23-29-0026	20,39	326,66	39,53	-	389,36	1,19
NCALI C 23-29-0027	20,65	335,05	39,24	-	464,42	1,39
			Promedio	\bar{x}	446,90	1,35
			Desviación estándar	S_{n-1}	51,08	0,15
			Coefficiente de variación	CV (%)	11,43	10,79

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga al 20% de deformación (N)	Esfuerzo último (MPa)
NCALII A 23-29-0028	20,57	332,45	40,05	-	333,08	1,00
NCALII B 23-29-0029	20,47	329,23	40,50	-	403,63	1,23
NCALII C 23-29-0030	20,91	343,54	41,62	-	368,36	1,07
			Promedio	\bar{x}	368,36	1,10
			Desviación estándar	S_{n-1}	35,28	0,11
			Coefficiente de variación	CV (%)	9,58	10,42

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga al 20% de deformación (N)	Esfuerzo último (MPa)
NCAHI A 23-29-0031	19,98	313,66	40,40	-	405,29	1,29
NCAHI B 23-29-0032	20,73	337,65	39,68	-	381,80	1,13
NCAHI C 23-29-0033	20,63	334,40	41,56	-	491,08	1,47
			Promedio	\bar{x}	426,05	1,30
			Desviación estándar	S_{n-1}	57,52	0,17
			Coefficiente de variación	CV (%)	13,50	13,02

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga última (N)	Esfuerzo último (MPa)
NCAHII A 23-29-0034	19,87	310,21	39,70	2	441,11	1,42
NCAHII B 23-29-0035	20,02	314,91	40,10	6	487,74	1,55
NCAHII C 23-29-0036	20,19	320,28	40,64	2	381,80	1,19
			Promedio	\bar{x}	436,88	1,39
			Desviación estándar	S_{n-1}	53,10	0,18
			Coefficiente de variación	CV (%)	12,15	13,03

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga al 20% de deformación (N)	Esfuerzo último (MPa)
NCBLI A 23-29-0037	20,63	334,40	42,12	-	411,12	1,23
NCBLI B 23-29-0038	20,50	330,20	40,32	-	421,12	1,28
NCBLI C 23-29-0039	20,30	323,78	43,65	-	430,27	1,33
			Promedio	\bar{x}	420,84	1,28
			Desviación estándar	S_{n-1}	9,58	0,05
			Coefficiente de variación	CV (%)	2,28	3,89

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga al 20% de deformación (N)	Esfuerzo último (MPa)
NCBLII A 23-29-0040	20,67	335,69	40,30	-	521,19	1,55
NCBLII B 23-29-0041	20,49	329,87	38,51	-	495,23	1,50
NCBLII C 23-29-0042	20,55	331,81	39,92	-	525,38	1,58
			Promedio	\bar{x}	513,93	1,55
			Desviación estándar	S_{n-1}	16,33	0,04
			Coefficiente de variación	CV (%)	3,18	2,68

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga al 20% de deformación (N)	Esfuerzo último (MPa)
NCBHI A 23-29-0043	20,71	337,00	39,68	-	548,02	1,63
NCBHI B 23-29-0044	20,63	334,40	41,24	-	579,05	1,73
NCBHI C 23-29-0045	20,50	330,20	42,90	-	572,34	1,73
			Promedio	\bar{x}	566,47	1,70
			Desviación estándar	S_{n-1}	16,33	0,06
			Coefficiente de variación	CV (%)	2,88	3,62

ENSAYO DE COMPRESIÓN BASADO EN ASTM C39/C39M-21						
Muestra Nro.	Diámetro (mm)	Área transversal (mm ²)	Altura (mm)	Tipo de fractura	Carga al 20% de deformación (N)	Esfuerzo último (MPa)
NCBHII A 23-29-0046	20,44	328,27	40,22	-	605,86	1,85
NCBHII B 23-29-0047	20,30	323,78	41,18	-	558,08	1,72
NCBHII C 23-29-0048	20,42	327,62	41,18	-	583,24	1,78
			Promedio	\bar{x}	582,39	1,78
			Desviación estándar	S_{n-1}	23,90	0,06
			Coefficiente de variación	CV (%)	4,10	3,42