UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES

DESTINTADO DE PAPEL DE IMPRESIÓN LASER APLICANDO SECUENCIAS CON ULTRASONIDO DE ACCIÓN INTENSIVA Y PROCESAMIENTO MAGNÉTICO-MECÁNICO, ORIENTADO HACIA LA OBTENCIÓN DE CELULOSA DE ALTA PUREZA

POR

M. C. ENRIQUE RAMÍREZ VALDOVINOS

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE DOCTOR EN CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN MANEJO DE RECURSOS NATURALES

MAYO, 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES
SUBDIRECCIÓN DE POSGRADO

DESTINTADO DE PAPEL DE IMPRESIÓN LASER APLICANDO SECUENCIAS CON ULTRASONIDO DE ACCIÓN INTENSIVA Y PROCESAMIENTO MAGNÉTICO-MECÁNICO, ORIENTADO HACIA LA OBTENCIÓN DE CELULOSA DE ALTA PUREZA

POR

M. C. ENRIQUE RAMÍREZ VALDOVINOS

COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL GRADO DE DOCTOR EN CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN MANEJO DE RECURSOS NATURALES

LINARES, NUEVO LEÓN, MÉXICO **MAYO, 2016**

Declaro que la presente investigación es original y se desarrolló para obtener el título de Doctor en Ciencias con Especialidad en Manejo de Recursos Naturales. Utilizando la información de otros autores y otorgando los créditos correspondientes.

M. C. ENRIQUE RAMÍREZ VALDOVINOS
Mayo del 2016

Linares, N.L Mayo, 2016.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE CIENCIAS FORESTALES

SUBDIRECCIÓN DE POSGRADO

DESTINTADO DE PAPEL DE IMPRESIÓN LASER APLICANDO SECUENCIAS CON ULTRASONIDO DE ACCIÓN INTENSIVA Y PROCESAMIENTO MAGNÉTICO-MECÁNICO, ORIENTADO HACIA LA OBTENCIÓN DE CELULOSA DE ALTA PUREZA

Por:

M. C. ENRIQUE RAMÍREZ VALDOVINOS

Como requisito parcial para obtener el grado de

DOCTOR EN CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN MANEJO DE RECURSOS NATURALES

Comité de Tesis

Dr. Fortunato Garza Ocañas
DIRECTOR

Dr. Humberto González Rodriguez
ASESOR

Dr. Enrique Jurado Ybarra
ASESOR

Dr. Andrés Eduardo Estrada Castillón
ASESOR

Dr. Fernando Navarro Arzate
DIRECTOR EXTERNO

Dr. Rogelio Ramírez Casillas
ASESOR EXTERNO

INDICE GENERAL

INDICE GENERAL 1
INDICE DE FIGURAS 5
INDICE DE CUADROS 8
AGRADECIMIENTOS 11
RESUMEN 11
ABSTRACT 13
CAPITULO 1 15
1 INTRODUCCIÓN 15
CAPITULO 2 32
2 MATERIALES Y MÉTODOS 32
2.1 Diagrama de flujo para un destintado convencional 32
2.2 Diagrama de Flujo para los procesos propuestos de destintado no convencional, para la limpieza de papel desperdicio de oficina impreso con Láser 33
2.3 Preparación y caracterización de la materia prima 34
2.3.1 Impresión con tecnología Láser 34
2.3.2 Envejecimiento de las hojas de papel bond impresas con Láser 35
2.3.3 Caracterización de la materia prima 36
2.4 Proceso de destintado convencional 36
2.4.1 Desintegración I 37
2.4.2 Reacción en medio alcalino 38
2.4.3 Desintegración II 38
2.4.4 Flotación 38
2.4.5 Lavado 39
2.5 Proceso de destintado mediante tratamiento mecánico de alto impacto, magnéticamente inducido 40
2.5.1 Desintegración 40

2.5.2 Tratamiento con fuerzas mecánicas de alto impacto, magnéticamente inducidas 41
2.5.2.1 Diseño experimental 43
2.5.3 Flotación 44
2.5.4 Lavado 44
2.6 Proceso de destintado mediante tratamiento con ultrasonido de alta ganancia 44
2.6.1 Desintegración 44
2.6.2 Tratamiento con ultrasonido de alta ganancia 45
2.6.2.1 Tratamientos experimentales mediante diseño experimental.....45
2.6.3 Flotación 47
2.6.4 Lavado 47
2.7 Obtención y caracterización de las hojas de prueba 47
2.7.1 Formación de hojas de prueba.....47
2.7.2 Caracterización de las hojas de prueba 48
2.8 Formación y análisis de hojas, utilizando condiciones optimizadas. 49
2.9 Blanqueo de pulpa destintada bajo condiciones optimizadas, mediante secuencias de blanqueo ECF. 50
2.9.1 Etapa No. 1 de dióxido de cloro. 51
2.9.2 Etapa extracción alcalina en caliente (E_0). 54
2.9.3 Segunda etapa de dióxido de cloro (D_1).....55
2.9.4 Extracción en frio (E_f).....55
2.10 Evaluación de las pulpas 56
2.10.1 Número de Kappa 56
2.10.2 Contenido de α, β y Ɣ- celulosa 57
2.10.2.1..... Determinación contenido de α-celulosa57
2.10.2.2..... Determinación de β y Ɣ-celulosa58
2.11 .....Cenizas59

2.12 Medición de partículas sólidas en el líquido de la suspensión fibrosa. 60
2.13 Análisis FTIR para las hojas obtenidas de los procesos de destintado con ultrasonido y fuerzas magnético-mecánicas. 61
2.14 Evaluación de las pulpas obtenidas mediante el proceso de blanqueo 62
2.14.1 Blancura (Brightness) 62
CAPITULO 3 63
3 RESULTADOS 63
3.1 Evaluación del proceso de destintado con ultrasonido de acción intensiva 63
3.2 Evaluación del proceso de destintado para el tratamiento magnético-mecánico 70
3.3 Evaluación para las muestras de papel bond sin impresión Láser, contenido de α, β y γ-Celulosa, Cenizas, Clasificación de fibras y Número de Kappa 76
3.4 Evaluación para el destintado con ultrasonido y tratamiento magnético-mecánico bajo las condiciones óptimas 80
3.5 Evaluación del proceso de blanqueo ECF para el tratamiento con ultrasonido y el tratamiento magnético-mecánico 84
3.5.1 Evaluación del papel bond sin impresión 89
3.5.2 Evaluación grado de blancura para el destintado convencional con reactivos químicos a 40°C 91
3.5.3 Evaluación grado de blancura para el proceso de destintado con ultrasonido (condiciones óptimas) 94
3.5.4 Evaluación grado de blancura para el proceso de destintado con ultrasonido, 2ª repetición (condiciones óptimas) 98
3.5.5 Evaluación grado de blancura para el destintado con ultrasonido, 3ª repetición (condiciones óptimas) 101
3.5.6 Evaluación grado de blancura para el proceso de blanqueo ECF, pulpa proveniente del proceso de destintado con ultrasonido 104

3.5.7 Evaluación grado de blancura para el proceso de destintado mediante la aplicación de las fuerzas magnético-mecánicas (condiciones óptimas) 106

3.5.8 Evaluación grado de blancura para el proceso de destintado mediante la aplicación de las fuerzas magnético-mecánicas, 2ª repetición (condiciones óptimas) 111

3.5.9 Evaluación grado de blancura para el destintado mediante la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas, 3ª repetición (condiciones óptimas) 113

3.5.10 Evaluación grado de blancura para el proceso de blanqueo ECF, fibra proveniente del proceso de destintado con fuerzas magnético-mecánicas 116

3.6 Análisis de la distribución de tamaño de partícula en las suspensiones residuales del proceso de formación de hojas de prueba, mediante dispersión de dinámica de luz Láser (DLS), para el tratamiento con ultrasonido. 118

3.7 Análisis de la distribución de tamaño de partícula en las suspensiones residuales del proceso de formación de hojas de prueba, mediante dispersión de dinámica de luz Láser (DLS), para el tratamiento magnético-mecánico. 121

3.8 Espectros FT-IR para el tratamiento con ultrasonido. 123

3.9 Espectros FT-IR para el tratamiento magnético-mecánico. 126

CAPITULO 4 130

4 DISCUSIÓN 130

CAPITULO 5 136

5 CONCLUSIONES 136

LITERATURA CITADA 138

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Hoja con impresión Láser 34
Figura 2. Foto-reactor utilizado para el envejecimiento de las hojas de papel 36
Figura 3. Equipo utilizado para la desintegración de la suspensión fibrosa……37
Figura 4. Celda de flotación.....39
Figura 5. Equipo utilizado en el lavado de la pulpa.....40
Figura 6. Equipo utilizado para el tratamiento con fuerzas mecánicas-magnéticamente inducidas 41
Figura 7. Esquema del probable efecto del movimiento de los pines utilizados en el tratamiento con fuerzas mecánicas, sobre el material adherido a las fibras provenientes del papel desperdicio de oficina, impreso con Láser. 42
Figura 8. Procesador ultrasónico, utilizado durante el destintado con ultrasonido de alta ganancia.....45
Figura 9. Formación de hojas de prueba en laboratorio. 48
Figura 10. Equipo utilizado en la medición y conteo de partículas residuales de tinta/m^2 49
Figura 11. Baño de maría, utilizado en el proceso de blanqueo 52
Figura 12. Separación de los elementos fibrosos para las pulpas destintadas con ultrasonido y fuerzas magnético-mecánicas. 56
Figura 13. Determinación de α-celulosa en pulpa de los procesos de ultrasonido y magnético-mecánico. 58
Figura 14. Determinación de β y ϒ-celulosa en pulpa de los procesos de ultrasonido y magnético-mecánico 59
Figura 15. Mufla utilizada en la determinación de cenizas.....60
Figura 16. Equipo Zetasizer Nano, utilizado para el análisis de tamaño de partícula en suspensiones de tinta residual 61
Figura 17. Pulpa obtenida de los procesos de blanqueo 62
Figura 18. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 25-50 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento con ultrasonido. Factores: Tiempo vs Consistencia 64
Figura 19. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 25-50 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento

con ultrasonido. Factores: Temperatura vs Forma de aplicación65
Figura 20. Diagrama de Pareto con factores de mayor influencia para el tratamiento con ultrasonido de acción intensiva para el rango de 25-50 µm. 66
Figura 21. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 50-100 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento con ultrasonido. Factores: Tiempo vs Consistencia.....67
Figura 22. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 50-100 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento con ultrasonido. Factores: Temperatura vs Forma de aplicación. 68
Figura 23. Diagrama de Pareto con factores de mayor influencia para el tratamiento con ultrasonido de acción intensiva para el rango de 50-100 µm 69
Figura 24. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 25-50 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento magnético-mecánico. Factores: Tiempo vs velocidad.....71
Figura 25. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 25-50 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento magnético-mecánico. Factores: Consistencia vs velocidad 72
Figura 26. Diagrama de Pareto con factores de mayor influencia para la etapa de flotación para el tratamiento magnético-mecánico para el rango de 25-50 µm 73
Figura 27. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 50-100 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento magnético-mecánico. Factores: Tiempo vs velocidad 74
Figura 28. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 50-100 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento magnético-mecánico. Factores: Consistencia vs velocidad 74

Figura 29. Diagrama de Pareto con factores de mayor influencia para la etapa de lavado para el Trat. Magnético-mecánico 76
Figura 30. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada del proceso de destintado convencional a 40 °C 94
Figura 31. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada mediante destintado con ultrasonido 103
Figura 32. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada mediante destintado con ultrasonido 104
Figura 33. Hoja de prueba obtenida a partir de pulpa destintada mediante condiciones optimizadas de un tratamiento con ultrasonido y blanqueada mediante secuencia ECF 105
Figura 34. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada del proceso de destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido 115
Figura 35. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada del proceso de destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido 116
Figura 36. Hoja de prueba obtenida a partir de pulpa destintada mediante condiciones optimizadas de un tratamiento con fuerzas mecánicas magnéticamente-inducidas y blanqueada mediante secuencia ECF 118
Figura 37. Análisis del tamaño de las particulas, mediante dispersión de luz Láser, presentes en suspensiones residuales del tratamiento con ultrasonido. 119
Figura 38. Análisis del tamaño de las particulas, mediante dispersión de luz Láser, presentes en suspensiones residuales del tratamiento con fuerzas magnético-mecánico 122
Figura 39. Espectros del análisis mediante ATR FT-IR de muestras papel bond sin impresión, impreso mediante tecnología Láser, tóner y hoja de prueba de la etapa con tratamiento con ultrasonido. 124
Figura 40. Espectros ATR FT-IR de muestras papel bond impreso mediante tecnología Láser y tratado con ultrasonido de alta ganancia, destintado bajo condiciones optimizadas más un blanqueo ECF posterior, y una hoja de papel whatman.....126
Figura 41. Espectros del análisis mediante ATR FT-IR de muestras tóner, papel bond sin impresión, papel impreso mediante tecnología Láser, y hoja de prueba de la etapa con tratamiento con magnético-mecánico 128

Figura 42. Espectros del análisis mediante ATR FT-IR de muestras de papel bond sin impresión , hoja de prueba de la etapa con tratamiento con magnético-mecánico, hoja con tratamiento magnético-mecánico y blanqueo ECF, papel whatman 129

INDICE DE CUADROS

Cuadro 1. Sustancias químicas empleadas en el destintado alcalino. 25
Cuadro 2. Diseño experimental aplicado al proceso de destintado con fuerzas magnético-mecánicas en el cual se observan los factores que intervinieron en el proceso. 43
Cuadro 3. Diseño experimental aplicado al proceso de destintado con ultrasonido, factores que intervinieron en el proceso. 46
Cuadro 4. Condiciones óptimas de los procesos de ultrasonido y magnético-mecánico. 50
Cuadro 5. Condiciones iniciales de blanqueo, Secuencia ECF. 51
Cuadro 6. Determinación de α, β y γ-Celulosa para el papel bond sin impresión Láser.....77
Cuadro 7. Determinación de cenizas para el papel bond sin impresión Láser. 78
Cuadro 8. Clasificación de fibras para el papel bond sin impresión Láser. 79
Cuadro 9. Numero de Kappa para el papel bond sin impresión Láser. 80
Cuadro 10. Determinación de α, β y γ-Celulosa para el destintado con ultrasonido.....80
Cuadro 11. Determinación de α, β y γ-Celulosa para el destintado con el tratamiento magnético-mecánico. 81
Cuadro 12. Numero de Kappa para el destintado con ultrasonido. 82
Cuadro 13. No. de Kappa para el destintado con tratamiento magnético-mecánico. 83
Cuadro 14. Determinación de cenizas para destintado con ultrasonido. 83
Cuadro 15. Determinación de cenizas para destintado con fuerzas magnético-mecánicas.....84
Cuadro 16. Determinación de α, β y γ-celulosa para el destintado con ultrasonido de fibra blanqueada por el método ECF. 85
Cuadro 17. Determinación de α, β y γ-Celulosa para el destintado de papel bond de impresión Láser aplicando fuerzas tratamiento

magnético-mecánico de fibra blanqueada por el método ECF. 86
Cuadro 18. No. de Kappa para el destintado con ultrasonido de fibra blanqueada por el método ECF. 86
Cuadro 19. No. de Kappa para el destintado de papel bond de impresión Láser aplicando fuerzas tratamiento magnético-mecánico de fibra blanqueada por el método ECF. 87
Cuadro 20. Determinación de cenizas para el destintado con ultrasonido bajo las condiciones óptimas del proceso y blanqueo ECF. 88
Cuadro 21. Contenido de cenizas para el destintado de papel bond de impresión Láser aplicando fuerzas tratamiento magnético-mecánico de fibra blanqueada por el método ECF. 89
Cuadro 22. Grado de blancura en papel bond sin impresión Láser, muestra 1. 90
Cuadro 23. Grado de blancura en papel bond sin impresión Láser, muestra 2. 90
Cuadro 24. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante proceso convencional a 40 °C, etapa de desintegración. 91
Cuadro 25. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante proceso convencional a 40 °C, etapa de flotación. 92
Cuadro 26. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante proceso convencional a 40 °C, etapa de lavado. 93
Cuadro 27. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de desintegración. 95
Cuadro 28. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de tratamiento ultrasónico. 96
Cuadro 29. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de flotación. 97
Cuadro 30. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de lavado. 98

Cuadro 31. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de tratamiento ultrasónico (2ª repetición). 99
Cuadro 32. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de flotación (2ª repetición). 100
Cuadro 33. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de lavado (2ª repetición). 101
Cuadro 34. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de lavado (3ª repetición). 102
Cuadro 35. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa destintada con ultrasonido de alta ganancia y blanqueada mediante secuencias ECF. 105
Cuadro 36. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de desintegración (1ª repetición). 107
Cuadro 37. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas (1ª repetición). 108
Cuadro 38. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de flotación (1ª repetición). 109
Cuadro 39. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de lavado (1ª repetición). 110
Cuadro 40. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas (2ª repetición). 111
Cuadro 41. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de flotación (2ª repetición). 112
Cuadro 42. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de lavado (2ª repetición). 113

Cuadro 43. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, todas las etapas (3ª repetición). 114
Cuadro 44. Grado de blancura en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, y blanqueada mediante un proceso ECF. 117

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología “CONACYT”, por la beca otorgada No. 27322, para el desarrollo de la presente investigación y para la culminación del programa manejo de recursos naturales.

Al mismo CONACYT, por el financiamiento otorgado mediante el proyecto PDCPN2013-01, No. 215773, para la realización del trabajo experimental en el Departamento de Madera, Celulosa y papel “DMCyP” de la Universidad de Guadalajara.

A la Universidad Autónoma de Nuevo León por permitirme ser parte de dicha institución como alumno.

Al programa Doctorado con Orientación en Manejo de Recursos Naturales perteneciente a la Facultad de Ciencias Forestales.

Al Departamento de Madera, Celulosa y Papel de la Universidad de Guadalajara, por permitirme desarrollar la presente investigación en sus laboratorios, al jefe de departamento Dr. Rubén Sanjuan Dueñas, al coordinador de posgrado Dr. José Anzaldo, al equipo de tecnología del papel Dr. José Turrado Saucedo, M.C Alma Rosa Saucedo, Sr. Salvador Pérez, así como a los Ingenieros Químicos de este mismo equipo por permitirme usar sus equipos sin importar fuese fin de semana o no, al Dr. Ezequiel Delgado, M.C. Héctor Contreras en el apoyo en las pruebas FT-IR, a los Srs. Ricardo, Efrén, Adalberto por permitirme pasar a usar los laboratorios los fines de semana e incluso días festivos, al équido del Dr. Ricardo Manríquez, Dr. Antonio silva, Ing. Químico Jorge Fuentes, por los incontables raites a altas horas, Dr. Antonio Rivas, Dr. Jesús Vargas, Dr. Eduardo Salcedo, M.C Teófilo Escoto, Ing. Químico Raúl Vega.

Al equipo plasma en frio encabezado por el Dr. Fernando Navarro, Dr. Rogelio Ramírez, Ing. Florentina Dávalos, Bióloga Carmen López por su apoyo brindado en la presente investigación.

Al Dr. Fortunato Garza Ocañas por fungir como director y apoyo en la escritura de la presente investigación, así mismo agradezco los comentarios y sugerencias de mis asesores Dr. Humberto González, Dr. Enrique Ybarra.

Al Dr. José Guadalupe Rutiaga Quiñones y al Dr. Artemio Carrillo por su valioso apoyo y confianza desde el inicio y culminación del presente trabajo, a todas las personas que directa o indirectamente hicieron posible que el desarrollo de la presente investigación fuese posible.

RESUMEN

Se presenta un estudio sobre destintado no convencional de papel desperdicio impreso con Láser, en el cual se analizó de manera paralela la respuesta del papel tratado con alguno de los siguientes procesos: i) tratamiento magnético-mecánico, combinado con etapas de flotación y lavado, y ii) ultrasonido de alta ganancia, seguido de etapas posteriores de flotación y lavado. En ambos procesos, el material destintado fue evaluado mediante un diseño experimental multifactorial 2^k con 2 réplicas, tomando como factores y variables respuesta, parámetros relevantes en las etapas de tratamiento mecánico (ultrasonido y fuerzas magnético-mecánicas), y propiedades de interés de las pulpas destintadas. En las etapas de flotación y lavado se usó un surfactante comercial, baja consistencia y manteniendo constantes las condiciones para cada experimento. A manera de comparación, se realizó un destintado empleando etapas y condiciones, comúnmente utilizadas en un proceso convencional. Mediante análisis estadístico de los datos obtenidos de cada proceso de destintado propuesto, se determinaron condiciones optimizadas para obtener pulpa, tanto del tratamiento con ultrasonido, cómo del tratamiento mecánico magnéticamente-inducido. Estas pulpas fueron sometidas a un blanqueo libre de cloro elemental (ECF), para analizar la viabilidad de que los productos celulósicos destintados y blanqueados, pudieran alcanzar propiedades requeridas en una celulosa tipo grado soluble. La fibra destintada fue evaluada mediante el análisis de diversos parámetros de calidad como No. De Kappa, contenido de α-celulosa, grado de blancura, color CIE L*, a*, b*, así como el conteo de partículas de tinta/m², mediante normas TAPPI. Los resultados obtenidos indican que el destintado convencional tuvo una baja efectividad de la remoción de partículas de tóner, aun después de la etapa de lavado, obteniéndose una blancura de 78.89%. En contraste, los métodos propuestos mostraron ser

eficaces en la fragmentación de las tintas tóner, en tamaños de intervalos entre 25-50 y 50-100 µm. Estas partículas fueron eliminadas en gran medida por flotación y el lavado. La mejor remoción de partículas de tinta/m², se obtuvo con 20 minutos, temperatura de 25°C, consistencia de 0.5% y forma continua en la aplicación del ultrasonido, obteniéndose una blancura de 86.89% Elrepho. Mientras con 5 min, velocidad alta y baja consistencia, se logró la mejor remoción de partículas de tóner para el tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas, obteniéndose una blancura óptima de 83.18%. Finalmente, las propiedades obtenidas bajo condiciones optimizadas, indican que las pulpas destintadas pueden ser reutilizadas en productos grado papelero o para celulosa grado soluble, aplicando algún blanqueo posterior. Con el blanqueo ECF aplicado a pulpa destintada con ultrasonido, se obtuvo una blancura de 90.45% y 93.69% de α-celulosa. La pulpa destintada con tratamiento magnético-mecánico y blanqueo ECF, mostró una blancura de 90.72% y 93.33% de α-celulosa.

Palabras clave: *Destintado no convencional, papel impreso con Láser, tratamiento magnético-mecánico, ultrasonido de alta ganancia, blanqueo ECF, α-celulosa.*

ABSTRACT

This investigation shows a study about the deinking of Laser printed waste paper, using either: i) a magnetically-induced mechanical treatment, combined with subsequent flotation and washing stages, or ii) treatment with high gain ultrasound, with flotation and washing stages. In both of the two non-conventional deinking processes, the performance of each treatment was evaluated by applying a multifactorial 2^k, experimental design with two replicates. For each experimental design, parameters of interest from either, the magnetically-induced or the high gain ultrasonic treatment, were chosen as factors, and relevant properties of the deinked pulp, were the response variables. During the flotation and washing stages applied in each deinking process, a commercial surfactant was applied, using low consistency, and maintaining identical operational conditions for each experimental run. As a comparative base, a conventional deinking process was applied to the waste paper, using stages and conditions commonly used in the industry. The optimal conditions to obtain deinked pulp from the magnetically-induced mechanical treatment or the high gain ultrasonic process, were determined by analyzing the experimental data generated from each of the two deinking processes. The optimized, deinked pulps were subjected to a further bleaching, using elemental chlorine free (ECF) sequences. The deinked, bleached pulps were evaluated to determine its potential as a raw material for the production of

dissolving grade cellulose. The deinked pulp quality was evaluated by measuring brightness (% Elrepho), kappa number, color CIE L*, b* a*, α-cellulose content and number of residual ink particles/m^2, using TAPPI standards. Results showed a very low ink particle removal efficiency for the conventional deinking process, obtaining a brightness of 78.89% Elrepho. On the other hand, both of the two the proposed methods, were able to fragment efficiently the toner particles, producing a large count of particles within 25-50 and 50-100 μm size range. These particles were largely removed in the flotation and washing stages. Experimental analysis revealed that the optimal conditions for the magnetically-induced mechanical deinking, were acquired by using 5 minutes of treatment, 0.5% consistency and high processing speed, obtaining an optimal brightness of 83.18%. On the other hand, in the case of the high gain ultrasonic deinking, the optimal conditions were as follows: treatment time of 20 minutes, temperature of 25°C, low consistency (0.5%), and an application of the ultrasound in a continuous form (non-intermittent), obtaining an optimal brightness of 86.98%. Finally, data analysis of the lignocellulosic product obtained under optimized conditions, suggested that this material could be used, as a starting raw material for the production of dissolving grade cellulose, allowing to obtain a brightness of 90.45% and 93.69% of α-cellulose content for the sonication treatment, while for magnetic-mechanical a pulp with 90.72% brightness and 93.33% α-cellulose was produced.

Key words: *non conventional Deinking, waste paper printed with Laser, magneto-mechanical treatments, ultrasound process with high gain, ECF bleaching, α-cellulose.*

CAPITULO 1

INTRODUCCIÓN

En los últimos 20 años se produjo un fuerte incremento en la reutilización de las fibras secundarias en todo el mundo pasando de 5,9 a 45 millones de toneladas/año (Costa and Rubio 2005). La demanda mundial de papel, cartón y cartulina exhibe un sostenido crecimiento en el reciclado, debido, entre otros motivos, a los grandes requerimientos de la informática, el desarrollo de las nuevas formas de envases y presentación de productos; así como las mayores demandas sociales de bienestar (incrementando el consumo de papeles sanitarios y de uso doméstico) (Area 2005). Convirtiéndose en una materia prima indispensable para el desarrollo papelero, la utilización de las fibras secundarias, como es el caso del papel desperdicio, se ha convertido para las empresas papeleras en una de sus mejores opciones de materia prima, ya que el material reciclado es más barato que el original, se reducen los costos de manufactura y se disminuye el impacto ambiental, preservando cada vez más los recursos forestales y contribuyendo a la eliminación de basura (Alzate Machado A 2012). Por lo que es realmente sano reciclar papel, por otro lado, no hay una equivalencia directa entre afirmar que el papel reciclado es mejor que el papel fabricado con fibra virgen, cabe destacar este hecho es importante desde el punto de vista ambiental cuando en cada eslabón de la cadena hay fábricas que elaboran el papel cumpliendo con las mejores tecnologías disponibles, el papel reciclado y su tasa de reciclado alcanza el 40% sobre el consumo global. Nótese, sin embargo que hay papeles que no podrán ser reciclados, como los de uso sanitario, o los incorporados en libros, al menos en corto plazo. Por lo tanto, la tasa real de reciclado es aún mayor al porcentaje antes citado (Maria Cristina Area 2008).

El papel recuperado es principalmente empleado como materia prima para fabricar cartones de embalaje, producción de periódico y muchos otros tipos de papel, esta materia prima considerada de bajo costo puede llegar a convertirse en productos

de buena calidad, sin embargo, algunos papeles con tintas especiales son difíciles de destintar, siendo la causa de bajos niveles de blancura y algunos tipos de tinta como la de tóner tienden a provocar puntos negros en las pulpas (Magnin, Delpech *et al* . 2002).

Por lo que la fibra secundaria presenta ciertos problemas para su aprovechamiento, derivado de los productos químicos empleados en el proceso de la impresión, las cargas superficiales así como los sistemas de recolección en los basureros, rellenos sanitarios y por la presencia de materiales ocultos que afectan la calidad de la fibra secundaria (Monte, Sánchez *et al* . 2012). En efecto, la calidad del papel aumenta, entre otras razones, cuanto mayor es el grado de blancura del producto, es considerado mejor su calidad, así la disminución del color se debe a la presencia de los residuos de la tinta en la pulpa de papel reciclado (Alliot, Avila *et al* . 2004), por otro lado, cabe destacar, que el proceso de destintado está íntimamente relacionado con el método de impresión, el tipo de tinta usada y el método empleado para secar la tinta (Vargas and J.P. 2005). Sin embargo, la fibra secundaria ha presentado un aumento sustancial en la dificultad de destintado en aquellos papeles impresos con xerográficos y a Láser (Gübitz, Mansfield *et al* . 1998).

La impresora LASER (Amplificación de Luz a partir de Emisión de Radiación Estimulada), es la más común o frecuentemente utilizada ya que adquirió popularidad debido a que sus motores eran más pequeños que hasta ese momento, ofrecían un rendimiento adecuado. En este tipo de impresoras, un diodo LASER genera un haz que es reflejado en un espejo poligonal rotatorio, de ésta forma el haz barre todo el ancho del tambor. El corazón de estas impresoras es un motor (similar al de las fotocopiadoras) que posee un tambor fotosensible cubierto por una película de carga balanceada. Cuando éste se expone a la luz, la carga en la superficie cambia, determinando un área de exposición en el cual la imagen se pinta, con cargas eléctricas, sobre el tambor por medio de un haz LASER u otra tecnología. Cuando se ha transferido suficiente cantidad de datos para completar

una página de la forma a imprimir, la operación de impresión se ejecuta independientemente de la CPU. Una vez que el tambor gira, pasa a la estación de revelado donde las partículas de tóner se adhieren a los patrones expuestos sobre el tambor. La tinta se transfiere luego al papel como pequeñas partículas, que se fijan por medio del calor (Cura, N. J. 2015).

Dado a que las tintas de tóner contienen ligantes termoplásticos que se polimerizan y se fusionan en el papel durante el proceso de impresión a altas temperaturas (Lee, Darah *et al* . 2007). De esta forma el principal componente de la fibra secundaria que ha de retirarse es la tinta. Por ello, los procesos de destintado de papel han sufrido progresivamente mejoras y las líneas de reciclado cada vez son más complejas (Barriga 2012). Por esta razón la fibra secundaria es tratada con diferentes procesos de destintado basados en detergentes o surfactantes así como en la separación de las partículas de tinta de las fibras a través del proceso por flotación, concentrando las partículas y removiéndolas (Ek, Gellerstedt *et al* . 2009).

El destintado es el proceso en el cual se remueve básicamente los pigmentos de la tinta de una suspensión fibrosa de papel, la literatura muestra que el destintado se puede realizar por operaciones como la flotación y el lavado. Un destintado convencional se realiza a diferentes condiciones y el empleo de ciertos productos químicos como el hidróxido de sodio, peróxido de hidrógeno, silicato de sodio, quelantes y surfactantes, el proceso en el cual se emplean estas sustancias químicas se conoce como *destintado alcalino convencional*, a pesar de ser el proceso de destintado más común exhibe desventajas tales como: daño a la fibra debido a reacciones de descascaramiento (peeling), amarillamiento de la fibra e incremento de la demanda química de oxígeno (DQO) en las agua residuales del proceso (Zhang, Renaud *et al* . 2008). Los aditivos químicos juegan un papel determinante en este proceso, debido a que mediante mecanismos físico-químicos permiten llevar a cabo la remoción de las tintas de la superficie del papel (Holik 2000). El destintado tradicional es altamente efectivo para reciclar fibra

secundaria, sin embargo, el papel impreso con tóner tratadas por UV no pueden ser limpiadas eficientemente a través del destintado convencional, debido a la composición química de las tintas y de la forma en la que se adhieren a la fibra (Fricker, Thompson *et al* . 2007). Por otra lado, es común que en países como Estados Unidos y Japón la mayoría de las plantas utilicen el proceso de lavado en adición al proceso de flotación mientras que en regiones de Europa y Canadá se emplea la flotación, la cual es llevada a cabo, en medio alcalino y temperaturas moderadas (Theander and Pugh 2004). La flotación es el proceso más común para realizar la separación de la tinta sobre las fibras, la cual se basa en la probabilidad de que burbujas de aire arrastren las partículas de tinta, llevándolas a la superficie, formando una capa de espuma, el proceso es posible debido al comportamiento hidrófobo de las partículas de tinta permitiendo que puedan ser eliminadas, por su parte los sistemas de lavado buscan que el tamaño de la partícula sea pequeña para favorecer su eliminación por filtración (Holik 2000). Las propiedades finales de la suspensión de pasta de papel dependen directamente de la eliminación de contaminantes, de modo que una baja separación o eliminación de contaminantes en el proceso del destintado lleva a valores bajos de brillo y de blancura, repercutiendo en la calidad del producto final (Göttsching and Pakarinen 2000).

Un gran reto es tratar de encontrar en las fibras secundarias las propiedades de las fibras vírgenes originales, en este sentido se han logrado notables avances, pero falta aún mucho por hacer, particularmente en lo que respecta a destintado, deslignificación, blanqueo, separación de contaminantes, separación de fibras largas y cortas, mejoramiento de propiedades, impacto ambiental y de comercialización de las fibras secundarias (Rivera 2012). En la actualidad, la búsqueda de materiales biodegradables hacen de la celulosa una alternativa relativamente barata para la obtención de polímeros con propiedades como formadores de películas y otras aplicaciones de interés en la industria farmacéutica (Gutierrez Alba Liván 2009) . La celulosa pura se clasifica dentro de

los homopolisacáridos del tipo glucosano y está compuesto por unidades de D-glucosa en forma piranosa, unidades por enlaces-glicosídicos C1-C4, siendo esta la causa de la presencia de grupos hidroxílicos libres en las posiciones 2,3 y 6 del anillo. La celulosa es el material renovable más abundante producido en el planeta, teniendo una producción estimada anual de 75 mil millones de toneladas. En general la celulosa es una sustancia fibrosa, dura e insoluble en agua que juega un rol esencial en mantener la estructura de la pared celular de las plantas. A través de distintos procesos mecánicos, químicos, enzimáticos o biológicos, es posible obtener nanofibras y nanocristales de celulosa, que son las formas estructurales más básicas de este polisacárido y son aquellas a las que brindan mejoras considerables en las propiedades mecánicas, las mismas que tienen alto potencial para ser usados en formas múltiples, en particular como material reforzante para el desarrollo de nanocompuestos (Habibi, Lucia *et al* . 2010).

El uso del ultrasonido ha mejorado eficientemente el proceso de destintado, es una idea novedosa y no ha encontrado aún aceptación en la industria mundial papelera. Por lo tanto, se consideran relevantes los siguientes trabajos de investigación en el área de destintado mediante la aplicación del ultrasonido para el proceso de reciclado de fibra secundaria:

(Gabriel Parra, Vargas Radillo *et al* . 2015) Realizaron un destintado de papel bond impreso con tecnología Láser, su objetivo fue analizar el destintado con ultrasonido, combinado con etapas de flotación y lavado, para mejorar la eficiencia del proceso de destintado, el papel bond previamente fue desintegrado en un dispositivo especial para obtener una suspensión base agua, bajo una consistencia de 1.5% por un espacio de tiempo de 5 minutos Posteriormente la pulpa fue tratada en un baño de ultrasonido con dos frecuencias, 25 y 45 *KHz*. Los parámetros de interés fueron la consistencia de la pulpa (0.5 a 2.0%), frecuencia (25 y 45 *KHz*), temperatura (25 a 55°C), tiempo de tratamiento (1 a 20 minutos) y modulación pulsada, mediante el modo de desgasificación como el límite inferior y el modo de barrido como límite superior. Los tamaños (rangos) de las partículas

de tinta de cada etapa de destintado fueron seleccionados como variables de respuesta, la meta principal de esta investigación fue optimizar los parámetros involucrados en el tratamiento con ultrasonido y maximizar en lo posible, la cantidad de partículas de tinta en los rangos de 25-50, 50-100, y 100-150 µm. Reportan que los datos recabados mediante un análisis estadístico durante la etapa de ultrasonido reveló que las condiciones óptimas para maximizar el número de partículas de tinta, en los rangos de interés, fueron los siguientes: frecuencia de 25 KHz, 20 minutos de tiempo de tratamiento, consistencia de 0.5%, temperatura de 55°C y uso del aparato de ultrasonido en el modo de barrido, bajo estas condiciones de tratamiento en el ultrasonido fue posible separar las partículas de tinta en el rango de 25-50 µm y eliminarlas posteriormente por etapas de flotación y lavado.

(Manning and Thompson 2004) Realizaron un estudio sobre el destintado de papel con tinta curada por luz ultravioleta UV por ultrasonido a alta intensidad, su objetivo principal fue investigar el uso del ultrasonido a alta intensidad sobre el papel curado con UV, dado que la introducción del tóner y las tintas curadas por UV presentan dificultades durante el proceso convencional de destintado, las muestras fueron impresas por un proceso de serigrafía, una vez impresas y tratadas con UV, los autores rasgaron el papel en forma manual en tamaños de 20 mm cada pieza, posteriormente fueron remojadas por un espacio de tiempo de 3 horas para ser desintegradas, la desintegración la realizaron a una consistencia de 1.5% y un pH de 7, antes de ser expuesta al ultrasonido, una vez realizada esta etapa procedieron a realizar el tratamiento con ultrasonido, la suspensión fibrosa fue tratada bajo los siguientes factores: frecuencia 20 *KHz*, tiempos de 1, 2, 5 y 10 minutos, temperatura de 22 ± 2°C. Reportan que las partículas más grandes en el rango de 2000 a 3600 µm, disminuyen después del tratamiento con ultrasonido, la siguiente categoría de partículas grandes de 360 a 2000 µm, mostraron una disminución en un 41% de las hojas formadas, así mismo reportan que la mayor cantidad de partículas de tinta removidas fueron en la etapa de lavado en el rango

de 10-20 y 20-110 µm, concluyendo que el tratamiento con ultrasonido permite generar partículas de tinta en los rangos mencionados las cuales podrían ser eliminadas por procesos convencionales de flotación y lavado.

(Norman, Sell *et al* . 1994) Realizaron un estudio de destintado de papel desperdicio de una mezcla de papel impreso con Láser y xerográfico, de acuerdo con los autores la acción del ultrasonido ha logrado remover grandes partículas de tóner de las fibras y ha separado la unión de las partículas pequeñas. Las partículas son fraccionadas y reducidas a tamaños las cuales pueden ser consideradas como una medida eficiente en el proceso. Los beneficios de la reducción de los tamaños de partículas se observan en etapas posteriores como el destintado por flotación y lavado. El proceso de aplicación del ultrasonido implica la desintegración de la pulpa seguido por la aplicación del ultrasonido, la consistencia utilizada para esta investigación fue alrededor de 0.5-1%, el tiempo de aplicación para este proceso fue de 10 minutos, las frecuencias usadas en la etapa de aplicación fueron de 22 a 54 KHz, la mayor eficiencia es asociada a altas frecuencias, las cuales corresponden a altos costos eléctricos, un balance entre la frecuencia de operación y el consumo de operación tiene que ser alcanzado por la naturaleza de la materia prima, otra ventaja de este proceso sobre el proceso convencional de destintado es que elimina el uso y la necesidad de surfactantes tóxicos en el pulper , ayudando así a crear más procesos eco-amigables con el medio ambiente, el “corazón” del proceso de destintado implica el uso de las celdas de flotación para remover las tintas que han sido separadas de la fibra durante la desintegración y la etapa del ultrasonido, para la etapa de flotación utilizaron un colector químico naturalmente no tóxico, demostraron que las frecuencias bajas 22 KHz interactúan con las partículas de tinta mayores a 400 µm, generando la división de estas, que al ser tratadas a frecuencias altas 54 KHz, se reduce el tamaño menores a 200 µm, facilitando con ello la eliminación de estas tintas por flotación y lavado.

(Ramírez Casillas 2004) Realizó un tratamiento de destintado a una suspensión fibrosa de papel bond impreso con LÁSER, utilizando los siguientes parámetros: consistencias de 0.5% a 2%, pH de 5 a 8, temperaturas de 25 a 55°C, tiempos de tratamiento de 1 a 20 minutos y modulación pulsada y aplicación del ultrasonido a la suspensión fibrosa de 40 KHz. Previamente el papel bond fue desintegrado en a 1.5% de consistencia por un lapso de tiempo de 5 minutos, posteriormente la pulpa que fue tratada con ultrasonido, bajo las condiciones antes mencionadas, la suspensión fibrosa que fue tratada se le aplicó una etapa de flotación usando D-1600 (agente de dispersión etoxilado no iónico) para eliminar las tintas separadas, posteriormente se le aplicó una etapa de lavado usando un agente de dispersión (ISTEMUL-780). El autor menciona que fue necesaria la aplicación de una segunda etapa de ultrasonido, flotación y lavado a las pulpas que previamente fueron destintadas. Reporta que las mejores condiciones para la aplicación del ultrasonido fueron: 0.5% de consistencia, alta modulación en ultrasonido, 55°C de temperatura en la suspensión fibrosa, pH de 5 y 20 minutos Bajo estas condiciones logro remover las partículas de tinta en los rangos de 1-50 µm, incrementando un 91% para este rango y un 27% para el rango de 50-100 µm, lo cual le permitió eliminar estas partículas de tinta por etapas de flotación y lavado respectivamente. Así mismo reporta una blancura final del 87.48%, después de haber aplicado dos etapas de: ultrasonido, flotación y lavado.

(Tatsumi, Higashihara *et al* . 2000) Realizaron una investigación sobre el efecto del ultrasonido en la calidad de la fibra reciclada. La materia prima utilizada por los autores fue periódico de impresión offset y papel de oficina impreso con tinta Láser. El tratamiento con ultrasonido fue aplicado a la suspensión fibrosa antes de remover la tinta por un proceso de flotación convencional. Previamente la materia prima fue desintegrada en 1.5 L de agua a 50 °C con hidróxido de sodio (0.7g), silicato de sodio (1.4 g) y peróxido de hidrógeno (0.7g), usando un agente de destintado DI-767 (0.07g), posteriormente aplicaron el tratamiento del ultrasonido a la suspensión fibrosa, los parámetros fueron: potencia de 200 W de energía

eléctrica, frecuencia 20 KHz, la consistencia de la fibra fue de 1%, previamente la suspensión fibrosa fue diluida al 0.33%, manteniendo la temperatura de la suspensión fibrosa a 40°C durante una hora. Posteriormente la etapa de la flotación fue realizada a una temperatura de 30°C por un tiempo de 10 minutos Reportan que los resultados alcanzados por el tratamiento con el ultrasonido son efectivos en el mejoramiento de la calidad de las fibras recicladas, así como en la limpieza de las fibras.

Las investigaciones realizadas a partir de fibra secundaria, relacionados con el destintado de papel a través de la aplicación de un medio magnético disponible, se encontraron los siguientes:

(Marwah and Gold 1996) Patentan un proceso para mejorar el destintado de papel desperdicio que contiene impresión Láser, electrostática y otros tipos de tóner de impresión sin impacto (tintas para producir alta calidad, altos valores de blancura, poco o nada de contenido de suciedad), poco o nada de pérdidas de fibras. Este proceso de acuerdo con el autor consistió en la adherencia de partículas de tinta en la pulpa de papel de desecho a un material magnético con la ayuda de un agente de aglomeración, seguido de la eliminación de las partículas de tinta por separación magnética. El tratamiento magnético se llevó a acabo a temperatura ambiente o superior, a pH neutro a alcalino y a una consistencia baja en la suspensión fibrosa. La aglomeración y la adición magnetita, seguido por la exposición del papel de desecho a un campo magnético, proporciona la remoción completa de tinta sobre la exposición al campo magnético sin pretratamiento. Además, el proceso puede ser empleado como un paso adicional en un proceso convencional para remover de los papeles impresos las tintas de reprografía, tales como la eliminación de la tinta mediante cribado, flotación, limpieza centrifuga, lavado y sedimentación con o sin decantación.

(Ramírez Valdovinos, Ramirez Casillas *et al* . 2010) Realizaron un tratamiento de destintado de papel bond de impresión Láser, a través de un método no convencional usando un equipo que genera fuerzas magnético-mecánicas, los parámetros utilizados para el desarrollo de esta investigación fueron: consistencia de la pulpa de 0.5 a 2%, tiempo de aplicación de tratamiento magnético-mecánico 5 a 20 minutos y velocidad del equipo, en escalas de 1 a 10, los tamaños de partículas de tinta de cada etapa de destintado fueron seleccionadas como variables de respuesta así como la limpieza de las hojas formadas en cada etapa. El papel bond previamente fue desintegrado en un equipo especializado a 1.5% de consistencia por un espacio de 5 minutos, posteriormente aplicaron el tratamiento magnético-mecánico a la suspensión fibrosa desintegrada bajo los parámetros ya mencionados, adicionando una etapa de lavado a la suspensión fibrosa destintada, usando un surfactante (ISTEMUL 780) para la etapa de lavado. Reportan que la aplicación del tratamiento magnético-mecánico a la suspensión fibrosa, previamente desintegrada y bajo las siguientes condiciones de manejo: consistencia de 0.5%, tiempo del tratamiento 5 minutos y una velocidad de 10 en escala del equipo, es posible realizar la separación unión tinta-fibra en los rangos de interés de 25-50 y de 50-100 µm, partículas de tinta que fueron eliminadas por una etapa de lavado, así mismo reporta una blancura final del 84.06%, el autor menciona como recomendación que es necesario una etapa de flotación lo cual permitirá una mejora en la eliminación de las partículas de tóner y una mejor limpieza de la pulpa.

Para el destintado de papel a partir de fibra secundaria por medio de la aplicación de otros métodos o a través de un proceso convencional, se consideran relevantes los siguientes:

(Alzate H. H. 2012) Realizaron un estudio de destintado de papel desperdicio por flotación en medio neutro aplicando ácidos grasos etoxilados, el papel utilizado en esta investigación fue de revista, papel de oficina, y periódico en una porción de 40, 40 y 20, empleando como agentes de tensión superficial ácidos grasos

etoxilados con valores de balance hidrófilo-lipófilo (HLB) DE 6, 8, 10, 12, 14 Y 16. Previamente a la materia prima le determinaron el porcentaje de humedad, cenizas así como la clasificación de fibras de acuerdo al procedimiento de Bauer-McNett. Como parámetros óptimos tomaron la limpieza de las hojas formadas de acuerdo a la norma TAPPI 205 om-02, donde evaluaron el factor de reflexión a 457 nm y la limpieza de las hojas de la pulpa destintada. La combinación de materia prima empleada por los autores fue la siguiente: revistas viejas (OMG-Old Magazine) papel desperdicio mezclado de oficina (MOW-Mixed Office Waste o Mixed Office Paper) y papel periódico viejo (ONP-Old Newspaper) en la proporción 40/40/20, la materia prima fue remojada por espacio de una hora, luego fue desintegrada por un tiempo de 10 minutos Posteriormente realizaron el destintado neutro y alcalino para una respectiva comparación, el Cuadro No. 1, muestra las sustancias químicas empleadas para el destintado alcalino, las cuales fueron proporcionadas de acuerdo a la pulpa base seca: hidróxido de sodio, silicato de sodio, DTPA, Surfactante, y peróxido de hidrógeno: 1.0

Cuadro 1. Sustancias químicas empleadas en el destintado alcalino.

Reactivo	Cantidad%
NaOH (Hidróxido de sodio)	1.0
SI_2NaO_3 (Silicato de sodio)	0.5
Surfactante	0.5
H_2O_2 (Peróxido de hidrogeno)	1.0
DTPA Diethylenetriaminepantaacetic acid	0.3%

Para la realización del destintado realizaron el siguiente procedimiento, en la etapa de reacción, calentaron el agua con dureza de 180 mg/L de $CaCO_3$, pesando 12 g de la pulpa seca, a la cual le adicionaron 20 ml de hidróxido de sodio y silicato de sodio, 10 ml de DTPA y H_2O_2 y 10 ml del surfactante, la cual realizaron a 4% de consistencia, el tiempo total de la reacción fue de 40 minutos, el pH lo ajustaron a intervalos de 10 a 11, controlando la temperatura a baño maría. La etapa de flotación, la trabajaron a temperatura de 40 °C, consistencia de 0.8%, adicionando

agua hasta 1500 ml, tiempo de 10 minutos, flujo de aire de 2 SCFH (Pies cúbicos estándar por hora). Por su parte el destintado neutro, modificaron 2 pasos diferentes en la etapa de desintegración con respecto al destintado alcalino, únicamente agregaron el surfactante biodegradable y el pH en la desintegración fue aproximadamente de 7.0 (ajustado con una solución de HCl o H_2SO_4). Reportan valores de FR 457 nm de una blancura del 65.4% con el proceso alcalino convencional, mientras que el proceso de destintado empleando ácidos grasos etoxilados con valores de HLB de 12, 14 y 16 arrojaron valores de FR 457 nm de 67.4, 69.8 y 68.6 respectivamente.

(Alliot, Avila *et al* . 2004) Realizaron un estudio comparativo entre dos celdas de flotación a escala piloto empleadas para el destintado de papel de diario en el proceso de reciclado donde esta operación interviene. Las pruebas las realizaron en los equipos de flotación con aireación mecánica, diferenciándose en su geometría. Las pruebas realizadas en las celdas de flotación las realizaron bajo los siguientes factores: tiempo de operación 10 minutos, numero de revoluciones del agitador: 2000 rpm, pH, temperatura, calidad del agua. La materia prima fue desintegrada en un equipo Britnish con pulpa de papel, durante un espacio de tiempo de 10 minutos, a una consistencia de 1.7%, en esta etapa adicionaron reactivos auxiliares como el hidróxido de sodio y silicato de sodio, el primero facilita la separación de las fibras con lo que disminuye el tiempo de operación, por su parte el silicato de sodio regula el pH y facilita el blanqueo. Posteriormente realizaron las pruebas de flotación por separado utilizando dos celdas de flotación, del tipo Denver, de escala tipo piloto, las cuales denominaron A y B respectivamente, agregaron distintos reactivos como el estearato de sodio y oleína saponificada 50%, que cumple la función de colector y espumante, la consistencia de la pulpa utilizada en cada una de las celdas fue de 0.5% de acuerdo a sus ensayos previos. Reportan que la celda B, posee una mejor eficiencia para la etapa de destintado para el proceso de reciclado de papeles de diario, en comparación con la celda A, reportando una reflectancia (blancura) para la celda B

de 54.05 y 53.50%, mientras que para la celda A fue de 46.73 y 47.53%, respectivamente.

(Dumea, Lado *et al* . 2009) Realizaron un estudio de destintado por flotación alcalina, utilizando los siguientes materiales offset (40% papel periódico/60% papel de revista), flexografía (100% papel periódico) y digitales (papel grafico de alto grado impreso a Láser con una mezcla de tinta cian y magenta), para comparar posteriormente la eficacia del proceso. Los reactivos utilizados fueron: hidróxido de sodio 0.7%, silicato de sodio 1.5%, peróxido de hidrógeno 0.7% y 0.7% de surfactante Serfax MT 90, mientras que las condiciones utilizadas en la flotación fueron: consistencia de 0.8%, tiempo de 10 minutos y temperatura de 40°C, reporta una disminución en el grado de blancura para los papeles impresos flexográficos e impresos digitalmente vía Láser, después de la flotación, mientras que la mezcla de papeles de impresión offset (periódico y revista), presenta los mejores resultados obtenidos para esta investigación, removiendo el 91% de la tinta presente en la fibra, el autor concluye que las impresiones flexográficas no deberían ser tratadas por métodos alcalinos debido a pobre desprendimiento de las tintas, mientras que el destintado alcalino parece ser la mejor opción para las impresiones digitales, ya que permite remover hasta el 91% de tinta, logrando hasta 15 puntos en el aumento de blancura.

(López 2002) Realizó un estudio de papel a través de un destintado convencional para impresiones flexográficas en blanco y negro. El tipo de tintas utilizadas en la impresión flexográfica es tradicionalmente base agua. Sin embargo, las finas partículas de tinta flexo no son eficientemente eliminadas, ya que a condiciones alcalinas se dispersan y establecen una suspensión muy estable. El autor reporta que con el uso de un surfactante no iónico y la flotación a pH ácido y temperatura alrededor de 55°C, permiten la eliminación de las tintas presentes en las fibras, lo cual se ve reflejado en la selectividad de las tintas incrementando muy significativamente la blancura en un 70% con pérdidas de fibras por debajo del 10%.

(Sulbarán, Turrado *et al* . 2014) Realizaron un destintado de papel reciclado en medio neutro aplicando mezclas de enzimas de celulasa y α-amilasas, el objetivo principal de esta investigación fue aplicar una mezcla de enzimas (50:50) de celulasa y α-amilasas en el proceso de destintado de papel reciclado de oficina en condiciones neutras, comparado con un destintado aplicando tensoactivos comerciales. Para realizar dicha investigación utilizaron papel de oficina tamaño carta, el cual fue impreso con tinta tóner por ambos lados, realizaron la desintegración del papel impreso a 3.0% de consistencia por 10 minutos Utilizando también una mezcla 50:50 de dos enzimas celulasa (novozyme 342) y α-amilasas (novozyme 51055), posteriormente realizaron un destintado por flotación a 3 minutos, consistencia de 0.8% y temperatura de 40°C, realizando esta etapa en 2 partes:

I) Destintado con Tensoactivo: El cual lo realizaron a un pH de 7, como tratamiento de referencia, durante esta etapa aplicaron un tensoactivo espumante tipo acido grasa a 0.5%, en base al peso seco del papel. II) *Destintado con enzimas:* Esta etapa la realizaron aplicando una mezcla (50:50) de celulasa y α-amilasas. Con tiempos de reacción de 30 y 180 minutos, dosis de 0.01 a 0.1% y un pH de 6.25.

Reportan que con la mezcla de enzimas a tiempos de 180 minutos y dosis de 0.1%, obtuvieron una blancura final del 88.0% en comparación con el destintado con tensoactivos en el cual obtuvieron un 82.0%, los autores destacan que ha tiempos (30 minutos) cortos del tratamiento y bajas dosis (0.01%) los resultados de blancura fueron bajos (80.0%).

Actualmente el destintado de papel desperdicio de oficina, se lleva a través de una combinación de procesos físicos y químicos que involucran etapas de desintegración, flotación y lavado. Este proceso está orientado a la recuperación de fibra celulósica principalmente para grado papelero, por lo que no se busca una alta eficiencia en la remoción de material no lignocelulósico presentes en la fibra secundaria. Además, durante el proceso de destintado se utilizan agentes

químicos tales como dispersantes y coagulantes, y en menor grado acción física, lo cual contribuye a mayor contaminación del medio ambiente y en cierta medida una menor eficiencia del proceso, así como las ventajas económicas que representaría el uso del papel secundario. Sin embargo, es posible que, mediante la utilización de medios mecánicos más intensivos, con una orientación más específica hacia la separación y fragmentación de las partículas de tinta, se pueda generar una materia prima con un mayor grado de pureza. La aplicación de estos medios permitiría reducir el consumo de químicos para el destintado y contribuir al desarrollo de una tecnología más amigable con el ambiente.

El objetivo de la presente investigación fue evaluar el efecto de destintado de papel de impresión Láser mediante la aplicación de dos procesos no convencionales por ultrasonido de acción intensiva y por medio de la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas y la aplicación de secuencias de blanqueo libres de cloro elemental (ECF). Buscando con ello entender los fenómenos asociados al proceso destintado y lograr determinar las condiciones óptimas de los parámetros involucrados en ambos procesos propuestos, para lograr la mayor eficiencia en la remoción de partículas de tinta/m². Así como la obtención de celulosa grado soluble a partir de fibra secundaria.

HIPÓTESIS

H_0= El destintado de papel de impresión Láser mediante un proceso en el cual se utilicen tratamientos mecánicos de alto impacto, tales como ultrasonido de alta ganancia o un proceso mecánico magnéticamente-inducido, combinados con etapas de flotación y lavado; no tendrá ningún efecto en incrementar la eficiencia de la limpieza de la fibra lignocelulósica, por lo que la fibra destintada, aún con la implementación de un blanqueo ECF, no tendrá las características deseables de un producto con un alto contenido de α-celulosa.

H_1= El destintado de papel de impresión Láser mediante un proceso en el cual se utilicen tratamientos mecánicos de alto impacto, tales como ultrasonido de alta ganancia o un proceso mecánico magnéticamente-inducido, combinados con etapas de flotación y lavado; aumentará la eficiencia de la limpieza de la fibra lignocelulósica, de tal manera que al tratar la fibra destintada con un proceso de blanqueo ECF, será posible obtener un producto con un alto contenido de α-celulosa.

OBJETIVO GENERAL

Evaluar el desempeño de un proceso de destintado de papel desperdicio de impresión Láser mediante tratamientos mecánicos de alto impacto, tales como ultrasonido de alta ganancia o la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas, combinado con secuencias de flotación y lavado, más un blanqueo posterior libre de cloro elemental (ECF); para la producción de celulosa de alta pureza.

Objetivos Específicos

- Estudiar el comportamiento del papel desperdicio de impresión Láser sometido a un proceso de destintado, compuesto de un tratamiento con fuerzas mecánicas de alto impacto magnéticamente-inducidas y etapas posteriores de flotación y lavado; mediante la aplicación de un diseño experimental multifactorial 2k, con factores de interés involucrados durante el tratamiento magnético-mecánico.

- Analizar la respuesta del papel desperdicio de oficina impreso con Láser a la remoción de materiales no lignocelulósicos, mediante la aplicación de un proceso de destintado incorporando un tratamiento con ultrasonido de alta ganancia, una etapa de flotación y una de lavado; mediante la aplicación de un diseño experimental multifactorial 2k, con factores de interés involucrados durante el tratamiento con ultrasonido.

- Determinar los valores óptimos de los parámetros involucrados en cada uno de los procesos de destintado anteriormente propuestos, para lograr la mayor eficiencia en la remoción de material no celulósico del papel desperdicio impreso con Láser.

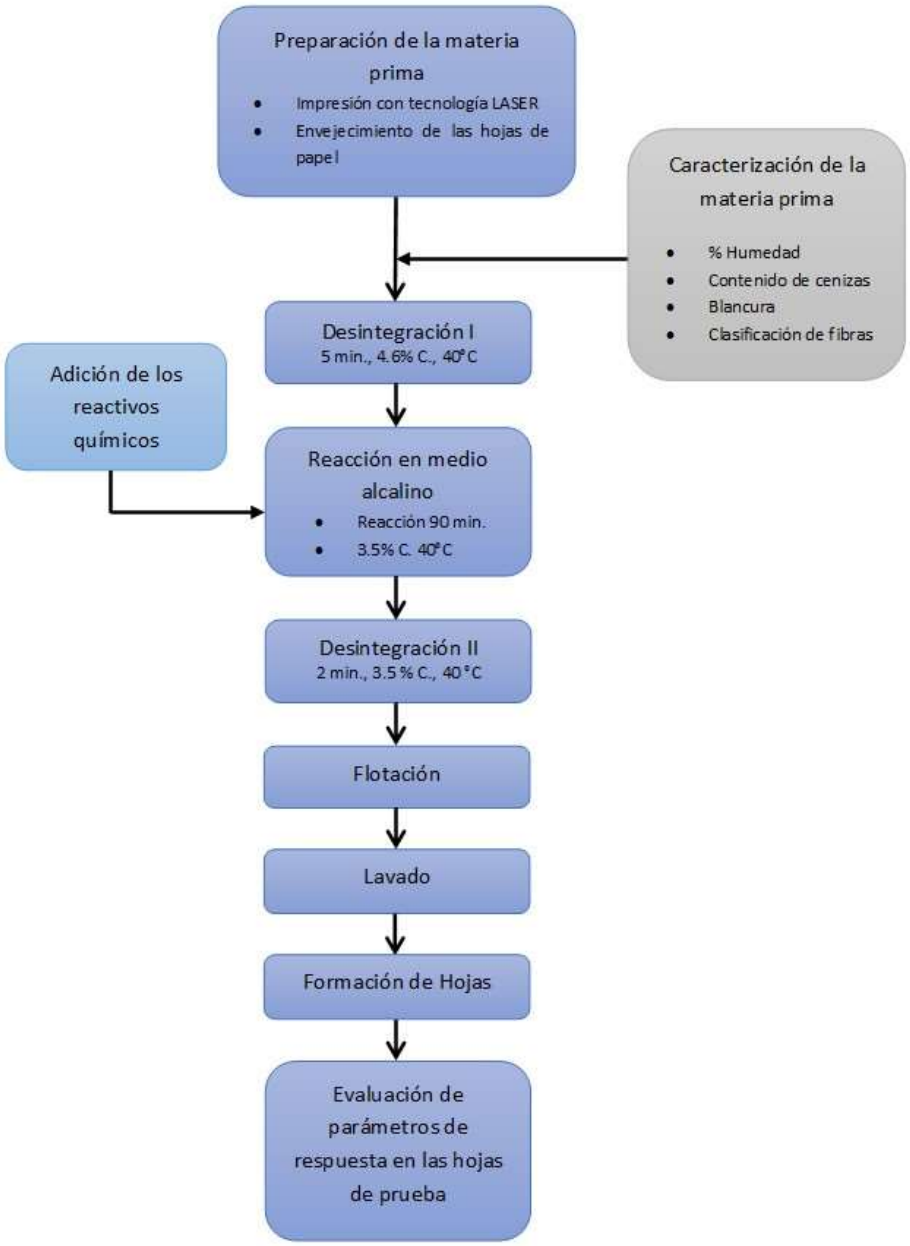
- Obtener un producto celulósico con características de una pulpa grado soluble (α-celulosa), mediante la aplicación de un blanqueo ECF al material lignocelulósico, purificado, bajo condiciones optimizadas de los procesos de destintado propuestos.

- Analizar las características de la fibra celulósica purificada y del material removido, mediante evaluaciones físico químicas de propiedades de interés tales como: blancura ISO, contenido de α-celulosa, viscosidad, grado de cristalinidad, distribución de tamaño de las partículas de tinta, composición química de la fibra y del material removido, morfología de la fibra y del material no celulósico.

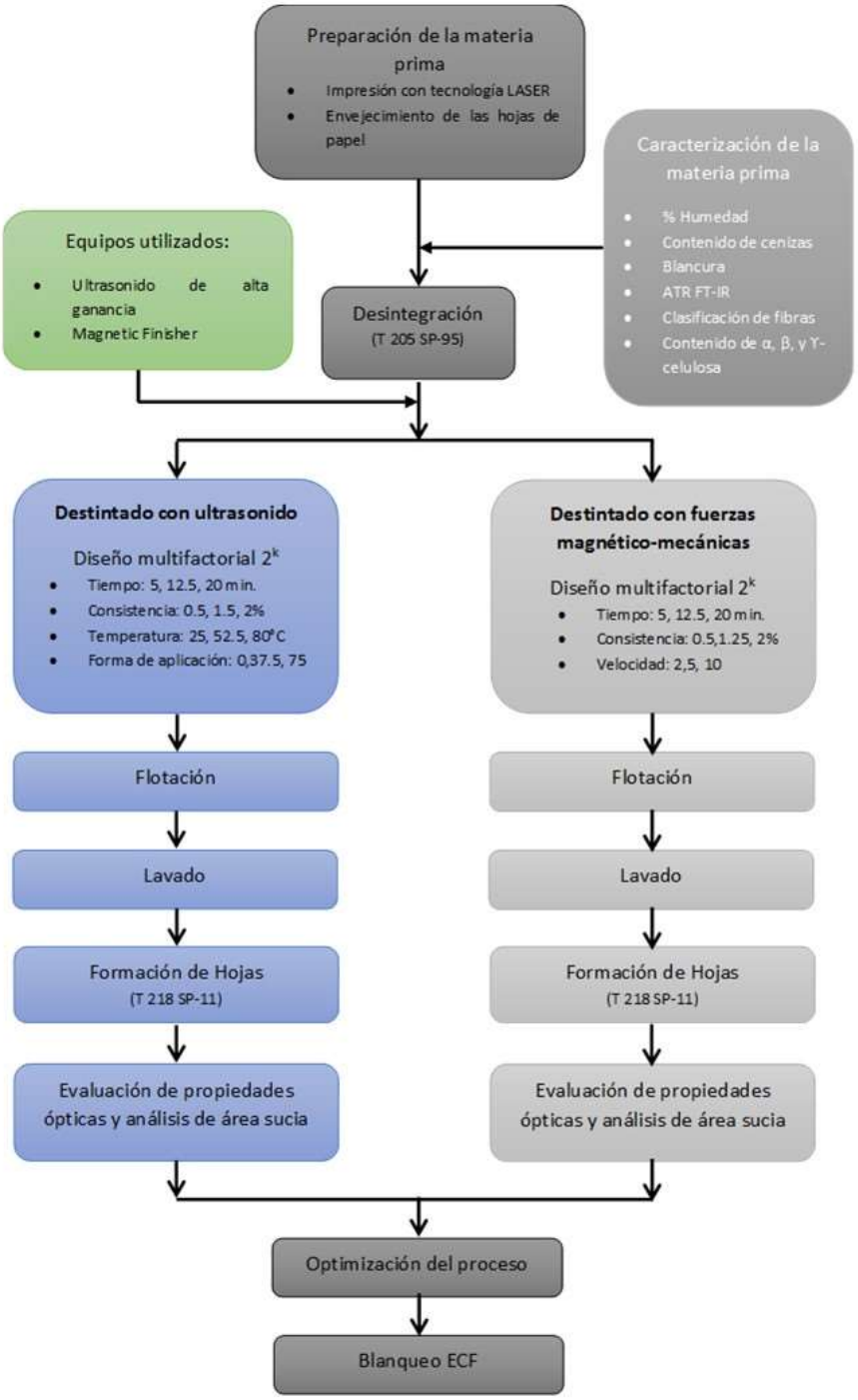
CAPITULO 2

MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Diagrama de flujo para un destintado convencional



2.2 Diagrama de Flujo para los procesos propuestos de destintado no convencional, para la limpieza de papel desperdicio de oficina impreso con Láser



2.3 Preparación y caracterización de la materia prima

2.3.1 Impresión con tecnología Láser

El estudio se realizó con hojas de papel bond, tamaño carta de 75 g/m², de la marca Maxbrite. Para tener una cantidad homogénea de tóner depositado en cada hoja, se imprimió en una de sus caras (Figura 1), la siguiente leyenda: ***"Destintado de papel de impresión Láser, aplicando secuencias con ultrasonido de acción intensiva y procesamiento magnético-mecánico, orientado hacia la obtención de celulosa de alta pureza"***. Esta leyenda se imprimió utilizando una impresora Láser (HP, Láser Jet 1022), y se repitió hasta obtener 45 filas, utilizando una fuente Times New Roman, tamaño 12, negrita y doble espacio. Lo anterior, permitió depositar de manera más o menos homogénea, aproximadamente 0.1872 g de tóner/hoja.

Figura 1. Hoja con impresión Láser.

2.3.2 Envejecimiento de las hojas de papel bond impresas con Láser

En pruebas preliminares, se observó que las partículas de tóner recién depositadas sobre el papel mediante la impresión Láser no mostraban suficiente adherencia; en comparación con el papel desperdicio impreso con Láser almacenado durante mucho tiempo. Las hojas con mayor tiempo de almacenamiento, retenían mayor cantidad de tóner durante el desintegrado de las mismas, comparado con la gran cantidad de tóner desprendido durante la desintegración del papel recién impreso. Por lo tanto, los papeles recién impresos fueron sometidos a un proceso de envejecimiento mediante su exposición a Luz UV, para promover una mejor adherencia de las partículas de tóner sobre el papel bond y simular las características de un papel desperdicio impreso con Láser, con un tiempo de almacenamiento prolongado.

Las hojas de papel recién impresas fueron expuestas a luz UV, utilizando un foto-reactor (Rayonet, Mod. RPR-100), provisto de 16 lámparas de longitud de onda de 350 nm y un carrusel giratorio de 8 compartimentos, para sujetar las muestras de papel y proveer una exposición uniforme a la luz ultravioleta. Las hojas de papel bond, fueron cortadas en tiras de aproximadamente 28 x 7 cm, y expuestas a la luz ultravioleta durante 60 minutos (Figura 2).

Finalmente, el papel bond envejecido, fue cortado manualmente en trozos de 2 x 2 cm aproximadamente, y almacenado en bolsas de plástico para su uso posterior.

Figura 2. (a) Foto-reactor (Rayonet, Mod. RPR-100), utilizado para el envejecimiento de las hojas de papel, (b) Interior del equipo foto-reactor.

2.3.3 Caracterización de la materia prima

El papel fue sometido a diversas caracterizaciones de parámetros de interés, tales como contenido humedad de acuerdo a la norma T 412 om-11 (TAPPI 2011b); cenizas, mediante la técnica T 211 om-11 (TAPPI 2011); blancura y opacidad, utilizando un espectrofotómetro modelo Elrepho 3000 (Data color International) y la norma T 452 om-08 (TAPPI 2008); color del papel, usando la norma T 527 om-07 (TAPPI 2007). Adicionalmente, se evaluó el contenido de α, β y γ-celulosa, utilizando la norma T 203 cm-13 (TAPPI 2013) y el número de Kappa, para lo cual se utilizó la norma T 236 om-13 (TAPPI 2013).

2.4 Proceso de destintado convencional

Con el fin de tener un patrón de comparación con el método de destintado propuesto en este estudio, se sometió al papel impreso con Láser a un proceso de destintado convencional, utilizando la siguiente secuencia: desintegración I, reacción en medio alcalino a 40 ° C, desintegración II, flotación y lavado, que se describe a continuación.

2.4.1 Desintegración I

Durante esta etapa se utilizó agua desionizada (18 MΩ.cm) a 40 °C, a la cual se le adicionó $CaCl_2$ hasta ajustar la dureza a 180 ppm de cloruro de calcio. Posteriormente, se adicionaron 5 ml de NaOH (Golden Bell, 100%) para ajustar el pH entre 10.5-11.0, 0.75 g de silicato de sodio (Sigma-Aldrich, 14% NaOH, 27% SIO_2), penta-acetato de dietilentriamina (Spectrum, 41%) y peróxido de hidrógeno (Karal, 30%). Esta solución se utilizó como agua de dilución y de lavado. Una vez preparada la solución anterior, se obtuvo una suspensión fibrosa de papel desperdicio al 4.6% de consistencia, mediante la desintegración de 12 gbs. de una muestra de hojas, de acuerdo al procedimiento establecido en la norma T 205 sp-12 (TAPPI 2012a). La desintegración se llevó a cabo a 40°C, durante 5 minutos ± 20 s, utilizando un equipo marca Frank, tipo 95967, a 3000 rpm (Figura 3). Posteriormente, la suspensión fibrosa fue transferida a un vaso de precipitado de 100 ml y ajustada a un 3.5% de consistencia, utilizando la solución de lavado y dilución, previamente descrita.

Figura 3. Equipo utilizado para la desintegración de la suspensión fibrosa.

2.4.2 Reacción en medio alcalino

Durante esta etapa se adicionó un surfactante comercial (ISTEMUL 780) al 0.1% $_{b.s.}$, con respecto a la cantidad de material fibroso agregado. La suspensión fibrosa se dejó reaccionar por 90 minutos, 40°C, controlando la temperatura mediante el uso de un equipo de recirculación de agua de alta precisión (Haake, Mod C1-w13). Transcurrido el tiempo de reacción, la muestra fue retirada del baño y desintegrada nuevamente.

2.4.3 Desintegración II

Después del tratamiento con la solución alcalina, la suspensión fibrosa fue desintegrada nuevamente, durante 2 minutos ± 10 s, a 3.5% de y 3000 rpm. Posteriormente, la suspensión fue transferida a un vaso de precipitado, donde se ajustó la consistencia de la misma a 0.8% y una temperatura de 40 °C, para ser sometida a un proceso de flotación.

2.4.4 Flotación

Este procedimiento fue adaptado, tomando en cuenta el método PTS-RH 010/87 (PTS-METHOD 1987). La flotación fue realizada en una celda Barnant Mixer (Figura 4), mod. 20, a 40 °C, tiempo de flotación 10 ± 1 minutos, y una consistencia de 0.8%. Durante el tratamiento, se utilizó surfactante comercial al 0.1% $_{b.s.}$, suministro de aire de 60 ± 5 L/h, y una velocidad del agitador de 1500 ± 60 rpm. En la etapa de flotación, se cuidó que la espuma generada pudiera retirarse en un promedio de tres veces por minuto y que el nivel de la celda de flotación se mantuviera al borde, agregando agua desionizada suficiente para este propósito.

Figura 4. Equipo utilizado durante la etapa de flotación.

Transcurrido el tiempo de tratamiento por flotación, la suspensión fue transferida a un vaso de precipitado de 2000 ml, ajustando el pH hasta un valor de 5.0 ± 0.2, agregando una solución de ácido sulfúrico al 20.0%.

2.4.5 Lavado

Esta etapa fue subsecuente a la etapa de flotación. El lavado fue realizado en una celda “Degussa” (Figura 5), por un espacio de 10 minutos, con un flujo de agua de 1 L/min, a una consistencia de 0.4%, utilizando una malla de lavado de 200 Mesh en el interior de la celda, fue necesario el uso de un surfactante comercial al 0.5% base seca de la fibra.

Figura 5. Celda Degussa, utilizada durante la etapa de lavado de la pulpa.

2.5 Proceso de destintado mediante tratamiento mecánico de alto impacto, magnéticamente inducido

El papel desperdicio fue sometido a un proceso de destintado que incluyó la aplicación de las etapas desintegración, tratamiento con fuerzas mecánicas de alto impacto-magnéticamente inducidas, flotación y lavado que se describen a continuación.

2.5.1 Desintegración

La materia prima fue desintegrada en el desintegrador Frank (Figura 3), a 3000 rpm, 1.2% de consistencia, y 10 minutos, de acuerdo a la norma T 205 SP-12 (TAPPI 2012a). Posteriormente, la suspensión fibrosa fue transferida a un vaso de precipitado de 5000 ml, previo a la etapa del tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas.

2.5.2 Tratamiento con fuerzas mecánicas de alto impacto, magnéticamente inducidas

El proceso de destintado se realizó con el equipo marca Romanoff, modelo R, también denominado Magnetic-Finisher (Fig. 6-a). Este aparato consta de pequeños “pines” de hierro de 5.5 mm de longitud por 0.5 mm de diámetro (Fig. 6-b), los cuales se mezclan con la suspensión fibrosa, dentro de un recipiente de plástico. Los pines son agitados y rotados magnéticamente a una velocidad controlada (Fig. 6-c) generando interacciones físicas de alto impacto sobre la superficie de las fibras presentes en la suspensión.

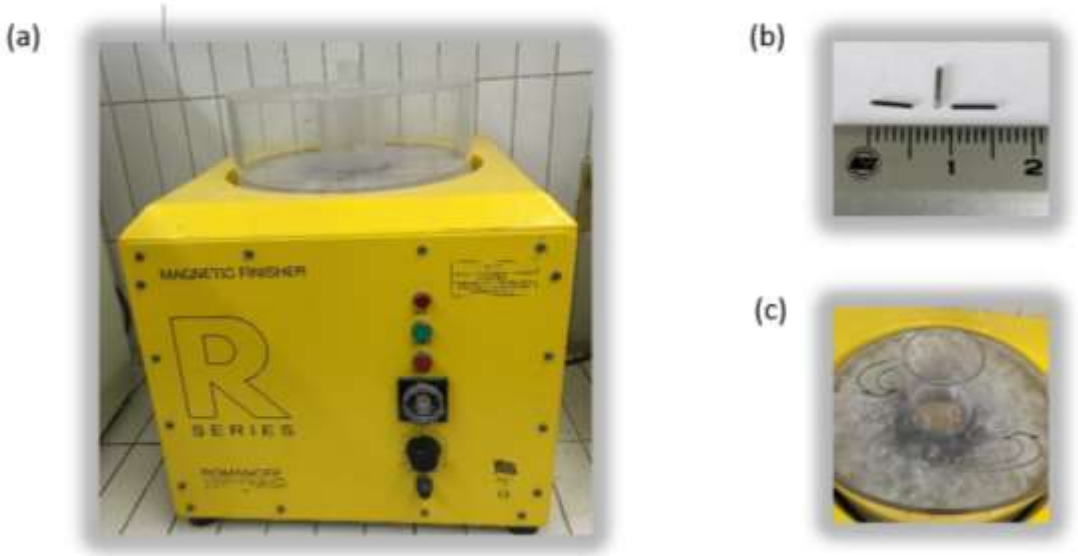


Figura 6. Equipo utilizado para el tratamiento con fuerzas mecánicas de alto impacto magnéticamente inducidas. (a) Vista completa del equipo, (b) morfología de los pines y (c) vista de planta, que muestra pasta de papel desperdicio siendo agitada por las pines.

La Figura 7 muestra esquematiza, a manera hipotética, como podría estar fragmentándose el tóner adherido a la fibras debido al tratamiento magnético-mecánico. Como se ilustra en la Figura, es muy probable que la rotación magnética inducida a los pines produce micro colisiones entre éstos y las fibras, provocando fragmentaciones del material adherido (tóner) sobre el material fibroso.

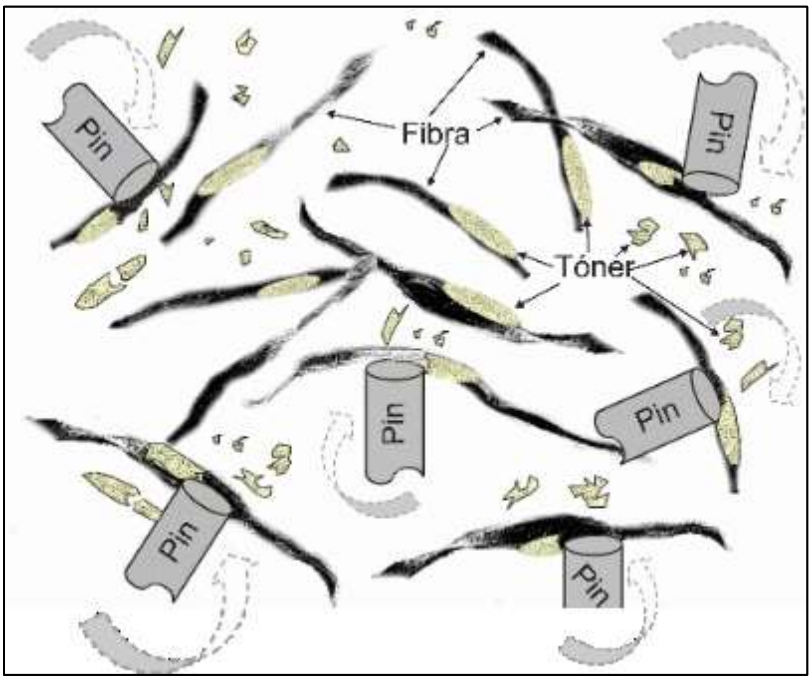


Figura 7. Esquema del probable efecto del movimiento de los pines utilizados en el tratamiento con fuerzas mecánicas, sobre el material adherido a las fibras provenientes del papel desperdicio de oficina, impreso con Láser.

2.5.2.1 Diseño experimental

El diseño experimental empleado para determinar el efecto del tratamiento fue un diseño factorial 2^k, utilizando como parámetros: tiempo de aplicación (5 a 20 minutos), consistencia (0.5 a 2.0%) y velocidad (2-10). El parámetro velocidad, de acuerdo a la escala del equipo, equivale a 2 = 49 rpm, 5 = 65 rpm y 10 = 83 rpm. Como variables respuesta se consideraron el número de partículas residuales de tinta/m^2 en un rango de 25-50 µm, y de 50-100 µm, ya que estos tamaños de partícula favorecen la remoción de tinta, en las etapas de flotación y de lavado. El número de corridas y las condiciones utilizadas se muestran en el Cuadro No. 2. Todos los experimentos fueron realizados por duplicado. En cada corrida se agregaron 50 g de pines, todas las corridas se realizaron por duplicado. Los datos recabados fueron analizados mediante el paquete estadístico Statgraphics Centurión XVII^{MR}.

Cuadro 2. Diseño experimental aplicado al proceso de destintado con fuerzas magnético-mecánicas en el cual se observan los factores que intervinieron en el proceso.

Corrida	Tiempo (min)	Consistencia %	Velocidad
1	20	2.0	2
2	5	0.5	2
3	5	2.0	2
4	20	0.5	10
5	12.5	1.25	6
6	5	0.5	10
7	12.5	1.25	6
8	20	2.0	10
9	5	2.0	10
10	20	0.5	2

2.5.3 Flotación

Posterior a cada corrida, se aplicó un proceso de flotación, utilizando una celda Barnant Mixer (Figura 4), con un suministro de aire de 60 ± 5 L/h, velocidad del agitador de 1500 ± 60 rpm, tiempo de flotación 10 ± 1 min., y consistencia de 0.80%. La cantidad de surfactante ISTEMUL-780 agregado, fue de 0.16% para celulosa base seca, disueltos en 80 ml de agua desionizada.

2.5.4 Lavado

Posterior a la etapa de flotación, a la suspensión fibrosa se le aplicó una secuencia de lavado, agregando 0.5% para celulosa base seca de ISTEMUL-780, como agente dispersante. Esta etapa se realizó en una celda marca Degussa (Figura 5), durante 10 minutos, con un flujo de agua de 1 L/min., consistencia de 0.40%, y una malla de lavado de 200 Mesh en el interior de la celda.

2.6 Proceso de destintado mediante tratamiento con ultrasonido de alta ganancia

Durante este proceso de destintado, el papel desperdicio desintegrado, fue sometido a un tratamiento mecánico con ultrasonido de alta ganancia, seguido de una etapa de flotación y finalmente una etapa de lavado, como se describe a continuación.

2.6.1 Desintegración

La materia prima fue desintegrada en el desintegrador Frank (Figura 3), a 3000 rpm, 1.2% de consistencia, y 10 minutos, de acuerdo a la norma T 205 SP-12 (TAPPI 2012a). Posteriormente, la suspensión fibrosa fue transferida a un vaso de precipitado de 5000 ml, previo a la etapa del tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas.

2.6.2 Tratamiento con ultrasonido de alta ganancia

El tratamiento de la suspensión fibrosa mediante ultrasonido de alta ganancia, fue realizada utilizando un procesador de ultrasonido marca Sonics, Mod. VCX-500, de 500 watts y 20 KHz (Figura 8). Durante el tratamiento con el procesador ultrasónico, se utilizó una barra de alta ganancia de 1 pg. de diámetro, y al equipo se le acopló un sistema de enfriamiento por recirculación, de tal manera que la temperatura del sistema se mantuviera cercana a los 25 °C.

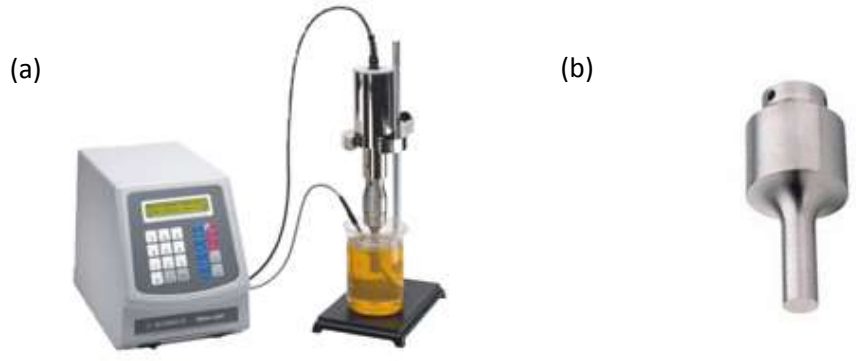


Figura 8. (a) Procesador ultrasónico utilizado durante el tratamiento con ultrasonido de alto impacto. (b) Sonda de alta ganancia, de 1 pg. de diámetro, utilizada para el procesamiento de las suspensiones fibrosas.

2.6.2.1 Tratamientos experimentales mediante diseño experimental

Durante la etapa de tratamiento con ultrasonido de alta ganancia, se utilizó un diseño experimental multifactorial 2^k, utilizando como parámetros: tiempo de aplicación (5-20 minutos), consistencia (0.5 a 2.0%), porcentaje de pausa durante la aplicación de ultrasonido (0%, continuo y, 37.5 y 75% pausado) y temperatura (25 a 80 °C). Como variables respuesta se consideraron el número de partículas residuales de tinta/m^2 (25-50, 50-100 µm). El número de corridas y las condiciones utilizadas durante esta etapa, se muestran en el Cuadro No. 3., y al igual que en el proceso de destintado por fuerzas magnético-mecánicas, todos los experimentos fueron realizados por duplicado.

Cuadro 3. Diseño experimental aplicado al proceso de destintado con ultrasonido, factores que intervinieron en el proceso.

Corrida	Tiempo (min)	Consistencia (%)	Temperatura (°C)	Tiempo de pausa de aplicación por ultrasonido (%)
1	5	2	25	75
2	5	2	80	0
3	5	0.5	25	75
4	5	2	25	0
5	5	0.5	80	75
6	20	0.5	80	0
7	20	0.5	25	75
8	5	2	80	75
9	20	2	25	0
10	20	2	80	0
11	20	0.5	25	0
12	20	2	25	75
13	20	0.5	80	75
14	12.5	1.25	52.5	37.5
15	12.5	1.25	52.5	37.5
16	5	0.5	80	0
17	20	2	80	75
18	5	0.5	25	0

La meta principal de la aplicación del diseño experimental fue encontrar valores óptimos, de tal manera que se pudiera eficientizar al máximo, la fragmentación de las partículas de tóner mediante el tratamiento con ultrasonido, logrando la mayor cantidad de partículas de tinta; con tamaños ideales para ser removidas de manera eficiente, durante las etapas de flotación y de lavado. Los datos recabados fueron analizados mediante el paquete estadístico Statgraphics Centurión XVII^{MR}.

2.6.3 Flotación

Posterior a cada corrida, se aplicó un proceso de flotación, utilizando la celda Barnant Mixer mostrada en la Figura 4. En esta etapa se utilizó un suministro de aire de 60 ± 5 L/h, velocidad del agitador de 1500 ± 60 rpm, tiempo de flotación 10 ± 1 min., y consistencia de 0.80%. La cantidad de surfactante ISTEMUL-780 agregado, fue de 0.16% para celulosa base seca, disueltos en 80 ml de agua desionizada.

2.6.4 Lavado

Posterior a la etapa de flotación, a la suspensión fibrosa se le aplicó una secuencia de lavado, agregando 0.5% para celulosa base seca de ISTEMUL-780, como agente dispersante. Esta etapa se realizó utilizando la celda marca Degussa (Figura 5), durante 10 min., con un flujo de agua de 1 L/min., consistencia de 0.40%, y una malla de lavado de 200 Mesh en el interior de la celda.

2.7 Obtención y caracterización de las hojas de prueba

2.7.1 Formación de hojas de prueba

Al término de cada una de las etapas de cada proceso de destintado, se elaboraron hojas de 130 g/m² en laboratorio de acuerdo a la norma T 218 sp-11 (TAPPI 2011a). La formación de las hojas se realizó en un embudo buchner de porcelana de 20 cm de diámetro, utilizando una base de papel filtro Whatman No. 6, con diámetro de poro de 3 µm. Cada hoja fue colocada en marcos de madera (como medio tensor), y secada al medio ambiente por un lapso de 24 h. Las hojas obtenidas de la suspensión fibrosa obtenida durante las etapas de desintegración, fueron consideradas como blancos de control.

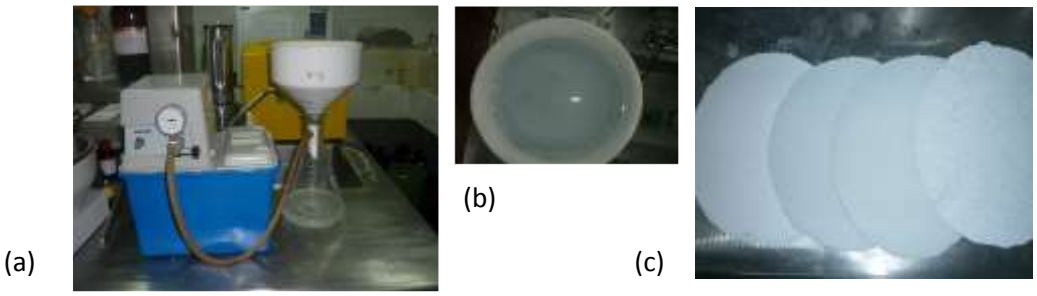


Figura 9. Formación de hojas de prueba en laboratorio: (a) equipo utilizado, (b) vista aérea de una hoja de pulpa celulósica y (c) hojas secas y acondicionadas.

2.7.2 Caracterización de las hojas de prueba

Las hojas formadas en el laboratorio (hojas de prueba), fueron analizadas midiendo parámetros de interés, utilizando procedimientos establecidos en las normas de la Asociación Americana de Técnicos de la Industria de la Pulpa y el Papel (TAPPI, por sus siglas en inglés). Entre las caracterizaciones realizadas, se encuentran:

Blancura y opacidad, utilizando un espectrofotómetro modelo Elrepho 3000 (Data color International) y la norma T 452 om-08 (TAPPI 2008); color del papel, usando la norma T 527 om-07 (TAPPI 2007). Además, también se evaluó el número de partículas de tinta residuales/m², mediante la norma T 563 om 12 (TAPPI 2012b), utilizando el sistema mostrado en la Figura 10, el cual consta de un escáner marca Epson, mod. Perfection V700 Photo, acoplado a un software especializado en el análisis de área sucia en pulpa y papel (Techpap, Simpalab-Laboratory dirt analyzer^{MR}). Durante cada análisis, se escanearon áreas de 5 X 7 cm en cada una de las hojas de prueba, a una resolución de 2400 dpi.

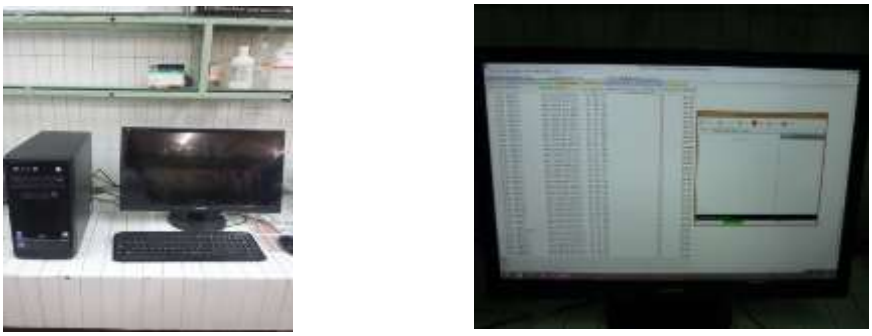


Figura 10. Equipo utilizado en la medición y conteo de partículas residuales de tinta/m², en las hojas de prueba de cada etapa de los procesos de destintado.

2.8 Formación y análisis de hojas, utilizando condiciones optimizadas.

Con base en los resultados arrojados por el análisis estadístico del diseño experimental, se procedió a realizar un destintado no convencional mediante tratamiento mecánico de alto impacto, tanto del destintado mecánico magnéticamente inducido, como del proceso con ultrasonido de alta ganancia; utilizando para ambos casos, valores optimizados de los parámetros más relevantes. En cada una de las etapas del destintado (desintegración, tratamiento magnético-mecánico, flotación y lavado), se generaron hojas de evaluación con el método del embudo Buchner. A estas hojas se les determinó las propiedades ópticas de número de partículas de tinta residuales/m², blancura, opacidad, y color; así como también su contenido de α, β y γ-Celulosa,% de cenizas, y lignina residual (como número de Kappa), de acuerdo a las normas TAPPI antes mencionadas.

2.9 Blanqueo de pulpa destintada bajo condiciones optimizadas, mediante secuencias de blanqueo ECF.

Las pulpas celulósicas obtenidas mediante condiciones optimizadas de los parámetros más relevantes considerados en los procesos no convencionales de destintado, ultrasonido de alta ganancia y fuerzas magnético-mecánicas, fueron sometidas a secuencias de blanqueo ECF, con el fin de incrementar la pureza de las pulpas celulósicas, a niveles similares a los requeridos por una pulpa grado soluble. De manera independiente, cada muestra de pulpa fue procesada mediante blanqueo ECF, bajo la siguiente secuencia:

1.- Dióxido de cloro (D_0)

2.- Extracción alcalina con sosa, en caliente (E_c)

3.- Dióxido de cloro (D_1)

4.- Extracción alcalina con sosa, en frio (E_f)

Como se comentó anteriormente, previo al proceso de blanqueo, se procesó papel desperdicio impreso con Láser, mediante condiciones optimizadas de cada uno de los procesos de destintado no convencional propuestos. Los valores utilizados para cada uno de los parámetros de interés de cada proceso de destintado, se muestran en el Cuadro No 4.

Cuadro 4. Condiciones óptimas de los procesos de ultrasonido y magnético-mecánico.

Procesos	**Condiciones óptimas de los procesos**			
Ultrasonido	Tiempo: 20 min	Consistencia: 0.5%	Temperatura: 25°C	Forma de aplicación: 0
Mg-Mc.	Tiempo: 5 min	Consistencia: 0.5%	Velocidad: 10	

Cada una de las muestras procesadas o destintadas fue almacenada y refrigerada en bolsas selladas de plástico. A cada una de ellas se les determinó el contenido de humedad mediante el uso de una termo balanza (OHAUS, Modelo MB200) y una estufa de secado (Horno de secado TERLAB, Modelo NAH25).

Los parámetros iniciales aplicados durante el blanqueo ECF, se muestran en el Cuadro No. 5, al final de la secuencia de blanqueo aplicada a cada pulpa, se midieron propiedades de interés, con la finalidad de realizar posibles ajustes, necesarios para obtener pulpas con características de grado soluble.

Cuadro 5. Condiciones iniciales de blanqueo, Secuencia ECF.

Parámetros de control	1ª Dióxido de cloro (ClO_2)	2ª Extracción alcalina (NaOH)	3ª Dióxido (ClO_2)	4ª Extracción en frio (NaOH)
Temperatura	70	70	80	30
Tiempo	60	60	180	60
Consistencia	10	10	10	10
ClO_2	No $Kappa_{ini}$ x0.24			
NaOH		($^{\%}C_{1a\ ClO2}$) +0.2		
		2		
pH_0	3-3.5	12-12.5	5-5.5	
pH_f	7	-	-	7-7.5

2.9.1 Etapa No. 1 de dióxido de cloro.

Se tomó una cierta cantidad de la pulpa destintada por ultrasonido o por el tratamiento magnético-mecánico, las cuales se introdujeron a bolsas de plástico cada blanqueo se realizó por separado. De acuerdo al peso base seca de cada muestra, se añadieron los volúmenes correspondiente de ClO_2 y agua calculados; posteriormente, se selló la bolsa y se homogenizó manualmente. Después, a la

bolsa se le realizó un corte para poder medir el pH de la solución, en caso de ser necesario, se reguló la solución con HCl o H_2SO_4 estandarizado hasta conseguir el pH deseado.

Una vez ajustada la solución, se selló la bolsa, cuidando que se minimizara la cantidad de aire dentro; dicha bolsa fue colocada dentro de un baño maría, bajo las condiciones antes mencionadas. Se usó un baño marca Haake, modelo C1-W13, provisto con recirculador y control de temperatura (Figura 11).

Figura 11. Equipo baño de maría utilizado en la secuencia de blanqueo. Especificaciones: Marca Haake, Modelo C1-w13, rango de temperatura 5 a 100°C, precisión +/-0.005.

La preparación y valoración del dióxido de cloro, fueron realizadas en el laboratorio, de la siguiente manera:

<u>Preparación:</u> En un recipiente con tapa se disolvieron 20 g de clorito de sodio (Aldrich, con un grado de reactivo al 80%), en 500 ml de agua desionizada (118 MΩ▪cm), a la cual se agregaron 2 ml de HCl (Golden bell, 36.5-38%). Esta solución fue dejada en reposo en la oscuridad, por un tiempo de 12 h.

Posteriormente, fue valorada por medio de titulación y almacenada mediante refrigeración.

Titulación inicial del ClO_2: Para la valoración del ClO_2, se tomaron 10 ml de alícuota, a la cual se le agregaron 15 ml de KI (Hycel, 1 N). La solución anterior se tornó a un color marrón o rojo naranja, se mantuvo en agitación constante. Posteriormente, se tituló con solución de tiosulfato de sodio 0.1 N, hasta observar un vire de marrón a amarillo. Al llegar al punto anterior, se realizó la toma de la lectura en la bureta, la cual fue etiquetada como valor A. Posteriormente, sin llenar la bureta, se añadieron 6.4 ml de H_2SO_4 4N (Analytika, 96-98%), y se continuó titulando con tiosulfato de sodio, hasta que la solución se tornó amarillo-paja. En este punto se añadió una solución de almidón (Lineco Inc, pH neutro), se continuó con la titulación hasta incoloro, tomándose un segundo registro de la lectura en la bureta, la cual fue etiquetada como lectura B. La concentración del dióxido de cloro fue calculada de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$(ClO2)i = (B - A)X(0.169)\frac{NT}{2}g/l$$

Titulación de licor residual: Al finalizar el tiempo de blanqueo, el licor residual fue valorado de la misma manera que la titulación inicial, tomando 100 ml de la solución de licor. Para determinar la concentración de éste, utilizando siguiente la ecuación:

$$[ClO_2]_f = (A - B)X\ (0.169)\frac{NT}{2}\ g/l$$

Dónde:

A: Corresponde al primer vire

B: Corresponde al segundo vire

N_T: Normalidad del tiosulfato utilizado

La carga del reactivo y el ajuste a la consistencia deseada se realizaron de acuerdo a las siguientes formulas:

Cantidad de reactivo aplicado:

% R = (Numero de Kappa) * (factor = 0.24)

W dióxido de cloro gr $=\frac{\%\,\mathrm{R}}{100}\ (pmbs)$

Vol. Dióxido de cloro X añadir (ml) $=\frac{W\ dioxido\ de\ cloro}{(ClO)i\ en\ (\frac{g}{l})} * \frac{1000\ ml}{1\ L}$

Ajuste de consistencia:

Volumen total de la consistencia (10%) $= \frac{PMBS*100}{10\%\ C}$

Agua por añadir = Vol. Consistencia-cloro x añadir- humedad de la muestra

2.9.2 Etapa extracción alcalina en caliente (E_0).

La etapa de extracción alcalina en caliente se llevó a cabo adicionando solución de NaOH al 6.2 N. La solución de sosa fue preparada en el laboratorio utilizando sosa en escamas (Karal, grado reactivo) y fue valorada mediante titulación volumétrica, con una solución estándar de HCl 1N (Hycel de México). El

tratamiento fue realizado a baño maría, colocando la pulpa y el reactivo dentro de bolsas plásticas, previamente selladas y etiquetadas.

La carga de reactivo, se realizó de acuerdo a la siguiente formula:

$$\% \text{ Re} = \frac{\%R}{2} + 0.2$$

Dónde:

%R = es el porcentaje de reactivo utilizado en la 1ª etapa de dióxido de cloro.

Carga de NaOH = Carga de NaOH*[Conc. De NaOH (ml/g)]

El ajuste de consistencia se realizó de manera similar a lo descrito anteriormente, una vez pasado el tiempo de reacción de la solución + fibras, la pulpa fue lavada en repetidas ocasiones utilizando agua des ionizada, hasta conseguir un pH constante del efluente generado, logrando con ello un pH neutro. El pH fue medido utilizando un potenciómetro marca Orion Star.

2.9.3 Segunda etapa de dióxido de cloro (D_1)

Una vez finalizada la extracción alcalina en caliente, se procedió a lavar la pulpa, para ser posteriormente colocada dentro de una bolsa plástica. A la pulpa se le añadió el licor de blanqueo (Dióxido de cloro y agua), se homogenizó de forma manual hasta obtener el pH deseado en la suspensión fibrosa con una solución estandarizada conocida de HCl o H_2SO_4 (marca Hycel de México).

2.9.4 Extracción en frio (E_f)

Esta etapa se realizó manejando una consistencia al 10%, la cual se ajustó con una solución de NaOH al 10.0%. La pulpa se introdujo en bolsas de plástico y se dejó reaccionar a 30°C, durante 1 h. Una vez finalizado el tiempo de reacción, se lavó la pulpa arduamente con agua desionizada, hasta conseguir un pH de 7.

2.10 Evaluación de las pulpas

2.10.1 Número de Kappa

Este método es aplicado para determinar el grado de deslignificación para las pulpas destintadas con ultrasonido y mediante la aplicación de fuerzas magnéticas-mecánicas por separado, el número de kappa es el número de centímetros cúbicos de una solución 0.1 N de permanganato de potasio consumidos por un gramo de pulpa libre de humedad. Se determinó al inicio y al término de la secuencia de blanqueo ECF. A través de la norma T 236 om-13 (TAPPI 2013). La Figura No. 12 muestra el equipo utilizado para la determinación de dicha prueba.

Figura 12. Separación de los elementos fibrosos para las pulpas destintadas con ultrasonido y fuerzas magnético-mecánicas.

2.10.2 Contenido de α, β y ϒ- celulosa

Para realizar dicha etapa, se utilizó el procedimiento de la norma T 203 om-98 (TAPPI 1998). La técnica consiste en extraer la pulpa con solución de hidróxido de sodio al 17.5% a 25°C. La fracción soluble, formada por β y ϒ-celulosa, fue determinada volumétricamente por oxidación con dicromato de potasio. Por su parte la α-celulosa fue determinada por diferencia como una fracción insoluble. La α-celulosa indica una celulosa no degradada, valorada en un alto peso molecular, la β-celulosa es una celulosa degradada y la ϒ-celulosa está constituida principalmente por hemicelulosas.

2.10.2.1 Determinación contenido de α-celulosa

Se tomaron 3.33 g b.h., equivalentes a 1.5 g b.s. para cada uno de los procesos de destintado, la muestra fue colocada dentro de un vaso de precipitado se le añadieron 100 ml de NaOH, preparada al 17.5% (G.R. marca Karal). Después de 30 minutos, se añadieron 100 ml de agua desionizada y se dejó reaccionar por espacio de 30 minutos.

El material fue transferido a un embudo con filtro, los primeros 10 - 20 ml del filtrado se desecharon de acuerdo a la técnica T 203 om-13 (TAPPI 2013). Posteriormente de los 100 ml, se pipetearon 25 ml del filtrado y se le añadieron 10 ml de dicromato de potasio 0.5 N, los cuales fueron transferidos a un vaso de precipitado de 250 ml donde también se agregaron con precaución 50 ml de H_2SO_4 concentrado (96-98%, Analytika). Se dejó reaccionar la solución, la cual permaneció caliente por 15 minutos y posteriormente fue enfriada mediante la adición de 50 ml de agua desionizada, hasta alcanzar la temperatura ambiente. La titulación se realizó con sulfato de amonio ferroso 0.1 N (Baker analyzed) y como indicador ferroín, hasta alcanzar una coloración café oscura o purpura en la solución.

Para la determinación del “blanco”, se utilizó una mezcla de 12.5 ml de NaOH al 17.5% y 12 ml de agua desionizada. La Figura No, 13 muestra la preparación de los elementos para la determinación de la α-celulosa para cada uno de los procesos propuestos.

Figura 13. Determinación de α-celulosa para el proceso de ultrasonido y magnético-mecánico.

2.10.2.2 Determinación de β y Ɣ-celulosa

Se pipetearon 50 ml del filtrado de la pulpa y se le añadieron 50 ml de H_2SO_4 preparado al 3 N (Analytika), dicha mezcla fue realizada en una probeta de 100 ml, posteriormente la mezcla fue colocada dentro del equipo Haake W-13 (baño maría), a una temperatura de 70 y 90°C por espacio de 60 minutos, para que sedimentara bien la suspensión. La Ɣ-celulosa fue determinada mediante coagulación, después de 24 h en reposo, para conseguir la sedimentación. Finalmente, la β-celulosa fue determinada por diferencia. Este procedimiento fue realizado para la materia prima papel bond sin impresión láser, posteriormente para cada uno de los procesos de destintado por ultrasonido y mediante la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas y para cada una de las pulpas

blanqueadas. La Figura No. 14 muestra la preparación de los elementos y reactivos para cada uno de los procesos de destintado propuestos.

Figura 14. Determinación de β y ϒ-celulosa ultrasonido y para el tratamiento magnético-mecánico.

2.11 Cenizas

La determinación cenizas se realizó de acuerdo a la norma TAPPI, T 413 om-11 (TAPPI 2011). Esta prueba se realizó por separado para cada uno de los procesos de destintado, así como para las pulpas blanqueadas y el papel bond sin impresión láser, se utilizaron 3 g base seca de material, la pulpa fue calcinada en una mufla, primero a 300 ± 325°C por espacio de 60 minutos, posteriormente la temperatura fue elevada a 500 ± 25°C por espacio de 60 minutos y finalmente la temperatura de la mufla fue elevada a 900 ± 25°C, por un periodo final de 60 minutos La Figura No. 15, muestra el equipo en el cual se realizó dicha prueba, consiste en una mufla: Felisa, modelo: 360D, serie: 89005, capaz de alcanzar una temperatura de 1100 °C.

Figura 15. Equipo Felisa, modelo 360D, utilizado para la determinación de cenizas.

2.12 Medición de partículas sólidas en el líquido de la suspensión fibrosa.

La medición de las partículas sólidas presentes en los líquidos de los tratamientos propuestos para el destintado de papel con ultrasonido y para el tratamiento magnético-mecánico se realizó en un equipo: Zetasizer marca Malvern, modelo Nano_S90. La Figura No. 16 muestra el equipo utilizado para la medición de las partículas residuales presentes en las suspensiones de los tratamientos propuestos; también el resultado del análisis de un líquido en el software Malvern.

Figura 16. Equipo: Zetasizer, utilizado en la medición de partículas sólidas en líquido

2.13 Análisis FTIR para las hojas obtenidas de los procesos de destintado con ultrasonido y fuerzas magnético-mecánicas.

Se llevaron a cabo análisis químicos mediante espectrofotometría por infrarrojo, de hojas elaboradas de pulpa proveniente de las etapas de destintado no convencional, destintado por ultrasonido de acción intensiva y mediante el uso de fuerzas magnético-mecánicas. También se realizaron análisis de cada una de las hojas formadas de las etapas realizadas. En los análisis se utilizó un equipo Thermo Fisher Scientific, Modelo Nicolet iS5.

2.14 Evaluación de las pulpas obtenidas mediante el proceso de blanqueo

2.14.1 Blancura (Brightness)

La blancura de la pulpa fue determinada de acuerdo a la técnica TAPPI T 452 om-08 (TAPPI 2008). Se utilizó un espectrofotómetro Elrepho 3000, que emplea iluminación a 45° y a 0° de visualización geométrica. En este equipo se midió el factor de reflectancia direccional a 457 nm de cada muestra de la pulpa blanqueada (Figura No. 17), para la mediciones correspondientes se formaron hojas estándar de aproximadamente 4 g de cada una, las cuales fueron hechas a través del método TAPPI 218 SP-11 (TAPPI 2011).

Figura 17. Pulpa Obtenida de los procesos de blanqueo

CAPITULO 3

RESULTADOS

A continuación se muestran los resultados obtenidos del proceso de destintado mediante el tratamiento con ultrasonido con acción intensiva, para la eliminación de partículas de tinta en los rangos de 25-50 y 50-100 µm.

3.1 Evaluación del proceso de destintado con ultrasonido de acción intensiva

Uno de los principales objetivos del destintado es la eliminación o remoción de las partículas de tinta así como aquellos materiales no lignocelulósicos presentes en el papel considerados como “sucios”, de esta manera uno de los principales objetivos de la presente investigación es la remoción y generación de partículas de tóner comprendidos en los rangos de 25-50 y 50-100 µm, para facilitar la eliminación de estas partículas por etapas de flotación y de lavado. Por lo cual, se realizaron 36 corridas experimentales de destintado de impresión Láser con dicha tecnología, cada ejecución implica cuatro etapas diferentes: desintegración, destintado con ultrasonido, flotación y lavado. Logrando con ello la eliminación de las partículas de tóner en etapas posteriores.

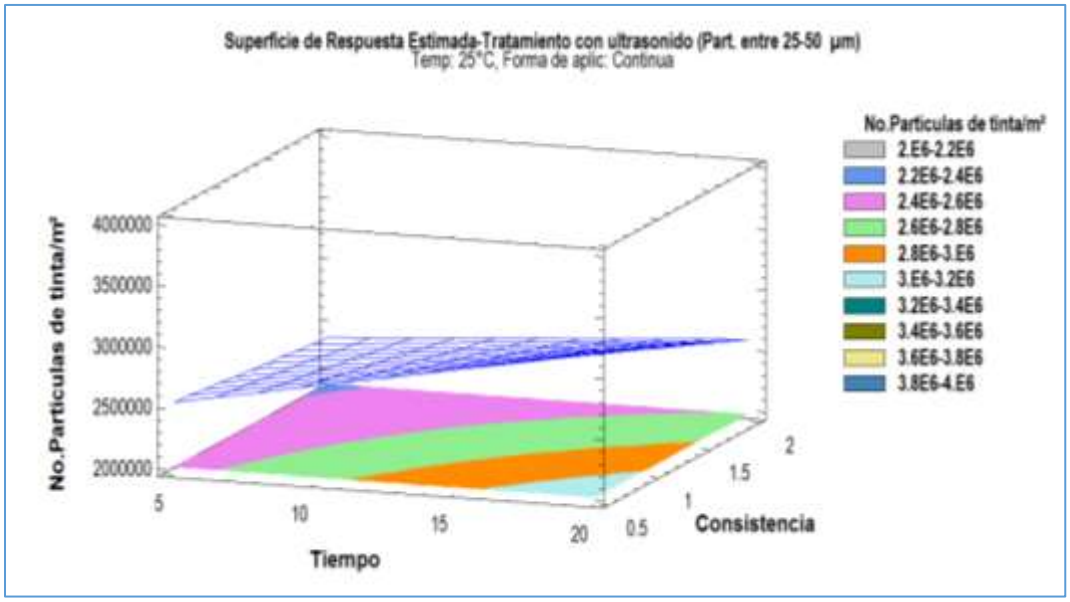


Figura 18. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m^2 en el rango de 25-50 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento con ultrasonido. Factores: Tiempo vs consistencia.

La Figura No. 18 muestra una gráfica de superficie de respuesta, obtenida mediante el análisis estadístico del tamaño de partícula para la etapa del tratamiento con ultrasonido con acción intensiva. Esta Figura indica que para poder generar un desprendimiento de partículas de tinta, es necesario trabajar a tiempos de 20 minutos, consistencia de 0.5%, manteniendo la temperatura a 25°C y aplicando en forma continua el ultrasonido.

Dichos factores tienen suma importancia en el desprendimiento de partículas de tinta/m², es decir, el buen manejo de estos 4 factores permiten un buen desprendimiento de la unión tinta-fibra. Se analizó el tratamiento de ultrasonido mediante varios gráficos de superficie de respuesta, con un intervalo de confianza del 95%.

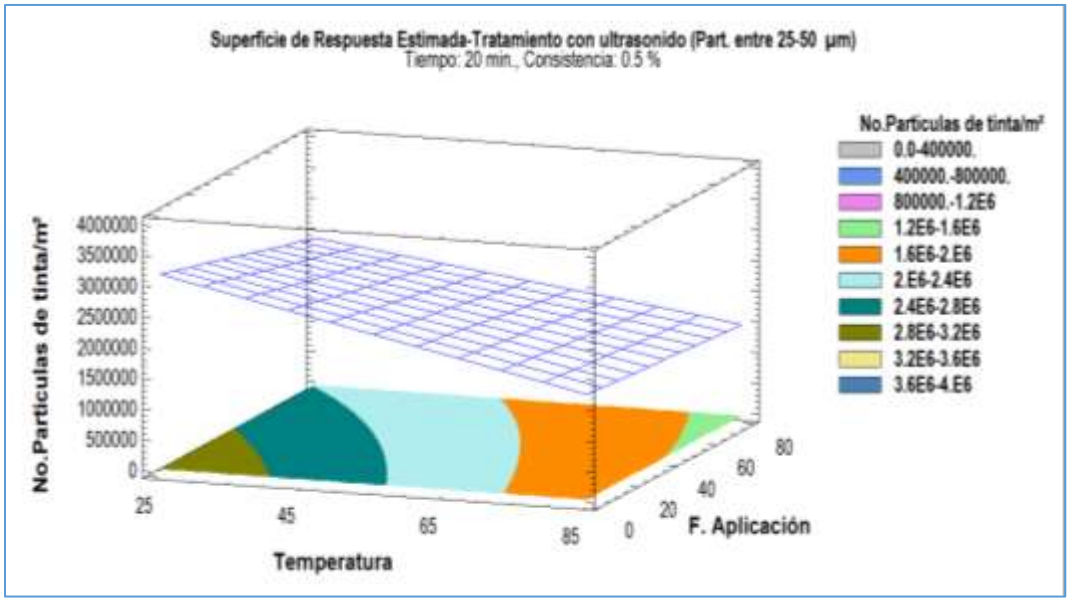


Figura 19. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m^2 en el rango de 25-50 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento con ultrasonido. Factores: Temperatura vs forma de aplicación.

La Figura No. 19, muestra una gráfica de superficie de respuesta en la cual nos presenta el comportamiento de las partículas de tinta en el rango de 25-50 µm, manejando un tiempo constante de 20 minutos y una consistencia de 0.5%, teniendo como variables la temperatura y la forma de aplicación del ultrasonido, dicho comportamiento nos indica que para lograr generar una mayor cantidad de partículas de tinta en el rango mencionado, es necesario trabajar a temperaturas de 25°C y la aplicación del ultrasonido deberá ser en forma continua, permitiendo un mayor desprendimiento de la partículas de tóner. De acuerdo con (Hoyos and Lopez 2006), el uso de la temperatura tiene gran influencia en los procesos de destintado, es decir, al aumentar la temperatura hay una disminución en la blancura del proceso, dado que las tintas de tóner contienen ligantes termoplásticos, los cuales se polimerizan y se fusionan durante el proceso de impresión, dificultando su remoción por procesos convencionales (Lee, Darah *et al* . 2007). Por lo que respecta en la presente investigación, se tuvo gran cuidado en el control de la temperatura para evitar que, a temperaturas mayores de 25°C, las partículas de tóner pudieran sufrir una fase “viscosa”, dificultando su eliminación

en etapas posteriores. Por otro lado, con el objeto de observar, el desprendimiento de las partículas de tinta/m² (tóner), se presentan los resultados obtenidos en la etapa del tratamiento con ultrasonido.

La Figura No. 20, muestra un diagrama de Pareto, en la cual se observa en forma más precisa aquellos factores que presentaron mayor influencia en el desprendimiento de las partículas de tinta/m², en el rango de 25-50 µm, en la cual se puede apreciar que la temperatura, la forma de aplicación, el tiempo y la consistencia, son factores que tuvieron mayor efecto significativo, como se mencionó anteriormente en las gráficas de superficie de respuesta para el rango correspondiente.

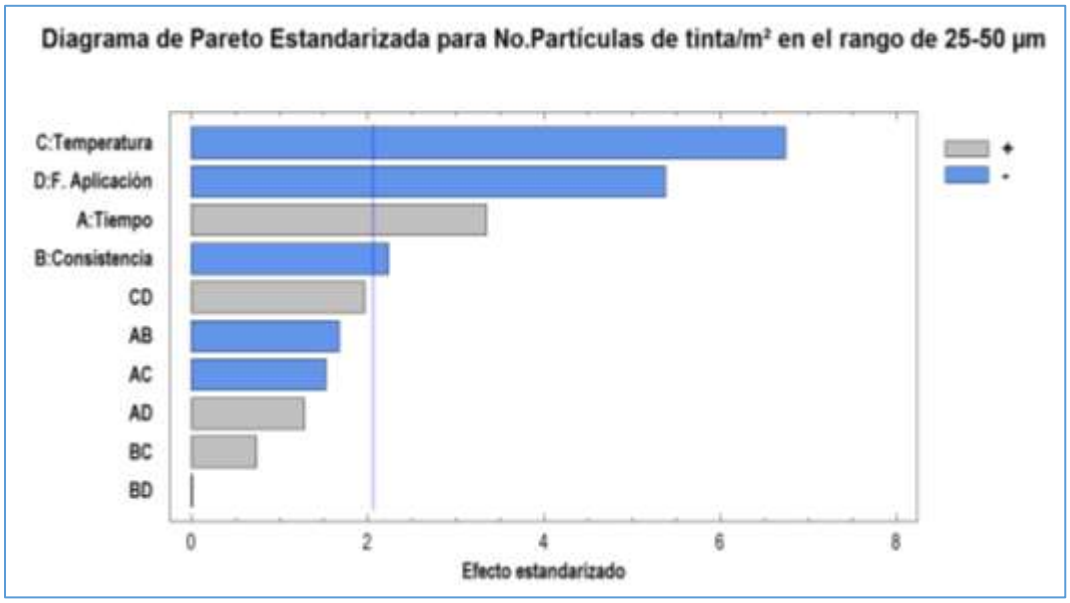


Figura 20. Diagrama de Pareto con factores de mayor influencia para el tratamiento con ultrasonido de acción intensiva para el rango de 25-50 µm.

La temperatura y tiempo parecen ser los factores más relevantes en el destintado, sin embargo, la consistencia y la forma de aplicación del ultrasonido también juegan un papel muy importe ya que sin el adecuado manejo de alguno de estos factores no sería posible un buen desprendimiento de las partículas de tinta sobre la fibra. La Figura No. 21, corresponde a una gráfica de superficie de respuesta para la etapa de ultrasonido, en el rango de 50-100 µm para partículas de tinta/m², teniendo como variables el tiempo y la consistencia, aplicando en forma continua el tratamiento del ultrasonido a la suspensión fibrosa y manteniendo la temperatura a 25°C, es factible generar el desprendimiento de las partículas de tóner trabajando a tiempos de 20 minutos y consistencia de 0.5%. Según la literatura (Fricker, Thompson *et al* . 2007), la más alta eficiencia de eliminación de partículas de tinta en etapas de flotación y de lavado se puede lograr mediante la reducción de las partículas de tinta dentro del intervalo de tamaños de 50-100 µm.

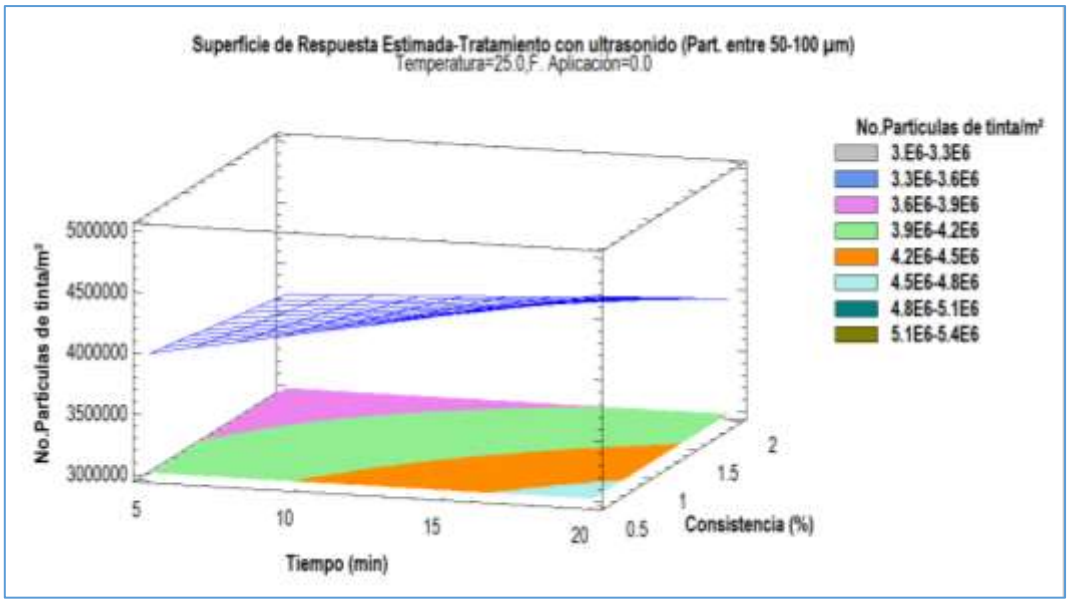


Figura 21. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 50-100 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento con ultrasonido. Factores: Tiempo vs consistencia.

De igual manera se presenta a continuación la Figura No. 22, correspondiente a la etapa de ultrasonido para el rango de 50-100 µm de partículas de tinta/m², nos muestra una gráfica de superficie de respuesta, las variables a considerar para este caso son la temperatura y la forma de aplicación del ultrasonido por lo que para lograr generar un número importante en el desprendimiento de partículas de tóner para este rango es necesario trabajar a temperaturas de 25°C, aplicando el proceso del ultrasonido en forma continua a la suspensión fibrosa por un espacio de 20 minutos y manejando una consistencia de 0.5%. De igual manera y de acuerdo con (Holik 2000), para que la flotación sea efectiva, los tamaños de partículas de tóner deberán comprender un rango de 40-100 µm, dado que el objetivo principal de la flotación en la industria papelera es el destintado o la eliminación de las tintas de impresión (Pélach 2009).Sin el desprendimiento o generación de las partículas de tóner en los rangos antes mencionados por varios autores el proceso de la flotación o el lavado no resultan efectivos, razón por la cual en la presente investigación se hace hincapié en el desprendimiento logrado en los intervalos de rango de 25-200 µm.

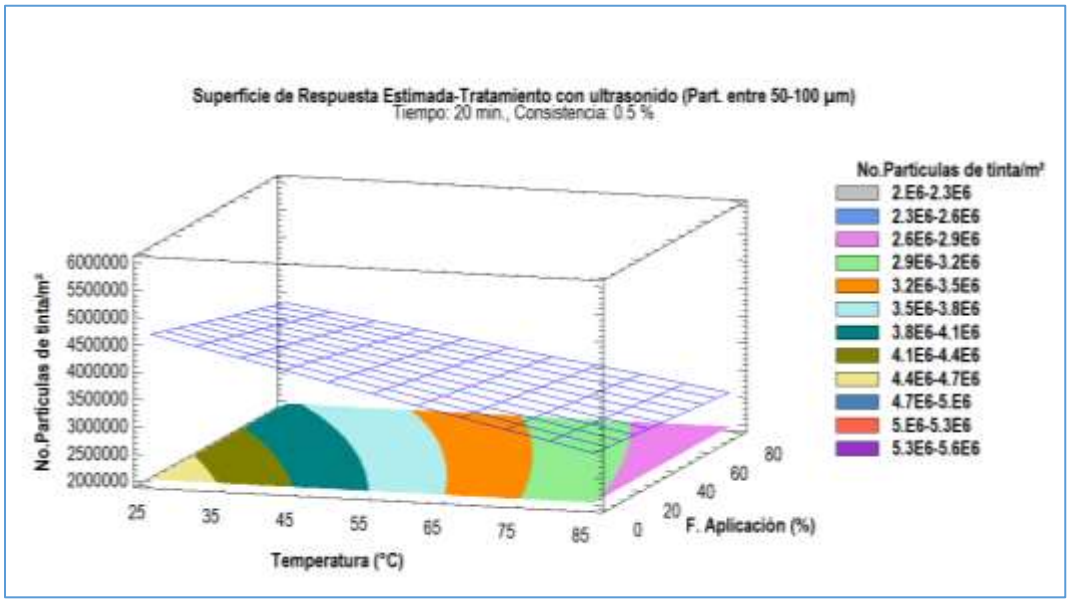


Figura 22. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m^2 en el rango de 50-100 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento con ultrasonido. Factores: Temperatura vs forma de aplicación.

Con la finalidad de observar cuales son los factores más importantes en el desprendimiento de las partículas de tinta/m² en el rango de 50-100 µm, se observa el diagrama de Pareto (Figura No. 23), el cual muestra los factores que tuvieron mayor importancia en el destintado por ultrasonido de acción intensiva. Como el diagrama sugiere, la temperatura y la forma de aplicación parecen ser los factores de mayor influencia; sin embargo, cabe observar que el tiempo de aplicación y la consistencia de la suspensión fibrosa también son importantes para poder lograr un buen destintado.

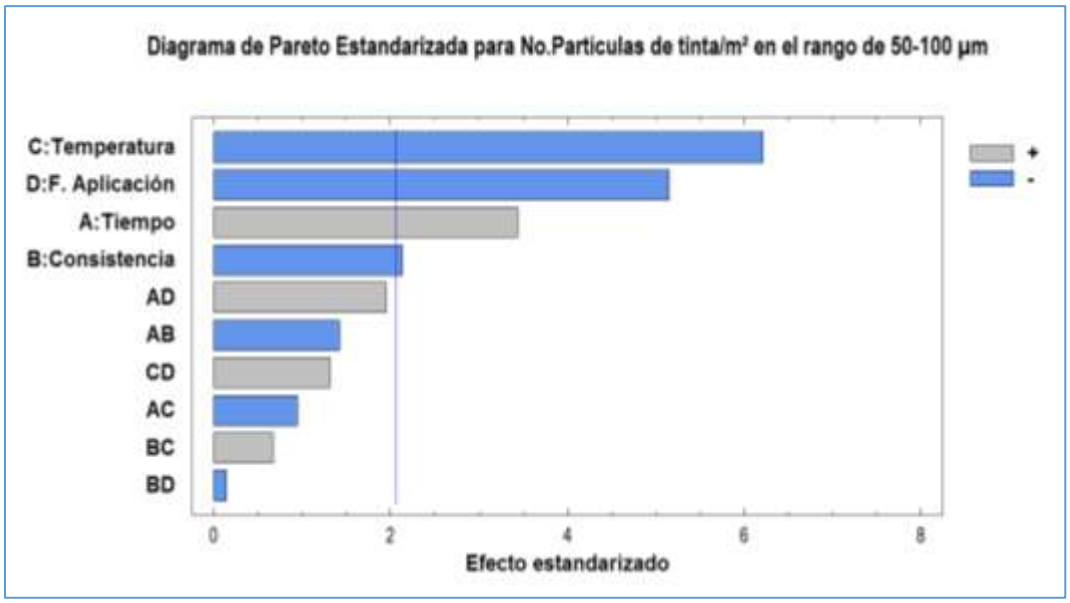


Figura 23. Diagrama de Pareto con factores de mayor influencia para el tratamiento con ultrasonido de acción intensiva para el rango de 50-100 µm.

El análisis estadístico de los datos recabados durante la etapa de ultrasonido reveló que las condiciones óptimas para maximizar el número de partículas de tinta, que tienen tamaños dentro de los intervalos de interés fueron los siguientes: frecuencia de 20 KHz, tiempo de 20 minutos en el tratamiento, consistencia de 0.5%, temperatura de 25° C y forma de aplicación del ultrasonido 0 (Continua).

3.2 Evaluación del proceso de destintado para el tratamiento magnético-mecánico

A continuación se muestran los resultados obtenidos del proceso de destintado mediante el tratamiento magnético-mecánico, para la generación y eliminación de las partículas de tinta en los rangos de 25-50 y 50-100 µm.

Uno de los objetivos principales de la presente investigación como se ha mencionado es el desprender o reducir el tamaño de las partículas de tinta en los rangos de 25-50 y 50-100 µm, buscando con ello facilitar la eliminación de estas por etapas de flotación y lavado. La Figura No. 24 muestra una gráfica de superficie de respuesta, obtenida mediante el análisis estadístico del tamaño de partícula obtenida en la etapa del tratamiento magnético-mecánico. Esta Figura indica que para poder generar un mayor número de dichas partículas de tinta/m², es necesario trabajar a tiempos bajos, velocidades altas y consistencias bajas, facilitando con ello la eliminación de las partículas de tóner en etapas posteriores. Por su parte (Ramírez Valdovinos 2010), realiza un estudio similar a través de la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas para el destintado de papel bond, concordando con la presente investigación, es decir, al someter a la suspensión fibrosa a tiempos bajos, consistencias bajas y velocidades altas, se logra generar el desprendimiento de partículas de tóner en los rangos antes mencionados, logrando con ello su eliminación por flotación o lavado.

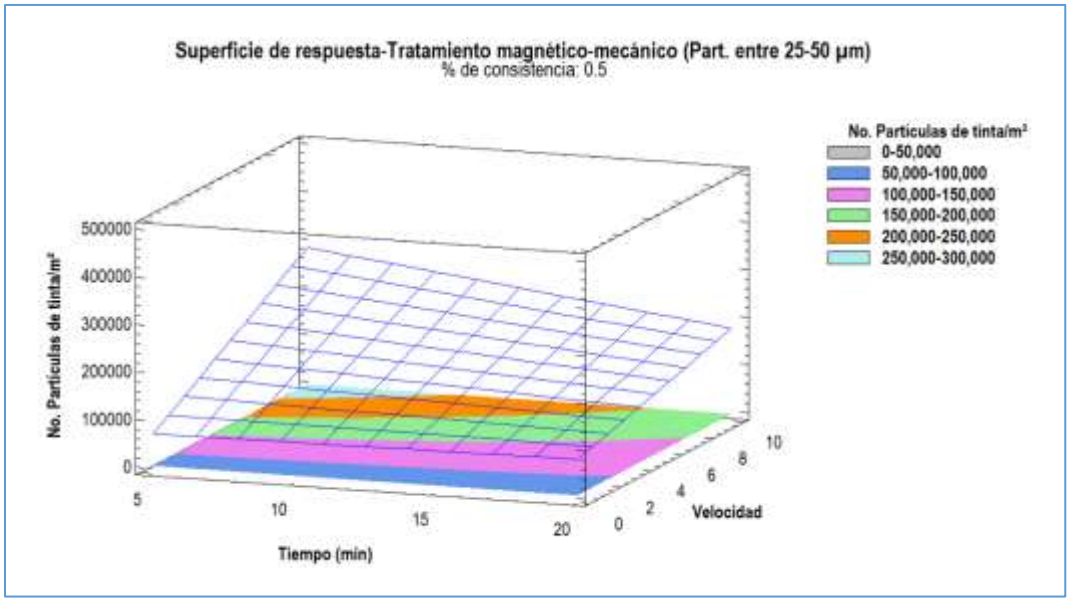


Figura 24. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m² en el rango de 25-50 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento magnético-mecánico. Factores: Tiempo vs velocidad.

Dichos factores tienen suma importancia en el desprendimiento de partículas de tinta/m², es decir, el buen manejo de estos 3 factores permiten un buen desprendimiento de las partículas de tóner adheridas a la fibra. Otras investigaciones sugieren que la suspensión fibrosa no debe ser sometida a procesos mecánicos por largos periodos de tiempo, dado que la tinta puede sufrir una excesiva fragmentación y vuelva a depositarse en las fibras (Barriga 2012). La Figura No. 25, muestra una gráfica de superficie de respuesta en la cual nos presenta el comportamiento de las partículas de tinta en el rango de 25-50 µm, manejando un tiempo constante de 5 minutos, teniendo como variables la temperatura y la velocidad del equipo Magnetic Finisher, dicho comportamiento nos indica que para lograr generar una mayor cantidad de partículas de tinta en el rango mencionado, es necesario trabajar a tiempos bajos, velocidad alta y consistencia baja, dichos parámetros permiten un mayor desprendimiento de la partículas de tóner, las cuales podrán ser eliminadas por lavado, siempre y cuando las partículas de tinta sean lo bastante pequeñas para no ser retenidas por las fibras y estas estén bien dispersas (Pélach 2009).

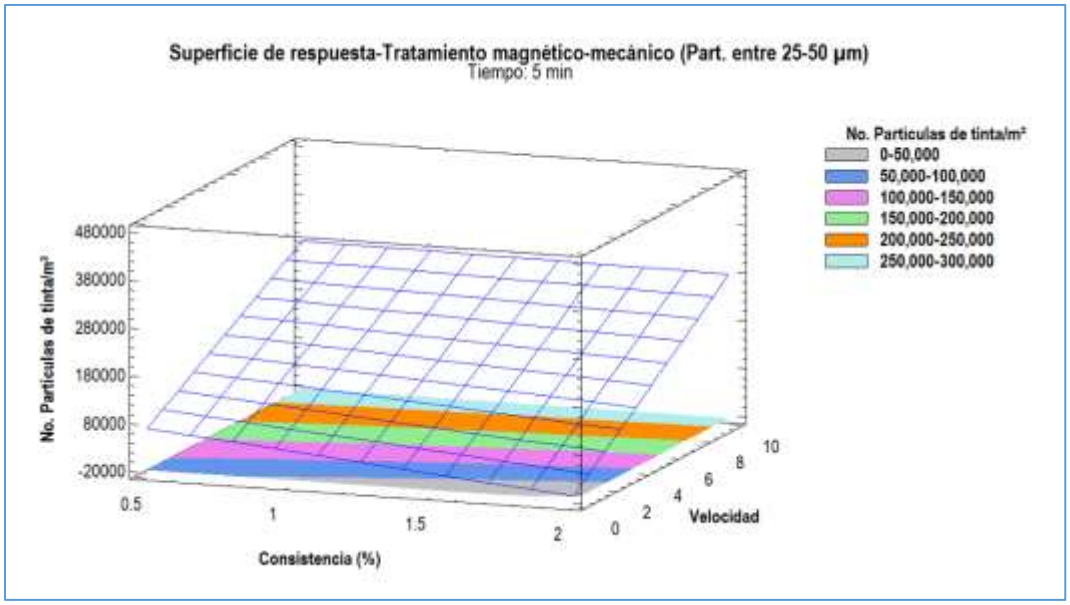


Figura 25. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m^2 en el rango de 25-50 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento magnético-mecánico. Factores: Consistencia vs celocidad.

Por otro lado, con el objeto de observar, el desprendimiento de las partículas de tinta/m² (tóner), se presentan los resultados obtenidos en la etapa del tratamiento magnético-mecánico. La Figura No. 26, muestra un diagrama de Pareto, en la cual se observa en forma más precisa de aquellos factores o factor que presentó mayor influencia en el desprendimiento de las partículas de tinta/m², en la cual se puede apreciar que la velocidad fue el factor que tuvo mayor efecto significativo, ya que sin este factor al igual que los otros factores que intervinieron en el proceso de destintado son importantes, sin ellos no se lograría el desprendimiento de partículas de tóner en los rangos de interés.

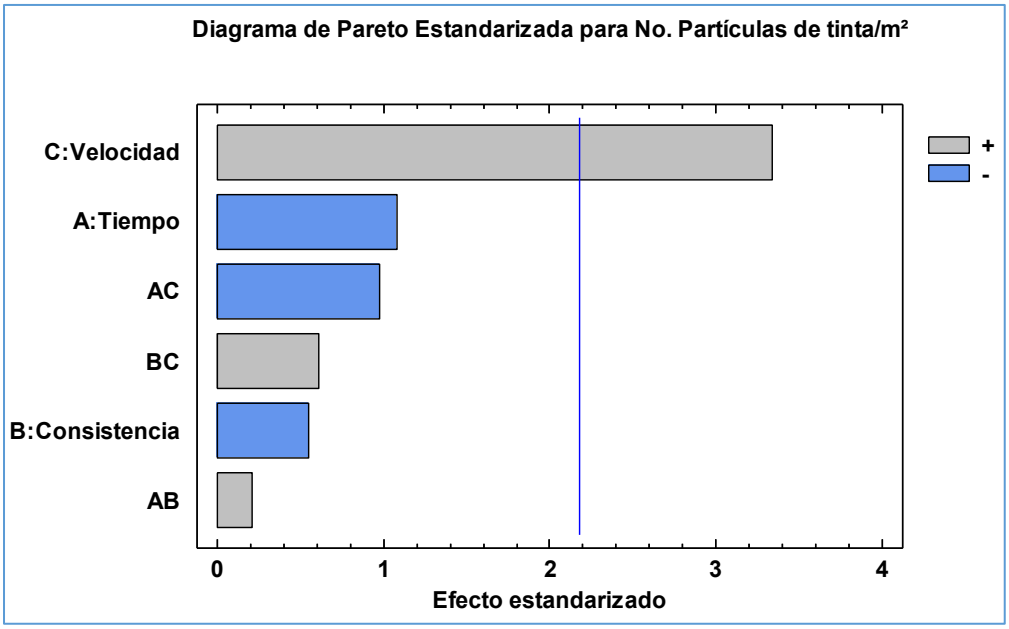


Figura 26. Diagrama de Pareto con factores de mayor influencia para la etapa de flotación para el tratamiento magnético-mecánico para el rango de 25-50 µm.

Por su parte, la Figura No. 27, correspondiente a la superficie de respuesta para el tratamiento magnético-mecánico, nos indica que para generar un mayor desprendimiento de partículas de tinta/m², en el rango de 50-100 µm, teniendo como variables el tiempo y la velocidad, es factible generar el desprendimiento de las partículas de tóner trabajando a tiempos de 5 minutos, consistencias de 0.5% y velocidad aplicada de 10. Dado que las tintas de impresión Láser, suelen estar compuestas de un pigmento y una resina termoplástica, los polímeros de resina se degradan y se hacen resistentes a la acción mecánica y de productos químicos, provocando que la tinta del papel impreso sea difícil de extraer mediante procesos convencionales (Beneventi and Carre 2000), una vez que han sido separadas las tintas de las fibras, las partículas de tinta tienden a poseer un tamaño superior al tamaño con el que pueden ser eficazmente eliminadas por flotación o mediante el lavado, sin embargo aquellas que resultan ser excesivamente pequeñas son difícilmente extraídas por flotación o el lavado (Venugopal Consultado el 26 de Diciembre del 2015).

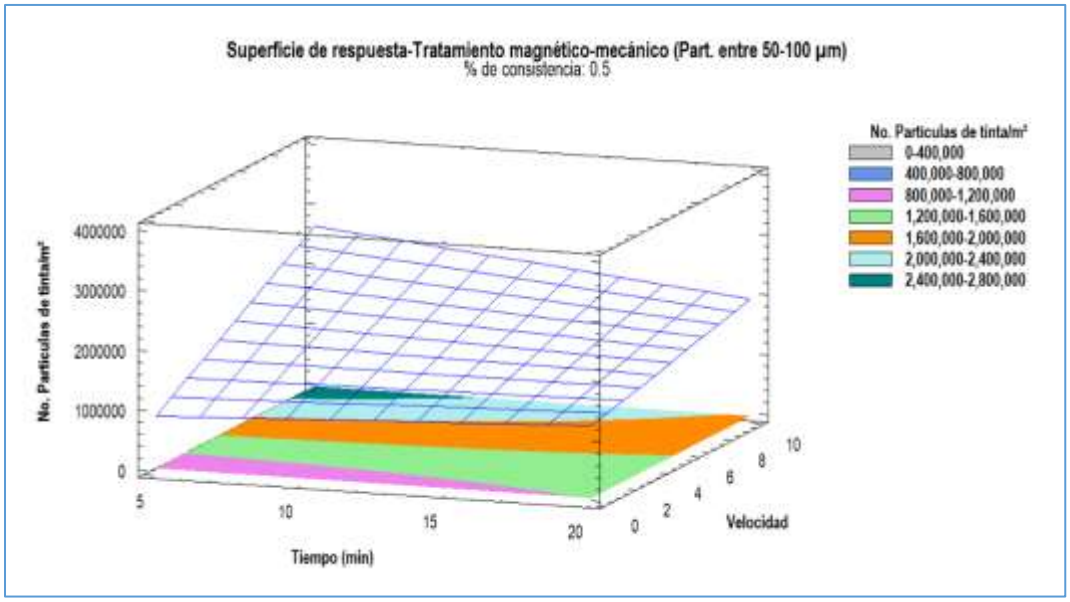


Figura 27. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m^2 en el rango de 50-100 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento magnético-mecánico. Factores: Tiempo vs velocidad.

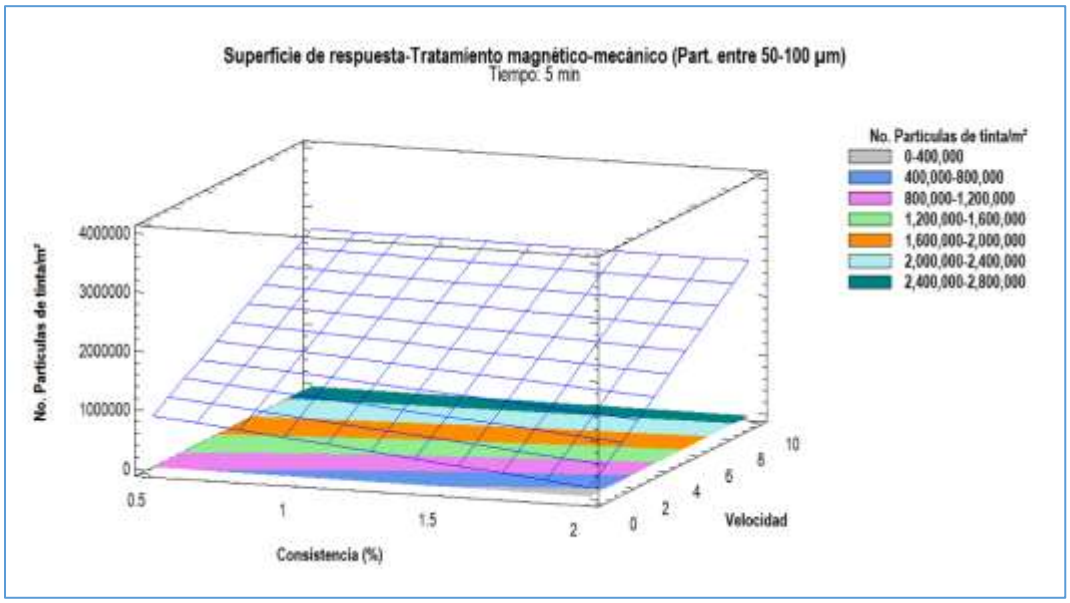


Figura 28. Superficie de respuesta del análisis estadístico referente a partículas de tinta/m^2 en el rango de 50-100 µm, presentes en la superficie de hojas de prueba de la etapa de tratamiento magnético-mecánico. Factores: Consistencia vs velocidad.

La Figura No. 28 corresponde a la superficie de respuesta para el tratamiento magnético-mecánico, indica que para generar un mayor desprendimiento de partículas de tinta/m², en el rango de 50-100 µm, teniendo como variables la consistencia y la velocidad, es necesario trabajar a 0.5 de consistencia, velocidad de 10 y tiempo de 5 minutos para lograr el desprendimiento de la unión tinta-fibra, generando partículas de tinta/m², en el rango antes mencionado, las cuales facilitan su eliminación por etapas posteriores. Algunos autores como (Zhao, Deng *et al* . 2004) y (Venugopal Consultado el 26 de Diciembre del 2015), comentan que los rangos ideales para el funcionamiento o eficacia en la eliminación de las partículas de tóner por flotación es en el rango de 10-100 µm, para la presente investigación se consideró ideal la generación o desprendimiento de partículas de tinta/m², en los rangos de 25-100 µm, los cuales permiten ser eliminados por flotación y lavado.

La Figura No. 29, muestra el diagrama de Pareto para el tratamiento magnético-mecánico, muestra los factores que tienen mayor influencia estadística para eliminar la mayor cantidad posible de partículas de tinta/m², como se observa la velocidad es la variable que tiene mayor efecto significativo, favoreciendo con ello al desprendimiento y división de dichas partículas de tóner , la consistencia y el tiempo parecen no tener efecto estadístico significativo, mientras que la combinación de las variables parecen no tener efecto estadístico significativo.

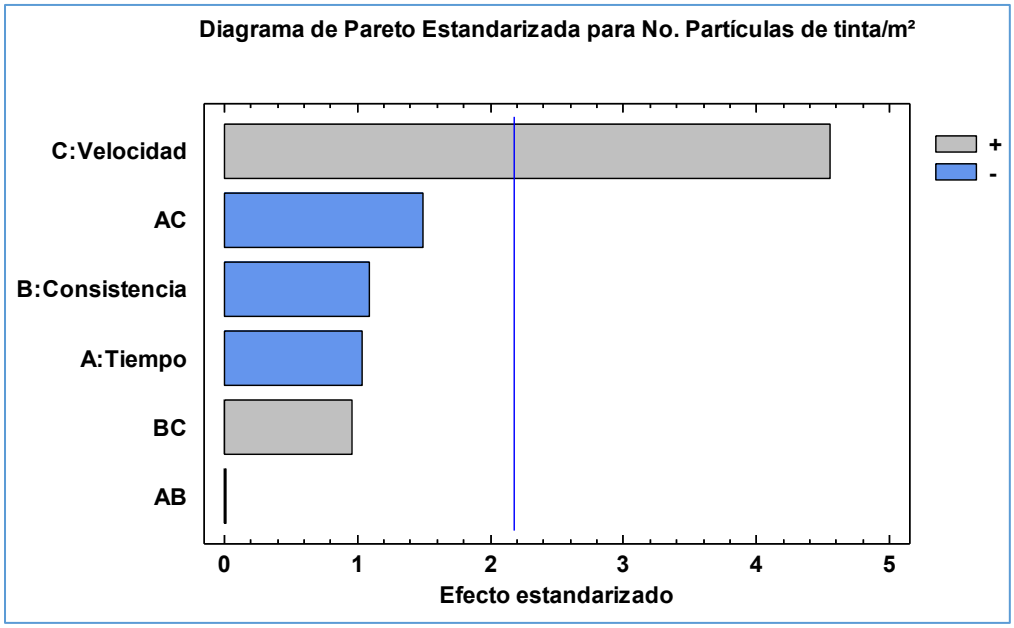


Figura 29. Diagrama de Pareto con factores de mayor influencia para la etapa de lavado para el Trat. Magnético-Mecánico

El análisis estadístico de los datos recabados durante la etapa del tratamiento magnético-mecánico reveló que las condiciones óptimas para maximizar el número de partículas de tinta, que tienen tamaños dentro de los intervalos de interés fueron los siguientes: Tiempo de 5 minutos en el tratamiento, consistencia de 0.5% y velocidad de 10, ubicado en la escala de 1 a 10 velocidades en el equipo Magnetic Finisher. Dichos factores permiten el desprendimiento y fragmentación de las partículas de tinta en los rangos de interés, permitiendo con ello la eliminación de estas por flotación y lavado, respectivamente.

3.3 Evaluación para las muestras de papel bond sin impresión Láser, contenido de α, β y γ-Celulosa, Cenizas, Clasificación de fibras y Número de Kappa

Previo a la etapa del destintado con ultrasonido y con el tratamiento magnético-mecánico, se realizaron pruebas de caracterización a la materia prima a continuación se muestran los resultados obtenidos en la determinación de α, β y γ-Celulosa para el papel bond sin impresión Láser, el Cuadro No. 6 muestra los

resultados para la muestra de la materia prima y su repetición, para este procedimiento se utilizó la norma T 203 om-88 (TAPPI 1998). Como se puede apreciar el contenido de α-celulosa es de 87%, el cual es típico de pulpa grado papelero, y corresponde a una materia prima aún no impresa con tinta Láser y sin algún tipo de proceso. En un estudio realizado por (García, Quiñones *et al* . 2014), reportan el contenido de α-celulosa para *Ricinus communis* del 66.3%, podría considerarse que los resultados obtenidos de la materia prima virgen es baja en comparación con el papel bond; sin embargo, los autores consideran apto su resultado para la fabricación de papel. El contenido de celulosa en el papel bond, aunque es más alto que el reportado para *Ricinus communis*, aún es bajo para ser utilizado como materia prima para generar derivados de celulosa, como son nano cristales de celulosa a partir de fibra secundaria.

Cuadro 6. Contenido de α, β y γ-Celulosa en el papel bond sin impresión Láser.

Muestra	Contenido de		
	α-celulosa (%)	β-celulosa (%)	γ-celulosa (%)
No. 1	87.23	19.53	6.77
No. 2	87.42	19.16	6.61
PROMEDIO	**87.32±0.26**	**19.34±0.36**	**6.69±0.24**

Es bien sabido que el contenido de cenizas de un papel es una prueba que determina la cantidad mineral del papel seco. La ceniza es el residuo después de calcinar la hoja de papel a 525 °C ± 25 °C. El Cuadro No. 7, presenta los resultados obtenidos en la determinación de cenizas para el papel bond sin impresión Láser, para este procedimiento se utilizó la norma T 413 om-11 (TAPPI 2011). Como se observa, se obtuvo entre 10.82 y 13.45% de residuos sólidos, lo que indica que el papel tiene una carga mineral relativamente alta, en comparación con pulpa virgen.

Cuadro 7. Contenido de cenizas en el papel bond sin impresión Láser.

Muestra	Crisol de porcelana%	Crisol metálico%
No. 1	10.88	13.48
No. 2	10.77	13.42
PROMEDIO	**10.82±0.20**	**13.45±0.15**

Por otra parte, también se determinó una clasificación de fibras de la materia prima utilizada en la investigación previamente a los procesos de destintados propuestos, la clasificación de una pulpa en fracciones fibrosas, es una determinación que se realiza para conocer la longitud de las fibras y su distribución por tamaño en la composición total de la misma pulpa, a través de esta clasificación se puede conocer el grado de acortamiento fibrilar debido al tratamiento químico o mecánico, además de informarnos sobre la distribución por tamaños de los diferentes elementos celulares que componen una pulpa. Esto es importante, porque no todas las pulpas tienen la misma procedencia, es decir, pueden ser materiales fibrosos de plantas anuales o de diversos tipos de maderas, o también provenir de procesos diferentes. El Cuadro No. 8 muestra los resultados obtenidos en la realización de esta prueba en la cual se puede observar la malla 30 y la malla 100 contienen en mayor cantidad de suspensión fibrosa, lo cual indica el contenido de elementos de fibra larga y fibra corta respectivamente. A través de la clasificación de fibras, se puede conocer el grado de acortamiento fibrilar debido al tipo de tratamiento químico o mecánico. Esto es importante, porque no todas las pulpas tienen la misma procedencia, es decir, pueden ser materiales fibrosos de plantas anuales o de diversos tipos de maderas, o también provenir de diferentes procesos (García 2004).

Cuadro 8. Clasificación de fibras para el papel bond sin impresión Láser.

Muestra	Malla 30	Malla 50	Malla 100	Malla 200	% Final
No. 1	3.14	0.49	2.56	0.32	4.04
No. 2	3.18	0.58	2.56	0.31	3.93
PROMEDIO	**3.16±0.12**	**0.53±0.18**	**2.56±0.0**	**0.31±0.06**	

El Cuadro No. 9 muestra los resultados obtenidos para la prueba del No. de Kappa para el papel bond sin ningún tipo de impresión, considérese el papel totalmente blanco, por definición se dice que el número de Kappa no es más que la deslignificación o contenido de lignina en las pulpas o fibras provenientes de cualquier proceso químico, semi-químico, químico termo mecánico, etc., (Costa and Colodette 2007). Para la presente investigación se realizó con la finalidad de determinar el contenido de lignina en las fibras provenientes independientemente del proceso del cual provenga, la muestra original y su repetición muestran un número de kappa de 26.66, lo que sugiere un contenido de lignina elevado. Este contenido de lignina es muy alto para una pulpa blanqueada, si esta es de origen químico solamente, por lo que es posible que el papel bond fuese fabricado utlizando una mezcla de pasta mecánica y pulpa química.

Según (MacLeod 2007) el rendimiento de las coníferas y latifoliadas, se encuentran en un rango de 40-60% para la producción de pulpa Kraft, incluyendo pulpa Kraft sin blanquear destinados a la elaboración de papel y cartón, así mismo el contenido de lignina dependerá no solo del tipo de materia prima utilizada si no del proceso para la fabricación de la pulpa.

Cuadro 9. Numero de Kappa en el papel bond sin impresión Láser.

Muestra	P (Volumen del permanganato)	F	No. de Kappa
No. 1	33.31 ml	0.9609	26.38
No. 2	33.19 ml	0.9617	26.95
		PROMEDIO	**26.66±0.45**

3.4 Evaluación para el destintado con ultrasonido y tratamiento magnético-mecánico bajo las condiciones óptimas

Uno de los principales objetivos de la presente investigación fue la obtención de celulosa de alta pureza a través del destintado o reciclado de la fibra secundaria mediante dos procesos no convencionales de destintado propuestos. El Cuadro No. 10 muestra los resultados obtenidos para la prueba de α, β y γ-Celulosa derivado del destintado con ultrasonido utilizando las condiciones óptimas del proceso. El análisis se hizo por duplicado y como se aprecia, el contenido de α-celulosa obtenido en el papel destintado con ultrasonido fue de 82.83%, con un contenido de □-celulosa de 9.40%. Estos valores son típicos de una pulpa química grado papelero. Sin embargo, para los intereses de esta investigación, se considera un contenido de α-celulosa bajo, sometiendo a la fibra destintada aun proceso de blanqueo ECF.

Cuadro 10. Contenido de α, β y γ-Celulosa en hojas de prueba de pulpa destintada con ultrasonido.

Muestra	Contenido de		
	α-celulosa %	β-celulosa %	γ-celulosa %
No. 1	82.42	10.28	7.30
No. 2	83.24	8.53	8.23
PROMEDIO	**82.83±0.54**	**9.40±0.79**	**7.76±0.57**

El Cuadro No. 11 muestra los resultados obtenidos para la prueba de α, β y γ-Celulosa derivado del destintado con fuerzas magnético-mecánicas bajo la aplicación de las condiciones óptimas del proceso. La muestra fue analizada por duplicado arrojando un contenido de α-celulosa del 85.24%, y de 7.95 y 6.81%, para □ y □-celulosa, respectivamente. Estos resultados son muy similares a los obtenidos en el tratamiento con ultrasonido de alta ganancia, indicando que ambos tratamientos tuvieron casi el mismo efecto en preservar la integridad de las fibras de celulosa, pero aún requiere de un blanqueo ECF, para lograr las características de una pulpa grado soluble.

Cuadro 11. Contenido de α, β y γ-Celulosa en hojas de prueba de pulpa destintada con tratamiento magnético-mecánico.

Muestra	Contenido de		
	α-celulosa %	β-celulosa %	γ-celulosa %
No. 1	85.47	7.74	6.79
No. 2	85.01	8.16	6.83
PROMEDIO	**85.24±0.40**	**7.95±0.38**	**6.81±0.12**

El Cuadro No. 12 muestra los resultados obtenidos para la prueba del No. de Kappa para el proceso de destintado con ultrasonido, por definición se dice que el número de Kappa no es más que la deslignificación o contenido de lignina en las pulpas o fibras provenientes de cualquier proceso químico, semi-químico, químico termo mecánico, etc., (Costa and Colodette 2007). Para la presente investigación se realizó con la finalidad de determinar el contenido de lignina en las fibras provenientes del proceso con ultrasonido, la muestra original y su repetición muestran un contenido de lignina elevado (Kappa de 29.33). De acuerdo con (Costa and Colodette 2007) y con (MacLeod 2007) la blancura de las pulpas no solo dependerá del proceso de manufactura para su elaboración si no del

contenido de la lignina presente en cada una de las materias utilizadas a blanquear. La prueba fue realizada bajo la norma T 236 om-13 (TAPPI 2013).

Cuadro 12. Numero de Kappa en hojas de prueba de pulpa destintada con ultrasonido.

Muestra	P (Volumen del permanganato)	F	No. de Kappa
No. 1	34.41 ml	0.9669	29.10
No. 2	35.19 ml	0.9686	29.56
		PROMEDIO	**29.33±0.40**

El Cuadro No. 13 muestra los resultados obtenidos para la prueba del No. de Kappa para el destintado con fuerzas magnético-mecánicas, el número de Kappa indica el contenido de lignina o grado de deslignificación en las pulpas o fibras provenientes de cualquier proceso químico, semi-químico, químico termo mecánico, etc., (Costa and Colodette 2007). Para la presente investigación se realizó con la finalidad de determinar el contenido de lignina en las fibras provenientes del destintado con fuerzas magnético-mecánicas, la muestra original y su repetición muestran un número de Kappa de 32.99. Este contenido de lignina se considera elevado para los intereses de la presente investigación. Así mismo y de acuerdo a la bibliografía (Costa and Colodette 2007), podría decirse que la lignina residual es enteramente responsable del consumo del $KMnO_4$ permanganato de potasio, por lo que un alto contenido lignina en las suspensiones fibrosas significan un mayor consumo de permanganato de potasio como se observa en los resultados obtenidos.

Cuadro 13. No. de Kappa en hojas de prueba de pulpa destintada con tratamiento magnético-mecánico.

Muestra	P (Volumen del permanganato)	F	No. de Kappa
No. 1	36.52 ml	0.9715	33.46
No. 2	36.10 ml	0.9706	32.52
		PROMEDIO	**32.99±0.57**

El Cuadro No. 14 muestra los resultados obtenidos para la prueba de cenizas provenientes del proceso de destintado con ultrasonido, el cual fue de 1.16%. Se obtuvo una reducción muy significativa, respecto a la cantidad de solidos originalmente presentes en el papel bond, lo que sugiere que el tratamiento también ayudó a remover sólidos del papel desperdicio.

Cuadro 14. Contenido de cenizas en hojas de prueba de pulpa destintada con ultrasonido.

Muestra	Crisol de porcelana%
No. 1	1.15
No. 2	1.18
PROMEDIO	**1.16±0.11**

El Cuadro No. 15 muestra los resultados obtenidos para la prueba de cenizas, dichos resultados son obtenidos de la calcinación de las fibras a 900 ± 25°C, provenientes del proceso de destintado con fuerzas magnético-mecánicas, el cual fue de 2.4%. Este valor, aunque bajo, es el doble del obtenido en la pulpa destintada con ultrasonido, lo que sugiere que este proceso no fue tan efectivo como aplicar ultrasonido de alta ganancia, para la remoción de partículas sólidas, presentes en el papel.

Cuadro 15. Contenido de cenizas en hojas de prueba de pulpa destintada con fuerzas magnético-mecánicas.

Muestra	Crisol de porcelana%
No. 1	2.41
No. 2	2.39
PROMEDIO	**2.40±0.08**

3.5 Evaluación del proceso de blanqueo ECF para el tratamiento con ultrasonido y el tratamiento magnético-mecánico

El Cuadro No. 16 muestra los resultados obtenidos de la fibra blanqueada, dicha fibra fue destintada previamente a través de un proceso con ultrasonido de acción intensiva obteniéndose una blancura máxima del 86.0% bajo las condiciones óptimas del proceso, posteriormente la fibra fue sometida a un proceso de blanqueo ECF, aplicando únicamente 4 etapas de blanqueo, a continuación se muestran los resultados de las pruebas realizadas para: α, β y γ-celulosa. Como se aprecia en el Cuadro No. 15, la obtención de α-celulosa es de un valor elevado en peso molecular 93.44%, mientras que el contenido de γ y β-celulosa son bajos, dichos valores indican que es posible obtener celulosa de alta pureza a partir de fibra secundaria, cumpliendo con uno de los principales objetivos de la presente investigación. Por otro lado a través de distintos procesos mecánicos, químicos, enzimáticos o biológicos, es posible obtener nanofibras y nanocristales de celulosa, que son las formas estructurales de la celulosa y las que brindan mejoras en las propiedades mecánicas, para ser utilizadas como material reforzante para el desarrollo de nano compuestos (Riva, Silva *et al* . 2014), razón por la cual en la presente investigación se buscó la obtención del contenido de α-celulosa.

Cuadro 16. Contenido de α, β y γ-celulosa en hojas de prueba de pulpa destintada con ultrasonido y blanqueada por el método ECF.

Muestra	Contenido de		
	α-celulosa %	β-celulosa %	γ-celulosa %
No. 1	93.69	2.99	3.82
No. 2	93.19	3.22	3.3.19
PROMEDIO	**93.44±0.42**	**3.10±0.28**	**3.50±0.47**

El Cuadro No. 17 muestra los resultados obtenidos de la fibra blanqueada, dicha fibra fue destintada previamente a través de un proceso con fuerzas magnético-mecánicas obteniéndose una blancura máxima del 83.0% bajo la aplicación de las condiciones óptimas del proceso. Posterior a que la fibra fue sometida a un proceso de blanqueo ECF (elementos libres de cloro), se logró incrementar la blancura o "Brightness" a través de la eliminación de algunos de los constituyentes de las pulpas a blanquear, principalmente la lignina (Maria Cristina Area 2008). El Cuadro No. 16 muestra los resultados del análisis de α-celulosa, realizado a la muestra destintada y blanqueada. Como se observa, el contenido de α-celulosa fue de 93.25%, considerado como elevado; mientras que el contenido de γ y β-celulosa son bajos. Dichos valores indican que es posible obtener celulosa de alta pureza a partir de fibra secundaria mediante la aplicación de un tratamiento no convencional para el destintado de papel bond de impresión Láser, cumpliendo con uno de los principales objetivos de la presente investigación.

Cuadro 17. Contenido de α, β y γ-Celulosa en hojas de prueba de pulpa destintada mediante tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas y blanqueo ECF.

Muestra	Contenido de		
	α-celulosa %	β-celulosa %	γ-celulosa %
No. 1	93.33	2.24	4.43
No. 2	93.17	1.97	4.90
PROMEDIO	**93.25±0.24**	**2.10±0.31**	**4.66±.41**

El Cuadro No. 18 muestra los resultados obtenidos del No. de Kappa para el proceso de destintado con ultrasonido de acción intensiva posterior al proceso de blanqueo. El contenido de lignina, de acuerdo al número de kappa obtenido, fue bajo. Este contenido de lignina resulta positivo para la presente investigación, ya que se logró eliminar una cantidad importante de este elemento, que puede afectar a los intereses de la presente investigación a través de efectos de oxidación o amarillamiento de la fibra blanqueada, repercutiendo en la blancura final de la pulpa. Por su parte y de acuerdo con (Colodette, Gomide *et al* . 2002) el esperado ahorro de reactivos químicos en el blanqueo derivan a partir de un índice de Kappa inferior en las fibras por blanquear, concordando con los resultados obtenidos y por lo dicho por (Costa and Colodette 2007), el contenido de lignina residual presente en la materia prima utilizada es enteramente responsable del consumo del permanganato de potasio.

Cuadro 18. No. de Kappa en pulpa destintada con ultrasonido y blanqueo ECF.

Muestra	P (Volumen del permanganato)	F	No. de Kappa
No. 1	2.30 ml	0.89	1.86
No. 2	1.04 ml	0.89	0.89
		PROMEDIO	**1.37±0.58**

El Cuadro No. 19 muestra los resultados obtenidos del No. de Kappa, para el proceso de destintado propuesto mediante la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas, el cual resulta efectivo en la remoción de partículas de tinta, así mismo resulta efectivo en la eliminación de lignina previamente blanqueada, el contenido de lignina en esta etapa resulta ser baja como se aprecia por el número de kappa obtenido, el cual fue de 1.48, lo que excede el valor reportado en otras investigaciones como las realizadas por (Colodette, Gomide *et al* . 2002). Así mismo, el proceso de blanqueo ECF, resulta efectivo en la mejora de las fibras provenientes del proceso de destintado propuesto.

Cuadro 19. No. de Kappa en pulpa destintada aplicando fuerzas magnético-mecánicas y blanqueo ECF.

Muestra	P (Volumen del permanganato)	F	No. de Kappa
No. 1	1.67 ml	0.89	1.37
No. 2	1.88 ml	0.89	1.59
		PROMEDIO	**1.48±0.28**

El Cuadro No. 20 muestra los resultados obtenidos para la prueba de cenizas, dichos resultados son obtenidos de la calcinación de las fibras a 900 ± 25°C, provenientes del proceso de destintado con ultrasonido de acción intensiva y del proceso de blanqueo de la fibra reciclada de acuerdo con los resultados los cuales se consideran altos 1.15 y 1.18% para el proceso con destintado. Posteriormente, la fibra destintada fue sometida a un proceso de blanqueo ECF como se mencionó anteriormente y se procedió a realizar la misma prueba para determinar su contenido, el cual resulta bajo 0.19%.

Cuadro 20. Contenido de cenizas en pulpa destintada con ultrasonido, bajo condiciones óptimas, y blanqueada mediante proceso ECF.

Muestra	Corrida No.	% Cenizas		**Muestra**	Corrida No.	% Cenizas
Pulpa destintada bajo condiciones óptimas del proceso con ultrasonido	1	1.15		Pulpa destintada bajo condiciones óptimas del proceso con ultrasonido + blanqueo ECF	1	0.18
	2	1.18			**2**	0.20
		PROMEDIO	**1.16±0.10**		**PROMEDIO**	**0.19±0.08**

El Cuadro No. 21 muestra los resultados obtenidos para la prueba de cenizas, dichos resultados son obtenidos de la calcinación de las fibras a 900 ± 25°C, provenientes del proceso de blanqueo ECF para la fibra obtenida del proceso de destintado con fuerzas magnético-mecánicas. En el Cuadro No. 20 se aprecian los contenidos de ceniza para el proceso destintado bajo las condiciones óptimas del proceso, por lo que se presentan los resultados antes y después del proceso de blanqueo, obteniendo un contenido de cenizas final de 0.14%.

Cuadro 21. Contenido de cenizas para el destintado de papel bond de impresión Láser aplicando fuerzas tratamiento magnético-mecánicas y blanqueada mediante proceso ECF.

Muestra	Corrida No.	% Cenizas		**Muestra**	Corrida No.	% Cenizas
Pulpa destintada bajo condiciones óptimas del proceso magnético-mecánico	1	2.41		Pulpa destintada bajo condiciones óptimas del proceso magnético-mecánico + blanqueo ECF	1	0.17
	2	2.41			**2**	0.12
		2.41±0.00			**PROMEDIO**	**0.14±0.10**

3.5.1 Evaluación del papel bond sin impresión

A continuación se muestran los resultados del grado de blancura de las muestra de papel bond sin impresión Láser, la blancura (Brightness) fue medida utilizando el equipo Elrepho series 3000, dicha medición fue realizada en 4 puntos para cada una de las muestras de papel bond sin impresión. Los Cuadros No. 22 y 23, muestran la blancura medida de los papeles bond sin impresión Láser de la marca Maxbrite.

Cuadro 22. Grado de blancura medido en el papel bond sin impresión Láser, muestra 1.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	91.81	90.76	2.37	-10.42
2	92.18	90.89	2.39	-10.39
3	91.88	90.77	2.38	-10.38
4	91.75	90.71	2.36	-10.37
PROMEDIO	**91.90 ± 0.09**	**90.78 ± 0.04**	**2.37 ± 0.01**	**-10.39 ± 0.01**

Cuadro 23. Grado de blancura medido en el papel bond sin impresión Láser, muestra 2.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	96.93	92.29	2.61	-11.11
2	96.88	92.29	2.59	-11.04
3	96.94	92.30	2.60	-11.05
4	96.89	92.30	2.62	-11.09
PROMEDIO	**96.91 ± 0.01**	**92.29 ± 0.01**	**2.60 ± 0.01**	**-11.07 ± 0.02**

Como se aprecia el grado de blancura es alto, arrojando un promedio superior al 90.0% de blancura en ambas muestras, así mismo el resultado de L*, a*, b*, muestran la tonalidad de las hojas, arrojando L* y a* positivas, mientras que b* es negativa, de esta forma la tonalidad de las muestras dado el resultado resultan ser

azules, esto debido a que las hojas aún no han sido sometidas a ningún proceso de impresión.

3.5.2 Evaluación grado de blancura para el destintado convencional con reactivos químicos a 40°C

El Cuadro No. 24, muestra los resultados obtenidos de un destintado tradicional. El grado de blancura obtenido para esta etapa es no es alto, debido al uso de los reactivos químicos empleados para la etapa correspondiente de desintegración. El destintado hasta ahora se realiza en medio alcalino y demanda el uso de reactivos químicos como el hidróxido de sodio, silicato de sodio, peróxido de hidrógeno, etc. Para hacer más eficiente el proceso (Beneventi and Carre 2000). Sin embargo, la generación y fragmentación de las partículas de tinta en los intervalos de interés de 25-50 y de 50-100 µm no son los necesarios para el desprendimiento de la unión tinta-fibra, para la etapa correspondiente.

Cuadro 24. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante proceso convencional a 40 °C, etapa de desintegración.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	80.37	88.75	1.34	-5.47
2	80.42	88.75	1.39	-5.49
3	80.44	88.94	1.34	-5.15
4	80.13	88.61	1.40	-5.51
PROMEDIO	**80.34 ± 0.07**	**88.76 ± 0.07**	**1.36 ± 0.02**	**-5.40 ± 0.09**

El Cuadro No. 25, muestra el nivel de blancura obtenido en hojas de pulpa de la etapa de flotación, el cual fue de 82.06%, sin embargo, y de acuerdo con la literatura el rango de partículas de tinta que pueden ser eliminadas en esta etapa es del orden de 50-100 µm (Fricker, Thompson *et al* . 2007), puesto que las tintas de tóner son difíciles de eliminar por procesos convencionales de destintado y de lavado, ya que contienen ligantes termoplásticos que se polimerizan y fusionan en el papel durante el proceso de impresión a altas temperaturas (Lee, Darah *et al* . 2007). La blancura obtenida en esta etapa como se puede observar es de 82.06% de acuerdo al promedio, por su parte la tonalidad obtenida en esta etapa resulta ser positiva de acuerdo con L* y a* respectivamente, mientras que b* resulta negativa.

Cuadro 25. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante proceso convencional a 40 °C, etapa de flotación.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	82.09	89.59	1.34	-5.33
2	81.79	89.41	1.41	-5.35
3	82.13	89.6	1.39	-5.26
4	82.24	89.94	1.25	-4.73
PROMEDIO	**82.06 ± 0.10**	**89.62 ± 0.11**	**1.34 ± 0.04**	**-5.16 ± 0.15**

Por otro lado, la etapa de lavado es altamente efectiva para remover partículas de tamaño inferior a 10 µm (Fricker, Thompson *et al* . 2007). El Cuadro No. 26, muestra los resultados obtenidos para la etapa de lavado. Como se aprecia los resultados obtenidos en esta etapa no existe mucha diferencia con la obtenida en la etapa de flotación pues la blancura obtenida fue de 78.89%, mientras que el L* y a* resultan positivas, mientras que b* resulta negativa, sin embargo, la eliminación de partículas de tinta en la etapa correspondiente no fue la esperada. Dado que

cuando los papeles son químicamente tratados, las partículas de tóner suelen tener una separación muy pobre de las fibras ya que estas son rígidas, planas y de gran tamaño, lo cual dificulta su remoción por procesos convencionales (Beneventi and Carre 2000).

Cuadro 26. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante proceso convencional a 40 °C, etapa de lavado.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	79.11	87.89	1.73	-5.68
2	78.35	87.70	1.70	-5.54
3	78.75	87.85	1.72	-5.63
4	79.36	88.16	1.74	-5.54
PROMEDIO	**78.89 ± 0.22**	**87.92 ± 0.10**	**1.72 ± 0.01**	**-5.59 ± 0.03**

La Figura No. 30-a, muestra la superficie de una hoja con pasta desintegrada, cabe señalar y recordar que la obtención y formación de esta hoja fue a través de un destintado convencional, mediante la dosificación de reactivos químicos como el hidróxido de sodio, silicato de sodio, peróxido de hidrógeno etc. La Figura No. 30-b, corresponde a la imagen de la hoja preparada con pasta del proceso de destintado convencional, dicha formación de hoja fue obtenida de la etapa de flotación, durante esta etapa fue necesario mantener la temperatura a 40°C, de acuerdo al método correspondiente. Como puede apreciarse no se logró desprender un número importante de partículas de tinta o fragmentar una gran cantidad de estas partículas, implicando con ello la eliminación de dichas tintas en etapas posteriores. Por otro lado la Figura No. 30-c muestra la superficie de una hoja formada para la etapa de lavado, el método correspondiente no sugiere dicha etapa, sin embargo, para la presente investigación resulta necesaria dicha etapa,

como se aprecia la eliminación de las partículas de tinta no se logró llevar a cabo a través del método PTS-METHOD 1987.

(a) desintegración (b) flotación (c) lavado

Figura 30. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada del proceso de destintado convencional a 40 ˚C, (a) etapa de desintegración, (b) etapa de flotación y (c) etapa de lavado.

3.5.3 Evaluación grado de blancura para el proceso de destintado con ultrasonido (condiciones óptimas)

A continuación se muestran los resultados obtenidos bajo la aplicación de las condiciones óptimas del proceso de destintado propuesto, dichos resultados fueron obtenidos de la aplicación del primer diseño experimental aplicado en el proceso de destintado con ultrasonido, los factores utilizados para el desarrollo del proceso fueron: Tiempo 20 minutos, Consistencia 0.5%, Temperatura 25°C, Forma de aplicación 0 (Continua). El grado de blancura fue medido a través del equipo Elrepho 3000, bajo la norma T 452 om-08 (TAPPI 2008), el Cuadro No. 27 muestra los resultados obtenidos para la etapa de desintegración, en el cual se

puede apreciar la blancura obtenida, la cual resulta ser baja, así como la tonalidad de la suspensión fibrosa, la cual también resulta ser baja, dado a que en esta etapa solo se realizó la desintegración de la materia prima impresa, la desintegración de acuerdo con (García 2004), consiste en separar los paquetes fibrosos en fibras individuales, sin producir cambios estructurales en la fibra, dicha medición fue realizada en 4 puntos de la muestra, arrojando los siguientes resultados:

Cuadro 27. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de desintegración.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	77.53	86.6	1.46	-6.69
2	77.2	86.64	1.46	-6.53
3	78.15	87.08	1.46	-6.53
4	77.58	86.65	1.50	-6.48
PROMEDIO	**77.61 ± 0.20**	**86.76 ± 0.11**	**1.47 ± 0.01**	**-6.64 ± 0.04**

El Cuadro No. 28 muestra los resultados obtenidos del destintado con ultrasonido para la blancura y L*, a*, b* respectivamente, en dicha etapa se utilizaron las condiciones óptimas, correspondientes a la corrida experimental No. 11 del proceso anteriormente mencionado. Los resultaros mostrados en esta etapa parecen ser bajos, sin embargo, la generación y división de las partículas de tinta/m^2 en esta etapa fueron generados en los rangos de interés de 25 a 50 y de 50 a 100 µm partículas de tintas que permiten ser fáciles de eliminar por etapas de flotación y de lavado. Los tamaños de partículas de tinta que pueden ser eliminadas a través de la flotación según (Ferguson 1992), son del rango de 10-100 micras, tamaños necesarios para que puedan ser arrastrados por el proceso antes mencionado, por otro lado, la blancura obtenida en esta etapa resultó ser

baja 68.76% así como su L*, a*, b*, dichos valores representan la tonalidad de la suspensión fibrosa tratada con ultrasonido, o dicho de otra forma L*, a*, b*, representa la escala de colores medidos a 457 nm, donde el eje a* mide los cambios de (-) verde a (+) rojo, eje b* mide los cambios de (-) azul a (+) amarillo y el eje L* mide la luminosidad, tendencia de (-) gris a (+) blanco (Aguilera Dugarte , Rojas Orlando *et al* . 2002). Donde, L* resulta positiva tonalidad blanco-grisácea, a* resulta positiva tonalidad azul-rojiza y finalmente b*, la cual resulta negativa azul, dando como resultado una tonalidad grisácea en la suspensión fibrosa. Cabe señalar que la baja o pérdida de blancura se debe a la eliminación de blanqueadores ópticos presentes en el papel, así mismo, a la división y fragmentación de partículas de tinta/m² en los rangos de 25-200 µm.

Cuadro 28. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de tratamiento ultrasónico.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	68.68	83.00	1.25	-5.97
2	69.05	83.13	1.26	-6.03
3	68.57	82.96	1.24	-5.92
4	68.75	83.05	1.23	-5.93
PROMEDIO	**68.76 ± 0.10**	**83.03 ± 0.04**	**1.24 ± 0.01**	**-5.96 ± 0.02**

El Cuadro No. 29, muestra los resultados para la etapa de flotación, para dicha etapa se logró obtener una blancura del 71.03% sin el uso de ningún reactivo químico en comparación del destintado tradicional donde se obtuvo una blancura del 82.60%. De acuerdo con (Pélach 2009), la flotación es unos de los puntos clave para obtener una pulpa o fibra destintada de alta calidad, la eficiencia de esta etapa depende, en gran medida, de las propiedades superficiales de los

distintos elementos que intervienen y que se modifican gracias a la acción de los agentes tensoactivos añadidos. Por su parte los resultados para el L*, a*, b*, resultan ser buenos en la tonalidad de la suspensión fibrosa, L* resulta positiva tonalidad blanco-grisácea, a* resulta positiva tonalidad azul-rojiza y b* la cual resulta negativa azul-grisácea, dichas tonalidades se ven reflejadas en la tonalidad de la suspensión fibrosa, debido a la gran cantidad de partículas de tóner generadas por la etapa de ultrasonido, así como a la perdida de blanqueadores ópticos en el papel los cuales le confieren ciertas propiedades al papel (Becerra Aguilar Bruno 2008).

Cuadro 29. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de flotación.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	71.23	83.95	1.38	-6.43
2	70.57	83.78	1.29	-6.15
3	71.15	83.89	1.39	-6.46
4	71.18	84.06	1.30	-6.18
PROMEDIO	**71.03 ± 0.16**	**83.92 ± 0.06**	**1.34 ± 0.03**	**-6.30 ± 0.08**

El Cuadro No. 30 presenta los resultados obtenidos para la etapa de lavado en el cual se aprecia claramente el incremento en la blancura, para dicha etapa se logró obtener una blancura óptima del 81.27% en comparación con un destintado tradicional el cual permitió obtener una blancura del 78.89%, lo que confirma la eliminación de las partículas de tinta mediante el uso y destintado de papel bond con ultrasonido de acción intensiva. De acuerdo con (Fricker, Thompson *et al* . 2007), la etapa de lavado es altamente efectiva para remover partículas de tamaños inferiores a 10 µm. Por su parte los resultados en la tonalidad de la

suspensión fibrosa L*, a*, b*, para la etapa de lavado resultaron positivas lo que le confiere un mayor incremento en la coloración final de la suspensión fibrosa.

Cuadro 30. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de lavado.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	81.07	88.72	1.59	-5.78
2	81.63	88.99	1.59	-5.78
3	80.99	88.67	1.61	-5.79
4	81.4	88.83	1.57	-5.85
PROMEDIO	**81.27 ± 0.15**	**88.80 ± 0.07**	**1.50 ± 0.01**	**-5.80 ± 0.02**

3.5.4 Evaluación grado de blancura para el proceso de destintado con ultrasonido, 2ª repetición (condiciones óptimas)

Con la finalidad de optimizar o reafirmar las condiciones obtenidas del proceso de destintado por ultrasonido se realizó una segunda repetición utilizando los factores de la corrida experimental número 11. Los factores utilizados para el desarrollo del proceso fueron: Tiempo 20 minutos, Consistencia 0.5%, Temperatura 25°C, Forma de aplicación 0 (Continua). El Cuadro No. 31 muestra los resultados obtenidos para la etapa del tratamiento con ultrasonido, la blancura y L*, a*, b*, obtenidos respectivamente. Los resultados mostrados en esta etapa parecen ser nuevamente bajos, sin embargo, como se mencionó anteriormente la separación y división de las partículas de tinta/m^2 en esta etapa fueron generados en los rangos de interés 25-50 y de 50-100 µm, dichas partículas de tinta permiten ser fáciles de eliminar por etapas de flotación y de lavado (Ferguson 1992). La blancura obtenida en esta etapa resultó ser baja 71.15% así como su L*, a*, b*, dichos valores representan la tonalidad de la suspensión fibrosa tratada con ultrasonido, L* resulta positiva tonalidad blanco-grisácea, a* resulta positiva tonalidad azul-

rojiza y finalmente b*, la cual resulta negativa azul-grisácea, dando como resultado una tonalidad grisácea en la suspensión fibrosa.

Cuadro 31. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de tratamiento ultrasónico (2ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	71.39	84.05	1.4	-6.63
2	71.68	84.1	1.31	-6.4
3	70.07	83.03	1.39	-6.62
4	71.49	83.93	1.35	-6.53
PROMEDIO	**71.15 ± 0.37**	**83.77 ± 0.25**	**1.36 ± 0.02**	**-6.54 ± 0.05**

El Cuadro No. 32, muestra los resultados para la etapa de flotación, para dicha etapa se logró obtener una blancura del 83.74% sin el uso de ningún reactivo químico en comparación del destintado tradicional donde se obtuvo una blancura del 82.60%. Por su parte los resultados para el L*, a*, b*, resultan ser buenos en la tonalidad de la suspensión fibrosa, L* resulta positiva tonalidad blanco-grisácea, a* resulta positiva tonalidad azul-rojiza y b* la cual resulta negativa azul-grisácea, dichas tonalidades se ven reflejadas en la tonalidad de la suspensión fibrosa y en la coloración obtenida, lo cual concuerda con lo dicho por (Aguilera Dugarte , Rojas Orlando *et al* . 2002). Así mismo y de acuerdo con (Wang and Zhu 2015), durante la flotación se pierden una gran cantidad de cargas como el $CaCo_3$, que le confiere ciertas propiedades al papel como lisura, brillo etc.

Cuadro 32. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de flotación (2ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	83.68	89.53	1.49	-6.41
2	83.64	89.47	1.48	-6.51
3	84.14	89.44	1.42	-6.23
4	83.53	89.49	1.44	-6.37
PROMEDIO	**83.74 ± 0.13**	**89.48 ± 0.02**	**1.45 ± 0.02**	**-6.38 ± 0.06**

El Cuadro No. 33 presenta los resultados obtenidos para la etapa de lavado en el cual se aprecia claramente el incremento en la blancura, para dicha etapa se logró obtener una blancura óptima del 86.84% en comparación con un destintado tradicional el cual permitió obtener una blancura del 78.89%, lo que confirma la eliminación de las partículas de tinta mediante el uso y destintado de papel bond con ultrasonido de acción intensiva. Reafirmando lo dicho por (Fricker, Thompson *et al* . 2007), la etapa de lavado es altamente efectiva para remover partículas de tamaños inferiores a 10 µm. Por su parte los resultados en la tonalidad de la suspensión fibrosa L*, a*, b*, para la etapa de lavado resultaron positivas lo que le confiere un mayor incremento en la coloración final de la suspensión fibrosa, así como en su tonalidad final.

Cuadro 33. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de lavado (2ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	86.60	90.37	1.90	-6.84
2	86.67	90.4	1.94	-6.86
3	87.19	90.53	1.94	-6.90
4	86.90	90.45	1.96	-6.95
PROMEDIO	**86.84 ± 0.13**	**90.43 ± 0.03**	**1.93 ± 0.01**	**-6.88 ± 0.02**

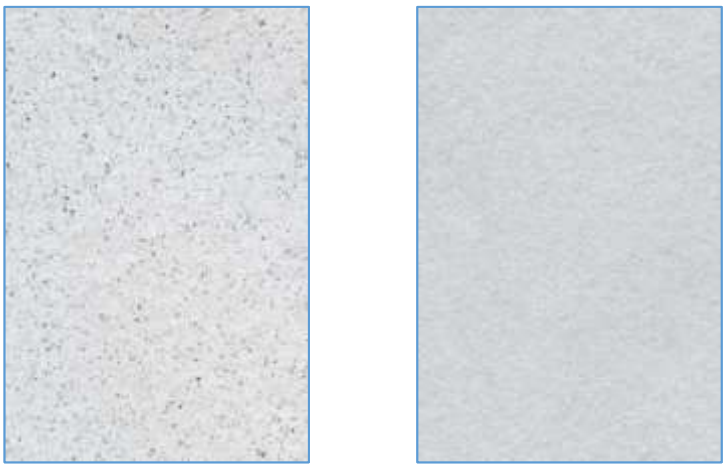
3.5.5 Evaluación grado de blancura para el destintado con ultrasonido, 3ª repetición (condiciones óptimas)

Con la finalidad de reafirmar los resultados anteriores se realizó una tercera repetición del destintado con ultrasonido mediante la aplicación de las condiciones óptimas del proceso, únicamente se evaluó la hoja formada mediante la etapa de lavado. Dichos resultados fueron obtenidos y evaluados estadísticamente, arrojando los siguientes valores considerados como óptimos para el desarrollo del proceso propuesto: Tiempo 20 minutos, Consistencia 0.5%, Temperatura 25°C, Forma de aplicación 0 (Continua). El Cuadro No. 34 muestra los resultados obtenidos para la etapa de lavado, en el cual se aprecia una blancura óptima del 86.98%, recordando que la blancura obtenida en las repeticiones anteriores fueron del 81.27 y 86.84%, corroborándose dichos resultados de blancura. Según (Aguilera Dugarte , Rojas Orlando *et al* . 2002) y (Sulbarán, Turrado *et al* . 2014), en la industria papelera, poder lograr un aumento en el grado de la blancura de dos o más porciento se considera un logro importante, para la presente investigación podría decirse que se logró un aumento del 9%, recordando la blancura inicial para la hoja de desintegración fue de 77.61%.

Cuadro 34. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con ultrasonido de alta ganancia, etapa de lavado (3ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	86.97	90.74	2.01	-6.51
2	87.13	90.72	2.05	-6.66
3	87.40	90.78	2.06	-6.77
4	86.44	90.57	2.02	-6.41
PROMEDIO	**86.98 ± 0.20**	**90.70 ± 0.04**	**2.03 ± 0.01**	**-6.60 ± 0.08**

La Figura No. 31-a muestra la superficie de una hoja con pasta desintegrada previamente al proceso con ultrasonido. La Figura No. 31-b corresponde a la imagen de la hoja preparada con pasta del proceso de destintado con ultrasonido de alta frecuencia. Como puede apreciarse se logró generar un gran número de partículas de tinta o fragmentar una gran cantidad de estas partículas, generando una coloración gris-azul, sobre la superficie de la hoja formada, dicho desprendimiento de la separación de la unión tinta-fibra permite que las partículas de tinta sean eliminadas por etapas posteriores por medio de la flotación y el lavado como se mencionó anteriormente.



(a) desintegración (b) tratamiento con ultrasonido

Figura 31. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada mediante destintado con ultrasonido, (a) etapa de desintegración, (b) tratamiento con ultrasonido.

La Figura No. 32-a, corresponde a la imagen de la superficie de una hoja obtenida con pasta tratada por etapas posteriores de ultrasonido y flotación, como puede verse, se eliminó una gran cantidad de partículas de tóner a través de esta etapa, la superficie de la hoja mostro una reducción en el tono gris-azul observado originalmente. Finalmente, las propiedades de la hoja formada posterior a las etapas de ultrasonido, flotación y de lavado se aprecian en la Figura No. 32-b esta superficie representa la mayor reducción de partículas de tinta, lo que otorgó una coloración de mayor blancura al papel o la suspensión fibrosa.

(a) flotación (b) lavado

Figura 32. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada mediante destintado con ultrasonido, (a) etapa de flotación, (b) etapa de lavado.

3.5.6 *Evaluación grado de blancura para el proceso de blanqueo ECF, pulpa proveniente del proceso de destintado con ultrasonido*

A continuación se muestran los resultados obtenidos del proceso de blanqueo, las fibras fueron previamente limpiadas a través de un proceso de destintado con ultrasonido de acción intensiva bajo las condiciones óptimas del proceso utilizado: Tiempo 20 minutos, Consistencia 0.5%, Temperatura 25°C, Forma de aplicación 0 (Continua). Por su parte las condiciones utilizadas para el proceso de blanqueo ECF fueron: Temperatura 30°C, Tiempo de reacción 60 minutos, Consistencia 10%, pH_f 7-7.5. El Cuadro No. 35 muestra los resultados obtenidos del grado de blancura de la formación de una hoja con pulpa blanqueada. Al realizar una comparación con un estudio similar (Rivera 2012) reporta una blancura final del 80%, mediante un proceso ECF, sin embargo el autor utilizo cartón Kraft reciclado, así mismo, empleó secuencias de blanqueo ODP (oxigeno, dióxido de cloro y peróxido) del tipo ECF, y P-Ep-P (peróxido, extracción alcalina oxidativa y

peróxido), del tipo TCF. Se podría decir que en la presente investigación se logró una buena blancura a partir de fibra secundaria (papel bond).

Cuadro 35. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa destintada con ultrasonido de alta ganancia y blanqueada mediante secuencias ECF.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	90.27	96.53	-0.21	0.88
2	90.74	96.74	-0.21	0.91
3	90.58	96.69	-0.22	0.93
4	90.22	96.54	-0.22	0.90
PROMEDIO	**90.45 ± 0.12**	**96.62 ± 0.05**	**-0.21 ± 0.00**	**0.90 ± 0.01**

(a) hoja **(b) acercamiento**

Figura 33. Hoja de prueba obtenida a partir de pulpa destintada mediante condiciones optimizadas de un tratamiento con ultrasonido y blanqueada mediante secuencia ECF, (a) vista completa de la hoja, (b) acercamiento.

La Figura No. 33-a corresponde a la imagen de una hoja completa obtenida con pasta blanqueada a través del proceso de blanqueo ECF, como puede verse, se eliminó una gran cantidad de partículas de tóner a través de esta etapa, sin embargo fue necesario el uso de agentes químicos, logrando con ello la blancura y el contenido α-celulosa deseados para la presente investigación. Finalmente, la Figura No. 33-b muestra la superficie de la misma hoja formada con un acercamiento de escaneo a 2400 dpi.

3.5.7 Evaluación grado de blancura para el proceso de destintado mediante la aplicación de las fuerzas magnético-mecánicas (condiciones óptimas)

A continuación se muestran los resultados obtenidos a través del destintado por medio de la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas, los factores utilizados para el desarrollo del proceso fueron: Tiempo 5 minutos, Consistencia 0.5% y velocidad del equipo de 10. Los resultados obtenidos en esta etapa resultan ser bajos debido a que no se realizó más que la desintegración de la materia prima en comparación con el proceso de destintado con reactivos químicos el cual arroja una blancura 80.34%

Cuadro 36. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de desintegración (1ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	78.73	87.53	1.25	-6.18
2	78.15	87.01	1.36	-6.61
3	78.37	87.18	1.32	-6.47
4	77.72	87.17	1.15	-5.98
PROMEDIO	**78.24 ± 0.21**	**87.22 ± 0.11**	**1.27 ± 0.05**	**-6.31 ± 0.14**

El Cuadro No. 37 muestra los resultados obtenidos del destintado con el tratamiento magnético-mecánico para la blancura y L*, a*, b*, respectivamente, en dicha etapa se utilizaron las condiciones óptimas del proceso anteriormente mencionado. Los resultaros mostrados en esta etapa parecen ser bajos, sin embargo, la generación y división de las partículas de tinta en esta etapa fueron generados en el rango de interés de 25 a 50 y 50 a 100 µm, partículas de tintas que permiten ser fáciles de eliminar por etapas de flotación y de lavado. La blancura para esta etapa resultó ser baja 45.63%, la caída drástica de blancura, puede explicarse cómo se mencionó anteriormente a la fragmentación y división de partículas de tóner, en rangos de 25-200 µm, así como a la eliminación de blanqueadores ópticos, los cuales le confieren ciertas propiedades de blancura al papel, de igual manera su L*, a*, b*, representan la tonalidad de la suspensión fibrosa tratada con fuerzas magnético-mecánicas, L* positiva tonalidad azul-grisácea, a* positiva tonalidad azul-rojiza y finalmente b* negativa azul-grisácea, dichos resultados se ven reflejados en la coloración de la suspensión fibrosa gris-oscura, para la etapa correspondiente, esta tendencia de coloración se debe a la gran cantidad de partículas de tóner fragmentadas y generadas durante el

tratamiento magnético-mecánico provocando la coloración observada en la Fig. No. 34-b y la caída de la blancura al 46.63%.

Cuadro 37. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas (1ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	45.88	70.36	1.34	-5.67
2	43.67	69.19	1.19	-5.23
3	46.41	70.72	1.34	-5.64
4	46.57	70.89	1.30	-5.54
PROMEDIO	**45.63 ± 0.67**	**70.29 ± 0.38**	**1.29 ± 0.03**	**-5.52 ± 0.10**

El Cuadro No. 38 muestra los resultados para la etapa de flotación, para dicha etapa se logró obtener una blancura del 56.41%, resultando ser bajo sin el uso de ningún reactivo químico en comparación del destintado tradicional donde se obtuvo una blancura del 82.6%. De acuerdo con (Pélach 2009), como se mencionó anteriormente la flotación es unos de los puntos clave para obtener una pulpa o fibra destintada de alta calidad, a través de mecanismos físico-químicos, las partículas de tinta se adhieren a la superficie de las burbujas de aire que en su movimiento ascendente y son eliminadas en forma de espuma, la eficiencia de esta etapa depende, en gran medida, de las propiedades superficiales de los distintos elementos que intervienen y que se modifican gracias a la acción de los agentes tensoactivos añadidos. Así mismo, los resultados para el L*, a*, b*, resultan ser bajos, lo que se ve reflejado en la tonalidad de la suspensión fibrosa, L* positiva tonalidad azul-grisácea, a* positiva tonalidad azul-rojiza y b* negativa

azul-grisácea, dicha tendencia de coloración como se mencionó anteriormente se debe en gran medida a la eliminación de blanqueadores óptico presentes en el papel y a la gran cantidad de partículas de tóner generadas en los rangos de 25-200 µm a través de la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas, provocando la coloración observada en la Fig. No 34-b.

Cuadro 38. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de flotación (1ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	57.02	76.89	1.46	-5.93
2	56.19	76.48	1.41	-5.81
3	54.35	75.62	1.35	-5.46
4	58.09	77.36	1.49	-6.15
PROMEDIO	**56.41 ± 0.79**	**76.58 ± 0.37**	**1.42 ± 0.03**	**-5.83 ± 0.14**

El Cuadro No. 39 presenta los resultados obtenidos para la etapa de lavado en el cual se aprecia claramente el incremento en la blancura, para dicha etapa se logró obtener una blancura óptima del 81.68% en comparación con un destintado tradicional el cual permitió obtener una blancura del 78.89%, lo que confirma la eliminación de las partículas de tinta mediante el uso y destintado de papel bond con el tratamiento magnético-mecánico. De acuerdo con (Fricker, Thompson *et al* . 2007), la etapa de lavado es altamente efectiva para remover partículas de tamaños inferiores a 10 µm. De esta forma las partículas de tinta generadas en los rangos de interés permitieron ser eliminadas en esta etapa. Tanto la etapa de lavado como la de flotación dependen del uso adecuado de los surfactantes, dependiendo de la resistencia relativa y de la proporción de la parte hidrofílica con

relación a la parte hidrofóbica de la molécula surfactante, el surfactante se agrupará alrededor de la tinta y de las otras partículas contaminantes, convirtiendo a las partículas, o bien en hidrofílicas para el lavado, o en hidrofóbicas para la flotación, las naturalezas opuestas de los surfactantes de lavado y de los surfactantes de flotación pueden causar problemas en sistemas que utilicen una combinación de flotación/lavado, lo que repercute en la tonalidad de la suspensión fibrosa (Aguilera Dugarte , Rojas Orlando *et al* . 2002). Por su parte los resultados en la tonalidad de la suspensión fibrosa L*, a*, b*, para la etapa de lavado resultaron positivas lo que le confiere una mejora en el incremento de la coloración final de la suspensión fibrosa, provocando un aumento del 3%, recordando que en la industria papelera, poder lograr un aumento en el grado de blancura de dos o más porciento es un logro que se considera importante (Sulbarán, Turrado *et al* . 2014).

Cuadro 39. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de lavado (1ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	81.98	88.88	1.88	-6.14
2	81.65	88.79	1.87	-6.02
3	81.48	88.75	1.85	-5.98
4	81.64	88.78	1.83	-6.05
PROMEDIO	**81.68 ± 0.11**	**88.8 ± 0.03**	**1.85 ± 0.01**	**-6.04 ± 0.03**

3.5.8 Evaluación grado de blancura para el proceso de destintado mediante la aplicación de las fuerzas magnético-mecánicas, 2ª repetición (condiciones óptimas)

Con la finalidad de corroborar los resultados anteriores se realizó una segunda repetición mediante la aplicación de las fuerzas magnético-mecánicas a la suspensión fibrosa previamente desintegrada. A continuación se muestran los resultados obtenidos los factores utilizados para el desarrollo del proceso fueron: Tiempo 5 minutos, Consistencia 0.5% y velocidad de 10. El Cuadro No. 40 muestra el grado de blancura así como la tonalidad medido en las hojas fabricadas con pulpa destintada mediante tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas. Como se observa la blancura resultó baja 46.91%, por su parte el grado de L*, a*, b*, también resultan negativos otorgando una tonalidad gris-oscura a la suspensión fibrosa, debido al desprendimiento y fragmentación de las partículas de tinta/m², en los rangos de interés, razón por la cual se obtiene una coloración grisácea en las fibras, sin embargo, estas tintas permiten ser eliminadas por etapas posteriores a través de la flotación y el lavado, de acuerdo a lo establecido por (Holik 2000).

Cuadro 40. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas (2ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	46.72	71.66	0.78	-4.27
2	46.73	71.66	0.81	-4.31
3	45.90	71.26	0.68	-4.05
4	48.29	72.66	0.78	-4.27
PROMEDIO	**46.91 ± 0.50**	**71.81 ± 0.30**	**0.76 ± 0.03**	**-4.22 ± 0.06**

El Cuadro No. 41 muestra los resultados obtenidos para la etapa de flotación, la blancura obtenida para esta etapa como se observa resulta ser baja 66.24%, como resultado la tonalidad de la suspensión fibrosa resulta azul-grisácea y los valores obtenidos en L*, a*, b*, respectivamente, dado que la mayoría de los papeles blancos contienen cargas o minerales ópticos que permiten mejorar las característica de los papeles como lisura, opacidad, blancura, brillo en estos (Zanuttini Miguel 2008), sin embargo, al ser reciclados, estos pierden dichos blanqueadores de ahí la tendencia en la coloración en suspensión fibrosa, por otro lado, cabe mencionar que es en esta etapa donde logró eliminar una cantidad importante de partículas de tinta/m² de las fibras, lo que permite una mejor limpieza o eliminación de partículas de tinta más pequeñas en etapas de lavado.

Cuadro 41. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de flotación (2ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	66.86	82.03	1.50	-6.05
2	66.50	81.90	1.48	-5.99
3	64.60	81.14	1.38	-5.67
4	67.00	82.15	1.51	-6.06
PROMEDIO	**66.24 ± 0.56**	**81.80 ± 0.23**	**1.46 ± 0.03**	**-5.94 ± 0.09**

El Cuadro No. 42 muestra los resultados obtenidos para la etapa de lavado, la tonalidad obtenida en esta etapa resulta positiva así como el grado de blancura obtenida tanto en la formación de la hoja para prueba como la suspensión fibra restante, la blancura obtenida en esta etapa es de 81.99%, mientras que el grado de tonalidad L*, a*, b*, resultan ser positivas dados sus valores respectivamente, corroborándose lo descrito anteriormente, el tratamiento magnético-mecánico

permite generar y fragmentar las partículas de tinta en los rangos de interés, las cuales permiten ser eliminadas a través de etapas de flotación y de lavado. De igual manera y de acuerdo con (Ramírez Casillas 2004), un lavado efectivo depende principalmente del tamaño de las partículas de tinta y se aplica principalmente a tintas dispersables < 10 µm, para que esta técnica resulte efectiva.

Cuadro 42. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, etapa de lavado (2ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	81.97	88.54	1.94	-6.67
2	81.82	88.45	1.94	-6.97
3	81.93	88.48	1.95	-6.83
4	82.25	88.60	1.96	-6.84
PROMEDIO	**81.99 ± 0.09**	**88.51 ± 0.03**	**1.94 ± 0.00**	**-6.78 ± 0.06**

3.5.9 Evaluación grado de blancura para el destintado mediante la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas, 3ª repetición (condiciones óptimas)

A continuación, se muestran los resultados obtenidos de la aplicación de las condiciones óptimas del proceso de destintado aplicando fuerzas magnético-mecánicas, flotación y lavado. Dichos resultados fueron obtenidos al realizar una III repetición bajo condiciones optimizadas. Como valores óptimos se utilizaron las siguientes condiciones: Tiempo de 5 minutos, Consistencia de 0.5%, Velocidad de 10. El Cuadro No. 43 muestra el grado de blancura obtenida en dicha repetición, como se observa se logró obtener una blancura del 83.18%, el mejoramiento en el aumento de la blancura se debe en gran medida al desprendimiento y

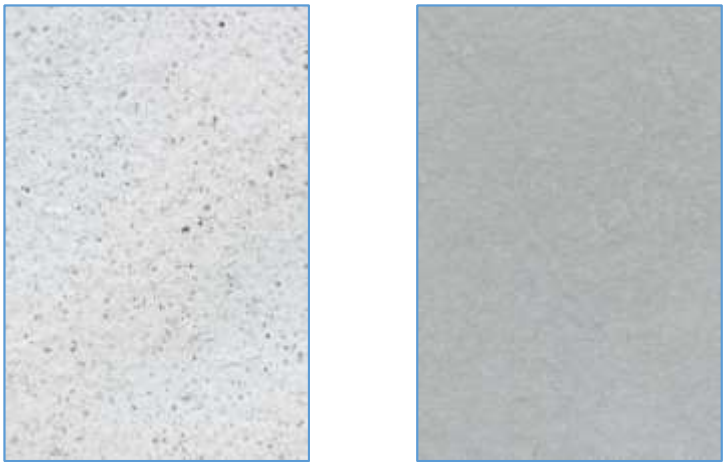
fragmentación de la partículas de tinta/m², de la suspensión fibrosa y a la aplicación de la flotación como punto clave de acuerdo con (Pélach 2009), así mismo la lectura de la tonalidad de coloración L*, a* y b*, donde a* mide los cambios de (-) verde a (+) rojo, eje b* mide los cambios de (-) azul a (+) amarillo y el eje L* mide la luminosidad, tendencia de (-) gris a (+) blanco (Aguilera Dugarte , Rojas Orlando *et al* . 2002), de esta forma y de acuerdo a los resultados obtenidos L* resulta positiva tendencia de la coloración blanco-grisácea, a* positiva coloración azul-rojiza y b* negativa coloración azul-grisácea, de ahí la obtención en la coloración de la suspensión fibrosa blanca-azulada.

Cuadro 43. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, todas las etapas (3ª repetición).

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	83.52	89.30	1.96	-6.45
2	83.13	89.18	1.92	-6.32
3	82.97	89.00	1.97	-6.32
4	83.11	89.15	1.95	-6.43
PROMEDIO	**83.18 ± 0.12**	**89.15 ± 0.06**	**1.95 ± 0.01**	**-6.44 ± 0.03**

La Figura No. 34-a muestra la superficie de una hoja con pasta desintegrada previamente al proceso con el tratamiento magnético-mecánico. La Figura No. 34-b corresponde a la imagen de la hoja preparada con pasta del proceso de destintado con fuerzas magnético-mecánicas. Como puede apreciarse se logró generar un gran número de partículas de tinta o fragmentar una gran cantidad importante de partículas, generando una coloración gris-azul, sobre la superficie

de la hoja formada. La Figura No. 35-a corresponde a la imagen de la superficie de una hoja obtenida con pasta tratada por etapas posteriores del tratamiento magnético-mecánico y flotación, como puede verse, se eliminó una gran cantidad de partículas de tóner a través de esta etapa, la superficie de la hoja mostro una reducción en el tono gris-azul observado originalmente. Finalmente, las propiedades de la hoja formada posteriormente a las etapas de ultrasonido, flotación y de lavado se aprecian en la Figura No. 35-b esta superficie representa la mayor reducción de partículas de tinta, lo que otorgó una coloración de mayor blancura al papel.



(a) desintegración (b) tratamiento magnético-mecánico

Figura 34. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada del proceso de destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, (a) etapa de desintegración, (b) etapa de tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas.

(a) flotación (b) lavado

Figura 35. Hojas de prueba obtenidas a partir de pulpa procesada del proceso de destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, (a) etapa de flotación, (b) etapa de lavado.

3.5.10 Evaluación grado de blancura para el proceso de blanqueo ECF, fibra proveniente del proceso de destintado con fuerzas magnético-mecánicas

A continuación se muestran los resultados obtenidos del proceso de blanqueo, las fibras fueron previamente limpiadas a través de un proceso de destintado con fuerzas magnético-mecánicas las condiciones óptimas utilizadas para el destintado fueron: Tiempo 5 minutos, Consistencia de la suspensión fibrosa 0.5%, Velocidad del equipo 10. Por su parte las condiciones utilizadas para el proceso de blanqueo ECF fueron: Temperatura 30°C, Tiempo 60 minutos, Consistencia 10%, pH_f 7.0-7.5. El Cuadro No. 44 muestra los resultados obtenidos para el grado de blancura de la pulpa blanqueada.

Cuadro 44. Grado de blancura medido en hojas de prueba obtenidas de pulpa tratada mediante destintado con tratamiento mecánico magnéticamente-inducido, y blanqueada mediante un proceso ECF.

Análisis	Blancura (% Elrepho)	L*	a*	b*
1	90.98	96.85	-0.20	0.89
2	91.17	96.98	-0.22	0.97
3	90.47	96.64	-0.21	0.90
4	90.27	96.76	-0.21	0.94
PROMEDIO	**90.72 ± 0.21**	**96.80 ± 0.08**	**-0.21 ± 0.00**	**0.92 ± 0.02**

La Figura No. 36-a corresponde a la imagen de una hoja completa obtenida con pasta blanqueada a través del proceso de blanqueo ECF, como se aprecia, se eliminó una gran cantidad de partículas de tóner a través de esta etapa, sin embargo fue necesario el uso de agentes químicos, logrando con ello la blancura y el contenido α-celulosa deseados para la presente investigación. Finalmente, la Figura No. 36-b muestra la superficie de la misma hoja forma con un acercamiento de escaneo a 2400 dpi. A través del proceso de blanqueo ECF se logra obtener una fibra más limpia lo cual se aprecia en la formación de hoja y en la medición de partículas de tóner. Un estudio realizado por (Rivera 2012), reporta una blancura final del 80%, mediante un proceso ECF, sin embargo el autor utilizo cartón Kraft reciclado, así mismo, empleó secuencias de blanqueo ODP (oxigeno, dióxido de cloro y peróxido) del tipo ECF, y PEpP (peróxido, extracción alcalina oxidativa y peróxido) del tipo TCF.

(a) hoja (b) acercamiento

Figura 36. Hoja de prueba obtenida a partir de pulpa destintada mediante condiciones optimizadas de un tratamiento con fuerzas mecánicas magnéticamente-inducidas y blanqueada mediante secuencia ECF, (a) vista completa de la hoja, (b) acercamiento.

3.6 Análisis de la distribución de tamaño de partícula en las suspensiones residuales del proceso de formación de hojas de prueba, mediante dispersión de dinámica de luz Láser (DLS), para el tratamiento con ultrasonido.

A continuación se muestran los resultados obtenidos de la medición de líquidos residuales con el tratamiento con ultrasonido, dichas pruebas fueron realizada en un Equipo Zetasizer, Marca Malvern, Modelo Nano_S90. El análisis de la medición del tamaño de las particulas, mediante dispersión de luz Láser, presentes en suspensiones residuales, derivadas del proceso de formación de hojas de prueba del tratamiento con ultrasonido, se presentan en la Figura 37. Como se ilustra en dicho gráfico, todas las curvas generadas a partir de los datos recabados de cada uno de las nueve condiciones utilizadas en el diseño experimental, mostraron un patrón multimodal. En el caso del Exp. No. 1, se obtuvo un patrón trimodal con máximos entre los 200, 700 y 5500 nm. La presencia de particulas de gran tamaño

es claramente visible en los datos del Exp. No. 1, sugeriendo que las condiciones utilizadas durante el experimento, no fueron tan efectivas para fragmentar las particulas de tóner. En el caso del Exp. No. 2, se observa un patrón bimodal con máximos de 295, 5560 nm debido a las condiciones utilizadas durante el destintado no fueron las más adecuadas, por su parte el exp. 3, muestra un comportamiento multimodal con posibles tamaños de partículas de 21, 95, 342 y 5560 nm. Cabe señalar que las condiciones de tiempo para los primeros experimentos en destintado fueron las mismas, no así la aplicación de la temperatura y forma de aplicación del ultrasonido, lo cual se ve reflejado en el desprendiemiento de los tamaños de partículas en cada una de las suspensiones analizadas.

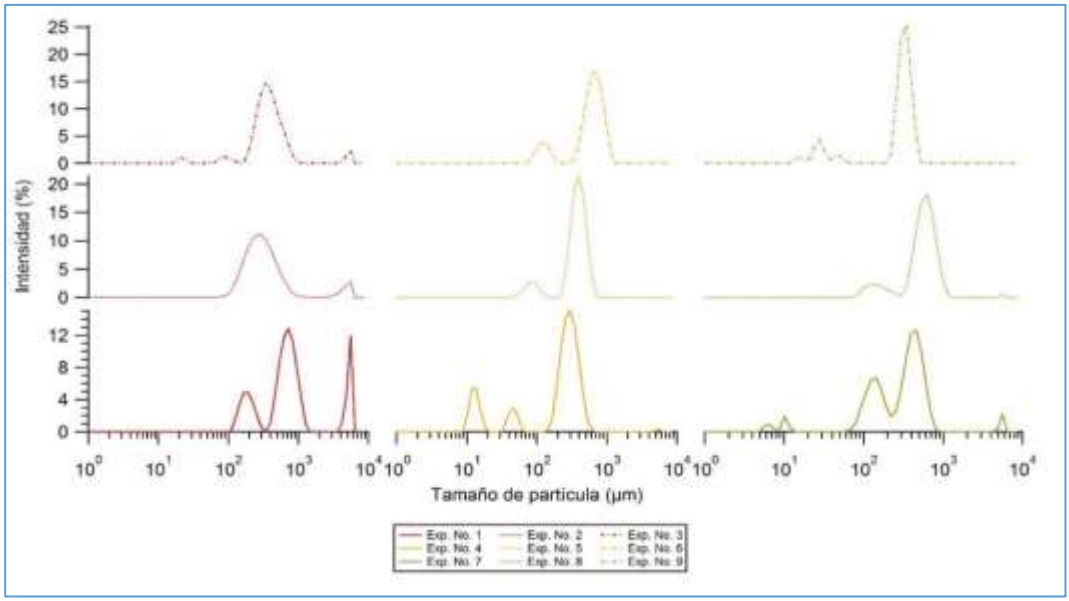


Figura 37. Medición del tamaño de las particulas, mediante dispersión de luz Láser, presentes en suspensiones residuales del tratamiento con ultrasonido.

Por otra parte, la distribución obtenida al aplicar las condiciones del Exp. No 4, muestra un patrón trimodal con máximos en el orden de los 15, 45 y 300 nm, y desviaciones estándar angostas. Además, no se observan partículas con dimensiones mayores a los 1000 nm. De igual manera el Exp. 5 presenta un patrón bimodal con maximos de cuarvas de 95, 396 nm, destacando la aplicación de la temperatura en los experimentos 4 y 5, debido a ello no se permitio un buen desprendimiento de partículas de tóner, los cuales muestran tamaños muy grandes de partículas en sus mediciones.

El Exp. 6, muestra de igual manera un patrón bimodal, en razón de los tamaños de partículas en el orden de 125 y 700 nm, la presencia de partículas de grandes tamaños es evidente, debido a las condiciones aplicadas durante el destintado, las cuales no resultaron ser las más eficientes en el desprendimiento de partículas de tinta/m², el Exp. 7, presenta un patrón multimodal en el comportamiento de las curavas con máximos de 5, 15, 142, 450 y 5560 nm, sin embargo, la presencia de partículas grandes aún siguen presentes, cabe mencionar que la aplicación de la intensidad del ultrasonido no fue la misma para todos los experimentos realizados y análizados, razón por la cual existe cierta variación en los tamaños de partículas.

El Exp. 8 muestra un patrón bimodal en razón del comportamiento de las curvas con maximos de 142 y 600 nm para las partículas de tóner, dicho comportamiento es debido al comportamiento de los factores involucrados en el destintado. Por su parte el Exp. 9 presenta un patrón multimodal con tamaños de partículas en el orden de 15.7, 28.8, 45 y 3.43 nm, la presencia de partículas pequeñas es evidente, la generación de partículas pequeñas fueron originadas por las mejores condiciones de aplicación del ultrasonido, durante la etapa de destintado, dichas partículas pueden ser eliminadas por flotación y lavado respectivamente para ser más eficiente el proceso de destintado propuesto.

3.7 Análisis de la distribución de tamaño de partícula en las suspensiones residuales del proceso de formación de hojas de prueba, mediante dispersión de dinámica de luz Láser (DLS), para el tratamiento magnético-mecánico.

A continuación se muestran los resultados obtenidos de la medición de líquidos residuales con el tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas, dichas pruebas fueron realizadas en un Equipo Zetasizer, Marca Malvern, Modelo Nano_S90. La Figura No. 38 muestra los resultados obtenidos en cada uno de los análisis realizados. El Exp. No. 1 presenta un patrón bimodal con máximos de tamaños de partículas de entre 91.3 y 460 nm, mientras que el Exp. 2, también presenta un patrón bimodal con tamaños de partículas de 100 y 712 nm, el Exp. 3, muestra un patrón multimodal con tamaños de partículas con máximos de 220, 955 y 4150 nm, como se observa la generación de partículas grandes es visible, esto es debido a la aplicación de los factores que intervinieron durante la etapa del destintado en los 3 primeros experimentos no fueron los eficaces.

Por otro lado, también se observa el Exp. No. 4, el muestra un patrón multimodal con maximos de partículas de 79, 396 y 5560 nm, la generación de partículas pequeñas para este experimento es debido a la prolongación del tiempo aplicado a la suspensión fibrosa durante el destintado, sin embargo, aun presenta partículas de gran tamaño como se observa, el Exp. No. 5 de igual manera presenta un patrón multimodal con máximos de entre 106, 460 y 5560 nm, la generación de partículas de grandes tamaños aun es visible.

El Exp. No. 6 Presenta un patrón multimodal con máximos de entre 100, 460 y 5560 nm, características muy similares al Exp. 5, sin embargo, en el experimento Exp.6 fue posible la eliminación de partículas de gran tamaño a través de etapas de flotación y lavado, dadas las mejores condiciones del tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas para la generación y eliminación de partículas de tinta.

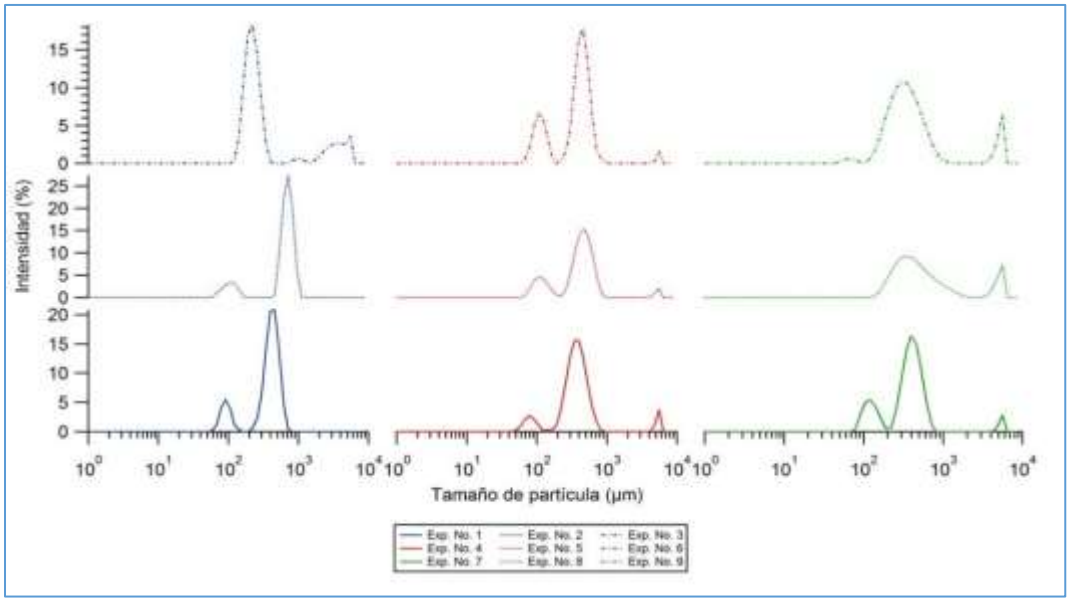


Figura 38. Medición del tamaño de las particulas, mediante dispersión de luz Láser, presentes en suspensiones residuales del tratamiento con fuerzas magnético-mecánico.

Por otro lado, el Exp. No. 7 muestra un patrón multimodal con tamaños de partículas de 129, 390 y 5560 nm, así mismo el Exp. No. 8, presenta un patrón bimodal con tamaños de partículas de 350 y 5560 nm, dicha generación de partículas es debido al manejo y a la aplicación de los factores durante el destintado con fuerzas magnético-mecánicas, sin embargo, no todas las partículas pueden ser eliminadas por etapas posteriores, dado su gran tamaño para ser eficazmente eliminadas. Finalmente el Exp. No. 9 presenta un patrón multimodal con tamaños de partículas de entre 68, 296 y 5560 nm, la generación de partículas pequeñas es visible, por lo que podría ser considerado como el experimento con mejores rendimientos, sin embargo, no presentó las mejores condiciones ópticas logradas en la suspensión fibrosa.

3.8 Espectros FT-IR para el tratamiento con ultrasonido.

Muestras de hojas de laboratorio de las diversas etapas aplicadas durante el proceso de destintado con ultrasonido, como muestras del tóner, papel bond y papel Whatman, fueron analizadas mediante espectrofotometría de infrarrojo con transformadas de Fourier. Los resultados arrojados mediante el análisis de FT-IR de papel bond (con y sin impresión), tóner y hoja de prueba de la etapa con tratamiento con ultrasonido de alta ganancia fueron realizadas en un equipo Thermo Fisher Scientific, modelo Nicolet iS5. La Figura No. 39, muestra los resultados obtenidos, como se indica en la Fig. 39 tanto los espectros de IR correspondientes al papel bond (con y sin impresión) y el de la hoja de prueba generada con pulpa del tratamiento con ultrasonido, muestran de manera similar, la presencia de bandas correspondientes al estiramiento simétrico de OHs (3340-3400 cm^{-1}), estiramiento simétrico C-H (2850-2900 cm^{-1}), estiramiento C=O (1640 cm^{-1}), tijereteo de grupos C-OH (1315 cm^{-1}), vibraciones asimétricas de enlaces tipo C-O-C (1100 y 1150 cm^{-1}), vibraciones C-O del tipo éter y de enlaces α-O-4 (1020 cm^{-1}), y sobre los 900 cm^{-1} correspondientes a vibraciones debidas al enlace β-glucosídico de la celulosa (Adel 2007, Kubovsky and Kacik 2009, Navarro, Dávalos *et al* . 2009, Dymininska, Gagor *et al* . 2014, Singhal, Jaiswal *et al* . 2015). Estas bandas son atribuibles a la presencia de celulosa, hemicelulosas y lignina en dichas muestras, ya que todas las muestras analizadas contienen material lignocelulósico. En las muestras de papel bond, también se observa la presencia de bandas alrededor de los 1430 y 870 cm^{-1}, las cuales se deben muy posiblemente a cargas minerales, comúnmente utilizadas en la formulación del papel bond (Robotti, Bobba *et al* . 2007).

Por otra parte, en la Figura 39, también se presenta el espectro correspondiente al análisis FT-IR de una muestra de tóner. Como se observa, en dicho espectro es posible detectar algunas bandas características atribuibles a este producto tales como 3000-3100 cm^{-1} (estiramiento C-H), 1720-1730 cm^{-1} (vibración por grupos carbonilo presentes en resinas típicas de un tóner), 1120-1150 cm^{-1} (estiramiento

C-O-C), y 750 y 700 cm^{-1}, atribuibles a la deformación fuera-del-plano de grupos C-OH (Merrill, Bartick *et al* . 2003, Trzcinska 2006, Lee, Kim *et al* . 2014). De acuerdo a lo propuesto por Merrill *et al*., y a los diferentes tipos de señales químicas encontradas en el espectro IR del tóner utilizado en este estudio, es muy posible que se trate de un producto elaborado a base de una resina del tipo poli estireno-co-acrilato. Sin embargo, también en la literatura se han reportado diversas publicaciones sobre estudios de partículas de tóner mediante espectroscopia infrarroja, las cuales han coincidido que el análisis de este tipo de partículas es complicado entre otros aspectos por la gran cantidad de formulaciones de este tipo de productos y por la interferencia que causan los espectros de IR, correspondientes a materiales lignocelulósicos (Merrill, Bartick *et al* . 2003, Trzcinska 2006). En este estudio, podría decirse que este efecto de enmascaramiento también se dio, haciendo difícil la identificación de partículas de tóner en las muestras de papel impreso.

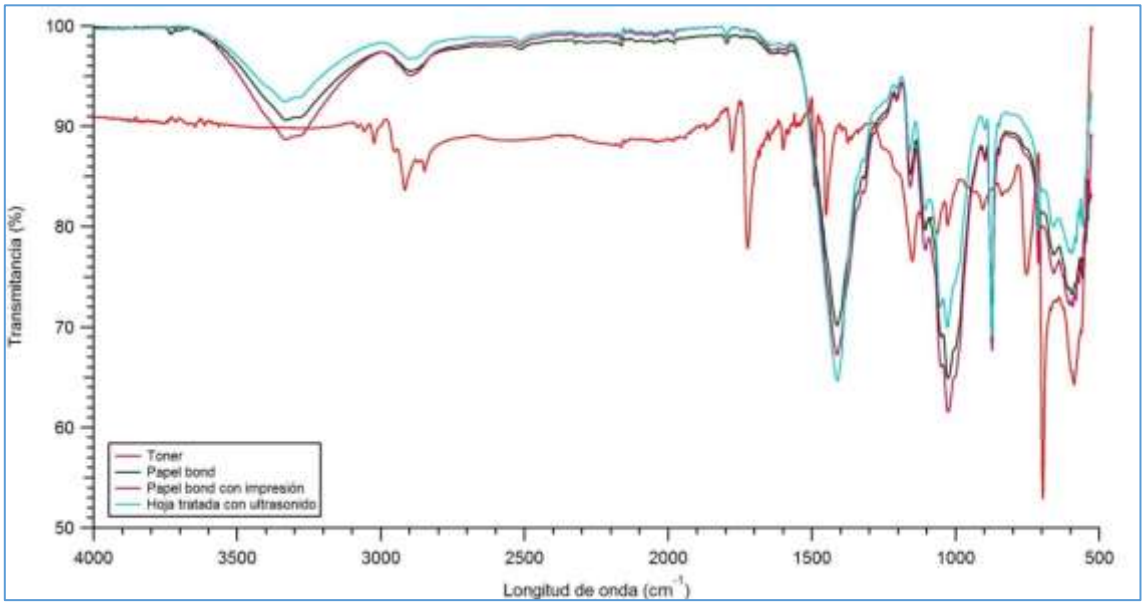


Figura 39. Espectros del análisis mediante ATR FT-IR de muestras papel bond sin impresión (-), impreso mediante tecnología Láser (-), tóner (-) y hoja de prueba de la etapa con tratamiento con ultrasonido (-).

Por otra parte, el análisis de FT-IR de la pulpa destintada bajo condiciones optimizadas del tratamiento con ultrasonido, más las etapas de flotación y lavado, adicionada de un blanqueo posterior, se presenta en la Figura 40. Como se observa, en dicho espectro se obtuvo una drástica disminución de las bandas ubicadas en la regiones de 1720-1730 cm^{-1} (vibración por grupos carbonilo presentes en resinas típicas de un tóner), y 750 y 700 cm^{-1}, atribuibles a la deformación fuera-del-plano de grupos C-OH. La casi desaparición de estas bandas de infrarrojo, sugiere que el tratamiento con ultrasonido de alta ganancia, combinado con etapas de flotación y lavado, fue altamente eficaz en la remoción de partículas de tóner. Adicionalmente, en el espectro de la pulpa destintada y blanqueada, también se observó una gran reducción en la amplitud de las bandas ubicadas en las regiones de 1430 y 870 cm^{-1}, las cuales se atribuyen a cargas minerales; sugiriendo que el tratamiento de destintado propuesto, combinado con el blanqueo posterior, también ayudó a remover en gran medida, las cargas minerales, originalmente presentes en el papel bond.

Para ayudar a analizar la pureza de la pulpa celulósica obtenida, se analizó de manera adicional una muestra de papel Whatman. El espectro de infrarrojo obtenido del análisis de dicha muestra, también se presenta en la Figura 40. Como se observa, tanto el espectro de la muestra de la pulpa destintada y blanqueada, como la del papel Whatman, presentaron una gran similitud, sugiriendo que el proceso de destintado aplicado, más un blanqueo posterior, mediante secuencia ECF, produjo un producto con características químicas muy similares a las del papel Whatman. Debido a que le papel Whatman se produce a partir de algodón, podría considerarse que el producto obtenido mediante el método de destintado propuesto, contiene características propias de una pulpa tipo grado soluble, o de alto contenido de α-celulosa.

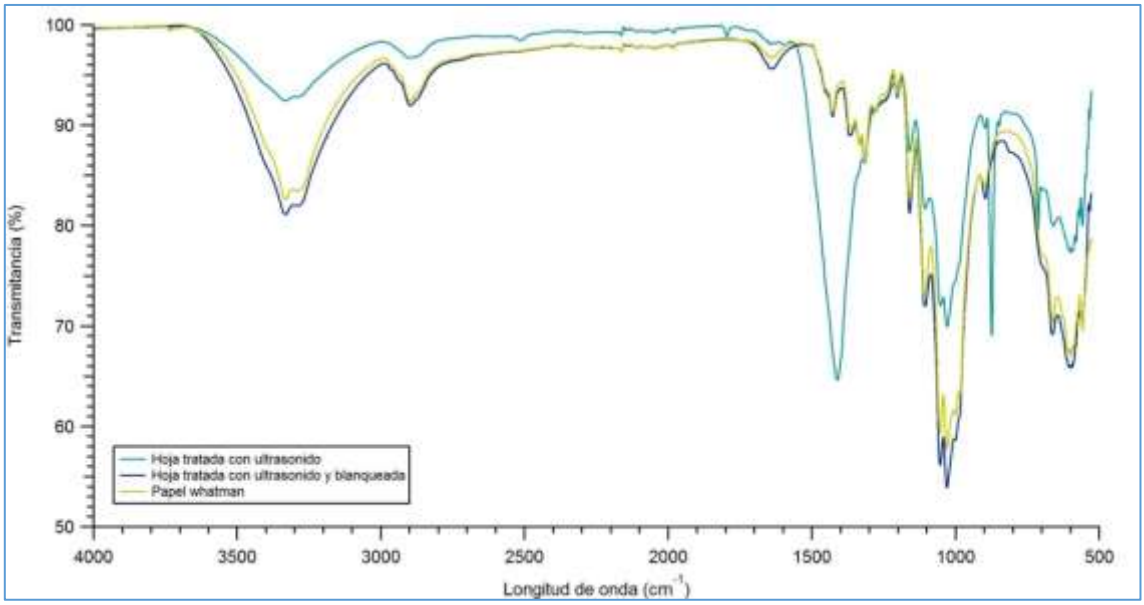


Figura 40. Espectros ATR FT-IR de muestras papel bond impreso mediante tecnología Láser y tratado con ultrasonido de alta ganancia (-), destintado bajo condiciones optimizadas más un blanqueo ECF posterior (-), y una hoja de papel Whatman (-).

3.9 Espectros FT-IR para el tratamiento magnético-mecánico.

Se analizaron hojas de laboratorio de las diversas etapas aplicadas durante el proceso de destintado con tratamiento magnético-mecánico, las muestras de tóner, papel bond y papel Whatman fueron analizadas mediante espectrofotometría de infrarrojo con transformadas de Fourier. Los resultados obtenidos de las pruebas FT-IR realizadas al papel bond (con y sin impresión), tóner y la hoja de prueba de la etapa con tratamiento magnético-mecánico, se muestran en la Figura No. 41 se observa, tanto los espectros de IR correspondientes al papel bond con y sin impresión Láser, así como la hoja de prueba generada con pulpa del tratamiento magnético-mecánico. Muestran de forma muy similar, la presencia de bandas correspondientes al estiramiento de O-H, las cuales aparecen de 3500-3000 cm^{-1}, estiramientos de enlaces de C-H en 2900 cm^{-1}, de igual manera las vibraciones de banda de enlaces C=O de 1637-1640 cm^{-1}, enlaces de C-O aproximadamente de 1054-1030 cm^{-1}, así como estiramiento de banda de enlaces C-O-C en 1160 cm^{-1} aproximadamente, sobre

los 900 cm^{-1} presenta vibraciones de enlaces β-glucosídicos, debido a la presencia de celulosa, hemicelulosas y lignina en las muestras de papel (Merrill, Bartick *et al* . 2003, Adel 2007, Kubovsky and Kačik 2009, Navarro, Dávalos *et al* . 2009, Contreras, Héctor *et al* . 2010). Según (Robotti, Bobba *et al* . 2007), la presencia del estiramiento de banda de 874 cm^{-1}, corresponde a la presencia de cargas o minerales como el $CaCO_3$, comúnmente presentes en el papel.

Por otra parte la Figura No. 41 también presenta el espectro correspondiente al análisis FT-IR de una muestra de tóner, se observan estiramientos de banda C-H de 3000-3100 cm^{-1}, estiramientos de enlaces C-O-C, cerca de 1130 cm^{-1}, así como bandas de picos de 1730 cm^{-1}, atribuido a los grupos carbonilo presentes en la resina, los picos de 700-600 cm^{-1}, corresponden a deformaciones fuera del plano (Merrill, Bartick *et al* . 2003), según (Lee, Kim *et al* . 2014), un pico característico de 1729 cm^{-1}, corresponde a una banda de un grupo carbonilo, presentes en la resina de tóner, fabricado a partir de poli estireno-co-acrilato, por lo que, es muy probable que el tóner utilizado en la presente investigación sea un derivado de este elemento, de acuerdo con (Trzcińska 2006), no se puede excluir que existe la posibilidad de que las partículas de tóner depositadas o impresas sobre la superficie del papel puedan estar contaminadas por los componentes presentes en el papel, dificultando con ello la identificación de las tintas.

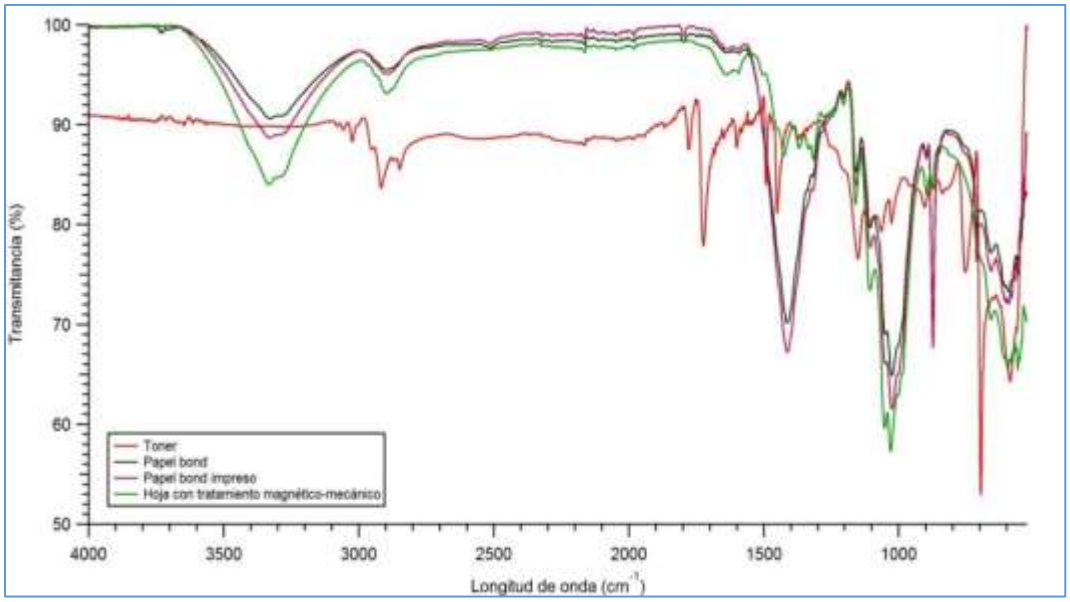


Figura 41. Espectros del análisis mediante ATR FT-IR de muestras tóner (-), papel bond sin impresión (-), papel impreso mediante tecnología Láser (-), y hoja de prueba de la etapa con tratamiento con magnético-mecánico (-).

La Figura No. 42 Presenta el análisis de FT-IR de la pulpa destintada bajo condiciones optimizadas del tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas, seguido de las etapas de flotación y lavado, adicionado de un blanqueo ECF posterior. En la Figura 42, se observa la disminución en el comportamiento de las bandas en la región de 1500 cm^{-1}, un ligero aumento en la región de 1729 cm^{-1}, correspondiente a bandas de carbonilo de resinas típicas encontradas en el tóner (Lee, Darah *et al* . 2007), se observa también para los espectros una reducción de bandas en la región de 1200-900 cm^{-1}, correspondientes a enlaces de C-O, la usencia o casi desaparición de los en enlaces C-OH en la región de 700-600 cm^{-1} corresponden a la deformación fuera del plano (Adel 2007), así mismo también se observó una gran reducción en la amplitud de las bandas ubicadas en las regiones de 1430 y 870 cm^{-1}, correspondientes a la pulpa destintada y blanqueada, dicha ausencia o disminución de las bandas, es debido a la desaparición de las cargas presentes en el papel, de acuerdo a lo sugerido por (Robotti, Bobba *et al* . 2007).

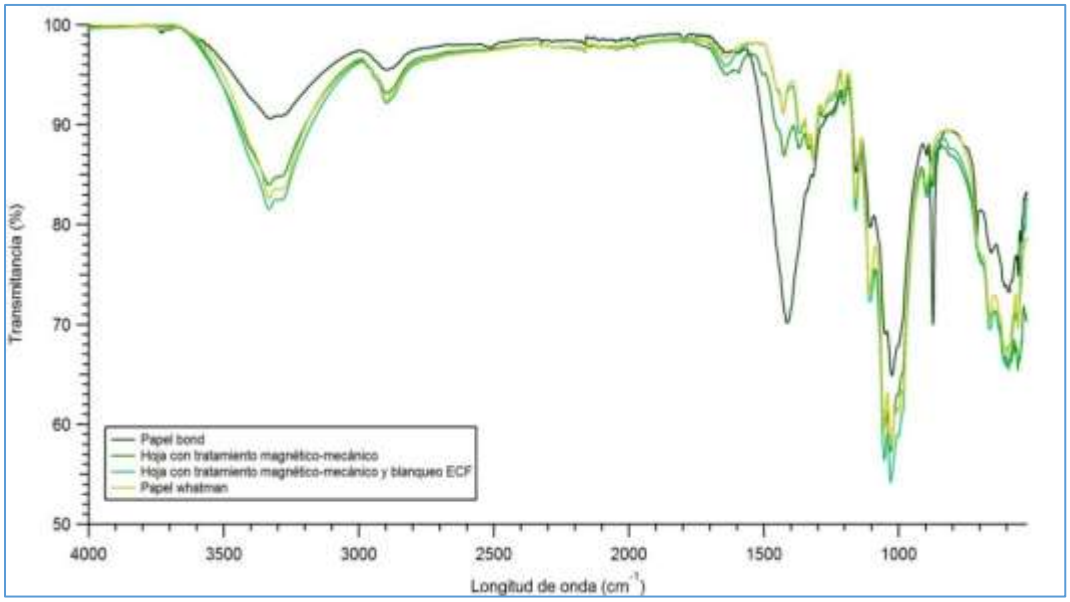


Figura 42. Espectros del análisis mediante ATR FT-IR de muestras, papel bond sin impresión (-), hoja de prueba de la etapa con tratamiento con magnético-mecánico (-), hoja con tratamiento magnético-mecánico y blanqueo ECF (-), papel Whatman (-).

Para determinar el grado de pureza de la suspensión obtenida a través de un destintado con fuerzas magnético-mecánicas, seguido de una de blanqueo ECF, se analizó una muestra de papel Whatman, ya que este material es prácticamente celulosa pura, constituido por fibras de algodón (Contreras, Héctor *et al* . 2010), esta banda también es mostrada en la Figura No. 42, se observa que al comparar el comportamiento de las bandas entre el papel Whatman y la hoja con tratamiento magnético-mecánico (blanqueada), estas presentan un comportamiento muy similar, es decir, son prácticamente "iguales", los estudios realizados por (Kubovsky and Kačik 2009, Navarro, Dávalos *et al* . 2009, Contreras, Héctor *et al* . 2010), indican la presencia de una banda o espectros característicos de la celulosa, lo cual coincide en la presente investigación, estiramiento de banda ancha de O-H en el rango de 3500-300 cm^{-1}, enlaces de C-H en 2900 cm^{-1}, enlaces de C-O de 1100-1030 cm^{-1}, enlaces de C=O 1650-1500 cm^{-1} etc., lo que hace pensar que el proceso con fuerzas magnético-mecánico, adicionado de un blanqueo ECF, permite eliminar toda o casi toda tinta presente en la suspensión fibrosa, obteniéndose un producto con características químicas, similares al papel

Whatman, lo que corrobora la posible obtención de celulosa de grado soluble a través de un destintado no convencional seguido de un proceso de blanqueo ECF.

CAPITULO 4

DISCUSIÓN

El desprendimiento de partículas de tóner en los rangos de 25-50 µm, permiten ser eliminados por etapas correspondientes de flotación y lavado, según la literatura (Fricker, Thompson *et al* . 2007), la más alta eficacia en la eliminación de partículas de tinta desde las etapas de flotación y de lavado se puede lograr mediante la reducción de las partículas de tinta dentro de los intervalos de tamaños de 50-100 µm, en la presente investigación se buscó generar partículas de tinta/m² en los rangos 25-50 y 50-100 µm, investigaciones realizadas por (Ramírez Casillas 2004), indica que es posible eliminar estas por etapas como la flotación y lavado. Como se observó en la Fig. 18, al aplicar el tratamiento con ultrasonido, se logró la remoción y fragmentación de partículas de tinta/m² en el rango de 25-50 µm, bajo las mejores condiciones del tratamiento, manejando: Tiempos altos, Consistencias bajas, Temperatura baja y Forma de aplicación del ultrasonido continua, permite que las tintas puedan ser eficazmente eliminadas por etapas posteriores concordando por lo establecido por la literatura.

La remoción de partículas de tinta/m² en el rango de 50-100 µm, como se mencionó anteriormente fue unos objetivos esenciales en busca de mejoras para el destintado propuesto, con respecto a otras investigaciones similares. Gabriel *et al* (2015), Indica que poder obtener un buen desprendimiento de partículas de tóner, mediante el destintado con ultrasonido en los rangos de 50-100 µm, es necesario trabajar a frecuencias altas de 25 KHz y los siguientes parámetros: Consistencia baja 0.5%, Temperatura de 55 °C, Tiempo de tratamiento 20 minutos, y una modulación pulsada con el modo de barrido, para la presente investigación coincide por lo planteado con Gabriel *et al* , sin embargo, para la

presente investigación el uso de elevadas temperaturas presentó afectaciones negativas en el desprendimiento de dichas partículas (Gabriel Parra, Vargas Radillo *et al* . 2015). En este mismo contexto, otros autores también mencionan que el uso de la temperatura tiene gran influencia en los procesos de destintado, es decir, al aumentar la temperatura hay una disminución en la blancura del proceso, dado que las tintas de tóner contienen ligantes termoplásticos, los cuales se polimerizan y se fusionan durante el proceso de impresión, dificultando su remoción por procesos convencionales (Lee, Darah *et al* . 2007).

Como se mencionó anteriormente y de acuerdo con literatura citada (Ramírez Casillas 2004, Fricker, Thompson *et al* . 2007), la remoción de partículas de tinta/m² en el rango de 25-50 µm, permiten ser eliminados por flotación y lavado, razón de ello en el destintado por fuerzas magnético-mecánicas al igual que con ultrasonido se buscó el desprendimiento de dichas partículas de tóner de la suspensión fibrosa tratada, por lo que una de las metas del destintado, fue el desprendimiento de las partículas de tóner en el rango de 25-50 µm mediante la acción de fuerzas magnético-mecánicas, dicho rango de partículas permiten ser eliminadas por etapas posteriores, el método de destintado propuesto permitió el desprendimiento y fragmentación en el rango de partículas antes mencionados, dicho desprendimiento se obtuvo con el uso de aplicación de Tiempos bajos, consistencias bajas y velocidades altas, lo cual concuerda con lo indicado por (Ramírez Valdovinos 2010), el cual realiza un estudio similar a través de la aplicación de fuerzas magnético-mecánicas para el destintado de papel bond, al someter a la suspensión fibrosa a tiempos bajos, consistencias bajas y velocidades altas, se logra generar el desprendimiento de partículas de tóner en los rangos antes mencionados, estos parámetros permiten que las partículas de tóner puedan ser eliminadas por etapas posteriores, de igual manera otras investigaciones y de acuerdo con (Barriga 2012) sugiere que la suspensión fibrosa no debe ser sometida a procesos mecánicos por largos periodos de tiempo, dado

que la tinta puede sufrir una excesiva fragmentación y vuelva a depositarse en las fibras, dificultando con ello la eliminación estas partículas.

De igual manera se buscó generar partículas de tinta/m² en el rango de 50-100 µm, mediante la acción de fuerzas magnético-mecánicas, es factible generar el desprendimiento de las partículas de tóner trabajando a tiempos de 5 minutos, consistencias de 0.5% y velocidad aplicada de 10, el propósito por el cual se busca generar dichos rangos de partículas es debido a que las tintas de impresión Láser, suelen estar compuestas de un pigmento y una resina termoplástica, los polímeros de resina se degradan y se hacen resistentes a la acción mecánica y de productos químicos, provocando que la tinta del papel impreso sea difícil de extraer mediante procesos convencionales (Beneventi and Carre 2000)

Por otro lado, se buscó también la eliminación de partículas de tóner mediante un destintado convencional bajo el método (PTS-METHOD 1987), usando los siguientes reactivos hidróxido de sodio (NaOH), silicato de sodio (SI_2NaO_3), DTPA, H_2O_2 y tensoactivo Di 600. Sin embargo, no fue posible el desprendimiento y eliminación de estas partículas, debido a lo dicho y de acuerdo con varios autores (Beneventi and Carre 2000, Manning and Thompson 2004, Sulbarán, Turrado *et al* . 2014), el destintado convencional implica el uso de grandes cantidades de álcali para ajustar el pH de la pulpa líquida a un valor entre 9.5 y 11.0, el destintado tradicional es altamente efectivo para reciclar residuos de papel litográfico y flexográfico, sin embargo, presenta sus limitaciones en papeles de impresión con tinta Láser curadas por UV, debido a la composición química de las tintas y a la forma en la que se adhieren a la fibra, así mismo, la impresión Láser involucra fenómenos complejos que proporcionan la dificultad de destintar este tipo de papel de desecho mediante procesos convencionales, debido a esto se obtuvo una pobre y baja eliminación de partículas de tinta mediante este proceso.

La flotación dentro de la industria papelera es un proceso de separación durante el cual un conjunto de burbujas se introducen en el seno de un tanque agitado que

contiene la suspensión fibrosa y los contaminantes a eliminar, las burbujas de aire, de naturaleza hidrofóbica, tienden a unirse a los contaminantes hidrófobos (tintas, stickies, pigmentos y ligantes) formando agregados que son eliminados en la superficie en forma de espuma (Pélach 2009), de acuerdo con la literatura (Holik 2000), para que la flotación sea efectiva , los tamaños de partículas de tóner deberán comprender un rango de 40-100 µm, dado que el objetivo principal de la flotación en la industria papelera es el destintado o la eliminación de las tintas de impresión. A través de la aplicación de ultrasonido de alta ganancia y del tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas fue posible la generación de partículas de tóner, bajo las condiciones óptimas de cada proceso, en los rangos de 25-50 y 50-100 µm, las cuales permitieron ser eliminadas por la epata de flotación concordando con la literatura cita, mientras que para el proceso convencional no fue posible la eliminación de dichas partículas debido a que no fue posible el desprendimiento de las partículas de tinta en los rangos mencionados.

La blancura alcanzada para esta etapa fue de 82.06% para un proceso convencional, así mismo, la tonalidad de coloración de la suspensión fibrosa L*a*b*, presenta una tonalidad blanco-grisácea, por su parte el tratamiento con ultrasonido de alta ganancia, seguido de la etapa de flotación permitió obtener una blancura máxima del 83.97%, el grado de tonalidad L*a*b, muestra los valores obtenidos, L* resulta positiva tonalidad blanco-grisácea, a* resulta positiva tonalidad azul-rojiza y b* la cual resulta negativa azul-grisácea, dichas tonalidades se ven reflejadas en la tonalidad de la suspensión fibrosa, debido a la gran cantidad de partículas de tóner generadas por la etapa de ultrasonido, así como a la perdida de blanqueadores ópticos en el papel los cuales le confieren ciertas propiedades al papel, mientras que el tratamiento magnético-mecánico permitió obtener una blancura del 66.24%, como resultado la tonalidad de la suspensión fibrosa resulta azul-grisácea dados los valores obtenidos en L*, a* y b* donde L* resulta positiva blanco-azulado, a* resulta positiva azul-rojiza y b* resulta negativa

grisácea, dicha tonalidad es debido a la gran cantidad de partículas de tinta que se logró fragmentar y desprender de las fibras. En este sentido podría considerarse que la etapa de flotación resulta favorable para el destintado convencional, sin embargo, no fue posible la eliminación de las partículas de tóner corroborándose con la Fig. 30-b, la cual muestra la superficie de una hoja formada en la etapa de flotación, presentando una gran cantidad de partículas de tinta, por su parte las fibras tratadas mediante ultrasonido o fuerzas magnético-mecánicas, se observan relativamente más limpias como se ilustra en las Figuras 32-a y 35-a.

El destintado por lavado es un proceso mecánico de eliminación de tinta, cargas y partículas contaminantes por espesamiento o aclarado de la suspensión fibrosa, es un proceso el cual está basado esencialmente en la diferencia de tamaños que existe entre las fibras y las partículas de tinta, mediante el tratamiento a la suspensión fibrosa de ultrasonido de alta ganancia fue posible eliminar las partículas de tinta menores de <25 µm, permitiendo alcanzar una blancura máxima del 86.98%, mientras que el tratamiento con fuerzas magnético-mecánicas permitió obtener una blancura máxima de 83.18%, debido y de acuerdo con (Fricker, Thompson *et al* . 2007), el lavado es efectivo para remover partículas de tamaños inferiores a 10 µm. El grado de tonalidad alcanzado para ambas suspensiones fibrosas resultan ser buenas, el lavado permitió obtener una tonalidad positiva en la suspensión fibrosa de acuerdo con los valores de L*, a* y b*, respectivamente, lo cual se ve reflejado en una suspensión fibrosa más limpia tratada previamente con ultrasonido, mientras que los resultados para la suspensión fibrosa tratada con fuerzas magnético-mecánicas permitió obtener los siguientes resultados L* resulta positiva tendencia de la coloración blanco-grisácea, a* positiva coloración azul-rojiza y b* negativa coloración azul-grisácea, de ahí la obtención en la coloración de la suspensión fibrosa blanca-azulada, obteniendo de esta forma fibras más limpias, por su parte la blancura alcanzada para un destintado convencional así como grado de tonalidad resultan negativos L*a*b*, obteniendo una blancura final del 78.89% corroborando lo descrito por

(Beneventi and Carre 2000), cuando los papeles son químicamente tratados, las partículas de tóner suelen tener una separación muy pobre de las fibras ya que estas son rígidas, planas y de gran tamaño, lo cual dificulta su remoción por procesos convencionales, de esta manera los tratamientos propuestos presentan mejores ventajas sobre un destintado tradicional.

Por otro lado la obtención de α-celulosa para la fibra tratada con ultrasonido resultó de un valor elevado en peso molecular 93%, mientras que el contenido de γ y β-celulosa son bajos, de acuerdo con los valores mostrados en el Cuadro no. 15, de igual manera la obtención de α-celulosa para las fibras tratadas con fuerzas magnético-mecánicas resultaron de un valor de 93%. Mientras que el contenido de γ y β-celulosa son bajos, dichos valores indican que es posible obtener celulosa de grado soluble a partir de fibra secundaria mediante la aplicación de tratamientos no convencional para el destintado de papel bond de impresión Láser. Lo anterior también se corrobora con los análisis de FT-IR realizadas a las pulpas destintadas bajo condiciones optimizadas del tratamiento con ultrasonido y con fuerzas magnético-mecánicas, más las etapas de flotación y lavado, adicionada de un blanqueo posterior, los espectros tanto del tratamiento con ultrasonido y con fuerzas magnético-mecánica presentaron una gran similitud a un espectro de papel Whatman, sugiriendo que los procesos de destintado aplicados, más un blanqueo posterior, mediante secuencia ECF, produce productos con características químicas muy similares a las del papel Whatman, por lo cual podría considerarse que el buen manejo de los métodos de destintado propuestos, permiten obtener fibras con características propias de una pulpa tipo grado soluble, o de alto contenido de α-celulosa.

CAPITULO 5

CONCLUSIONES

Se han propuesto dos nuevos métodos de destintado para el papel desperdicio impreso con Láser, basado en la aplicación de procesos físicos de alto impacto, tales como el tratamiento con fuerzas mecánicas magnéticamente-inducidas y ultrasonido de alta ganancia, ambos tratamientos seguidos de una etapa de flotación y una de lavado.

El destintado de papel impreso con Láser mediante un proceso convencional a 40 °C, mostro una muy baja eficiencia en la fragmentación y remoción de partículas de tóner, debido la naturaleza de las partículas de tinta, las cuales funden en forma de plaquetas plastificadas sobre la fibra y mantienen una gran adherencia con la pulpa celulósica. Estas características hacen que los reactivos químicos, comúnmente utilizados en un proceso convencional, no tengan un alto impacto en la fragmentación de las partículas de tóner depositadas sobre el papel.

En contraste con la efectividad obtenida en la remoción de partículas de tóner alcanzada mediante un destintado convencional para este tipo de papeles, los métodos propuestos en este trabajo, mostraron una alta eficiencia en la fragmentación de partículas de tóner, logrando generar una gran cantidad de partículas de tamaño entre 25-50 y 50-100 µm, las cuales fueron eliminados en gran medida, mediante secuencias de flotación y lavado.

De acuerdo a los datos obtenidos, la mejor eficiencia para la fragmentación de partículas de tóner en la etapa magnético-mecánica, se obtuvo al aplicar 5 minutos de tratamiento, a una velocidad de 10 (de acuerdo a la escala del equipo Magnetic Finisher y una consistencia de 0.5%. El tiempo de aplicación juega un factor importante para la obtención de niveles altos de blancura en el papel, ya que se

pensaría que a mayor tiempo de aplicación, mayor generación de partículas de tinta; sin embargo, no presenta mejores condiciones de blancura para el papel.

En el caso del destintado mediante ultrasonido con alta ganancia, se demostró que este método es altamente efectivo, ya que fue posible inducir un alto nivel de fragmentación de las partículas de tóner, generando un gran numero partículas de tinta/m² en los rangos de 25-50 y de 50-100 µm, fácilmente eliminadas en las etapas de flotación y de lavado.

De acuerdo al análisis estadístico realizado para estudiar el destintado con ultrasonido de alta ganancia, es posible optimizar este proceso cuando se aplican las siguientes condiciones: tratamiento de 20 minutos, temperatura de 25°C, consistencia de 0.5% y aplicación continua del ultrasonido.

Las propiedades de interés analizadas a las pulpas obtenidas bajo condiciones optimizadas indican que, ya sea que se destinten mediante el proceso magnético-mecánico o el destintado con ultrasonido de alta ganancia, éstas pueden ser reutilizadas en productos grado papelero e incluso para generar celulosa tipo grado soluble, cuando se les aplica una secuencia de blanqueo ECF.

Finalmente, los análisis físicos y químicos realizados a las pulpas destintadas y blanqueadas, indicaron que estas contienen un alto contenido de α-celulosa (> 92%), grado de polimerización superior a 700, alta blancura (mayor a 90% Elrepho), poca evidencia de la presencia de materiales no celulósicos. Dichos parámetros indican que la celulosa obtenida posee un alto nivel de refinamiento y cumple con estándares propios de una celulosa para derivados.

LITERATURA CITADA

Adel, A. M. (2007). "Characterization and aging of biotreated kraft bagasse pulp." Journal of applied polymer science **104**(3): 1887-1894.

Aguilera Dugarte , V. A., Rojas Orlando, Mogollón Gladys, Gutierrez Ilvania and G. Luis (2002). FORMULACION DE SURFACTANTES Y ESPECIES ALCALINAS EN EL DESTINTADO POR FLOTACIÓN. Mérida, Venezuela, CIADICYP. Congreso Iberoamericano de Investigación en Celulosa y Papel, http://www.firp.ula.ve/archivos/material_web_4xx/02_CIADICYP_Aguilera.pdf**:** 1-45.

Alzate H. H., V. J. A., Turrado J., Saucedo A. R., Sulbaran B.C. (2012). "Destintado de Papel Desperdicio por Flotación en Medio Neutro Aplicando Ácidos Grasos Etoxilados." Retrieved http://www.riadicyp.org/index.php/send/30-paper/265-destintado-de-papel-desperdicio-por-flotacion-en-medio-neutro consultado: 21 de octubre del 2014.

Alzate Machado A, H. H. A. G. (2012) "METODOS UTLIZADOS EN EL DESTINTADO DE PAPEL DESPERDICIO-APROXIMACIÓN AL ESTADO DEL ARTE." INVESTIGACIONES APLIACADAS **6 No. 1**, 9-25.

Alliot, M. L., A. T. Avila and A. Argentina (2004). Destintado de papel por flotación: influencia de los factores de forma. Desafíos ambientales y del saneamiento en el siglo XXI, AIDIS Argentina.

Area, M. (2005). "Tecnologías limpias para la producción de pulpa y papel de Eucalyptus." XX Jornadas Forestales de Entre Ríos Retrieved https://www.researchgate.net/.../281902607_TECNOLOGIAS_LIMPIAS_P... Consultado: 01 de Julio del 2015.

Barriga, C. G. (2012). ESTUDIO DE LA FLOTACIÓN PARA EL DESTINTADO DE LA FRACCIÓN DE FIBRA CORTA EN PULPA PROCEDENTE DE PAPEL RECUPERADO. Tesis de Licenciatura, Universidad de Zaragoza.

Barriga, C. G. (2012). ESTUDIO DE LA FLOTACIÓN PARA EL DESTINTADO DE LA FRACCIÓN DE FIBRA CORTA EN PULPA PROCEDENTE DE PAPEL RECUPERADO. Ingeniro Químico, Universidad de Zaragoza.

Becerra Aguilar Bruno, R. C. R. (2008). Procesos para la elaboración de papel. Amate. Zapopan, Jalisco, México, Departamento de Madera Celulosa y Papel. CUCEI. Universidad de Guadalajara**:** 424.

Beneventi, D. and B. Carre (2000). "The mechanisms of flotation deinking and the role of fillers." Progress in Paper Recycling **9**(2): 77-85.

Colodette, J. L., J. L. Gomide, R. Girard, A.-S. Jääskeläinen and D. S. Argyropoulos (2002). "Influence of pulping conditions on eucalyptus kraft pulp yield, quality, and bleachability." Tappi Journal **1**(1): 14-20.

Contreras, Q., J. Héctor, P. Trujillo, A. Hugo, O. Arias, C. Pérez, L. José and F. Delgado (2010). "ESPECTROSCOPIA ATR-FTIR DE CELULOSA: ASPECTO INSTRUMENTAL Y TRATAMIENTO MATEMÁTICO DE ESPECTROS." e-Gnosis **8**(9).

Costa, C. and J. Rubio (2005). "Deinking flotation: influence of calcium soap and surface-active substances." Minerals Engineering **18**(1): 59-64.

Costa, M. and J. Colodette (2007). "The impact of kappa number composition on eucalyptus kraft pulp bleachability." Brazilian Journal of Chemical Engineering **24**(1): 61-71.

Dumea, N., Z. Lado and E. Poppel (2009). "Differences in the recycling behaviour of paper printed by various techniques." Cellulose Chemistry & Technology **43**(1): 57.

Dyminutosska, L., A. Gagor, J. Hanuza, A. Kulma, M. Preisner, M. Zuk, M. Szatkowski and T. Szopa (2014). "Spectroscopic characterization of genetically modified flax fibers." Journal of Molecular Structure **1074**: 321-329.

Ek, M., G. Gellerstedt and G. Henriksson (2009). Pulp and paper chemistry and technology, Volume 1: Wood chemistry and biotechnology, Walter De Gruyter, Berlin.

Ferguson, L. D. (1992). "Deinking chemistry. I." Tappi Journal **75**(7): 75-83.

Fricker, A., R. Thompson and A. Manning (2007). The Application of High Intensity Ultrasound to the De-inking of Recycled Papers. NIP & Digital Fabrication Conference, Society for Imaging Science and Technology.

Fricker, A., R. Thompson and A. Manning (2007). "Novel solutions to new problems in paper deinking." Pigment & Resin Technology **36**(3): 141-152.

Gabriel Parra, R., J. d. J. Vargas Radillo, F. Navarro Arzate, J. G. Rutiaga Quiñones, B. Becerra Aguilar, E. Ramírez Valdovinos and R. Ramírez Casillas (2015). "Destintado de papel de impresión láser mediante ultrasonido con dos frecuencias, 25 y 45 *KHz*." Revista mexicana de ciencias forestales **6**(28): 126-141.

García, T. E. (2004). Evaluación de la calidad en pulpa, papel y cartón. El concepto de calidad total. Amate. Zapopan, Jalisco, México, Departamento de Madera,Celulosa y Papel. Centro Universitario de Ciencias e Ingenierías. Universidad de Guadalajara.

García, T. E., J. G. R. Quiñones, R. O. Equihua, A. R. Rivas and J. d. J. R. Prado (2014). "Estudio Químico, Micrográfico y Morfológico del Ricinus communis L., y su Aplicación en Pulpa Blanqueable." Conciencia Tecnológica(48): 4-11.

Göttsching, L. and H. Pakarinen (2000). "Papermaking Science and Technology, Book 7: Recycled Fiber and Deinking." TAPPI. Bleaching of deinked pulp: 314-331.

Gübitz, G. M., S. D. Mansfield, D. Böhm and J. N. Saddler (1998). "Effect of endoglucanases and hemicellulases in magnetic and flotation deinking of xerographic and laser-printed papers." Journal of Biotechnology **65**(2–3): 209-215.

Gutierrez Alba Liván, B. G. A., García González Jorge, Hernandez Milaydis Reina, Rodríguez Padrón Arelys (2009) "Métodos de Síntesis para la obtención de poliuretanos de celulosa al CIDCA. Sobre los derivados de la caña de azucar." **XLIII, núm. 1**, 27-32.

Habibi, Y., L. A. Lucia and O. J. Rojas (2010). "Cellulose nanocrystals: chemistry, self-assembly, and applications." Chemical reviews **110**(6): 3479-3500.

Holik, H. (2000). "Unit operations and equipment in recycled fiber processing." Recycled fiber and deinking **1**: 90-209.

Hoyos, J. and G. Lopez (2006). Destintado enzimático de papel impreso por el método offset. Ingeniero Químico, Universidad Pontificia Bolivariana.

Kubovsky, I. and F. Kacik (2009). "FT-IR STUDY OF MAPLE WOOD CHANGES DUE TO CO2 Láser IRRADIATION." Cellulose Chemistry and Technology **43**(7-8): 235-240.

Kubovsky, I. and F. Kačik (2009). "FT-IR study of maple wood changes due to CO2 laser irradiation." cellulose **40**: 45.

Lee, C., I. Darah and C. Ibrahim (2007). "Enzymatic deinking of laser printed office waste papers: Some governing parameters on deinking efficiency." Bioresource technology **98**(8): 1684-1689.

Lee, C. K., I. Darah and C. O. Ibrahim (2007). "Enzymatic deinking of laser printed office waste papers: Some governing parameters on deinking efficiency." Bioresource Technology **98**(8): 1684-1689.

Lee, J., S. H. Kim, Y. J. Cho, Y. S. Nam, K. B. Lee and Y. Lee (2014). "Characterization and sequence determination of pen inks, red sealing inks, and laser toners by TOF-SIMS and ATR FTIR." Surface and Interface Analysis **46**: 317-321.

Lee, J., S. H. Kim, Y. J. Cho, Y. S. Nam, K. B. Lee and Y. Lee (2014). "Characterization and sequence determination of pen inks, red sealing inks, and laser toners by TOF-SIMS and ATR FTIR." Surface and Interface Analysis **46**(S1): 317-321.

López, D. (2002). Estudio del destintado de tintas flexógraficas. Congreso Iberoamericano de investigación en celulosa y papel, CIADICYP, España.

MacLeod, M. (2007). "The top ten factors in kraft pulp yield." Paperi Ja Puu/Paper & Timber **89**(7): 417.

Magnin, L., P. Delpech and R. Lantto (2002). "Potential of enzymatic deinking." Progress in Biotechnology **21**: 323-332.

Manning, A. and R. Thompson (2004). "De-inking of thick film UV-cured coatings using high intensity ultrasound." Surface Coatings International Part B: Coatings Transactions **87**(1): 21-26.

Maria Cristina Area, G. D. B. (2008). PREGUNTAS FRECUENTES SOBRE (FAQ) LA INDUSTRIA DE PULPA Y PAPEL. Buenos Aires, Argentina, Ambiente y desarrollo, www.riadicyp.org/images/libros/pdfs/faq_fayd_ebook_2008.pdf.

Marwah, N. and A. A. Gold. (1996). "Magnetic deinking of waste papers." Retrieved http://www.google.ch/patents/US5527426 Consultado: el 02 de Marzo del 2015.

Merrill, R. A., E. G. Bartick and J. H. Taylor III (2003). "Forensic discriminutosation of photocopy and printer toners I. The development of an infrared spectral library." Analytical and bioanalytical chemistry **376**(8): 1272-1278.

Merrill, R. A., E. G. Bartick and J. H. Taylor (2003). "Forensic discriminutosation of photocopy and printer toners. I. The development of an infrared spectral library." Analytical and Bioanalytical Chemistry **376**(8): 1272-1278.

Monte, M., M. Sánchez, A. Blanco, C. Negro and J. Tijero (2012). "Improving deposition tester to study adherent deposits in papermaking." Chemical Engineering Research and Design **90**(10): 1491-1499.

Navarro, F., F. Dávalos, R. González-Cruz, F. López-Dellamary, R. Manríquez, J. Turrado and J. Ramos (2009). "Sisal chemo-thermomechanical pulp paper with a strongly hydrophobic surface coating produced by a pentafluorophenyldimethylsilane cold plasma." Journal of Applied Polymer Science **112**(1): 479-488.

Navarro, F., F. Dávalos, R. González-Cruz, F. López-Dellamary, R. Manríquez, J. Turrado and J. Ramos (2009). "Sisal chemo-thermomechanical pulp paper with a strongly hydrophobic surface coating produced by a pentafluorophenyldimethylsilane cold plasma." Journal of applied polymer science **112**(1): 479-488.

Norman, J. C., N. J. Sell and M. Danelski (1994). "Deinking laser-print paper using ultrasound." Tappi journal (USA).

Pélach, M. A., Vilaseca, J. Puig, Mutjé, P (2009). Caracterización de Tensoactivos no iónicos para destintado de papeles reciclados. Universidad de Girona, Girona España, RIADICYP. Red iberoamericana de docencia e investigación de celulosa y papel http://www.riadicyp.org/index.php/riarrec-2009/paper/search.

PTS-METHOD (1987). "PTS-RH 010/87 Testing of waste paper." Identification of the flotation deinkability of printed waste paper.

Ramírez Casillas, R. (2004). Destintado de papel de impresión Láser usando ultrasonido. Doctorado en Ingeniría, Universidad de Guadalajara.

Ramírez Valdovinos, E. (2010). Destintado de papel de impresión LASSER por medio magnético-mecánico. Maestría en Ciencias y Tecnología de la Madera, Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo.

Ramírez Valdovinos, E., R. Ramirez Casillas and J. G. R. Quiñones (2010). Destintado de papel de impresión LASSER por medio magnético-mecánico. Maestría en Ciencias y Tecnología de la Madera, Universidad Michoacana de San Nicolas de Hidalgo.

Riva, G. H., J. A. Silva, F. Navarro, F. López-Dellamary and J. R. Robledo (2014). "Síntesis de nanocompuestos de celulosa para aplicaciones biomédicas en base a sus propiedades mecánicas." Revista Iberoamericana de Polímeros **15**(5): 275-285.

Rivera, N. A. (2012). "NOTA TÉCNICA CELULOSA BLANQUEADA ECF y TCF DE CARTÓN KRAFT RECICLADO." Revista Mexicana de Ciencias Forestales **27**(91).

Robotti, E., M. Bobba, A. Panepinto and E. Marengo (2007). "Monitoring of the surface of paper samples exposed to UV light by ATR-FT-IR spectroscopy and use of multivariate control charts." Analytical and Bioanalytical Chemistry **388**(5-6): 1249-1263.

Singhal, A., P. K. Jaiswal and I. S. Thakur (2015). "Biopulping of bagasse by Cryptococcus albidus under partially sterilized conditions." International Biodeterioration & Biodegradation **97**: 143-150.

Sulbarán, B., J. Turrado, E. Delgado, O. Rojas and R. Venditti (2014). "DESTINTADO EN MEDIO NEUTRO DE PAPEL RECICLADO APLICANDO MEZCLAS DE ENZIMAS CELULASA Y [alpha]-AMILASAS." European Scientific Journal **10**(12).

TAPPI (1998). T 203 om-88, Alfa, Beta y Gamma celulosa en pulpa. TAPPI Test Methods, Technical Association of the pulp & paper industry.

TAPPI (2002). T 211 om-02, Ash in Wood, Pulp, Paper and Paperboard: Combustion at 525 ° C TAPPI Test Methods Atlanta, GA. United States of America., Technical Association of the Pulp & Paper Industry

TAPPI (2007). T 527 om-07, Color of Paper and Paperboard (d/0, C/2). TAPPI Test Methods Atlanta, GA. United States of America., Technical Association of the Pulp & Paper Industry

TAPPI (2008). T 452 om-08, Brightness of Pulp, Paper, and Paperboard (Directional Reflectance at 457 nm). TAPPI Test Methods Atlanta, GA. United States of America., Technical Association of the Pulp & Paper Industry

TAPPI (2008). "T 452 om-08, Brightness of pulp, paper, paperboard (directional reflectance at 457 nm)." TAPPI Test Methods, Technical Association of the pulp & paper industry, Atlanta, GA. United States of America.

TAPPI (2011). T 218 sp-11, Forminutosg handsheets for reflectance testing of pulp (Büchner funnel procedure) TAPPI Test Methods Technical Association of the Pulp & Paper Industry

TAPPI (2011). T 412 om-11, Moisture in pulp, paper and paperboard. TAPPI Test Methods, Technical Association of the Pulp & Paper Industry.

TAPPI (2011). T 413 om-11, Ash in wood, pulp, paper and paperboard combustion at 900°C. TAPPI Test Methods, Technical Association of the pulp paper & paper industry.

TAPPI (2012). T 205 sp-12, Forminutosg handsheets for physical tests of pulp. TAPPI Test Methods Technical Association of the Pulp & Paper Industry. **2005**.

TAPPI (2012). T 563 om-12, Equivalent Black Area (EBA) and count of visible dirt in pulp, paper and paperboard by image analysis. TAPPI Test Methods, Technical Association of the Pulp & Paper Industry.

TAPPI (2013). T 236 om-13, Kappa Number of Pulp. TAPPI Test Methods Atlanta, GA. United States of America., Technical Association of the Pulp & Paper Industry. **2005**.

Tatsumi, D., T. Higashihara, S. y. Kawamura and T. Matsumoto (2000). "Ultrasonic treatment to improve the quality of recycled pulp fiber." Journal of wood science **46**(5): 405-409.

Theander, K. and R. J. Pugh (2004). "Surface chemicals concepts of flotation de-inking." Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects **240**(1–3): 111-130.

Trzcinska, B. M. (2006). "Classification of black powder toners on the basis of integrated analytical information provided by Fourier transform infrared spectrometry and X-ray fluorescence spectrometry." Journal of Forensic Sciences **51**(4): 919-924.

Trzcińska, B. M. (2006). "Classification of Black Powder Toners on the Basis of Integrated Analytical Information Provided by Fourier Transform Infrared Spectrometry and X-Ray Fluorescence Spectrometry." Journal of forensic sciences **51**(4): 919-924.

Vargas, A. and V. J.P. (2005). Destintado de Papel desperdicio mediante la combinación de etapas neutras y alcalinas. Ingeniero Químico, Universidad Pontificia Bolivariana.

Venugopal, V. C. (Consultado el 26 de Diciembre del 2015). Design of a De-Inking Process for Recycling Mixed Waste Paper, http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/summary?doi=10.1.1.385.1513.

Wang, Q. and J. Zhu (2015). "Facile preparation of nanofiller-paper using mixed office paper without deinking."

Zanuttini Miguel, A. C., Clemente Antonio, Torres Antonio L, Ferreira Paulo, Mochiutti Paulina (2008). Propiedades del Papel. Argentina, España, RIADICYP. Red Iberoamericana de Docencia e Investigación en Celulosa y Papel http://www.riadicyp.org/images/libros/pdfs/panorama/capitulo6.pdf consultado: 01 de Mayo 2016.

Zhang, X., S. Renaud and M. Paice (2008). "Cellulase deinking of fresh and aged recycled newsprint/magazines (ONP/OMG)." Enzyme and Microbial Technology **43**(2): 103-108.

Zhao, Y., Y. Deng and J. Zhu (2004). "Roles of surfactants in flotation deinking." Progress in Paper Recycling, **14, No. 1**: 41-45.