

DESARROLLO DE UNA PROPUESTA PARA LA RECUPERACIÓN DE  
PIGMENTOS A PARTIR DE RESIDUOS DE LA INDUSTRIA DE IMPRESIÓN  
FLEXOGRÁFICA

JHOAN STEVEN CASTRO LEON

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.  
2018

DESARROLLO DE UNA PROPUESTA PARA LA RECUPERACIÓN DE  
PIGMENTOS A PARTIR DE RESIDUOS DE LA INDUSTRIA DE IMPRESIÓN  
FLEXOGRÁFICA

JHOAN STEVEN CASTRO LEON

Proyecto integral de grado para optar el título de:  
INGENIERO QUÍMICO

Director  
FELIPE CORREA MAHECHA  
Ingeniero químico

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACUTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.  
2018

Nota de aceptación:

---

---

---

---

---

---

---

Firma del presidente del jurado

---

Firma del jurado

---

Firma del jurado

Bogotá D.C. 8 de Junio de 2018.

## DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. Jaime Posada Díaz

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

Dr. Luis Jaime Posada García-Peña

Vicerrectora Académica y de Posgrados

Dra. Ana Josefa Herrera Vargas

Secretario General

Dr. Juan Carlos Posada García-Peña

Decano Facultad de Ingeniería

Ing. Julio César Fuentes Arismendi

Director de Investigación

Ing. Armando Fernández Cárdenas

Director Programa Ingeniería

Ing. Leonardo de Jesús Herrera Gutiérrez

Las directivas de la Fundación Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

## DEDICATORIA

Dedico este trabajo de grado a todos aquellos que hicieron posible la realización de esta investigación:

A los docentes Felipe Correa y Diana Cuesta cuyas ideas, asesoramiento y guía estuvieron presentes durante todo el proceso de desarrollo del presente trabajo.

A la doctora Ana Maria Gómez que por su inmensurable apoyo, acompañamiento y orientación hicieron posible la realización de este trabajo.

A la doctora Alba Veloza cuyo apoyo ha hecho parte fundamental no solo de superar dificultades, enfrentar retos y vencer miedo, sino de un crecimiento fructífero para el futuro.

A M. Manzanares.

~What will it take just to find that special day~

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco a todos los que brindaron su colaboración e hicieron posible la realización de este proyecto,

A mis padres y a mi hermano.

Compañeros y docentes.

Especial agradecimiento al Tecnoparque del SENA nodo Bogotá por el apoyo brindado en el asesoramiento, préstamo de materiales y reactivos utilizados en el presente trabajo.

~Thanks&~Happy thoughts~\_S.

## CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	23
OBJETIVOS	25
1. GENERALIDADES	26
1.1. IMPRESIÓN	26
1.1.1 Flexografía	26
1.1.1.1 Anilox	27
1.1.1.2 Forma impresora	27
1.1.2 CMYK	27
1.2 TINTAS	28
1.2.1 Material colorante	28
1.2.1.1 Colorantes	28
1.2.1.2 Pigmentos	28
1.2.2 Resinas	30
1.2.3 Solventes	30
1.2.4 Aditivos	31
1.3 ESPECTROFOTOMETRÍA	31
1.3.1 Cromóforo	31
1.3.2 Ley de Lambert-Beer	31
1.3.3 Curvas de calibración	32
1.3.4 Espectrofotometría diferencial	33
1.4 DESTILACIÓN	33
1.4.1 Destilación fraccionada	34
1.4.2 Curvas de destilación	34
2. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL RESIDUO	35
2.1 MUESTREO	35
2.2 COMPOSICIÓN GENERAL	36
2.2.1 Resinas	36
2.2.2 Pigmentos	37
2.2.3 Solventes	37
2.3 DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES	37
2.4 DETERMINACIÓN DE DENSIDAD	40
2.5 DETERMINACIÓN DE CURVAS DE DESTILACIÓN	40
2.5.1 Mediciones adicionales al destilado	44
2.6 ESPECTROFOTOMETRÍA DIFERENCIAL	49
2.6.1 Barridos espectrales	50
2.6.2 Curva de calibración	53
2.6.3 Mezclas sintéticas y residuos de tinta	57

2.7 RESUMEN DE RESULTADOS	59
3. ALTERNATIVAS DE SEPARACIÓN	61
3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	61
3.2 MÉTODO DE SELECCIÓN DE ALTERNATIVAS	62
3.2.1 Criterios de selección	62
3.2.2 Alternativas evaluadas	63
3.2.3 Prioridad de los criterios	64
3.2.4 Escala de puntaje	65
3.2.5 Indicadores de selección	65
3.2.6 justificación de la puntuación de alternativas	67
3.3 SELECCIÓN DE ALTERNATIVA	71
3.4 RESUMEN	71
4. RESULTADOS EXPERIMENTALES DE SEPARACIÓN	73
4.1 FLOCULACIÓN	73
4.1.1 Proporción de solución de sal	73
4.1.2 Concentración de solución de sal	74
4.1.3 pH	74
4.1.4 Sales	74
4.1.5 Resumen	76
4.2 NEUTRALIZACIÓN DE CARGAS	76
4.3 HIDRÓLISIS	77
4.3.1 Hidróxidos	77
4.3.2 Hidrólisis con hidróxido de calcio	78
5. CONCLUSIONES	88
6. RECOMENDACIONES	90
BIBLIOGRAFÍA	91
ANEXOS	95

## LISTA DE CUADROS

	pág.
Cuadro 1. Sustancias y cantidades estimadas de las curvas de destilación	44
Cuadro 2. Sustancias y cantidades estimadas obtenidas de la picnometría	46
Cuadro 3. Resumen y análisis final de resultados de los compuestos presentes en cada fracción	48

## LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Peso neto de los 2mL de muestra	37
Tabla 2. Sólidos totales por mililitro de muestra	38
Tabla 3. Concentración de sólidos no volátiles presentes	38
Tabla 4. Resultados de la medición de densidad del residuo de tinta	40
Tabla 5. Datos obtenidos de las curvas de destilación	43
Tabla 6. Calculo de los puntos de ebullición de componentes volátiles	43
Tabla 7. Media y desviación estándar de todas las mediciones de densidad para cada fracción	45
Tabla 8. Densidad experimental de los solventes presentes	46
Tabla 9. Resultado de la masa total de compuestos volátiles en la muestra	47
Tabla 10. Resultado de la masa total de compuestos volátiles remanentes	47
Tabla 11. Resumen de las curvas de calibración	56
Tabla 12. Resultados de mezcla de tinta cian y magenta	58
Tabla 13. Resultados de mezcla de tinta amarilla y magenta	58
Tabla 14. Resultados de mezcla de tinta amarilla y cian	58
Tabla 15. Absorbancia calculada y real de los residuos de tinta	59
Tabla 16. Concentración calculada de pigmentos en residuos de tinta	59
Tabla 17. Análisis de las alternativas de separación	66
Tabla 18. Diseño experimental para el efecto del agua	80
Tabla 19. Diseño experimental para el efecto del hidróxido de calcio	80
Tabla 20. Concentraciones del ensayo de hidrolisis con diferente orden	81

Tabla 21. Absorbancia de las pruebas G y H	82
Tabla 22. Concentraciones del ensayo de hidrolisis final	83
Tabla 23. Resultados de absorbancia del experimento final	84
Tabla 24. Resultados de análisis anova de los grupos A, B, C y D	85
Tabla 25. Resultados de análisis anova de los grupos E, F, G, y H	85
Tabla 26. Picnometría de la primera tanda de fracciones de destilado	106
Tabla 27. Picnometría de la segunda tanda de fracciones de destilado	107
Tabla 28. Picnometría de la tercera tanda de fracciones de destilado	108
Tabla 29. Absorbancia de la primera tanda de fracciones del destilado	109
Tabla 30. Absorbancia de la primera tanda de fracciones del destilado (continuación)	109
Tabla 31. Absorbancia de la segunda tanda de fracciones del destilado	110
Tabla 32. Absorbancia de la segunda tanda de fracciones del destilado (continuación)	110
Tabla 33. Absorbancia de la tercera tanda de fracciones del destilado	111
Tabla 34. Absorbancia de la tercera tanda de fracciones del destilado (continuación)	111
Tabla 35. Media de las mediciones de absorbancia de las tres tandas de fracciones del destilado	112
Tabla 36. Media de las mediciones de absorbancia de las tres tandas de fracciones del destilado (continuación)	112
Tabla 37. Desviación estándar de las mediciones de absorbancia de las tres tandas de fracciones del destilado	113
Tabla 38. Desviación estándar de las mediciones de absorbancia de las tres tandas de fracciones del destilado (continuación)	113
Tabla 39. Anova para cambio de concentración de H <sub>2</sub> O a 440nm	120

Tabla 40. Anova para cambio de concentración de H <sub>2</sub> O a 575 y 715nm	121
Tabla 41. Anova para cambio de concentración de H <sub>2</sub> O a 840nm	122
Tabla 42. Anova para cambio de concentración de CaOH a 440nm	122
Tabla 43. Anova para cambio de concentración de CaOH a 575 y 715nm	123
Tabla 44. Anova para cambio de concentración de CaOH a 840nm	124

## LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Unidad de impresión flexográfica	26
Figura 2. Ejemplo de impresión CMYK	27
Figura 3. Pigmento 57:1	29
Figura 4. Pigmento PY 12	29
Figura 5. Pigmento PB 15	30
Figura 6. Nitrocelulosa o nitrato de celulosa	36
Figura 7. Montaje de destilación	41
Figura 8. Diluciones de tinta cian	54
Figura 9. Diluciones de tinta amarilla	54
Figura 10. Mezclas sintéticas de tintas patrón	57
Figura 11. Mezclas al 66 y 50% de residuos con solución al 30% de NaOH	73
Figura 12. Resultado del uso de algunas sales de estudio	74
Figura 13. Resultado del uso otras sales de estudio	75
Figura 14. Resultado del uso de TEMED	77
Figura 15. Resultado de la prueba de hidróxido de potasio, Alconox® e hidróxido de calcio	78
Figura 16. Resultados del primer ensayo de hidrólisis con hidróxido de calcio	79
Figura 17. Resultado del cambio de concentración de agua e hidróxido	80
Figura 18. Resultados de hidrolisis añadiendo residuos primero	81
Figura 19. Resultados del experimento A, B, C y D	83
Figura 20. Resultados del experimento E, F, G y H	84

## LISTA DE GRÁFICAS

	pág.
Gráfica 1. Ejemplo de curva de calibración	32
Gráfica 2. Composición porcentual de las muestras	39
Gráfica 3. Curvas de destilación	42
Gráfica 4. Densidad media de cada fracción de destilado obtenida	45
Gráfica 5. Absorbancia media de las tres tandas de fracciones del destilado	49
Gráfica 6. Gráfica compuesta de todos los barridos espectrales	50
Gráfica 7. Barrido espectral de la tinta patrón cian	51
Gráfica 8. Barrido espectral de la tinta patrón magenta	52
Gráfica 9. Barrido espectral de la tinta patrón amarilla	52
Gráfica 10. Barrido espectral de la tinta patrón negra	53
Gráfica 11. Curva de calibración de tinta cian a 715nm	55
Gráfica 12. Curva de calibración de tinta amarilla a 440nm	55
Gráfica 13. Curva de calibración de tinta magenta a 575nm	55
Gráfica 14. Cambio en la absorbancia por efecto del agua	86
Gráfica 15. Cambio en la absorbancia por efecto del hidróxido de calcio	87
Gráfica 16. Curva de calibración de tinta cian a 440nm	114
Gráfica 17. Curva de calibración de tinta cian a 575nm	114
Gráfica 18. Curva de calibración de tinta cian a 715nm	114
Gráfica 19. Curva de calibración de tinta cian a 840nm	115
Gráfica 20. Curva de calibración de tinta amarilla a 440nm	115

Gráfica 21. Curva de calibración de tinta amarilla a 575nm	115
Gráfica 22. Curva de calibración de tinta amarilla a 715nm	116
Gráfica 23. Curva de calibración de tinta amarilla a 840nm	116
Gráfica 24. Curva de calibración de tinta magenta a 440nm	116
Gráfica 25. Curva de calibración de tinta magenta a 575nm	117
Gráfica 26. Curva de calibración de tinta magenta a 715nm	117
Gráfica 27. Curva de calibración de tinta magenta a 840nm	117
Gráfica 28. Curva de calibración de tinta negra a 440nm	118
Gráfica 29. Curva de calibración de tinta negra a 575nm	118
Gráfica 30. Curva de calibración de tinta negra a 715nm	118
Gráfica 31. Curva de calibración de tinta negra a 840nm	119

## LISTA DE ECUACIONES

	pág.
Ecuación 1. Ley de Lambert-Beer	32
Ecuación 2. Ecuación de curva de calibración	32
Ecuación 3. Espectrofotometría diferencial	33
Ecuación 4. Ecuación compuesta de las tintas patrón y absorbancia total	57
Ecuación 5. Calculo de prioridad total	66

## LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. FORMATOS Y DOCUMENTOS DE MUESTREO	96
Anexo B. TABLAS DE ANÁLISIS DE DENSIDAD DE FRACCIONES DE DESTILADO	106
Anexo C. TABLAS DE ABSORBANCIA DE LAS FRACCIONES DE DESTILADO	109
Anexo D. CURVAS DE CALIBRACIÓN DE TINTAS PATRÓN	114
Anexo E. TABLAS ANOVA PARA EL ANÁLISIS DE VARIANZA	120

## LISTA DE CONVENCIONES

nm.	Nanómetros.
PR.	Pigmento rojo.
PY.	Pigmento amarillo.
PB.	Pigmento cian.
UV.	Ultravioleta.
$A_{(\lambda,i)}$ .	Absorbancia de una sustancia pura.
$\varepsilon_{(\lambda,i)}$ .	Absortividad molar.
$b$ .	Longitud de la celda de espectrofotómetro.
$C_i$ .	Concentración de analito.
$m$ .	Pendiente de una línea recta.
$A_{T(\lambda)}$ .	Absorbancia total de una mezcla.
TEMED.	Tetrametiletilendiamina.
A o Abs.	Absorbancia.
Dis. de equipo.	Disponibilidad de equipos.
Dis. de reactivo.	Disponibilidad de reactivos.
Esp.	Especificidad.
Viab. teorica.	Viabilidad teórica.
Antec.	Antecedentes.
P. total	Prioridad total.
s.	Desviación estándar.

## GLOSARIO

**ABSORBANCIA:** es una medida de la cantidad de luz blanca absorbida por una sustancia o mezcla por acción de los grupos cromóforos presentes<sup>1</sup>.

**AGLOMERACIÓN:** acción de aglomerar, Unir fragmentos de una o varias sustancias; amontonar o juntar<sup>2</sup>.

**AZODERIVADO:** compuesto que posee la configuración R-N=N-R' dentro de su estructura molecular<sup>3</sup>.

**CILINDRO DE APOYO:** rodillo que sostiene al cilindro de impresión de diámetro pequeño para evitar que se doble<sup>4</sup>.

**CMYK:** abreviatura del inglés para los colores proceso de impresión cian (cyan), magenta (magenta), amarillo (yellow) y negro (black)<sup>5</sup>.

**IMAGEN:** “patrón en la retina que se forma mediante la luz reflejada o transmitida por estímulos externos, cuya impresión es completada mediante los mecanismos fisiológicos y los procesos mentales que afectan a la percepción visual.”<sup>6</sup>.

**IMPRESIÓN:** “segunda fase del flujo de trabajo de la tecnología gráfica posterior a la pre prensa, la cual produce una reproducción copia dura que es un registro visible y permanente de una imagen, utilizando tecnología de impresión sin tinta, sin y con forma impresora.”<sup>7</sup>.

**IMPRESIÓN FLEXOGRÁFICA:** “proceso/método de impresión con forma impresora que utiliza formas flexibles en relieve en donde las áreas sobresalientes entintadas reproducen imágenes sobre un sustrato con tintas con base de agua o de solvente de alta o baja viscosidad”<sup>8</sup>.

---

<sup>1</sup> WORSFOLD, P.J. Encyclopedia of analytical science. SPECTROPHOTOMETRY. Overview. 2 ed. UK: Elsevier, 2005. p. 318-321.

<sup>2</sup> REAL ACADEMIA ESPAÑOLA. Aglomerar. [en línea]. España. s.f. [Citado en 2018-06-3]. Disponible en internet: <<http://dle.rae.es/?id=15bnbEB>>.

<sup>3</sup> IUPAC. Compendium of chemical terminology. 2 ed. Azo compounds. [en línea]. UK. [citado en 2018-08-15]. Disponible en Internet: <<http://goldbook.iupac.org/html/A/A00560.html>>.

<sup>4</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 3: Términos de impresión. NTC-ISO 12637-3. Bogotá D.C. 2013. p. 5.

<sup>5</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 2: Términos de pre prensa. NTC-ISO 12637-2. Bogotá D.C. 2013. p. 7.

<sup>6</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 1: Términos fundamentales. NTC-ISO 12637-1. Bogotá D.C. 2013. p. 10.

<sup>7</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 1: Términos fundamentales. NTC-ISO 12637-1. Bogotá D.C. 2013. p. 12.

<sup>8</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 1: Términos fundamentales. NTC-ISO 12637-1. Bogotá D.C. 2013. p. 9.

RODILLO ANILOX: cilindro con celdas distribuidas uniformemente, generalmente montado sobre una prensa para impresión flexográfica con el fin de transferir una cantidad controlada de tinta a la forma impresora<sup>9</sup>.

SUSTRATO: se denomina sustrato al material que independientemente de su forma física o composición química al cual se le realizará una impresión, los sustratos más comunes son papel, cartón y polímeros, cada uno con sus múltiples variaciones y tipos.

---

<sup>9</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 3: Términos de impresión. NTC-ISO 12637-3. Bogotá D.C. 2013. p. 5.

## RESUMEN

El efluente generado en la industria de impresión flexográfica por el lavado de equipos de impresión, posee diversos componentes usados en la formulación de tintas de impresión, además de una carga aproximada de 93% (v/v) de solventes orgánicos volátiles usados para remover la tinta remanente, estos residuos son enviados a disposición o incineración, generando costos adicionales e impactos ambientales, entonces, debido a que su composición química no se ve alterada y sus componentes podrían ser separados y reutilizados como materias primas para la creación de tintas u otros productos, motivo de esta investigación en la cual se proyectó separar los pigmentos presentes en estos residuos.

En primera instancia se realizó la caracterización de los residuos líquidos de tinta flexográfica proporcionados por una empresa del sector, haciendo uso de métodos como curvas de destilación, análisis gravimétrico y espectrofotometría diferencial para cuantificar solventes, sólidos no volátiles y pigmentos respectivamente. Donde se determinó que la muestra se compone de solventes en un 96,157% (v/v), resinas y aditivos en un 2,536% (v/v), pigmento magenta 1,201% (v/v), pigmento negro 0,065% (v/v), pigmento amarillo 0,038% (v/v) y pigmento cian 0,003% (v/v).

Se efectuó una revisión bibliográfica y teórica de las posibles opciones de separación de la mezcla de residuos de tinta, por medio de un método de análisis multicriterio mediante una matriz de selección, con el fin de elegir una alternativa viable para su separación, finalmente se llevaron a cabo experimentaciones que permitieron conocer su viabilidad técnica, siendo la floculación un método aplicado que no logró la separación del pigmento, al igual que el uso de sales y soluciones para la precipitación. El método de hidrólisis alcalina fue efectivo en la separación de la resina y los pigmentos de los solventes en la mezcla, obteniendo que las concentraciones de pigmentos en la fase líquida llegan a ser de color magenta en un 0,001% (v/v), cian 0% (v/v), amarillo 0,005% (v/v) y negro 0% (v/v), a partir de una mezcla de 28,571% (v/v) de tinta, 71,170% (v/v) de agua y 0,260% (v/v) de hidróxido de calcio.

**PALABRAS CLAVE:** flexografía, espectrofotometría diferencial, tinta, resina, procesos de separación.

## INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la industria de impresión es muy importante en el mundo debido a que la mayoría de los productos físicos requieren presentar información gráfica visible, ya sea en el mismo producto, en etiquetas o en su empaque para identificar o mostrar el nombre del mismo, su contenido, información relativa, reglamentaria o referente a su trazabilidad, entre otros casos; con lo cual, se hace indispensable tener un proceso de impresión industrial adecuado para cada situación y por esta razón existen diversos procesos de impresión entre los cuales los más conocidos se encuentran: ófset, huecograbado, flexografía, tipografía, y serigrafía.

Dentro de la industria manufacturera, las actividades de impresión representan el 3,7% del producto interno bruto en Colombia de forma aproximada <sup>10</sup>, adicionalmente, la industria gráfica brinda en torno a 60000 empleos directos y 100000 empleos indirectos en alrededor de 8000 empresas en el país<sup>11</sup>. Entre los diversos tipos de residuos que se generan en esta industria están el papel, cartón y otros sustratos, planchas usadas usualmente de fotopolímero, y efluentes de restos de tinta<sup>12</sup>.

La tinta es un líquido o pasta coloreada diseñada específicamente para transferir y grabar una imagen o mensaje sobre una superficie, generalmente se compone de una mezcla homogénea de material colorante, disolventes, resinas y aditivos. En un proceso de impresión se genera una cantidad de tinta residual apreciable, debido a que constantemente se deben cambiar las placas para cada diseño que se desea imprimir y por lo tanto es necesario retirar la tinta remanente de los equipos mediante su lavado, porque podría afectar la calidad de impresiones posteriores.

Los residuos de tinta provenientes del lavado de equipos ha sido foco de interés en materia de aprovechamiento de residuos, ya que el lavado se realiza con el mismo solvente con el que se diluyen las tintas así que su utilidad no se ve afectada<sup>13</sup>; principalmente se ha hecho énfasis en la recuperación de los solventes

---

<sup>10</sup> ANDIGRAF. La economía en Colombia se mueve con el sector de la comunicación gráfica. [en línea]. Colombia. May 26, 2017. [citado en 2017-06-20]. Disponible en Internet: <<http://www.andigraf.com.co/noticias/la-econom%C3%ADa-en-colombia-se-mueve-con-el-sector-de-la-comunicaci%C3%B3n-gr%C3%A1fica>>

<sup>11</sup> SENA, OBSERVATORIO LABORAL Y OCUPACIONAL. Informe mesas sectoriales. Industria gráfica. [en línea]. Colombia. s.f. [citado en 2017-06-25]. Disponible en Internet: <[http://observatorio.sena.edu.co/Content/pdf/mesas\\_sectoriales/grafica.pdf](http://observatorio.sena.edu.co/Content/pdf/mesas_sectoriales/grafica.pdf)>

<sup>12</sup> ALCALDÍA MAYOR DE BOGOTÁ y UNIVERSIDAD DISTRITAL FRANCISCO JOSÉ DE CALDAS. Guía para la gestión y manejo integral de residuos Industria de Impresión y Litografía. [en línea]. Bogotá. Diciembre 2010. [citado en 2017-06-20]. Disponible en Internet: <[http://190.27.245.106/Residuos/impresion/files/guia\\_impresion-lit.pdf](http://190.27.245.106/Residuos/impresion/files/guia_impresion-lit.pdf)>

<sup>13</sup> FULLANA FONT, Andrés PINEDA VÁSQUEZ, A. y ARACIL SÁEZ, I. Recuperación de tinta a partir de residuos de la industria gráfica. En: Ingeniería Química, Marzo 2011. no. 492. p. 68-70.

que componen este efluente ya que al tratarse de compuestos volátiles pueden ser separados por medio de la diferencia de puntos de ebullición en comparación con los sólidos no volátiles como lo son la resina, pigmentos y aditivos, esto en la industria se lleva a cabo por medio de procesos de destilación simple ya que existen diversos residuos que también poseen solventes orgánicos que pueden ser recuperados, las torres y procesos de destilación han sido objeto de amplio estudio y por ello es el proceso del que más conocimiento se dispone para la recuperación de este tipo de compuestos. Una vez realizada la separación, los solventes pueden ser reutilizados en el proceso de impresión, además de esto, se obtiene un residuo de pasta de tinta compuesta de los pigmentos, resinas y aditivos que posee la tinta previamente usada, la cual es dispuesta o enviada a centros cementeros donde es usada como componente estructural<sup>14</sup>.

---

<sup>14</sup> MYMRIN, Vsévolod, *et al.* Structure formation processes of composites on the base of ink rejected sludge. En: Construction and building materials. Enero 2016. vol. 102, parte 1. p. 141-148.

## OBJETIVOS

### OBJETIVO GENERAL

Proponer un proceso de recuperación de pigmentos para su posible reutilización a partir de residuos de tinta generados en la industria de impresión flexográfica.

### OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Caracterizar los residuos líquidos de tinta generados en el proceso de impresión flexográfico.
- Seleccionar una alternativa para la recuperación de los pigmentos contenidos en los residuos de tinta.
- Obtener resultados experimentales a nivel de laboratorio de la alternativa de separación seleccionada.

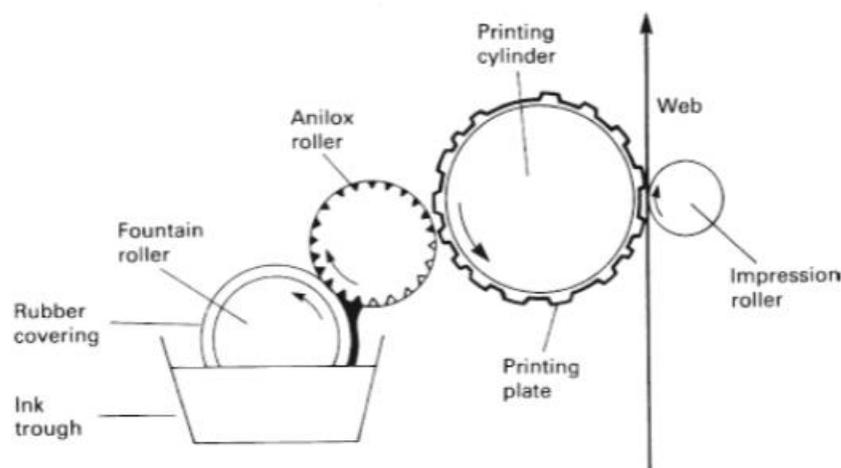
## 1. GENERALIDADES

### 1.1 IMPRESIÓN

La impresión se define como el proceso en el cual se deposita una capa de material colorante sobre un sustrato con el fin de crear, transmitir o replicar un diseño deseado. En la actualidad existen diversos procesos de impresión que varían en la forma en la que se transfiere el material colorante desde el recipiente hasta el sustrato, algunos de estos son: tipografía, serigrafía, huecograbado, flexografía y offset, entre otros.<sup>15</sup>

1.1.1 Flexografía. Es un proceso de impresión basado en el relieve para transferir el material colorante al sustrato y usualmente se usa tinta en base solvente ya que este proceso se caracteriza por el uso de tintas fluidas. Una vez la tinta es impresa en el sustrato, los solventes se secan por acción térmica debido a su alta presión de vapor.<sup>16</sup>

Figura 1. Unidad de impresión flexográfica



Fuente: LEACH, R.H., et al. eds. The printing ink manual. 5 ed. Países bajos: Springer, 1993. p. 34.

Como se muestra en la figura 1, la unidad de impresión en el proceso flexográfico consta de un rodillo fuente que está en contacto con la tinta a fin de arrastrarla desde el tintero hasta un segundo rodillo llamado Anilox, éste es único del proceso flexográfico, posteriormente la tinta es transferida del Anilox al cilindro de impresión que posee en su superficie la forma impresora, con esto, la tinta es

<sup>15</sup> IZDEBSKA, Joanna y THOMAS, Sabu. Printing on polymers. Fundamentals and applications. Oxford,UK: Elsevier, 2015. ISBN 978-0-323-37468-2. p. 1-2.

<sup>16</sup> LEACH, R.H., et al. eds. The printing ink manual. 5 ed. Países bajos: Springer, 1993. ISBN 13 978-0-948905-81-0. p. 33-42.

impresa en el sustrato con el diseño requerido y finalmente pasan a un túnel de secado donde se evaporan los solventes.<sup>17</sup>

1.1.1.1 Anilox. Es un rodillo específico del proceso de Flexografía, el cual posee forma cilíndrica, sin embargo, en su superficie posee una serie ordenada de microceldas en donde se depositará una cantidad de tinta controlada durante el proceso, garantizando así que la tinta se transfiera a la forma impresora de manera uniforme.<sup>18</sup>

1.1.1.2 Forma impresora. La forma impresora es una película que se encuentra adherida en la superficie del cilindro de impresión, su forma es la que define el diseño a imprimir haciendo uso del relieve para delimitar e imprimir las zonas donde se requiere una mayor o menor cantidad de tinta, éste está hecho usualmente de fotopolímero.<sup>19</sup>

1.1.2 CMYK. Es un modelo de color comúnmente usado para la impresión industrial, tal como se ve en la figura 2, su nombre se debe a las letras de cada uno de los colores que utiliza: *cyan*, *magenta*, *yellow* and *key (black)*, este modelo se basa en la teoría sustractiva de color donde la combinación de magenta, cian y amarillo, pueden producir una gran variedad de colores del espectro visible, el negro se usa principalmente ya que para producir este color a partir de los demás, requeriría demasiada concentración de pigmentos y es probable que no se alcance una tonalidad negra totalmente, así mismo, el pigmento negro es de fácil accesibilidad y es el color de tinta más frecuente por su uso para impresiones a blanco y negro.

Figura 2. Ejemplo de impresión CMYK



Fuente: Shanghai DE Printed Box. Difference Between Spot Color and CMYK Color. [en línea]. [citado en 2018-14-02].

<<https://www.deprintedbox.com/blog/spot-vs-process-color/>>.

<sup>17</sup> LEACH. Op cit., p. 34-36.

<sup>18</sup> Ibid., p. 36.

<sup>19</sup> Ibid., p. 40-41.

## 1.2 TINTAS

Las tintas son mezclas homogéneas usadas para reproducir un diseño en la superficie de un sustrato mediante el proceso de impresión, la tinta comúnmente está compuesta por un material generador de color, solventes, resinas y aditivos; su proporción, propiedades y componentes químicos pueden variar según la aplicación que se les dé.<sup>20</sup>

1.2.1 Material colorante. Son aquellos que se encargan de generar el color en la mezcla haciendo uso de grupos cromóforos dentro de su estructura química, de tal forma que, en exposición a la luz, absorberán ciertos rangos de longitud de onda y a su vez se reflejarán otros rangos o longitudes específicas, las cuales son percibidas como colores, dentro de los materiales colorantes existen dos grupos principales: los colorantes y los pigmentos.<sup>21</sup>

1.2.1.1 Colorantes. Son compuestos utilizados para generar color en un medio, se caracterizan por ser solubles en el medio en el que son añadidos.<sup>22</sup>

1.2.1.2 Pigmentos. Al igual que los colorantes, los pigmentos son compuestos usualmente orgánicos. utilizados para generar color en un medio o una mezcla, a diferencia de los colorantes, los pigmentos no se solubilizan, permanecen como sólidos en suspensión en el medio en el que se añaden, en general, las tintas de impresión utilizan pigmentos y no colorantes.

Debido a la variedad de pigmentos existentes, la *Society of Dryers and Colourist* clasifica los pigmentos y colorantes por medio de un sistema llamado índice de color en el que a cada compuesto distinto se le otorga un nombre genérico con el que se le puede identificar de forma sencilla<sup>23</sup>, algunos ejemplos de los pigmentos más comúnmente usados en la industria<sup>24</sup> se encuentran a continuación.

La bibliografía menciona que se usa el pigmento PR 57:1 también llamado litol-rubina BK, es un compuesto azoderivado que presenta dos enlaces iónicos como se ve en la figura 3.<sup>25</sup>

---

<sup>20</sup> INSTITUTO TECNOLÓGICO DE ÓPTICA, COLOR E IMAGEN. El ecodiseño como factor medioambiental en el diseño y desarrollo de productos. TINTAS. (España). 2006.

<sup>21</sup> LEACH. Op cit., p. 141.

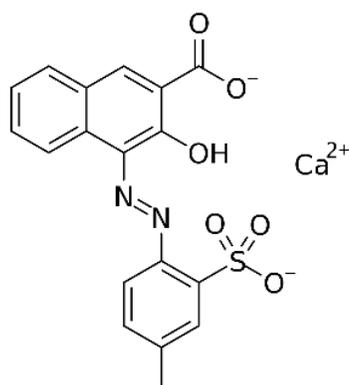
<sup>22</sup> IZDEBSKA. Op cit., p. 42-43.

<sup>23</sup> SOCIETY OF DRYERS AND COLOURISTS. Colour index. [en línea]. [citado en 2018-20-05]. Disponible en Internet: <<https://colour-index.com>>.

<sup>24</sup> IZDEBSKA. Op cit., p. 42-44.

<sup>25</sup> LEACH. Op cit., p. 159-161.

Figura 3. Pigmento 57:1

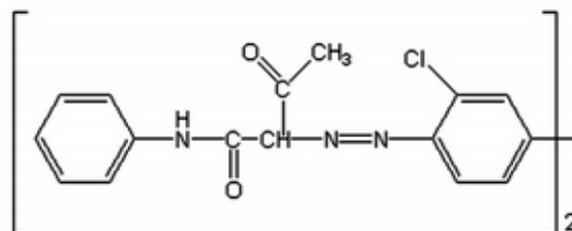


Fuente: Sigma-Aldrich. Lithol rubine BK. [en línea]. [citado en 2018-17-02].

<<https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/90689>>.

Uno de los pigmentos usados en la formulación de tintas de impresión es el pigmento PY 12, conocido como amarillo diarilida, al igual que el anterior, éste también es un azoderivado y su estructura consiste en dos unidades estructurales llamadas arilidas.<sup>26</sup>

Figura 4. Pigmento PY 12



Fuente: IZDEBSKA, Joanna y THOMAS, Sabu. Printing on polymers. Fundamentals and applications. Oxford,UK: Elsevier, 2015. p. 43.

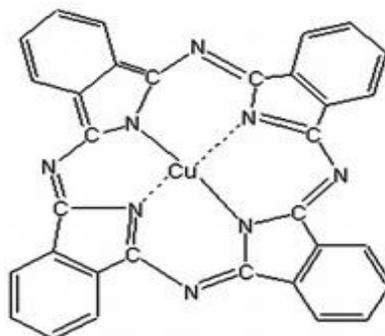
La bibliografía indica que uno de los pigmentos usados para la fabricación de tintas de color cian es el pigmento PB 15 conocido como azul de ftalocianina ya que se compone de ftalocianina unida con cobre tal como se muestra en la figura 5.<sup>27</sup>

<sup>26</sup> Ibid., p. 142-143.

<sup>27</sup> Ibid., p. 173-175.

Este color usualmente suele obtenerse de pigmentos provenientes de diversas fuentes como gas natural, residuos de lodo, gases de combustión e incluso de residuos neumáticos.<sup>28</sup>

Figura 5. Pigmento PB 15



Fuente: IZDEBSKA, Joanna y THOMAS, Sabu. Printing on polymers. Fundamentals and applications. Oxford, UK: Elsevier, 2015. p. 43.

1.2.2 Resinas. Son compuestos encargados de realizar la fijación de los pigmentos en la superficie del sustrato y así evitar que sea removido fácilmente por procesos mecánicos o químicos, esto se logra mediante la cristalización o polimerización de ésta durante el proceso de secado o curado de la tinta, ya que la eliminación de los solventes permite a la resina dejar de estar diluida en ellos e iniciar su proceso natural de polimerización. Existen resinas sintéticas y naturales, normalmente se usan derivados de celulosa tales como nitrocelulosa o etilcelulosa, a su vez también se suelen realizar mezclas de monómeros estructurales tales como estireno, ácido acrílico, acrilatos, metacrilatos, entre otros.<sup>2930</sup>

1.2.3 Solventes. Son los responsables de proporcionarle fluidez a la tinta con el fin de permitir la transferencia de los pigmentos, resinas y aditivos desde el contenedor de tinta, pasando por el proceso de impresión hasta su aplicación al sustrato.<sup>31</sup> Dependiendo de la formulación de la tinta los solventes usados pueden variar, algunas de ellas usan agua como solvente, sin embargo, son más comunes las tintas en base solvente que utilizan compuestos orgánicos volátiles tales como propanol, éster de ácido acético, etanol, n-propil acetato, metoxipropanol, etc. ya que son de fácil remoción mediante calor debido a su alta presión de vapor.

<sup>28</sup> ZHOU, Jie. *et al.* Surface modification of pyrolytic carbon black from waste tires and its use as pigment for offset printing ink. En: Chinese journal of chemical engineering. Octubre 2006. vol. 14, Issue 5. p. 654-659.

<sup>29</sup> LEACH. Op cit., p. 218.

<sup>30</sup> IZDEBSKA. Op cit., p. 44-46.

<sup>31</sup> LEACH. Op cit., p. 250-252.

Existen otro tipo de formulaciones que no usan calor como medio para fijar la tinta tales como el curado por rayos UV.<sup>32</sup>

1.2.4 Aditivos. Los aditivos son compuestos que se utilizan en baja proporción, su función consiste en mejorar propiedades específicas de la tinta, tales como la adhesión al sustrato, resistencia a ciertos agentes químicos, brillo, aumento o disminución de tiempo de secado, entre otros.<sup>33</sup>

### 1.3 ESPECTROFOTOMETRÍA

La espectrofotometría es un método basado en el principio de la absorción de la luz por acción de grupos cromóforos presentes en la estructura química de un compuesto, los cuales generan una determinada coloración y es factible de ser medida como absorbancia.<sup>34</sup>

1.3.1 Cromóforo. Estos son átomos individuales o enlazados que conforman un compuesto, los cuales tienen la propiedad de absorber determinadas longitudes de onda provenientes de fuentes de luz, generando así una percepción de color al reflejar un determinado espectro de longitudes de onda de la luz.

1.3.2 Ley de Lambert-Beer. Es una ley formulada para explicar la relación que tenía la cantidad de luz absorbida por una sustancia en comparación con su concentración.

Esta ley explica que la concentración del analito tiene una relación lineal con la absorbancia medida, siendo válida bajo las siguientes condiciones<sup>35</sup>:

- Los grupos cromóforos no deben interactuar entre ellos.
- Los grupos cromóforos deben estar homogéneamente en el volumen de muestra analizado.
- La muestra no debe presentar turbiedad.
- El rayo incidente debe ser paralelo uno de otro y cada uno debe atravesar la misma distancia entre la muestra.

---

<sup>32</sup> LEACH. Op cit., p. 636.

<sup>33</sup> LADEN, P., ed. Chemistry and technology of water based inks. London, UK: Chapman & Hall, 1997. ISBN 13 978-94-010-7190-1. p. 208.

<sup>34</sup> GE HEALTHCARE. Spectrophotometry Handbook. [en línea]. UK. Marzo 2013. [citado en 2018-06-07]. Disponible en Internet: <[https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigmaaldrich/docs/Sigma-Aldrich/General\\_Information/1/ge-spectrophotometry.pdf](https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigmaaldrich/docs/Sigma-Aldrich/General_Information/1/ge-spectrophotometry.pdf)>.

<sup>35</sup> MEHTA, A. Ultraviolet-Visible (UV-Vis) spectroscopy – Limitations and deviations of Beer-Lambert law. [en línea]. Mayo 2012. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<https://pharmaxchange.info/2012/05/ultraviolet-visible-uv-vis-spectroscopy-%e2%80%93-limitations-and-deviations-of-beer-lambert-law/>>.

La relación está dada por la siguiente ecuación:

$$A_{(\lambda,i)} = \varepsilon_{(\lambda,i)} * b * C_i \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde:

$A_{(\lambda,i)}$  Es la absorbancia medida, esta depende de la longitud de onda de la medición y del analito.

$\varepsilon_{(\lambda,i)}$  Es la absortividad molar, que refiere a la cantidad de luz absorbida por el analito. ( $\text{cm}^{-1} * \%v/v^{-1}$ )

$b$  Es la longitud de la celda (la longitud paralela a la dirección en la que atraviesa el haz de luz para la medición). (cm)

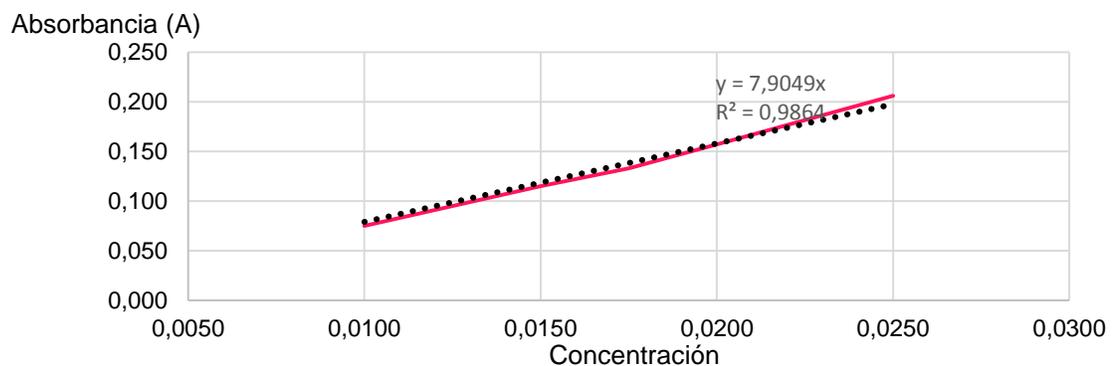
$C_i$  Es la concentración del analito. (%v/v)

1.3.3 Curvas de calibración. A una longitud de onda definida para un analito, con las consideraciones anteriormente expuestas es posible obtener su concentración a través de la medición de la absorbancia realizando la siguiente simplificación de Lambert-Beer

$$A_{(\lambda,i)} = m * C_i \quad \text{Ecuación 2}$$

Siendo  $m$  la pendiente de una línea recta, ya que, cumpliendo los criterios de restricción de la ley, la absortividad molar y la longitud de la celda son constantes, por tanto, la relación entre la absorbancia y la concentración se define con una ecuación de una línea recta tal como se muestra ejemplificado en la gráfica 1.<sup>36</sup>

Gráfica 1. Ejemplo de curva de calibración



Fuente: elaboración propia.

<sup>36</sup> Ibid.

1.3.4 Espectrofotometría diferencial. Esta técnica es igual en aplicación y limitaciones que la espectrofotometría estándar, también se basa en la ley de Lambert-Beer, sin embargo, esta variación se orienta para su aplicación a mezclas de dos o más sustancias.

$$A_{T(\lambda)} = \sum_i^n A_{(\lambda,i)} = \sum_i^n \varepsilon_{i,\lambda} * b * C_i \quad \text{Ecuación 3}$$

Dónde:

$A_{T(\lambda)}$  Es la absorbancia total de la mezcla analizada a una longitud de onda.

$A_{(\lambda,i)}$  Es la absorbancia que presentaría cada una de las sustancias puras a la concentración a la que se encuentran a una longitud de onda definida.

La espectrofotometría diferencial consiste en que la absorbancia medida de una solución con dos o más compuestos, es el equivalente a la sumatoria de las absorbancias de cada uno de los compuestos puros presentes a la misma concentración en la que se encuentran en la mezcla, teniendo en cuenta que la absorptividad molar de cada compuesto cambia según la longitud de onda a la que se mida, al cambiar con ello la pendiente, es posible generar una ecuación independiente por cada longitud de onda en la medición de absorbancia.

Teniendo así que para el cálculo de la concentración de “n” compuestos en una mezcla, se debe como mínimo, realizar mediciones en “n” longitudes onda tal que se genere un sistema de “n” ecuaciones y “n” variables, logrando obtener cero grados de libertad y obtener las concentraciones de los compuestos en la mezcla.<sup>37</sup>

## 1.4 DESTILACIÓN

La destilación es un proceso de separación en el que se adiciona calor a una muestra con el fin de elevar su temperatura, los compuestos presentes serán separados a partir de su diferencia en temperaturas de ebullición siendo los componentes más volátiles los primeros en pasar a la fase gaseosa la cual sale por la parte superior (destilado), los componentes menos volátiles quedarán en los fondos.

---

<sup>37</sup> BUNACIU, Andrei; HOANG, Vu. y ABOUL-ENEIN, Hassan. Applications of differential spectrophotometry in analytical chemistry. En: Critical reviews in analytical chemistry. Julio 2013. vol. 43. no. 3. p. 125-130.

1.4.1 Destilación fraccionada. Este tipo de destilación difiere en el hecho que el destilado es separado en dos o más fracciones en base a diversos factores como la cantidad de volumen destilado o un cambio en las propiedades de éste.

1.4.2 Curvas de destilación. Las curvas de destilación son un procedimiento realizado para la cuantificación de sustancias volátiles a partir del cambio de la temperatura del destilado en referencia al volumen de éste que se ha generado, de esta forma es posible conocer el tipo de solvente y la cantidad en la que se encuentra presente en una muestra conociendo su temperatura de ebullición a la condición de presión a la que se realiza el ensayo.

## 2. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL RESIDUO

### 2.1 MUESTREO

Este inciso pretende explicar y exponer la metodología utilizada y observaciones realizadas con las que se llevaron a cabo el muestreo de los residuos de tinta, que fueron usados como muestra para los ensayos de la presente investigación.

Los residuos obtenidos para la fase experimental de este proyecto provinieron de una empresa del sector flexográfico de Bogotá D.C., estos residuos se generaron principalmente del lavado de equipos de impresión y tinta residual remanente de sus procesos productivos.

Los residuos una vez generados son almacenados en galones hasta alcanzar una cantidad considerable para que sean enviados a una empresa encargada de recuperar los solventes por medio de una destilación discontinua.

El muestreo realizado de estos residuos fue llevado a cabo bajo las recomendaciones de la norma NTC 1052 “Pinturas, barnices y materias primas para pinturas y barnices. Muestreo”<sup>38</sup>, donde se tuvieron en cuenta factores como:

- Agitación antes y durante la toma de la muestra para garantizar su homogeneidad.
- Revisión de las condiciones medioambientales y de almacenamiento en las que se encontraba el residuo, donde se determinó que las condiciones almacenamiento de los residuos fueron adecuadas ya que los recipientes usados eran galones de acero inoxidable totalmente cerrados, libres de rastros de oxidación con recubrimiento externo de pintura anticorrosión, en un lugar con temperatura ambiente y fuera del alcance de la luz o cualquier fuente de calor.
- Materiales adecuados para el muestreo, en este caso se usó un muestreador de líquidos de acero inoxidable completamente limpio, seco, liso y libre de cualquier sustancia indeseada para recolectar la muestra a diferentes profundidades del contenedor.
- Almacenamiento adecuado de la muestra, para esto se usó un contenedor totalmente limpio y seco de polietileno de alta densidad (HPDE) de color blanco de 10 litros que no expone la muestra a la luz, a la humedad u otros agentes que pueden alterar su composición.

---

<sup>38</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Pinturas, barnices y materias primas para pinturas y barnices. Muestreo. NTC 1052. Bogotá D.C. 2016.

- Etiquetado y formatos de muestreo, se realizaron formatos y etiquetas para la identificación del tipo de material que se estuvo manejando y los peligros en su manipulación ya que son considerados residuos peligrosos.

Adicionalmente, se obtuvieron muestras de tintas patrón de amarillo, cian, magenta y negro, suministradas directamente por la empresa de su almacén de reactivos.

Los detalles de este procedimiento se encuentran en el anexo A, donde se encuentra el plan de muestreo, las fichas de identificación de material y algunas recomendaciones para tomar muestras representativas de este tipo de residuos.

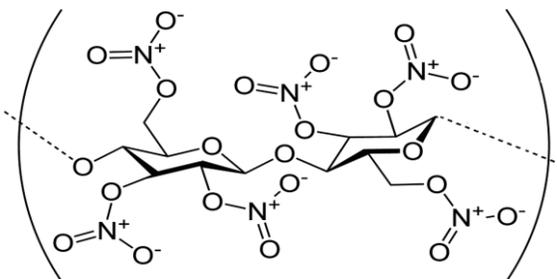
## 2.2 COMPOSICIÓN GENERAL

En este apartado se presentan los compuestos que hacen parte de los residuos de tinta, a través de antecedentes relacionados con las tintas presentes en los residuos.

En los residuos de tinta, como se mencionó, se componen principalmente de 3 grupos: solventes, pigmentos y resinas, los cuales se mostrarán a continuación.

2.2.1 Resinas. En base a la información suministrada por la empresa donde se realizó el muestreo, la resina presente en las tintas que componen el residuo es nitrocelulosa, cuya estructura se presenta en la figura 6. La nitrocelulosa es una resina orgánica utilizada para la formulación de tintas, pinturas, lacas y barnices, tiene buenas propiedades de adhesión a sustratos, resistencia y además es biodegradable, sin embargo, tiene poca resistencia química a agentes como ácidos o bases fuertes.<sup>39</sup>

Figura 6. Nitrocelulosa o nitrato de celulosa



Fuente: PubChem open chemistry database. Nitrocellulose. [en línea]. [citado en 2018-17-02]. <  
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/44263835>>.

<sup>39</sup> MCKEEN, Laurence. 12-Renewable resource and biodegradable polymers. En: Plastics design library. Septiembre 2012. p. 305-317.

Como indica su estructura, posee carga parcialmente negativa en los extremos de sus radicales nitratos, esto le permite ser una molécula anfipática, capaz de solubilizarse en solventes orgánicos volátiles tales como alcoholes y acetatos de cadena corta y a su vez solubilizar los pigmentos para crear una emulsión estable entre estos componentes.

2.2.2 Pigmentos. Los pigmentos presentes en los residuos recolectados son los que se mostraron en la sección de Generalidades, litol-rubina BK para el color magenta, ftalocianina azul BN para el cian, pigmento de dirigida para el amarillo y finalmente negro de humo para el color negro.

2.2.3 Solventes. Se conoce los solventes presentes en estos residuos en base al trabajo de grado de Arias y Tamayo, donde le realizaron una caracterización a los solventes que se generaban en la misma empresa del sector flexográfico en Bogotá D.C. por medio de una cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas, dando como resultado que estos residuos poseen los siguientes solventes orgánicos<sup>40</sup>: etanol, propanol, metoxipropanol, acetato de etilo y n-propil acetato o acetato de propilo.

### 2.3 DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS TOTALES

Este es un análisis en donde se pretende determinar la cantidad total de sólidos no volátiles presentes en una muestra problema por medio de la adición de calor a la muestra hasta alcanzar una temperatura por encima del punto de ebullición de las sustancias volátiles con menor presión de vapor y un tiempo tal que una vez finalizado el proceso, todos los componentes volátiles hayan sido removidos.

Inicialmente se tomó una muestra de 2mL de muestra de residuo y de cada una de las tintas patrón y se pesó el crisol con muestra, los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Peso neto de los 2mL de muestra

Crisol	Peso (g)			Media	s
Cian	2,0187	2,0220	2,0172	2,0193	0,00200
Magenta	2,0117	2,0126	2,0123	2,0122	0,00037
Amarillo	2,0536	2,0510	2,0505	2,0517	0,00136
Negro	2,0358	2,0305	2,0321	2,0328	0,00222
Residuo	2,0345	2,0540	2,0535	2,0473	0,00908

Fuente: elaboración propia.

<sup>40</sup> ARIAS, Lizeth y TAMAYO, María. Desarrollo de una propuesta de recuperación de residuos solventes en la empresa Golden Flex S.A. Trabajo de grado Ingeniería química. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América. 2017.

Se llevó los crisoles a una mufla configurada con una rampa de calentamiento evitando el calentamiento súbito de la muestra y las tintas patrón, llevando la muestra desde temperatura ambiente hasta 50°C, luego a 80°C y finalmente a 110°C, una vez alcanzada esta última temperatura se mantuvo así durante 22 horas, una vez finalizado el proceso, se mantuvo las muestras en un desecador libre de humedad hasta alcanzar temperatura ambiente y se realizó la medición del peso por triplicado tal que se corroborara peso constante.

Realizando una relación entre el volumen añadido al crisol y el peso de los sólidos no volátiles encontrados con este procedimiento, la tabla 2 muestra la cantidad de estos sólidos que se encuentran presentes por mililitro.

Tabla 2. Sólidos totales por mililitro de muestra

Crisol	Peso (g)			Media	s
Cian	0,3112	0,3110	0,3085	0,3102	0,0012
Magenta	0,2949	0,2938	0,2947	0,2945	0,0005
Amarillo	0,2622	0,2646	0,2612	0,2627	0,0014
Negro	0,3449	0,3436	0,3463	0,3449	0,0011
Residuo	0,0382	0,0402	0,0396	0,0393	0,0009

Fuente: elaboración propia.

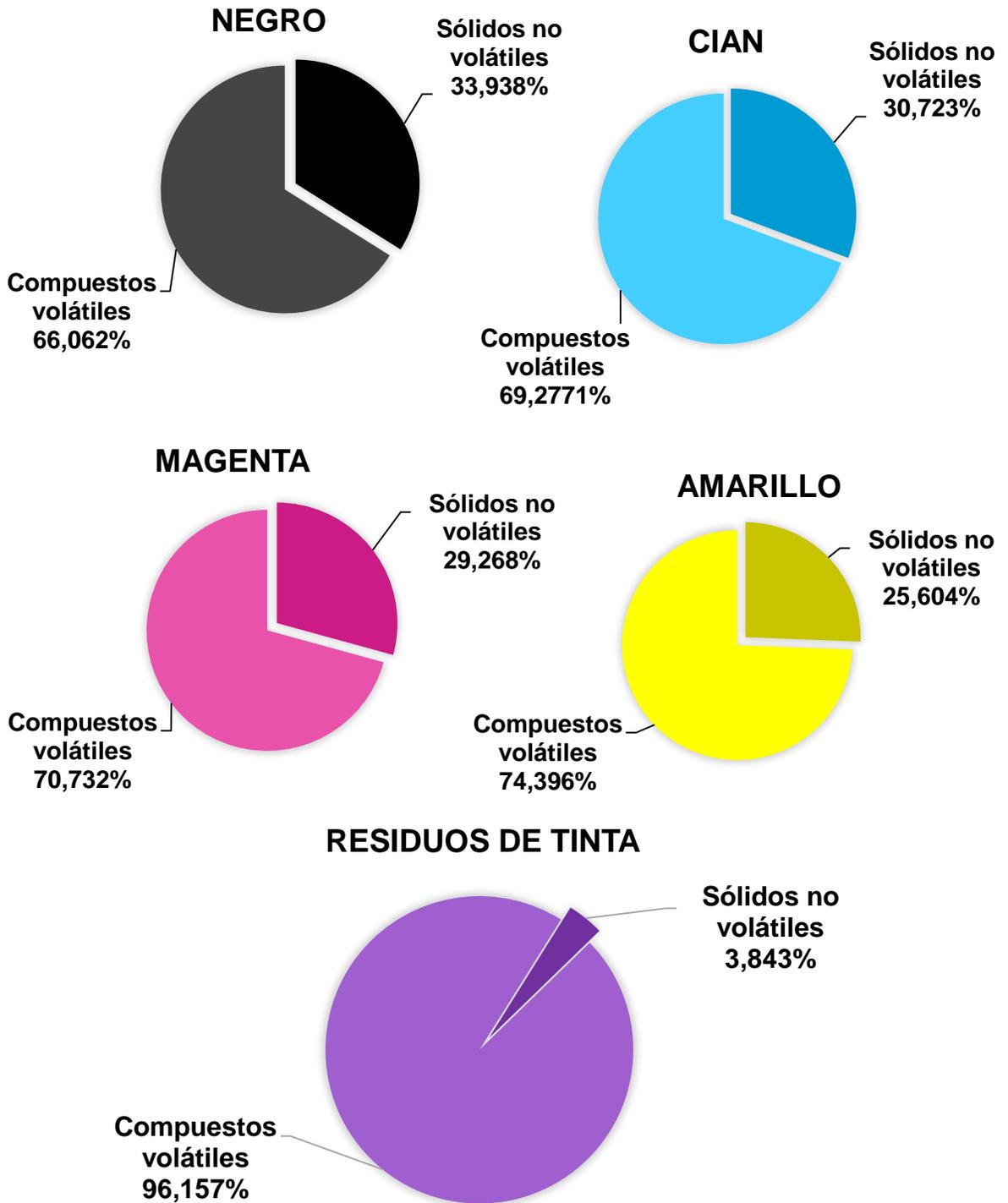
Una vez obtenida esta relación entre el peso de los sólidos por volumen de muestra analizado, se calculó la concentración porcentual que representan estos compuestos en los residuos de tinta y en las tintas patrón como se muestra en la tabla 3

Tabla 3. Concentración de sólidos no volátiles presentes

Crisol	Concentración (g/mL)		Concentración (%p/p)	
Cian	0,3102	±0,0012	30,7229	±0,1024
Magenta	0,2945	±0,0005	29,2681	±0,0507
Amarillo	0,2627	±0,0014	25,6037	±0,1423
Negro	0,3449	±0,0011	33,9379	±0,1031
Muestra	0,0393	±0,0009	3,8427	±0,0677

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 2. Composición porcentual de las muestras



Fuente: elaboración propia.

Según las bases bibliográficas de la investigación, aquellos compuestos que se encuentran presentes en la fase sólida que no se volatiliza con el secado, corresponde a la resina y los pigmentos, que serán los responsables de contribuir en el peso obtenido. Las tintas patrón cuentan con una concentración porcentual de sólidos no volátiles de entre el 34% y el 25%, una concentración elevada en comparación con los residuos de tinta que únicamente cuentan con un 3,843%, presentando una reducción en los sólidos de hasta 9 veces; también se indica que por cada mililitro de residuo se encuentra 0,0393 gramos de sólidos no volátiles, adicionalmente, se encuentra que el 96,157% restante de los residuos corresponde a solventes orgánicos volátiles esto debido a que los residuos son generados en procesos de limpieza donde se requieren del uso de solventes para remover la tinta impregnada con lo cual aumenta la concentración de los solventes en los residuos, un resumen de este análisis se presenta en la gráfica 2.

## 2.4 DETERMINACIÓN DE DENSIDAD

El método de la determinación de la densidad de los residuos de tinta se basa en la técnica de diferencia de peso volumen, con muestras de 10mL de residuos de tinta a las cuales se midieron el peso con el fin de evitar interferencias correspondientes a la evaporación de compuestos volátiles.

En la tabla 4 se presenta las medidas del peso realizadas, cada una de las mediciones se ha realizado por triplicado donde se encuentra que la densidad media de los residuos de tinta es de 0,8265g/mL  $\pm$ 0,0006g.

Tabla 4. Resultados de la medición de densidad del residuo de tinta

	Balón seco (g)	Balón con muestra (g)	Densidad (g/mL)
	53,2529	61,5256	0,8273
	53,2587	61,5156	0,8257
	53,2483	61,5124	0,8264
Media	53,2533	61,5179	0,8265
s	0,0043	0,0056	0,0006

Fuente: elaboración propia.

## 2.5 DETERMINACIÓN DE CURVAS DE DESTILACIÓN

Este procedimiento fue llevado a cabo bajo las recomendaciones de la norma NTC 619 “Método de ensayo para el intervalo de destilación de líquidos orgánicos volátiles”<sup>41</sup> y realizado por triplicado para garantizar la fiabilidad de los resultados.

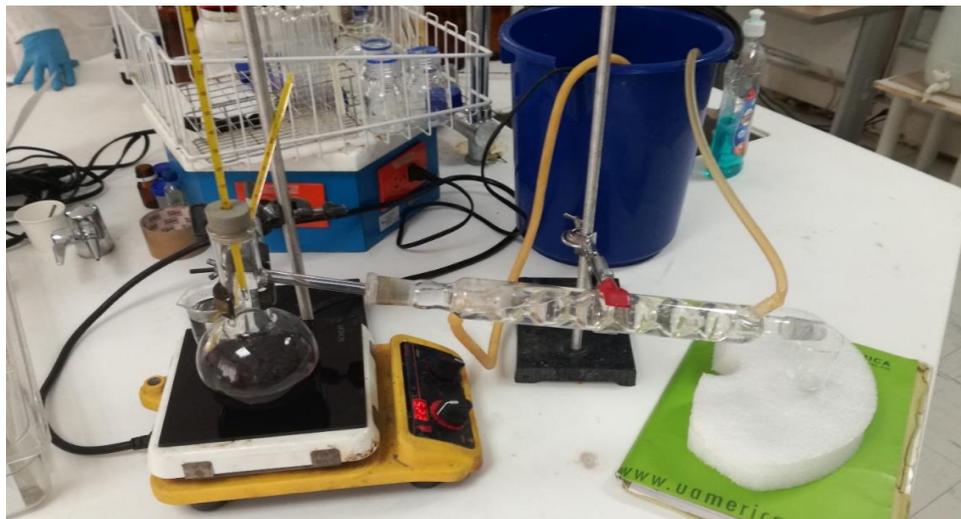
<sup>41</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Método de ensayo para el intervalo de destilación de líquidos orgánicos volátiles. NTC 619. Bogotá D.C. 2002.

Las curvas de destilación se realizaron a través de un montaje de destilación con un balón fondo plano con desprendimiento lateral unido a un condensador simple el cual está conectado a una entrada y salida de agua en la parte exterior para refrigerar, tal como se muestra en la figura 7. Adicionalmente, la boca del balón se cerró con un corcho ajustado, donde se introdujo un termómetro que alcanza los 220°C a una altura ligeramente por debajo de la boquilla del desprendimiento lateral para medir la temperatura del destilado.

La fuente de calor fue una placa de calentamiento junto a una placa dispersora para garantizar la homogeneidad de temperatura a través de toda la superficie. El control de temperatura fue a través de un termómetro que alcanza los 220°C a la altura del destilado para la medición de la temperatura que este alcanza al momento de salir del balón.

La muestra adicionada al balón tiene un volumen de 100mL para todos los ensayos tal como recomienda la norma, extraída del contenedor de muestra y medido su volumen con una probeta de 100mL.

Figura 7. Montaje de destilación

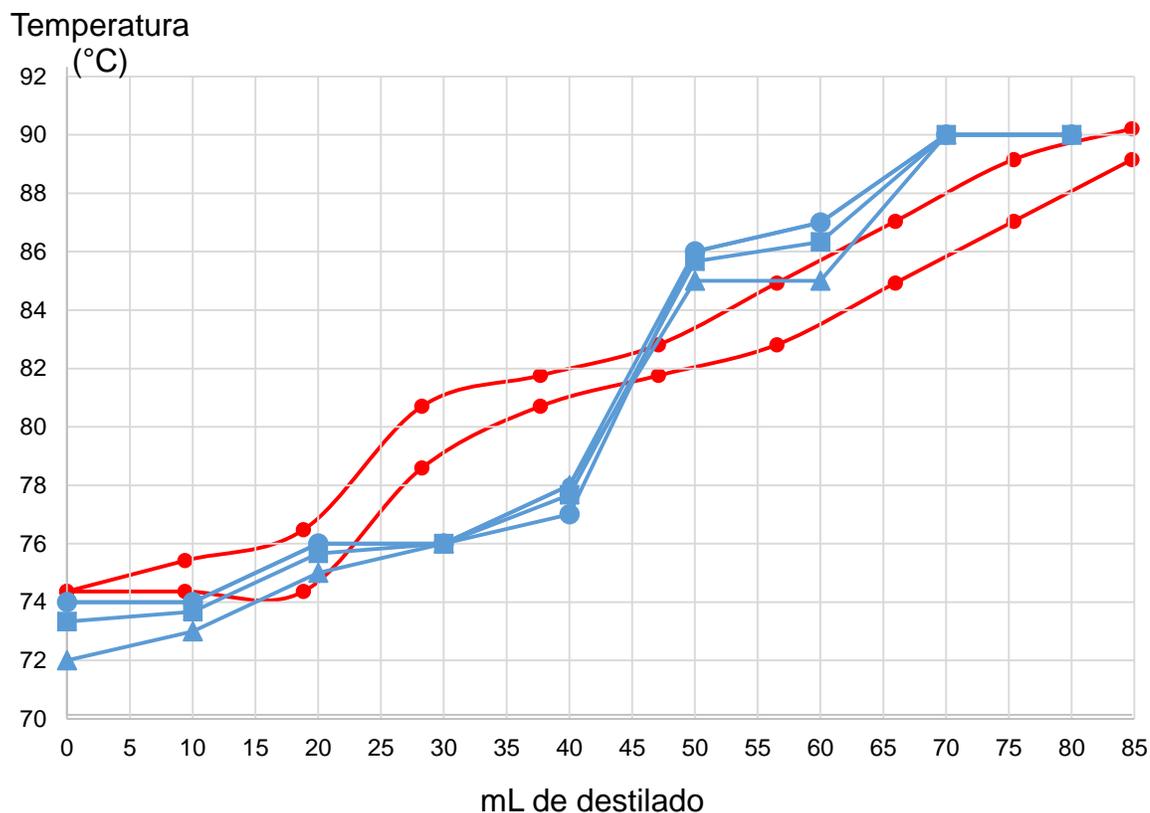


Fuente: elaboración propia.

El destilado fue recolectado en una probeta de 10mL, al tratarse de una destilación fraccionada lo que se realizó fue vaciar el contenido de la probeta cada vez que se alcanzaban 10mL de destilado a un tubo falcon de 15mL individual para cada una de las fracciones, el ensayo toma alrededor de 4 a 6 horas a partir del comienzo del calentamiento.

Los datos obtenidos a partir de este ensayo se presentan en la gráfica 3 junto a los resultados obtenidos por Arias y Tamayo <sup>42</sup>, donde el eje horizontal corresponde a los mililitros totales obtenidos de destilado al momento de realizar la medición de la temperatura, esto permite conocer que, en comparativa, los ensayos realizados los cuales se representan por las tres curvas de color azul, presentan cambios de temperatura pronunciados frente a los del trabajo de grado mencionado anteriormente, mostrado por dos líneas rojas, donde el cambio de temperatura ocurre de forma más gradual pero que el rango de temperaturas alcanzado en ambos estudios es similar estimando que la proporción de solventes es relativamente similar.

Gráfica 3. Curvas de destilación



Fuente: elaboración propia.

<sup>42</sup>ARIAS, Lizeth y TAMAYO, María. Op cit.

Tabla 5. Datos obtenidos de las curvas de destilación

mL de destilado (mL)	Temperatura (°C)				S
	1ra medición	2da medición	3ra medición	media	
0	72	74	74	73	0,94
10	73	74	74	74	0,47
20	75	76	76	76	0,47
30	76	76	76	76	0,00
40	78	77	78	78	0,47
50	85	86	86	86	0,47
60	85	87	87	86	0,94
70	90	90	90	90	0,00
80	90	90	90	90	0,00

Fuente: elaboración propia.

Para llevar a cabo un análisis de las temperaturas de destilado obtenidas (tabla 5) es necesario conocer las temperaturas de ebullición de los compuestos volátiles que contiene, para esto se obtuvieron las constantes de Antoine de la base de datos de NIST<sup>43</sup> para el cálculo de la temperatura de ebullición de cada compuesto y el valor de presión atmosférica en Bogotá D.C. que es de 0,73327bar, las temperaturas se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Calculo de los puntos de ebullición de componentes volátiles

Compuesto	A	B	C	T (°C)
acetato de etilo	4,22809	1245,702	-55,189	67,57
etanol	5,24677	1598,673	-46,424	70,34
1-propanol	4,87601	1441,629	-74,299	88,86
agua	5,0768	1659,793	-45,854	91,19
n-propil acetato	4,14386	1283,861	-64,378	91,29
metoxipropanol	7,01882	1780,17	236,322	109,10

Fuente: elaboración propia.

Basado en la cercanía a los puntos de ebullición de las sustancias que se encuentran presentes en los residuos con las temperaturas alcanzadas por el destilado y en los datos obtenidos se puede estimar de forma cuantitativa que: en base las curvas de destilación se determinó que alrededor de 40mL del residuo se compone en menor proporción de acetato de etilo y mayoritariamente es etanol, esta afirmación se realiza basado en que la temperatura inicial en la que se

<sup>43</sup> NIST. Chemistry WebBook. [base de datos en línea]. U.S. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<https://webbook.nist.gov/chemistry/>>.

generan estas fracciones de destilado siempre son más cercanas a la temperatura de ebullición del etanol que a las del acetato de etilo.

Aproximadamente, se estima que 20mL se componen de 1-propanol, 20mL consisten en agua y n-propil acetato, donde se espera que el contenido de agua sea bajo por su aislamiento de la humedad ambiente y la ausencia de agua en los solventes utilizados en la limpieza de los equipos. Ha de aclararse que una vez alcanzado un volumen aproximado de 80-82mL de destilado, manteniendo la temperatura constante con la que se alcanzó las últimas dos fracciones, el destilado deja de generarse.

Finalmente, debido a la dificultad práctica de llevar la muestra a temperaturas por encima de 150°C sin que se carbonicen los sólidos presentes y dañar la integridad del balón utilizado, además de las limitaciones en el tiempo para la realización del análisis, no fue posible extraer totalmente los solventes presentes en la muestra de tal manera que en la mezcla remanente de la destilación quedaron parte de solvente que no se volatiliza, esta cantidad se asume que se trata de metoxipropanol<sup>44</sup>, a continuación en el cuadro 1 se presentan estos mismo datos volumétricos en forma cuantitativa, más adelante con el análisis de densidad se encontrará la cantidad másica de metoxipropanol remanente en los fondos de este análisis.

Cuadro 1. Sustancias y cantidades estimadas de las curvas de destilación

Compuestos	Volumen (mL)	Observaciones
Acetato de etilo y etanol	40	Son los compuestos más ligeros y se estima que en su gran mayoría es etanol
1-propanol	20	Ninguna
Agua y n-propil acetato	20	Su punto de ebullición es muy cercano, sin embargo, debido a su cuidado respecto a la exposición de los solventes al agua, se estima que en su mayoría es n-propil acetato
Metoxipropanol	Indeterminado	Debido a dificultades varias, no fue posible extraerlo de los fondos.

Fuente: elaboración propia.

2.5.1 Mediciones adicionales al destilado. Se realizaron análisis de picnometría y espectrofotometría, para la determinación de la densidad del destilado y la absorbancia que presenta para descartar la presencia de pigmentos u otra sustancia que presente absorbancia de forma significativa.

El análisis de densidad se realizó por medio de picnometría convencional con un picnómetro calibrado con un volumen de 9,696mL, cada uno de las fracciones

<sup>44</sup>ARIAS, Lizeth y TAMAYO, María. Op cit.

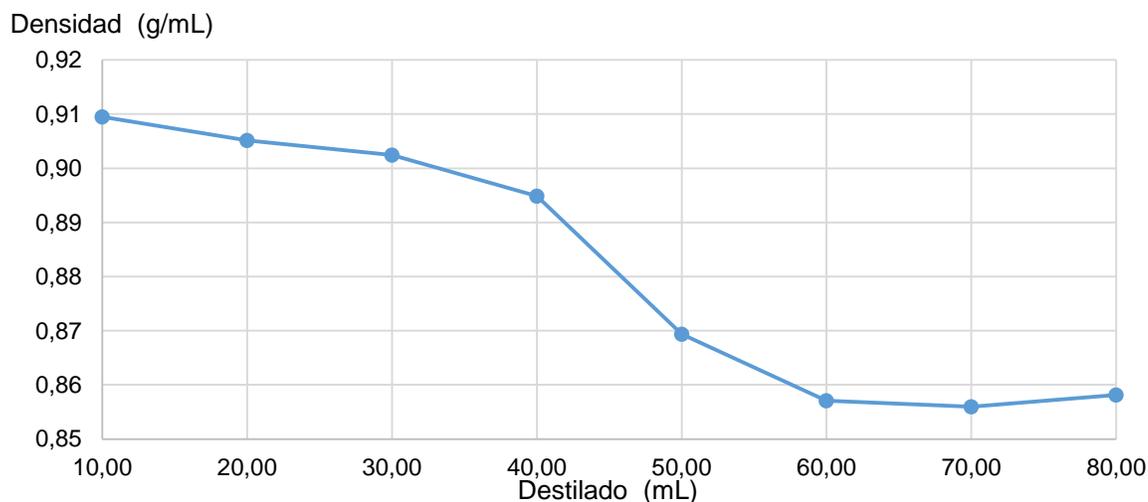
resultantes de los tres ensayos se pesó por triplicado, todas las mediciones fueron realizadas a temperatura ambiente, en el anexo B se encuentran la totalidad de los datos de densidad obtenidos para cada una de las fracciones de destilado de cada curva de destilación realizada, un resumen de los datos obtenidos se muestra en la gráfica 4 y numéricamente en la tabla 7.

Tabla 7. Media y desviación estándar de todas las mediciones de densidad para cada fracción

Fracción	Medición 1	Medición 2	Medición 3	Media	s
de 0 a 10mL	0,9122	0,9064	0,9100	0,9095	0,0024
de 10 a 20mL	0,9050	0,9048	0,9057	0,9051	0,0004
de 20 a 30mL	0,8998	0,9049	0,9026	0,9024	0,0021
de 30 a 40mL	0,8941	0,8958	0,8947	0,8949	0,0007
de 40 a 50mL	0,8749	0,8625	0,8708	0,8694	0,0052
de 50 a 60mL	0,8574	0,8558	0,8581	0,8571	0,0010
de 60 a 70mL	0,8555	0,8569	0,8554	0,8560	0,0007
de 70 a 80mL	0,8575	0,8602	0,8568	0,8581	0,0015

Fuente: elaboración propia.

Gráfica 4. Densidad media de cada fracción de destilado obtenida



Fuente: elaboración propia.

Este análisis permite otra manera de conocer o estimar qué compuesto o compuestos están presentes en una fracción de destilado determinada en base a la aproximación de la densidad teórica con la densidad obtenida de las fracciones.

En base a la información obtenida en la página web de reactivos de Merck<sup>45</sup>, se obtuvieron los datos de densidad de los solventes a temperatura ambiente (tabla 8) y con ello analizar la proximidad de éstas con las densidades medias obtenidas por picnometría de las fracciones del destilado.

Tabla 8. Densidad experimental de los solventes presentes

Compuesto	Densidad a 20°C (g/mL)
Acetato de etilo	0,90
Etanol	0,79
Propanol	0,80
Agua	1,00
N-propil acetato	0,89
Metoxipropanol	0,92

Fuente: elaboración propia.

En base a los datos anteriormente expuestos, como se resume en el cuadro 2, se estima que los primeros 40mL de destilado tienen una densidad próxima al acetato de etilo, por lo que se esperaría que se encontrara en una mayor proporción que el etanol, los siguientes 40mL tienen una densidad próxima a la del etanol y el propanol, así que se estima que tanto el agua, el n-propil acetato y el metoxipropanol no fueron destilados en los ensayos de las curvas de calibración<sup>46</sup>.

Cuadro 2. Sustancias y cantidades estimadas obtenidas de la picnometría

Compuestos	Volumen (mL)	Observaciones
Acetato de etilo	40	La densidad de estas fracciones es próxima a la densidad del acetato de etilo que a la de otros compuestos volátiles con bajo punto de ebullición
Etanol y propanol	40	La densidad es próxima a estos dos compuestos, más que a cualquier otro en el rango de temperatura en que se ha generado estas fracciones de destilado
Agua, n-propil acetato y metoxipropanol	Indeterminado	Se especula que estos compuestos no fueron recuperados de forma significativa en base a la densidad

Fuente: elaboración propia.

<sup>45</sup> MERCK. SDS. [base de datos en línea]. 2018. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<http://www.merckmillipore.com/CO/es>>.

<sup>46</sup> ARIAS, Lizeth y TAMAYO, María. Op cit.

Teniendo en cuenta las pruebas de picnometría, las curvas de destilación, la determinación de sólidos totales no volátiles y la densidad del residuo, por medio de un balance de materia es posible calcular un estimado de la cantidad remanente de compuestos volátiles que no pudieron ser destilados.

En la tabla 9 se presenta el resultado del cálculo de la masa total que representan los compuestos volátiles en 100mL de residuos de tinta, teniendo en cuenta que son el 96,157% de la masa de los residuos.

Tabla 9. Resultado de la masa total de compuestos volátiles en la muestra

Volumen de muestra (mL)	Densidad (g/mL)	masa (g)	masa de material volátil en la muestra(g)
100	0,8265	82,6457	79,4698

Fuente: elaboración propia.

En la tabla 10 se presentan los resultados del cálculo de la masa total de compuestos volátiles remanentes en los fondos de los ensayos de curvas de destilación.

Tabla 10. Resultado de la masa total de compuestos volátiles remanentes

Fracción	Densidad (g/mL)	Masa de fracción (g)	Masa acumulada (g)
de 0 a 10mL	0,9095	9,0953	9,0953
de 10 a 20mL	0,9051	9,0513	18,1466
de 20 a 30mL	0,9024	9,0242	27,1708
de 30 a 40mL	0,8949	8,9488	36,1196
de 40 a 50mL	0,8694	8,6939	44,8134
de 50 a 60mL	0,8571	8,5709	53,3843
de 60 a 70mL	0,8560	8,5596	61,9439
de 70 a 80mL	0,8581	8,5815	70,5253
masa total de material volátil destilado (g)		70,5254	
masa de material volátil remanente (g)		8,9445	

Fuente: elaboración propia.

De esta forma es posible conocer que en los fondos de destilación quedan 8,9445g de compuestos volátiles sin destilar.

En el cuadro 3 se presenta el resumen de los resultados obtenidos de los análisis de los compuestos extraídos en el destilado teniendo en cuenta la temperatura, la densidad y la cantidad remanente de material volátil en los fondos de destilación.

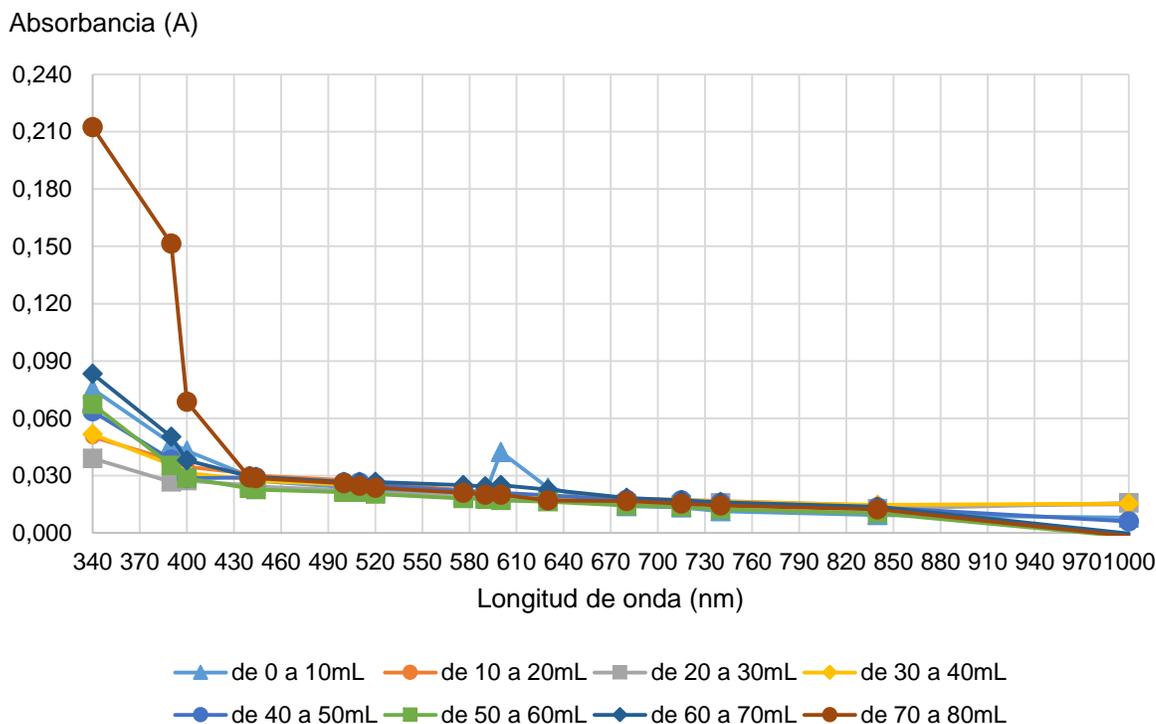
Cuadro 3. Resumen y análisis final de resultados de los compuestos presentes en cada fracción

Masa acumulada de destilado (g)	Temperatura	Densidad	Resultado final
9,0953	Acetato de etilo y etanol.  Temperaturas de ebullición cercanas a la medida y ser los compuestos más volátiles.  Se estima que mayoritariamente es etanol por tener el punto de ebullición más cercano entre estos dos compuestos.	Acetato de etilo.	Acetato de etilo.
18,1466		Estrecha cercanía en densidad con la de las fracciones obtenidas y unas ciertas trazas de etanol que explican el descenso de la densidad a mayor masa acumulada.	Acetato de etilo.
27,1708			Acetato de etilo.  Etanol.
36,1196			Acetato de etilo.  Etanol.
44,8134	Etanol.		
53,3843	Propanol.  Cercanía entre temperatura de ebullición y temperatura medida de destilado.	Etanol y propanol.	Propanol. Etanol.
61,9439	Agua y n-propil acetato.  Cercanía entre temperatura de ebullición y temperatura medida.	Estrecha cercanía en densidad con la de las fracciones obtenidas.	Propanol.
70,5253			Propanol.
79,4698	Metoxipropanol.  Alto punto de ebullición y el límite alcanzado durante los ensayos.	Agua, n-propil acetato y metoxipropanol.  Densidades más altas que las que presentaban las últimas fracciones de destilado.	Agua.  N-propil acetato.  Metoxipropanol

Fuente: elaboración propia.

Este análisis se realizó tomando muestra suficiente de cada una de las fracciones para llenar una celda de espectrofotómetro a un 70% aproximadamente y se midió a las siguientes longitudes de onda: 340, 390, 400, 440, 500, 510, 520, 576, 590, 600, 630, 680, 715, 740, 840 y 1000 nanómetros, la absorbancia de las tres tandas de fracciones se encuentran en el anexo C, a continuación, se presenta en la gráfica 5 con el resumen de los resultados obtenidos.

Gráfica 5. Absorbancia media de las tres tandas de fracciones del destilado



Fuente: elaboración propia.

A partir de los resultados obtenidos de la espectrofotometría se puede observar que, en primera instancia el destilado no presenta arrastre de sólidos no volátiles como resina o pigmentos, en segundo lugar, los solventes destilados no presentan una absorbancia representativa, teniendo en cuenta que de forma relativa esta es una mezcla de solventes pura, libre de pigmentos y resinas.

## 2.6 ESPECTROFOTOMETRÍA DIFERENCIAL

La espectrofotometría diferencial es el método que se usó para determinar la concentración de los pigmentos presentes en los residuos de tinta, ya que cada una de las tintas patrón que componen los residuos de tinta tiene un espectro de absorbancia diferenciable de los demás, por lo que no se presenta la

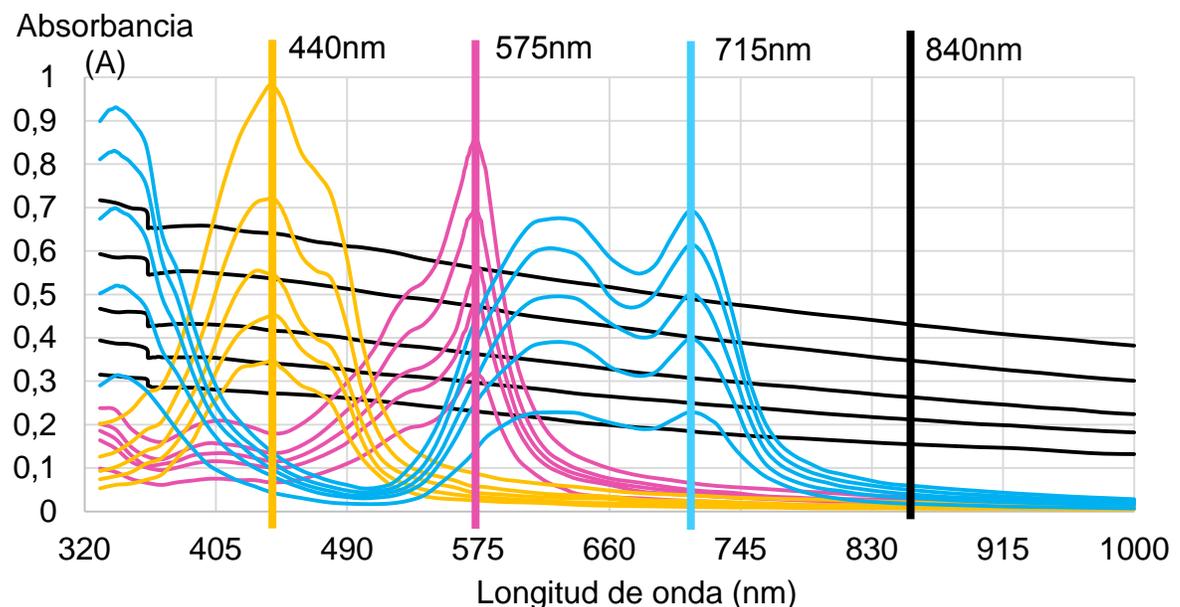
superposición de picos de absorbancia de los pigmentos y de esta manera se genera una medición más confiable.

2.6.1 Barridos espectrales. Se realizaron cinco barridos espectrales para cada una de las tintas patrón ya que no se encontró bibliografía precisa sobre los espectros y picos de absorbancia de éstas, a longitudes de onda en un rango entre los 320 y los 1000nm, en intervalos de entre 1 y 10nm.

Se realizaron cinco diluciones de cada una de las tintas patrón, una vez preparadas se tomó una por una y se comenzó la medición de la absorbancia en todo el rango de longitud de onda permitido por el espectrofotómetro.

A partir de los barridos es posible conocer el comportamiento de absorción de la luz de cada una de las tintas patrón tal como se muestra en la gráfica 6, demostrando así que los picos de absorbancia de cada una de las tintas patrón no se superponen unos con otros y de esta forma, tomar longitudes de onda en los picos de cada una de las tintas patrón.

Gráfica 6. Gráfica compuesta de todos los barridos espectrales



Cada barrido espectral tiene el respectivo color de la tinta patrón que representa. Fuente: elaboración propia.

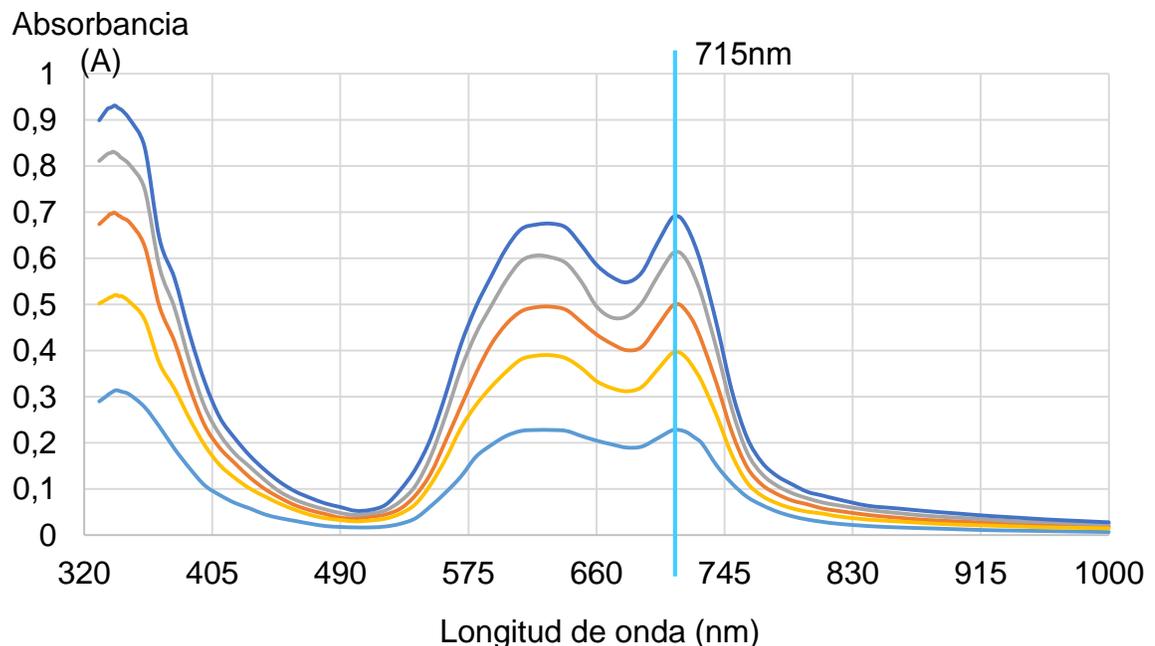
Para tomar la decisión sobre las longitudes de onda a las que se realizaron las curvas de calibración se debe tener en cuenta los barridos espectrales ya que estos suministran la información sobre los picos y valles de absorbancia, los picos implican que los cambios en la concentración tienen un mayor efecto en la absorbancia medida, esto se traduce en que a esa longitud de onda presenta una absorptividad molar alta que a su vez hace referencia a que la absorbancia tiene

una mayor sensibilidad según los valores de concentración, por lo tanto son los mejores puntos en los que se puede realizar una curva de calibración, mientras que por el contrario los valles de absorbancia son aquellos puntos en donde la absorbancia varía muy poco por efecto de la concentración por lo que aunque no es un punto de interés para cuantificar el pigmento específico, es un buen punto para la medición de otros ya que su concentración no hará una contribución importante a la absorbancia total de la mezcla independientemente de su concentración.

Finalmente, la cantidad de longitudes de onda a las que se realizará la medición debe ser igual o mayor al número de sustancias a cuantificar para realizar un sistema de ecuaciones  $n \times n$  y que sus grados de libertad sean cero al ser el número de variables igual al número de ecuaciones independientes.

A continuación, se presentarán los barridos espectrales obtenidos de cada una de las tintas patrón.

Gráfica 7. Barrido espectral de la tinta patrón cian

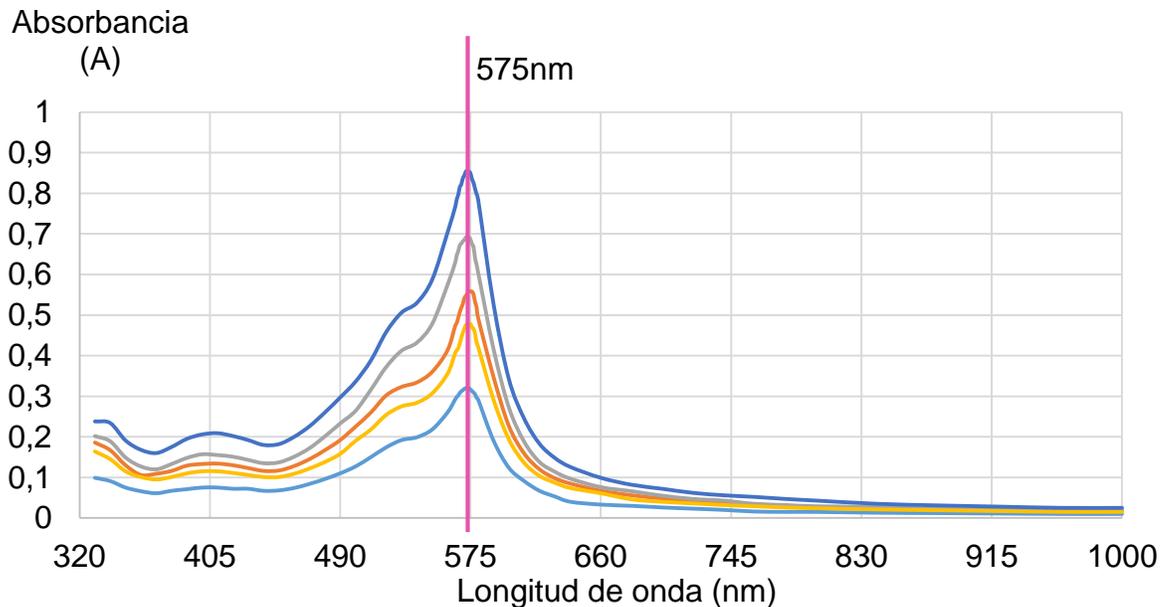


Fuente: elaboración propia.

En base a la gráfica 7, la tinta cian presenta dos zonas de alta absorbancia, una, alrededor de 345nm y otra en 715nm. Para cuantificar el pigmento cian se ha decidido tomar mediciones a 715nm debido a que a esta longitud de onda el cian presenta un pico de absorbancia y a su vez, los demás pigmentos poseen una baja absorbancia, mientras que a 345nm se pueden presentar interferencias significativas por parte de las tintas magenta, cian y negra que presentan una absorbancia significativa.

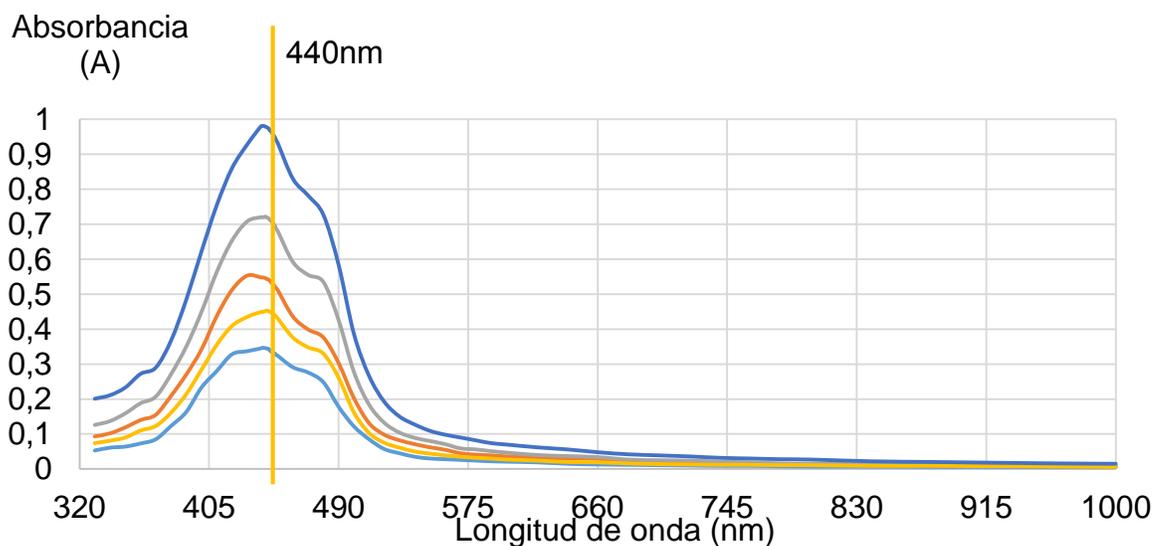
En base a la gráfica 8, la tinta magenta presenta un único pico de absorbanza a los 575nm, y en la gráfica 9, la tinta amarilla presenta un único pico de absorbanza a los 440nm, estas dos longitudes de onda no presentan inconvenientes y por tanto son longitudes de onda que fueron elegidas para las mediciones.

Gráfica 8. Barrido espectral de la tinta patrón magenta



Fuente: elaboración propia.

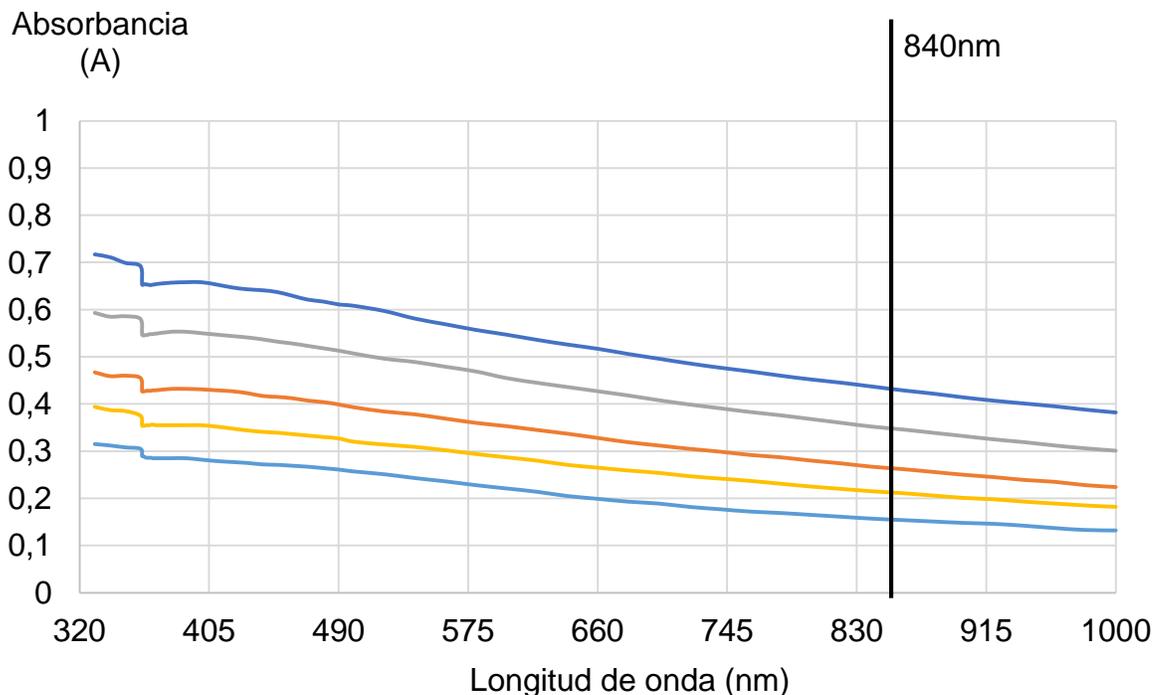
Gráfica 9. Barrido espectral de la tinta patrón amarilla



Fuente: elaboración propia.

En base a la gráfica 10, la tinta negra a diferencia de las demás, se trata de un color que se genera al absorber todas las longitudes de onda, por lo tanto, aunque presenta absorbancias más altas entre los 340 y los 360nm, se decidió que el mejor punto para medir es 840nm ya que a esa longitud de onda la absorbancia de los demás pigmentos es baja y por tanto su contribución a la absorbancia en base a su concentración no será significativa en comparación al pigmento negro.

Gráfica 10. Barrido espectral de la tinta patrón negra

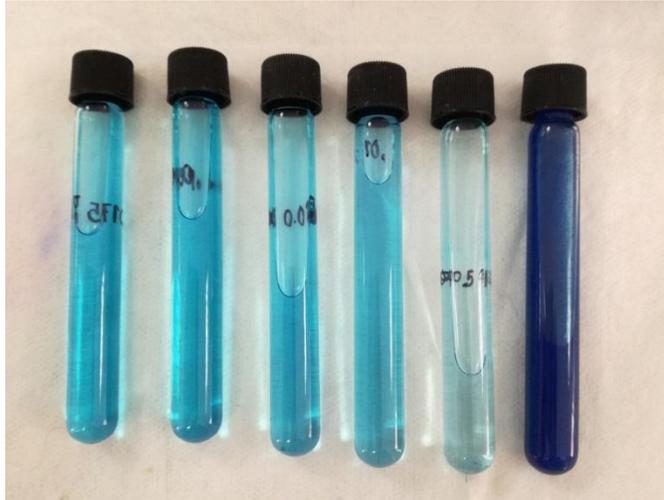


Fuente: elaboración propia.

Una vez definidas las longitudes de onda a las que se va a realizar las mediciones de absorbancia, es necesario hacer las curvas de calibración para cada una de las tintas patrón, una curva por cada longitud de onda a la que se medirá, por tanto, se realizaron 4 curvas de calibración por tinta patrón y de esta forma tener en todos los puntos una relación entre la absorbancia y la concentración.

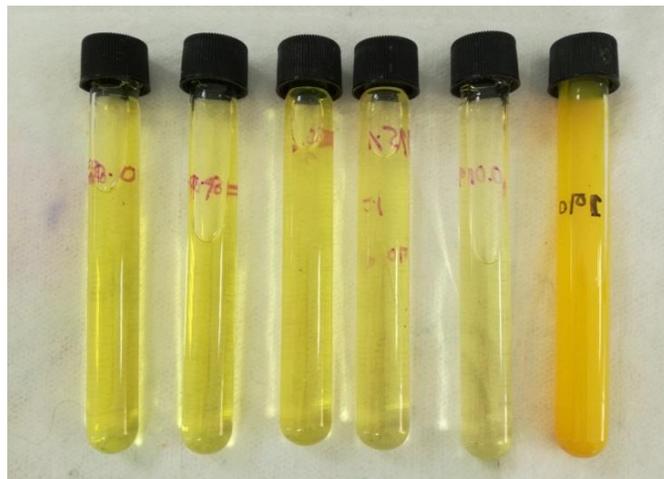
2.6.2 Curvas de calibración. Para las curvas de calibración se tomaron balones aforados de 10mL para realizar las soluciones de diferentes concentraciones conocidas de las tintas patrón con el uso de una micropipeta y se midió la absorbancia de cada dilución. El aspecto de las diluciones de las tintas cian y amarillo se muestran en las figuras 8 y 9.

Figura 8. Diluciones de tinta cian



Fuente: elaboración propia.

Figura 9. Diluciones de tinta amarilla



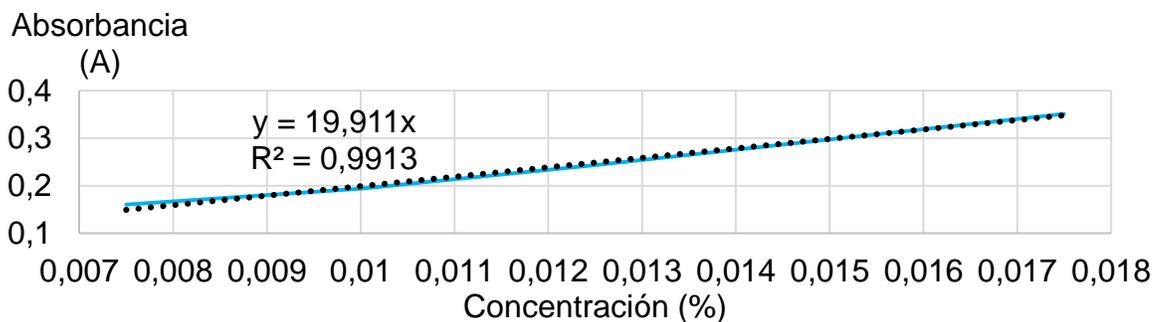
Fuente: elaboración propia.

En la realización de las curvas de calibración es importante que tengan un comportamiento de línea recta tal como lo establece la ley de Lambert-Beer, a continuación, se mostrará un ejemplo de curva de calibración de cada una de las tintas patrón, estas mismas y las demás que componen el análisis pueden ser apreciadas en el anexo D.

La pendiente de la línea recta formada será el producto entre la longitud de la celda y la absorptividad molar del compuesto a una longitud de onda específica en base a la ecuación dada por la ley de Lambert-Beer, fijando el intercepto en el origen ya que la ausencia de pigmento implica una absorbancia no significativa,

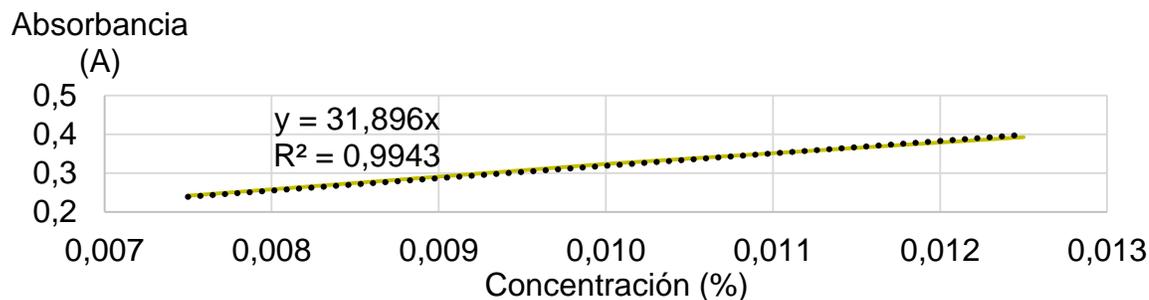
como ejemplo se encuentran las gráficas 11, 12 y 13, donde adicionalmente, se muestra el coeficiente de correlación  $R^2$  que indica el grado de cercanía entre la ecuación mostrada y los puntos experimentales obtenidos, siendo un valor de 1, un ajuste perfecto entre los datos y la ecuación, el resumen de los datos obtenidos se encuentra en la tabla 11.

Gráfica 11. Curva de calibración de tinta cian a 715nm



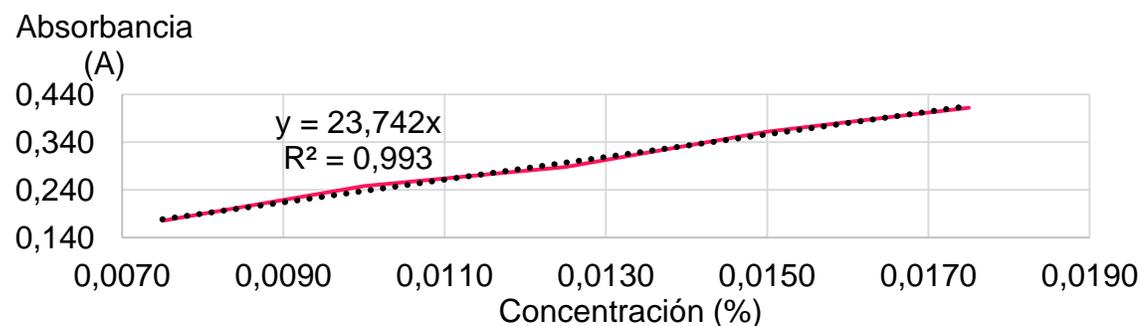
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 12. Curva de calibración de tinta amarilla a 440nm



Fuente: elaboración propia.

Gráfica 13. Curva de calibración de tinta magenta a 575nm



Fuente: elaboración propia.

Tabla 11. Resumen de las curvas de calibración

Tinta patrón	Longitud de onda (nm)	Pendiente	Coefficiente de correlación
Cian	440	11,2930	0,9895
	575	14,4090	0,9923
	715	19,9110	0,9913
	840	12,2840	0,9928
Amarillo	440	31,8960	0,9943
	575	7,1333	0,9985
	715	4,0032	0,9962
	840	2,8794	0,9964
Magenta	440	7,9328	0,9964
	575	23,7420	0,9930
	715	1,9345	0,9989
	840	1,0182	0,9957
Negro	440	20,2920	0,9975
	575	18,6910	0,9973
	715	17,0700	0,9918
	840	15,7850	0,9949

Fuente: elaboración propia.

Se conoce que la curva de calibración debe tener como intercepto cero ya que el blanco o la ausencia total de pigmentos debe resultar en cero de absorbancia; la pendiente de la curva de calibración que corresponde al factor entre la longitud de la celda y la absorptividad molar, el cual aumenta en los picos de absorbancia para cada una de las tintas patrón, a continuación, se presentará cómo se formula la ecuación general a usar para el cálculo de las concentraciones:

$$A_{T(\lambda)} = \sum_i^n A_{(\lambda,i)} = \sum_i^n \varepsilon_{i,\lambda} * b * C_i$$

$$A_{T(\lambda)} = \varepsilon_{cian,\lambda} * b * C_{cian} + \varepsilon_{magenta,\lambda} * b * C_{magenta} + \varepsilon_{amarillo,\lambda} * b * C_{amarillo} + \varepsilon_{negro,\lambda} * b * C_{negro}$$

Como se mencionó anteriormente, el producto de la absorptividad molar y la longitud de la celda a una longitud de onda específica es constante y corresponde a la pendiente de la línea recta de la curva de calibración, por lo que la ecuación anteriormente mostrada queda de la forma:

$$A_{T(\lambda)} = m_{cian,\lambda} * C_{cian} + m_{magenta,\lambda} * C_{magenta} + m_{amarillo,\lambda} * C_{amarillo} + m_{negro,\lambda} * C_{negro}$$

Ecuación 4

Una vez medida la absorbancia total, conociendo las pendientes  $m$ , se genera una ecuación con 4 incógnitas, y se pueden generar tantas ecuaciones como longitudes de onda con curvas de calibración se puedan generar, y como se explicó anteriormente, se determinó que se hacen las mediciones a cuatro longitudes de onda: 440nm, 575nm, 715nm y 840nm.

Al generarse un sistema de cuatro ecuaciones y cuatro incógnitas es posible obtener resultados de las concentraciones de cada uno de los pigmentos.

2.6.3 Mezclas sintéticas y residuos de tinta. Se han creado muestras sintéticas las cuales se muestran en la figura 10, por medio de la combinación de soluciones de tinta patrón con el fin de comprobar si algunas de las limitaciones expuestas para el cumplimiento de la ley de Lambert-Beer y la espectrofotometría diferencial ocurren o si es posible utilizar el método para la cuantificación de la mezcla de pigmentos en los residuos de tinta.

Figura 10. Mezclas sintéticas de tintas patrón



Fuente: elaboración propia.

En las tablas 12, 13 y 14 se encontrarán los resultados de concentración obtenidos a partir de las curvas de calibración en base a la absorbancia medida, la concentración real que tenía la respectiva mezcla y su comparación numérica de forma porcentual de cada mezcla sintética.

Tabla 12. Resultados de mezcla de tinta cian y magenta

	Calculado (%)	Real (%)	Diferencia (%)
C negro (%)	1,4200E-15	0	0
C amarillo (%)	1,7890E-14	0	0
C cian (%)	0,00375	0,00375	0
C magenta (%)	0,00370	0,00375	1,271

Fuente: elaboración propia.

Tabla 13. Resultados de mezcla de tinta amarilla y magenta

	Calculado (%)	Real (%)	Diferencia (%)
C negro (%)	0	0	0
C amarillo (%)	0,00369	0,00375	1,579
C azul (%)	0	0	0
C rojo (%)	0,00374	0,00375	0,405

Fuente: elaboración propia.

Tabla 14. Resultados de mezcla de tinta amarilla y cian

	Calculado (%)	Real (%)	Diferencia (%)
C negro (%)	0	0	0
C amarillo (%)	0,00371	0,00375	1,027
C cian (%)	0,00377	0,00375	0,637
C magenta (%)	0	0	0

Fuente: elaboración propia.

Con los resultados obtenidos es posible concluir que las curvas de calibración y el método son efectivos para la cuantificación de los pigmentos contenidos en los residuos de tinta ya que el error porcentual más alto encontrado es menor del 1.6% para las diversas mezclas de tintas que se realizaron. Con el uso de las curvas de calibración se realizó la solución del sistema de ecuaciones planteado y la absorbancia medida generando los resultados de la tabla 15, y finalmente, se obtiene que la concentración porcentual de los pigmentos se muestra en la tabla 16.

Tabla 15. Absorbancia calculada y real de los residuos de tinta

Longitud de onda (nm)	Abs calculada (A)	Abs medida (A)	Diferencia (%)
440	0,121	0,121	3,800E-08
575	0,300	0,304	1,172
715	0,036	0,035	4,082
840	0,024	0,025	4,143

Fuente: elaboración propia.

Tabla 16. Concentración calculada de pigmentos en residuos de tinta

Concentración (%)	Calculado (%)
Negro	0,065
Amarillo	0,038
Cian	0,003
Magenta	1,201

Fuente: elaboración propia.

A partir de los resultados obtenidos es posible observar que la concentración de los pigmentos en total es de 1,307% siendo el pigmento de mayor concentración el magenta, y posteriormente el negro, explicando así la tonalidad purpura que toma el residuo, la concentración es superior a la que es posible medir directamente en el espectrofotómetro, finalmente, conocer la concentración de pigmentos permite conocer la concentración de la resina que es de 2,536%.

## 2.7 RESUMEN DE RESULTADOS.

Para finalizar este capítulo se hará un resumen de todos los resultados obtenidos en los análisis para la caracterización de los residuos de tinta.

Para las tintas patrón la cantidad de sólidos no volátiles presentes son: para el color cian un 30,7229%, para el magenta un 29,2681%, para el color amarillo un 25,6037% y el color negro un 33,9379%. La cantidad de solventes presentes en los residuos de tinta es del 96,1573% y de sólidos un 3,8427%.

La densidad de los residuos de tinta es de 0,8265g/mL.

En las curvas de destilación en base a las mediciones de temperatura y densidad del destilado se estima que los solventes con una proporción significativa frente los demás solventes en la muestra son acetato de etilo, etanol y propanol, adicionalmente, se corrobora que la absorbancia de los solventes no es significativa en el espectro de medición.

De los barridos espectrales se conocen los picos y valles de absorbancia de las tintas patrón, con esta información se obtuvo que las mediciones para el método de espectrofotometría diferencial se realizarían a 440; 575; 715 y 840nm.

Las muestras sintéticas utilizadas para corroborar la precisión de las curvas de calibración arrojaron resultados favorables con un error máximo de 1,579%. Finalmente, en análisis de los residuos de tinta dio como resultado que la concentración de pigmento negro es de 0,065%, de amarillo es de 0,038%, de cian es de 0,003% y de magenta es de 1,201%, estas concentraciones a su vez permiten conocer que la concentración de la resina en los residuos es de 2,536%.

### 3. ALTERNATIVAS DE SEPARACIÓN

Este capítulo se explica la revisión bibliográfica de las alternativas para la separación de los pigmentos o los sólidos presentes en los residuos de tinta, la bibliografía encontrada aplicada para el tratamiento del material residual de las industrias de impresión o tintas de impresión no tiene un volumen considerable, por esta razón se recalca la pertinencia de esta investigación para contribuir al desarrollo sostenible del sector de impresión flexográfica y de la industria gráfica en general.

#### 3.1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

En el presente inciso se mencionan, explican y contextualizan los procedimientos, procesos e investigaciones encontradas que se encuentran relacionadas para el cumplimiento del segundo y tercer objetivo planteados para esta investigación:

La destilación azeotrópica fue propuesta en un artículo donde realizan el estudio de los residuos de tinta de una empresa de impresión los cuales se encuentran emulsificados con una porción importante de agua, así que para removerla proponen adicionar etanol absoluto para formar una mezcla azeotrópica de etanol-agua y realizar un proceso de destilación azeotrópico y así remover el agua presente en los residuos<sup>47</sup>.

La floculación se encuentra en una publicación científica donde se presenta un caso de estudio en el cual estudian el uso de diversas soluciones acuosas de cloruro de sodio a distintas concentraciones a una determinada temperatura y tiempo de retención para la floculación de sólidos presentes en los residuos de tinta que ellos han almacenado de empresas de impresión para luego separar estos sólidos por medio de un proceso de centrifugación<sup>48</sup>.

La ultrafiltración se propone como posible proceso para el tratamiento de aguas residuales procedentes de empresas productoras de tinta y látex por medio de un estudio del proceso de ultrafiltración a diferentes configuraciones y condiciones usando membranas de celulosa como medio filtrante<sup>49</sup>.

La adsorción asistida con película polimérica se propone como proceso efectivo para la remoción de tinta impresa en papel de la industria xerográfica añadiendo un surfactante y solventes para la remoción de de la tinta de papel impreso

---

<sup>47</sup> YAN, Fang, et al. Research on recycling and utilization of waste ink. En: Advanced materials research. Septiembre 2013. vol 800. p. 67-71.

<sup>48</sup> FULLANA. Op cit., p. 68-70.

<sup>49</sup> ERSU, Cagatayhan, et al. Ultrafiltration of ink and latex wastewaters using cellulose membranes. En: Desalination. Marzo 2004. vol 164, issue 1. p. 63-70.

residual en donde posteriormente, esta tinta removida por agitación por efecto del agente surfactante es adsorbida con distintos tipos de películas poliméricas<sup>50</sup>.

Se propone la flotación como proceso al existir publicadas diversas reviews sobre el estado del arte del proceso de flotación y la configuración de columnas de flotación usadas para el destintado de papel para su reciclado, se especifican además la teoría del proceso de flotación, el estado actual de esta tecnología, sus principios de funcionamiento y sus usos, encontrando que es un proceso utilizado para el destintado de papel residual para su reutilización<sup>51</sup>.

La hidrólisis es un proceso reactivo encontrado en la bibliografía que consiste en la reacción de grupos funcionales con ciertos compuestos en presencia de iones de un ácido o una base en medio acuoso, encontrando que la resina, la nitrocelulosa reacciona con este proceso en medio alcalino usando bases tales como hidróxido de sodio generando nitritos, nitratos y celulosa, con ello se plantea que es posible llevar a cabo una reacción de hidrólisis para separar los pigmentos de los residuos de tinta ya que la celulosa no es soluble en los solventes orgánicos presentes en los residuos de tinta y de esta forma se generarían dos fases diferenciables<sup>52 53</sup>.

### 3.2 MÉTODO DE SELECCIÓN DE ALTERNATIVAS

Para la selección de la alternativa a estudiar en el análisis de la separación de los residuos de tinta se ha empleado la metodología Pugh para el análisis multicriterio de diversas alternativas, usado para tomar decisiones de entre varias alternativas donde se ha de tener en cuenta varios factores simultáneamente<sup>54</sup>.

3.2.1 Criterios de selección. La metodología consistió inicialmente en proponer criterios de selección bajo los cuales se realizó la comparación de las alternativas, a continuación, se mencionan y explican aquellos que fueron usados:

---

<sup>50</sup> LIU, Rheng-Huan, et al. Highly efficient PET film-assisted adsorption process for the de-inking of xerographic wastepaper. En: Journal of the Taiwan institute of chemical engineers. Marzo 2010. vol 41, issue 3. p. 344-351.

<sup>51</sup> XING, Yaowen, *et al.* Recent experimental advances for understanding bubble-particle attachment in flotation. En: Advances in colloid and interface science. Agosto 2017. vol 246. p. 105-132.

<sup>52</sup> CHRISTOS, christodoulatos; TSAN-LIANG, Su. y AGAMEMNON, Koutsospyros. Kinetics of the alkaline hydrolysis of nitrocellulose. En: Water environment research. Marzo 2001. vol. 73. no. 2. p. 185-191.

<sup>53</sup> CHRISTOS, christodoulatos y TSAN-LIANG, Su. Destruction of nitrocellulose using alkaline hydrolysis. Center of Environmental Engineering. Stevens Institute of Technology. New Jersey. Mayo 1996.

<sup>54</sup> CERVONE, H. Frank. Applied digital library Project management Using Pugh matrix analysis in complex decision-making situations. En: OCLC Systems & Services: International digital library perspectives. 2009. vol 25. no. 4. p. 228-232.

Disponibilidad de equipos: como su nombre lo indica, aquí se tuvo en cuenta los materiales y equipos necesarios para realizar los experimentos requeridos, si se cuenta o no con la disponibilidad o existencia de tales equipos para su uso, el estado en el que se encuentran, el tiempo del que se dispone para el uso del equipo y si la resolución del equipo es significativa para la realización del análisis.

Disponibilidad de reactivos: en este criterio se tuvo en cuenta la existencia y disponibilidad de los reactivos necesarios para la experimentación de las alternativas de separación teniendo en cuenta concentraciones, especificaciones, calidad de los reactivos, en caso de no tener acceso a determinados reactivos estudiar la posibilidad del uso de compuestos de naturaleza similar que puedan cumplir la misma función que los usados en la bibliografía.

Especificidad: este criterio hace referencia a la cercanía en cuanto a los compuestos, mezclas o residuos objeto de estudio en las fuentes bibliográficas con los residuos de tinta de impresión flexográfica o los compuestos presentes en esta mezcla, ya que cuanto más relación o similitudes tenga la muestra objeto de estudio en la bibliografía con los residuos de tinta muestreados, mayor podría ser la posibilidad de obtener resultados favorables en la fase experimental por tener una muestra de estudio de naturaleza similar.

Viabilidad teórica: criterio en el cual se validó o no la viabilidad del método para la separación de los pigmentos y/o la resina de los solventes en los residuos de tinta en base a las estructuras, grupos funcionales y propiedades específicas de cada uno de los compuestos presentes en los residuos de tinta y con ello determinar qué tan factible es la separación, ya que esta únicamente puede lograrse si el principio de acción del método en cuestión genera el efecto deseado en la muestra tal que ocurra la separación de los compuestos en la mezcla.

Antecedentes: criterio en el que se evaluó la cantidad y pertinencia de las fuentes bibliográficas encontradas sobre el respectivo método de separación, esto debido a que la bibliografía encontrada es limitada, algunos datos específicos son omitidos lo que da pie a incertidumbres sobre la efectividad del método en los residuos de tinta, así pues, con este criterio se pretende evaluar la calidad de los antecedentes encontrados y así tener una base sólida sobre los resultados que se pueden obtener haciendo uso de su procedimiento de separación planteado.

3.2.2 Alternativas evaluadas. El siguiente paso fue especificar cuáles fueron las alternativas a evaluar, en base a la bibliografía explicada previamente, se propuso una alternativa por cada proceso de separación mencionado, obteniendo así que los procesos de separación posibles para la fase experimental tentativamente podrían ser:

- Destilación azeotrópica

- Floculación
- Ultrafiltración
- Adsorción asistida con película polimérica
- Flotación
- Hidrólisis

3.2.3 Prioridad de los criterios. Se procedió con la asignación de la prioridad o importancia que tendría cada uno de los criterios de selección, en una escala de entre 0 y 20 puntos, siendo 20 puntos un criterio con una importancia significativa que conlleve a la posibilidad de únicamente poder llevarse a cabo a nivel experimental si se cumplía estrictamente con el requisito del criterio, mientras que, se le asignaría 0 puntos a un criterio poco relevante que si bien ha de tenerse en cuenta para la selección no es de carácter imprescindible para la realización del proceso de separación a nivel experimental, así pues los puntajes y la justificación de los mismo fueron los siguientes:

Disponibilidad de equipos: 20 puntos. Debido a cuestiones de presupuesto, no se realizarían experimentos en los cuales se incurriera en la compra o alquiler de equipos que posean un alto costo a causa de haber sido requeridos para los experimentos y no se tuviera disponibilidad de uso del equipo o en los horarios y tiempos requeridos por la experimentación, así mismo, los equipos a utilizar debían estar en perfecto estado de funcionamiento para la correcta realización de los experimentos y análisis requeridos.

Disponibilidad de reactivos: 5 puntos. En base a las cantidades que se manejarían, el costo de algunos reactivos, la capacidad de reemplazarlos con otros reactivos de naturaleza o aplicaciones similares e incluso la propuesta de rutas de reacción que permitan la síntesis del compuesto deseado por medio de otros reactivos de los que se tuviera disponibilidad, por lo cual, este criterio tuvo poca relevancia debido a la existencia de múltiples alternativas para cumplir con el requerimiento de reactivos.

Especificidad: 5 puntos. Pese a que un método en su fuente bibliográfica no se encontrara estrechamente relacionado con los residuos de tinta esto no implica que su viabilidad para la separación sea nula, sin embargo, fue importante tener este criterio en cuenta ya que cuanto más cercana es la naturaleza de las sustancias objeto de estudio en la fuente bibliográfica, mayor es la confiabilidad en la viabilidad técnica del método y mayor sería la posibilidad de obtener resultados favorables durante la fase experimental.

Viabilidad teórica: 15 puntos. Fue de vital importancia reconocer la viabilidad que posee el método para separar los compuestos presentes en los residuos de tinta basada en la naturaleza de las sustancias que componían estos residuos y en el fundamento teórico del método, ya que si el método hacía uso de propiedades

específicas en su muestra de estudio que fueran diferentes a las que presenta los residuos de tinta, no sería posible realizar la separación.

Antecedentes: 10 puntos. A mayor información pertinente sobre el método se encontraría disponible implicaría una mejor comprensión de éste, con lo cual, se tendría un mejor manejo teórico y sería posible determinar o concluir con precisión las razones por las cuales funcionaría o no la alternativa de separación en los residuos de tinta.

3.2.4 Escala de puntaje. Los puntajes que se usaron para evaluar cada una de las alternativas de separación fueron en una escala de números enteros de entre 2 y -2 puntos, siendo 2 puntos una alternativa muy cercana a lo deseado para el criterio específico o que lo cumple satisfactoriamente, 0 puntos para una alternativa en la que no destaca o no posee una consideración, ni deseable, ni indeseable sobre el criterio, tal que no destaca frente a las demás alternativas pero no es indicio de su rechazo frente a las demás, y una puntuación de -2 para una alternativa deficiente, que no cumple con el criterio planteado y que por lo tanto, es probable que la alternativa no se lleve a cabo ya que supondría problemas significativos en cuanto a las limitaciones mencionadas para cada uno de los criterios.

3.2.5 Indicadores de selección. Para la selección de la alternativa, como se muestra en la tabla 17, se tuvo la evaluación de varios totales con los cuales finalmente se toma una decisión en base a la prioridad total calculada para cada alternativa de separación, el cálculo de cada total y su interpretación se describe a continuación:

#### Total +

Consiste en la sumatoria de los puntajes positivos (+2 o +1) de una alternativa en cada uno de los criterios evaluados, esto permite conocer cuan promisorio puede llegar a ser una alternativa únicamente teniendo en cuenta sus puntos fuertes.

#### Total -

Consiste en la sumatoria de los puntajes negativos (-2 o -1) que se le asignaron a una alternativa en cada uno de los criterios evaluados, de esta forma se puede observar que tantos inconvenientes y limitaciones puede presentar una alternativa durante su ejecución.

#### Total

Es la sumatoria de Total + y Total -, este estimador hace referencia a la comparación entre las ventajas que puede presentar la alternativa de separación frente a las desventajas de la misma de tal forma que un resultado positivo implica que en términos generales la alternativa presenta más ventajas que desventajas, mientras que un puntaje negativo implica que presenta más desventajas, en

cualquiera de los casos sin tener en cuenta la prioridad o importancia de los criterios.

#### Prioridad total

Es aquel parámetro con el que se seleccionó la alternativa de separación, el cálculo de este parámetro se realiza a partir de la ecuación 5, que consiste en la sumatoria de cada uno de los productos entre el puntaje asignado para la alternativa en el criterio (entre 2 y -2) y la prioridad del respectivo criterio (entre 20 y 0), siendo la alternativa con la mayor puntuación en este inciso la que fue seleccionada debido a que al igual que el Total, es una medida de que tan promisorio o desventajosa es una alternativa teniendo en cuenta todos los factores propuestos como son la totalidad de los criterios, los puntajes asignados a la alternativa en base a su desempeño para cumplir el criterio y finalmente tiene en cuenta la prioridad que presenta cada criterio, ya que no todos tienen la misma relevancia para llevar a cabo una alternativa a nivel experimental.

$$Prioridad\ total = \sum_{criterio=1}^5 Prioridad * Puntaje\ asignado$$

Ecuación 5.

Tabla 17. Análisis de las alternativas de separación

Criterio	Dis. de equipo	Dis. de reactivo	Esp.	Viab. teórica	Antec.	Total +	Total -	Total	P. total
Prioridad	20	5	5	15	10				
Destilación azeotrópica	2	2	2	0	1	7	0	7	70
Floculación	2	2	2	2	1	9	0	9	100
Ultrafiltración	-2	1	1	1	1	4	-2	2	-5
Adsorción con película polimérica	2	-2	1	2	1	5	-2	3	75
Flotación	-1	0	1	1	1	3	-1	2	10
Hidrólisis	2	2	2	2	1	9	0	9	100

Fuente: elaboración propia.

3.2.6 Justificación de la puntuación de alternativas. Las razones o justificación para la asignación de los puntajes de las alternativas en los distintos criterios fueron las siguientes:

Destilación azeotrópica:

Disponibilidad de equipos. 2 puntos. Esto se debe a que los equipos para realizar destilación fueron comunes, ya fuesen equipos especializados o bien realizando un montaje de destilación con materiales de vidrio tales como balones, codos y condensadores con una fuente de calor como una plancha de calentamiento, materiales con los que se tenía disponibilidad en los laboratorios donde se realizarían los ensayos.

Disponibilidad de reactivos. 2 puntos. Los únicos reactivos utilizados además del agua y tinta residual era etanol y agua, sustancias comunes y disponibles en gran cantidad.

Especificidad. 2 puntos. El objeto de estudio en su fuente fue agua residual con tinta proveniente de la producción de tinta de impresión, por lo cual, tenía una naturaleza similar a los residuos de tinta, en tanto que, mientras en el caso mencionado el “solvente” fue el agua, en el caso de estudio de este proyecto fueron solventes orgánicos volátiles.

Viabilidad teórica. 0 puntos. El método se utilizó para separar principalmente el agua de la tinta presente en el efluente y a partir de ella se reformuló para su aplicación en el sector de impresión, sin embargo, en este caso, lo que se pretendía separar eran solventes orgánicos de los pigmentos y si bien, la diferencia entre la presión de vapor entre los compuesto volátiles y no volátiles era alta, esto únicamente ha permitido separar los solventes orgánicos de los residuos de tinta que se estaban estudiando.

Antecedentes. 1 punto. La fuente bibliográfica principal de utilización del método presentaba resultados favorables para la separación de agua de la tinta permitiendo la reutilización de la tinta además de presentar el estudio de la misma por medios colorimétricos y de calidad de tinta en el proceso de reformulación ofreciendo datos adicionales a tener en cuenta para pasos o investigaciones posteriores.

Floculación:

Disponibilidad de equipos. 2 puntos. La floculación para su procedimiento únicamente requería tubos falcon y una centrífuga en cuanto a materiales y equipos, de los cuales se disponía, y no solo una centrífuga con control de revoluciones por minuto sino también con control de temperatura permitiendo

mantener esta variable a las condiciones del experimento o por lo menos, constantes y que no fuese fuente de interferencia.

Disponibilidad de reactivos. 2 puntos. Los reactivos requeridos fueron cloruro de sodio y agua destilada, los cuales eran de fácil acceso y se tenían en una cantidad mayor a la necesaria para los experimentos requeridos para los ensayos, sus posibles replicas y variaciones.

Especificidad. 2 puntos. Al igual que en este proyecto, el objeto de estudio empleado en la utilización de este método fueron residuos de tinta, a pesar de que no se especificó de qué clase de tinta de impresión provienen los residuos estudiados en la fuente bibliográfica.

Viabilidad teórica. 2 puntos. El método presentado proponía que es posible separar los pigmentos de los residuos de tinta de la resina y los solventes que tenían, lo cual es justamente el resultado esperado del proceso de separación a seleccionar.

Antecedentes. 1 punto. La principal fuente bibliográfica presentaba un gran espectro de datos de concentraciones utilizadas de cloruro de sodio para la separación de los sólidos presentes en los residuos, sin embargo, como se mencionó anteriormente, no se daban detalles sobre el origen de los residuos de tinta generando así una incertidumbre en que los resultados obtenidos fueran favorables.

Ultrafiltración:

Disponibilidad de equipos. -2 puntos. No fue posible obtener acceso a un equipo de ultrafiltración por lo que directamente no era posible llevar a cabo el proceso experimental ya que no era posible replicar este tipo de funciones sin equipos especializados para realizar este proceso.

Disponibilidad de reactivos. 1 puntos. El único reactivo o material que se requería para el experimento eran membranas de celulosa de las cuales se tenía una disponibilidad limitada pero suficiente para la realización de ensayos para el estudio del proceso.

Especificidad. 1 puntos. El objeto de estudio al igual que en el caso de la destilación azeotrópica era agua residual con tinta, la cual procedía de la fabricación de tintas, sin embargo, no se especificaba sobre la aplicación que se le daba a esa tinta o que componentes químicos poseía.

Viabilidad teórica. 1 puntos. El tamaño de partícula podría haber sido un factor a tener en cuenta una vez han sido conocidos los compuestos que constituyen los residuos de tinta y, por tanto, este podría ser un factor que permitiera la

separación de pigmentos y/o resina de compuestos de menor tamaño como los solventes orgánicos que constituían los solventes.

Antecedentes. 1 punto. Los datos que se presentaban eran suficientes y generaban resultados positivos para la remoción de la tinta del agua residual, sin embargo, los mejores resultados no superaban el 40% de remoción de tinta, por lo cual, esto mismo podría haber ocurrir con los residuos de tinta muestreados.

Adsorción con película polimérica:

Disponibilidad de equipos. 2 puntos. Para llevar a cabo ensayos sobre este método, solo se requería un contenedor que podía ir desde un tubo de ensayo, tubo falcon o un frasco de vidrio, de los cuales se disponía de gran cantidad y variedad.

Disponibilidad de reactivos. -2 puntos. Para estos ensayos se requerían de solventes y agentes surfactantes poco comunes tales como lauril alcohol, naftaleno e isoamil acetato, de los cuales no se tenía disponibilidad a ninguno de ellos.

Especificidad. 1 punto. El objeto de estudio del método era separar tinta xerográfica en papel residual tal que se adhiriera a una película polimérica, que para el caso de la composición de la tinta esto implicaría una separación de la resina y los pigmentos de un sustrato a otro lo cual era de utilidad ya que eventualmente se podrían haber volatilizado los solventes y recuperado los pigmentos y resina remanentes de tal proceso y haber sido recuperados mediante este método.

Viabilidad teórica. 2 puntos. La captura de los pigmentos y resina en micelas por el efecto de los solventes y el agente surfactante por el momento dipolar que presentan estos compuestos podría haber permitido una diferenciación de éstos con los solventes contenidos en los residuos de tinta, y posteriormente la resina y pigmentos podrían haber sido adsorbidos por la película polimérica.

Antecedentes. 1 punto. En la principal fuente bibliográfica del método se estudiaban diversas variables que podrían haber afectado el proceso, tales como el efecto en la agitación, la temperatura, el tipo de polímero usado en la película, otro tipo de agente surfactante y el tiempo de retención, sin embargo, no se conocía de forma precisa que clase de pigmentos se encontraban presentes en la tinta impresa a la que sometían al proceso.

Flotación:

Disponibilidad de equipos. -1 puntos. El proceso de flotación no requería un montaje complejo pues únicamente era necesario un contenedor, mangueras

neumáticas y bombas de aire, sin embargo, para haber hecho un estudio a profundidad del proceso estudiando la superficie de burbuja, su cantidad y frecuencia, entre otros, no se hubiese podido realizar un estudio a profundidad sin un equipo especializado del que no se tenía disponibilidad.

Disponibilidad de reactivos. 0 puntos. En la fuente bibliográfica principal no se especifica de forma clara que reactivos podrían haber sido necesarios para realizar el proceso para que funcionara para la separación de pigmentos en los residuos de tinta.

Especificidad. 1 punto. Se indicaba que proceso era ampliamente usado para la separación de tinta en papel impreso, lo cual implicaba una separación de resina y pigmentos del sustrato, sin embargo, no se menciona que tipo de tinta se podía separar, su grado de remoción o que compuestos específicamente se lograban separar mediante este proceso.

Viabilidad teórica. 1 punto. Como se mencionó anteriormente el proceso de flotación podría separar los pigmentos y resina del papel siendo arrastrados a la parte superior por burbujas de aire, no obstante, esto no garantizaba que tuviese el mismo comportamiento en la mezcla líquida con solventes orgánicos como se encontraba en los residuos de tinta.

Antecedentes. 1 punto. La fuente bibliográfica principal detallaba aspectos muy específicos sobre los principios en los que se basaba el método tal como las interacciones que causaban las fuerzas de atracción y adherencia entre partículas sólidas en la superficie de las burbujas de aire, los principales arreglos que permitían obtener una mayor eficiencia en determinadas condiciones, pero no se especificaba configuraciones ni propiedades para la remoción de tinta en base a su composición química o que factores podrían permitir que el proceso fuese efectivo.

Hidrólisis:

Disponibilidad de equipos. 2 puntos. El proceso de hidrólisis únicamente requería de un contenedor de vidrio para llevar a cabo el proceso y un equipo para el control de temperatura como una mufla, materiales y equipos de los que se tenía disponibilidad.

Disponibilidad de reactivos. 2 puntos. Para realizar el proceso de hidrólisis se necesitaba de ácidos o bases según fuera el caso, agua y un solvente que permitiera la solubilización de éste, el cual pudo variar en base a las propiedades de solubilidad que presentara el ácido o la base, en los laboratorios se tenía disponibilidad de una gran variedad de ácidos y bases para el estudio de su efectividad en el proceso de hidrólisis en los residuos de tinta.

Especificidad. 2 puntos. Si bien el objeto de estudio no estaba relacionado con tinta o residuos similares, se trataba de nitrocelulosa, el cual era el mismo compuesto utilizado como resina en la formulación de las tintas presentes en los residuos muestreados.

Viabilidad teórica. 2 puntos. La presencia de una base y agua generaba iones en solución los cuales reaccionaban con el nitrógeno parcialmente cargado que se encontraba en la parte externa de la estructura de la nitrocelulosa generando por una parte nitratos y nitritos en solución y por otra parte celulosa, a partir del estudio de las propiedades de esta última, fue posible encontrar que no era una sustancia soluble en los solventes orgánicos presentes en los residuos de tinta al igual que los pigmentos, con lo cual, si se llegaba a transformar la nitrocelulosa presente en celulosa por medio de un proceso de hidrólisis, esta generaría una fase diferenciada a los solventes orgánicos junto a los pigmentos.

Antecedentes. 1 punto. De las fuentes bibliográficas encontradas se encontraba un análisis del proceso donde estudiaban el efecto de diversos hidróxidos para la hidrólisis alcalina de nitrocelulosa, el efecto en la concentración de hidróxidos, la temperatura y el tiempo en la cantidad de nitrocelulosa hidrolizada, así como un estudio de la cinética de esta reacción específicamente con hidróxido de sodio.

### 3.3 SELECCIÓN DE ALTERNATIVA

Como se ha indicado anteriormente, a través de este método, la selección de la alternativa fue posible teniendo en cuenta criterios ajustados a las limitaciones, alcance y fuentes bibliográficas encontradas en la realización del proyecto y evaluando cada uno de estos criterios en base a lo que se requiere cumplir con la alternativa a seleccionar que es la separación de los pigmentos y/o la resina de los demás compuestos presentes en los residuos de tinta.

Las alternativas con los puntajes positivos más altos fueron la floculación y la hidrólisis, de tal manera que se llevó a cabo el estudio de la floculación para separar los residuos de tinta, en donde, según los resultados obtenidos en caso de no ser favorables, se estudiaría la hidrólisis como método de separación, la razón por la cual se da prioridad al estudio de la floculación es debido a que la fuente bibliográfica que propuso este procedimiento también los realizó en residuos de tinta de forma satisfactoria sin cambiar químicamente los compuestos presentes en los residuos por lo que captó un mayor interés que el cambio químico de la resina para la separación que se generaba por medio del proceso de hidrólisis.

### 3.4 RESUMEN

Diversas alternativas para llevar a cabo la separación de pigmentos en residuos de tinta fueron encontradas a través de búsquedas bibliográficas, cada una de estas alternativas de separación difería significativamente unas de otras tanto en

materiales, quipos, reactivos y requerimientos para su realización, por lo que fue necesario del uso de una metodología para la evaluación y selección de alternativas que permitiera la selección objetiva de una o máximo dos de estas por medio de la propuesta y evaluación de criterios de selección que fueran relevantes para la realización a nivel experimental de la alternativa de separación seleccionada.

Finalmente, una vez propuestos los criterios de la disponibilidad de equipos, de reactivos, la relación en las muestras de estudio, la viabilidad teórica y los antecedentes encontrados, y asignada la relevancia que tenían para la toma de decisiones, se realizó una escala de puntuación que permitiera calificar cada uno de las alternativas de separación y obtener un parámetro numérico que permitiera decidir de entre las alternativas de separación, aquella que cumpliera en mejor medida con los criterios propuestos frente a las demás alternativas de separación.

Se obtiene que en primera instancia se llevaría a cabo la experimentación y el estudio de la floculación y en base a los resultados obtenidos, si fuesen favorables para la separación de los pigmentos se estudiaría en profundidad el proceso, sin embargo, si los resultados obtenidos con el método fuesen desfavorables, se realizaría la experimentación y estudio del proceso de hidrólisis de la resina para la separación de los pigmentos.

## 4. RESULTADOS EXPERIMENTALES DE SEPARACIÓN

Como se indicó en el capítulo previo, inicialmente se llevará a cabo la experimentación del proceso de floculación expuesto por Fullana<sup>55</sup>, éste indica que es posible realizar la floculación de pasta de tinta disolviendo con etanol y agregando solución de cloruro de sodio al 10%, según la proporción añadida, indica que es posible separar tanto las resinas como los pigmentos de los solventes.

### 4.1 FLOCULACIÓN

El uso de cloruro de sodio para la precipitación de compuestos coloidales en agua funciona en algunas ocasiones<sup>56</sup>, esto se genera debido a la neutralización de las cargas de el o los compuestos coloidales por acción de los iones liberados por la solubilización de la sal, todos los experimentos mencionados posteriormente, una vez agitados y homogeneizados, se enviaron a centrifugar a 6000rpm por 30 minutos a 20°C., para realizar este ensayo se tuvieron en cuenta cambios en distintas variables.

4.1.1 Proporción de solución de sal. Se realizaron varios ensayos con proporciones de 95; 80; 66; 50; 25 y 10% de residuos de tinta y solución de cloruro de sodio al 10% y al 30%, sin embargo, no hubo precipitación de los sólidos tal como se muestra en la figura 11, las soluciones al 30% de NaOH no presentaban una mezcla homogénea con los residuos de tinta, mantenían dos fases fácilmente diferenciables, la fase pesada con la solución agua y cloruro de sodio y la fase ligera con los residuos de tinta, no se produjo una separación de los pigmentos. Dos de los resultados obtenidos se muestran en la figura 11.

Figura 11. Mezclas al 66 y 50% de residuos con solución al 30% de NaOH



Fuente: elaboración propia.

<sup>55</sup> FULLANA, Andrés. Op cit.

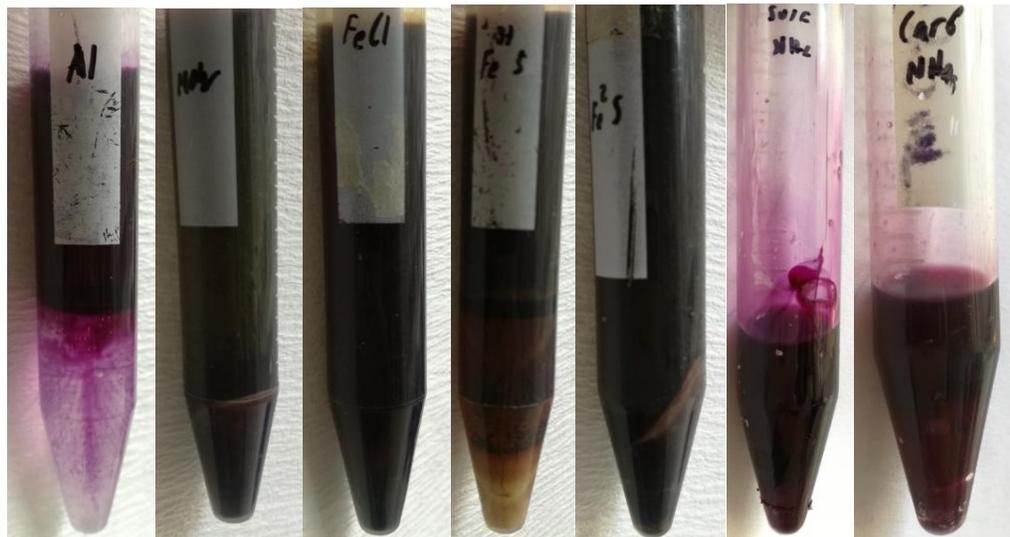
<sup>56</sup> Ibid.

4.1.2 Concentración de solución de sal. Se ha variado la concentración de cloruro de sodio desde el 0,5% hasta el punto de saturación de sal en agua que es el 30%, se experimentó usando proporciones de 1; 25; 50; 66 y 90%, sin resultados favorables para la precipitación de sólidos, se diferenciaban la fase acuosa y la fase solvente para las altas concentraciones de cloruro de sodio, para las bajas concentraciones el agua se mezclaba con los residuos de tinta y las precipitaba al no presentar solubilidad en solventes orgánicos.

4.1.3 pH. A partir de una solución al 10% de cloruro de sodio, se ha cambiado el pH de cada experimento, desde 1 con ácido clorhídrico hasta 14 con hidróxido de sodio, los pH ácidos y la adición de solución no generaron resultados favorables, sin embargo a los pH básicos se generaba un cambio de color en los residuos de tinta, debido a que al solubilizar la sal, los cationes sodio remplazan el calcio en su estructura provocando el cambio de color, la adición de sal no influyó en la precipitación de sólidos sin importar el pH de la mezcla.

4.1.4 Sales. Se experimentó el cambio de sales, ya que muchas de ellas son usadas para procesos de floculación y neutralización de cargas en diversas soluciones, por ello se han utilizado sales de hierro, amonio, aluminio, entre otras, para ello se han mezclado residuos de tinta con soluciones saturadas de diversas sales que se mencionan a continuación, las figuras 12 y 13 son un compendio de los resultados obtenidos con cada una de las sales.

Figura 12. Resultado del uso de algunas sales de estudio



Fuente: elaboración propia.

Sulfato de aluminio. La solución de sulfato de aluminio y agua destilada no se solubilizó en los residuos de tinta, se mantuvieron dos fases líquidas diferenciadas sin ocurrir algún cambio en los residuos de tinta.

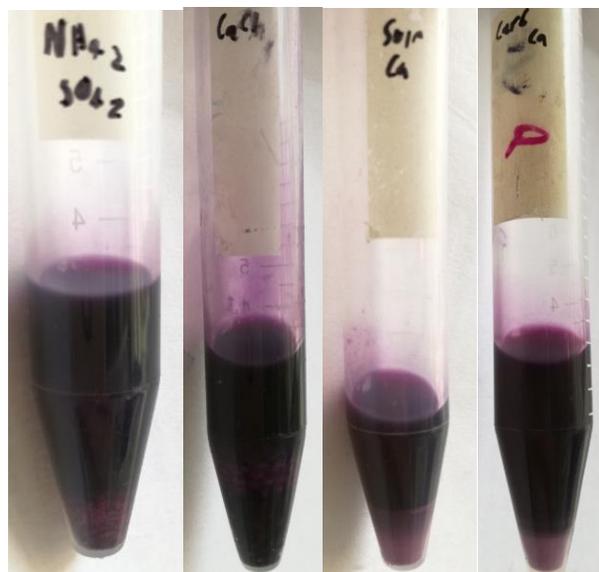
Sal de Mohr. La sal de Mohr (sulfato ferroso amónico) es una doble sal de hierro y amonio, sin embargo, al agregarse a los residuos de tinta, la sal precipita al perder solubilidad en el medio.

Tricloruro férrico. Se solubiliza junto a los residuos de tinta, sin embargo, no favoreció la precipitación de la resina o los pigmentos y no se presenta una aclaración de la muestra.

Sulfato de hierro (III) y sulfato de hierro (II). Su uso resultó en la precipitación de la sal sin disminuir la coloración de la fase líquida debido a la pérdida de solubilidad de la sal en la mezcla entre la sal, el agua y los residuos de tinta.

Sulfato de amonio y carbonato de amonio. Al igual que otras sales, estas sales han precipitado en la mezcla de solución de sal en agua con residuos de tinta sin generar un efecto significativo en la mezcla resultante.

Figura 13. Resultado del uso otras sales de estudio



Fuente: elaboración propia.

Cloruro de calcio. Ha precipitado al adicionar los residuos de tinta sin hacer algún cambio en la mezcla ni cambio de color.

Sulfato de calcio. Precipita la sal en la adición de los residuos de tinta, sin disminuir la opacidad en los residuos de tinta, indicativo que no ha generado precipitación de la resina o los pigmentos.

Carbonato de calcio. Al igual que las demás sales de calcio, también ha precipitado al añadir los residuos de tinta sin generar ningún efecto en la mezcla de solución los residuos de tinta.

4.1.5 Resumen. La sal de aluminio impidió la solubilización del agua en los residuos de tinta, manteniendo separada la fase acuosa con la sal y la fase solvente de los residuos de tinta. En términos generales, las sales se encuentran limitadas por su solubilidad en solventes orgánicos como los presentes en los residuos de tinta, aquellas sales que si logran solubilizarse en la mezcla no realizan un efecto en la precipitación de sólidos porque no logran interactuar con la carga negativa de la nitrocelulosa por no lograr se parar los iones que componen la sal uno de los cuales se espera que interactuara con la resina.

## 4.2 NEUTRALIZACIÓN DE CARGAS

Uno de los métodos para rompimiento de emulsiones y precipitación de compuestos coloidales es la neutralización de cargas, al ser la nitrocelulosa la causante de la estabilidad la cual posee principalmente carga negativa en la parte exterior de su estructura, la teoría indica que uno de los agentes floculantes catiónicos más usados son las aminas cuaternarias, por lo que en base a la disponibilidad de reactivos en el Tecnoparque del SENA nodo Bogotá, se utilizaron los siguientes compuestos:

- N-Cetil-N,N,N-Trimetilamonio Bromuro.
- Tetrametiletilendiamina (TEMED).
- Trietanolamina

Los resultados de estos análisis es que sí ocurre una cierta precipitación de sólidos y aclaramiento de la fase líquida, sin embargo, seguía presentando una opacidad superior al nivel de medición del espectrofotómetro para el caso del N-Cetil-N,N,N-Trimetilamonio Bromuro y la trietanolamina, sin embargo, para el caso del TEMED (figura 14) ocurre una precipitación de los sólidos presentes en la mezcla, pero a su vez, se genera un cambio de color en la fase líquida resultante y la fase sólida que precipita, por lo que no es deseable a fin de conservar las características colorimétricas de los pigmentos.

Figura 14. Resultado del uso de TEMED



Fuente: elaboración propia.

### 4.3 HIDRÓLISIS

Al conocer la acción del hidróxido de sodio en el pigmento rojo, se ha estudiado la adición de hidróxidos a los componentes presentes en los residuos de tinta, encontrando así que a altos pH, la nitrocelulosa puede ser hidrolizada alcalinamente<sup>57</sup>.

4.3.1 Hidróxidos. Para conocer el efecto de la adición de hidróxidos a los residuos de tinta, se ha experimentado con:

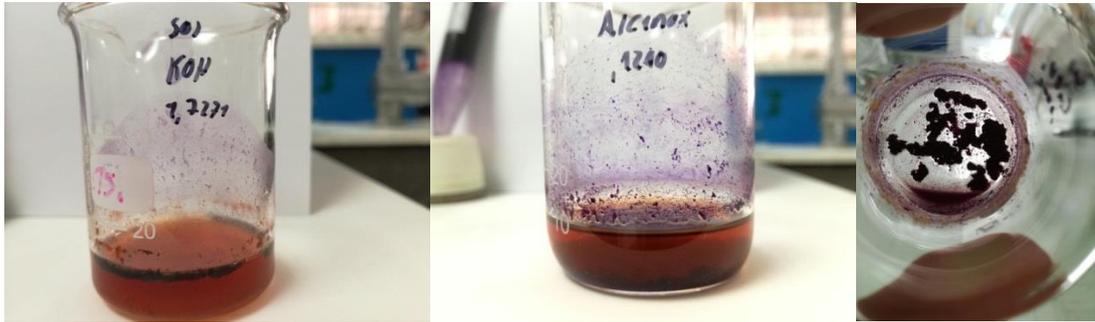
- Hidróxido de sodio.
- Alconox®.
- Hidróxido de tetrametilamonio.
- Hidróxido de calcio.
- Hidróxido de potasio.
- Hidróxido de amonio.

Se ha realizado la experimentación con solución saturada de cada hidróxido y con hidróxido sin disolver, algunos resultados se muestran en la figura 15.

---

<sup>57</sup> CHRISTOS, christodoulatos; TSAN-LIANG, Su. y AGAMEMNON, Koutsospyros. Op cit. p. 185-191.

Figura 15. Resultado de la prueba de hidróxido de potasio, Alconox® e hidróxido de calcio



Fuente: elaboración propia.

Los ensayos realizados fueron con 10mL de solución de hidróxido en agua destilada con 4mL de residuo de tinta a una temperatura de 40°C durante 12 horas.

La hidrólisis de la resina genera la separación de ésta junto a los pigmentos de la fase líquida con solventes, los hidróxidos en solución generaron un cambio de color indeseado se estima que es causado por su reacción con el pigmento rojo, problema que se presenta en una menor medida usando el hidróxido de calcio al generar una fase líquida con una menor opacidad en comparación con las fases líquidas resultantes de los ensayos con los demás hidróxidos, así pues, se procedió con el estudio de la hidrólisis de nitrocelulosa con hidróxido de calcio.

#### 4.3.2 Hidrólisis con hidróxido de calcio.

Se realizó una dilución saturada agregando 0,0951g de hidróxido de calcio en 50mL de solución con agua destilada, de esta solución se añadió 15; 10; 5; 2; 1; 0,5; 0,2 y 0,1mL, respectivamente se añadió 5; 10; 15; 18; 19; 19,5; 19,8 y 19,9mL de residuos de tinta, el análisis fue llevado a cabo a 45°C durante 12 horas, una vez transcurrido este tiempo, se obtuvo lo que se observa en la figura 16, donde únicamente se observa un cierto grado de hidrólisis en los ensayos de 15 y 10mL de solución de hidróxido, los resultados se muestran en la figura 16.

Figura 16. Resultados del primer ensayo de hidrólisis con hidróxido de calcio



Fuente: elaboración propia.

Para el ensayo con 10mL de solución de hidróxido, la fase líquida era demasiado opaca para ser medida por el espectrofotómetro, en el caso del ensayo con 15mL de solución se obtuvo que la absorbancia de la fase líquida a 440 nm fue de 0,309A, a 575 nm fue de 0,315 A, a 715 nm fue de 0,006 A y a 840 nm fue de 0,004 A las cuales dan como resultado la ausencia de pigmentos azules y negros, además, concentraciones de amarillo 0,007% y magenta de 0,011%.

Una vez observados los resultados, se estudió el posible efecto que tiene la concentración de hidróxido de calcio y la concentración de agua en la hidrólisis de nitrocelulosa.

Para el efecto de la concentración de agua se realizaron ensayos con las siguientes características (tabla 18):

Tabla 18. Diseño experimental para el efecto del agua

CaOH (g)	Agua (mL)	Residuo (mL)	Concentración de CaOH (%)	Concentración de agua (%)	Concentración de residuo (%)
2,1028	20,000	10,00	3,069	64,621	32,310
1,3987	10,000	10,00	3,069	48,466	48,465
1,0501	5,000	10,00	3,069	32,310	64,621
0,7706	1,000	10,00	3,069	8,712	88,219
0,7353	0,500	10,00	3,069	4,616	92,315
0,7071	0,100	10,00	3,069	0,960	95,971

Fuente: elaboración propia.

Para el efecto de la concentración de hidróxido de calcio se realizaron ensayos con las siguientes características (tabla 19):

Tabla 19. Diseño experimental para el efecto del hidróxido de calcio

CaOH (g)	Agua (mL)	Residuo (mL)	Concentración de CaOH (%)	Concentración de agua (%)	Concentración de residuo (%)
3,0062	7,880	10,00	9,189	40,022	50,789
2,0021	7,270	10,00	4,977	40,001	55,022
1,0011	6,970	10,00	2,596	40,006	57,398
0,5004	6,820	10,00	1,327	40,009	58,664
0,2495	6,750	10,00	0,671	40,028	59,301
0,1010	6,700	10,00	0,270	40,011	59,719

Fuente: elaboración propia.

Figura 17. Resultado del cambio de concentración de agua e hidróxido



Fuente: elaboración propia.

Los resultados fueron deficientes, pues en algunos casos, tal como se muestra en la figura 17 ni siquiera ocurría el proceso de hidrólisis, mientras que, en otros ensayos, el hidróxido de calcio precipitaba formando una capa sólida en el fondo del recipiente, ninguna de las fases líquidas era lo suficientemente clara como para ser analizada con el espectrofotómetro.

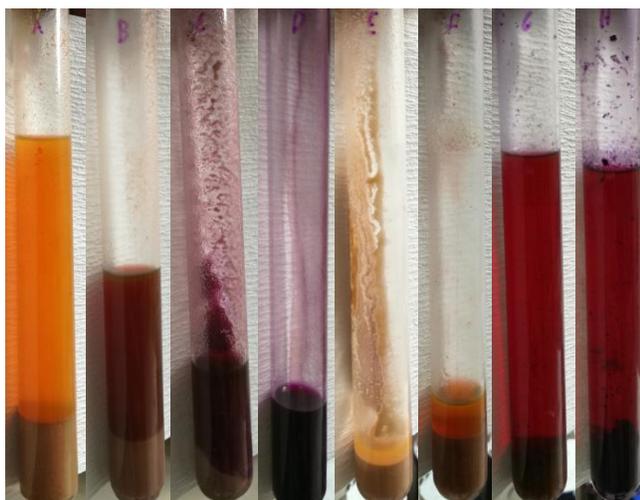
Nuevas experimentaciones fueron realizadas variando la concentración de agua, dejando constante la concentración de hidróxido de calcio y viceversa, el factor diferenciador con la experimentación anterior es el orden en el que se añaden los componentes en el recipiente donde se realizaría la hidrólisis, primero se ha añadido los residuos de tinta y posteriormente se añadió la solución de hidróxido de sodio en agua destilada a las concentraciones que se mencionaran en la tabla 20 obteniendo así lo observado en la figura 18.

Tabla 20. Concentraciones del ensayo de hidrolisis con diferente orden

Ensayo	CaOH (g)	Agua (mL)	Residuo (mL)	CaOH (%)	Agua (%)	Residuo (%)
A	1,0205	10,00	5,000	2,984	64,678	32,338
B	0,6818	5,00	5,000	2,984	48,508	48,508
C	0,4027	1,00	5,000	2,984	16,169	80,847
D	0,3754	0,50	5,000	2,984	8,820	88,196
E	1,0026	10,15	5,000	2,899	65,055	32,046
F	0,5015	9,73	5,000	1,512	65,057	33,431
G	0,2512	9,50	5,000	0,774	65,010	34,216
H	0,1001	9,40	5,000	0,313	65,073	34,614

Fuente: elaboración propia.

Figura 18. Resultados de hidrolisis añadiendo residuos primero



Fuente: elaboración propia.

Los resultados fueron significativos en comparación con el grupo de ensayos realizados anteriormente, dando como resultado que el orden de adición de los compuestos al recipiente tiene efectos en el proceso de hidrólisis, probablemente debido a la insolubilidad del hidróxido de calcio en alcoholes con lo que añadiendo la solución primero, el exceso de hidróxido queda directamente en el fondo del recipiente y al añadir los residuos de tinta y agitar, los alcoholes presentes disminuirían aún más la solubilidad limitada del hidróxido de calcio en el agua, adicionalmente, concentraciones de hidróxido de calcio por encima del 1,5% generan una fase líquida con una coloración similar al naranja, esto se atribuye a que ocurren reacciones entre el hidróxido de calcio y uno o varios pigmentos generando este color.

En base a la variación de la concentración de agua, altas concentraciones de agua favorecen el proceso de hidrólisis, para el ensayo con un 8,820% de agua no ocurre el proceso de hidrólisis y para las concentraciones de 16,170% y 48,508% de agua, la hidrólisis ocurre parcialmente, la fase ligera ve disminuida su opacidad, pero no lo suficiente como para ser medida en el espectrofotómetro.

En el caso del cambio en la concentración de hidróxido de calcio, se obtiene que a concentraciones por encima del 1,512% se presentan las reacciones con los pigmentos, por el contrario, a concentraciones por debajo del 0,774% se presenta una hidrólisis de nitrocelulosa que disminuye la opacidad de la fase líquida de forma considerable, para el ensayo G y H se obtuvieron los siguientes datos de absorbancia (tabla 21):

Tabla 21. Absorbancia de las pruebas G y H

Ensayo	Absorbancia			
	440nm	575nm	715nm	840nm
G	1,382	NA	0,045	0,036
H	1,488	NA	0,012	0,006

Fuente: elaboración propia.

La absorbancia a 575nm para ambos ensayos estaba por encima del rango de medición del espectrofotómetro, sin embargo, es evidenciable que el proceso permite separar de la fase líquida los pigmentos negros y cian en una gran proporción, y en menor medida el pigmento amarillo y el magenta.

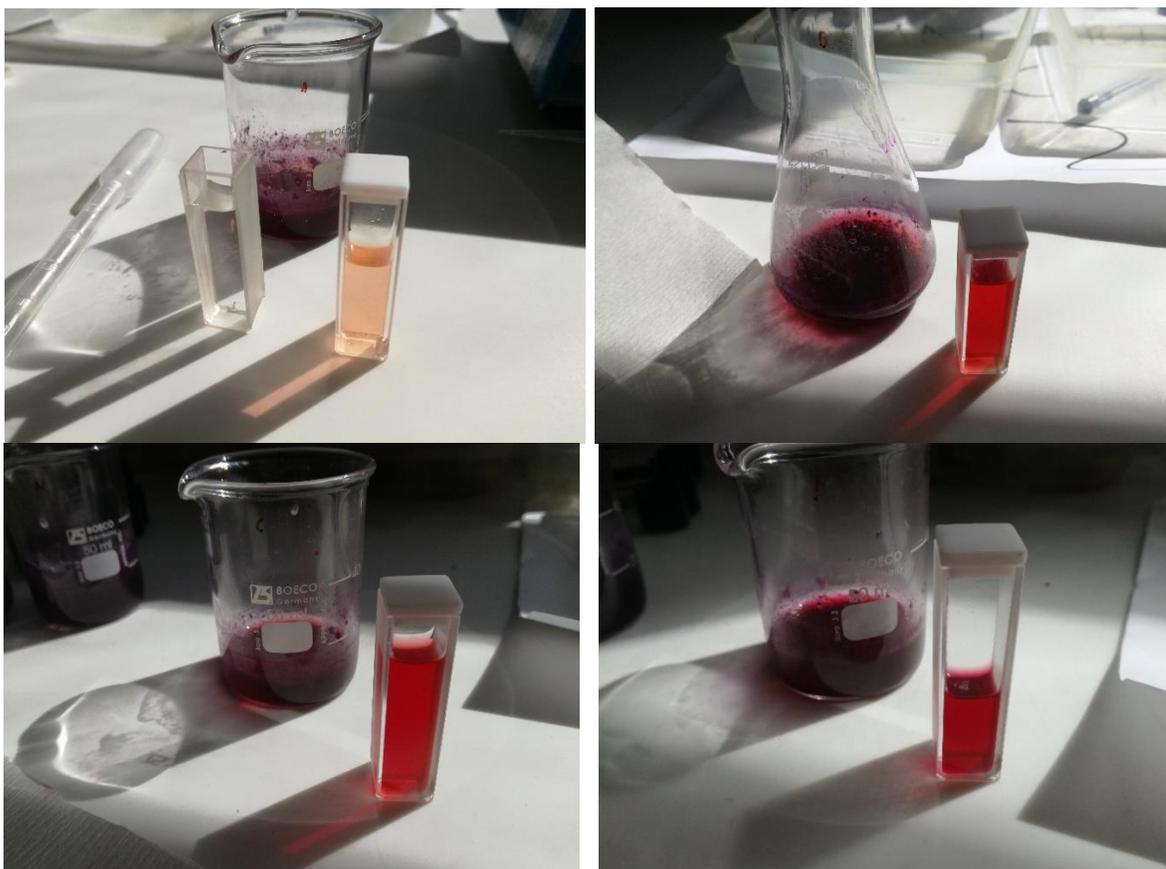
Se ha realizado una última experimentación para comprobar el efecto de la concentración de agua y de hidróxido en el proceso de hidrólisis cuyos resultados se muestran en las figuras 19 y 20, a partir de las siguientes proporciones (tabla 22):

Tabla 22. Concentraciones del ensayo de hidrolisis final

Ensayo	CaOH (g)	Agua (mL)	Residuo (mL)	Residuo (%)	CaOH (%)	Agua (%)
A	0,0804	9,964	4,000	28,57	0,26	71,17
B	0,0804	8,964	5,000	35,71	0,26	64,03
C	0,0804	7,964	6,000	42,86	0,26	56,88
D	0,0804	6,964	7,000	50,00	0,26	49,74
E	0,0804	9,964	4,000	28,57	0,26	71,17
F	0,0704	9,964	4,005	28,60	0,23	71,17
G	0,0604	9,964	4,010	28,64	0,20	71,17
H	0,0504	9,964	4,015	28,67	0,16	71,17

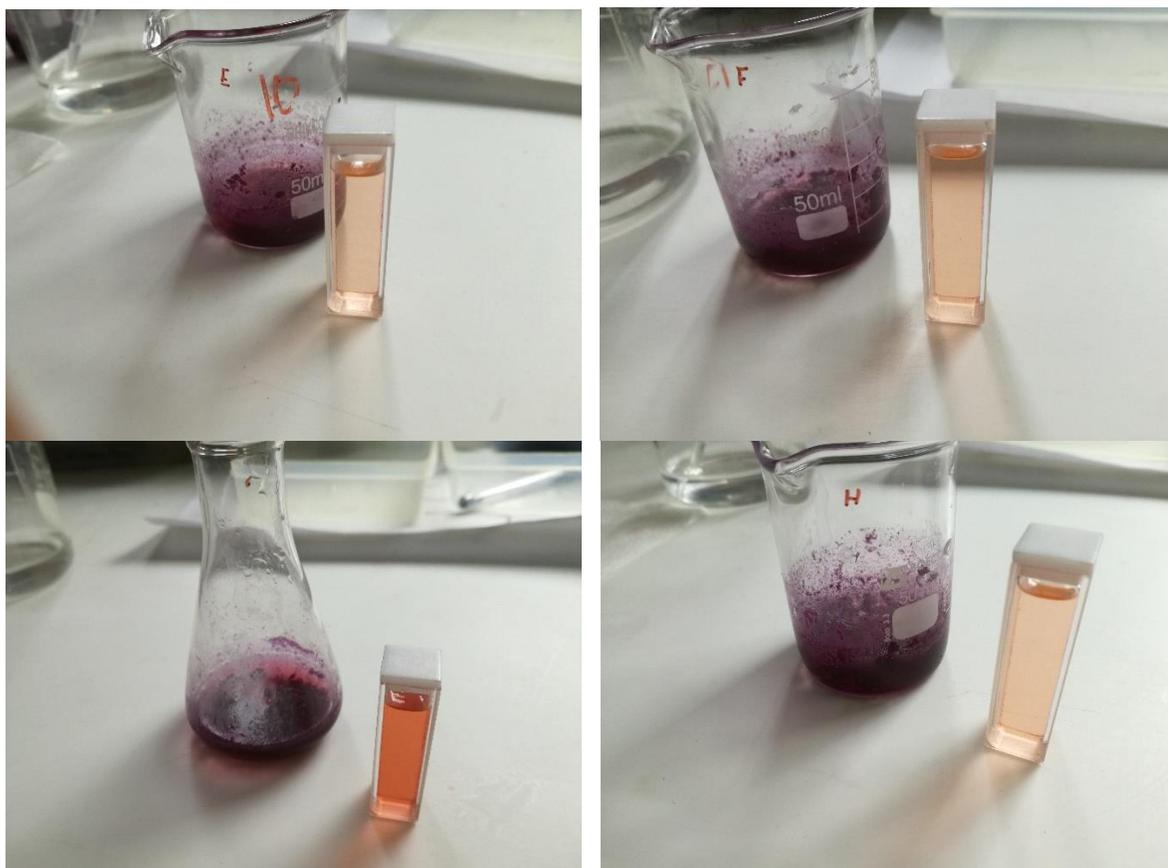
Fuente: elaboración propia.

Figura 19. Resultados del experimento A, B, C y D



Fuente: elaboración propia.

Figura 20. Resultados del experimento E, F, G y H



Fuente: elaboración propia.

Tabla 23. Resultados de absorbancia del experimento final

Longitud de onda (nm)	Ensayo	A	B	C	D	E	F	G	H
440	1	0,252	1,285	1,675	1,871	0,166	0,179	0,212	0,582
	2	0,250	1,284	1,675	1,869	0,168	0,179	0,211	0,585
575	1	0,075	1,000	1,717	NA	0,041	0,033	0,062	0,268
	2	0,074	1,000	0,062	NA	0,042	0,031	0,062	0,269
715	1	0,027	0,026	0,049	0,093	0,010	0,011	0,024	0,060
	2	0,028	0,025	0,050	0,091	0,013	0,010	0,024	0,059
840	1	0,020	0,018	0,027	0,072	0,008	0,010	0,023	0,054
	2	0,021	0,020	0,028	0,070	0,010	0,009	0,024	0,056

Fuente: elaboración propia.

A partir de la absorbancia presentada por la fase líquida (tabla 23) se puede observar que tanto la concentración de hidróxido como la de agua son factores

fundamentales en el proceso de hidrólisis de la nitrocelulosa, comprobado por medio de análisis de varianza realizados a los resultados obtenidos los cuales se muestran a continuación teniendo en cuenta que la hipótesis nula ( $H_0$ ) es que no hay diferencia significativa en la absorbancia con el cambio en la concentración de agua (grupos A, B, C y D) y de hidróxido de calcio (grupos E, F, G y H) según sea el caso, a una determinada proporción y una longitud de onda específica, además, las tablas de resultados de los análisis anova se encuentran en el anexo E.

Tabla 24. Resultados de análisis anova de los grupos A, B, C y D

Longitud de onda (nm)	F	Fcrit	Criterio $H_0$
440	925982,1	6,5914	Se rechaza
575	8136891	9,5521	Se rechaza
715	2668,667	6,5914	Se rechaza
840	1040,362	6,5914	Se rechaza

Fuente: elaboración propia.

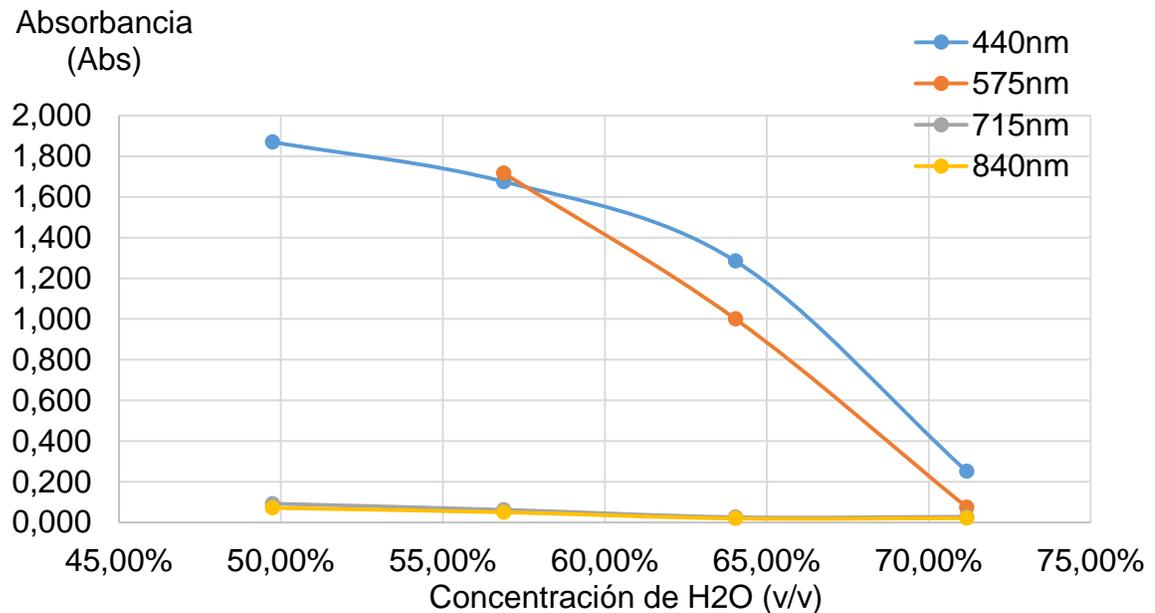
Tabla 25. Resultados de análisis anova de los grupos E, F, G, y H

Longitud de onda (nm)	F	Fcrit	Criterio $H_0$
440	45586,38	6,5914	Se rechaza
575	33669,78	6,5914	Se rechaza
715	764,2121	6,5914	Se rechaza
840	744,6667	6,5914	Se rechaza

Fuente: elaboración propia.

Los análisis de varianza realizados con un  $\alpha$  de 0,05 (tablas 24 y 25) dan como resultado unánime que tanto el cambio en la concentración de agua como el de hidróxido de calcio, tienen un efecto significativo en la absorbancia que presenta la fase líquida resultante el proceso de hidrólisis, a su vez, a partir de las gráficas que se presentan a continuación se puede evidenciar que aunque la concentración de hidróxido de calcio sea un factor importante, el efecto del agua en el proceso de hidrólisis tiene un efecto mayor en el cambio de absorbancia.

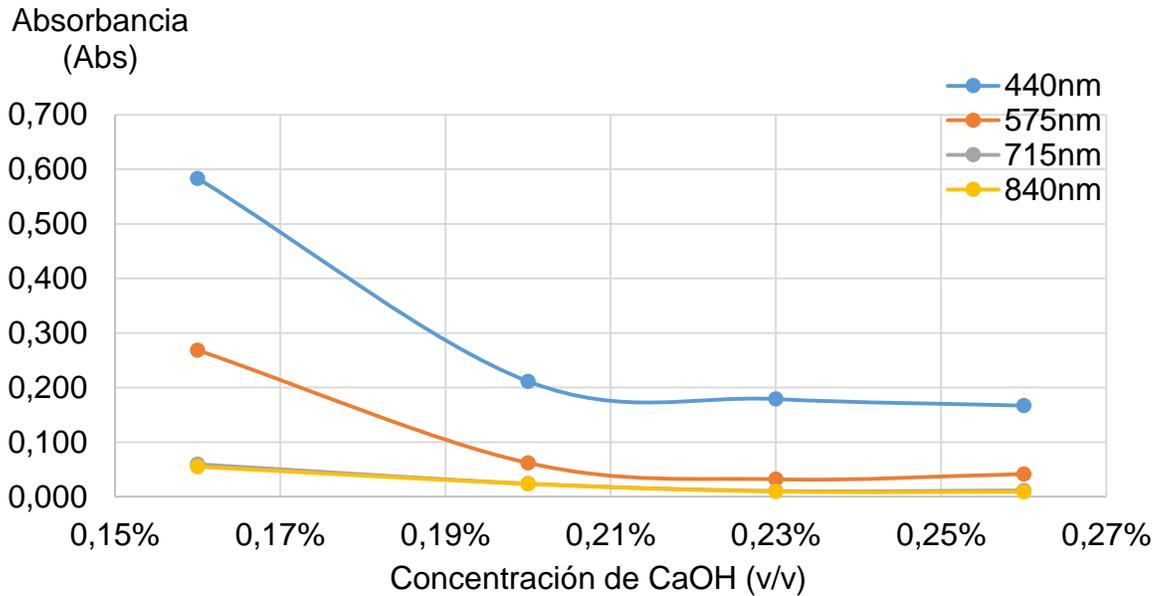
Gráfica 14. Cambio en la absorbancia por efecto del agua



Fuente: elaboración propia.

Como se muestra en la gráfica 14, el cambio en la concentración de agua tiene un efecto muy significativo en la reducción de absorbancia principalmente a 440 y 575nm, concentraciones de agua que permitan una reducción de absorbancia elevada se encuentran por encima del 70% sin embargo ha de tenerse en cuenta que el excesivo uso de agua afecta las propiedades de la mezcla de solventes orgánicos presentes en los residuos de tinta, adicionalmente, se realizaron blancos con mezclas de residuos de tinta y agua a fin de corroborar que la disminución de absorbancia no se debe únicamente a la dilución en agua, encontrando que el líquido resultante es tan opaco que el espectrofotómetro no logra medir la absorbancia hasta en un 80% que fue el ensayo con mayor concentración de agua que se ha realizado y que excede el 71% máximo alcanzado durante los ensayos, esto comprueba que la pérdida de absorbancia se debe a la separación de fases producto de la hidrólisis de la resina.

Gráfica 15. Cambio en la absorbancia por efecto del hidróxido de calcio



Fuente: elaboración propia.

Como se muestra en la gráfica 15, la concentración más favorable de hidróxido de calcio se encuentra en 0,21% ya que, a partir de este punto la absorbancia disminuye muy levemente sin justificar el uso de una mayor concentración de hidróxido tal como se observó en las pruebas anteriores con altas concentraciones de hidróxido, además, se puede evidenciar que los cambios de absorbancia se generan principalmente a 440 y 575nm.

## 5. CONCLUSIONES

- El método de espectrofotometría diferencial ha sido aplicado en la mezcla de residuos de tinta de impresión flexográfica en una empresa del sector en Bogotá D.C., haciendo uso de cuatro tintas patrón que componen la mezcla siendo confirmada su exactitud por medio de muestras sintéticas con un error máximo de 1,579%.
- Se concluye que de los residuos muestreados durante el segundo semestre del 2017 en una empresa del sector de impresión flexográfico en Bogotá D.C. el 96,157% corresponde a solventes orgánicos volátiles, la concentración de la resina es del 2,536%, del pigmento cian es 0,003%, del pigmento amarillo es 0,038%, del pigmento negro es 0,065% y del pigmento magenta es 1,201% siendo el de mayor proporción entre los pigmentos explicando así la tonalidad de los residuos.
- De las opciones de separación escogidas mediante el método de selección multicriterio, que fueron evaluadas durante la experimentación, la floculación por medio de sales y la neutralización de cargas con aminos cuaternarios no permitieron lograr la separación de los sólidos presentes en los residuos de tinta, la principal limitación corresponde a la insolubilidad de los compuestos añadidos en solventes orgánicos a pesar de haber sido añadidos en solución acuosa en un punto cercano al punto de saturación de la respectiva sal, con lo cual, las sales no se separan en sus iones y no ocurre una interacción con la resina. En el ensayo de floculación donde se aplicó TEMED se presentó precipitación de los sólidos de los residuos de tinta, sin embargo, se generó un cambio en la coloración de la fase sólida resultante, se presume que fueron modificadas las estructuras de los pigmentos; por lo cual fueron rechazados estos métodos de separación.
- En el ensayo de floculación realizado con cloruro de sodio, se encontró que con soluciones de cloruro de sodio desde 0,5 a 30% en agua y proporciones desde el 1 al 90% de solución de sal con residuos de tinta no lograron una separación de los sólidos presentes en los residuos de tinta. Durante los ensayos realizados a diferentes pH desde 1 a 12 usando ácido clorhídrico, amoníaco e hidróxido de sodio, en la fase alcalina se encontró que existía la presencia de reacción química con la nitrocelulosa, donde se presentó una separación de los sólidos en la mezcla con un cambio de color en la fase líquida resultante.
- La hidrólisis alcalina logra una separación entre los sólidos presentes en los residuos como lo son la resina y los pigmentos, de los solventes orgánicos, debido a que la resina se transformó en celulosa. Se probaron hidróxidos de potasio, sodio, amonio y tetrametilamonio, siendo el hidróxido de calcio aquel

que genera una fase líquida con menor opacidad identificando que la concentración de pigmentos en fase sólida puede ser mayor.

- La concentración de hidróxido de calcio de 0,21% generó una disminución en la fase líquida de los pigmentos: el magenta sufre una reducción del 99,917%, el cian del 100%, el amarillo del 86,842% y el negro del 100% para unas proporciones de 28,57% de residuos de tinta flexográfica, 0,26% de CaOH y 71,17% de agua destilada, ha de tenerse en cuenta como limitación que, el exceso de agua es considerado una impureza en la mezcla de solventes orgánicos en la tinta de impresión en base solvente.

## 6. RECOMENDACIONES

- Realizar un estudio en profundidad sobre los factores que pueden afectar la reacción de hidrolisis basado en la cuantificación de sus productos.
- Evaluar la aplicabilidad de los productos obtenidos en la separación como la formulación de tintas o material colorante en diversos productos.
- Evaluar la utilización de resinas de intercambio iónico para separación de resina y pigmentos.
- Realizar cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas para la caracterización y cuantificación certera de la concentración de solventes.
- Evaluar financieramente la viabilidad del proceso de hidrolisis frente a los procesos de tratamiento de residuos de tinta.
- Explorar otras posibles opciones de separación tales como la absorción con película polimérica u otras.

## BIBLIOGRAFÍA

ALCALDÍA MAYOR DE BOGOTÁ y UNIVERSIDAD DISTRITAL FRANCISCO JOSÉ DE CALDAS. Guía para la gestión y manejo integral de residuos Industria de Impresión y Litografía. [en línea]. Bogotá. Diciembre 2010. [citado en 2017-06-20]. Disponible en Internet: <[http://190.27.245.106/Residuos/impresion/files/guia\\_impresion-lit.pdf](http://190.27.245.106/Residuos/impresion/files/guia_impresion-lit.pdf)>.

ANDIGRAF. La economía en Colombia se mueve con el sector de la comunicación gráfica. [en línea]. Colombia. May 26, 2017. [citado en 2017-06-20]. Disponible en Internet: <<http://www.andigraf.com.co/noticias/la-econom%C3%ADa-en-colombia-se-mueve-con-el-sector-de-la-comunicaci%C3%B3n-gr%C3%A1fica>>

ANDIGRAF. Informe de sostenibilidad 2013 Industria editorial y de la comunicación gráfica. [en línea]. Colombia. 2013. [citado en 2017-06-20]. Disponible en Internet: <[http://www.andigraf.com.co/files/informe\\_economico/2015/informe\\_de\\_sostenibilidad\\_2013\\_industria\\_editorial\\_y\\_de\\_la\\_comunicacion\\_grafica.pdf](http://www.andigraf.com.co/files/informe_economico/2015/informe_de_sostenibilidad_2013_industria_editorial_y_de_la_comunicacion_grafica.pdf)>

ARIAS, Lizeth y TAMAYO, María. Desarrollo de una propuesta de recuperación de residuos solventes en la empresa Golden Flex S.A. Trabajo de grado Ingeniería química. Bogotá D.C.: Fundación Universidad de América. 2017.

BUNACIU, Andrei; HOANG, Vu. y ABOUL-ENEIN, Hassan. Applications of differential spectrophotometry in analytical chemistry. En: Critical reviews in analytical chemistry. Julio 2013. vol. 43. no. 3. p. 125-130.

CERVONE, H. Frank. Applied digital library Project management Using Pugh matrix analysis in complex decision-making situations. En: OCLC Systems & Services: International digital library perspectives. 2009. vol 25. no. 4. p. 228-232.

CHRISTOS, christodoulatos y TSAN-LIANG, Su. Destruction of nitrocellulose using alkaline hydrolysis. Center of Environmental Engineering. Stevens Institute of Technology. New Jersey. Mayo 1996.

CHRISTOS, christodoulatos; TSAN-LIANG, Su. y AGAMEMNON, Koutsospyros. Kinetics of the alkaline hydrolysis of nitrocellulose. En: Water environment research. Marzo 2001. vol. 73. no. 2. p. 185-191.

ERSU, Cagatayhan, et al. Ultrafiltration of ink and latex wastewaters using cellulose membranes. En: Desalination. Marzo 2004. vol 164, issue 1. p. 63-70.

FULLANA FONT, Andrés PINEDA VÁSQUEZ, A. y ARACIL SÁEZ, I. Recuperación de tinta a partir de residuos de la industria gráfica. En: Ingeniería Química, Marzo 2011. no. 492. p. 68-70.

GE HEALTHCARE. Spectrophotometry Handbook. [en línea]. UK. Marzo 2013. [citado en 2018-06-07]. Disponible en Internet: <[https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigma-aldrich/docs/Sigma-Aldrich/General\\_Information/1/ge-spectrophotometry.pdf](https://www.sigmaaldrich.com/content/dam/sigma-aldrich/docs/Sigma-Aldrich/General_Information/1/ge-spectrophotometry.pdf)>.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Pinturas, barnices y materias primas para pinturas y barnices. Muestreo. NTC 1052. Bogotá D.C. 2016.

------. Referencias bibliográficas. Contenido, forma y estructura. NTC 6166. Bogotá D.C. 2016.

------. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 1: Términos fundamentales. NTC-ISO 12637-1. Bogotá D.C. 2013.

------. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 2: Términos de preprensa. NTC-ISO 12637-2. Bogotá D.C. 2013.

------. Tecnología gráfica. Vocabulario. Parte 3: Términos de impresión. NTC-ISO 12637-3. Bogotá D.C. 2013.

------. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Bogotá D.C. 2008.

------. Método de ensayo para el intervalo de destilación de líquidos orgánicos volátiles. NTC 619. Bogotá D.C. 2002.

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE ÓPTICA, COLOR E IMAGEN. El ecodiseño como factor medioambiental en el diseño y desarrollo de productos. TINTAS. (España). 2006.

IZDEBSKA, Joanna y THOMAS, Sabu. Printing on polymers. Fundamentals and applications. Oxford,UK: Elsevier, 2015. ISBN 978-0-323-37468-2.

LADEN, P., ed. Chemistry and technology of water based inks. London, UK: Chapman & Hall, 1997. ISBN 13 978-94-010-7190-1.

LEACH, R.H., et al. eds. The printing ink manual. 5 ed. Países bajos: Springer, 1993. ISBN 13 978-0-948905-81-0.

LIU, Rheng-Huan, *et al.* Highly efficient PET film-assisted adsorption process for the de-inking of xerographic wastepaper. En: Journal of the Taiwan institute of chemical engineers. Marzo 2010. vol 41, issue 3. p. 344-351.

MCKEEN, Laurence. 12-Renewable resource and biodegradable polymers. En: Plastics design library. Septiembre 2012.

MEHTA, A. Ultraviolet-Visible (UV-Vis) spectroscopy – Limitations and deviations of Beer-Lambert law. [en línea]. Mayo 2012. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<https://pharmaxchange.info/2012/05/ultraviolet-visible-uv-vis-spectroscopy-%e2%80%93-limitations-and-deviations-of-beer-lambert-law/>>.

MERCK. SDS. [base de datos en línea]. 2018. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<http://www.merckmillipore.com/CO/es>>.

MYMRIN, Vsévolod, *et al.* Structure formation processes of composites on the base of ink rejected sludge. En: Construction and building materials. Enero 2016. vol. 102, parte 1. p. 141-148.

NIST. Chemistry WebBook. [base de datos en línea]. U.S. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<https://webbook.nist.gov/chemistry/>>.

PUBCHEM. 1-metoxi-2-propanol. [base de datos en línea]. Chemistry database. National center for biotechnology information. U.S. última modificación Junio 2018. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/1-Methoxy-2-propanol>>.

PUBCHEM. 1-propanol. [base de datos en línea]. Chemistry database. National center for biotechnology information. U.S. última modificación Junio 2018. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/1-propanol>>.

PUBCHEM. Ethanol. [base de datos en línea]. Chemistry database. National center for biotechnology information. U.S. última modificación Junio 2018. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/ethanol>>.

PUBCHEM. Ethyl acetate. [base de datos en línea]. Chemistry database. National center for biotechnology information. U.S. última modificación Junio 2018. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <[https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/ethyl\\_acetate](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/ethyl_acetate)>.

PUBCHEM. Propyl acetate. [base de datos en línea]. Chemistry database. National center for biotechnology information. U.S. última modificación Junio 2018. [citado en 2018-06-07]. Disponible en internet: <[https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Propyl\\_acetate](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Propyl_acetate)>.

REAL ACADEMIA ESPAÑOLA. Aglomerar. [en línea]. España. s.f. [Citado en 2018-06-3]. Disponible en internet: <<http://dle.rae.es/?id=15bnbEB>>.

SENA, OBSERVATORIO LABORAL Y OCUPACIONAL. Informe mesas sectoriales. Industria gráfica. [en línea]. Colombia. s.f. [citado en 2017-06-25]. Disponible en Internet: <[http://observatorio.sena.edu.co/Content/pdf/mesas\\_sectoriales/grafica.pdf](http://observatorio.sena.edu.co/Content/pdf/mesas_sectoriales/grafica.pdf)>

SOCIETY OF DRYERS AND COLOURISTS. Colour index. [en línea]. [citado en 2018-20-05]. Disponible en Internet: <<https://colour-index.com>>.

WORSFOLD, P.J. Encyclopedia of analytical science. SPECTROPHOTOMETRY. Overview.. 2 ed. UK: Elsevier, 2005. p. 318-321.

XING, Yaowen, *et al.* Recent experimental advances for understanding bubble-particle attachment in flotation. En: Advances in colloid and interface science. Agosto 2017. vol 246. p. 105-132.

YAN, Fang, *et al.* Research on recycling and utilization of waste ink. En: Advanced materials research. Septiembre 2013. vol 800. p. 67-71.

ZHOU, Jie. *et al.* Surface modification of pyrolytic carbon black from waste tires and its use as pigment for offset printing ink. En: Chinese journal of chemical engineering. Octubre 2006. vol. 14, Issue 5. p. 654-659.

## ANEXOS

## ANEXO A FORMATOS Y DOCUMENTOS DE MUESTREO

Se presentan a continuación los formatos diseñados para el muestreo e identificación de residuos de tinta al tratarse de residuos peligrosos de forma legal en la República de Colombia y representan un peligro en caso de no manejarse con precaución.

Etiqueta de identificación.

Nombre de la muestra:		
Fecha:	Lugar:	
Hora de inicio y fin:		
Fecha de generación:		
No. de muestra:		
		
Encargado:		

## Informe de muestreo <sup>1</sup>

Nombre de la empresa:

Dirección:

Fecha:

Hora de inicio y fin del muestreo:

Encargado de realizar el muestreo:

Dispositivo usado para toma de muestras:

Observaciones sobre la recolección de las muestras:

Recipiente(s) muestreado(s):

Observaciones sobre recipiente(s) muestreado(s) (condiciones, estado, etc.):

Observaciones del lugar donde se realizó el muestreo:

---

<sup>1</sup> INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMALIZACIÓN Y CERTIFICACIÓN. Pinturas, barnices y materias primas para pinturas y barnices. Muestreo. NTC 1052. Bogotá D.C. Tercera edición. 2016.

Otras observaciones:

---

Información sobre la composición de la muestra (nombres comerciales, proveedores, fichas técnicas, nombres de los compuestos, números CAS, composición, etc)

Solventes y tintas presentes en los residuos:

Otros compuestos presentes en los residuos:

Información adicional que permita la identificación de las sustancias presentes:

# PLAN DE MUESTREO

## Instructivo para la toma de muestras de residuos de tinta

### 1. Propósito

En el presente documento se describen los requerimientos, instrucciones y cuidados que se deben tener en cuenta para la toma de muestras de residuos de tinta en la industria flexográfica.

### 2. Aplicabilidad

El presente instructivo aplica para muestreo de residuos de tinta proveniente de la industria flexográfica, ya sea en las salidas de los procesos que generan estos residuos o de los lugares de almacenamiento donde se depositan estos residuos, así mismo como los residuos finales en el sector de recuperación de solventes.

### 3. Requerimientos

#### 3.1. Personal

Las actividades descritas a continuación deben ser realizadas por un profesional y/o técnico debidamente capacitado en la toma de muestras de tinta y sus residuos, manejo de equipos de muestreo y conocimientos básicos en química.

#### 3.2. Equipos y materiales

La siguiente es una lista general de los implementos requeridos en el momento del muestreo

- Muestreador (cucharón, balde, tubo de muestreo o muestreador de líquidos)
- **Galones plásticos de 5L de capacidad, con tapa hermética**
- Tubo plástico o metálico para la homogeneización del recipiente a muestrear
- Toallas de papel absorbente
- **Cinta transparente**
- **Cinta de enmascarar**
- Pegante en barra
- Bolsa pequeña para basura
- **Esfero**

- **Marcador de tinta indeleble**
- **Tabla porta papeles o folder**
- **Equipo de protección personal:**
  - **Guantes**
  - **Respiradores**
  - **Bata o vestimenta protectora**
  - **Gafas de seguridad**
  - **Botas (opcional)**
- **Frascos lavadores**
- **Agua**
- **Etanol**
- **Probeta de 1L**
- **Perforadora**
- **Formatos de informe de muestreo**
- **Etiquetas / rótulos**
- **Tijeras**
- **Documentos de identificación personal**

#### **4. Procedimiento**

Cuando vaya a realizar el muestreo de residuos de tinta, siga las instrucciones descritas a continuación

- a) Llegue al punto de muestreo, identifíquese y solicite la colaboración necesaria para efectuar el muestreo
- b) Colóquese el equipo de protección personal completo.
- c) Saque todos los implementos para realizar el muestreo.
- d) Organice las botellas, etiquetas, solventes y materiales para el muestreo.
- e) Verifique que todo el material que entrará en contacto con las muestras se encuentra limpio y seco.
- f) Introduzca en un frasco lavador etanol y en el otro agua, márquelos con su respectivo nombre, de ser necesario, use cinta de enmascarar como soporte y un marcador de tinta indeleble.

- g)** Coloque los documentos a diligenciar en el folder o tabla portapapeles.
- h)** Diligencie con letra legible los siguientes incisos de las etiquetas: nombre de la muestra, fecha, lugar, y encargado.
  - a. El nombre de la muestra hace referencia a que tipo de material se está muestreando como, por ejemplo: residuos de tinta.
  - b. El lugar hace referencia a la dirección del establecimiento donde se almacena el material a muestrear.
- i)** Pegue las etiquetas a los galones, una por cada galón usando la cinta transparente.
- j)** Diligencie con letra legible los siguientes incisos del informe de muestreo: nombre de la empresa, dirección, fecha y encargado de realizar el muestreo.
- k)** Preste atención al lugar y las condiciones en las que se encuentran los alrededores de el o los contenedores del material a muestrear, escriba todas las observaciones necesarias en el respectivo inciso del informe de muestreo.
- l)** Preste atención al recipiente donde se encuentra el material a muestrear, así como a su contenido, escriba todas las observaciones necesarias en el respectivo inciso del informe de muestreo.
- m)** Agite los residuos de tinta que se van a muestrear con el tubo o el instrumento necesario hasta homogeneizarlos completamente. Si observa alguna irregularidad o aclaración, escríbala en el inciso de observaciones sobre la recolección de muestras.
- n)** Diligencie la hora de inicio del muestreo, fecha de generación y el número de muestra en la etiqueta.
  - a. La fecha de generación del material muestreado es, como su nombre lo indica, la fecha, bien sea puntual o un intervalo de tiempo como mes o año de cuando se generó el material que ha sido muestreado.
  - b. El número de muestra está especificado en dos partes, una letra en mayúscula la cual, hará referencia al recipiente al que se le hará el muestreo, seguida de un número el cual será el número

del contenedor de la muestra. Por ejemplo: A1, A2, B1, B2 para el caso donde a dos recipientes A y B se le recolectarán muestras en dos contenedores distintos a cada uno.

- o)** Extraiga la muestra con el muestreador y añádalo a la probeta hasta completar el volumen de 1L, una vez medido el volumen tomado, añádalo al contenedor. Si observa alguna irregularidad o aclaración, escríbala en el inciso de observaciones sobre la recolección de muestras.
  - a. En caso de usar un cucharón, sumérjalo hasta que el contenedor del mismo quede totalmente lleno y luego levántelo.
  - b. En caso de ser un muestreador líquido, sumérjalo presionando el obturador hasta llegar a una profundidad cercana a la media del contenedor. En este punto, libere el obturador y retire el muestreador.
  
- p)** Repita el paso anterior (o) hasta completar un determinado volumen, una vez adicionado todo el material al contenedor, ciérrelo muy bien con su respectiva tapa. Si observa alguna irregularidad o aclaración, escríbala en el inciso de observaciones sobre la recolección de muestras.
  
- q)** Diligencie la hora de fin del muestreo en la etiqueta.
  
- r)** Limpie el muestreador haciendo uso de los frascos lavadores y el papel absorbente, asegúrese que el muestreador quede totalmente limpio y seco.
  
- s)** En caso de requerirse llenar más de un contenedor, repita los cinco pasos anteriores (n, o, p, q y r). Tenga en cuenta que, finalizado este paso, todos los contenedores de muestra deben estar tapados y con su respectiva etiqueta completamente diligenciada.
  
- t)** Limpie el tubo, la probeta y el resto de material que ha quedado impregnado con los residuos haciendo uso de los frascos lavadores y el papel absorbente hasta que quede todo limpio y seco.
  
- u)** En caso de requerirse muestrear más de un recipiente, repita las instrucciones desde la k hasta la t (k, l, m, n, o, p, q, r, s y t).

- v) Termine de diligenciar los datos faltantes del informe de muestreo. **TODOS LOS DATOS DE LOS FORMATOS Y ETIQUETAS DEBEN COMPLETARSE AL DETALLE EN EL LUGAR DE MUESTREO.** No se retire sin completarlos.
- a. La hora de inicio, hace referencia a la hora de inicio de la primera toma de la muestra. La hora de fin de muestreo, se refiere a la hora de finalización del muestreo de la última toma de muestra realizada (tome los datos de las etiquetas).
  - b. Recipiente(s) muestrados(s) se refiere al tipo, material y capacidad del recipiente que es, como, por ejemplo: galones metálicos de 10L, bolsas plásticas de 5Kg o latas metálicas de 5L.
  - c. En otras observaciones puede escribir cualquier apreciación o irregularidad sobre la ejecución del muestreo que no esté contemplado en el formato.
  - d. Al final del documento, hay incisos opcionales sobre la composición de las muestras, esta información ya debería haber sido dada por la empresa en los cuestionarios de solicitud de información, en cualquier caso, si se tiene algún tipo de información adicional, escríbalo.
- w) Recoger todos los implementos usados para el muestreo.
- x) Deje el lugar donde se realizó el muestro en el mismo orden y estado en el que lo encontró.

Recuerde, las etiquetas son individuales para cada recipiente o muestra tomada, el informe de muestreo es único para la sesión de muestreo sin importar la cantidad de muestras tomadas en ésta, a no ser que el espacio dado en observaciones sea insuficiente, en dado caso, anexe una hoja en blanco adicional con las anotaciones pertinentes.

**NOTA: Si tiene una observación sobre un recipiente o una muestra en específico, por favor, aclare a cual se está haciendo referencia, por ejemplo:**

- **El recipiente A presenta exposición al sol y los demás no**
- **La muestra A2 presenta grumos extraños**
- **Las muestras B1 y C4 presentaban tonalidades rojizas a diferencia de las demás**
- **Las muestras tomadas del recipiente B se extrajeron con un muestreador diferente al del recipiente A debido a su alta viscosidad.**

## ANEXOS

### Material para la toma de muestras:

- Muestreador para líquidos / Tubo de muestreo.
- Muestreador de productos viscosos (cucharon) el cual se podría necesitar en caso de que los residuos sean lo suficientemente viscosos para no poder tomar de forma adecuada la muestra con el muestreador líquido (muy probablemente en los residuos de las industrias de recuperación de solventes).

### Contenedores:

Probablemente se usen contenedores plásticos, con tapas herméticas que protejan las muestras de la luz.

#### **6.4.2 Recipientes pequeños**

6.4.2.1 Generalidades. Dentro de estos se encuentran los barriles, tambores, sacos y otros. Generalmente es suficiente tomar una muestra de cada recipiente. En donde un despacho consta de varios componentes, el número de muestras estadísticamente correcto se debe determinar de acuerdo con la Tabla 1. Si se toman menos muestras, esto se debe anotar en el informe de muestreo.

6.4.2.2 Líquidos. Se pueden tomar muestras individuales como muestras de la parte superior, por medio de una cuchara, y se pueden tomar muestras compuestas o del fondo, por medio del tubo de muestreo.

### Homogeneización:

Es un material con una no-homogeneidad temporal por lo que se requerirá realizar la agitación necesaria del material a muestrear para homogeneizarla previamente a la toma de la muestra.

### Rotulado de las muestras:

Se encuentra en el archivo llamado "etiqueta - rotulo"

## Informes de muestreo:

Se encuentra en el archivo llamado "Informe de muestreo"

## Recomendaciones adicionales de la norma NTC 1052:

### **6.2 INSPECCIÓN DE PREMUESTREO**

Antes de llevar a cabo el muestreo, el material, el recipiente y el punto de muestreo se deben inspeccionar para determinar la presencia de anomalías. Si se observan anomalías, se deben registrar en el informe de muestreo y quien realiza el muestreo debe entonces decidir si se debe tomar o no una muestra, y en caso afirmativo, qué tipo de muestra sería.

### **6.6 ALMACENAMIENTO**

Las muestras de referencia se deben almacenar en condiciones adecuadas en un recipiente hermético, y donde se requiera, protegidas de la luz y la humedad durante el período especificado y de acuerdo con las reglamentaciones de seguridad pertinentes.

ANEXO B  
TABLAS DE ANÁLISIS DE DENSIDAD DE FRACCIONES DE DESTILADO

A continuación, se presentan los datos obtenidos de los análisis de densidad por picnometría a cada una de las fracciones de destilado obtenidas en las tres curvas de destilación realizadas.

Tabla 26. Picnometría de la primera tanda de fracciones de destilado

Fracción	Picnómetro lleno (g)	Densidad (g/mL)	Media	s
de 0 a 10mL	27,7904	0,9139	0,9122	0,0014
	27,7718	0,9120		
	27,7580	0,9106		
de 10 a 20mL	27,7046	0,9051	0,9050	0,0001
	27,7023	0,9048		
	27,7034	0,9050		
de 20 a 30mL	27,6559	0,9001	0,8998	0,0002
	27,6515	0,8996		
	27,6520	0,8996		
de 30 a 40mL	27,5941	0,8937	0,8942	0,0003
	27,6019	0,8945		
	27,6000	0,8943		
de 40 a 50mL	27,4078	0,8745	0,8749	0,0003
	27,4130	0,8750		
	27,4150	0,8752		
de 50 a 60mL	27,2436	0,8575	0,8574	0,0002
	27,2405	0,8572		
	27,2437	0,8575		
de 60 a 70mL	27,2035	0,8534	0,8555	0,0015
	27,2353	0,8567		
	27,2342	0,8566		
de 70 a 80mL	27,2421	0,8574	0,8575	0,0003
	27,2406	0,8572		
	27,2464	0,8578		

Fuente: elaboración propia.

Tabla 27. Pícnometría de la segunda tanda de fracciones de destilado

Fracción	Pícnómetro lleno (g)	Densidad (g/mL)	Media	s
de 0 a 10mL	27,7196	0,9066	0,9064	0,0005
	27,7224	0,9069		
	27,7104	0,9057		
de 10 a 20mL	27,7118	0,9058	0,9048	0,0008
	27,7003	0,9046		
	27,6923	0,9038		
de 20 a 30mL	27,6959	0,9042	0,9049	0,0006
	27,7091	0,9055		
	27,7027	0,9049		
de 30 a 40mL	27,6156	0,8959	0,8958	0,0001
	27,6141	0,8957		
	27,6147	0,8958		
de 40 a 50mL	27,2951	0,8628	0,8625	0,0003
	27,2914	0,8625		
	27,2886	0,8622		
de 50 a 60mL	27,2227	0,8554	0,8558	0,0003
	27,2265	0,8558		
	27,2305	0,8562		
de 60 a 70mL	27,2346	0,8566	0,8569	0,0003
	27,2406	0,8572		
	27,2384	0,8570		
de 70 a 80mL	27,2685	0,8601	0,8602	0,0003
	27,2732	0,8606		
	27,267	0,8599		

Fuente: elaboración propia.

Tabla 28. Picnometría de la tercera tanda de fracciones de destilado

Fracción	Picnómetro lleno (g)	Densidad (g/mL)	Media	s
de 0 a 10mL	27,7563	0,9104	0,9100	0,0003
	27,7502	0,9098		
	27,751	0,9099		
de 10 a 20mL	27,7155	0,9062	0,9057	0,0005
	27,7123	0,9059		
	27,7038	0,9050		
de 20 a 30mL	27,6797	0,9025	0,9026	0,0001
	27,6808	0,9026		
	27,6825	0,9028		
de 30 a 40mL	27,6051	0,8948	0,8947	0,0001
	27,6037	0,8947		
	27,6022	0,8945		
de 40 a 50mL	27,375	0,8711	0,8708	0,0002
	27,3716	0,8707		
	27,3695	0,8705		
de 50 a 60mL	27,2499	0,8582	0,8581	0,0002
	27,2508	0,8583		
	27,2457	0,8577		
de 60 a 70mL	27,225	0,8556	0,8554	0,0002
	27,2222	0,8553		
	27,2213	0,8552		
de 70 a 80mL	27,2509	0,8583	0,8568	0,0022
	27,2064	0,8537		
	27,2514	0,8583		

Fuente: elaboración propia.

ANEXO C  
TABLAS DE ABSORBANCIA DE LAS FRACCIONES DE DESTILADO

Tablas de absorbancia obtenida de las tres tandas de fracciones de destilado obtenidas durante las curvas de destilación

Tabla 29. Absorbancia de la primera tanda de fracciones del destilado

Fracción	340 nm	390 nm	400 nm	440 nm	444 nm	500 nm	510 nm	520 nm	576 nm
de 0 a 10mL	0,105	0,060	0,059	0,048	0,042	0,037	0,038	0,035	0,032
de 10 a 20mL	0,067	0,044	0,042	0,035	0,034	0,029	0,029	0,027	0,022
de 20 a 30mL	0,054	0,033	0,031	0,026	0,026	0,022	0,023	0,020	0,020
de 30 a 40mL	0,081	0,043	0,037	0,031	0,030	0,026	0,026	0,023	0,021
de 40 a 50mL	0,100	0,047	0,042	0,035	0,035	0,030	0,031	0,027	0,023
de 50 a 60mL	0,102	0,041	0,030	0,021	0,021	0,018	0,018	0,016	0,014
de 60 a 70mL	0,077	0,046	0,035	0,025	0,025	0,021	0,021	0,020	0,017
de 70 a 80mL	0,349	0,160	0,076	0,033	0,031	0,027	0,026	0,023	0,020

Fuente: elaboración propia.

Tabla 30. Absorbancia de la primera tanda de fracciones del destilado (continuación)

Fracción	590 nm	600 nm	630 nm	680 nm	715 nm	740 nm	840 nm	1000 nm
de 0 a 10mL	0,032	0,032	0,024	0,016	0,014	0,012	0,009	0,009
de 10 a 20mL	0,021	0,020	0,018	0,016	0,015	0,014	0,011	0,013
de 20 a 30mL	0,019	0,019	0,019	0,013	0,012	0,015	0,010	0,014
de 30 a 40mL	0,019	0,019	0,018	0,013	0,013	0,013	0,011	0,012
de 40 a 50mL	0,022	0,022	0,020	0,016	0,015	0,013	0,011	0,007
de 50 a 60mL	0,014	0,013	0,012	0,009	0,008	0,007	0,005	-0,007
de 60 a 70mL	0,016	0,015	0,014	0,012	0,011	0,010	0,007	-0,006
de 70 a 80mL	0,019	0,019	0,016	0,014	0,012	0,011	0,008	-0,005

Fuente: elaboración propia.

Tabla 31. Absorbancia de la segunda tanda de fracciones del destilado

Fracción	340 nm	390 nm	400 nm	440 nm	444 nm	500 nm	510 nm	520 nm	576 nm
de 0 a 10mL	0,050	0,030	0,025	0,019	0,019	0,016	0,016	0,015	0,013
de 10 a 20mL	0,041	0,029	0,026	0,022	0,022	0,020	0,020	0,018	0,015
de 20 a 30mL	0,035	0,031	0,027	0,023	0,022	0,019	0,017	0,016	0,013
de 30 a 40mL	0,044	0,034	0,029	0,025	0,024	0,021	0,020	0,020	0,017
de 40 a 50mL	0,048	0,031	0,011	0,021	0,021	0,018	0,017	0,016	0,014
de 50 a 60mL	0,052	0,030	0,025	0,021	0,019	0,017	0,017	0,016	0,013
de 60 a 70mL	0,105	0,058	0,044	0,034	0,033	0,028	0,028	0,028	0,029
de 70 a 80mL	0,149	0,223	0,088	0,025	0,026	0,022	0,020	0,019	0,016

Fuente: elaboración propia.

Tabla 32. Absorbancia de la segunda tanda de fracciones del destilado (continuación)

Fracción	590 nm	600 nm	630 nm	680 nm	715 nm	740 nm	840 nm	1000 nm
de 0 a 10mL	0,013	0,079	0,032	0,012	0,012	0,009	0,007	0,006
de 10 a 20mL	0,015	0,014	0,013	0,012	0,011	0,011	0,009	0,011
de 20 a 30mL	0,012	0,012	0,011	0,009	0,008	0,008	0,006	0,01
de 30 a 40mL	0,015	0,015	0,014	0,012	0,011	0,01	0,008	0,01
de 40 a 50mL	0,013	0,012	0,011	0,009	0,009	0,008	0,005	-0,004
de 50 a 60mL	0,013	0,012	0,011	0,009	0,008	0,007	0,004	-0,008
de 60 a 70mL	0,029	0,031	0,026	0,016	0,014	0,012	0,009	-0,004
de 70 a 80mL	0,015	0,015	0,013	0,011	0,01	0,009	0,007	-0,007

Fuente: elaboración propia.

Tabla 33. Absorbancia de la tercera tanda de fracciones del destilado

Fracción	340 nm	390 nm	400 nm	440 nm	444 nm	500 nm	510 nm	520 nm	576 nm
de 0 a 10mL	0,071	0,051	0,045	0,022	0,021	0,019	0,019	0,018	0,015
de 10 a 20mL	0,043	0,041	0,036	0,036	0,034	0,034	0,033	0,033	0,03
de 20 a 30mL	0,028	0,016	0,024	0,026	0,025	0,026	0,026	0,027	0,025
de 30 a 40mL	0,03	0,03	0,028	0,028	0,028	0,029	0,029	0,03	0,028
de 40 a 50mL	0,043	0,037	0,033	0,031	0,031	0,031	0,031	0,032	0,029
de 50 a 60mL	0,048	0,035	0,031	0,028	0,028	0,029	0,029	0,029	0,027
de 60 a 70mL	0,068	0,047	0,035	0,03	0,03	0,031	0,031	0,032	0,029
de 70 a 80mL	0,139	0,071	0,042	0,029	0,029	0,029	0,028	0,029	0,027

Fuente: elaboración propia.

Tabla 34. Absorbancia de la tercera tanda de fracciones del destilado (continuación)

Fracción	590 nm	600 nm	630 nm	680 nm	715 nm	740 nm	840 nm	1000 nm
de 0 a 10mL	0,016	0,016	0,015	0,014	0,014	0,013	0,012	0,009
de 10 a 20mL	0,028	0,028	0,027	0,026	0,026	0,025	0,023	0,021
de 20 a 30mL	0,024	0,024	0,024	0,024	0,024	0,024	0,022	0,023
de 30 a 40mL	0,028	0,027	0,027	0,027	0,027	0,026	0,025	0,024
de 40 a 50mL	0,029	0,029	0,028	0,027	0,027	0,026	0,024	0,015
de 50 a 60mL	0,026	0,026	0,026	0,025	0,025	0,023	0,022	0,009
de 60 a 70mL	0,028	0,029	0,028	0,027	0,026	0,026	0,025	0,009
de 70 a 80mL	0,026	0,026	0,022	0,025	0,024	0,023	0,022	0,007

Fuente: elaboración propia.

Tabla 35. Media de las mediciones de absorbancia de las tres tandas de fracciones del destilado

Fracción	340 nm	390 nm	400 nm	440 nm	444 nm	500 nm	510 nm	520 nm	576 nm
de 0 a 10mL	0,075	0,047	0,043	0,030	0,027	0,024	0,024	0,023	0,020
de 10 a 20mL	0,050	0,038	0,035	0,031	0,030	0,028	0,027	0,026	0,022
de 20 a 30mL	0,039	0,027	0,027	0,025	0,024	0,022	0,022	0,021	0,019
de 30 a 40mL	0,052	0,036	0,031	0,028	0,027	0,025	0,025	0,024	0,022
de 40 a 50mL	0,064	0,038	0,029	0,029	0,029	0,026	0,026	0,025	0,022
de 50 a 60mL	0,067	0,035	0,029	0,023	0,023	0,021	0,021	0,020	0,018
de 60 a 70mL	0,083	0,050	0,038	0,030	0,029	0,027	0,027	0,027	0,025
de 70 a 80mL	0,212	0,151	0,069	0,029	0,029	0,026	0,025	0,024	0,021

Fuente: elaboración propia.

Tabla 36. Media de las mediciones de absorbancia de las tres tandas de fracciones del destilado (continuación)

Fracción	590 nm	600 nm	630 nm	680 nm	715 nm	740 nm	840 nm	1000 nm
de 0 a 10mL	0,020	0,042	0,024	0,014	0,013	0,011	0,009	0,008
de 10 a 20mL	0,021	0,021	0,019	0,018	0,017	0,017	0,014	0,015
de 20 a 30mL	0,018	0,018	0,018	0,015	0,015	0,016	0,013	0,016
de 30 a 40mL	0,021	0,020	0,020	0,017	0,017	0,016	0,015	0,015
de 40 a 50mL	0,021	0,021	0,020	0,017	0,017	0,016	0,013	0,006
de 50 a 60mL	0,018	0,017	0,016	0,014	0,014	0,012	0,010	-0,002
de 60 a 70mL	0,024	0,025	0,023	0,018	0,017	0,016	0,014	0,000
de 70 a 80mL	0,020	0,020	0,017	0,017	0,015	0,014	0,012	-0,002

Fuente: elaboración propia.

Tabla 37. Desviación estándar de las mediciones de absorbancia de las tres tandas de fracciones del destilado

Fracción	340 nm	390 nm	400 nm	440 nm	444 nm	500 nm	510 nm	520 nm	576 nm
de 0 a 10mL	0,023	0,013	0,014	0,013	0,010	0,009	0,010	0,009	0,009
de 10 a 20mL	0,012	0,006	0,007	0,006	0,006	0,006	0,005	0,006	0,006
de 20 a 30mL	0,011	0,008	0,003	0,001	0,002	0,003	0,004	0,005	0,005
de 30 a 40mL	0,022	0,005	0,004	0,002	0,002	0,003	0,004	0,004	0,005
de 40 a 50mL	0,026	0,007	0,013	0,006	0,006	0,006	0,007	0,007	0,006
de 50 a 60mL	0,025	0,004	0,003	0,003	0,004	0,005	0,005	0,006	0,006
de 60 a 70mL	0,016	0,005	0,004	0,004	0,003	0,004	0,004	0,005	0,006
de 70 a 80mL	0,097	0,062	0,019	0,003	0,002	0,003	0,003	0,004	0,005

Fuente: elaboración propia.

Tabla 38. Desviación estándar de las mediciones de absorbancia de las tres tandas de fracciones del destilado (continuación)

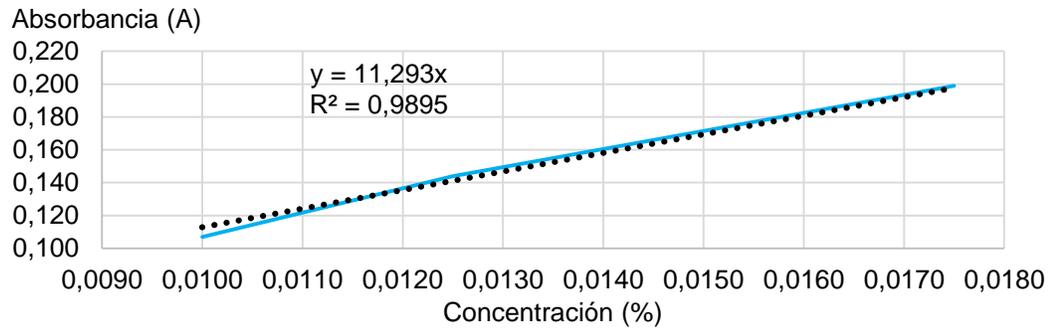
Fracción	590 nm	600 nm	630 nm	680 nm	715 nm	740 nm	840 nm	1000 nm
de 0 a 10mL	0,008	0,027	0,007	0,002	0,001	0,002	0,002	0,001
de 10 a 20mL	0,005	0,006	0,006	0,006	0,006	0,006	0,006	0,004
de 20 a 30mL	0,005	0,005	0,005	0,006	0,007	0,007	0,007	0,005
de 30 a 40mL	0,005	0,005	0,005	0,007	0,007	0,007	0,007	0,006
de 40 a 50mL	0,007	0,007	0,007	0,007	0,007	0,008	0,008	0,008
de 50 a 60mL	0,006	0,006	0,007	0,008	0,008	0,008	0,008	0,008
de 60 a 70mL	0,006	0,007	0,006	0,006	0,006	0,007	0,008	0,007
de 70 a 80mL	0,005	0,005	0,004	0,006	0,006	0,006	0,007	0,006

Fuente: elaboración propia.

## ANEXO D CURVAS DE CALIBRACIÓN DE TINTAS PATRÓN

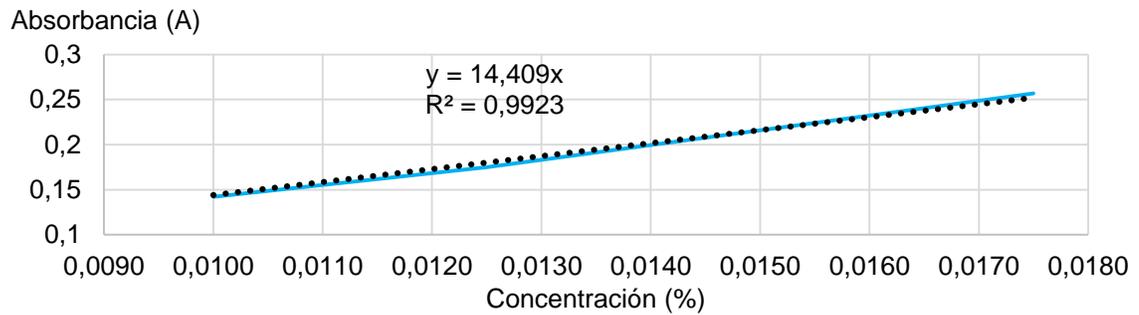
Curvas de calibración de cada una de las tintas patrón a longitudes de onda específicas

Gráfica 16. Curva de calibración de tinta cian a 440nm



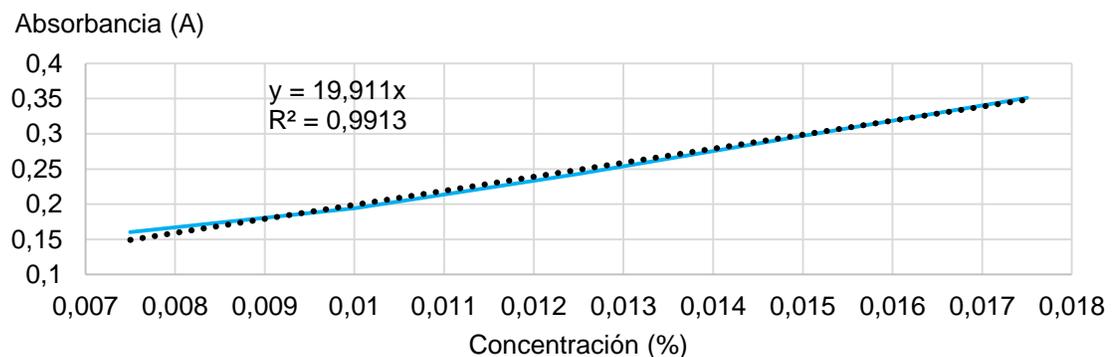
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 17. Curva de calibración de tinta cian a 575nm



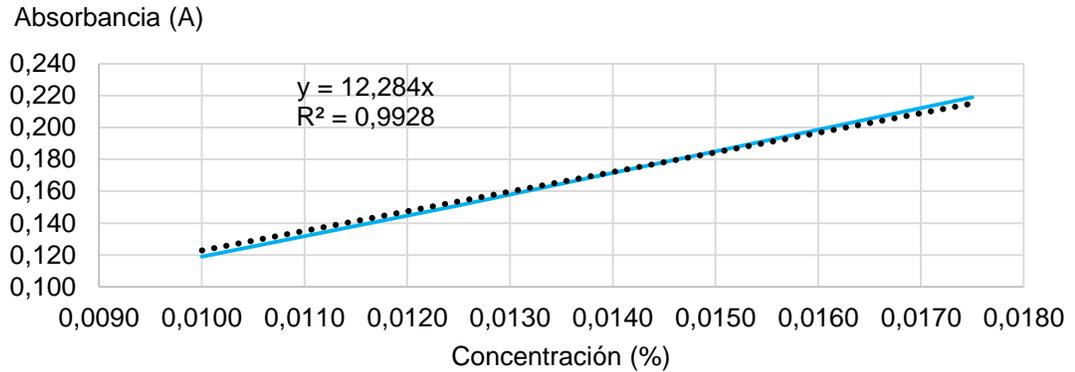
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 18. Curva de calibración de tinta cian a 715nm



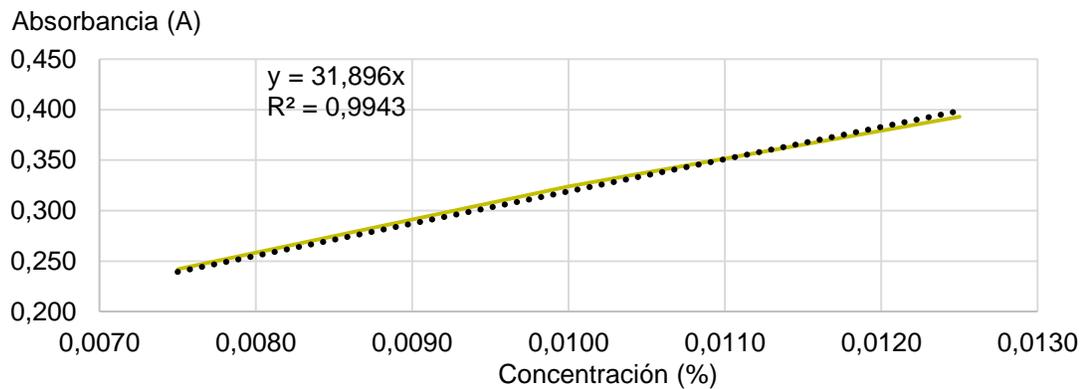
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 19. Curva de calibración de tinta cian a 840nm



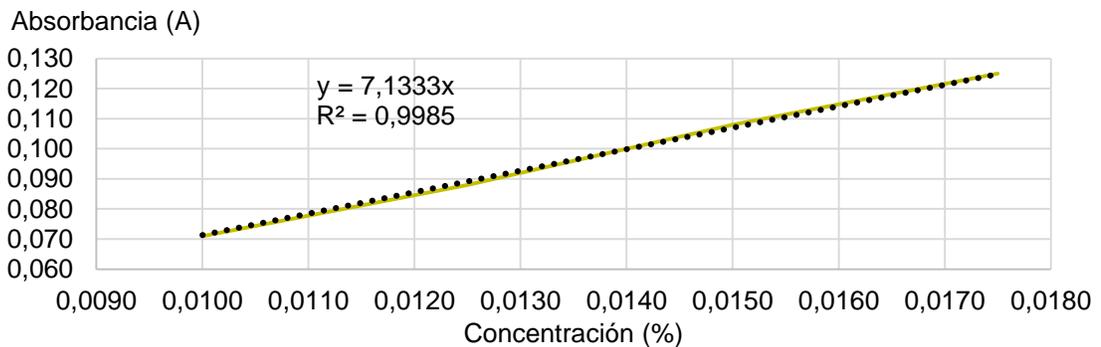
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 20. Curva de calibración de tinta amarilla a 440nm



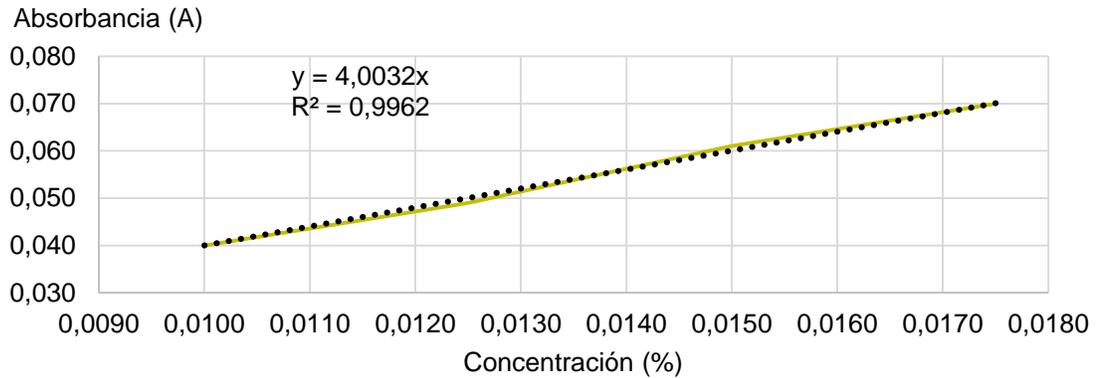
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 21. Curva de calibración de tinta amarilla a 575nm



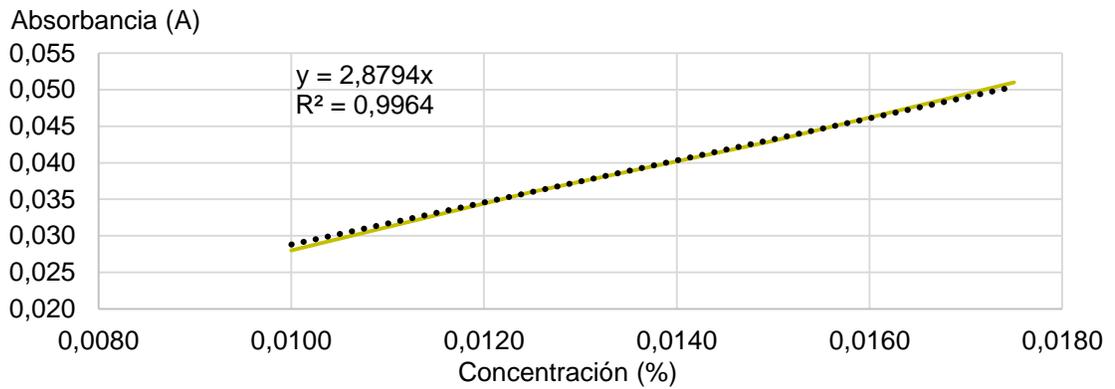
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 22. Curva de calibración de tinta amarilla a 715nm



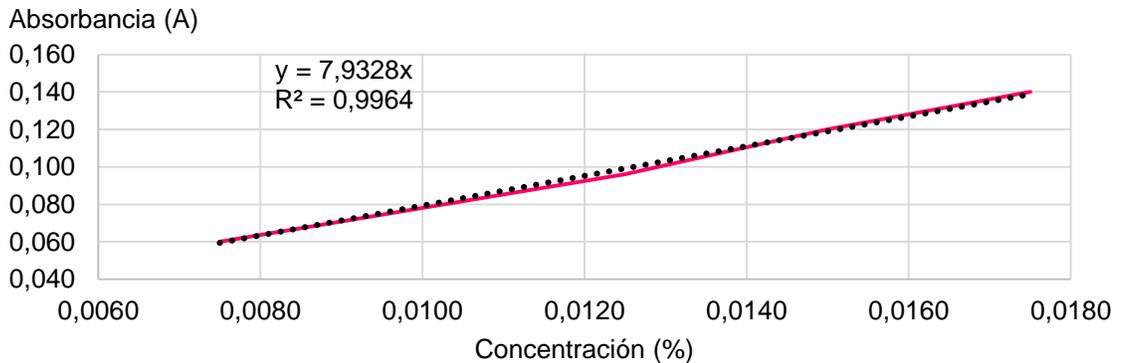
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 23. Curva de calibración de tinta amarilla a 840nm



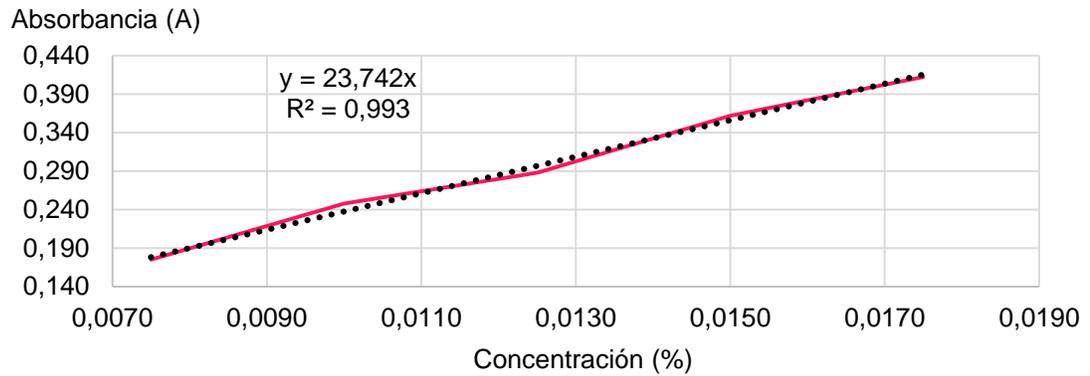
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 24. Curva de calibración de tinta magenta a 440nm



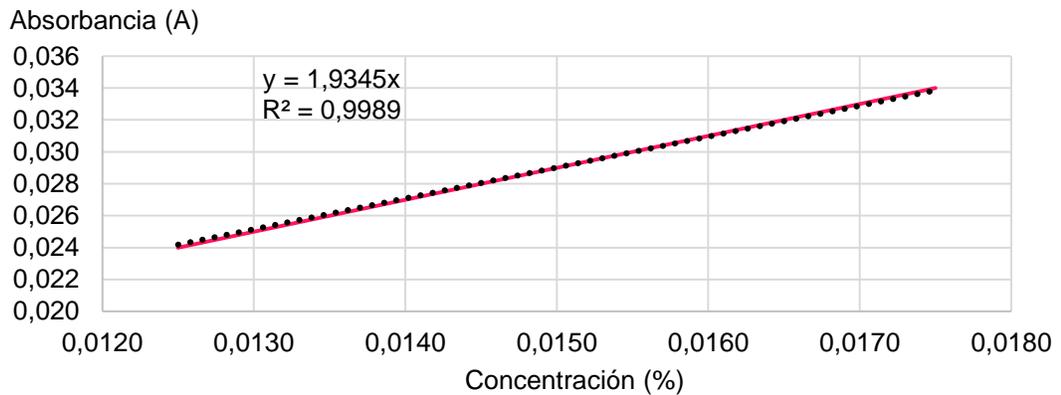
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 25. Curva de calibración de tinta magenta a 575nm



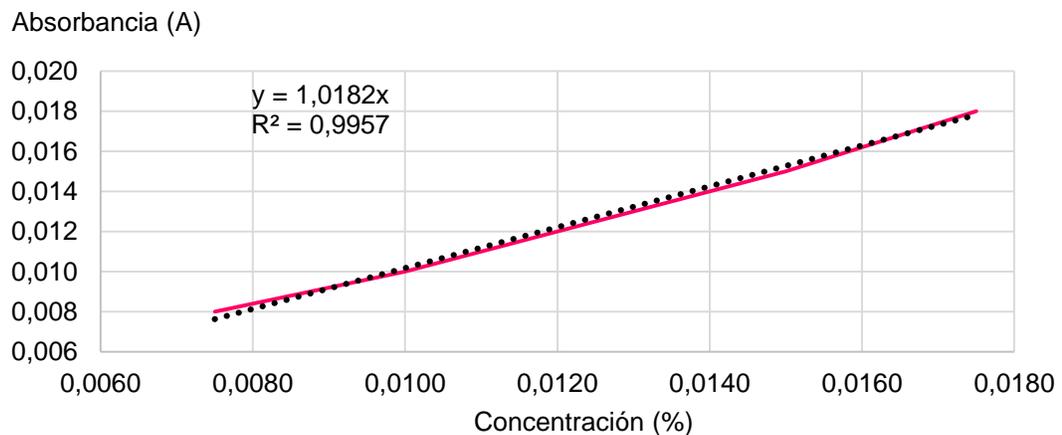
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 26. Curva de calibración de tinta magenta a 715nm



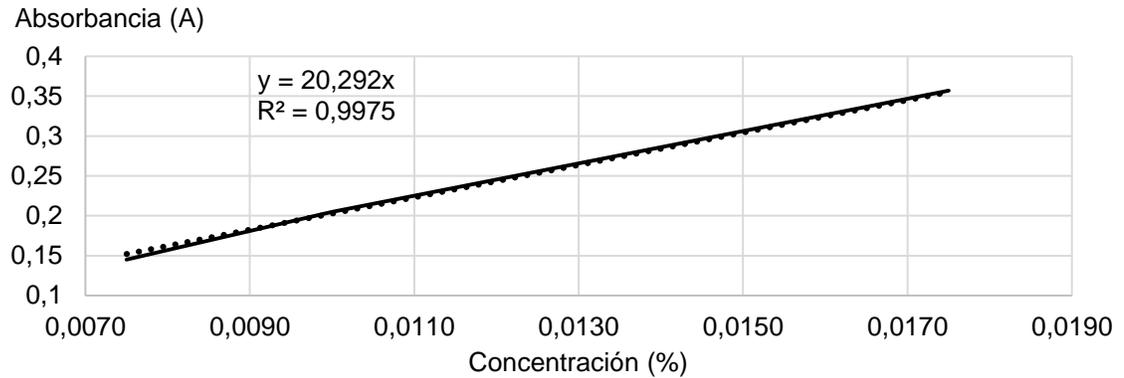
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 27. Curva de calibración de tinta magenta a 840nm



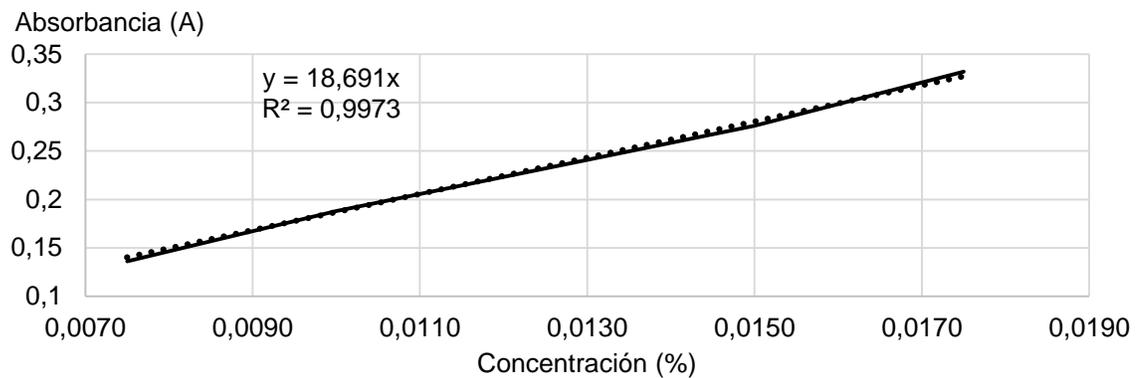
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 28. Curva de calibración de tinta negra a 440nm



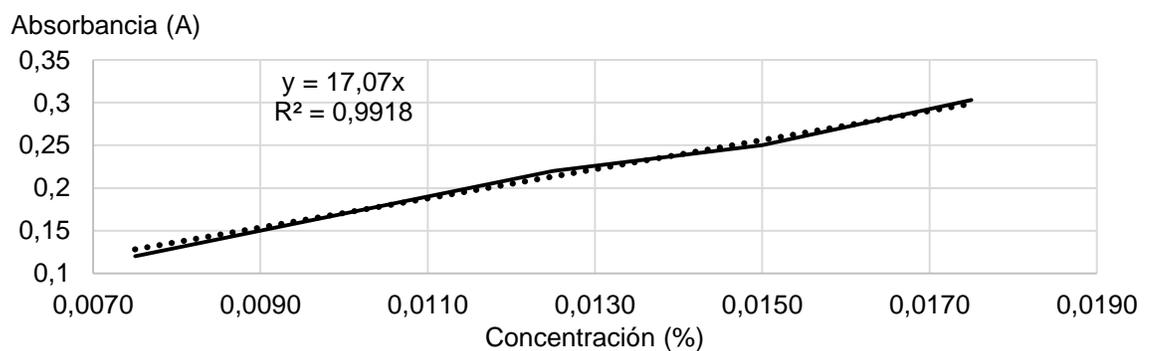
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 29. Curva de calibración de tinta negra a 575nm



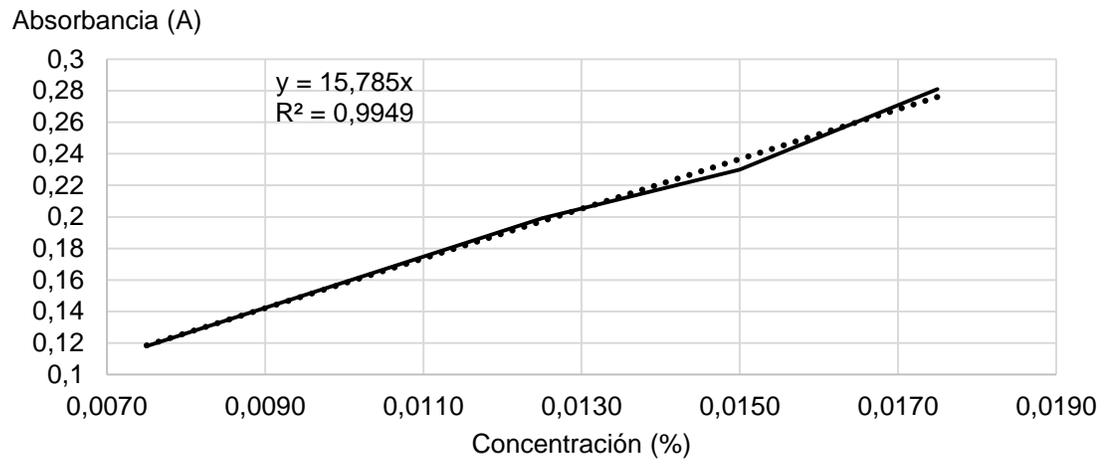
Fuente: elaboración propia.

Gráfica 30. Curva de calibración de tinta negra a 715nm



Fuente: elaboración propia.

Gráfica 31. Curva de calibración de tinta negra a 840nm



Fuente: elaboración propia.

ANEXO E  
TABLAS ANOVA PARA EL ANÁLISIS DE VARIANZA

Tablas de resultados de los análisis anova realizados para confirmar la relación entre la concentración de H<sub>2</sub>O y la absorbancia de la fase líquida y de la concentración de CaOH y la absorbancia de la fase líquida.

Tabla 39. Anova para cambio de concentración de H<sub>2</sub>O a 440nm

ANÁLISIS DE VARIANZA DE UN FACTOR 440NM

Concentración H2O (%V/V)	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
71.17	2	0.5	0.251	2E-06
64.03	2	2.57	1.2845	5E-07
56.88	2	3.35	1.675	0
49.74	2	3.74	1.87	2E-06

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	3.12519	3	1.0417308	925982.9	3.89E-12	6.59138
Dentro de los grupos	4.5E-06	4	1.125E-06			
Total	3.12520	7				

Fuente: elaboración propia.

Tabla 40. Anova para cambio de concentración de H<sub>2</sub>O a 575 y 715nm

ANÁLISIS DE VARIANZA DE UN FACTOR 575NM					
Concentración H <sub>2</sub> O (%V/V)	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza	
71.17	2	0.15	0.0745	5E-07	
64.03	2	2	1	0	
56.88	2	3.43	1.717	0	

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	2.712297	2	1.3561485	8136891	7.91E-11	9.55210
Dentro de los grupos	5E-07	3	1.667E-07			
Total	2.7122975	5				

ANÁLISIS DE VARIANZA DE UN FACTOR 715NM					
Concentración H <sub>2</sub> O (%V/V)	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza	
71.17	2	0.06	0.0275	5E-07	
64.03	2	0.05	0.0255	5E-07	
56.88	2	0.12	0.062	0	
49.74	2	0.18	0.092	2E-06	

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0.006004	3	0.0020015	2668.667	4.68E-07	6.59138
Dentro de los grupos	5	4	7.5E-07			2
Total	0.006008	7				

Fuente: elaboración propia.

Tabla 41. Anova para cambio de concentración de H<sub>2</sub>O a 840nm

**ANÁLISIS DE VARIANZA DE UN FACTOR 840NM**

Concentración H <sub>2</sub> O (%V/V)	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
71.17	2	0.04	0.0205	5E-07
64.03	2	0.04	0.01895	1.8E-06
56.88	2	0.1	0.0495	5E-07
49.74	2	0.14	0.071	2E-06

**ANÁLISIS DE VARIANZA**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0.003749	3	0.001249735	1040.362	3.07E-06	6.59138
Dentro de los grupos	4.805E-06	4	1.20125E-06			
Total	0.003754	7				

Tabla 42. Anova para cambio de concentración de CaOH a 440nm

**ANÁLISIS DE VARIANZA DE UN FACTOR 440NM**

Concentración CaOH (%V/V)	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
0.26	2	0.33	0.167	2E-06
0.23	2	0.36	0.179	0
0.20	2	0.42	0.2115	5E-07
0.16	2	1.17	0.5835	4.5E-06

**ANÁLISIS DE VARIANZA**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0.2393285	3	0.079776	45586.38	1.6E-09	6.591382
Dentro de los grupos	7E-06	4	0.0000018			
Total	0.2393355	7				

Fuente: elaboración propia.

Tabla 43. Anova para cambio de concentración de CaOH a 575 y 715nm

ANÁLISIS DE VARIANZA DE UN FACTOR 575NM

Concentración CaOH (%V/V)	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
0.26	2	0.08	0.0415	5E-07
0.23	2	0.06	0.032	2E-06
0.20	2	0.12	0.062	0
0.16	2	0.54	0.2685	5E-07

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0.075757	3	0.0252523	33669.78	2.94E-09	6.591382
Dentro de los grupos	3E-06	4	7.5E-07			
Total	0.07576	7				

ANÁLISIS DE VARIANZA DE UN FACTOR 715NM

Concentración CaOH (%V/V)	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
0.26	2	0.02	0.0115	4.5E-06
0.23	2	0.02	0.0105	5E-07
0.20	2	0.05	0.024	0
0.16	2	0.12	0.0595	5E-07

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0.0031524	3	0.0010508	764.2121	5.68E-06	6.59138
Dentro de los grupos	0.0000055	4	0.00000138			
Total	0.0031579	7				

Fuente: elaboración propia.

Tabla 44. Anova para cambio de concentración de CaOH a 840nm

ANÁLISIS DE VARIANZA DE UN FACTOR 840NM

Concentración CaOH (%V/V)	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza
0.26	2	0.02	0.009	2E-06
0.23	2	0.02	0.0095	5E-07
0.20	2	0.05	0.0235	5E-07
0.16	2	0.11	0.055	2E-06

ANÁLISIS DE VARIANZA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0.0027925	3	0.0009308	744.6667	5.99E-06	6.59138
Dentro de los grupos	5E-06	4	0.000001			
Total	0.0027975	7				

Fuente: elaboración propia.