



Evaluación del procesamiento hidrolítico de residuos textiles de corte tipo
poliéster/algodón.

Evaluation of the hydrolytic processing of polyester/cotton textile cutting waste.

LAURA MARCELA JULIO SUAREZ

Proyecto de Grado

Asesor

Catalina Giraldo Estrada

UNIVERSIDAD EAFIT

ESCUELA DE CIENCIAS APLICADAS E INGENIERÍA

INGENIERÍA DE PROCESOS

2023

Evaluación del procesamiento hidrolítico de residuos textiles de corte tipo poliéster/algodón.

Laura Marcela Julio Suarez^a

Catalina Giraldo Estrada^b

^a Estudiante de Ingeniería de Procesos, Universidad EAFIT, Medellín Colombia

^b Profesor, Asesor del Proyecto de Grado, Área Sistemas Naturales y Sostenibilidad, Universidad EAFIT, Medellín, Colombia

Resumen

El tratamiento hidrolítico con ácido nítrico sobre residuos textiles de corte de tipo poliéster/algodón (proporción 98%-2%) logra la recuperación del poliéster, siendo capaz de remover los tintes presentes. Se conservó la macroestructura del poliéster evidenciado con estereomicroscopía, brindando una posible oportunidad de aplicación en procesos de termoformado. Se evidencia una disminución del diámetro de la fibra de un 50,6%, medido con microscopía electrónica de barrido (SEM), que se le atribuye principalmente al desprendimiento de recubrimientos, conservando la macroestructura de las fibras de poliéster evidenciado por estereomicroscopio. Se determina un efecto directamente proporcional de los factores sobre la variable de respuesta (% poliéster recuperado) definiendo dos zonas de trabajo: 1) 50-65°C 0,30-0,35 % v/v 152-160 min y 2) 70°C 0,50 % v/v 168 min. El deshilachado de los residuos textiles permite prescindir de la agitación, mientras que a mayor tamaño si es necesario agitación, ya sea de forma intermitente o continua; ambos tipos de agitación entregan resultados similares. Se obtuvo una degradación máxima de 52,75% en las condiciones 70°C, 35% v/v y 180 min en proceso sin agitación y tamaño 1; una vez aplicada agitación constante y deshilachado se obtuvo una degradación máxima promedio de 57,50%. Se presentó un incremento de masa en ciertas muestras, cuyas condiciones de operación promueven la síntesis de subproductos debido a la oxidación parcial de la glucosa; los estudios preliminares realizados sobre residuos textiles 100% algodón presentan una oportunidad de investigación alrededor de el tratamiento de este tipo de residuos

Palabras clave: residuos textiles, hidrólisis, poliéster/algodón, recuperación de poliéster, circularidad,

Key words: fabric wastes, hydrolysis, polycotton, blended fabrics, polyester recovery, circularity

1. Introducción

El consumo de recursos textiles para la manufactura de productos terminados de uso cotidiano (prendas de vestir, linos, restos de textiles, etc.) ha aumentado en los últimos 15 años debido al crecimiento poblacional de la clase media en todo el mundo, mayores ventas per cápita en economías maduras y comportamientos del mercado como el movimiento del *fast fashion* causando un incremento notable de los residuos generados [1]. La industria textil consta de procesos intensivos en recursos naturales con una estructura mayormente lineal, donde solo el 13% de la materia prima que entra a la cadena productiva de este sector es reciclado [2], destinando únicamente el 1% a la producción de nuevas prendas [3]. De forma particular, en la etapa de confección hay un 12% de residuos generados de forma inherente debido a las actividades de corte. Trabajando bajo los lineamientos de El Pacto Verde Europeo y el Plan de Acción de Economía Circular, la Comisión Europea desarrolla permanentemente legislaciones de control sobre la gestión y aprovechamiento de residuos; más recientemente se cuenta con la propuesta 2024-2028 de la responsabilidad extendida del productor (REP), en la cual los productores de textiles y calzado deben financiar los costos de recolección, clasificación, preparación y otros tratamientos de textiles y calzado usados y de desecho recolectados, incluidos los productos de consumo no vendidos considerados residuos [4]. En Colombia, el documento CONPES 3874 determina la Política Nacional de la Gestión Integral de Residuos Sólidos [5] e iniciativas de REP [6]. Sin embargo, no se establecen planes de acción claros sobre la gestión de los residuos textiles, causando que estos sean acumulados de forma indiscriminada con otros desechos en rellenos sanitarios y acopios a cielo abierto [7], [8]. Para el sector textil

se identifican varias iniciativas para el control de la gestión de residuos, como el proyecto de Ley No. 111/20 [9] y el proyecto de Ley No. 117/20 [10], en los cuales se propone un programa de gestión integral de residuos textiles, así como incentivos para el reciclaje de prendas que imitan la legislación actual del Parlamento Europeo [11]. Considerando lo anterior, se identifica la necesidad del desarrollo de procesos sostenibles que permitan la implementación de estrategias de economía circular para la gestión de la constante generación de los residuos textiles, produciendo materias primas secundarias que puedan reincorporarse a la cadena productiva, permitiéndole a las empresas del sector prepararse para los avances en legislaciones relacionadas.

Se identifican cuatro grupos de estrategias de aprovechamiento de residuos textiles, en orden según el costo de la tecnología implementada: (1) aprovechamiento energético, (2) mecánico para la manufactura de productos de baja valorización (hilazas, pabilos, fieltros, rellenos) o su uso en matrices de construcción, (3) químicos y (4) enzimáticos en la degradación, recuperación y producción de compuestos [12], [13]. Actualmente Colombia no implementa la incineración de residuos a gran escala [14], [15]; sin embargo, si se han adelantado iniciativas empresariales para el aprovechamiento mecánico [16], [17]. Estas técnicas de aprovechamiento presentan limitaciones sobre el tipo de resigo implementado, presencia de tintes y rango de aplicación. Sobre esto, los tratamientos químicos y enzimáticos permiten la recuperación de residuos buscando una regeneración de fibras, o degradación selectiva en el caso de las mezclas, con el fin de reingresarlas al sistema productivo, cerrar ciclos y generar valor; estas tecnologías presentan desarrollos pilotos en varios países de Europa [18]–[20].

Las mezclas de fibras textiles representan un desafío en el diseño de procesos que permitan realizar la separación. Actualmente, gran cantidad de los productos textiles están elaborados con telas de poliéster/algodón debido a sus atractivas propiedades en términos de comodidad y costo; esta presenta un alto porcentaje de poliéster debido a su durabilidad; representando un aproximado del 52% de la producción total de fibras en el mundo, seguido por las fibras de algodón con un 24% [18], [19]. Los tratamientos que se han desarrollado para el aprovechamiento de estos residuos ricos en poliéster y fibra de algodón emplean principalmente procesos hidrolíticos para la transformación selectiva ya sea del poliéster o de la celulosa que componen las fibras de algodón. De forma general, se requieren procesos de reducción de tamaño (trituration o deshilachado) que favorezcan la reacción [21], así como compuestos químicos altamente selectivos que suelen ser agresivos y estrictamente regulados en el mercado colombiano (H_2SO_4 , HCl, NaOH) [22], o de un alto costo debido a su grado de especialización como lo son las enzimas o líquidos iónicos como solventes, cuyos desarrollos solo se evidencian proyectos a escala de laboratorio [23]–[27].

Se identifica un gran interés de investigación en las tecnologías de aprovechamiento químico debido a los altos grados de recuperación de componentes y la flexibilidad de aplicabilidad como materias primas primarias o secundarias en la cadena de valor, además de estudios en marcha a escala piloto [20], [28]. Sin embargo, se presentan grandes desafíos debido a las características de los residuos a tratar, como el estado físico, la presencia de tintes y la degradación selectiva de uno o varios tipos de las fibras presentes [29]–[32]. Para el caso de residuos textiles tipo poliéster/algodón se identifica que (1) la hidrólisis alcalina permite recuperaciones cercanas al 98% del poliéster, mediante su transformación en ácido tereftálico [33]–[35]; (2) la hidrólisis ácida mediante la degradación selectiva de las fibras de algodón presenta oportunidades de recuperación del poliéster [32], [36]–[38]o la producción de nano cristales de celulosa[28], [30], [31], [36], [39].

De forma general, los tratamientos hidrolíticos buscan el rompimiento de enlaces de las moléculas presentes: celulosa con enlaces de hidrógeno y el poliéster con enlaces éster. Se identifica la posibilidad de producción de *building-blocks* a partir de la oxidación de azúcares, donde el uso del HNO_3 surge como una alternativa viable para el tratamiento de la celulosa presente en los residuos del tipo poliéster/algodón, donde el ion nitrato causa la oxidación de la glucosa separándola así de las fibras de poliéster [40], [41]. De esta forma se encuentra la oportunidad de investigación sobre la evaluación de la factibilidad de este tratamiento para el aprovechamiento de residuos textiles de corte del tipo poliéster/algodón con presencia de tintes.

2. Materiales y métodos

Se emplearon residuos textiles de corte cuya proporción poliéster/algodón se determinó mediante la degradación de la glucosa con ácido sulfúrico (CAS # 7664-93-9) adaptado de la norma ISO 1833:1977 [42], [43]. Como se muestra en la *Figura 1*, se revisó el estado físico de los residuos, descartando aquellos que

presentaran contaminantes (pinturas, lodos, etc.). Luego se realizó la reducción de tamaño de forma manual (corte y deshilachado), pesaje en balanza analítica y almacenamiento según el diseño de experimentos planteado. La hidrólisis ácida se realizó con ácido nítrico (CAS # 7697-37-2), en un montaje de vidriería sobre plancha de puestos múltiples y agitación magnética. Para la separación de fases se empleó un tamiz para líquidos #40. El secado de muestras se realizó en horno de convección. Los reactivos fueron proporcionados por el centro de laboratorios del pregrado de Ingeniería de Procesos. Los ensayos fueron realizados en las instalaciones del grupo de investigación GIPAB ubicado en el campus de la Universidad EAFIT sede Medellín.

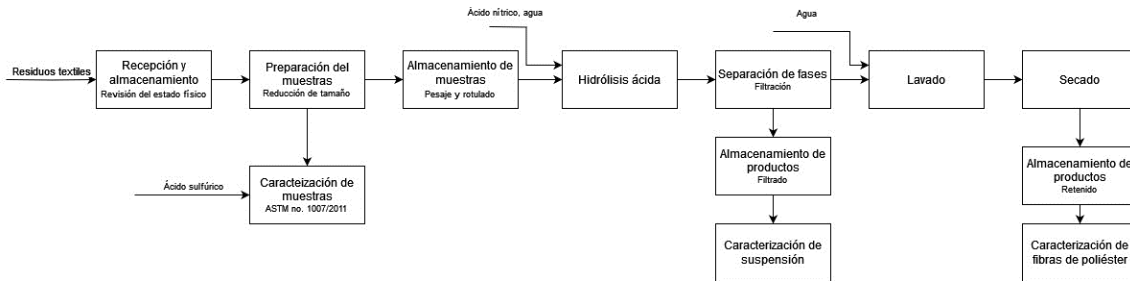


Figura 1. Metodología general

La variable de respuesta evaluada fue el porcentaje de poliéster recuperado, el cual es calculado con la relación de peso inicial y peso final, como se muestra en la *Ecuación 1*.

El diseño de experimentos empleó el modelo de Box-Behnken de tres factores y tres niveles con réplica para el ensayo de determinación de condiciones de reacción; y de dos factores y tres niveles con réplica para el ensayo de determinación del efecto del tamaño de corte. El análisis de datos se realizó a través de la metodología de superficie de respuesta (RSM), donde los datos cuantitativos permiten examinar la interacción de los diversos parámetros que afectan el proceso y estudiar las respuestas de varios factores variándolos simultáneamente [44], [45]. Los niveles superiores e inferiores (ver *Tabla 1* y *Tabla 2*) fueron seleccionados considerando las limitaciones de los equipos disponibles, las referencias de materiales aptos para los reactivos empleados, así como la disponibilidad comercial de estos (ie. concentración, normativa para la comercialización [22], [46]).

Primero se evaluó la respuesta ante la variación de tiempo de reacción, concentración de ácido y temperatura; teniendo en cuenta estos resultados se acotó el rango de las variables mediante un modelo de superficie de respuesta preliminar empleando el software RStudio [47] para el modelado RSM siguiendo la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**; este modelo de ecuación cuadrática incluye todos los términos de interacción, y se utilizó para el cálculo de la superficie de respuesta y la identificación de zonas de trabajo factibles: se definieron las condiciones de temperatura, tiempo de reacción y concentración empleadas para evaluar el efecto del tamaño de corte y agitación. De forma similar, se aplicó el modelo de superficie de respuesta y el análisis de varianza para los resultados obtenidos. El código empelado se encuentra disponible en el *Anexo 1*.

El efecto de los factores de entrada en las respuestas se investigó mediante análisis de varianza (ANOVA) mediante la evaluación estadística del valor p y el valor de los coeficientes de regresión. Además, se informó la validez del modelo en términos del coeficiente de determinación, coeficiente de determinación ajustado y el estadístico F. Finalmente, se desarrollaron diagramas de contorno y de niveles de respuesta tridimensionales para mostrar la interrelación entre factores independientes y sus efectos relacionados en la respuesta.

$$\% \text{poliéster} = (\text{peso final}) / (\text{peso inicial}) \quad \text{Ecuación 1}$$

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k (\beta_i X_i) + \sum_{i=1}^k (\beta_{i,i} X_i^2) + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=1}^k (\beta_{i,j} X_i X_j) \quad \text{Ecuación 2}$$

$$e = (1 - \%poliester)/(1 - \%poliester\ inicial)$$

Ecuación 3

El modelo cuadrático basado en la *Ecuación 2* se aplicó para evaluar los coeficientes del modelo estadístico, donde y es la respuesta, β_0 es el coeficiente constante, β_i son los coeficientes lineales, β_{ij} son los coeficientes de interacción, β_{ii} son los coeficientes cuadráticos, X_i y X_j son los valores codificados de las variables investigadas.

Para realizar una comparación con respecto a la muestra inicial, se calculó un factor de eficiencia e empleando la *Ecuación 3*, la cual permite evidenciar la degradación de la celulosa, es decir, la reducción de peso, en referencia a la máxima disminución posible en la muestra.

La solución de ácido nítrico se calentó a la temperatura determinada antes de sumergir la muestra. Se realizó monitoreo constante de la temperatura. Una vez completado el tiempo de reacción se retiró de la fuente de calor y se adicionó agua desionizada para disminuir la concentración de ácido y se sumergió el montaje en baño maría para llevar a temperatura ambiente. Posteriormente se realizó lavado con agua: se sometió la muestra a un proceso repetitivo de inmersión, agitación y filtración, hasta que el filtrado fuera totalmente incoloro. Se realizó secado a 60°C durante 12 horas.

Tabla 1. Descripción de los factores, niveles y variables de respuesta para el proceso de hidrólisis ácida, con condiciones de temperatura, concentración y tiempo variables.

Factor	Niveles			Unidad	Medición
Temperatura	20	45	70	°C	Termómetro superficial
Concentración HNO ₃	0,20	0,35	0,50	% v/v	
Tiempo de reacción	60	120	180	Minutos	Cronómetro
Variable de respuesta	Poliéster recuperado			Masa	Balanza; diferencia peso inicia peso final
Factor no controlable				Presión atmosférica	
				Proporción poliéster/algodón de la muestra	
Factor controlable				Tamaño de corte 1x1 cm (Bengtsson et al. 2022 [34])	
				Proporción residuo/solución 1:10 (Kim I et al. 2015 [48])	

El efecto de la reducción de tamaño se evaluó sobre tres tamaños de corte: (0) deshilachado, (1) cuadros de 1 cm² y (2) cuadros de 2 cm². El efecto de la agitación se evaluó con respecto a la intermitencia durante la hidrólisis: (0) sin agitación, (1) agitación contante y (2) agitación de forma intermitente por periodo de 30 minutos.

Tabla 2. Descripción de los factores, niveles y variables de respuesta para el proceso de hidrólisis ácida con condiciones de tamaño y agitación variables.

Factor	Niveles			Unidad	Metodología de medida
Tamaño	0	1	2	cm ²	Flexómetro
Agitación	0	1	2	Minutos	Plancha magnética
Variable de respuesta	Poliéster recuperado			Masa	Balanza; diferencia peso inicia peso final
Factor no controlable				Presión atmosférica	
				Proporción poliéster/algodón de la muestra	
				Velocidad de agitación (rpm)	
Factor controlable				Temperatura	
				Concentración	
				Tiempo de reacción	
				Proporción residuo/solución 1:10 (Kim I et al. 2015 [48])	

Considerando el mecanismo de reacción empleado para la oxidación de la glucosa [40], [41], se determina la posibilidad de la presencia de subproductos con un incremento de peso molecular, interfiriendo con la variable de respuesta. Para evaluar este efecto se identificaron las muestras con incremento de masa, seleccionando las

condiciones de tiempo, temperatura y concentración para realizar la evaluación sobre muestras de D-Glucosa (CAS # 50-99-7) y tela de composición 100% algodón.

Para la caracterización de las fibras de poliéster obtenidas se realizaron observaciones de las muestras con el estereomicroscopio Olympus SZ61 y tomas fotográficas empleando el software Motic Images Plus 2.0 [49] en las instalaciones de la Unidad de Laboratorios de Ciencias de la Tierra (20-514- Paleontología, Petróleos y Rocas Sedimentarias). Adicionalmente, se realizaron observaciones de las muestras con el microscopio electrónico de barrido Zeiss Evo 40 VP con recubrimiento de oro/paladio empleando el detector de electrones secundarios (SE), el detector de electrones secundarios y retrodispersados (HDBSD) y el detector de espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS), interpretado con el software ZEISS SmartSEM [50], en las instalaciones de la Unidad de Laboratorios de Ciencias Físicas (19-S009- Física Aplicada).

Para caracterizar la suspensión se realizó una espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), realizando barrido entre el espectro de longitud de onda 400-700, en las instalaciones de Química Instrumental. Adicionalmente, se realizaron mediciones de pH empleando titulación con hidróxido de potasio (CAS # 1310-58-3).

3. Resultados y análisis

La caracterización de la muestra determinó una proporción de 97.97% de poliéster. Se identifica que la degradación con ácido sulfúrico no remueve de forma significativa los tintes presentes, esto de acuerdo con lo reportado en la literatura, donde los procedimientos se realizan únicamente con residuos textiles blancos [30], [36], [51]. Esto se atribuye principalmente a que la eliminación de componentes celulósicos de una mezcla de poliéster y algodón con ácido sulfúrico (70% v/v) se denomina “carbonización” [52] y que es utilizado en la preparación de telas en procesos de tintura. Si bien el ácido sulfúrico es utilizado en los procesos de remoción de tintes de origen textil, participa como activador ácido en los procesos de adsorción de tintes en fase acuosa sobre superficies porosas como el carbón activado [53]; de hecho, el ácido sulfúrico es ampliamente utilizado en los procesos de tintura de textiles mediante técnicas de dispersión para la fijación sobre las fibras [54].

La respuesta a la variación de concentración de ácido, temperatura y tiempo de reacción demostró que la hidrólisis ácida con ácido nítrico logra degradar la celulosa, obteniendo como producto principal las fibras de poliéster, siendo capaz de remover los tintes presentes en los residuos textiles como se muestra en la *Figura 2*, donde Y hace referencia a la degradación promedio.

Se identifica una relación directamente proporcional entre la degradación de la celulosa y el tiempo de reacción, así como con la concentración de ácido y la temperatura. Sin embargo, se evidencia el incremento de masa sobre algunas de las muestras. Esto implica interferencia en el modelo de respuesta de superficie, donde al obtener porcentajes de variación negativos se presenta una distorsión de la recuperación real. Empero, este incremento en la masa se ajusta a lo determinado por el proceso de oxidación de la glucosa con ácido nítrico, donde los nitratos de azúcar formados presentan un cambio en el peso molecular, que, al quedar adheridos a las fibras de poliéster, implican un incremento en la variable de respuesta determinada para el presente modelo.

Temperatura ambiente		Temperatura: 70°C	
Concentración: 0,20 v/v Tiempo: 120 min Y: 0,77% e: 38,50%	Concentración: 0,50 v/v Tiempo: 120 min Y: -37,50%	Concentración: 0,20 v/v Tiempo: 120 min Y: 0,52% e: 25,75%	Concentración: 0,50 v/v Tiempo: 120 min Y: 0,37% e: 18,50%
Concentración: 0,35 v/v Tiempo: 60 min Y: 1,05% e: 52,25%	Concentración: 0,35 v/v Tiempo: 180 min Y: -2,64%	Concentración: 0,35 v/v Tiempo: 60 min Y: -17,91%	Concentración: 0,35 v/v Tiempo: 180 min Y: 1,06% e: 52,75%
Temperatura: 45°C			
Concentración: 0,20 v/v Tiempo: 60 min Y: 1,05% e: 52,50%	Concentración: 0,20 v/v Tiempo: 180 min Y: 0,51% e: 25,50%	Concentración: 0,35 v/v Tiempo: 120 min Y: 0,31% e: 15,50%	Concentración: 0,35 v/v Tiempo: 120 min Y: 0,10% e: 4,95%
Concentración: 0,50 v/v Tiempo: 60 min Y: 0,61% e: 30,50%	Concentración: 0,35 v/v Tiempo: 180 min Y: 0,34% e: 17,00%	Concentración: 0,35 v/v Tiempo: 60 min Y: -75,26%	Caracterización H2SO4 0,7 v/v, 50°C, 60 min Y = 2,03%

Figura 2. Resultados de variación de temperatura, concentración de ácido y tiempo de reacción

Se observa que las condiciones a temperatura ambiente favorecen la oxidación en nitratos de azúcar sobre la degradación de celulosa. Principalmente, para el caso de la temperatura 45°C y concentración 0.35 (% v/v), el porcentaje de variación negativo se acerca bastante a la recuperación de celulosa esperada de la muestra. Esto se atribuye a que las condiciones de reacción son similares a la reportadas para la síntesis química del ácido sacárico (CAS # 87-73-0), donde el ácido nítrico actúa como oxidante estequiométrico [55], [56].

Considerando el modelo de respuesta de superficie obtenido Y_1 (valor p: 0,8019), cuyo análisis ANOVA se encuentra resumido en el Anexo 4, indica que no hay significancia de los factores; esto se atribuye a el bajo coeficiente de determinación obtenido. Se opta por truncar el modelo, dándole un valor 0 a aquellos puntos con respuesta negativa. De esta forma, se obtuvo un modelo de superficie de respuesta Y_2 con un coeficiente de determinación más ajustado (R cuadrado múltiple: 0,5104, R cuadrado ajustado: 0,29, estadístico F: 2,316 en 9 y 20 DF, valor p: 0,05651) que resalta la significancia de los factores de temperatura (X_1) y tiempo (X_3), así como la interacción $X_1:X_3$ y el factor cuadrático X_3^2 . A pesar de un incremento en el ajuste del modelo, este truncamiento no permite identificar las zonas de trabajo de manera precisa; como se evidencia en la Figura 3, el modelo Y_2 muestra máximos tanto en las condiciones máximas (70°C, 50% v/v y 180 min) como las condiciones mínimas (Tamb, 20% v/v y 60 min), esto último está en desacuerdo con la valoración cualitativa de la Figura 2. Algo similar ocurre en el modelo Y_1 , sin embargo, las zonas posibles de trabajo se identifican más fácilmente. Se observa la máxima degradación (52,75%) en las condiciones 70°C, 35% v/v y 180 min.

El ajuste de ambos modelos es muy bajo, lo cual se debe principalmente a la similitud en la variable de respuesta: si bien cualitativamente se aprecian los cambios según las condiciones de operación, cuantitativamente se obtienen resultados similares. Dicho ajuste podría ser mejorado con un factor de corrección sobre la variable de respuesta, el cual acentúe las diferencias entre las condiciones de operación teniendo en cuenta los cambios observados sobre las muestras; sin embargo, para la aplicación de este factor se requeriría el desarrollo de una parametrización de cambios cuantitativos que permitiera la clasificación formal de las muestras [57] o un apoyo en medición colorimétrica siguiendo las normas ISO/TC 38/SC 1 (ensayos para textiles coloreados y tintes [58]).

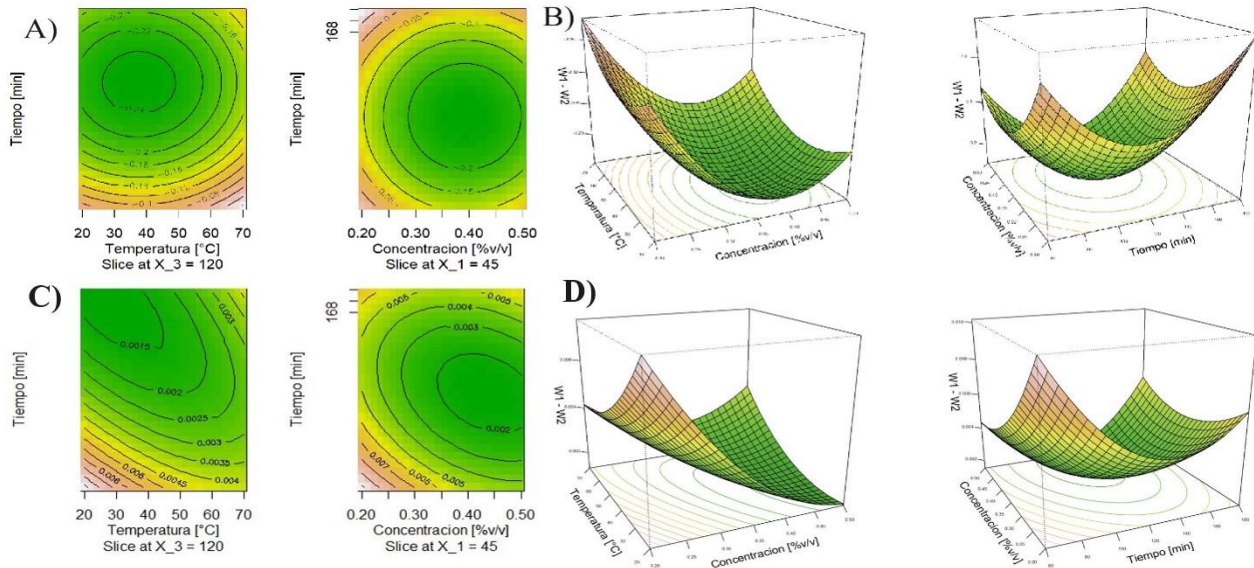


Figura 3. Modelo de superficie de respuesta variación de temperatura, concentración y tiempo. A) Gráfico de contorno sin truncar, B) Gráfico de perspectiva sin truncar, C) Gráfico de contorno truncado, D) Gráfico de perspectiva truncado

Se identificaron dos zonas de trabajo, como se muestra en la *Tabla 3*, considerando los resultados del modelo sin truncar; se descartan los puntos a temperatura ambiente teniendo en cuenta los resultados de la variación temperatura, concentración y tiempo (*Anexo 2*), así como la valoración cualitativa preliminar de las muestras (*Figura 3*), donde se evidencia que las condiciones de reacción a temperatura ambiente no favorecen la degradación, y en los casos en los que si hay disminución de masa, no hay remoción de tintes. Así mismo se descartan las condiciones de concentración 0,20 v/v.

Tabla 3. Zonas de trabajo

	Temperatura (°C)	Concentración (v/v)	Tiempo (min)
Zona 1	50-65	0,30-0,35	152-160
Zona 2	70	0,50	168

Para la evaluación del efecto de reducción de tamaño y agitación se eligió trabajar en la zona 1, para disminuir la generación de óxidos de nitrógeno debido a la descomposición del ácido nítrico por efecto de la temperatura [59].

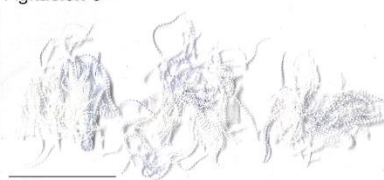







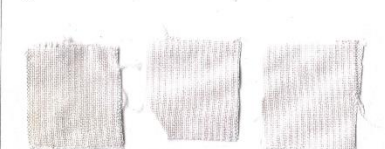
Tamaño 0		
Agitación 0	Agitación 1	Agitación 2
		
<u>Y e</u> 0,99% 49,50%	<u>Y e</u> 1,52% 76,00%	<u>Y e</u> 1,15% 57,50%
Tamaño 1		
Agitación 0	Agitación 1	Agitación 2
		
<u>Y e</u> 0,92% 46,00%	<u>Y e</u> 1,13% 56,50%	<u>Y e</u> 1,03% 51,50%
Tamaño 2		
Agitación 0	Agitación 1	Agitación 2
		
<u>Y e</u> 0,70% 34,88%	<u>Y e</u> 0,77% 38,33%	<u>Y e</u> 0,76% 37,75%

Figura 4. Resultados de variación de tamaño de corte y agitación

Se obtuvo un modelo de superficie de respuesta (valor p : 0,3849), donde la significancia en el análisis ANOVA se encuentra resumido en el Anexo 6 indica que a pesar del resultado del estadístico, el tamaño de corte presenta un aporte importante al modelo (factor Pr 0.0009349), mientras que la agitación presenta significancia de 1. Teniendo en cuenta los resultados presentados en la Figura 4 (ver datos completos en Anexo 3), se observa que el tamaño de corte influye de forma considerable en la variable de respuesta, demostrando que en condiciones si agitación es posible la recuperación de las fibras y la remoción de tintes. Se identifica que incluso para las muestras de mayor tamaño, la agitación permite obtener resultados similares a aquellos de tamaño intermedio. Por otro lado se identifica que la agitación continua y la agitación intermitente entregan respuestas similares para entre el mismo tamaño de corte.

Como se observa en la Figura 5, para el tamaño de corte menor (deshilachado) se puede prescindir de la agitación con respecto al mayor tamaño de corte, mientras que a mayor tamaño si es necesario agitación, ya sea de forma intermitente o continua.

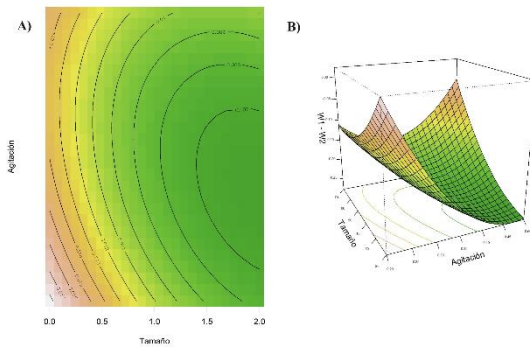


Figura 5. Modelo de superficie de respuesta, variación de tamaño y agitación

Si bien la variable de respuesta empelada en la construcción del modelo (Y) permitió identificar las zonas de trabajo, y la variable calculada de eficiencia (e) permite evaluar el desempeño del tratamiento, el sistema cuenta con un factor no controlable con respecto a la cantidad de algodón presente: este modelo no es concluyente para identificar si la cantidad de fibra de algodón puede llegar a ser un factor que influya en la respuesta del sistema; trabajar con residuos textiles con mayor cantidad de contenido celulósicos puede ayudar a ajustar la respuesta del modelo y definir la significancia de los factores evaluados. De forma similar, se mantuvo la proporción sólido/líquido constante, lo cual implica otro factor que puede ser considerado para aumentar la robustez del modelo.

Como se evidencia en la *Figura 6*, las observaciones con estereomicroscopio permiten identificar que no se presentan cambios significativos en la macroestructura de las muestras. En los casos en los cuales hubo agitación, se evidencia una separación de las fibras mayor, para el caso del tamaño 0 fue poco evidente puesto que ya había un deshilachado previo, sin embargo en los tamaños 1 y 2 la separación se presenta en los extremos. La remoción de tientes de la muestra fue mayor en el caso de las muestras deshilachadas, pues en aquellas de tamaño 1 y 2 todavía se observan trazas. Es importante notar las impurezas presentes en las muestras: se encuentra que el tratamiento no es capaz de remover el grafito empelado en la marcación para el corte, ya que sigue presente en las muestras; si bien sí hay una disminución en las marcaciones, se le atribuye principalmente a la fracción de agua de la solución, ya que las condiciones trabajadas no son las requeridas para que se de la intercalación del grafito en ácido nítrico [60]. Todas las imágenes se encuentran disponibles en el *Anexo 7*.

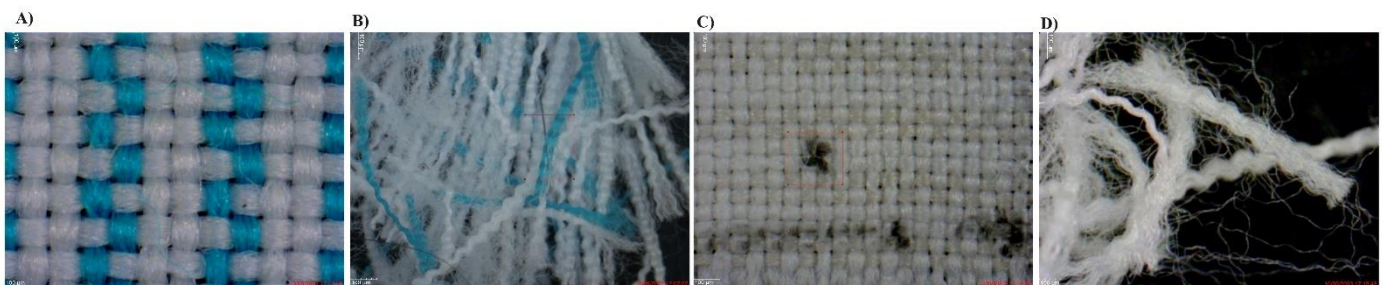


Figura 6. Observaciones con estereomicroscopio Olympus SZ61. A) Muestra sin tratamiento. B) Muestra sin tratamiento deshilachada (tamaño 0). C) Muestra tratada (tamaños 1 y 2). D) Muestra tratada deshilachada (tamaño 0)

Por otro lado, el microscopio electrónico de barrido permitió observaciones a 100x y 1000x, ofreciendo imágenes de la estructura de la fibra textil, como se observa en la *Figura 7*. Considerando la estructura característica de las fibras, se logra diferenciar las fibras de poliéster y de algodón en la muestra sin tratamiento (*Figura 6A*), estas últimas no se ubican en la muestra tratada (*Figura 6C*). Esta identificación se logró mediante comparación cualitativa de la estructura lisa y rugosa de las fibras [61], [62]. Se observa la presencia de pequeñas partículas en la muestra tratada, tanto en el medio como adheridas a la fibra de poliéster. Notoriamente, se evidencia el cambio de diámetro de la fibra, pasando de $20,19 \mu\text{m}$ (*Figura 6B*) a $9,967 \mu\text{m}$ (*Figura 6D*), es decir, una reducción del 50,6%. Esta reducción se le atribuye al efecto del tratamiento, donde se supone que además de la remoción de la celulosa, los tintes y recubrimientos de la fibra de poliéster también son retirados. Considerado los resultados de composición del detector EDS (ver

Figura 8B), la reducción del pico de carbono (C) en un 21% que puede ser considerado como indicador del efecto del tratamiento aplicado sobre la fibra. Debido a la presencia de otros picos se sospecha que la fibra de poliéster contaba con un recubrimiento ya sea para la mejora de propiedades del textil o de cromóforos correspondientes a los tintes (Si, Fe, K, Mg) [63]. Este ensayo no es determinante; se sugiere el desarrollo de ensayos de solubilidad de polímeros de las muestras sin tratamiento y fibras tratadas para realizar una caracterización fina de las muestras [64]. También se propone llevar a cabo un análisis termogravimétrico (TGA) sobre las fibras de poliéster obtenidas para determinar la estabilidad térmica del material y su aplicación como materia prima secundaria.

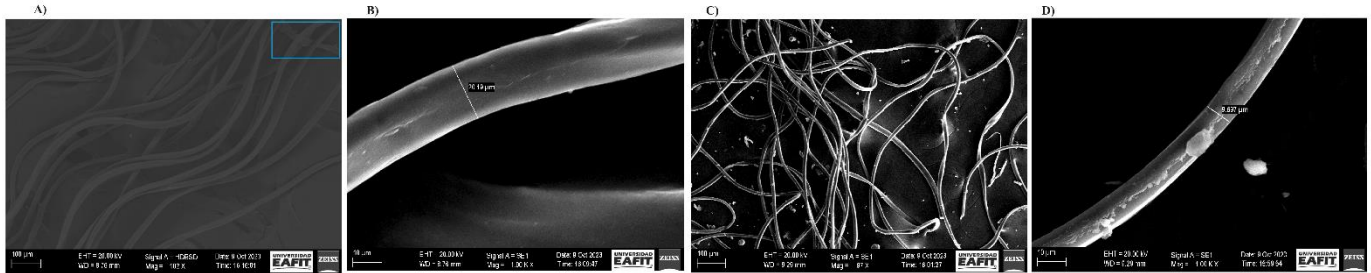


Figura 7. Observaciones con microscopio electrónico de barrido. A) Muestra sin tratamiento 100x. B) Muestra sin tratamiento 1000x; diámetro 20,19 μm. C) Muestra tratada 100x. D) Muestra tratada 1000x; diámetro 9,967 μm

Aunque el ensayo EDS indica la presencia de residuos de aluminio, esto se atribuye principalmente al almacenamiento de las muestras. El reporte completo se encuentra disponible en el Anexo 9 y Anexo 10.

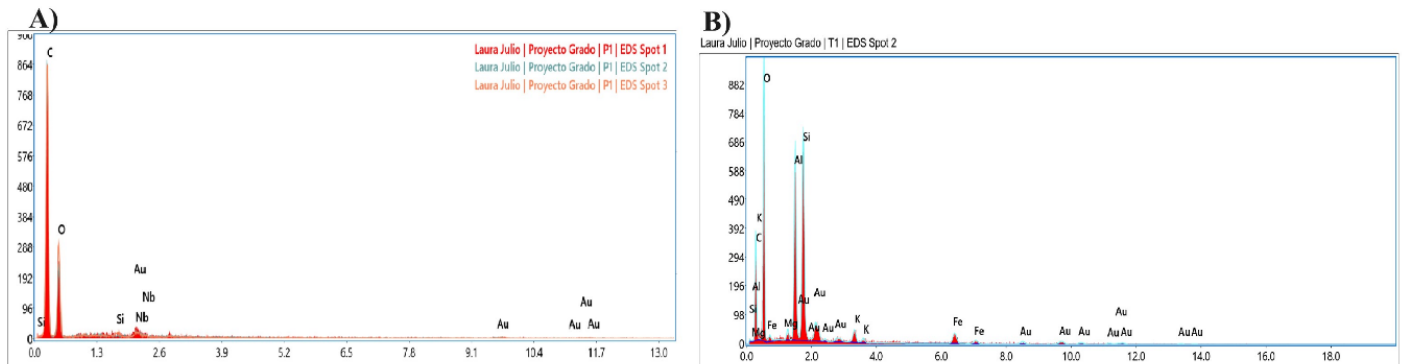


Figura 8. Espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS). A) Muestra sin tratamiento. B) Muestra tratada.

La medición de pH de la suspensión obtenida entrega como resultado una solución ácida (1,2 – 2,6) que es un indicador del bajo agotamiento del ácido nítrico durante el tratamiento; esto es importante para una posterior evaluación de la recirculación. Para el caso de la zona de trabajo 2, una vez adicionada el agua para

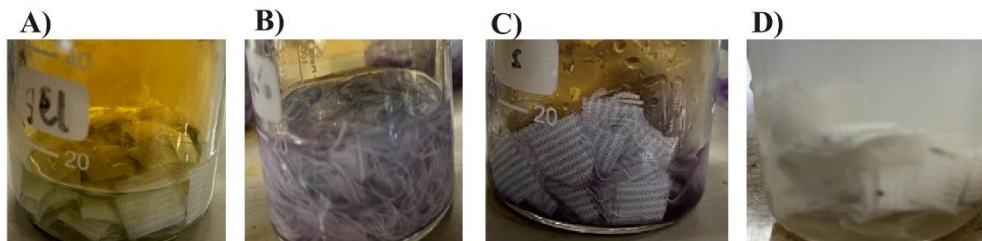


Figura 9. Suspensión resultante y descomposición en óxidos de nitrógeno.

detener la reacción, se obtiene una suspensión turbia, a diferencia de la suspensión coloreada que se obtiene en las muestras de la zona de trabajo 1, como se evidencia en el apartado B y D de la *Figura 9*.

Con respecto a la suspensión obtenida, se obtuvieron los resultados de absorbancia con FTIR (ver **Figura 11**) donde se identifican picos alrededor de 540-560 (a.u.). Se observa una disminución de la absorbancia con el aumento de la temperatura y la concentración de ácido, atribuido a la descomposición de los tintes, sin embargo, no se cuenta con suficiente información para establecer si hay correlación o no. Se sugiere tomar la absorbancia de la muestra como variable de respuesta de un nuevo modelo que pudiera apoyar a la cuantificación de la remoción de tintes por encima de una caracterización cuantitativa [53]. Este método de caracterización es insuficiente para evaluar las propiedades químicas de la suspensión obtenida; se recomienda la aplicación de técnicas más avanzadas como HPLC [24].

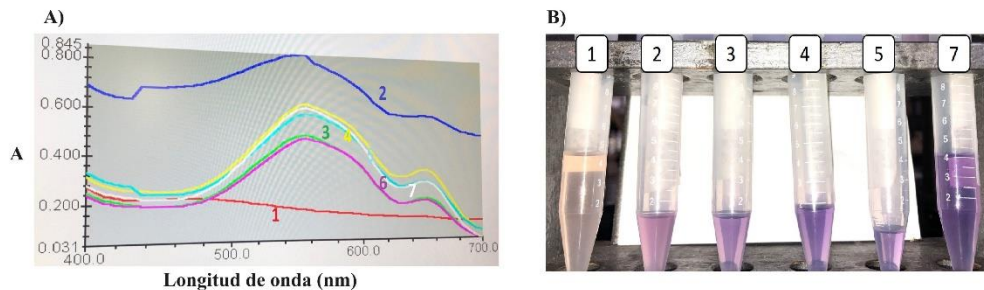


Figura 11. Resultados FTIR de la suspensión resultante

Por otro lado, se realizó el análisis de las condiciones sobre las cuales se genera un incremento de masa empelando D-glucosa y residuo textil de algodón indica el efecto del tratamiento sobre los componentes celulósicos considerando el mecanismo de reacción empleado para la oxidación de la glucosa. Se obtuvo una suspensión coloreada (ver *Figura 10A*) de pH 1,4 que coincide con los resultados reportado en la síntesis de ácido sacárico. Sin embargo, considerando la baja cantidad de glucosa evaluada y que no se realizó la formación de complejos para la precipitación, luego de 2 horas la solución disminuyó coloración siendo un indicador del equilibrio del sistema de oxidaciones parciales de la glucosa [55], [56]. La acción del tratamiento sobre los residuos textiles 100% algodón mostró la liberación de una sustancia aceitosa en la suspensión obtenida que puede ser atribuida a residuos en la muestra como resultado de recubrimientos sobre la fibra (ver *Figura 10B*).

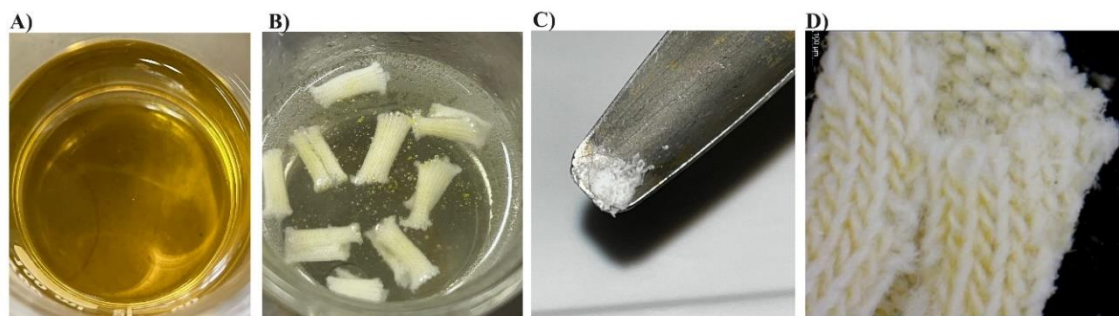


Figura 10. Evaluación de condiciones con incremento de masa. A) Suspensión obtenida de la reacción con D-glucosa. B) Tratamiento de residuos textiles 100% algodón. C) Sólido obtenido después de secado. D) Muestra tratada 100% algodón.

Una vez secadas las muestras, se obtuvo un sólido cristalino (ver *Figura 10C*) adicional a las fibras de algodón no degradadas (ver *Figura 10D*). La diferencia de peso sobre las muestras de residuos demostró una eficiencia promedio del tratamiento con las condiciones evaluadas del 31,63%. Estos resultados preliminares abren la puerta a futuras investigaciones para la recuperación de residuos textiles 100% algodón, donde se caractericen formalmente los sólidos obtenidos.

4. Conclusiones

El tratamiento hidrolítico con ácido nítrico sobre residuos textiles de corte de tipo poliéster/algodón (proporción 98%-2%) logra la recuperación del poliéster, siendo capaz de remover los tintes presentes. Se evidencia una disminución del diámetro de la fibra de un 50,6%, medido con microcopia electrónica de barrido, que se le atribuye principalmente al desprendimiento de recubrimientos, conservando la macroestructura de las fibras de poliéster evidenciado por estereomicroscopio.

La superficie de contorno y el gráfico de superficie tridimensional permitió la identificación de dos zonas de trabajo: 1) 50-65°C 0,30-0,35 %v/v 152-160 min y 2) 70°C 0,50 %v/v 168 min. Como condiciones de operación para trabajo preliminar se sugiere la zona 2, con concentración y temperaturas intensivas. Para posteriores análisis bajo el método de mínimos cuadrados para la evaluación por escalones en RMS y posterior optimización se recomienda explorar la zona 1 tomando como punto de interés las condiciones 70°C, 35%v/v y 180 min, en la cual se obtuvo el mayor porcentaje de degradación con el presente modelo (52,75%).

Se evidencia un incremento de masa en ciertas muestras, cuyas condiciones de operación se alinean con la síntesis de ácido sacárico, lo cual es un indicador de la síntesis de subproductos resultantes de la oxidación parcial de la glucosa. Lo anterior hace referencia a un potencial de investigación en la evaluación del tratamiento propuesto sobre muestras 100% algodón y la obtener subproductos compuestos de nitratos de glucosa.

El tamaño de corte 0 (deshilachado) permite reducir la necesidad de la agitación, mientras que a mayor tamaño si es requerido aplicar agitación, ya sea de forma intermitente o continua. Es importante resaltar que ambos tipos de agitación entregan resultados similares, a pesar de que estadísticamente no presenten significancia.

La caracterización fisicoquímica se complementó con la observación de las fibras con estereomicroscopía y microscopía electrónica de barrido (SEM), así como análisis de composición EDS donde se identifica la conservación de la macroestructura del poliéster; esto es de gran importancia para una posterior evaluación de las propiedades mecánicas que permitan procesos de reincorporación en la cadena productiva en procesos de termoformado. De forma similar se evaluó el pH de la suspensión obtenida, donde se encontró un potencial de recirculación para el tratamiento de más muestras.

Los modelos empleados no son lo suficientemente robustos para la evaluación de los factores que afectan el proceso. Se sugiere la construcción de un nuevo modelo que considere los cinco factores de manera simultánea, así como la inclusión de una variable de respuesta alternativa dada por la absorbancia de la suspensión de la muestra. Así mismo, se sugiere el porcentaje de algodón presente en la muestra y la proporción sólido/líquido como factores a tener en cuenta para la construcción de un nuevo modelo más robusto y que indique la flexibilidad de aplicación del tratamiento propuesto sobre un amplio rango de residuos textiles.

5. Tabla de Anexos

Tabla 1. Documentos adicionales incluidos con el proyecto de grado.

Nombre	Desarrollo (propio/terceros)	Tipo de Archivo	Ubicación
Anexo 1 – Código <i>RStudio</i>	Adaptado de [65]	R File	Enlace
Anexo 2 – Resultados variación temperatura, concentración y tiempo	Desarrollo propio	xlsx	Enlace
Anexo 3 – Resultados efecto tamaño y agitación	Desarrollo propio	xlsx	Enlace
Anexo 4 – ANOVA modelo 1	Desarrollo propio	pdf	Enlace
Anexo 5 – ANOVA modelo 2	Desarrollo propio	pdf	Enlace
Anexo 6 – ANOVA modelo 3	Desarrollo propio	pdf	Enlace
Anexo 7 – Registro fotográfico estereomicroscopio	Desarrollo propio	.pptx	Enlace
Anexo 8 – Registro fotográfico SEM	Desarrollo propio	.pptx	Enlace
Anexo 9 – Resultados EDS muestra sin tratamiento	Desarrollo propio	pdf	Enlace

Referencias

- [1] A. Radner Linden, “An Analysis of the Fast Fashion Industry,” Senior Project, Bard College, Annandale-on-Hudson, 2016. [Online]. Available: https://digitalcommons.bard.edu/senproj_f2016/30
- [2] Ellen Macartur Foundation, “A New Textiles Economy,” Dec. 2017. Accessed: May 22, 2022. [Online]. Available: <https://ellenmacarthurfoundation.org/a-new-textiles-economy>
- [3] European Commission and Directorate-General for Internal Market, “Transition pathway for the textiles ecosystem,” Brussels, 2023. doi: 10.2873/86186.
- [4] European Commision, *Proposal for a targeted revision of the Waste Framework Directive*. Brussels: Directorate-General for Environment, 2023. doi: 10.2760/858144.
- [5] CONPES CONSEJO NACIONAL DE POLÍTICA ECONÓMICA Y SOCIAL REPÚBLICA DE COLOMBIA DEPARTAMENTO NACIONAL DE PLANEACIÓN, *CONPES 3934 POLÍTICA DE CRECIMIENTO VERDE*. 2018. Accessed: Jul. 21, 2022. [Online]. Available: <https://colaboracion.dnp.gov.co/cdt/conpes/econ%C3%B3micos/3934.pdf>
- [6] L. G. Murillo Urrutia, *RESOLUCIÓN 1407 DE 2018*. Bogotá D.C.: Ministerio de Medioambiente y Desarrollo Sostenible, 2018. Accessed: Jul. 20, 2022. [Online]. Available: <https://www.andi.com.co/Uploads/RES%201407%20DE%202018.pdf>
- [7] V. K. Péres Castro, “MANEJO DE RESIDUOS SÓLIDOS DEL SECTOR TEXTIL EN COLOMBIA,” Universidad Militar Nueva Granada, Bogotá D.C.C, 2018. Accessed: Jul. 21, 2022. [Online]. Available: <https://core.ac.uk/download/pdf/286064629.pdf>
- [8] D. Quintero, “APORTE A LA ECONOMÍA CIRCULAR DE LA INDUSTRIA DE LA MODA EN COLOMBIA, A PARTIR DEL ANÁLISIS DE LA GENERACIÓN DE RESIDUOS, USOS ACTUALES Y POSIBLES ALTERNATIVAS DE MANEJO,” Bogotá, 2022. Accessed: Jul. 25, 2022. [Online]. Available: <https://repositorio.uniandes.edu.co/handle/1992/57721>
- [9] B. León León *et al.*, “Enmienda al Informe de ponencia para segundodebate del Proyecto de Ley No.111 de 2020 C “por medio de la cual se crea el Sistema de Gestión Integral de Residuos Textiles”,” Bogotá D.C., Aug. 2021. Accessed: Jul. 20, 2022. [Online]. Available: <https://www.camara.gov.co/gestion-integral-residuos-textiles>
- [10] R. H. Chagüi Spath, A. Corrales Escobar, and N. Pérez Vasquez, “Radicación proyecto de Ley ‘Por medio de la cual se incentiva la producción sostenible en el sector textil y se dictan otras disposiciones,’” Jul. 2020. Accessed: Jul. 21, 2022. [Online]. Available: <http://leyes.senado.gov.co/proyectos/index.php/proyectos-ley/cuatrenio-2018-2022/2020-2021/article/117-por-medio-de-la-cual-se-incentiva-la-produccion-sostenible-en-el-sector-textil-y-se-dictan-otras-disposiciones>
- [11] European Parliament, *DIRECTIVE 2008/98/EC OF THE EUROPEAN PARLIAMENT AND OF THE COUNCIL on waste and repealing certain Directives*. Brussels: European Parliament, 2008.
- [12] S. Moazzem, L. Wang, F. Daver, and E. Crossin, “Environmental impact of discarded apparel landfilling and recycling,” *Resour Conserv Recycl*, vol. 166, Mar. 2021, doi: 10.1016/J.RESCONREC.2020.105338.
- [13] EcoTLC, “On a selection of interesting research projects into textiles recycling.” Accessed: Jul. 23, 2022. [Online]. Available: www.hkrita.com/newsletter/issue41/
- [14] Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible, “Proyecto de directrices sobre las mejores técnicas disponibles y las mejores prácticas ambientales Instalaciones de incineración de desechos,” Bogotá, 2021.

- [15] P. A. Barrera Ramírez, Y. V. Barrantes Zapata, and J. R. Durango Aguirre, “FACTIBILIDAD DE LA INCINERACIÓN PARA TRATAMIENTO DE RESIDUOS. ESTUDIO DE FACTIBILIDAD DE LA INCINERACIÓN COMO ALTERNATIVA PARA EL TRATAMIENTO DE RESIDUOS,” Universidad Minuto de Dios, Medellín, 2017.
- [16] Portafolio, “Fibretex recicla basura textil y lo vuelve fibra,” *PORTAFOLIO - Empresas*, Medellín, Feb. 25, 2022.
- [17] V. A. Álvarez, “La empresa antioqueña que hizo del reciclaje de tela un negocio ,” *El Tiempo*, Medellín, Feb. 15, 2015.
- [18] Textile Exchange, “Preferred Fiber & Materials Market Report 2021.” Accessed: Aug. 10, 2022. [Online]. Available: https://textileexchange.org/wp-content/uploads/2021/08/Textile-Exchange-Preferred-Fiber-and-Materials-Market-Report_2021.pdf
- [19] European man-made fibers association, “CIRFS: World Production by Fibre.” Accessed: Aug. 10, 2022. [Online]. Available: <https://www.cirfs.org/statistics/key-statistics/world-production-fibre>
- [20] E. Valente and M. Poberžnik, “Fully integrated 100t/y pilot plant installed at IOS Written by,” Maribor, May 2019. Accessed: Jul. 25, 2022. [Online]. Available: <https://cordis.europa.eu/project/id/641942/results/es>
- [21] Sistema Verde, “RESIDUOS ESPECIALES Y DESTRUCCIÓN DE MARCA.” Accessed: Aug. 07, 2022. [Online]. Available: <https://www.sistemaverde.com.co/servicios/residuos-especiales-y-destruccion-de-marca>
- [22] Consejo Nacional de Estupefacientes, *Resolución 0001 del 8 de Enero de 2015 Por la cual se unifica y actualiza la normatividad sobre el control de sustancias y productos químicos*. Bogotá: Consejo Nacional de Estupefacientes, 2015.
- [23] S. Taokaew and W. Kriangkrai, “Recent Progress in Processing Cellulose Using Ionic Liquids as Solvents,” *Polysaccharides*, vol. 3, no. 4, pp. 671–691, Oct. 2022, doi: 10.3390/polysaccharides3040039.
- [24] I. Ara, “Recycling of waste blended textile with green solvent and close the loop,” aster’s Degree Programme in Circular Economy, Lappeenranta University of Technology, Lappeenranta , 2023.
- [25] F. Shen, W. Xiao, L. Lin, G. Yang, Y. Zhang, and S. Deng, “Enzymatic saccharification coupling with polyester recovery from cotton-based waste textiles by phosphoric acid pretreatment,” *Bioresour Technol*, vol. 130, pp. 248–255, Feb. 2013, doi: 10.1016/J.BIORTECH.2012.12.025.
- [26] K. Niinimäki, “Fashion in a circular economy,” *Sustainability in Fashion: A Cradle to Upcycle Approach*, pp. 151–169, Jul. 2017, doi: 10.1007/978-3-319-51253-2_8/TABLES/3.
- [27] M. Chevalier, “The potential of mechanical recycling for post-consumer textiles.,” Master thesis, Saxion University of Applied Sciences, Amsterdam, 2021. Accessed: Jul. 21, 2022. [Online]. Available: <https://www.doheretex.eu/assets/uploads/site/The-potential-of-mechanical-recycling-for-post-consumer-textiles.pdf>
- [28] K. Kawamura, K. Sako, T. Ogata, T. Mine, and K. Tanabe, “Production of 5'-hydroxymethylfurfural by the hydrothermal treatment of cotton fabric wastes using a pilot-plant scale flow reactor,” *Bioresour Technol Rep*, vol. 11, p. 100476, Sep. 2020, doi: 10.1016/J.BITEB.2020.100476.
- [29] Z. Yan *et al.*, “Deeper insight into hydrolysis mechanisms of polyester/cotton blended fabrics for separation by explicit solvent models,” *Int J Biol Macromol*, vol. 154, pp. 596–605, Jul. 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.03.130.
- [30] M. X. Ruiz-Caldas, J. Carlsson, I. Sadiktsis, A. Jaworski, U. Nilsson, and A. P. Mathew, “Cellulose Nanocrystals from Postconsumer Cotton and Blended Fabrics: A Study on Their Properties, Chemical Composition, and Process Efficiency,” *ACS Sustain Chem Eng*, vol. 10, no. 11, pp. 3787–3798, Mar. 2022, doi: 10.1021/ACSSUSCHEMENG.2C00797/ASSET/IMAGES/LARGE/SC2C00797_0007.JPEG.

- [31] S. Jiang, Z. Xia, A. Farooq, M. Zhang, M. Li, and L. Liu, “Efficient recovery of the dyed cotton–polyester fabric: cellulose nanocrystal extraction and its application in composite films,” *Cellulose*, vol. 28, no. 5, pp. 3235–3248, Mar. 2021, doi: 10.1007/S10570-021-03738-5/FIGURES/10.
- [32] Ö. Kurtoğlu Necef, N. Seventekin, and M. Pamuk, “A study on recycling the fabric scraps in apparel manufacturing industry,” *Tekstil ve Konfeksiyon*, vol. 23, no. 3, pp. 286–289, Jul. 2013.
- [33] A. Palme, A. Peterson, H. de la Motte, H. Theliander, and H. Brelid, “Development of an efficient route for combined recycling of PET and cotton from mixed fabrics,” *Textiles and Clothing Sustainability*, vol. 3, no. 1, Dec. 2017, doi: 10.1186/S40689-017-0026-9.
- [34] J. Bengtsson, A. Peterson, A. Idström, H. de la Motte, and K. Jedvert, “Chemical Recycling of a Textile Blend from Polyester and Viscose, Part II: Mechanism and Reactivity during Alkaline Hydrolysis of Textile Polyester,” *Sustainability*, vol. 14, no. 11, p. 6911, Jun. 2022, doi: 10.3390/SU14116911.
- [35] F. Quartinello *et al.*, “Synergistic chemo-enzymatic hydrolysis of poly(ethylene terephthalate) from textile waste,” *Microb Biotechnol*, vol. 10, no. 6, pp. 1376–1383, Nov. 2017, doi: 10.1111/1751-7915.12734.
- [36] S. Shi, M. Zhang, C. Ling, W. Hou, and Z. Yan, “Extraction and characterization of microcrystalline cellulose from waste cotton fabrics via hydrothermal method,” *Waste Management*, vol. 82, pp. 139–146, Dec. 2018, doi: 10.1016/J.WASMAN.2018.10.023.
- [37] S. Haslinger *et al.*, “Recycling of vat and reactive dyed textile waste to new colored man-made cellulose fibers,” *Green Chemistry*, vol. 21, no. 20, pp. 5598–5610, 2019, doi: 10.1039/C9GC02776A.
- [38] A. Shitu, S. Izhar, and T. M. Tahir, “Sub-critical water as a green solvent for production of valuable materials from agricultural waste biomass: A review of recent work,” *Global Journal of Environmental Science and Management*, vol. 1, no. 3. Iran Solid Waste Association, pp. 255–264, Jun. 01, 2015. doi: 10.7508/gjesm.2015.03.008.
- [39] K. Kawamura, K. Sako, T. Ogata, and K. Tanabe, “Environmentally friendly, hydrothermal treatment of mixed fabric wastes containing polyester, cotton, and wool fibers: Application for HMF production,” *Bioresour Technol Rep*, vol. 11, p. 100478, Sep. 2020, doi: 10.1016/J.BITEB.2020.100478.
- [40] B. Program, T. Werpy, and G. Petersen, “Top Value Added Chemicals from Biomass. Results of Screening for Potential Candidates from Sugars and Synthesis Gas,” 2004. [Online]. Available: <http://www.osti.gov/bridge>
- [41] T. N. Smith, K. Hash, C. L. Davey, H. Mills, H. Williams, and D. E. Kiely, “Modifications in the nitric acid oxidation of d-glucose,” *Carbohydr Res*, vol. 350, pp. 6–13, Mar. 2012, doi: 10.1016/j.carres.2011.12.024.
- [42] ISO, “ISO - ISO 1833:1977 - Textiles — Binary fibre mixtures — Quantitative chemical analysis.” Accessed: Jul. 31, 2022. [Online]. Available: <https://www.iso.org/standard/6483.html>
- [43] ChemWifi, “Determination of Fiber Blend Composition of Polyester - Cotton.” Accessed: Jul. 31, 2022. [Online]. Available: <https://www.chemwifi.com/2020/12/fiber-blend-composition-polyester%20-cotton.html>
- [44] NIST/SEMATECH, “Box-Behnken designs,” in *NIST/SEMATECH e-Handbook of Statistical Methods*, P. Tobias and L. Trutna, Eds., NIST/SEMATECH, 2012. Accessed: Jul. 31, 2022. [Online]. Available: <https://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/section3/pri3362.htm>
- [45] ScienceDirect, “Box-Behnken Design - an overview | ScienceDirect Topics,” ScienceDirect Topics. Accessed: Jul. 31, 2022. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/topics/engineering/box-behnken-design>
- [46] Outokumpu, “Corrosion tables - Outokumpu stainless steel finder.” Accessed: Jul. 31, 2022. [Online]. Available: <https://secure.outokumpu.com/steelfinder/Corrosion/Default.aspx>
- [47] Posit team, “RStudio: Integrated Development Environment for R.” Posit Software, PBC, Boston, 2023.

- [48] I. Kim, Y. H. Seo, G. Y. Kim, and J. I. Han, “Co-production of bioethanol and biodiesel from corn stover pretreated with nitric acid,” *Fuel*, vol. 143, pp. 285–289, Mar. 2015, doi: 10.1016/J.FUEL.2014.11.031.
- [49] Motic Microscopy, “Motic Images Plus 2.0.” 2017. [Online]. Available: https://www.motic.com/As_Support_Download/
- [50] ZEISS Group, “ZEISS SmartSEM.” ZEISS Group, Jena, 2023. [Online]. Available: <https://www.zeiss.com/microscopy/en/products/software/zeiss-smartsem.html>
- [51] S. Haslinger, M. Hummel, A. Anghelescu-Hakala, M. Määttänen, and H. Sixta, “Upcycling of cotton polyester blended textile waste to new man-made cellulose fibers,” *Waste Management*, vol. 97, pp. 88–96, Sep. 2019, doi: 10.1016/j.wasman.2019.07.040.
- [52] R. D. Patil, “Blended Fabric by Using Disperse Dye,” DKTE’S Textile & Engineering Institute. Accessed: Oct. 16, 2023. [Online]. Available: <https://textilelearner.net/carbonized-printing-on-a-polyester-cotton/>
- [53] S. A. Mousavi, D. Shahbazi, A. Mahmoudi, P. Mohammadi, and T. Massahi, “Statistical Modeling and Kinetic Studies on the Adsorption of Reactive Red 2 by a Low-Cost Adsorbent: Grape Waste-Based Activated Carbon Using Sulfuric Acid Activator-Assisted Thermal Activation,” *Adsorption Science and Technology*, vol. 2021, 2021, doi: 10.1155/2021/8404197.
- [54] K. Miyasaka, “CONCENTRATED SULFURIC ACID-DYE SOLUTION DYEING,” 3652200, Mar. 28, 1972
- [55] C. L. Mehlretter, “PROCESS OF MAKING d-SACCHARIC ACID,” 1948.
- [56] K. Saeed, P. Prielcel, and J. A. Lopez-Sanchez, “Catalytic routes towards bio-renewable glucaric acid,” 2013.
- [57] M. de los A. Cienfuegos Velasco, A. Cienfuegos Velasco, M. de los A. Cienfuegos Velasco, and A. Cienfuegos Velasco, “Lo cuantitativo y cualitativo en la investigación. Un apoyo a su enseñanza,” *RIDE. Revista Iberoamericana para la Investigación y el Desarrollo Educativo*, vol. 7, no. 13, pp. 15–36, 2016, Accessed: Oct. 16, 2023. [Online]. Available: http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2007-74672016000200015&lng=es&nrm=iso&tlng=es
- [58] “ISO/TC 38/SC 1 - Tests for coloured textiles and colorants.” Accessed: Oct. 16, 2023. [Online]. Available: <https://www.iso.org/committee/48172/x/catalogue/>
- [59] NIST, “Nitric acid,” Database 69: NIST Chemistry WebBook. Accessed: Oct. 16, 2023. [Online]. Available: <https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C7697372&Units=SI&Mask=8#Thermo-React>
- [60] W. C. Forsman, F. L. Vogel, D. E. Carl, and J. Hoffman, “Chemistry of graphite intercalation by nitric acid,” *Carbon N Y*, vol. 16, no. 4, pp. 269–271, Jan. 1978, doi: 10.1016/0008-6223(78)90040-4.
- [61] R. De Silva, X. Wang, and N. Byrne, “Recycling textiles: the use of ionic liquids in the separation of cotton polyester blends,” *RSC Adv*, vol. 4, no. 55, pp. 29094–29098, Jul. 2014, doi: 10.1039/C4RA04306E.
- [62] O. Wada, “Control of Fiber Form and Yarn and Fabric Structure,” *Journal of the Textile Institute*, vol. 83, no. 3, pp. 322–347, 1992, doi: 10.1080/00405009208631207.
- [63] A. Cortazar Martínez, C. Coronel Olivares, A. Escalante Lozada, and C. González, “Contaminación generada por colorantes de la industria textil,” *Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo Escuela Preparatoria Vida Científica*, vol. 4, 2014, Accessed: Oct. 17, 2023. [Online]. Available: <https://www.uaeh.edu.mx/scige/boletin/prepa4/n3/e1.html>
- [64] J. Gacén *et al.*, “El ensayo de solubilidad diferencial como método de caracterización de la estructura fina de las fibras químicas,” *Afinidad LXVII*, Nov. 2010.
- [65] R. Rech, “Free Course on Response Surface Methodology with R,” *statdoe*. 2020. Accessed: Aug. 15, 2023. [Online]. Available: https://youtu.be/ERSWvYyBOrk?si=2KKNW2V_t7K1Ekkd

