

DE COLOMBIA

# Influencia del tratamiento superficial de las fibras de fique en las propiedades mecánicas del compuesto fibra-matriz cementante

Loïc Coudert

Universidad Nacional de Colombia Facultad de Ingeniería Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica Bogotá, Colombia 2019-2020

# Influencia del tratamiento superficial de las fibras de fique en las propiedades mecánicas del compuesto fibra-matriz cementante

## Loïc Coudert

Trabajo final de maestría presentado como requisito para optar el título de **Magister en Ingeniería - Mecánica** 

Director :

### Mónica Johanna Monsalve Arias

Codirector :

### Rodolfo Rodríguez Baracaldo

Líneas de investigación :

Materiales sostenibles para la construcción civil

## Agradecimientos

Quiero expresar especial gratitud a mi directora, la profesora Mónica Monsalve por su permanente y valioso acompañamiento a lo largo de este proyecto.

Agradezco a los profesores Rodolfo Rodríguez Baracaldo y Juan Manuel Lizarazo por su apoyo y su consejo sobre la dirección de trabajo a seguir.

Al cuerpo técnico de los laboratorios de estructuras, de metalografías, geociencias y de ensayos mecánicos de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá, y en particular al señor Darío Moreno y al señor César Augusto.

A todas las personas de la Universidad Nacional de Colombia y del Institut National des Sciences Appliquées que trabajan en programas de intercambio internacional para permitir a los estudiantes estudiar en el extranjero.

A mis amigos y vecinos por compartir tantos buenos momentos en Colombia.

A ma famille, Lilla, Hélène, et Bertrand Coudert pour m'avoir accompagné tout du long de ces mois passés en Colombie.

# Resumen

El uso de fibras naturales como refuerzo para materiales de la construcción civil ha crecido en las últimas décadas y abre un nuevo campo de investigación y de industrialización. Estás fibras tienen buenas propiedades mecánicas y presentan las ventajas de ser biodegradables, económicas, y abundantes. Sin embargo, el problema mayor de las fibras naturales es su tendencia a ser muy sensible al medio ambiente alcalino de una matriz cementante, y a degradarse rápidamente, necesitando así un tratamiento preventivo.

En este trabajo se investiga el efecto de dos de estos tratamientos, una alcalinización con hidróxido de sodio y un recubrimiento superficial con parafina liquida, en las propiedades mecánicas un mortero reforzado con fibras. El material compuesto aquí investigado se presenta en forma de láminas de mortero reforzados con tejidos de fique, una fibra natural colombiana.

Se evaluó la eficiencia de los tratamientos en las fibras mediante espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier (FTIR), ensayos de tracción, microscopía electrónica de barrido (SEM) y medición de la tasa de absorción de agua. Se analizó el comportamiento en flexión de las láminas, calculando la energía promedio absorbida y el esfuerzo máximo admisible.

Se concluyó que ambos tratamientos protegen eficientemente la superficie de las fibras y que no tienen influencia significativa en la resistencia mecánica. El recubrimiento con parafina parece afectar negativamente la capacidad de absorción de energía del material compuesto.

**Palabras claves** : mortero reforzado con tejido, MRC, fibras de fique, mortero, alcalinización, hidróxido de sodio, recubrimiento superficial, parafina, absorción de energía, comportamiento mecánico, materiales compuestos sostenibles, construcción civil.

## Abstract

The study of the use of natural fibers as reinforcement for materials in civil construction has grown during the last decades and opens a new field of investigation and industrialization. They have good mechanical properties and present the advantages of being biodegradable, economic, and abundant. However, the major problem of natural fibers is their tendency of being very sensitive to the alkaline environment of a cementitious matrix, and to degrade quite rapidly, thus requiring preventive treatment.

This work investigates the effect of two of these treatments, an alkalization with sodium hydroxide, and a superficial covering with liquid paraffin, on the mechanical properties of a fiber reinforced mortar. The composite material thus researched is presented in the form of mortar sheets reinforced with fique fabrics, a natural Colombian fiber.

The efficiency of the treatments on the fibers was evaluated by Fourier transform spectrophotometry (FTIR), tensile tests, electronic microscopy observation (SEM) and measurement of the water absorption rate. The bending behavior of the sheets was analyzed, calculating the average energy absorbed and the maximum admissible stress.

It was concluded that, without being optimal, both treatments efficiently protect the surface of the fibers and do not have a significant influence on the mechanical resistance. The paraffin coating seems to negatively affect the energy absorption capacity of the composite material.

**Keywords** : textile reinforced mortar, TRC, fique fibers, mortar, alkalization, sodium hydroxide, superficial covering, paraffin, energy absorption, mechanical behavior, sustainable composite materials, civil construction.

# Contenido

Agra	decimientos	5
Resu	men	7
Absti	ract	8
Lista	de figuras	12
Lista	de tablas	14
Lista	de fotografías	16
Lista	de gráficas	17
Símb	olos y abreviaturas	19
Intro	ducción	20
I.	Marco teórico	22
1.	Materiales compuestos – teoría general	.22
2.	Matrices cementante	.23
3.	Concreto y mortero reforzados con tejidos	.24
4.	El fique como refuerzo	.27
5.	Problemas encontrados en los materiales compuestos matriz cementante -	
fibr	as naturales	.30
6.	Soluciones consideradas y objetivo del estudio	.32
7.	Procesos de caracterización	.33
1.	Caracterización química : Espectroscopia FTIR	.33
 11.	. Caracterización micrográfica : SEM	.34
111	i. Caracterización mecánica	.35
8.	Análisis estadística	.35
i.	Modelo general del ANOVA	.37
 11.	. Condiciones de aplicación de la prueba ANOVA	.40
111	i. Prueba post-hoc – HSD de Tukey	.41
II.	Desarrollo experimental	43
1.	Elaboración de las muestras	.43
1.	Equipo y materiales	.43
 11.	. Tratamientos superficiales en los tejidos	.45
111	i. Fabricación de los compuestos	.47

2.	Caracterización de los tratamientos	49
1.	Espectroscopia Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR – ATR)	49
 11	. Micrografías SEM	50
 11	i. Absorción de agua	50
iv	v. Ensayos de tracción	51
3.	Caracterización de las láminas de material compuesto	53
1.	Ensayos de flexión de láminas de concreto	53
 11	. Caracterización visual	54
III.	Resultados	55
1.	Caracterización de los tratamientos	55
1.	Espectroscopia FTIR	55
 11	. Tasa de absorción de agua	55
 11	i. Ensayos de tracción	56
2.	Caracterización de las láminas de material compuesto	63
IV.	Análisis de resultados	69
1.	Caracterización de los tratamientos	69
1.	Espectroscopia Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR – ATR)	69
 11	. Micrografías SEM	75
 11	i. Tasa de absorción de agua	77
iv	v. Ensayos de tracción	78
2.	Caracterización de las láminas de material compuesto	84
1.	Ensayos de flexión de las láminas de concreto	84
 11	. Interfaz matriz-refuerzo en la falla	90
3.	Evaluación de los tratamientos en la superficie de las fibras	94
4.	Influencia de la composición del material compuesto en las propiedades del	
ma	terial compuesto	95
V.	Conclusiones y recomendaciones	97
1.	Conclusiones	97
2.	Recomendaciones	98
VI.	Referencias	. 100
VII.	Anexos	. 106

# Lista de figuras

Figura 1- Clasificación de los diferentes compuestos reforzados	23
Figura 2- Uso de MRC para paneles de fachada	25
Figura 3- Elemento en MRC 3D	25
Figura 4- Clasificación de los refuerzos de tejidos dos dimensiones	
Figura 5- Fique (Furcraera Macrophylla)	
Figura 6- Representación esquemática de una sección de fibra de fique	
Figura 7- Estructura de une fibra natural	
Figura 8- Proceso de cambio de volumen de las fibras debido a la absorción de	e agua
-	
Figura 9- interacción entre una solución alcalina y celulosa	
Figura 10- Funcionamiento de un cristal FTIR-ATR	
Figura 11- Representación esquemática de la prueba de tracción en las fibras	51
Figura 12- Modelización del montaje experimental de los ensayos de flexión e	en las
láminas - Vista de arriba	53
Figura 13- Modelización del montaje experimental de los ensayos de flexión e	en las
láminas - Vista de abajo	53
Figura 14- Micrografías SEM de la superficie de una fibra sin tratamiento. Izqu	uierda
magnificación x800. Derecha magnificación x2000	75
Figura 15- Micrografías SEM de la superficie de una fibra tratada con NaOH.	
Izquierda magnificación x800. Derecha magnificación x2000	76
Figura 16- Micrografías SEM de la superficie de una fibra recubierta de parafin	1a.
Izquierda magnificación x800. Derecha magnificación x2000	77
Figura 17- Fotografías de la interfaz del material compuesto mortero - fibras n	0
tratadas	91
Figura 18- Fotografías de la interfaz del material compuesto mortero - fibras tr	atadas
con hidróxido de sodio	91
Figura 19- Fotografías de la interfaz del material compuesto mortero - fibras	
recubiertas de parafina	92
Figura 20- Micrografía SEM de la interfaz del material compuesto mortero - f	fibra
no tratada. Izquierda magnificación x200. Derecha magnificación x800	93
Figura 21- Micrografía SEM de la interfaz del material compuesto mortero - f	fibra
alcalinizadas. Izquierda magnificación x200. Derecha magnificación x800	93

Figura 22- Micrografía SEM de la interfaz del material compuesto mortero – fi	bra
recubiertas de parafina. Izquierda magnificación x50. Derecha magnificación x $^2$	40094
Figura 23- Representación esquemática de la repartición de los filamentos en la	ı fibra
de fique	96
Figura 24- Diferencia de distribución de los esfuerzos en fibras sin y con	
revestimiento	98

# Lista de tablas

Tabla 1- Composición del cemento Portland en óxidos	.24
Tabla 2- Propiedades mecánicas de fibras de uso general	.27
Tabla 3- Composición del fique	.29
Tabla 4- Bandas infrarrojas características de los componentes de la fibra de fique	.34
Tabla 5- Diseño de mezcla	.43
Tabla 6- Composición del cemento Argos en óxidos	.44
Tabla 7- Características de la arena	.44
Tabla 8- Láminas fundidas	. 49
Tabla 9- Condiciones de la caracterización FTIR	. 49
Tabla 10- Muestras usadas en la caracterización SEM de los tratamientos en las fibr	ras
	.50
Tabla 11- Condiciones de la obtención de la absorción de agua	.51
Tabla 12 - Condiciones de los ensayos de tracción en las fibras	.52
Tabla 13 - Características de las probetas del ensayos de tracción en las fibras de	
fique	.52
Tabla 14- Condiciones de los ensayos de flexión en las láminas de mortero	.54
Tabla 15- Muestras usadas en la caracterización SEM de las interfaces mortero -	
fibras	.54
Tabla 16- Resultados de la medición de absorción de agua	.56
Tabla 17– Fuerza máxima aplicada y desplazamiento máximo de las probetas del	
ensayo de tracción de fibras de fique	.58
Tabla 18- Resistencia última, deformación máxima y módulo de Young de las	
probetas del ensayo de tracción de fibras de fique	.62
Tabla 19- Fuerza máxima admisible y energía absorbida total de las láminas de	
mortero en ensayos de flexión	.68
Tabla 20- Porcentaje de transmisión para cada pico característico de las fibras con	
diferente tratamientos	.70
Tabla 21- Porcentaje de transmisión para los picos característicos rectificados de las	S
fibras con diferente tratamientos	.74
Tabla 22- Influencia de los tratamientos superficiales en la absorción de agua de las	S
fibras de fique	.77

Tabla 24- Estudio de normalidad - Resistencia mecánica de las fibras de fique	79
Tabla 25- Estudio de homocedasticidad - Resistencia mecánica de las fibras de	fique
	79
Tabla 26- Tabla ANOVA - Resistencia mecánica de las fibras de fique	79
Tabla 27- Prueba HSD de Tukey - Resistencia mecánica de las fibras de fique.	80
Tabla 28- Grupos significativamente diferentes - Resistencia mecánica de las fil	oras
de fique	80
Tabla 29 - Ensayo de tracción en las fibras de fique - Módulo de elasticidad	80
Tabla 30 - Estudio de normalidad - Módulo de elasticidad	81
Tabla 31- Estudio de homocedasticidad - Módulo de elasticidad	81
Tabla 32- Tabla ANOVA - Módulo de elasticidad	82
Tabla 33- Prueba HSD de Tukey - Módulo de elasticidad	82
Tabla 34- Grupos significativamente diferentes - Módulo de elasticidad	82
Tabla 35- Ensayos de tracción en las fibras de fique - Deformación máxima	83
Tabla 36- Estudio de normalidad- Deformación máxima	83
Tabla 37- Estudio de homocedasticidad- Deformación máxima	84
Tabla 38- Tabla ANOVA- Deformación máxima	84
Tabla 39- Ensayos de flexión en las láminas - Fuerza máxima admisible	85
Tabla 40- Estudio de normalidad - Fuerza máxima admisible	86
Tabla 41- Estudio de homocedasticidad - Fuerza máxima admisible	86
Tabla 42- Tabla ANOVA - Fuerza máxima admisible	86
Tabla 43- Ensayos de flexión en las láminas - Energía absorbida	87
Tabla 44- Estudio de la normalidad - Energía absorbida	88
Tabla 45- Estudio de la homocedasticidad - Energía absorbida	88
Tabla 46- Tabla ANOVA - Energía absorbida	89
Tabla 47- Prueba HSD de Tukey - Energía absorbida	89
Tabla 48- Grupos significativamente diferentes - Energía absorbida	89

# Lista de fotografías

Fotografia 1 (Izquierda) - Costal en fique	
Fotografia 2 (Derecha) – Detalle de la malla de un costal	
Fotografia 3- Detalle de una fibra de fique multifilamentos	
Fotografia 4- Proceso de alcalinización de un tejido	
Fotografia 5- Proceso de recubrimiento con parafina de un tejido	
Fotografia 6- Preparación de un molde	
Fotografia 7- Fundición de una lámina	
Fotografía 8 - (a) Patrón de fisura de una lámina de mortero no reforzada. (b	) Patrón
de fisura de una lámina de mortero reforzada con un tejido de fique	

# Lista de gráficas

Gráfica 1- Espectroscopia infrarroja para las fibras con diferentes tratamientos
superficiales
Gráfica 2- Ensayos de tracción en las fibras de fique sin tratamiento (Fuerza -
Desplazamiento)
Gráfica 3- Ensayos de tracción en las fibras de fique tratadas con NaOH (Fuerza -
Desplazamiento)
Gráfica 4- Ensayos de tracción en las fibras de fique recubiertas de parafina (Fuerza -
Desplazamiento)
Gráfica 5- Curvas esfuerzo - deformación de las fibras sin tratamiento
Gráfica 6- Curvas esfuerzo - deformación de las fibras tratadas con NaOH
Gráfica 7- Curvas esfuerzo - deformación de las fibras recubiertas de parafina60
Gráfica 8- Calculación del módulo de Young: pendiente de la parte lineal de las
curvas E-D de las fibras sin tratamiento
Gráfica 9- Calculación del módulo de Young: pendiente de la parte lineal de las
curvas E-D de las fibras tratadas con NaOH61
Gráfica 10- Calculación del módulo de Young: pendiente de la parte lineal de las
curvas E-D de las fibras recubiertas de parafina
Gráfica 11- Ensayo en flexión de láminas de mortero sin fibras
Gráfica 12- Ensayo en flexión de láminas de mortero reforzadas con fibras de fique
no tratadas
Gráfica 13- Ensayo en flexión de láminas de mortero reforzadas con fibras de fique
tratadas con hidróxido de sodio (NaOH)64
Gráfica 14- Ensayo en flexión de láminas de mortero reforzadas con fibras de fique
recubiertas de parafina64
Gráfica 15- (Izquierda) : Energía absorbida por las láminas de mortero sin fibras de
fique
Gráfica 16- (Derecha) : Energía absorbida por las láminas de mortero reforzadas con
fibras de fique no tratadas
Gráfica 17- (Izquierda) : Energía absorbida por las láminas de mortero reforzadas con
fibras de fique tratadas al hidróxido de sodio (NaOH)67
Gráfica 18- (Derecha) : Energía absorbida por las láminas de mortero reforzadas con
fibras de fique recubiertas de parafina

Gráfica 19- Espectroscopia infrarroja para las fibras con diferentes tratamientos
superficiales con marcadores en los picos característicos
Gráfica 20- Porcentaje de transmisión para cada pico característico de las fibras con
diferentes tratamientos71
Gráfica 21- Proceso de corrección baseline de un espectrograma FTIR72
Gráfica 22- Aplicación de una corrección baseline en el pico característico a 1240
cm <sup>-1</sup> . Izquierda: Sin la corrección. Derecha: con la corrección72
Gráfica 23- (a) Pico característico a 2915 cm-1 rectificado con la corrección
baseline. (b) Pico característico a 1735 cm-1 rectificado con la corrección baseline.
(c) Pico característico a 1370 cm-1 rectificado con la corrección baseline73
Gráfica 24- Porcentaje de transmisión para los picos característicos rectificados de las
fibras con diferentes tratamientos74
Gráfica 25- Diagrama de caja - Resistencia última de las fibras de fique78
Gráfica 26- Diagrama de caja - Módulo de elasticidad81
Gráfica 27- Diagrama de caja - Deformación máxima83
Gráfica 28- Diagrama de caja - Fuerza máxima admisible85
Gráfica 29- Diagrama de caja - Energía absorbida

# Símbolos y abreviaturas

Símbolo	Termino	Unidad SI
рН	Potencial de hidrogeno	-
wt%	Fracción de masa (%P/P)	-
$\sigma_i$	Esfuerzo de tensión	Pa
$F_i$	Fuerza aplicada	Ν
А	Área	m <sup>2</sup>
$e_i$	Deformación longitudinal (%)	-
Е	Módulo de elasticidad	Pa
E <sub>abso</sub>	Energía absorbida	J

Abreviatura	Termino		
MRC	Mortero reforzado con tejido		
NaOH	Hidróxido de sodio		
FTIR	Fourier Transformed Infrared – Espectroscopia infrarroja por Transformada de Fourier		
ATR	Attenued Total Reflection – Reflectancia Total Atenuada		
SEM	Scanning Electron Microscopy – Microscopía Electrónica de Barrido		
ANOVA	Análisis de varianza		
HSD	Honestly Significant Difference – Diferencia Honestamente Significativa		
ASTM	American Society for Testing Materials		
EFNARC	European Specification for Sprayed Concrete		

## Introducción

La sostenibilidad es definida por la Comisión Mundial sobre el Medio Ambiente y el Desarrollo (World Commission on Environment and Development – WCED ) como la capacidad de alcanzar las necesidades actuales, sin comprometer las generaciones futuras a sostener las suyas (1). El sector de la construcción civil es una de las industrias más activas en el mundo, proveyendo alojamiento, varias estructuras y empleo (2). Sin embargo, ella también es responsable por un gran uso de recursos no renovables, de tierra, de energía, y por importantes emisiones de dióxido de carbono gaseoso. En un contexto de aumento sustancial de la población mundial, es importante descubrir y desarrollar procesos sostenibles en la ingeniería civil.

El concreto y el mortero, son los materiales de construcción los más usados en el mundo. El concreto y el mortero "verde" son ejemplos perfectos de posibilidad de evolución hacia materiales más sostenibles. Empleados por sus propiedades de alta resistencia a la compresión, el concreto y el mortero presentan debilidades en el comportamiento en tracción, con una capacidad de deformación baja, permitiendo el desarrollo rápido de grietas. Agregar fibras como refuerzo a la matriz cementante permite mejorar la resistencia en tracción (3), junto con una mayor ductilidad, capacidad de absorción de energía, resistencia a la falla, comportamiento en fatiga, y resistencia a la abrasión y a al impacto.

Las fibras naturales, como la fibra de fique, una planta cultivada por toda Colombia y América Latina, se plantean como alternativas interesantes a las fibras sintéticas en términos de refuerzos en la matriz cementante. Presentan los ventajas de ser abundantes, económicas, más respetuosas del medio ambiente y del ser humano. El costo energético y económico de los procesos de obtención de las fibras naturales es muy pequeño comparada con la de las fibras sintéticas, y demuestran buenas propiedades mecánicas que justifican su empleo como refuerzo en materiales compuestos.

Sin embargo, numerosas investigaciones (4) (5) han señalado que las fibras naturales pierden continuamente sus propiedades una vez son inmersas en una matriz a base de

cemento, de hecho, el carácter hidrofílico de la cabuya y la agresividad alcalina de la matriz cementante pueden conducir a la degradación de las fibras y a un deterioro de las propiedades mecánicas del compuesto (6).

Para prevenir la degradación de los refuerzos naturales, se desarrollaron procesos (modificación de la matriz y/o tratamiento superficial de los refuerzos) para prevenir los intercambios entre la matriz y las fibras, al fin de obtener productos y estructuras sostenibles que presenten buenas propiedades mecánicas y buena durabilidad.

Esta investigación pretende evaluar la influencia de dos de esos procesos en las propiedades del material compuesto matriz cementante – fibras de fique. Se investigó las propiedades mecánicas (absorción de energía, fuerza máxima admisible) de láminas de mortero reforzadas con tejidos de fibras de fique, previamente tratadas con una solución de hidróxido de sodio (alcalinización), recubiertas de parafina, y sin ninguno proceso aplicado. Se caracterizó también los dos recubrimientos superficiales en las fibras de fique indicados.

En el primer capítulo se abarcan los fundamentos teóricos necesarios para la buena comprensión del estudio. El uso en la construcción civil de materiales compuestos con base cementante y refuerzos naturales es discutido. Se describen problemas relacionados con el empleo de este tipo de material, así como soluciones consideradas. Además, se explica los objetivos del estudio, y se describen los procesos de caracterización visual, mecánica y química, necesarios para la investigación. Finalmente, se precisen las herramientas estadísticas empleadas a lo largo del trabajo.

El segundo capítulo cubre el desarrollo experimental del estudio con la elaboración de las muestras, se observa los materiales y equipos usados, los protocolos de tratamiento, y los de caracterización.

En el tercer capítulo se observan los resultados obtenidos de la caracterización química y mecánica, de las fibras y del material compuesto.

El cuarto capítulo procede al análisis de los resultados previamente mencionados, así como al análisis de fotografías y microfotografías. Pretende confirmar o rechazar la existencia de una relación entre las propiedades mecánicas del material compuesto, y su composición. Se evaluó también los tratamientos aplicados en las fibras, y la eficiencia de los protocolos experimentales empleados.

# I. Marco teórico

## 1. Materiales compuestos - teoría general

Un material compuesto es un material heterogéneo constituido por, al menos, dos componentes no miscibles, que tienen propiedades diferentes. El nuevo material así formado presenta, para una aplicación y una geometría determinada, propiedades químicas y mecánicas superiores a las propiedades de los elementos solos. Para garantizar el mejor rendimiento del compuesto, los dos constituyentes, la matriz y el refuerzo, tienen que demonstrar una excelente compatibilidad y adhesión, y se debe asegurar la continuidad del material (importancia de la interfaz). Además, se necesita manufacturar los materiales compuestos a la vez que se hagan la pieza que constituyen (7).

La matriz tiene por objetivo la transmisión de los esfuerzos mecánicos al refuerzo y da protección y cohesión al material. Es continua, y da la geometría del producto realizado. Se pueden clasificar los materiales compuestos según la matriz constituyente (8):

- Compuestos de matriz orgánica (CMO) (e.g. resinas termoplásticas, resinas termoestables)
- Compuestos de matriz metálica (MMC) (e.g. cermet)
- Compuestos de matriz cerámica (CMC) (e.g concreto, huesos)

El refuerzo provee resistencia mecánica al compuesto, su geometría y su orientación influyen en gran parte en las propiedades mecánicas de la pieza final. Existe una gran variedad de materiales usados como refuerzos de matrices. Se pueden clasificar por el tipo de material (e.g. carbono, vidrio, aramida, fibras naturales, ...) o, como muestra la Figura 1, por la geometría y la orientación del refuerzo.



Figura 1- Clasificación de los diferentes compuestos reforzados

Para una aplicación determinada, se elige el tipo de refuerzo más adecuado en términos de propiedades mecánicas, geometría del producto, costo del material, costo y tiempo del proceso de fabricación. Los materiales compuestos se utilizan ahora ampliamente en una variedad de industrias: aeroespacial, naval, transporte, deportes, prótesis ortopédicas, construcción civil, etc.

#### 2. Matriz cementante

El concreto y el mortero pueden ser considerados como materiales compuestos de una matriz cementante reforzada con arena (mortero) o con arena y grava (concreto). La matriz cementante corresponde a un conjunto de fases sólidas, principalmente hidratos, formados por la hidratación de cemento Portland. El cemento Portland, el más usado en la construcción, se constituye de aproximadamente 95% de clínker y 5% de yeso (9). El clínker es el producto del calentamiento a alta temperatura (1450°C) de una mezcla de 80% de piedra caliza y 20% de arcilla. La Tabla 1 muestra la composición media de cemento Portland en óxidos (10).

Oxido	% en peso
CaO	61-67%
SiO <sub>2</sub>	19-2%
SO <sub>3</sub>	2-5%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0-6%
$Al_2O_3$	2.5-6%

Tabla 1- Composición del cemento Portland en óxidos

Cuando se mezcla con agua, el cemento da una pasta cementante compuesta de fases solidas hidratadas (e.g., 3CaO.SiO<sub>2</sub>) y de una fase liquida intersticial alcalina impregnando una red de poros y capilares. El yeso impide una solidificación demasiado rápida de la matriz cementante. Poco tiempo después de la hidratación, la viscosidad de la pasta de cemento aumenta y el material gana en resistencia mecánica. En teoría se puede obtener después de 28 días una resistencia mecánica igual a 75% de la resistencia máxima, pero estos valores dependen de las condiciones de cura de la matriz cementante. Es un medio ambiente muy alcalino (pH  $\approx$  12) (11).

Los materiales cementantes poseen una buena resistencia a la compresión (hasta 60MPa para un concreto usual), pero exhiben debilidades en tracción (2—3MPa) y flexión. Por lo tanto, para aumentar el comportamiento en tensión, la ductilidad, la resistencia a la abrasión, la absorción de energía, etc. se generalizó el uso de refuerzos como fibras de acero (concreto armado), sintéticas y naturales. Aparecen así materiales compuestos para la construcción con una matriz cementante y con refuerzos de diferente tipo y de diferente geometría (fibras cortas, fibras largas, tejidos).

#### 3. Concreto y mortero reforzados con tejidos

El mortero reforzado con tejido (MRC) es un material compuesto de una matriz cementante, de grava y de tejidos de fibras continuas, de uno o varios filamentos (12). Una de las mayores ventajas de los MRC es su alta resistencia a la tracción y su comportamiento cuasi dúctil. Permite grandes deformaciones y limita la propagación de las grietas (13) (14). Reforzar con tejidos ofrece varias ventajas como fabricar piezas muy delgadas, evitar el riesgo de corrosión (a diferencia del concreto armado), y la posibilidad de fundir formas complejas con propiedades determinadas (15). Se han usado bastante las fibras cortas para realizar compuestos estructurales, sin embargo, desde hace dos o tres décadas, el empleo de tejidos con fibras largas continuas se

generalizó para estructuras ligadas (como muestra la Figura 2) y para el reforzamiento de viejos componentes estructurales.



Figura 2- Uso de MRC para paneles de fachada

Existen varias técnicas de fabricación del MRC, los procesos más usados son la laminación y la pulverización (shortcrete) que solamente pueden dar productos planos, y la fundición que permite la realización de productos en tres dimensiones, como se observa en la Figura 3 (16):



Figura 3- Elemento en MRC 3D

Estas tres técnicas son realizables *in situ* y permiten la reparación de las estructuras dañadas. El *spinning* (girando) es otro proceso que se usa para realizar formas de revolución (columnas, tuberías).

Las propiedades mecánicas del material compuesto (resistencia, ductilidad y dureza) dependen de las propiedades de los tejidos (material y geometría), de la composición de la matriz y de la adhesión matriz-fibras.

Se usan generalmente mezclas con una alta relación agua/cemento, entre 0.3 y 0.4. Es necesario utilizar mezclas ricas en cemento para una buena adhesión entre la matriz cementante y los filamentos de los tejidos (12). Las gravas no suelen exceder 2 milímetros de diámetro. Dependiendo de la aplicación, se puede agregar cenizas volante y humo de sílice a la mezcla.

Hoy en día se puede manufacturar una gran variedad de tejidos en dos o tres dimensiones con geometrías, distribución de las fibras y diseños diferentes. Como se observa en la Figura 4, las fibras pueden ser tejidas, trenzadas, o tejidas en punto. La Figura 4 muestra también dos ejemplos de diseños por cada técnica de fabricación de tejidos en dos dimensiones (17) (18).



Figura 4- Clasificación de los refuerzos de tejidos dos dimensiones

Una fuerte adherencia entre el tejido y el mortero da un MRC de alta resistencia y de poca ductilidad, con un comportamiento frágil propenso a la fractura (fractura de la matriz y del refuerzo). Para obtener un material más dúctil se elige una adhesión menor entre los dos componentes (pero se disminuye la resistencia mecánica) (19). La fibra que compone el tejido, y sobre todo su módulo de Young, influye también en las propiedades mecánicas del MRC: fibras con un alto módulo de elasticidad

aumentan la adherencia matriz-tejido por las tensiones de sujeción que surgen durante la contracción de la matriz cementante (20). Por lo tanto, la utilización de fibras de alta resistencia con un gran módulo de Young mejora la resistencia mecánica y la dureza del compuesto, y el empleo de fibras con propiedades mecánicas menor aumentaran la ductilidad y se observará un comportamiento elástico-plástico. (21) (22)

#### 4. El fique como refuerzo

Las fibras sintéticas (fibras de aramida, vidrio, carbono, ...) presentan en general excelentes propiedades mecánicas, pero, el costo de los procesos de obtención, son, desde un punto de visto económico, pero también energético y ambiental, bastante altos, y las fibras naturales se plantean como alternativas muy interesantes a estas (4) (23). Por lo tanto, las fibras naturales, y sobre todo las fibras basadas en plantas, son más respetuosas con el medio ambiente y con el ser humano (no generan problemas de salud o de seguridad), son biodegradables, abundantes (crecen sencillamente), y generalmente de bajo costo (24). Además, como todas las fibras, presentan las ventajas de ser ligeras (baja densidad) y de tener una buena resistencia mecánica; el uso de concreto y mortero reforzado con fibras naturales es de hecho una manera de reciclar estas fibras, produciendo un material de alta calidad y de impacto ambiental reducido. La Tabla 2 muestra las propiedades mecánicas de unas de las fibras naturales más usadas como refuerzos de matriz cementante o poliméricas y una comparación con fibras de vidrio y carbono (1) (2) (25).

Tipo de	Resistencia en	Módulo de	Deformación	Densidad
fibra	tensión (MPa)	Young (GPa)	máxima (%)	$(g.cm^{-3})$
Abacá	400	12	3—10	1.5
Banana	384	20—51	1—2	1.2
Bambú	140—230	11—17	2	0.6—1.1
Cáñamo	690	34	2.5	1.48
Fique	<i>197</i>	8.2—9.1	9.8	1.74
Yute	393—773	26.5	1.5—1.8	1.3
Kenaf	930	53	1.6	-
Sisal	511-635	9.4—22	2—2.5	1.5
Vidrio	2000	72	2.5	2.5
Carbono	4000	235	2	1.4

Tabla 2- Propiedades mecánicas de fibras de uso general

El fique (o Furcraera Macrophylla), que se observa en la Figura 5 es una planta que crece en las regiones andinas del mundo que son Perú, Ecuador o Colombia, donde también se conoce con el nombre de Cabuya. Fique es también la denominación de las fibras de esta planta (26). En Colombia el fique es muy cultivado, sobre todo en los departamentos de Antioquia, Cauca, Nariño y Santander (27), para fabricar costales, alpargatas, o cordelería.



Figura 5- Fique (Furcraera Macrophylla)

Durante el siglo XX, la producción artesanal se convirtió en producción industrial para cumplir con la demanda de costales, con el fin de transportar el café para la exportación por lo que la producción de fique tuvo un pico de producción en los años 1970. Sin embargo, en los decenios siguientes, con la aparición de fibras sintéticas como el polipropileno, que remplazaron el fique y otras fibras naturales como el jute o el sisal, la cabuya atravesó una crisis industrial, y todavía, con una producción de aproximadamente veinte toneladas al año y 12.000 empleos relacionados a su cultivo (28) tiene que diversificar su uso. A pesar de que la fibra de fique tiene propiedades medias, el conocimiento de los campesinos colombianos en el cultivo de esta planta, y en el proceso de obtención de las fibras, hacen de esta planta una opción muy interesante para ser elegida como refuerzo de matriz cementante (29).

La fibra de fique es constituída por varias celdas unidas por una matriz leñosa y rodeada por una cutícula. La Figura 6 muestra una representación esquemática de una sección de una fibra.



Figura 6- Representación esquemática de una sección de fibra de fique

Como la mayoría de las fibras naturales, la cabuya es constituída por diferentes elementos. La celulosa cristalina compone la mayor parte de las paredes de las celdas (segunda pared) y da la resistencia mecánica a la fibra. La matriz (primera pared) que permite el mantenimiento estructural es constituída por celulosa no cristalina, lignina y hemicelulosa. En la cutícula exterior se encuentran ceras.

La Tabla 3 presenta la repartición de estos elementos en el fique (30) (31):

Elementos	Composición (%)		
Celulosa	$57 \pm 3$		
Hemicelulosa	$29 \pm 5$		
Lignina	$13 \pm 2$		
Ceras	1		

Tabla 3- Composición del fique

La celulosa es un polímero natural formado por grandes cadenas que expone grupos hidroxilos que pueden realizar enlaces hidrógenos y cristalizar la celulosa en forma de microfibrillas. La celulosa cristalina tiene un módulo de Young muy alto (130 GPa) e influye mucho en la resistencia mecánica de la fibra. Sin embargo, es muy hidrófila, y la hidratación de la celulosa disminuye el número de enlaces hidrógenos intra-celulosa (creación de puentes hidrógenos agua – celulosa), resultando en una cristalización menor, por lo tanto, en propiedades mecánicas alteradas.

La hemicelulosa (que no es una forma de celulosa) compone la matriz de soporte de las paredes de celdas. No se cristaliza como la celulosa, pero también es muy hidrófila. La lignina es una macromolécula constituída por aromáticos y es el otro constituyente de la matriz. Participa en la rigidez estructural de las paredes vegetales y es totalmente hidrófoba y amorfa. Las ceras que forman la cutícula se componen de ácidos y de alcoholes hidrófobos. Se encuentran también lignina y hemicelulosa en la segunda pared al contacto de la celulosa cristalizada, para dar cohesión a las microfibrillas. La Figura 7 (32) recapitula la estructura de una fibra natural.



Figura 7- Estructura de una fibra natural

# 5. Problemas encontrados en los materiales compuestos matriz cementante – fibras naturales

Numerosas investigaciones (4) (5) (33) han señalado que las fibras naturales pierden continuamente sus propiedades mecánicas una vez que se sumergen en una matriz cementante alcalina. Se ha encontrado que esta situación se debe principalmente a tres causas (34):

- 1. Degradación alcalina (hidrólisis)
- 2. Mineralización de las paredes de las células
- 3. Cambio de volumen de las fibras

El proceso de hidrólisis se puede descomponer en dos fases. El primer paso es la degradación alcalina de la lignina y de la hemicelulosa, dos componentes de la fibra,

amorfos y sensibles al medio ambiente alcalino del cemento. Una vez que se deteriora la matriz leñosa, las microfibrillas de celulosa se dispersan y los productos de la hidratación cementante degradan las regiones débiles (donde la cristalización es menor, celulosa cuasi amorfa), rompiendo la cadena molecular y seccionando las microfibrillas en pedacitos. Esta hidrólisis afecta las propiedades mecánicas (resistencia, elasticidad) de la fibra entera.

A medida que la hidrólisis alcalina avanza, los productos de la hidratación (e.g. el silicato cálcico hidratado – o CSH) penetran en los lúmenes y mineralizan las paredes. Esta mineralización provoca una fragilización de la fibra, así como una deterioro de su capacidad de deformación y de su resistencia.

La absorción de agua aumenta el volumen de la fibra y provoca fuerzas internas de hinchamiento (35). La Figura 8 representa de manera esquemática como el agua encaja entre las paredes de celdas, se fija a los grupos hidroxilos, y cambia el volumen de las fibras.



Figura 8- Proceso de cambio de volumen de las fibras debido a la absorción de agua

Los esfuerzos internos pueden alcanzar teóricamente 165MPa (36) aunque en la práctica se evaluaron en la media. Estos esfuerzos, ejercen una presión en las paredes ya fragilizadas por la mineralización, y pueden conducir a la fractura y al desfibramiento (31) (37).

## 6. Soluciones consideradas y objetivo del estudio

Para prevenir la degradación de las fibras en la matriz alcalina existen diferentes procesos que pretenden disminuir los intercambios entre la superficie de las fibras y los elementos del mortero (productos de hidratación, agua). Algunos de esos procesos permiten también una mejor adhesión entre la matriz y los refuerzos.

En la matriz se puede reemplazar el cemento Portland por puzolanas, con el fin de bajar la alcalinidad de la pasta cementante y reducir su agresividad. Se pueden usar cenizas volantes, escorias de alto horno, humo de sílice, etc. (25) (12) (38). El humo de sílice es una partícula de tamaño muy pequeño (200nm), que, además de disminuir la cantidad de cemento Portland en la mezcla, tiene un efecto doble. Por un lado, llena los vacíos internos del concreto aportando así a propiedades como resistencia y durabilidad. En segunda medida, este efecto también se da en los tejidos de las fibras, ya que los poros, a través de los cuales los agentes nocivos del concreto perjudican los tejidos del mismo, se ven sellados a través de las partículas de micro sílice; aportando así durabilidad a las fibras (39).

Varios tratamientos en fibras naturales tienen como objetivo eliminar la lignina y la hemicelulosa de la superficie de los refuerzos (40). Estos incluyen la alcalinización, la esterificación, la silanización, la formación de enlaces uretanos, la irradiación, el tratamiento plasma, el tratamiento enzimático... (41) (42). Otros procesos protegen la capa exterior de las fibras previniendo los intercambios con la matriz alcalina, los ejemplos incluyen el recubrimiento con parafina, aceites o resinas naturales o derivados de acrilato (43).

Hoy en día se está llevando a cabo investigaciones con el objetivo de buscar y desarrollar procesos óptimos (en tiempo, precio, recursos y desechos) para permitir la buena incorporación de fibras y tejidos naturales en matriz cementante, al fin de obtener productos y estructuras sostenibles que presentan buenas propiedades mecánicas, y buena durabilidad, dado los problemas de degradación mencionados previamente.

Este trabajo evaluó la influencia de dos tratamientos superficiales, la alcalinización con hidróxido de sodio y el recubrimiento superficial con parafina, en las propiedades de absorción de energía y de resistencia mecánica de láminas de mortero reforzadas con tejidos de fique. La alcalinización es uno de los tratamientos químicos los más sencillos y económicos para modificar la superficie de fibras naturales (44) (45). Sumergidas en una solución alcalina (NaOH, KOH, Ca(OH)<sub>2</sub>, ...) la fibras pierden la hemicelulosa y un parte de la lignina superficial, además, como muestra la Figura 9, los iones alcalinos se unen a los grupos hidroxilos de la celulosa e impiden la absorción de agua y la hidrolisis por los productos de hidratación.



Figura 9- interacción entre una solución alcalina y celulosa

Sin embargo, si la solución está demasiado concentrada, la alcalinización ataca las regiones amorfas de la celulosa, rompiendo las cadenas moleculares y la fibra se fragiliza, perdiendo su dureza y resistencia mecánica. Por lo tanto, es necesario elegir cuidadosamente la concentración de la solución alcalina.

#### 7. Procesos de caracterización

Para caracterizar los tratamientos investigados durante el estudio y para evaluar su influencia en las propiedades mecánicas del compuesto, se emplearon técnicas de caracterización.

#### i. Caracterización química: Espectroscopia FTIR

La espectroscopia FTIR (*Fourier Transformed Infrared*) es una de las técnicas más usadas para el análisis de la superficie de las fibras (46). Se identifica los componentes de la superficie de las fibras (celulosa, lignina, hemicelulosa) analizando los picos de absorción de radiación infrarroja del material (amplitud y numero de onda). El cambio de composición debido un tratamiento superficial (alcalinización, esterificación, etc.) se puede observado mediante esta técnica.

Aunque los infrarrojos cubren la región entre 14 000 - 10cm<sup>-1</sup> del espectro electromagnético, la mayor parte de las caracterizaciones por espectroscopia se llevan a cabo en la zona entre 4000 - 400cm<sup>-1</sup>. La técnica ATR (*Attenued Total Reflection*) es utilizada para inspeccionar la superficie de una muestra, puesta en contacto con un cristal que reflejará varias veces el rayo incidente, como se observa en la Figura 10.



Figura 10- Funcionamiento de un cristal FTIR-ATR

Un espectrograma de un material lignocelulósico puede exhibir hasta más de veinte bandas significativas correspondientes a un componente específico (celulosa, lignina, hemicelulosa). La Tabla 4 recopila, para los espectrogramas estudiados durante la caracterización FTIR-ATR de este trabajo, la información de los picos característicos, indicando sus posiciones y sus significaciones (41).

Pico				
Posición	Asignación	Significación		
(cm <sup>-1</sup> )	-			
3300	Estiramiento del enlace O-H	Presencia de celulosa, lignina, y hemicelulosa		
2915	Estiramiento del enlace C-H	Presencia de celulosa y hemicelulosa		
1735	Estiramiento del enlace	Presencia de lignina y hemicelulosa		
	C=O			
1625	Estiramiento del enlace C=C	Presencia de agua absorbida por la celulosa no		
		cristalina		
1370	Flexión del enlace C-H	Presencia de lignina		
1240	Estiramiento del enlace C-O	Presencia de lignina y hemicelulosa		
1160	Estiramiento del enlace C-	Presencia de celulosa		
	O-C			
1028	Flexión del aromático C-O	Presencia de lignina		

Tabla 4- Bandas infrarrojas características de los componentes de la fibra de fique

#### ii. Caracterización micrográfica: SEM

La caracterización SEM (*Scanning Electron Microscopy*) es una técnica de microscopia electrónica que permite obtener imágenes de gran resolución de las superficies de un espécimen. El material observado tiene que ser conductor, por lo tanto, es necesario metalizar (con oro, paladio) la superficie de las fibras a caracterizar. Los electrones del haz emitido por el equipo SEM interactúan con los átomos de la superficie de las fibras, produciendo electrones retro-dispersados y electrones secundarios, que se capturan para formar una imagen de microscopia SEM.

#### iii. Caracterización mecánica

A lo largo de esta investigación se llevan a cabo diferentes ensayos mecánicos con el fin de obtener las propiedades de diferente materiales.

Para caracterizar los tratamientos en las fibras, se desarrollan pruebas de tensión que permiten evaluar la resistencia última, el módulo de elasticidad y la deformación máxima de las fibras de fique tratadas con diferentes procesos.

Para evaluar la influencia de los tratamientos de las fibras en las propiedades del material compuesto, láminas de mortero reforzadas con tejidos de fique se ensayan en flexión. Está prueba permite obtener los valores de fuerza máxima admisible y de absorción de energía para los diferentes tratamientos aplicados a los tejidos reforzante.

## 8. Análisis estadístico

En este estudio se quiere evaluar la influencia de los diferentes tratamientos realizados a las fibras utilizadas como refuerzo sobre las propiedades mecánicas del concreto reforzado, por medio de unas series de mediciones en muestras de diferente composición (con tratamientos diferentes). Es decir, analizar la variación en la medición o en el cálculo de una cantidad física (variable dependiente) y determinar el origen de esta variación (y si depende del factor, la variable independiente, e.g. en nuestro caso, la composición del material).

La prueba **ANOVA** (**AN**alyse **O**f **VA**riance – Análisis de varianza) permite distinguir cuatro tipos de variaciones asociadas:

- Las variaciones inter-grupales, que tienen por origen el factor común a un grupo de muestras

- Las variaciones intra-grupales, que tienen por origen la unicidad de las muestras en un mismo grupo de factor común (i.e. aún si los especímenes pertenecen a un mismo grupo, cada uno es único y tiene una repuesta diferente)
- Las variaciones intra-especímenes, que tienen por origen la unicidad de la medición (si repetimos mediciones en un único espécimen, la repuesta puede variar)
- Las variaciones aleatorias (error de medición, ...)

En nuestro caso, las mediciones no son repetibles (ensayos destructivos) y las variaciones intra-especímenes no se incluyen en la prueba ANOVA.

El ANOVA es un método de comparación de media que determina si las variaciones de la variable dependiente (medición) están relacionadas a las variaciones de la variable independiente (factor), y si hay una relación entre el factor y la repuesta.

Para poder realizar un ANOVA, las variables aleatorias (medidas) tienen que cumplir tres condiciones:

- 1. Son independientes (condición de independencia)
- 2. Siguen una ley gaussiana (condición de normalidad)
- 3. Tienen la misma varianza  $\sigma_{ij}^2$  (condición de homocedasticidad)

La prueba ANOVA solo permite decir que al menos un grupo tiene una repuesta diferente a los otros, y para saber más precisamente las particularidades de cada grupo (cuando son más de dos), hay que desarrollar pruebas *post-hoc* (*a posteriori* del ANOVA) para hacer comparaciones múltiples. Para este trabajo se usa la prueba HSD (*Honestly Significant Difference*) de Tukey.
#### i. Modelo general del ANOVA

El modelo general empleado es el siguiente (47):

$$Y_{ij} = \mu + \alpha_i + \epsilon_{ij}$$

Con Y la variable independiente, medida del espécimen j en el grupo i,  $\mu$  una constante, la media general,  $\alpha_i$  la variación relacionada a la pertenencia al grupo i( $\alpha_i = \mu_i - \mu$ , con  $\mu_i$  la media del grupo i) y  $\epsilon_{ij}$  la variación del espécimen con relación a la media de su grupo, que sigue una ley normal  $N(0, \sigma^2)$ , con  $\sigma$  la varianza ( $\epsilon_{ij} = Y_{ij} - \mu_i$ )

i = 1, ..., l con l el número de grupos de especímenes con factor común

 $j = 1, ..., n_i \operatorname{con} n_i$  en número de especímenes en el grupo i

La hipótesis nula  $(\mathcal{H}_0)$  y alternativa  $(\mathcal{H}_1)$  son dos hipótesis que debemos plantear haciendo cualquier análisis estadístico. La hipótesis nula indica que no existe una diferencia entre los parámetros estadísticos de dos o más grupos elegido ; la hipótesis alternativa indica que si existe una diferencia. Al final del análisis, aceptamos una y rechazamos la otra, teniendo en cuenta el riesgo de equivocación (48).

En este caso, existen dos maneras de expresar la hipótesis nula ( $\mathcal{H}$ ) y la hipótesis alternativa ( $\mathcal{H}_1$ ) :

- 1.  $(\mathcal{H}_0): \mu_1 = \mu_2 = \cdots = \mu_l$ 
  - $(\mathcal{H}_1)$ : Las medias  $\mu_i$  no son iguales.
- 2.  $(\mathcal{H}_0): \alpha_1 = \alpha_2 = \cdots = \alpha_l = 0$

 $(\mathcal{H}_1)$ : Existe al menos un  $\alpha_i$  que es diferente de 0,  $i \in \{1, ..., l\}$ 

En la ANOVA, las variaciones se traducen en una magnitud matemática, la varianza, que es el promedio de los cuadrados de la diferencia con esta media :

$$\sigma_i^2 = \frac{1}{n_i} \sum_{k=1}^{n_i} (Y_{ij} - \mu_i)^2$$

Con  $\sigma_i^2$  la varianza del grupo *i*.

La idea de la prueba ANOVA es decir que si el factor tiene realmente una influencia, la proporción de las variaciones que se le pueden atribuir (variaciones inter-grupales) será significativamente más grande que la proporción de las variaciones que no se le pueden atribuir (variaciones intra-grupales y variaciones aleatorias). O sea, se descompone la suma global de las variaciones (expresada a través de la varianza total), en dos partes:

- Una primera relacionada al factor (varianza inter-grupal)
- Una segunda relacionada a otras cosas (varianza intra-grupal)

Si la varianza inter-grupal es grande con respecto a la varianza intra-grupal, la influencia del factor es fuerte, y se puede rechazar la hipótesis nula y considerar la hipótesis alternativa (relación de causalidad entre la variable dependiente y la variable independiente)

Sin embargo, la varianza no es aditiva y para compararlas utilizamos la suma de los cuadrados (SC) y los cuadrados medios (CM).

La variación total se expresa como:

$$SC_{tot} = \sum_{i=1}^{l} \sum_{j=1}^{n_i} (Y_{ij} - \mu)^2$$

La variación debida al factor se expresa como:

$$SC_{\alpha} = n_i \sum_{i=1}^{l} (\mu_i - \mu)^2$$

La variación residual se expresa como:

$$SC_R = \sum_{i=1}^{l} \left( \sum_{j=1}^{n_i} (Y_{ij} - \mu_i)^2 \right)$$

Se puede escribir la relación:

$$SC_{tot} = SC_{\alpha} + SC_{R}$$

Dividiendo las sumas de los cuadrados por los grados de libertad respectivos, se obtienen los diferentes cuadrados medios (varianzas).

Los grados de libertad se expresan como:

 $gl_{tot} = N - 1$  (con N el número total de medidas)  $gl_{\alpha} = l - 1$  $gl_{R} = N - l$ 

Los cuadrados medios se expresan como:

La varianza total: 
$$CM_{tot} = \frac{SC_{tot}}{gl_{tot}} = \frac{SC_{tot}}{N-1}$$
  
La varianza debida al factor:  $CM_{\alpha} = \frac{SC_{\alpha}}{gl_{R}} = \frac{SC_{\alpha}}{l-1}$   
La varianza residual:  $CM_{R} = \frac{SC_{R}}{gl_{R}} = \frac{SC_{R}}{N-l}$ 

El cociente  $F_{obs} = \frac{CM_{\alpha}}{CM_R}$  es la realización de una variable aleatoria F que sigue una ley de Fisher con l-1 grados de libertad al numerador y N-l grados de libertad al denominador. Esta ley se escribe  $\mathcal{F}_{l-1,N-l}$ . Para un riesgo escogido  $\alpha$  (habitualmente,  $\alpha = 0.05 = 5\%$ ), las tablas de Fisher-Snedecor (anexo A) nos dan un valor critico c de tal manera que  $\mathbb{P}_{(\mathcal{H}_0)}[F \leq c] = 1 - \alpha$ 

Decidimos:  
$$\begin{cases} si F_{obs} < c , (\mathcal{H}_0) \text{ es verdad} \\ si c \leq F_{obs} , (\mathcal{H}_1) \text{ es verdad} \end{cases}$$

Las tablas de Fisher-Snedecor (o cualquiera software de análisis estadística) permiten también obtener el valor p *(p-value)* que indica cual es el riesgo que se cometa un error rechazando la hipótesis nula. De manera general, si  $p < \alpha = 5\%$ , se considera el riesgo de error aceptable, y la diferencia entre una media, y la otra es significativa.

Los grados de libertad, las sumas de los cuadrados, el promedio de los cuadrados,  $F_{obs}$  (F-value), el valor p *(p-value)* y el nivel de significancia están representados en tablas que resumen la prueba ANOVA.

Por convención para el nivel de significancia es :

p < 0.1 %, efecto significativo, se anota \*\*\*

0.1 %, efecto significativo, se anota**\*\*** 

1 %, efecto significativo, se anota \*

5 %, efecto marginal

p > 10%, no significativo

#### ii. Condiciones de aplicación de la prueba ANOVA

#### 1. Condición de independencia:

No existen pruebas estadísticas sencillas para estudiar la independencia de las variables, son las condiciones de la experimentación las que permiten confirmar la independencia (49).

#### 2. Condición de normalidad:

Los residuos  $e_{ij}$ , que se pueden interpretar como estimaciones de errores de medición, deben seguir una ley normal  $\mathcal{N}(0; \sigma^2)$  para validar la condición de normalidad. Los residuos se calculan como la diferencia entre cada medición y la media del grupo de factor común al cual pertenecen:

$$e_{ij} = Y_{ij} - \mu_i$$

Si notamos  $\mathcal{E}_{ij}$  la variable aleatoria cuyos residuos  $e_{ij}$  es la realización, las hipótesis nula y alternativa se escriben

$$(\mathcal{H}): \mathcal{L}(\mathcal{E}_{ij}) = \mathcal{N}$$
$$(\mathcal{H}_1): \mathcal{L}(\mathcal{E}_{ij}) \neq \mathcal{N}$$

Rechazamos la hipótesis nula y no validamos la condición de normalidad si el *p-valor* del test de Shapiro-Wilk es menor al nivel de significancia  $\alpha$  (de acostumbre  $\alpha = 0.05$ ).

#### 3. Condición de homocedasticidad :

La última condición para verificar que las variables son independientes, es la homocedasticidad, o homogeneidad de las varianzas inter-grupales.

Se plantean las siguientes hipótesis:

$$(\mathcal{H}_0): \ \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \dots = \sigma_l^2$$

# $(\mathcal{H}_1)$ : Las varianzas $\sigma_i^2$ nos son todas iguales

Rechazamos la hipótesis nula y no validamos la condición de normalidad si el p-valor del test de Brown-Forsythe es menor al nivel de significancia  $\alpha$  (habitualmente  $\alpha = 0.05$ ). Este test es preferible a un test de Levene clásico cuando los  $n_i$  son diferentes, lo cual es a veces el caso en este estudio.

#### iii. Prueba post-hoc - HSD de Tukey

La prueba HSD (*Honestly Significant Difference*, diferencia honestamente significativa) permite una comparación múltiple de las medias  $\mu_i$ .

La prueba de Tukey se usa cuando los  $n_i$  son iguales, si no es el caso, se usa la de Tukey-Kramer cuyo método es el siguiente (50):

Las medias están dispuestas en orden ascendente  $(\mu_1, \mu_2, ..., \mu_l)$ . Para cada i < i' consideramos la hipótesis nula:

 $(\mathcal{H}_0): \ \mu_{(i)} = \mu_{(i')}$ 

Y la hipótesis alternativa:

 $(\mathcal{H}_1): \ \mu_{(i)} > \mu_{(i')}$ 

Se considera el cociente:

$$t_{i,i',obs} = \frac{\mu_{(i)} - \mu_{(i')}}{\sqrt{\frac{CM_R}{2}} \left(\frac{1}{n'_i} + \frac{1}{n_i}\right)}$$

 $t_{i,i',obs}$  es una variable aleatoria T, si la hipótesis nula ( $\mathcal{H}_0$ ) es verdad, sigue una ley de distribución de Student (studentized range) con l grados de libertad en el numerador y N - l grados de libertad en el denominador. Esta ley se escribe  $\mathcal{T}_{l,N-l}$ .

Para un riesgo escogido  $\alpha$  (habitualmente,  $\alpha = 0.05 = 5\%$ ), las tablas de la distribución de Student (anexo B) nos dan un valor critico *c* de tal manera a que  $\mathbb{P}_{(\mathcal{H}_0)}[T \le c] = 1 - \alpha$ 

Decidimos :  $\begin{cases} si \ t_{i,i',obs} < c \ , (\mathcal{H}_0) \ es \ verdad \\ si \ c \le t_{i,i',obs} \ , (\mathcal{H}_1) es \ verdad \end{cases}$ 

Las tablas de la distribución de Student (o cualquiera software de análisis estadístico) permiten también obtener el valor p *(p-value)* que indica cual el riesgo de cometer un error rechazando la hipótesis nula. De manera general, si  $p < \alpha = 5\%$ , se considera el riesgo de error aceptable.

La prueba HSD construye así conjuntos, que reúnen en ellos grupos cuyas medias no son significativamente diferente entre sí, pero que son significativamente diferentes de las medias de los grupos de otros conjuntos.

# II. Desarrollo experimental

# 1. Elaboración de las muestras

### i. Equipo y materiales

1. Matriz cementante

El diseño de mezcla se basa en trabajos precedentes conducidos por estudiantes de la Universidad Nacional de Colombia (51) y se puede encontrar en la Tabla 5:

Constituyente de la mezcla	% en peso
Cemento	24
Arena 12-20	33
Arena 30-50	33
Agua	10
Aditivo	<1

Tabla 5- Diseño de mezcla

Todas las muestras fueron elaboradas con este diseño de mezcla constante y con los mismos materiales. La relación cemento/agregado es 1:2.75 y la de agua/cemento es 0.42. Debido a este baja relación agua/cemento se usó un aditivo (superplastificante Sika) para garantizar una manejabilidad correcta.

Se usó un cemento hidráulico comercial de uso general (clasificación UG) de marca Argos. Tiene una densidad especifica de 2.96 y una fineza de 4804 cm<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup> (método Blaine). La Tabla 6 muestra la composición en óxidos del cemento, la cual fue obtenida por caracterización química XRF (fluorescencia de rayos X):

Oxido	% en peso
CaO	68.16
SiO <sub>2</sub>	16.29
SO <sub>3</sub>	5.46
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.55
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.38
MgO	1.98
TiO <sub>2</sub>	0.43
K <sub>2</sub> O	0.36
Na <sub>2</sub> O	0.19

Tabla 6- Composición del cemento Argos en óxidos

Especificaciones técnicas adicionales del cemento usado se encuentra en el anexo C.

Las características de la arena usada (clasificación ASTM C33 12-20 y 30-50) se encuentran en la Tabla 7:

Contenido de SiO <sub>2</sub> (en peso)	98.0 %
Densidad aparente	1.64
Densidad especifica	2.63
Absorción efectiva	2.8 %

Tabla 7- Características de la arena

#### 2. Fibras de fique – Tejidos

Los tejidos de fique se compraron como costales que anteriormente se habían utilizados para el transporte y el almacenamiento de verduras, en la plaza de mercado de Paloquemao, Bogotá.

El tamaño de la malla es de 5mm y el diámetro medio de las fibras es aproximadamente de 1 milímetro. Cada fibra de los tejidos se compone de filamentos de pequeño diámetro ( $\approx 20 \ \mu m$  (25)).

En las fotografías 1 a 3 se observa un costal, un detalle de la malla y un detalle de una fibra de fique que compone el tejido. La fotografía 3 fue sacada mediante un estereomicroscopio (Nikon SMZ800).



Fotografía 1 (Izquierda) - Costal en fique Fotografía 2 (Derecha) – Detalle de la malla de un costal



Fotografía 3- Detalle de una fibra de fique multifilamentos

#### ii. Tratamientos superficiales en los tejidos

Previo a los tratamientos, los costales fueron cortados con unas dimensiones aproximadas de 550x550 mm.

#### 1. Alcalinización de las fibras

El tratamiento con hidróxido de sodio se realizó de acuerdo con el siguiente protocolo, desarrollado a partir de las publicaciones de diferentes autores (52) (31):

- Secado de los tejidos a 100°C por 20 horas en un horno, para remover la humedad de las fibras
- Preparación de una solución de NaOH a 5% en peso.
- Sumersión de los tejidos por 30 minutos en la solución de hidróxido de sodio, teniendo cuidado que los tejidos no se doblen.
- Lavado de los tejidos con agua para eliminar todo rastro de hidróxido de sodio.
- Secado de los tejidos a 100°C por 20 horas en un horno

Al lavar los tejidos, se aseguró de que no hubiera más hidróxido de sodio midiendo el pH del agua usada para lavarlos. Cuando este llego a un valor constante después de varios lavados (pH  $\sim$  7), el tejido se consideró limpio.

En la fotografía 4 se observa la etapa de sumersión de un tejido en una solución de NaOH al 5% en peso.



Fotografía 4- Proceso de alcalinización de un tejido

#### 2. Recubrimiento de parafina

El recubrimiento con parafina se realizó de acuerdo con el siguiente protocolo, desarrollado a partir de la siguiente referencia bibliográfica (53) :

- Secado de los tejidos a 100°C por 20 horas en un horno, para remover la humedad de las fibras.
- Sumersión de los tejidos en parafina líquida por 24h.
- Secado al aire libre (temperatura y humedad ambiente) de los tejidos por 24h.

En la fotografía 5 se observa la etapa de sumersión de un tejido en parafina líquida:



Fotografía 5- Proceso de recubrimiento con parafina de un tejido

## iii. Fabricación de los compuestos

Las láminas de mortero reforzadas con tejidos en fibras de fique fueron fabricadas con un molde de madera de dimensión 500x500x30 mm. Se aplicó desmoldante y se colocó una hoja de plástico para facilitar el desmoldeado. En la fotografía 6 se observa un molde con una hoja plástica:



Fotografía 6- Preparación de un molde

Después de preparar la mezcla, se llena el molde hasta la mitad con una primera capa de mortero y se compacta. Se agrega un tejido de fique cortado con las dimensiones 500x500 mm, y luego, se adiciona la segunda capa de mortero. Se compacta al máximo la lámina para garantizar un material compuesto homogéneo (sin variación de compactación). En la fotografía 7 se observa una lámina en fabricación (adición de la segunda capa de mortero):



Fotografía 7- Fundición de una lámina

Se desmoldearon las láminas al día siguiente de la fundición, y se sumergieron por 13 días en un tanque con agua a  $20 \pm 2^{\circ}$ C.

Composición de la lámina	Nombre	Composición de la lámina	Nombre
Sin Fibras	SF-1	Fibras + NaOH	HS-1
Sin Fibras	SF-2	Fibras + NaOH	HS-2
Sin Fibras	SF-3	Fibras + NaOH	HS-3
Sin Fibras	SF-4	Fibras + NaOH	HS-4
Sin Fibras	SF-5	Fibras + NaOH	HS-5
Fibras sin Tratamiento	ST-1	Fibras + Parafina	P-1
Fibras sin Tratamiento	ST-2	Fibras + Parafina	P-2
Fibras sin Tratamiento	ST-3	Fibras + Parafina	P-3
Fibras sin Tratamiento	ST-4	Fibras + Parafina	P-4
Fibras sin Tratamiento	ST-5	Fibras + Parafina	P-5

Se fundieron las láminas por series de a cinco, cada serie corresponde a un tipo de refuerzo. En la Tabla 8 se muestran los códigos de las láminas fundidas.

Tabla 8- Láminas fundidas

# 2. Caracterización de los tratamientos

# i. Espectroscopia Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR – ATR)

La caracterización química fue realizada en el laboratorio de espectrofotometría del departamento de química de la UNAL sede Bogotá, mediante un espectrómetro Nicolet iS10 Spectrometer Thermo Fisher Scientific (sistema ATR con cristal de diamante, reflectancia total atenuada). Se analizaron tres muestras de fique, cada una con una composición diferente (fibras sin tratamiento, fibras tratadas con hidróxido de sodio y fibras recubiertas de parafina). La tabla 9 recopila las condiciones del análisis y las características del método de análisis.

Equipo	Nicolet iS10 Spectrometer Thermo Fisher Scientific
Método de análisis	ATR con cristal de diamante
Número de escaneos de muestras	16
Número de escaneos de fondo	16
Resolución	4 cm <sup>-1</sup>
Región escaneada	$4000 - 750 \text{ cm}^{-1}$

Tabla 9- Condiciones de la caracterización FTIR

### ii. Micrografías SEM

Se observaron tres fibras con tratamientos diferentes. Las muestras (Tabla 10) han sido metalizadas (recubiertas de oro) previamente a la observación.

Muestra	Tratamiento en la fibra
A3	Sin tratamiento
B1	Hidróxido de sodio
С9	Parafina

Tabla 10- Muestras usadas en la caracterización SEM de los tratamientos en las fibras

El equipo usado para la caracterización por SEM fue un microscopio electrónico de barrido marca SEM FEI QUANTA 200 ubicado en el laboratorio SEM de la UNAL, sede Bogotá. El voltaje usado osciló entre 12.5 y 15kV.

#### iii. Absorción de agua

Para medir el porcentaje de absorción de agua relativo al tratamiento aplicado en las fibras, las operaciones siguientes fueron realizadas para cada tipo de fibras (34) :

- Medición de la masa M de las fibras a temperatura y humedad ambiente
- Inmersión de las fibras 24 horas en agua destilada
- Secado superficial de las fibras
- Medición de la masa  $M_{sat}$  de las fibras al salir del agua
- Obtención de la absorción A% de agua con la siguiente ecuación:

$$A\% = \left|\frac{M - M_{sat}}{M}\right| \times 100 \%$$

Se usó como equipo de medición la balanza de precisión del laboratorio de Fundición, UNAL, sede Bogotá, que permite una lectura de 0.1 mg.

Las condiciones de la obtención de la absorción de agua se encuentran en la Tabla 11.

Masa medida	М	M <sub>sat</sub>	
Humedad (%)	57.9	63.5	
Temperatura (°C)	20		
Equipo	Balanza de precisión 0.1mg		

Tabla 11- Condiciones de la obtención de la absorción de agua

Considerando la densidad muy baja de las fibras, se sumaron las masas  $m_i$  de varias fibras para obtener una masa M y una masa  $M_{sat}$  relevantes (>100mg).

#### iv. Ensayos de tracción

Se realizaron los ensayos de tracción de acuerdo con la norma ASTM C1557 – 14, en una máquina universal de ensayos mecánicos Shimadzu AG-IS 5KN (Laboratorio Interfacultades de Ensayos Mecánicos, UNAL, Sede Bogotá).

Las fibras usadas en la realización de las muestras son las que componen los tejidos y costales, y tienen un diámetro medio ( $\approx$ 1mm) mayor que las fibras sencillas. La Figura 11 muestra un esquema del montaje experimental para un ensayo en tensión de fibras de acuerdo con la norma ASTM C1557 – 14.



Figura 11- Representación esquemática de la prueba de tracción en las fibras

Las condiciones de los ensayos de tracción se encuentran en la Tabla 12:

Norma	ASTM C1557 – 14
Humedad (%)	57.9
Temperatura (°C)	20
Equipo	Shimadzu AG-IS 5KN
Celda de carga	50N
Velocidad del ensayo	5mm.min <sup>-1</sup>

Tabla 12 - Condiciones del ensayo de tracción en las fibras

Para cada probeta se calculó el área de la sección transversal de las fibras (perpendicular el eje de tracción del ensayo) asumiendo que las fibras de fique tienen una sección geométricamente circular. Se midieron con un estereomicroscopio (marca Nikon, modelo SMZ800) entre cuatro y cinco diámetros aproximados para determinar un diámetro medio  $\overline{d}$  de la sección de cada fibra usada como probeta, y se calculó sencillamente el área A con la ecuación:

$$A = \frac{\bar{d}^2\pi}{4}$$

Donde:

A es el área de la sección transversal de la fibra (mm<sup>2</sup>)

 $\overline{d}$  es el diámetro medio aproximado (mm)

Las características geométricas de las probetas usadas para los ensayos de tracción en las fibras se encuentran en la Tabla 13:

Tipo de tratamiento	Probeta	Área A (mm <sup>2</sup> )	Longitud $L_0$ (mm)
Sin Tratamiento	1-1	1.1826	45
Sin Tratamiento	1-2	0.8836	45
Sin Tratamiento	1 – 3	0.9973	45
NaOH	2-1	1.2773	45
NaOH	2-2	1.0397	45
NaOH	2-3	0.7834	45
Parafina	3-2	0.3494	45
Parafina	3-3	0.9081	45
Parafina	3 – 1	0.5042	45

Tabla 13 - Características de las probetas del ensayos de tracción en las fibras de fique

# 3. Caracterización de las láminas de material compuesto

### i. Ensayos de flexión de láminas de concreto

Se realizaron los ensayos de flexión en las láminas de mortero de acuerdo con la norma EFNARC (European Specification for Sprayed Concrete – 10.4 Energy absorption class – Plate Test), ajustada a nuestros recursos. Se usó una máquina universal de ensayos mecánicos, Shimadzu AG-IS Autograph 50kN ubicada en el laboratorio de Estructuras del Departamento de Ingeniería Civil y Agrícola, UNAL sede Bogotá.

s Durante el ensayo, las láminas se colocaron sobre un marco metálico con dimensiones 490 x 490 mm y la carga se entrega a través de una placa de metal con dimensiones de 100 x 100 mm, posicionada en el medio de la lámina de concreto. Se midió la deflexión del centro de la lámina. La Figuras 12 y 13 muestran una modelización del montaje experimental.







Figura 13- Modelización del montaje experimental de los ensayos de flexión en las láminas - Vista de abajo

Para cada serie (concreto sin fibras, concreto con fibras no tratadas, concreto con fibras tratadas con hidróxido de sodio y concreto con fibras recubiertas de parafina), se fallaron entre cuatro y cinco láminas (las láminas SF-5, ST-5 y P-5 no se ensayaron : estas tres láminas se fallaron antes de los ensayos, por mala manipulación. En cada una se fallaron una esquina, o al desmoldeo de las láminas, después del primer de fundición, o al salir del tanque de agua, 14 días después). La velocidad del ensayo es de 1 mm.mn<sup>-1</sup>. Las condiciones de los ensayos se encuentran en la Tabla 14.

Norma	EFNARC – European specification for Sprayed Concrete - Energy Absorption Class – Plate Test
Equipo	Shimadzu AG-IS Autograph 50kN
Velocidad de ensayo	1mm.mn <sup>-1</sup>

Tabla 14- Condiciones de los ensayos de flexión en las láminas de mortero

#### ii. Caracterización visual

Se realizó una caracterización visual a escala macroscópica con fotografías de las láminas falladas después del ensayo y se analizó también la interfaz fibras – mortero a escala microscópica mediante Microscopia Electrónica de Barrido. De las láminas de mortero-fibras falladas se extrajeron varias muestras de aproximadamente 10x10mm que se recubrieron con oro. De estas muestras se eligieron tres que se observaron en un equipo SEM FEI QUANTA 200 ubicado en el laboratorio SEM de la UNAL, sede Bogotá. El voltaje usado oscila entre 12.5 y 25kV.

Muestra	Composición del material compuesto		
ST1	Mortero + Fibras sin tratamiento		
HS3	Mortero + Fibras tratadas con hidróxido de sodio		
PF3	Mortero + Fibras recubiertas de parafina		

Tabla 15- Muestras usadas en la caracterización SEM de las interfaces mortero - fibras

# III. Resultados

### 1. Caracterización de los tratamientos

## i. Espectroscopia FTIR

La Gráfica 1 muestra los resultados de la espectrografía ATR-FTIR para las fibras con diferentes tratamientos superficiales (azul: fibras sin tratamiento, rojo: fibras después de la alcalización, verde: fibras recubiertas de parafina).



Gráfica 1- Espectroscopia infrarroja para las fibras con diferentes tratamientos superficiales

#### ii. Tasa de absorción de agua

La Tabla 15 recopila los valores de las masas de las muestras, medidas antes y después de la saturación en agua (24 horas), y los valores de absorción de agua de las fibras de fique, con diferentes tratamientos superficiales.

	Sin	NaOH	Parafina
	tratamiento		
Masa de las fibras secas (mg)	100.2	100.3	100.3
Masa de las fibras saturadas en agua (mg)	166.6	148.5	139.2
Porcentaje de absorción de agua (%)	66.27	48.06	38.78

Tabla 16- Resultados de la medición de absorción de agua

#### iii. Ensayos de tracción

Las Gráficas 2, 3 y 4 presentan los resultados de los ensayos de tracción conducidos en las fibras sin tratamiento, tratadas con el hidróxido de sodio, y recubiertas de parafina, respectivamente. La Tabla 16 recopila los valores de fuerza máxima aplicada y de desplazamiento máximo, para cada probeta.



Gráfica 2- Ensayos de tracción en las fibras de fique sin tratamiento (Fuerza - Desplazamiento)



Gráfica 3- Ensayos de tracción en las fibras de fique tratadas con NaOH (Fuerza - Desplazamiento)



Gráfica 4- Ensayos de tracción en las fibras de fique recubiertas de parafina (Fuerza - Desplazamiento)

Tipo de	Probeta	Fuerza máxima	Desplazamiento
tratamiento		(N)	máximo (mm)
Sin Tratamiento	1 - 1	186.719	4.255
Sin Tratamiento	1 - 2	117.813	5.511
Sin Tratamiento	1 - 3	156.875	5.489
NaOH	2 - 1	121.719	6.344
NaOH	2 - 2	116.406	5.907
NaOH	2 - 3	93.5938	5.338
Parafina	3 - 2	56.4063	3.873
Parafina	3 - 3	155.469	5.532
Parafina	3 - 1	73.2813	3.946

Tabla 17– Fuerza máxima aplicada y desplazamiento máximo de las probetas del ensayo de tracción de fibras de fique

A partir de los valores de área de sección y de fuerza aplicada en cada momento, se determinaron en cada punto i el esfuerzo  $\sigma_i$  con la ecuación siguiente:

$$\sigma_i = \frac{F_i}{A}$$

Donde:

 $F_i$  es la fuerza (N) aplicada a las fibras en el punto i

A es el área de la sección transversal de la fibra  $(mm^2)$ 

 $\sigma_i$  es el esfuerzo (MPa) en tensión en la fibra en el punto i

La deformación  $e_i$  que representa el porcentaje de alargamiento de la probeta comparado con su tamaño original se calcula con la ecuación siguiente:

$$e_i = rac{\Delta l_i}{L_0} imes 100$$

Donde:

 $e_i$  es el porcentaje de deformación (%)

 $\Delta l_i$  es el desplazamiento medido en el punto *i* (mm), o sea la elongación de la probeta  $L_0$  es la longitud inicial de la probeta (mm). En nuestro caso sigue siendo de 45mm.

A partir de los valores de  $\sigma_i$  y de  $e_i$  se construyeron las curvas esfuerzo – deformación (E-D). Las Gráficas 5, 6 y 7 presentan las curvas para las fibras sin tratamiento, las fibras tratadas con el hidróxido de sodio y las recubiertas de parafina, respectivamente.



Gráfica 5- Curvas esfuerzo - deformación de las fibras sin tratamiento



Gráfica 6- Curvas esfuerzo - deformación de las fibras tratadas con NaOH



Gráfica 7- Curvas esfuerzo - deformación de las fibras recubiertas de parafina

Para determinar el módulo de Young E (o módulo de elasticidad) se calculó la pendiente m de la parte lineal de las curvas esfuerzo – deformación con la ecuación siguiente:

$$E = m = \frac{\Delta\sigma}{\Delta e}$$

Donde:

*E* es el módulo de Young (GPa)

m es la pendiente de la parte lineal de la curva esfuerzo – deformación (GPa)

 $\Delta\sigma$  es la diferencia de tensión aplicada en dos puntos de la parte lineal de la curva E-D

 $\Delta e$  es la diferencia de deformación en dos puntos de la parte lineal de la curva E-D

Para evitar un error demasiado grande al elegir dos puntos al azar de las curvas E-D, se usó una herramienta de regresión lineal con el fin de calcular directamente la

pendiente m. Se eligió la parte lineal de cada curva y se le aplicó una regresión lineal con un coeficiente de determinación  $R^2$  al menos superior a 0,995.

Las Gráficas 8, 9 y 10 presentan las regresiones lineales en las partes rectas de cada curva E-D y se muestran las ecuaciones de las curvas de tipo mx + a, con m la pendiente, igual al módulo de elasticidad.



Gráfica 8- Calculación del módulo de Young: pendiente de la parte lineal de las curvas E-D de las fibras sin tratamiento



Gráfica 9- Calculación del módulo de Young: pendiente de la parte lineal de las curvas E-D de las fibras tratadas con NaOH



Gráfica 10- Calculación del módulo de Young: pendiente de la parte lineal de las curvas E-D de las fibras recubiertas de parafina

La Tabla 17 recopila los valores de resistencia en tensión última  $\sigma_{max}$ , que es el esfuerzo máximo alcanzado por la probeta; los valores de deformación última  $e_{max}$ , que es la deformación máxima alcanzada por la probeta sin pérdida de resistencia, o sea la elongación al valor de esfuerzo que corresponde a la resistencia última; y los valores del módulo de elasticidad.

Tipo de tratamiento	Probeta	Resistencia última (MPa)	Deformación máxima (%)	Módulo de Young (GPa)
Sin Tratamiento	1 - 1	157,89	9,46	17,289
Sin Tratamiento	1 - 2	133.33	12.25	15.642
Sin Tratamiento	1 - 3	157.30	12.20	14.253
NaOH	2 - 1	95.29	14.10	10.91
NaOH	2 - 2	111.96	13.13	8.777
NaOH	2 - 3	119.47	11.86	7.168
Parafina	3 - 2	161.44	8.61	18.913
Parafina	3 - 3	171.20	12.29	16.073
Parafina	3 - 1	145.34	8.77	17.485

Tabla 18- Resistencia última, deformación máxima y módulo de Young de las probetas del ensayo de tracción de fibras de fique

# 2. Caracterización de las láminas de material compuesto

Las Gráficas 11 a 14 presentan los resultados de los ensayos de flexión conducidos en las láminas. Cada gráfica corresponde a una composición diferente del compuesto.



Gráfica 11- Ensayo en flexión de láminas de mortero sin fibras



Gráfica 12- Ensayo en flexión de láminas de mortero reforzadas con fibras de fique no tratadas



Gráfica 13- Ensayo en flexión de láminas de mortero reforzadas con fibras de fique tratadas con hidróxido de sodio (NaOH)



Gráfica 14- Ensayo en flexión de láminas de mortero reforzadas con fibras de fique recubiertas de parafina

Se obtuvo la energía absorbida  $E_{abso}$  por las láminas de mortero calculando el área debajo de la curva fuerza-desplazamiento. Ya que las curvas se componen de valores discretos (i.e. en el punto *i*, que corresponde a un desplazamiento  $d_i$ , existe un único valor de fuerza  $F_i$  asociada) se puede descomponer el área de cada curva como la suma de integrales simples. La siguiente ecuación expresa el cálculo de la energía absorbida

$$E_{abso(tot)} = \int_{a}^{b} f(x) dx \sim \sum_{i=0}^{n-1} I_{i}$$

Donde:

 $E_{abso(tot)}$  es la energía total absorbida por la lámina durante la prueba (J)

a el límite inferior de desplazamiento (0mm)

b el límite superior de desplazamiento (5mm)

f(x) la representación de la curva fuerza – desplazamiento

dx es el desplazamiento unitario infinitesimal

i es el índice de valor discreto

n es el número total de valores discretos

 $I_i$  es la integral asociada a los índices  $i \in i + 1$ 

Se calcula los valores de las integrales con la ecuación siguiente:

$$I_i = \frac{f(x_i) + f(x_{i+1})}{2} (x_{i+1} + x_i)$$

Donde:

 $x_i$  es el valor de desplazamiento para el índice i $x_{i+1}$  es el valor de desplazamiento para el índice i + 1 $f(x_i)$  es el valor de la fuerza para el índice i (N)  $f(x_{i+1})$  es el valor de la fuerza para el índice i + 1 (N) NB : los valores de fuerza obtenidos con el ensayo están en kg.F (kilopondio o kilogramo-fuerza) que no es una unidad del sistema internacional. Para poder manejar estos valores hay que convertirlos en Newtons con la siguiente relación : 1 kg.F = 9.81 N.

Así, se puede obtener la energía absorbida por las láminas en cada momento con la siguiente ecuación :

$$E_{abso(k)} = \sum_{i=0}^{k-1} \frac{f(x_i) + f(x_{i+1})}{2} (x_{i+1} + x_i)$$

Donde k es un valor de índice entre 0 y n.

Se usó esta ecuación para construir las Gráficas 15 a 18, que muestran los valores de energía absorbida por cada lámina, cada gráfica corresponde a una composición específica del material compuesto.



Gráfica 15- (Izquierda) : Energía absorbida por las láminas de mortero sin fibras de fique

Gráfica 16- (Derecha) : Energía absorbida por las láminas de mortero reforzadas con fibras de fique no tratadas



Gráfica 17- (Izquierda) : Energía absorbida por las láminas de mortero reforzadas con fibras de fique tratadas al hidróxido de sodio (NaOH)

Gráfica 18- (Derecha) : Energía absorbida por las láminas de mortero reforzadas con fibras de fique recubiertas de parafina

Composición de la lámina	Nombre	Fuerza máxima	Energía absorbida
		admisible (kg.F)	total (J)
Sin Fibras	SF-1	322.54	9.33
Sin Fibras	SF-2	296.12	21.07
Sin Fibras	SF-3	261.77	33.17
Sin Fibras	SF-4	326.22	42.00
Fibras sin Tratamiento	ST-1	150.02	45.77
Fibras sin Tratamiento	ST-2	202.37	43.10
Fibras sin Tratamiento	ST-3	292.77	56.23
Fibras sin Tratamiento	ST-4	324.50	46.03
Fibras + NaOH	HS-1	285.23	41.75
Fibras + NaOH	HS-2	255.92	31.01
Fibras + NaOH	HS-3	389.40	46.70
Fibras + NaOH	HS-4	255.66	53.52
Fibras + NaOH	HS-5	275.92	49.54
Fibras + Parafina	P-1	315.91	39.47
Fibras + Parafina	P-2	340.57	44.00
Fibras + Parafina	P-3	252.63	31.36
Fibras + Parafina	P-4	257.72	38.49

La Tabla 18 recopila los valores de fuerza máxima admisible y de energía absorbida total por cada lámina.

Tabla 19- Fuerza máxima admisible y energía absorbida total de las láminas de mortero en ensayos de flexión

# IV. Análisis de resultados

## 1. Caracterización de los tratamientos

# i. Espectroscopia Infrarrojo por Transformada de Fourier (FTIR – ATR)

La Gráfica 19 muestra la posición de los picos característicos de los materiales celulósicos en comparación con los espectrogramas obtenidos de las fibras con tratamientos superficiales diferentes.



Gráfica 19- Espectroscopia infrarroja para las fibras con diferentes tratamientos superficiales con marcadores en los picos característicos

Se desarrollaron dos análisis de los espectrogramas: un primer análisis de las curvas FTIR sin corrección adicional a la efectuada por el laboratorio encargado de hacer el análisis, y un segundo análisis con una corrección de tipo *baseline* aplicada a cada pico característico.

La Tabla 19 recopila los valores de transmitancia obtenida con el análisis FTIR sin corrección adicional, para los picos característicos de los materiales celulósicos. Para una mejor legibilidad, muestra también las correspondencias entre los picos característicos, el movimiento del enlace correspondiente y la presencia de celulosa, de hemicelulosa y/o de lignina.

La Gráfica 20 muestra la variación del porcentaje de transmisión en las bandas características, para cada tipo de tratamiento superficial. Un mayor porcentaje de transmitancia indica una menor presencia de los enlaces correspondientes, y por lo tanto una menor presencia de los componentes de las fibras (celulosa, lignina, hemicelulosa) (41).

Pico			Transmitancia (%)			
Posición	Asignación	Significación	Fibras sin	Fibras +	Fibras +	
(cm <sup>-1</sup> )			tratamiento	NaOH	parafina	
3300	Estiramiento del enlace O-H	Presencia de celulosa, lignina, y hemicelulosa	91.2	97.3	98.8	
2915	Estiramiento del enlace C-H	Presencia de celulosa y hemicelulosa	92.2	97.0	97.3	
1735	Estiramiento del enlace C=O	Presencia de lignina y hemicelulosa	96.9	99.1	99.0	
1625	Estiramiento del enlace C=C	Presencia de agua absorbida por la celulosa no cristalina	93.8	97.9	98.3	
1370	Flexión del enlace C-H	Presencia de lignina	96.3	97.2	98.0	
1240	Estiramiento del enlace C-O	Presencia de lignina y hemicelulosa	95.9	97.8	97.9	
1160	Estiramiento del enlace C-O-C	Presencia de celulosa	95.4	96.0	97.0	
1028	Flexión del aromático C-O	Presencia de lignina	82.7	89.3	92.7	

Tabla 20- Porcentaje de transmisión para cada pico característico de las fibras con diferentes tratamientos



Gráfica 20- Porcentaje de transmisión para cada pico característico de las fibras con diferentes tratamientos

La variación de transmitancia en la primera banda a 3300 cm<sup>-1</sup> (presencia de celulosa, lignina y hemicelulosa) ya indica que la composición de la superficie de las fibras ha sido alterada con los diferentes tratamientos: el porcentaje de transmitancia es más alto para las fibras con una alcalización (97.3%) o un recubrimiento superficial (98.8%) que para las fibras sin tratamiento (92.2%), lo que indica una pérdida de algunos de los componente celulósicos en la superficie de las fibras. Esta tendencia se encuentra de nuevo en el pico 1028 cm<sup>-1</sup>, que manifiesta una disminución de la lignina en la superficie de las fibras tratadas. Se nota que el porcentaje de transmitancia correspondiente al contenido en celulosa (pico a 1160 cm<sup>-1</sup>) no varía mucho entre los tres tipos de tratamiento (95.4, 96 y 97%), sugiriendo un efecto bajo de los tratamientos sobre el contenido en celulosa. La banda a 1625 cm<sup>-1</sup> está asociada a las moléculas de agua absorbidas por la celulosa, y se nota que las dos muestras de fibras tratadas presentan un porcentaje más alto, o sea una cantidad de agua absorbida menor.

Para completar esta primera parte del análisis de los FTIR, se eligió realizar una corrección de tipo *baseline* de los picos 2915, 1735, 1370, y 1240 cm<sup>-1</sup> para afinar el estudio de la influencia de los tratamientos en la presencia de hemicelulosa (bandas características a 2915, 1735, y 1240 cm<sup>-1</sup>) y de lignina (bandas a 1735, 1370 y 1240 cm<sup>-1</sup>), los dos componentes que favorecen la absorción de agua y la degradación de la fibra de fique en la matriz cementante, y que no intervienen mucho en la resistencia mecánica de la fibra.

La idea de la corrección *baseline* es de normalizar los picos seleccionados para evaluar la variación real de la intensidad de cada pico y no solamente la variación del valor de transmitancia. Para cada uno de los picos de las tres curvas (sin tratamiento, NaOH, y parafina), se le sumó a los valores un polinomio diferente, de tal manera que los extremos de los picos tengan un valor de transmitancia de 100%. La forma del polinomio empleado es simple, con un grado de 1 (línea de ecuación y = ax + b). Se calculó luego el porcentaje de transmitancia de las diferentes muestras, en las bandas características mencionadas previamente.

La Gráfica 21 muestra el principio de la corrección baseline linear empleada:



Gráfica 21- Proceso de corrección baseline de un espectrograma FTIR

La Gráfica 22 muestra la diferencia entre los picos 1240 cm<sup>-1</sup>, con y sin la corrección:



Gráfica 22- Aplicación de una corrección baseline en el pico característico a 1240 cm<sup>-1</sup>. Izquierda: Sin la corrección. Derecha: con la corrección
Se nota que sin la corrección (izquierda) el porcentaje de transmitancia es casi igual para las dos fibras tratadas (NaOH: 97.81%, parafina: 97.91%), pero cuando se aplica el polinomio, se observa una diferencia de intensidad en los picos entre los dos tratamientos: la intensidad del pico de la fibra alcalinizada (97,75% de transmitancia) es más reducida que la intensidad del pico de la fibra recubierta de parafina (99,24%). Este pico corresponde a la presencia de lignina y de hemicelulosa, se podría entonces pensar que en la alcalinización se han eliminado una mayor cantidad de estas moléculas que en el recubrimiento superficial.

La Gráficas 23 muestra los picos a 2915 (a), 1735 (b) y 1370 cm<sup>-1</sup>(c), rectificados con la corrección *baseline*.



Gráfica 23- (a) Pico característico a 2915 cm-1 rectificado con la corrección baseline. (b) Pico característico a 1735 cm-1 rectificado con la corrección baseline. (c) Pico característico a 1370 cm-1 rectificado con la corrección baseline.

La Tabla 20 recopila las valores de transmitancia con la corrección para los picos característicos 2915, 1735, 1370, y 1240 cm<sup>-1</sup> y muestra también las correspondencias entre los picos característicos, el movimiento del enlace correspondiente, y la presencia de celulosa, de hemicelulosa y/o de lignina.

	Pico	Transmitancia (%)			
Posición	Asignación	Significación	Fibras sin	Fibras	Fibras
(cm <sup>-1</sup> )			tratamiento	+	+
				NaOH	parafina
2915	Estiramiento	Presencia de			
	del enlace C-H	celulosa y	97.23	98.1	96.81
		hemicelulosa			
1735	Estiramiento	Presencia de lignina			
	del enlace	y hemicelulosa	97.7	99.28	98.12
	C=O				
1370	Flexión del	Presencia de lignina	08.0	00 73	00.76
	enlace C-H		20.2	99.15	99.70
1240	Estiramiento	Presencia de lignina 07 27 00 75		00.75	00.24
	del enlace C-O	y hemicelulosa	21.31	99./J	99.24

Tabla 21- Porcentaje de transmisión para los picos característicos rectificados de las fibras con diferentes tratamientos

La Gráfica 24 muestra la variación del porcentaje de transmisión en las bandas características, para cada tipo de tratamiento superficial.



Gráfica 24- Porcentaje de transmisión para los picos característicos rectificados de las fibras con diferentes tratamientos

Se nota que el tratamiento con hidróxido de sodio es el que más reduce la presencia de lignina y de hemicelulosa en la superficie de las fibras, presencia caracterizada por los picos 1735 cm<sup>-1</sup> y 1240 cm<sup>-1</sup>. Luego viene el recubrimiento de parafina, cuyo efecto es remarcable en el pico 1240 cm<sup>-1</sup>. La banda a 1370 cm<sup>-1</sup>, que corresponde al contenido de lignina, muestra una ligera reducción entre la intensidad del pico de las fibras no tratadas, y la intensidad de las fibras con tratamiento, sin poder concluir cuál

tratamiento favorece la eliminación de la lignina. El estiramiento del enlace C-H, caracterizado por el pico 2915cm<sup>-1</sup> es mayor en las fibras recubiertas de parafina que en las otras dos fibras. Este resultado podría verse afectado por la presencia del enlace C-H en la parafina (de composición  $C_nH_{2n+2}$ ). No obstante, observamos también para este pico una transmitancia importante en la muestra alcalinizada, mostrando una reducción de la celulosa y/o hemicelulosa, en comparación con la fibra no tratada.

## ii. Micrografías SEM

Se observa en las Figuras 14, 15 y 16 micrografías SEM de las fibras, sin tratamiento, con alcalinización y con recubrimiento de parafina, respectivamente. Los niveles de magnificación empleados son 800x (micrografías de la izquierda) y 2000x (micrografías de la derecha).

La Figura 14 muestra una presencia importante de polvo en la superficie de la fibra no tratada, y se observa, a parte de estas impurezas, una superficie que parece casi lisa.



Figura 14- Micrografías SEM de la superficie de una fibra sin tratamiento. Izquierda magnificación x800. Derecha magnificación x2000

En la Figura 15 se observan micro-degradaciones en la superficie de las fibras, presumiblemente causados por la reacción de mercerización : los iones sodio y potasio (Na+ y K+) contenidos en el cemento se fijan en los grupos hidroxilos (-OH) de los constituyentes de las fibras.

## $Na^+, K^+ + OH^- \rightarrow NaOH, KOH$

La mineralización de las paredes (perdida de elasticidad) y el cambio de volumen (esfuerzos importantes) contribuyen también en la degradación de las fibras. Estas cavidades, que se manifiestan como puntos más oscuros que la región donde se ubican, puede ser interpretados como una pérdida de elementos constituyentes de la pared celulósica de la fibra.



Figura 15- Micrografías SEM de la superficie de una fibra tratada con NaOH. Izquierda magnificación x800. Derecha magnificación x2000

La Figura 16 presenta una presencia muy importante de parafina en la superficie de la fibra, y se nota que el recubrimiento no es total, con muchas discontinuidades y variaciones de espesores.



Figura 16- Micrografías SEM de la superficie de una fibra recubierta de parafina. Izquierda magnificación x800. Derecha magnificación x2000

## iii. Tasa de absorción de agua

La Tabla 22 recopila los valores de absorción de agua de las fibras sujetas a diferentes tratamientos, y se explica la variación de absorción de agua en comparación con la fibra no tratada.

	Sin tratamiento	NaOH	Parafina
Porcentaje de absorción de agua (%)	66.27	48.06	38.78
Variación en comparación con la fibra no tratada (%)	100	72.52	58.52

Tabla 22- Influencia de los tratamientos superficiales en la absorción de agua de las fibras de fique.

En comparación con las fibras sin ningún tratamiento, las fibras preparadas con la solución de hidróxido de sodio han absorbido alrededor de un 28% menos de agua. Las fibras recubiertas de parafina han absorbido hasta un 40% menos de agua que las sin tratamiento. Observamos que ambos tratamientos permiten reducir la absorción de agua de la fibra, que el recubrimiento superficial es más eficiente en este sentido, y que los dos procesos no alcanzan a hacer la fibra de fique totalmente impermeable.

## iv. Ensayos de tracción

## 1. Resistencia última

La Gráfica 25 representa en un diagrama de caja la variación de la resistencia última de las fibras de fique con y sin tratamiento químico. La Tabla 23 contiene los valores significativos obtenidos con el ensayo de tracción en las fibras.

Resistencia última (MPa)						
Tipo deMuestrasMediaDesviaciónValorValor						
tratamiento			Estándar	Mínimo	Máximo	
NaOH	3	108.91	12.37	95.29	119.29	
Parafina	3	159.33	13.06	145.34	153.39	
Sin Tratamiento	3	149.51	14.01	133.33	157.89	



Tabla 23- Ensayo de tracción en las fibras de fique – Resistencia mecánica

Gráfica 25- Diagrama de caja - Resistencia última de las fibras de fique

Los ensayos de tracción son independientes entre ellos mismos; conocer la realización de uno no influye en la realización de los otros. Por lo tanto, todos los valores experimentales obtenidos con estos ensayos son independientes, y se cumple la primera condición de aplicación de la prueba ANOVA, para esta variable de resistencia mecánica, y para los dos siguientes.

La Tabla 24 presenta el estudio de la condición de normalidad para el análisis ANOVA de la resistencia mecánica de las fibras de fique.

Shapiro – Wilk	p-valor
0.82959	0.4418

Tabla 24- Estudio de normalidad - Resistencia mecánica de las fibras de fique

Considerando un intervalo de confianza de 95% ( $\alpha = 0.05\%$ ), no se rechaza la hipótesis nula y se considera que los valores de resistencia máxima siguen una ley normal, porque el p-valor es superior a  $\alpha$ . Se verifica la segunda condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 25 presenta el estudio de la condición de homocedasticidad de la variable resistencia mecánica.

Brown-Forsythe Levene	p-valor
0.0024177	0.9976

Tabla 25- Estudio de homocedasticidad - Resistencia mecánica de las fibras de fique

El p-valor es mayor a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05\%$ ), por lo tanto, no se rechaza la hipótesis nula y se considera que las varianzas de las resistencias máximas son iguales. Se verifica la tercera condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 26 muestra la realización del análisis de varianza de la resistencia última de las fibras.

	gL	Suma de los cuadrados	Promedio de los cuadrados	F- value	p- value	Nivel de Significancia
Tratamientos	2	4287	2143.3	12.37	0.00744	**
Residuos	6	1040	173.3			

Tabla 26- Tabla ANOVA - Resistencia mecánica de las fibras de fique

Se observa un p-valor < 1% y un nivel de significancia importante, indicando una diferencia significativa entre, al menos, dos grupos de tratamientos. Se rechaza entonces la hipótesis nula y podemos concluir que los tratamientos superficiales influyen en la resistencia mecánica de las fibras.

Tipo de tratamiento	Sin Tratamiento	NaOH	Parafina
Sin Tratamiento	×	0.021	0.652
NaOH	0.021	×	0.008
Parafina	0652	0.008	×

La Tabla 27 recopila los valores de comparaciones múltiples de las medias (prueba post-hoc HSD de Tukey), y la Tabla 28 presenta los grupos de tratamientos obtenidos.

Tabla 27- Prueba HSD de Tukey - Resistencia mecánica de las fibras de fique

Grupo	Tipo de tratamiento	Valor medio (MPa)
а	Sin Tratamiento	149.51
a	Parafina	159.33
b	NaOH	108.91

Tabla 28- Grupos significativamente diferentes - Resistencia mecánica de las fibras de fique

Se nota que existen dos grupos significativamente diferentes (a y b), el grupo a formado por las fibras no tratadas y las fibras recubiertas de parafina, y el grupo b formado por las fibras tratadas con hidróxido de sodio. Se concluye que, tal como se podía observar en el diagrama de caja, la alcalinización con una solución de NaOH al 5% en peso reduce significativamente la resistencia en tracción de fibras de fique, y que la adición de parafina no tiene efectos remarcables.

#### 2. Módulo de elasticidad

La Gráfica 26 representa en un diagrama de caja la variación del módulo de Young de las fibras de fique, entre los grupos de tratamientos químicos. La Tabla 29 contiene los valores significativos obtenidos con el ensayo de tracción en las fibras.

Módulo de Young (GPa)						
Tipo deMuestrasMediaDesviaciónValorValor						
tratamiento			Estándar	Mínimo	Máximo	
NaOH	3	8.952	1.877	7.168	10.910	
Parafina	3	17.490	1.420	16.073	18.913	
Sin Tratamiento	3	15.728	1.519	14.253	17.289	

Tabla 29 - Ensayo de tracción en las fibras de fique - Módulo de elasticidad



Gráfica 26- Diagrama de caja - Módulo de elasticidad

La Tabla 30 presenta el estudio de la condición de normalidad para el análisis ANOVA del módulo de elasticidad de las fibras de fique.

Shapiro – Wilk	p-value
0.90347	0.2728

Debido que el p-valor es superior a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05$ ), no se rechaza la hipótesis nula y se considera que los valores del módulo de Young siguen una ley normal. Se verifica la segunda condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 31 presenta el estudio de la condición de homocedasticidad de la variable módulo de elasticidad.

<b>Brown-Forsythe Levene</b>	p-value			
0.08360	0.9209			
	1 1 3 67 1 1 1 1			

Tabla 31- Estudio de homocedasticidad - Módulo de elasticidad

Porque el p-valor es mayor a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05$ ), no se rechaza la hipótesis nula y se considera que las varianzas de los módulos de Young son iguales. Se verifica la tercera condición de validez de la prueba ANOVA.

	gL	Suma de los cuadrados	Promedio de los cuadrados	F- value	p- value	Nivel de Significancia
Tratamientos	2	121.9	60.97	23.3	0.00148	**
Residuos	6	15.7	2.62			

La Tabla 32 muestra la realización del análisis de varianza del módulo de elasticidad de las fibras.

Tabla 32- Tabla ANOVA - Módulo de elasticidad

Se observa un p-valor < 1% y un nivel de significancia importante, indicando una diferencia significativa entre, al menos, dos grupos de tratamientos. Se rechaza entonces la hipótesis nula y se puede concluir que los tratamientos superficiales influyen en el módulo de elasticidad de las fibras.

La Tabla 33 recopila los valores de comparaciones múltiples de las medias (prueba post-hoc HSD de Tukey), y la Tabla 34 presenta los grupos de tratamientos obtenidos.

Tipo de tratamiento	Sin Tratamiento	NaOH	Parafina
Sin Tratamiento	×	0.0037	0.3008
NaOH	0.0037	×	0.00095
Parafina	0.3008	0.00095	×

Tabla 33- Prueba HSD de Tukey - Módulo de elasticidad

Grupo	Tipo de tratamiento	Valor medio (GPa)
а	Sin Tratamiento	15.728
а	Parafina	17.490
b	NaOH	9.856

Tabla 34- Grupos significativamente diferentes - Módulo de elasticidad

Se nota que existen otra vez los dos mismos grupos significativamente diferentes a y b, el grupo a formado por las fibras no tratadas y las fibras recubiertas de parafina, y el grupo b formado por las fibras tratadas con hidróxido de sodio. Se concluye que, tal como se podía observa en el diagrama de caja, la alcalinización con una solución de NaOH al 5% en peso reduce significativamente el módulo de Young, y que la adición de parafina no tiene efectos remarcables.

### 3. Deformación máxima

La Gráfica 27 representa en un diagrama de caja la variación de la deformación máxima de las fibras de fique, entre los grupos de tratamientos químicos. La Tabla 35 contiene los valores significativos obtenidos con el ensayo de tracción en las fibras.

Deformación de las fibras (%)								
Tipo deMuestrasMediaDesviaciónValorValor								
tratamiento			Estándar	Mínimo	Máximo			
NaOH	3	13.028	1.120	11.862	14.097			
Parafina	3	9.889	2.083	8.607	12.292			
Sin Tratamiento	3	11.300	1.596	9.455	12.247			



Tabla 35- Ensayos de tracción en las fibras de fique - Deformación máxima

Gráfica 27- Diagrama de caja - Deformación máxima

La Tabla 36 presenta el estudio de la condición de normalidad para el análisis ANOVA de la deformación máxima de las fibras de fique.

Shapiro – Wilk	p-value
0.92097	0.4003

Tabla 36- Estudio de normalidad- Deformación máxima

Ya que el p-valor es superior a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05\%$ ), no se rechaza la hipótesis nula y se considera que los valores de deformación máxima siguen una ley normal. Se verifica la segunda condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 37 presenta el estudio de la condición de homocedasticidad.

	<b>Brown-Forsythe Levene</b>	p-value
	0.07816	0.9257
Tabla 3	7- Estudio de homocedasticidad- I	Deformación 1

Porque el p-valor es mayor a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05\%$ ), no se rechaza la hipótesis nula y se considera que las varianzas de los porcentajes de deformación máxima son iguales. Se verifica la tercera condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 38 muestra la realización del análisis de varianza de la deformación máxima de las fibras.

	gL	Suma de los cuadrados	Promedio de los cuadrados	F- value	p- value	Nivel de Significancia
Tratamientos	2	14.83	7.417	2.732	0.143	
Residuos	6	16.29	2.715			

Tabla 38- Tabla ANOVA- Deformación máxima

Se observa un p-valor >  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05 = 5\%$ ), lo que indica que no existen grupos significativamente diferentes. Se acepta entonces la hipótesis nula y se puede concluir que los tratamientos superficiales no influyen significativamente en la deformación máxima de las fibras.

# 2. Caracterización de las láminas de material compuesto

- i. Ensayos de flexión de las láminas de concreto
  - 1. Fuerza máxima admisible

La Gráfica 28 presenta en un diagrama de caja la variación de la fuerza máxima admisible por las láminas de mortero, con diferentes tipos de refuerzos. La Tabla 39 contiene los valores significativos obtenidos con el ensayo de flexión en las fibras.

Fuerza máxima (kg.F)									
Tipo de refuerzo	Valor	Valor							
			Estándar	Mínimo	Máximo				
NaOH	5	292.43	55.71	255.66	389.40				
Parafina	4	291.71	43.42	252.63	340.57				
Sin Fibras	4	242.42	80.44	150.02	324.50				
Sin Tratamiento	4	301.66	29.78	261.77	326.22				

Tabla 39- Ensayos de flexión en las láminas - Fuerza máxima admisible



Fuerza máxima admisible por las láminas

Gráfica 28- Diagrama de caja - Fuerza máxima admisible

Los ensayos de flexión en las láminas son independientes entre ellos mismos; conocer la realización de uno no influye en la realización de los otros. Por lo tanto, todos los valores experimentales obtenidos con estos ensayos son independientes, y se cumple la primera condición de aplicación de la prueba ANOVA, para esta variable de fuerza máxima admisible, y para la siguiente con la de absorción de energía. La Tabla 40 presenta el estudio de la normalidad de la variable fuerza máxima admisible por las láminas de compuesto.

Shapiro – Wilk	p-value
0.94637	0.4017

Tabla 40- Estudio de normalidad - Fuerza máxima admisible

El p-valor es superior a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05\%$ ), por lo tanto, no se rechaza la hipótesis nula y se considera que los valores de fuerza siguen una ley normal. Se verifica la segunda condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 41 presenta el estudio de la condición de homocedasticidad de la variable fuerza admisible.

<b>Brown-Forsythe Levene</b>	p-value
1.5774	0.2425

Tabla 41- Estudio de homocedasticidad - Fuerza máxima admisible

El p-valor es mayor a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05\%$ ), entonces no se rechaza la hipótesis nula y se considera que las varianzas en la fuerza admisible son iguales. Se verifica la tercera condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 42 muestra la realización del ANOVA de la fuerza máxima admisible por las láminas.

	gL	Suma de	Promedio de	F-	p	Nivel de
		108	108	value	value	Significancia
		cuadrados	cuadrados			
Tratamientos	3	8727	2909	0.942	0.449	
Residuos	13	40143	3088			

Tabla 42- Tabla ANOVA - Fuerza máxima admisible

Se observa un p-valor >  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05 = 5\%$ ), lo que indica que no existen grupos significativamente diferentes. Se acepta entonces la hipótesis nula y se puede concluir que el refuerzo usado en el material compuesto no influye en la resistencia en flexión de las láminas, y que es la matriz cementante la que condiciona esta propiedad del material.

### 2. Absorción de energía

La Gráfica 29 presenta en un diagrama de caja la variación de energía absorbida por las láminas de mortero, con diferentes tipos de refuerzos. La Tabla 43 contiene los valores significativos obtenidos con el ensayo de flexión en las fibras.

Energía absorbida (J)									
Tipo de refuerzo	Muestras	Media	Desviación	Valor	Valor				
			Estándar	Mínimo	Máximo				
NaOH	5	44.50	8.67	31.01	53.52				
Parafina	4	38.33	5.23	31.36	36.71				
Sin Fibras	4	26.39	14.25	9.33	42.00				
Sin Tratamiento	4	47.78	5.78	43.10	56.23				

Tabla 43- Ensayos de flexión en las láminas - Energía absorbida

#### Energía absorbida



Gráfica 29- Diagrama de caja - Energía absorbida

La Tabla 44 presenta el estudio de la normalidad de los valores de energía absorbida por las láminas de compuesto.

Shapiro – Wilk	p-value
0.98287	0.9787

Tabla 44- Estudio de la normalidad - Energía absorbida

El p-valor es superior a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05\%$ ), por lo tanto, no se rechaza la hipótesis nula y se considera que los valores de fuerza siguen una ley normal. Se verifica la segunda condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 45 presenta el estudio de la condición de homocedasticidad de la variable fuerza admisible.

Brown-Forsythe Levene	p-value
1.9679	0.1687

Tabla 45- Estudio de la homocedasticidad - Energía absorbida

Porque el p-valor es mayor a  $\alpha$  ( $\alpha = 0.05\%$ ), no se rechaza la hipótesis nula y se considera que las varianzas son iguales. Se verifica la tercera condición de validez de la prueba ANOVA.

La Tabla 46 muestra la realización de la prueba ANOVA de la energía absorbida por las láminas.

	gL	Suma de los cuadrados	Promedio de los cuadrados	F- value	p- value	Nivel de Significancia
Tratamientos	3	1092	364.2	4.334	0.252	*
Residuos	13	1092	84.0			

Tabla 46- Tabla ANOVA - Energía absorbida

Se observa un p-valor < 1% y un nivel de significancia importante, indicando una diferencia significativa entre, al menos, dos grupos de tipo de refuerzo en la matriz cementante. Se rechaza entonces la hipótesis nula y se puede concluir que el empleo de refuerzos en el material compuesto influye en la capacidad de absorción de energía. Se analiza luego cada grupo, haciendo comparación múltiple, para determinar si el tratamiento en los tejidos tiene una influencia.

La Tabla 47 recopila los valores de comparaciones múltiples de las medias (prueba post-hoc HSD de Tukey), y la Tabla 48 presenta los grupos de tratamientos obtenidos.

Tipo de refuerzo	Sin Fibras	Sin Tratamiento	NaOH	Parafina
Sin Fibras	×	0.026	0.049	0.299
Sin Tratamiento	0.026	×	0.949	0.488
NaOH	0.049	0.949	×	0.750
Parafina	0.299	0.488	0.750	×

Tabla 47- Prueba HSD de Tukey - Energía absorbida

Grupo	Tipo de refuerzo	Valor medio (J)
a	Sin Fibras	26.39
b	Sin Tratamiento	47.78
b	NaOH	44.50
ab	Parafina	38.33

Tabla 48- Grupos significativamente diferentes - Energía absorbida

Se nota que existen dos grupos remarcables *a* y *b*, el grupo *a* constituido por el material sin refuerzo, y el *b* por el material compuesto con las fibras no tratadas y las fibras con

alcalinización. El recubrimiento con parafina pertenece al grupo *ab*, o sea que no tiene diferencia significativa en la absorción de energía con los otros dos tratamientos, pero que tampoco mejora significativamente la capacitad de absorción de energía, en comparación con láminas de mortero sin ninguno refuerzo.

## ii. Interfaz matriz-refuerzo en la falla

## 1. Patrón de fisura

La Fotografías 8 presenta los patrones de fisuras características de las láminas de mortero con y sin refuerzo.

Se observa que las láminas sin tejido fallan completamente y no presentan ninguna ductilidad. Las fisuras empiezan desde el centro hasta alcanzar los cuatro bordes de las láminas. Al contrario, si el material es compuesto (reforzado con un tejido de fibras de fique), la lámina no falla completamente y el tejido ayuda a mantener la cohesión de la matriz cementante , probablemente se presentó el fenómeno de puenteo, el cual no permite que se agriete el concreto fácilmente.



Fotografía 8 - (a) Patrón de fisura de una lámina de mortero no reforzada. (b) Patrón de fisura de una lámina de mortero reforzada con un tejido de fique.

### 2. Fotografías de la interfaz mortero – fibras

En las Figuras 17 a 19 se observan las interfaces mortero – fibras después de la falla. Las fotografías de la izquierda presentan una vista global del fragmento de lámina fallada, y las fotografías de la derecha muestran un enfoque del tejido.



Figura 17- Fotografías de la interfaz del material compuesto mortero - fibras no tratadas



Figura 18- Fotografías de la interfaz del material compuesto mortero - fibras tratadas con hidróxido de sodio



Figura 19- Fotografías de la interfaz del material compuesto mortero - fibras recubiertas de parafina

Se nota que, aunque el material compuesto mortero – fique parece continuo, aparecen pequeños vacíos en la matriz, alrededor las fibras del tejido. En esas zonas los tejidos no están bien adheridos al mortero y las fibras de fique tienen movilidad. Además, se observa que cuando el material falla, las fibras que componen los tejidos se desenrollan y las superficies de las fibras que no han sido expuestas al medio cementante previamente, se encuentran en contacto con la matriz. Se puede ver en la Fig. 17 la delaminación translaminar, que indica un cambio de dirección de la propagación de la fisura. Este tipo de delaminación se encontró en casi todas las láminas reforzadas que fueron falladas, sin influencia notable del tratamiento aplicado en las fibras.

#### 3. Micrografías SEM

Se observa en las Figuras 20, 21 y 22 micrografías SEM de muestras de fibras de fique en la matriz cementante, a la falla. Se observa respectivamente fibras sin tratamiento, con alcalinización y con recubrimiento de parafina. Los niveles de magnificación varían entre 50x y 800x.



Figura 20- Micrografía SEM de la interfaz del material compuesto mortero – fibra no tratada. Izquierda magnificación x200. Derecha magnificación x800



Figura 21- Micrografía SEM de la interfaz del material compuesto mortero – fibra alcalinizadas. Izquierda magnificación x200. Derecha magnificación x800



Figura 22- Micrografía SEM de la interfaz del material compuesto mortero – fibra recubiertas de parafina. Izquierda magnificación x50. Derecha magnificación x400

Las tres micrografías muestran y confirman la presencia de vacíos en la matriz alrededor de las fibras de fique. Sin embargo, se observa que las fibras penetran bien en el cemento, y que existe una verdadera cohesión matriz/refuerzo. En la Fig. 21 se puede notar micro-degradaciones en la superficie de la fibra tratada con hidróxido de sodio, que presumiblemente pueden ser atribuidos al proceso de mercerización. Se observa muy bien en la Fig. 22 el desenrollado de la fibra de parafina evocado previamente.

# 3. Evaluación de los tratamientos en la superficie de las fibras

El análisis de la espectrografía FTIR – IR muestra que ambos tratamientos reducen la hemicelulosa presente en la superficie de las fibras de fique. La alcalinización presenta una eficiencia menor al recubrimiento con parafina liquida, en cuanto a la eliminación de la lignina, pero ambos tratamientos permiten disminuir su presencia. Esta dificultad en limpiar la lignina con una solución alcalina es confirmada por otros estudios (30).

Las observaciones microscópicas con el equipo SEM muestran que el recubrimiento con la parafina es discontinuo y presenta sobre espesores. Estas imperfecciones indican que el proceso empleado de recubrimiento de un tejido con parafina liquida no es óptimo y no garantiza un recubrimiento completo. Las fotografías SEM de las fibras alcalinizadas confirman las consecuencias del tratamiento, con la aparición de cavidades en la pared leñosa. Sin embargo, el ensayo de tensión en las fibras de fique presenta una reducción de las propiedades mecánica en las fibras alcalinizadas. La prueba ANOVA confirma que el tratamiento con una solución de hidróxido de sodio induce una disminución significativa de los valores de resistencia mecánica y de módulo de elasticidad. Otras investigaciones (54) (55) han mostrado que, con un proceso de alcalinización adecuado, se puede mejorar la resistencia a la tracción de fibras naturales, lo que no fue observable con el proceso empleado en este trabajo. Esto parece indicar que la alcalinización fue muy agresiva con el fique (56) (concentración en NaOH demasiada alta o mal enjuague) y deterioró la celulosa, el componente que da la resistencia y rigidez a la fibra. La prueba de tensión no indica que el recubrimiento de parafina influya en las propiedades mecánicas del fique.

Aun así, se observó que las fibras tratadas absorben menos agua que las fibras sin ningún tratamiento, corroborando la eficacidad de la alcalinización con hidróxido de sodio y del recubrimiento superficial con parafina. La buena impermeabilidad al agua de las fibras naturales recubiertas de parafina ya fue observada por otros investigadores (53).

# 4. Influencia de la composición del material compuesto en las propiedades del material compuesto

Las curvas esfuerzo – deformación obtenidas a través de los ensayos de flexión en las láminas muestran que el reforzamiento con tejidos de fibras de fique induce una región de comportamiento plástico que no se presenta en las láminas no reforzadas. Sin embargo, los picos correspondientes al comportamiento de la matriz cementante sola son muy marcados, y la influencia de los tejidos en el comportamiento podría ser mejor. Esto denota una mala adhesión de las fibras a la matriz, y una transferencia de los esfuerzos limitada entre los dos componentes del material compuesto.

Las fotografías y micrografías SEM del material a la falla confirman esos problemas de cohesión. Se observan vacíos en la matriz cementante, alrededor de las fibras del tejido. Además, se nota el evidente desenrollamiento de los filamentos de fique, exponiendo superficies no tratadas al medio ambiente alcalino. Este desenrollamiento podría ser causado por la acción combinada de las fuerzas internas que aparecen durante la hidratación (absorción de agua), de la degradación del fique por la matriz alcalina y de

la creación de vacíos permitiendo el movimiento de los filamentos y el desenrollamiento. Como lo muestra la figura 23 para la alcalinización, los filamentos situados al interior de la fibra están aislados del medio ambiente exterior, y durante los procesos de tratamientos, no son afectados. Por lo tanto, si debido al movimiento de desenrollamiento se encuentran en la periferia de la fibra, las superficies no tienen ninguna protección contra la matriz.



Figura 23- Representación esquemática de la repartición de los filamentos en la fibra de fique

A pesar de estos problemas observados, las fotografías de los patrones de fisuras confirman que las láminas reforzadas son más dúctiles (menos frágil) y que los tejidos permiten entrampar la propagación de las fisuras en la matriz (delaminación) (57). El ANOVA realizado permite concluir que hay un aumento significativo de las propiedades de absorción de energía del material compuesto con tejidos de fique no tratados, y del material con tejidos de fique alcalinizados (en comparación con el material sin ninguno refuerzo). Aunque las láminas reforzadas con los tejidos recubiertos de parafina exhiben una buena absorción de energía, la diferencia con el material no reforzado no es tan significativa. Eso certifica que los tratamientos superficiales en las fibras de fique influyen en la capacidad de absorción de energía del material compuesto mortero + fibras. El análisis ANOVA de los esfuerzos máximos admisibles en flexión por las láminas indica que los tratamientos en el fique no afectan a las propiedades de robustez del material, y que por lo tanto, sólo la matriz es responsable de la resistencia mecánica del material compuesto.

# V. Conclusiones y recomendaciones

# 1. Conclusiones

Se realizó la fabricación y la caracterización mecánica de láminas de mortero reforzadas con fibras de fique. Se evaluó la influencia en las propiedades mecánicas del material compuesto de dos tratamientos de fibras diferentes: un recubrimiento superficial con parafina liquida y una alcalinización con hidróxido de sodio. Se caracterizó químicamente y mecánicamente la eficiencia de ambos tratamientos.

La caracterización por espectroscopia infrarroja certifica que ambos tratamientos permiten reducir la presencia de lignina y hemicelulosa en la superficie del fique. La caracterización por microscopia SEM confirma el cambio de aspecto exterior de las fibras tratadas y demuestra imperfecciones en el proceso de recubrimiento con parafina. Las medidas de absorción de agua muestran un aumento de la impermeabilidad al agua de las fibras tratadas, especialmente para las recubiertas de parafina. La caracterización mecánica (ensayos de tensión en las fibras) indica que el proceso de alcalinización es demasiado agresivo y afecta la resistencia mecánica de la fibra, que no es el caso del otro proceso.

La caracterización mecánica del material compuesto indica que, si solo la matriz es responsable de la resistencia en flexión del material, los tratamientos en las fibras influyen en la capacidad de absorción de energía de las láminas reforzadas. El material compuesto matriz + fibras exhibe un comportamiento frágil reducido y una ductilidad mejorada. Sin embargo, se notó una bastante mala cohesión entre la matriz y el refuerzo.

Al fin de obtener un material suficientemente interesante para la industria de la construcción civil, que sea barato, apto para la construcción en zona de riesgo sísmico, y durable en el tiempo, hay que mejorar las propiedades mecánicas del material compuesto en estudiando la compatibilidad refuerzo—matriz, desarrollando procesos óptimos de tratamiento en las fibras, y analizando la durabilidad de dicho material a lo largo del tiempo.

# 2. Recomendaciones

Con el desarrollo de este investigación se ha mostrado que para futuros trabajos será importante estudiar los siguientes temas:

- Mejorar los procesos de tratamientos en las fibras:
  - Disminuir la agresividad de la solución de hidróxido de sodio (concentración menor, lavado final con aceite).
  - Garantizar la finura y precisión del recubrimiento con parafina para tener una superficie lisa, sin sobre espesores o discontinuidades. Las primeras vías de mejora pueden ser un calentamiento de la parafina (40°C), una agitación moderada durante el tiempo de impregnación y un secado en horno y no al aire libre.
- Desarrollar matriz cementante menos agresiva y reemplazar en la mezcla una parte del cemento Portland.
  - Uso de puzolanas (el humo de sílice parece una muy buena opción en los morteros reforzados con fibras naturales)
- Evaluar la influencia en las propiedades mecánicas de la técnica de fabricación de la lámina:
  - o Fundición
  - o Shortcrete
  - o Laminación
- Investigar la influencia del revestimiento de las fibras de fique:
  - o Estabilización de la estructura de la fibra
  - Tratamientos superficiales efectivos en todos los filamentos, internos y externos
  - Distribución de la carga de tensión: como lo muestra la Figura 24 (15) sin revestimiento, solamente los filamentos exteriores, que están en la matriz cementante, están sujetos a los esfuerzos de tensión en el tejido.



Figura 24- Diferencia de distribución de los esfuerzos en fibras sin y con revestimiento

- Determinar la influencia de la geometría del tejido en las propiedades mecánicas del material compuesto:
  - o Tela biaxial
  - 0 Trenza plana
  - o Tejido de trama
  - o Punto corto
- Estudiar la durabilidad del fique (con diferentes tratamientos) en la matriz cementante.
- ➢ Realizar ensayos de tensión en el material compuesto (57).

# VI. Referencias

 Plant-based natural fibre reinforced cement composites: A review. Onuaguluchi,
 O., & Banthia, N. 16 de 02 de 2016, Cement and Concrete Composites, págs. 96-108.

2. *Natural fiber reinforced concrete.* **Torgal, F., & Jalali, S.** 2011, Fibrous and Composite Materials for Civil Engineering Applications, págs. 154–167.

3. Keulemans, G. The problem with reinforced concrete. *Theconversation.* [En línea] 29 de 11 de 2018. http://theconversation.com/the-problem-with-reinforced-concrete-56078.

4. *Influence of jute fiber on concrete properties.* Islam, M. S., & Ahmed, S. J. 2018, Construction and Building Materials, 189, págs. 768-776.

5. Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers. Sellami, A., Merzoud, M., & Amziane, S. 2013, Construction and Building Materials, 47, págs. 1117-1124.

6. *Durability of alkali-sensitive fibres in concrete.* Bergström, S. G., & Gram, H. 1984, International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete, 6, págs. 75-80.

7. Gornet, Laurent. Généralités sur les matériaux composites. *Engineering school.* s.l. : cel-00470296v1, 2008.

8. Aucher, Jérémie. Etude comparative de composites à matrices thermoplastique ou thermodurcissable. INSA de Rouen : s.n., 2009. NNT : 2009ISAM0012. tel-00557897.

9. Rafaï, Noureddine. Les composants de la matrice cementaire (rappels et intéractions). *CPBC*. 2008.

10. Portland cement: its composition, raw materials, manufacture, testing and analysis. Meade, Richard Kidder. 1906, The Chemical Publishing Co, págs. 4-14.

11. Pierre Witier, Gérard Platret. Analyse et caractérisation de matériaux de construction. s.l. : Éditions Techniques ingénieur, 2009.

12. *Mineral-based matrices for textile-reinforced concrete.* Mechtcherine, V., Schneider, K., Brameshuber, W. 2016, Textile Fibre Composites in Civil Engineering, págs. 25-43.

13. Flexural Strengthening of Reinforced Concrete Beams with Textile Reinforced Concrete (TRC). Amir, S. L., Raphael, C., Emmanuel, F., & Patrice, H. 2011, Advances in FRP Composites in Civil Engineering, págs. 665-667.

14. Stat of the Art Review : Strengthening of Reinforced Concrete Structures – Different Strengthening Techniques . Khalid Heiza, Ahmed Nabil, Nageh Meleka, Magdy Tayel. 2014. Sixth International Conference on Nano-Technology in Construction (NTC).

15. Manufacturing of textiles for civil engineering applications. Gries, Raina,
Quadflieg, & Stolyarov. 2016, Textile Fibre Composites in Civil Engineering, págs.
3-24.

16. *Manufacturing methods for textile-reinforced concrete.* **Brameshuber, W.** 2016, Textile Fibre Composites in Civil Engineering, págs. 45-59.

17. *Braided reinforcements for composites.* Gessler, A. 2011, Composite Reinforcements for Optimum Performance, págs. 116–156.

18. Vilfayeau, Jérôme. Modélisation numérique du procédé de tissage des renforts fibreux pour matériauxcomposites. s.l. : INSA de Lyon, 2014. tel-01153224.

19. Investigations on the bearing behaviour and application potential of textile reinforced concrete. Hegger, J., & Voss, S. 2008, Engineering Structures, 30, págs. 2050-2056.

20. Contribution to direct tensile testing of textile reinforced concrete (TRC) composites. Contamine, R., Larbi, A. S., & Hamelin, P. 2011, Materials Science and Engineering: A, 528, págs. 8589-8598.

21. *Bonds in textile-reinforced concrete composites.* Peled, A. 2016, Textile Fibre Composites in Civil Engineering, págs. 63-99.

22. Geometrical characteristics and efficiency of textile fabrics for reinforcing cement composites. Peled, A. 2000, Cement and Concrete Research, págs. 781-790.

23. Fiber-reinforced concrete: An overview after 30 years of development. Zollo,R. F. 1997, Cement and Concrete Composites, 19, págs. 107-122.

24. *Fracture energy of natural fibre reinforced concrete.* Merta, I., & Tschegg, E. 2013, Construction and Building Materials, 40, págs. 991-997.

25. An appropriate vacuum technology for manufacture of corrugated fique fiber reinforced cementitious sheets. Delvasto, Toro, Perdomo, & Gutiérrez. 2010, Construction and Building Materials, págs. 187-192.

26. Fique fiber-reinforced polyester composites: Effects of fiber surface treatments on mechanical behavior. Gañán, P., & Mondragon, I. 2004, Journal of Materials Science, 39, págs. 3121-3128.

27. Amilcar Mojica Pimiento, Joaquin Paredes Vega. El Cultivo Del Fique En El Departamento de Santander. 2004.

28. Daniel Cruz Hermida, Rodoflo Medina Terán. Cadena Agroindustrial del Fique. *http://bibliotecadigital.agronet.gov.co.* [En línea] 08 de 02 de 2008. http://bibliotecadigital.agronet.gov.co/bitstream/11348/5260/1/2008519105246\_B ULLETS\_CADEFIQUE\_2008.pdf.

29. Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers. A.Sellami, M.Merzoud, S.Amziane. 2013, Construction and Building Materials, Vol. 47, págs. 1117-1124.

30. Fique fibers: Enhancement of the tensile strength of alkali treated fibers during tensile load application. Hoyos, C. G., Alvarez, V. A., Rojo, P. G., & Vázquez, A. 5, 2012, Fibers and Polymers, Vol. 13, págs. 632–640.

31. Fibras de fique una alternativa para el reforzamiento de plásticos. Influencia de la modificación superficial. . Mario Fernando Muñoz-Velez, Miguel Angel Hidalgo-Salazar, José Herminsul Mina-Hernandez. 2, 2014, Biotecnología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial , Vol. 12, págs. 60-70.

32. Jabbar, Abdul. Sustainable Jute-Based Composite Materials. *SpringerBriefs in Applied Sciences and Technology.* 2017.

33. Studies on the durability of natural fibres and the effect of corroded fibres on the strength of mortar. Ramakrishna, G., & Sundararajan, T. 2005, Cement and Concrete Composites, págs. 575-582.

34. *Degradation mechanisms of natural fiber in the matrix of cement composites.* Wei, J., & Meyer, C. 2015, Cement and Concrete Research, págs. 1–16.

35. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. Dhakal, H., Zhang, Z., & Richardson, M. 2007, Composites Science and Technology, págs. 1674–1683.

36. *Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization.* **Mwaikambo, Ansell,** 2002, Journal of Applied Polymer Science, págs. 2222-2234.

37. Mechanical and water absorption behaviour of banana/sisal reinforced hybrid composites. Venkateshwaran, N., ElayaPerumal, A., Alavudeen, A., & Thiruchitrambalam, M. 2011, Materials and Design, págs. 4017-4021.

38. *Development of vegetable fibre–mortar composites of improved durability.* **Filho, Ghavami, England, Scrivener.** 2003, Cement and Concrete Composites, págs. 185-196.

39. Effect of silica fume on steel fiber bond characteristics in reactive powder concrete. Chan, Y., & Chu, S. 7, 2004, Cement and Concrete Research, Vol. 34, págs. 1167-1172.

40. Effect of alkali treatment on interfacial bonding in abaca fiber-reinforced composites. Cai, M., Takagi, H., Nakagaito, A. N., Li, Y., & Waterhouse, G. I. 2016, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 90, págs. 589-597.

41. Characterization of fiber surface treatments in natural fiber composites by infrared and Raman spectroscopy. Mosiewicki, Marcovich, Aranguren. 2011, Interface Engineering of Natural Fibre Composites for Maximum Performance, págs. 117-145.

42. Dry etching plasma applied to fique fibers: influence on their mechanical properties and surface appearance. P. Luna, A. Mariño, J. Lizarazo-Marriaga, O. Beltrán. 2017, Procedia Engineering, págs. 141-147.

43. Uso de fibras naturales de lechuguilla como refuerzo en concreto. César A. Juárez Alvarado, Patricia Rodríguez López, Raymundo Rivera Villarreal, Ma. de los Ángeles Rechy de Von Roth. 2004, Ingenierías, págs. 7-19.

44. Effect of alkali treatment on interfacial bonding in abaca fiber-reinforced composites. Ming Caia, Hitoshi Takagi, Antonio N.Nakagaito, YanLi, Geoffrey I.N. Waterhouse. 2016, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 90,, págs. 589-597.

45. Fique fiber-reinforced polyester composites : Effects of fiber surface treatments on mechanical behavior. P. Gañan, I. Mondragon. 2004, Journal of Material Science, Vol. 39, págs. 3121-3128.

46. Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. Sgriccia, N., Hawley, M., & Misra, M. 10, 2008, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 39, págs. 1632–1637.

47. *Statistical methods in psychology journals: Guidelines and explanations.* **Wilkinson.** 1999, American Psychologist, págs. 594-604.

48. Saporta. Probabilités, analyse des données et statistique. 2011.

49. Hinkelmann. Design and analysis of experiments. 2012.

50. Montgomery. Design and analysis of experiments. 2020.

51. Luna, P., Lizarazo-Marriaga, J., Luna, L., Ortiz, J., Mayorga, D.,. Mechanical behavior of natural fiber textile reinforced mortar sheets. s.l. : Universidad Nacional de Colombia, 2018.

2.

53. Performance of "Agave lecheguilla" natural fiber in portland cement composites exposed to severe environment conditions. Juárez, C., Durán, A., Valdez, P., & Fajardo, G. 2007, Building and Environment, págs. 1151–1157.

54. Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. Li, X., Tabil, L. G., & Panigrahi, S. 2007, Journal of Polymers and the Environnement, págs. 25-33.

55. Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites. Van de Weyenberg, I., Ivens, J., De Coster, A., Kino, B., Baetens, E., & Verpoest, I. 2003, Composites Science and Technology, págs. 1241–1246.

56. Determination of optimal alkaline treatment conditions for fique fiber bundles as reinforcement of composites materials. Cristina Castro, Ana Palencia, Iván Guitiérrez, Gustavo Vargas. 2007, Rev. Téc. Ing. Univ. Zulia. Vol. 30 N°2, pp. 136-142.

57. *Textile fiber composites : Testing and mechanical behavior.* Mobasher. 2016, Textile Fibre Composites in Civil Engineering, págs. 101–150.

58. Meyers, M. A., & Chawla, K. K. Mechanical behavior of materials. Cambridge : Cambridge Univ. Pr., 2010.

# VII. Anexos

# A. Tablas de Fischer-Snedecor $\mathcal{F}_{l-1,N-l}$ , $\alpha = 5\%$

	l-1									
N-l	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	161.448	18.513	10.128	7.709	6.608	5.987	5.591	5.318	5.117	4.965
2	199.500	19.000	9.552	6.944	5.786	5.143	4.737	4.459	4.257	4.103
3	215.707	19.164	9.277	6.591	5.410	4.757	4.347	4.066	3.863	3.708
4	224.583	19.247	9.117	6.388	5.192	4.534	4.120	3.838	3.633	3.478
5	230.162	19.296	9.014	6.256	5.050	4.387	3.972	3.688	3.482	3.326
6	233.986	19.330	8.941	6.163	4.950	4.284	3.866	3.581	3.374	3.217
7	236.768	19.353	8.887	6.094	4.876	4.207	3.787	3.501	3.293	3.136
8	238.883	19.371	8.845	6.041	4.818	4.147	3.726	3.438	3.230	3.072
9	240.543	19.385	8.812	5.999	4.773	4.099	3.677	3.388	3.179	3.020
10	241.882	19.396	8.786	5.964	4.735	4.060	3.637	3.347	3.137	2.978
11	242.984	19.405	8.763	5.936	4.704	4.027	3.603	3.313	3.103	2.943
12	243.906	19.413	8.745	5.912	4.678	4.000	3.575	3.284	3.073	2.913
13	244.690	19.419	8.729	5.891	4.655	3.976	3.550	3.259	3.048	2.887
14	245.364	19.424	8.715	5.873	4.636	3.956	3.529	3.237	3.026	2.865
15	245.950	19.429	8.703	5.858	4.619	3.938	3.511	3.218	3.006	2.845
16	246.464	19.433	8.692	5.844	4.604	3.922	3.494	3.202	2.989	2.828
17	246.918	19.437	8.683	5.832	4.590	3.908	3.480	3.187	2.974	2.812
18	247.323	19.440	8.675	5.821	4.579	3.896	3.467	3.173	2.960	2.798
19	247.686	19.443	8.667	5.811	4.568	3.884	3.455	3.161	2.948	2.785
20	248.013	19.446	8.660	5.803	4.558	3.874	3.445	3.150	2.937	2.774
21	248.309	19.448	8.654	5.795	4.549	3.865	3.435	3.140	2.926	2.764
22	248.579	19.450	8.648	5.787	4.541	3.856	3.426	3.131	2.917	2.754
23	248.826	19.452	8.643	5.781	4.534	3.849	3.418	3.123	2.908	2.745
24	249.052	19.454	8.639	5.774	4.527	3.842	3.411	3.115	2.901	2.737
25	249.260	19.456	8.634	5.769	4.521	3.835	3.404	3.108	2.893	2.730
26	249.453	19.457	8.630	5.764	4.515	3.829	3.397	3.102	2.886	2.723
27	249.631	19.459	8.626	5.759	4.510	3.823	3.391	3.095	2.880	2.716
28	249.797	19.460	8.623	5.754	4.505	3.818	3.386	3.090	2.874	2.710
29	249.951	19.461	8.620	5.750	4.500	3.813	3.381	3.084	2.869	2.705
30	250.095	19.462	8.617	5.746	4.496	3.808	3.376	3.079	2.864	2.700

B. Tablas de distribución de Student  $\mathcal{T}_{l,N-l}$ ,  $\alpha = 5\%$ 

	l									
N-l	3	4	5	6	7	8	9	10		
2	8.331	9.799	10.881	11.734	12.435	13.028	13.542	13.994		
3	5.910	6.825	7.502	8.037	8.478	8.852	9.177	9.462		
4	5.040	5.757	6.287	6.706	7.053	7.347	7.602	7.826		
5	4.602	5.218	5.673	6.033	6.330	6.582	6.801	6.995		
6	4.339	4.896	5.305	5.628	5.895	6.122	6.319	6.493		
7	4.165	4.681	5.060	5.359	5.606	5.815	5.997	6.158		
8	4.041	4.529	4.886	5.167	5.399	5.596	5.767	5.918		
9	3.948	4.415	4.755	5.024	5.244	5.432	5.595	5.738		
10	3.877	4.327	4.654	4.912	5.124	5.304	5.460	5.598		
11	3.820	4.256	4.574	4.823	5.028	5.202	5.353	5.486		
12	3.773	4.199	4.508	4.750	4.950	5.119	5.265	5.395		
13	3.734	4.151	4.453	4.690	4.884	5.049	5.192	5.318		
14	3.701	4.111	4.407	4.639	4.829	4.990	5.130	5.253		
15	3.673	4.076	4.367	4.595	4.782	4.940	5.077	5.198		
16	3.649	4.046	4.333	4.557	4.741	4.896	5.031	5.150		
17	3.628	4.020	4.303	4.524	4.705	4.858	4.991	5.108		
18	3.609	3.997	4.276	4.494	4.673	4.824	4.955	5.071		
19	3.593	3.977	4.253	4.468	4.645	4.794	4.924	5.037		
20	3.578	3.958	4.232	4.445	4.620	4.768	4.895	5.008		
21	3.565	3.942	4.213	4.424	4.597	4.743	4.870	4.981		
22	3.553	3.927	4.196	4.405	4.577	4.722	4.847	4.957		
23	3.542	3.914	4.180	4.388	4.558	4.702	4.826	4.935		
24	3.532	3.901	4.166	4.373	4.541	4.684	4.807	4.915		
25	3.523	3.890	4.153	4.358	4.526	4.667	4.789	4.897		
26	3.514	3.880	4.141	4.345	4.511	4.652	4.773	4.880		
27	3.506	3.870	4.130	4.333	4.498	4.638	4.758	4.864		
28	3.499	3.861	4.120	4.322	4.486	4.625	4.745	4.850		
29	3.493	3.853	4.111	4.311	4.475	4.613	4.732	4.837		
30	3.486	3.845	4.102	4.301	4.464	4.601	4.720	4.824		

# C. Especificaciones técnicas del cemento de marca Argos utilizado para la fundición de las láminas

FICHA TÉCNICA / VERSIÓN 8

ESPEC	IFICACIONES TÉCNICAS:			
	PARÁMETROS FÍSICOS		NORMA DE ENSAYO	NTC 121 TIPO UG
-	Finura	Blaine, min. (cm <sup>2</sup> /gr)	NTC 33	Α
	Tinuta	Retenido Tamiz 45 µm (%)	NTC 294	Α
	Cambio de longitud por autoclave, expansión, m	NTC 107	0.80	
	Tiempo de fraguado. Ensavo de Vicat <sup>e</sup>	No menos de, minutos	NTC 118	45
	nompo do nagado, Endajo do ficar	No mas de, minutos	NTC 118	420
	Contenido de Aire en Volumen de mortero, máx.	NTC 224	12	
	Expansión de barras de mortero a 14 días, máx.	NTC 4927	0.020	
	RESISTENCIA MÍNIMA A LA COMPRESI	ÓN (MPa)		
	3 días	NTC 220	8.0	
	7 días	NTC 220	15.0	
	28 días		NTC 220	24.0

A: Los resultados de estos ensayos deben ser informados en todos los reportes que sean solicitados. B: El tiempo de fraguado se refiere al tiempo de fraguado inicial en la NTC 118.

b. El tiempo de naguado se renere al tiempo de naguado inicial en la

#### RECOMENDACIONES:

- En la elaboración de concretos se recomienda la revisión y aplicación de la NTC 3318 y Norma Sismo Resistente Colombiana vigente; requisitos de producción, calidad y durabilidad.
- · Almacene el cemento en un lugar seco, cubierto y alejado de zonas húmedas.
- · Conserve el cemento sobre estibas y no sobre el suelo.
- Una vez abierto el saco se debe consumir de manera inmediata.
## D. Especificaciones técnicas del superplastificante de marca Sika utilizado para la fundición de las láminas



	·
Almacenamiento	
Condiciones de Almacenamiento/ Conservación	12 meses desde su fecha de fabricación, en sus envases de origen bien cerrados y no deteriorados. En lugar seco y fresco protegiéndolos de las heladas y el frio excesivo, a una temperatura entre +5° C y +30° C.
Datos Técnicos	
Composición química	Polímeros modificados en solución acuosa.
Densidad (20°C)	Aprox. 1,1 kg/l
Valor del pH	Aprox. 5
Información del Sistema	
Estructura del sistema	
Detalles de Aplicación	
Consumo/Dosificación	Según las propiedades deseadas, SikaPlast <sup>®</sup> - 340 se dosificará entre el 0.5% y el 1,8% del peso del cemento.
Instrucciones de Aplicación	Añadir en el agua de amasado o en la mezcladora al mismo tiempo que el agua. Se recomienda amasar el hormigón para la perfecta homogenización y actuación del aditivo. SikaPlast <sup>®</sup> - 340 puede utilizarse en combinación con otros aditivos Sika. Se recomienda realizar ensayos previos para determinar las dosificaciones adecuadas.
Notas de Aplicación/ Limitaciones	Con heladas intensas y prolongadas, SikaPlast <sup>®</sup> - 340 puede helarse, pero una vez deshelado lentamente y agitado cuidadosamente y verificando que no se haya desestabilizado, puede emplearse sin problemas.
	Debido a la acción de los rayos del sol, el producto puede perder su coloración, sin que esto afecte a las propiedades del producto.
	Para cualquier aclaración rogamos consulten con nuestro Departamento Técnico.
Notas	Todos los datos técnicos de esta Hoja de Datos de Producto están basados en ensayos de laboratorio. Los datos reales pueden variar debido a circunstancias que escapan de nuestro control.
Instrucciones de Seguridad e Higiene	Para cualquier información referida a cuestiones de seguridad en el uso, manejo, almacenamiento y eliminación de residuos de productos químicos, los usuarios deben consultar la versión más reciente de la Hoja de Seguridad del producto, que contiene datos físicos, ecológicos, toxicológicos y demás cuestiones relacionadas con la seguridad.