ARTÍCULO / ARTICLE



EFECTO DE LAS MICROFIBRAS DE CELULOSA SOBRE PAPEL CON ALTO CONTENIDO DE FIBRA RECICLADA EFFECT OF CELLULOSE MICROFIBERS ON PAPER WITH HIGH CONTENTS OF RECYCLED FIBER

Néstor F. Robles M.¹, Alma R. Saucedo C.¹, Ezequiel Delgado F.¹, Rubén Sanjuán D.¹ y José Turrado S.¹

RESUMEN

Los papeles que se producen con material fibroso reciclado pierden propiedades estructurales o tienen diferencias de calidad con respecto a productos similares elaborados con fibra virgen, lo cual se atribuye a la baja capacidad de enlace entre fibras, así como a su disminución del potencial de absorción de agua, lo que propicia la reducción de flexibilidad por endurecimiento de sus capas externas, y que, a su vez, disminuye la facultad de enlazado y la formación de puentes de hidrógeno; esto afecta negativamente a las propiedades de resistencia en la estructura del papel. En el presente trabajo se agregaron Microfibras de Celulosa (MFC) en la formulación de papel Kraft de mezcla de fibra virgen y reciclada (20 / 80 %, respectivamente) con el propósito de incrementar sus propiedades de resistencia. La producción de MFC se realizó mediante la oxidación de fibra de eucalipto (*Eucalyptus camaldulensis*) tratada con NalO₄ y NaClO₂ y liberadas mecánicamente. Las MFC se adicionaron en concentraciones de 2.5, 5.0, 7.5 y 10.0 % en peso base seca; se utilizaron almidón catiónico (0.8 y 1.6 % w bs) como agente de retención y silicato de sodio como agente mordiente. Las variables de respuesta evaluadas fueron la porosidad del papel elaborado y la resistencia a la tensión, que al haberle agregado 10% de MFC, se incrementó en 36.8 %.

Palabras clave: Capacidad de enlace, Eucalyptus camaldulensis Dehnh., fibras recicladas, microfibras de celulosa, porosidad, resistencia a la tensión.

ABSTRACT

The papers that are produced with recycled fiber material loose structural properties or have quality differences with respect to similar products made from virgin fiber, which is attributed to the low binding capacity between fibers and their potential to decrease water absorption, which favors the reduction of flexibility for hardening of the outer layers of the fiber, and that, in turn, reduces the ability of binding, and the formation of hydrogen bonds; this adversely affects the strength properties of paper structure. In this experiment, Cellulose Microfibers (MFC) were added to the formulation of Kraft paper of virgin fiber mixture and recycled fiber (20-/ 80 %, respectively) in order to increase their resistance properties. MFC generation was performed by oxidation of *Eucalyptus camaldulensis* fiber and treated with NaIO4 NaCIO2 and mechanically released. The MFC was added at concentrations of 2.5, 5.0, 7.5 and 10.0 % by weight dry basis; cationic starch (0.8 and 1.6 % w bs) was used as retention agent and sodium silicate as a mordant agent; and as response variables, the porosity of the paper produced and tensile strength were assessed, which when 10% MFC was added, it increased by 36.8 %.

Key words: Binding capacity, Eucalyptus camaldulensis Dehnh., recycled fibers, cellulose microfibrillated, porosity, tensile strength.

Fecha de recepción/date of receipt: 29 de marzo de 2014; Fecha de aceptación/date of acceptance: 29 de junio de 2014.

¹ Departamento de Madera, Celulosa y Papel Ing. Karl Augustín Grellmann. Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías. Universidad de Guadalajara. Correo-e: jturrado@dmcyp.cucei.udg.mx

INTRODUCCIÓN

La celulosa es el biopolímero más abundante de fuente renovable en la naturaleza y posee características únicas que la hacen esencial para la vida, ya que se presenta como fibra en un gran número de estructuras, además de que su aplicación es amplia, desde elementos de construcción hasta papeles especiales. La tendencia de investigación actual sobre fibras de celulosa se enfoca en los atributos de los materiales con dimensiones micro y nanométricas, debido a su comportamiento estructural y aplicaciones diversas (Tejado *et al.*, 2012).

Las propiedades del papel dependen fundamentalmente de la resistencia de la fibra y el grado de enlazado en la red fibrosa, además de la calidad de los enlaces entre estas. Para que esos enlaces ocurran se necesita una fase líquida polar, en lo que se usa el agua de manera regular.

La industria papelera en México aprovecha 4.7 millones de Mg de fibra reciclada, lo que representa 87 % de la materia fibrosa utilizada por año para la producción de papel, auota registrada en Papel (2010). En la fabricación de papel con fibra reciclada destaca la presencia de finos orgánicos a partir de la desintegración de la fibra, así como una menor capacidad de enlace y bajas propiedades mecánicas, por lo que, constantemente, se recurre a la incorporación de productos químicos que fortalezcan la estructura fibrosa, cada vez más débil, a partir de los continuos procesos de reciclado.

Turrado et al. (2008) mencionan que el reciclado demanda hidratar antes la fibra para reducir el daño por efecto mecánico durante la desintegración del material. Aunque dicho proceso es difícil, ya que esta experimenta cambios irreversibles durante el secado y al compactarse la pared celular se disminuye la apertura de los poros, fenómeno al que se le denomina "hornificación". Su efecto se manifiesta en una menor capacidad de enlace, lo que reduce en forma considerable la resistencia de la red fibrosa y da como resultado, papeles débiles de baja resistencia a la tensión.

Somerville et al. (2004) indican cómo las fibras naturales son elementos embebidos en una matriz polimérica de hemicelulosas, pectinas y lignina. El diámetro de las fibras varía entre 15 - 35 μ m; las fibrillas están compuestas, principalmente, por MFC y su diámetro promedio es de 40-100 nm, y en, gran medida, están constituidas por Nanofibras de Celulosa (NFC), cuyos elementos miden de 2 a 10 nm de diámetro y están estructurados, en esencia, de partes cristalinas con remanentes de zonas amorfas (Tejado *et al.*, 2012). Asimismo, Taipale *et al.* (2010) dieron a conocer resultados positivos en la adición de Microfibras de Celulosa (MFC) (10 %) a papel estructurado con fibra virgen de madera blanda blanqueada con lo que se alcanzó 17 % de mejora en la resistencia a la tensión. En tanto, la incorporación de 9 % de MFC incrementó 71 % la resistencia

INTRODUCTION

Cellulose is the most abundant biopolymer from a renewable source in nature and keeps unique characteristics that make it essential for life, since it is present as a fiber in a great number of structures, as well as having a very broad uses, which includes building structures up to special kinds of paper. The actual tendency of research about cellulose fibers is focused in the attributes of the materials with micro and nanometric dimensions, from its structural behavior and diverse applications (Tejado *et al., 20*12).

Paper properties mainly depend upon the resistance of fiber and the degree in which the fiber net is intertwined, as well as from the quality of bonds among them. In order to achieve this bonds, it is necessary to have a polar liquid phase, in which water is regularly used.

The paper industry in Mexico uses 4.7 million Mg of recycled fiber, which represents 87 % of the fibrous matter annually used for paper production, an amount reported in Papel (2010). In the fabrication of paper with recycled fiber, the organic fines outstand from the disintegration of the fiber, as well as a lower bonding ability and low mechanical proprieties, and thus, constantly is sought to include chemical products that strengthen the fibrous structure, weaker every time as a result of the continuous recycle processes.

Turrado *et al.* (2008) state that recycling demands previous hydration of the fiber to reduce damages by mechanical effects during the disintegration of the material. The recycled fiber is hard to hydrate, since it has irreversible changes during drying and when the cell wall is shrinked, pores get smaller, a phenomenon known as "hornification". The effect of this process is shown in a smaller binding ability, which reduces considerably the resistance of the fibrous net and, as a result, weak papers that if low resistance to tension.

Somerville *et al.* (2004) stated how natural fibers are embedded in a polymeric matrix of hemicellulose, pectine and lignine. The diameter of fibers varies from 15 to 35 μ m; fibriles are made-up, mainly, by MFC and its average diameter is 40-100 nm and they are constituted, mainly, by Nanofibers of Cellulose (NFC) whose elements measure 2 to 10 nm in diameter and are structured, essentially, by crystalline parts with remains of amorphous zones (Tejado *et al.*, 2012). Also, Taipale *et al.* (2010) revealed positive results from the addition of Cellulose Microfibers (MFC) (10 %) to structured paper with virgin fiber of soft bleached wood, it reached an improvement of 17 % of tension resistance. The addition of 9 % of MFC increased 71 % the resistance to tension in a CTMP pulp of bleached colza (González *et al.*, 2012). a la tensión en una pulpa CTMP de colza blanqueada (González et al., 2012).

Las MFC se obtuvieron a partir de fibras de celulosa de eucalipto blanqueada, las cuales se sometieron a dos etapas de oxidación. Dicha reacción se correlaciona con los parámetros de temperatura, pH y concentración del agente oxidante (liu *et al.*, 2012). El NalO₄ permite producir una celulosa sustituida en los carbonos 2 y 3 (del anillo de glucosa) por grupos aldehídos. El grado de modificación de la fibra de celulosa causada por el agente oxidante se evalúa cuantitativamente mediante titulación potenciométrica (Tejado *et al.*, 2012); en ausencia de luz para evitar reacciones secundarias y, posteriormente, se verifica una segunda oxidación con NaClO₂, en la que los grupos aldehídos son sustituidos por grupos carboxilatos.

En el presente trabajo de investigación se adicionaron MFC como auxiliar para mejorar las propiedades de resistencia del papel al ser estructurado con un alto contenido de fibra reciclada Kraft, lo que fortalece las interacciones entre fibras, y se obtiene un incremento de 36.8 % en la resistencia a la tensión.

MATERIALES Y MÉTODOS

Se utilizó fibra virgen blanqueada de eucalipto para extraer las MFC por los tratamientos químicos que involucran al peryodato de sodio (NalO₄), clorito de sodio (NaClO₂), cloruro de sodio (NaCl), clorhidrato de hidroxilamina (NH₂OH·HCl), ácido clorhídrico (HCl), hidróxido de sodio (NaOH), peróxido de hidrógeno (H₂O₂), almidón catiónico (CA), silicato de sodio, fibra virgen y reciclada Kraft y agua desionizada.

Obtención de MFC

La primera etapa de oxidación de la fibra blanqueada de eucalipto se realizó con NalO, en medio acuoso. Se adicionaron 23 g base seca de fibra, 25 g de NalO₄, 75 g de NaCl (como catalizador) y 1 117 mL de H₂O con lo cual se formó una suspensión. La oxidación se llevó a cabo mediante agitación constante a temperatura ambiente, pH 4.7 y ausencia total de luz. Concluido el tiempo de reacción (16 h) (Liu et al., 2012), la mezcla se filtró y se lavó con agua desionizada en repetidas ocasiones para detener la reacción y eliminar el exceso de reactivo oxidante. La concentración de los grupos aldehídos se determinó al titular 1 g de muestra. En la segunda etapa de oxidación se adicionaron 10.73 g de NaClO₂, 4.03 g de una solución de H2O2 al 15 % (solución estabilizadora) y 1 100 mL de agua desionizada. La reacción se mantuvo en agitación y con un pH de 5 al agregar, eventualmente, NaOH durante el tiempo de reacción, 20 h. El grado de modificación fue de 6 mmol de grupos carboxilato por gramo de celulosa. La reacción terminó al estabilizarse el pH.

The MFC were obtained from fibers of bleached eucalyptus pulp, which is subjected to two stages of oxidation. This reaction correlates with the parameters of temperature, pH and concentration of the oxidizing agent (Liu *et al.*, 2012). NalO₄ allows to get a cellulose substituted in carbons 2 and 3 (from the glucose ring) by aldehydic groups. The degree of modification of the cellulose fiber caused by the oxidizing agent is quantitatively assessed by a potentiometric tritation (Tejado *et al.*, 2012); the reaction takes place without light in order to avoid secondary effects; afterwards, a second oxidation occurs a second oxidation with NaClO₂, in which the aldehydic groups are substituted by carboxylate groups.

In this research study MFC were added as auxiliary to improve the resistance properties of paper as it is structures with a high content of recycled Kraft fiber, which strengthens the interactions among fibers, and a 36.8 % increment in tension resistance is obtained.

MATERIALS AND METHODS

Eucalyptus bleached virgin fiber was used to extract the MFC by chemical treatments that involve sodium periodate (NaIO₄), sodium chlorite (NaClO₂), sodium chloride (NaCl), hydroxylamine hydrochloride (NH₂OH·HCl), hydrochloric acid (HCl), sodium hydroxide (NaOH), hydrogen peroxide (H₂O₂), cationic starch (CA), sodium silicate, Kraft virgin and recycled fiber and deionized water.

Obtaining MFC

The first stage of oxidation of bleached eucalyptus fiber was made with NalO₄ in aqueous medium. 23 g dry fiber basis, 25 g of NalO₁, 75 g of NaCl (as catalyst) and 1 117 mL of H₂O were added to form a suspension. The oxidation was carried out by constant stirring at room temperature, pH 4.7 and temperature absence of light. Once the reaction time was concluded (16 h) (Liu et al., 2012), the mixture was filtered and washed with deionized water repeatedly to stop the reaction and remove excess oxidizing reagent. The concentration of the aldehyde groups was determined when tritation was made with 1 g of the sample. In the second oxidation stage, 10.73 g of NaClO₂, 4.03 g of H₂O₂ solution at 15 % (buffer solution) and 1 100 mL of deionized water were added. The reaction was kept stirring and at pH 5 by eventually adding NaOH during the reaction time, 20 h. The degree of modification was 6 mmol of carboxylate groups per gram of cellulose. The reaction was ended to stabilize pH.

Preparing the fibrous suspension

The virgin and recycled Kraft fibers were disintegrated in a hydrapulper and purified in a 0.15 mm mesh separately. The mixture of such fiber (20 / 80 %, respectively), was homogenized

Preparación de la suspensión fibrosa

Las fibras virgen y recicladas Kraft fueron desintegradas en hidrapulper y depuradas en malla de 0.15 mm por separado. La mezcla de dicha fibra (20 / 80 %, respectivamente), se homogenizó y refinó (desarrollo de fibrilación) a 340 mL °CSF mediante un molino tipo Jokro de acuerdo a la norma ISO 5264/3. El grado de desarrollo de la fibra se determinó mediante la drenabilidad de la pulpa (Freeness Pulp) por medio del Canadian Standar Method (T-227 om 09) (TAPPI, 2014).

Diseño Experimental

El trabajo de investigación se hizo con un diseño multifactorial no replicado, en el cual se consideraron como variables de respuesta: resistencia a la tensión y porosidad. Las variables controladas fueron la concentración de MFC, 2.5, 5, 7.5 y 10 % (w/w) y concentración de CA, 0.8 y 1.6 % (w/w). Los factores constantes incluyeron una consistencia de reacción de 4 %; 0.1 % concentración de silicato de sodio; temperatura de 35 °C; tiempo de reacción, 3 min; y la mezcla fibrosa utilizada. La experimentación se realizó en forma aleatoria, con una réplica. Los datos obtenidos se analizaron estadísticamente por análisis de varianza (ANOVA). El análisis del ANOVA se generó al aplicar las herramientas del software *Statgraphics centurion* (Statpoint Technologies, 2006).

Hojas de laboratorio en formador TAPPI

La formación de hojas se efectuó en orden aleatorio, y fueron de 80 g m⁻². La suspensión fibrosa se ajustó a la consistencia de 4 %, y se mantuvo en agitación; se adicionaron los productos en forma secuencial. La agregación de MFC, de CA y de silicato de sodio, respectivamente, con tiempo de reacción de 3 min entre cada adición; la temperatura y la velocidad de agitación permanecieron constantes (Figura 1).

Las hojas fueron prensadas en húmedo durante 4.5 min a 275.8 kPa y se secaron al aire durante 24 h. Se elaboraron hojas sin la adición de productos para evaluar la resistencia a la tensión desarrollada por la fibra.

Evaluación de propiedades

Las hojas una vez formadas se acondicionaron a 23 °C y 50 % HR para muestreo y evaluación bajo las normas TAPPI T-205 sp-02 y T-402 sp-03, respectivamente; las propiedades del papel fueron evaluadas de acuerdo al índice de tensión T-494 om-06 y a la porosidad T-460 om-11.



and refined (fibrilation development) to 340 mL °CSF by using a Jokro mill according to the ISO 5264/3 regulation. The degree of development of the fiber was determined by the drainageability of the pulp (Freeness Pulp) by means of the Canadian Standard Method (T-227 om 09) (TAPPI, 2014).

Experimental Design

A multifactorial design without replications was selected in which tension resistance and porosity were taken as response variables. The controlled variables were MFC concentration, 2.5, 5, 7.5 and 10 % (w/w) and CA concentration, 0.8 and 1.6 % (w/w). The constant factors were: 4 % reaction consistency, 0.1% sodium silicate, 35 °C as temperature, 3 minutes of reaction time and the utilized fibrous mix. The experiment was carried out at random with one replication. The resulting data were statistically analyzed by an analysis of variance (ANOVA), which was generated when the Statgraphics centurion software tools were applied (Statpoint Technologies, 2006).

Laboratory sheets in TAPPI former

The formation of sheets was made at random. The sheets that were formed were 80 g m⁻² The fibrous suspension was fitted to the 4 % consistency and was kept in motion. Products were added in a sequence. The MFC, CA and sodium silicate were added thus, with a reaction time of 3 min between each addition; temperature and stirring speed were kept constant (Figure 1).

The sheets were pressed in moisture for 4.5 min at 275.8 kPa and they were put to dry for 24 h. Sheets were prepared too without the aggregation of products to assess the tension resistance developed by the fiber.

Assessment of properties

Once the sheets were formed, they were conditioned at 23 $^{\circ}$ C and 50 % RH for sampling and assessment under the TAPPI T-205 sp-02 y T-402 sp-03 regulations, respectively; the paper properties were assessed according to the T-494 om-06 tension index and to the T-460 om-11 for porosity.

RESULTS AND DISCUSION

The MFC production was analytically estimated by the availability of carboxylate groups to a relation of 24 mmol g⁻¹ cellulose ascribed to the oxidation process, which increased in 35 % in regard to the initial value. Through mechanical dispersal the microfibers present in the cell wall were released. To estimate the characteristics of MFC, a polymeric net was formed.



Figura 1. Esquema de adición de Microfibras de Celulosa (MFC). Figure 1. Cellulose Microfibers (MFC) addition scheme.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La producción de MFC se estimó analíticamente mediante la disponibilidad de grupos carboxilatos a una relación de 24 mmol g⁻¹ de celulosa atribuidos al proceso de oxidación, lo que incrementó en 35% esta relación del valor inicial. Mediante dispersión mecánica se liberaron las microfibras presentes en la pared celular. Para estimar las características de las MFC se formó una red polimérica.

Figure 2 shows the MFC net at 100x, which reveals that some materials or long fibers are kept intact; however, the largest visible fraction of the net is made up by other of smaller size in regard to the original fiber.

Figure 3 shows a greater amplification of the MFC polymeric net, which sustains the availability of fibrillated material, as well as that exposed from the polymeric net of the fiber for the application in this paper.



Figura 2. Micrografía de la red de MFC a 100x (SEM). Figure 2. Micrograhy of the MFC net at 100x (SEM).



Figura 3. Micrografía de la red de MFC a 250x (SEM).

Figure 3. Micrograhy of the MFC net at 250x (SEM).

La Figura 2 muestra la red de MFC a 100x, la cual evidencia que algunos materiales o fibras largas permanecen intactos; sin embargo, la mayor fracción visible de la red está constituida por otras de menor dimensión, en función a la fibra original.

La Figura 3 muestra una mayor magnificación de la red polimérica de MFC, lo que sustenta la disponibilidad de material fibrilado, así como lo expuesto desde la red polimérica de la fibra para la aplicación en el presente trabajo.

Para el alcance de este estudio se estimó que las MFC generadas permiten lograr la aplicación estimada.

Respecto a la incorporación de MFC en la estructura del papel, los resultados de las evaluaciones se reúnen en el Cuadro 1.

En los datos anteriores se observa que la resistencia a la tensión se hace mayor en función de la adición de MFC y se alcanza un óptimo con 7 % de MFC y 0.8 % de CA; posteriormente decae, al aumentar la agregación. Los valores de resistencia alcanzada con la adición de MFC y 1.6 % de CA se incrementan en forma proporcional.



For the aim of this work, it was estimated that the MFC that were produced allow the achievement of an estimated application.

In regard to the addition of MFC into the structure of paper, the results of the assessments are listed in Table 1.

In the previous data it can be observed that the resistance to tension becomes greater in regard to the addition of MFC and an optimum is reached with 7 % of MFC and 0.8 % of CA, which later declines when the aggregation increases. The numbers of the resistance that were achieved after the addition of MFC and 1.6 % of CA increase in a proportional way.

When analyzing the increments that came from the addition of MFC and take as a basis the value of resistance from CA, as shown in Table 1, the per cent difference was determined (Figure 4) and it can be seen that 7.5 % of MFC, the increment was 3.48 % and 0.8 % CA, and 10 % MFC, the per cent was 36.8 % and 1.6 % CA. Results are coincidental with a tendency described by some authors (González *et al.*, 2012; Missoum *et al.*, 2013; Taipale *et al.*, 2010), who quote that the resistance to tension directly gets higher in regard to the increment in the concentration MFC.

The study tests that refer to the paper without any product showed resistance values of 47.26 kNm kg⁻¹ with a standard deviation of 1.33 and a porosity of 6.9 s100 mL⁻¹ with 0.5 of standard deviation. This assessment only considers the resistance accomplished by the fiber.

Cuadro	1. Índice de tensión y porosidad.
Table].	Tension index and porosity.

MFC	Índice de Tensión		Porosidad		Índice de Tensión		Porosidad	
	Adición de CA, 0.8 %				Adición de CA 1.6 %			
	kNm kg ⁻¹	S	s 100 mL ⁻¹	S	kNm kg⁻¹	S	s100 mL ⁻¹	S
0	51.25	2.14	7.13	1.86	51.85	1.63	7.46	0.38
2.5	59.34	1.27	15.06	0.79	52.78	0.46	12.06	2.72
5.0	61.11	1.84	11.06	1.16	54.87	1.04	7.13	0.5
7.5	69.11	2.66	14.6	1.23	64.08	2.18	17.33	2.9
10.0	59.53	2.27	9	0.62	70.96	1.09	21.33	2.54

CA = almidón catiónico.

CA = cationic starch

Al analizar los incrementos derivados del suministro de MFC y tomar como base el valor de la resistencia que proporciona el CA (Cuadro 1), se calculó la diferencia porcentual (Figura 4), y se advierte que a 7.5 % de MFC, fue de 34.8 % y 0.8% de CA, y a 10 % de MFC, el alcanzado fue de 36.8 % y de 1.6 % CA. Los resultados coinciden con una tendencia descrita por algunos autores (González *et al.,* 2012; Missoum *et al.,* 2013; Taipale *et al.,* 2010), quienes indican que la resistencia a la tensión se hace mayor directamente a medida que lo hace la concentración de las MFC. Resistance properties are affected by the addition of CA and even more by MFC; however the first one is necessary to reinforce the impact of MFC, since it acts as a retention agent.

When analyzing the cutting line of the tests subjected to tension resistance, it is acknowledged that with 100 % fibers and 1.6 % CA, the structure of paper is released (Figure 5). For a 2.5 % MFC and 0.8 % CA, fibers show a cut and release among fibers (Figure 6), while from the addition of 10 % MFC and 1.6 % CA (Figure 7), a cut is observed on the fibers.



Figura 4. Incremento porcentual en la resistencia a la tensión por MFC. Figure 4. Percentage increment in the resistance to tension by MFC. Las probetas de estudio correspondientes al papel elaborado sin producto presentaron valores de 47.26 kNm kg⁻¹ de resistencia con una desviación estándar de 1.33 y porosidad de 6.9 s100 mL⁻¹ con desviación estándar de 0.5. Esta evaluación contempla la resistencia alcanzada por la fibra, exclusivamente.

Las propiedades de resistencia se afectan por la adición del CA y más aún por las MFC; sin embargo, se hace necesaria la aplicación de CA para que se refuerce el impacto de las MFC, ya que este funge como agente de retención.

Al analizar la línea de corte de las probetas sometidas a la resistencia a la tensión se reconoce que con fibras 100 % y 1.6 % CA la estructura del papel se destraba (Figura 5). Para la 2.5 % MFC y 0.8 %, de CA las fibras muestran un corte y desprendimiento entre fibras (Figura 6), mientras que para la adición de 10 % de MFC y 1.6 % de CA (Figura 7), se observa corte de fibras.

La porosidad el punto de mayor impacto se alcanzó en la adición del 5 % MFC en ambas concentraciones de CA.

La porosidad es considerada como uno de los parámetros estructurales más relevantes y que incide sobre las propiedades de uso del papel. Su evaluación permite determinar el entrelazamiento entre fibras; un papel que ha desarrollado capacidad de enlace aumenta su resistencia y el valor del tiempo en la porosidad se incrementa, lo que indica que está cerrado y que las fibras, al estar unidas, obstruyen el paso del aire. Así, los valores de porosidad son bajos y la propiedad de resistencia alcanza cifras más altas.



Figura 5. Micrografía de 0 % MFC (1.6 % CA) a 2.5x. Figure 5. Micrograhy of 0 % MFC (1.6 % CA) at 2.5x.

Porosity at the highest impact point was achieved when addition was 5 $\%\,\text{MFC}$ in both concentrations of CA.



Figura 6. Micrografía de 2.5 % MFC (0.8 % CA) a 2.5x. Figure 6. Micrograhy of 2.5 % MFC (0.8 % CA) at 2.5x.



Figura 7. Micrografía de 10 % MFC (1.6 % CA) a 2.5x. Figure 7. Micrograhy of 10 % MFC (1.6 % CA) at 2.5x.



La combinación óptima en el intervalo de trabajo para elevar la resistencia a la tensión en 20 %, aproximadamente, y no generar gran impacto en la porosidad (55 %) corresponde a 0.8 % de CA y 5 % de MFC; incrementos superiores resultan de aumentar la concentración de MFC, cuestión que afectaría a esta última de forma considerable.

CONCLUSIONES

Las imágenes mostraron cómo se comportan las fibras de las probetas sometidas a tensión, las cuales indican que la mayor resistencia fue de 36.8 %, es mayor a la alcanzada por las probetas del papel sin MFC. Esto se atribuye al rompimiento de las fibras, lo cual soporta el impacto de la incorporación de las MFC como auxiliar en la mejora de propiedades de resistencia a la tensión en fibra reciclada.

La porosidad de las probetas benefició en 5 % MFC, ya que presentó baja resistencia al paso del aire.

Los resultados indican que el procedimiento planteado para la obtención de MFC y la adición a la estructura del papel son viables para las condiciones de este trabajo.

Un análisis de ANOVA reveló que los factores de la adición de MFC y de CA e interacción tienen un efecto significativo en la propiedad de resistencia a la tensión.

REFERENCIAS

- González, I., F. Vilaseca, E. Franco, J. Puig, J. Fládez, M. Alcalá y P. Mutjé. 2012. Efecto de la celulosa microfibrilada procedente de la paja de arroz sobre el comportamiento papelero de una suspensión de pasta CTMLP de colza. ABTCP International Pulp and Paper Congress and VII IberoAmerican Congress on Pulp and Paper Research, Volume 45. Sao Paulo, Brasil. pp. 1-6.
- Liu, X., L.Wang, X. Song, H. Song, J. R. Zhao and S. Wang. 2012, A kinetic model for oxidative degradation of bagasse pulp fiber by sodium periodate: Carbohyd. Polym. 90: 218-223.
- Missoum, K., F. Martoïa, M. N. Belgacem and J. Bras. 2013, Effect of chemically modified nanofibrillated cellulose addition on the properties of fiber-based materials. Ind. Crop. Prod. 48: 98-105.
- Papel. 2010. Programa de desarrollo sustentable de la industria 2011-2016. Comisión de Imagen, Comunicación y Estrategia Pública CNICP. México, D. F. México, pp. 49-56.
- Somerville, C., S. Bauer, G. Brininstool, M. Facette, T. Hamann, J. Milne, E. Osborne, A. Paredez, S. Persson, T. Raab, S. Vorwerk and H. Youngs. 2004. Toward a systems approach to understanding plant cell walls. Science 306: 2206-2211.
- Statpoint Technologies. 2006. Statgraphics centurion Ver. XV. Warrenton, VA. USA. s/p.
- Taipale, T., M. Österberg, A. Nykänen, J. Ruokolainen and J. Laine. 2010. Effect of microfibrillated cellulose and fines on the drainage of Kraft pulp suspension and paper strength. Cellulose, 17: 1005-1020.
- Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI). 2014. T-227 om 09. Freeness of pulp. Canadian Standar Method. Norcross, GA. USA. "https://mail.inifap.gob.mx/owa/redir.aspx?C=a54679cc47854f4f8d fbc384af3d2e75&URL=http%3a%2f%2ftappi.micronexx.com"http:// tappi.micronexx.com. (13 de enero de 2014)

Porosity is considered one of the most important structural parameters and that acts upon the properties of paper use. The assessment of this property allows to determine the way fibers intertwine; a paper that has developed the ability to interlace increases its resistance and its time value in porosity also does, which means that it is closed and that fibers, as they are bonded, obstruct air pass. Therefore, the values of porosity are low and the resistance property records higher numbers.

The optimum combination in the range of work to raise tension resistance in about 20 % and not to produce a severe impact on porosity (55 %) is 0.8 % CA and 5 % MFC; greater increments are the result of increasing the concentration of MFC, a condition that would affect the latter considerably.

CONCLUSIONS

Images showed hoy the fibers of the tests behave when subjected to tension, which indicate that the greatest resistance was 36.8 %, which is the highest number ever reached by the paper tests without MFC. This is attributed to the breaking of fibers which sustain the impact of adding MFC as auxiliary in the improvement of the properties of tension resistance in the recycled fiber.

The porosity of tests helped in 5 % MFC, since it showed low resistance to the pass of the air.

Results indicate that the stated procedure to obtain MFC and the addition to the structure of paper are viable for the conditions described in this paper.

An ANOVA analysis revealed that the factors of the MFC and CA addition and their interaction have a significant effect in the resistance to tension property.

End of the English version



- Tejado, A., M. N. Alam, M. Antal, H. Yang and T. M. Ven. 2012. Energy requirements for the disintegration of cellulose fibers into cellulose nanofibers. Cellulose 19: 831-842.
- Turrado, J., A. R. Saucedo, J. Ramos y M. L. Reynoso. 2008. Comportamiento de la fibra de celulosa reciclada en el proceso de hidratación. Información Tecnológica 9: 129-136.

