



Artículo / Article

Impacto de la densidad de carga eléctrica del sistema en la estructuración del papel

Impact of electric charge density of the system in the structure of paper

Alma Rosa Saucedo Corona¹, José Turrado Saucedo¹, Marcela Guzmán Corona²,
Rubén Sanjuán Dueñas¹, Ezequiel Delgado Fornué¹, José Antonio Silva Guzmán¹ y Hugo Vélez²

Resumen

Los nuevos retos en el uso del papel demandan propiedades de respuesta que solo se logran con la incorporación de productos químicos en la estructura fibrosa. El objetivo de este estudio fue aportar conocimiento del comportamiento coloidal que integra el sistema residual de productos químicos en la suspensión fibrosa y su neutralización, a fin de disminuir su impacto negativo sobre los nuevos productos químicos que permitan mejorar la distribución uniforme de fibras y el incremento de sus propiedades de respuesta. La materia prima fibrosa fue papel Kraft de primer reciclado y papel Kraft con "n" reciclados en una proporción de 50 % cada uno. La neutralización de la densidad de carga eléctrica se llevó a cabo con poliacrilamida de alta densidad de carga (barredor). La densidad de carga eléctrica de la suspensión fibrosa se modificó durante la estructuración de la hoja de papel al dosificar floculante de diferente peso molecular y densidad de carga eléctrica, calificada con la técnica de medición densidad de carga eléctrica (Mütek); como propiedad de respuesta se evaluó en hojas estándar de laboratorio de 60 g m⁻², mediante técnicas de análisis de imágenes, mientras que la incidencia sobre las propiedades físicas se hizo de acuerdo a técnicas TAPPI. La adición de 0.1 % de floculante de bajo peso molecular registró 69.3 % de área uniformemente distribuida, y la resistencia a la tensión, 12 % de incremento; esto indica que la aplicación de floculante de bajo peso molecular con alta densidad de carga eléctrica produjo mejor propiedad de respuesta.

Palabras clave: Densidad de carga eléctrica, distribución de fibras, estructuración de la hoja de papel, fibra reciclada, floculante, reciclado de papel posconsumo.

Abstract

The new challenges in the use of paper demand response properties which can be achieved with the addition of chemicals into the fiber structure. The aim of this study was to provide knowledge of the colloidal behavior that integrates the residual chemicals system in the fiber suspension and its neutralization, to lessen its negative impact on new chemicals that enhance the uniform distribution of fibers increasing the response properties of the paper. The fibrous raw material used in this study was Kraft paper from the first recycling and Kraft paper from n recycling cycle in a ratio of 50 % each one. Neutralizing of electrical charge density is carried out with polyacrylamide high charge density (sweeper). The electric charge density of the fibrous suspension was modified during the paper structuring by dispensing flocculant with different molecular weight and electric charge density; this property was evaluated with the electric charge density technique (Mütek), as response property was evaluated in laboratory standard sheets with 60 gm⁻² fiber distribution is accepted as formation of the sheet of paper, this evaluation was performed with image analysis techniques, while the effect on the physical properties are evaluated according to TAPPI techniques. The addition of 0.1 % of low molecular weight flocculant reported 69.3 % uniformly distribution area, while the tensile strength was increased by 12 %. This means that the application of low molecular weight with high electric charge density registered a better response ability.

Key words: Electric charge density, fiber distribution, structuring of paper sheet, recycled fiber, flocculant, post- consumption paper recycling.

Fecha de recepción/date of receipt: 21 de noviembre de 2014; Fecha de aceptación/date of acceptance: 26 de febrero de 2015.

¹ Departamento de Madera, Celulosa y Papel/CUCEI-Universidad de Guadalajara.

² Maestría en Ciencias, Departamento de Madera, Celulosa y Papel-CUCEI-Universidad de Guadalajara.

Introducción

La industria del papel a nivel mundial opera principalmente en la cadena forestal sustentable, en la cual no incide de forma directa en aquellos países que carecen de recursos forestales. En el ámbito nacional, la tasa de recuperación de papel posconsumo solo alcanza 56.7 % con respecto a la producción de papel, por lo que es necesario importar 1 280 mil toneladas de papel posconsumo para satisfacer la demanda nacional de materia prima fibrosa (CNCP, 2014).

La elaboración de papel involucra una mezcla de fibras; finos de fibras; productos químicos auxiliares, como cargas minerales, colorantes, floculantes o agentes de retención; todos ellos con el fin de lograr su buen desempeño según el uso deseado. La incorporación de fibra secundaria es un reto, dado que se debe obtener la conformación de la red fibrosa. Las sustancias introducidas disueltas durante la desintegración interfieren en la parte química de la suspensión fibrosa y, en consecuencia, afectan los fenómenos que se desarrollan durante la elaboración de la hoja de papel.

A partir de 1980 se inició la agregación de micropartículas al sistema de formación del papel, que permitieran incrementar la velocidad de operación, eliminar agua más rápidamente dando la conformación del papel, así como para la optimización en la retención de los aditivos. El aumento de la participación de fibra secundaria ha implicado una mayor atención al sistema coloidal en la suspensión fibrosa. El papel periódico está constituido por fibra proveniente de pasta mecánica; el papel agroindustrial de pulpa Kraft; el papel de revista consta de fibra Kraft blanqueada con alto contenido de cargas minerales. Esto ejemplifica algunos productos que durante el sistema de reciclado cada componente incidirá con su propia característica química en la densidad de carga eléctrica del sistema, mismo que está en un continuo cambio, ya sea por los ciclos cerrados de uso de agua o por la materia prima que se ajusta constantemente.

La formación de la hoja de papel desde su origen se ha basado en la estructuración de la red fibrosa auxiliado por el agua del proceso para la formación de puentes de hidrógeno entre fibras. La eliminación del agua y la orientación de las fibras en una máquina de papel es el objetivo fundamental, a fin de constituir un material con propiedades específicas como alta resistencia a la tracción, superficies uniformes, resistencia a la delaminación, superficies hidrofílicas o hidrofóbicas, etcétera. Estas son propiedades de respuesta particulares porque cada una de esas características requiere de un diseño específico. Incluir aditivos al papel, cargas minerales para hacer papeles más cerrados, agentes de resistencia en seco o para controlar la absorción de agua interfieren en la relación y estructuración de la red fibrosa y alteran el balance químico (conductividad, pH, densidad de carga eléctrica). Las fibras

Introduction

Paper industry works in the sustainable forest chain worldwide, but it does not directly act over it in countries without forest resources. At a national scope, the recovery rate of post-consumption paper only get up to 56.7 % in regard to paper production, which makes it necessary to import 1 280 thousand tons of it to satisfy the national demand of fibrous raw material (CNCP, 2014).

Making paper involves a mix of fibers, fiber fines, chemical auxiliary products for the process such as mineral charges, colorants, flocculants or retention agents, all of them with the aim to achieve a good performance according to the expected use. The addition of secondary fiber is a challenge, since the conformation of the fiber net must be obtained; all the solved introduced substances during disintegration interfere the chemical part of the fibrous suspension, and consequently, affect the phenomena that take place during the formation of the paper sheet.

Since 1980 started the addition of micro-particles to the paper formation system, which favored the operation speed increment, to eliminate water faster resulting in paper conformation, as well as optimizing the additive retention. The increment of the participation of the secondary fiber has implied a greater attention to the colloidal system in the fiber suspension. Newspaper is made-up by fiber that comes from mechanical paste; agroindustry paper of Kraft pulp; the magazine paper is made up of bleached Kraft fiber with a high content of mineral loads. These are a few examples of products that during the recycling system each component influence with their own chemical characteristic, the density of the electric charge of the system, which is in continuous change, either for the closed cycles of water use or by the raw material that is in a continuous modification as well.

The making of the paper sheet since its origin has been based upon the structuring of the fibrous net supported by the water of the process for the formation of hydrogen bonds between fibers. The elimination of water and the orientation of the fibers in a paper machine is the fundamental aim, in order to elaborate paper with specific properties such as high tensile strength, uniform surfaces, delamination resistance, hydrophilic or hydrophobic surfaces, etc. These are properties of specific responses because each one of these characteristics demands a particular design. To include paper additives, mineral charges to make closer papers, agents of dry resistance or to control water absorption in paper, these additives interfere in the relation and structuring of the fiber net, by altering the chemical balance (conductivity, pH, density of the electric charge). The



de celulosa poseen carga eléctrica negativa debido a los grupos hidroxilos en la cadena de alfa-celulosa, al mezclarse las fibras con los aditivos en la preparación de la suspensión fibrosa se altera la carga eléctrica que conforma el potencial de carga en el sistema.

El acondicionamiento de la suspensión fibrosa para mejorar el diseño y estructuración del papel incluye fenómenos de coagulación y floculación de las fibras (Scott, 1996). La coagulación como sistema físico-químico se representa por dos fases: la primera se refiere a las partículas sólidas en forma individual, las cuales corresponden a la fase dispersa; y la segunda es una fase continua, que constituye el medio móvil de la suspensión. Se denomina floculación al proceso de desestabilización de una dispersión coloidal hidrófoba, mediante la unión de partículas coloidales utilizando polímeros, generalmente sintéticos de elevado peso molecular ($>10^6 \text{ g mol}^{-1}$) o floculantes (Hernández, 2001). La floculación ocurre en el momento en que se forma un aglomerado de fibras en el agua a través de interacciones electroquímicas.

La iniciación de flóculos en la suspensión fibrosa se debe, principalmente, a la adsorción de los polímeros en la superficie de las fibras, lo cual sucede mediante dos modelos: modelo de parches cargados y el de formación de puentes. El primero tiene lugar cuando se presenta un polícatión de alta densidad de carga y bajo/medio peso molecular, mientras que el segundo resulta de un polícatión de baja/media densidad de carga y alto peso molecular.

Al tener un polielectrolito de carga opuesta a las partículas se favorece la floculación producto de las fuerzas de atracción de corto alcance.

El mecanismo de floculación se divide en seis etapas (Hernández, 2001):

- a) Dispersión del polímero en el medio
- b) Difusión del polímero hacia la interfase sólido-líquido
- c) Adsorción del polímero en la superficie
- d) Reorganización de las cadenas de polímeros
- e) Crecimiento de flóculos por colisiones y adsorciones entre flóculos
- f) Ruptura de flóculos

La reorganización de las cadenas de los polímeros para obtener una conformación compacta está en función del tiempo; con ello los microflocos favorecen las colisiones y producen mayor número de puentes entre partículas, que dan lugar al crecimiento de flóculos (Hubbe *et al.*, 2009). La actividad floculante de la acrilamida catiónica depende de las sustancias presentes, en especial de los compuestos aniónicos, finos orgánicos y cargas minerales, las cuales interfieren en la adsorción de la poliacrilamida sobre las cadenas de alfa-celulosa de las fibras (Swanson, 2003).

cellulose fibers have a negative charge from the hydroxyl groups in the alpha-cellulose chain, when these fibers mix with the additives in the preparation of the fibrous suspension in which the electric charge that makes up the electric charge density of the system is altered.

The conditioning of the fibrous suspension to improve the design and structuring of paper considers fiber coagulation and flocculation phenomena (Scott, 1996). The coagulation as a physical-chemical system represents two phases: the first one refers to the solid particles individually, which correspond to the dispersion phase; and the second one which is a continuous phase, which is the moving means of the suspension. Flocculation is the destabilizing process of a hydrophobic colloidal dispersion, by the union of colloidal particles by using polymer, generally synthetic of high molecular weight ($>10^6 \text{ g mol}^{-1}$) or flocculants (Hernández, 2001). Flocculation occurs at the time in which a fiber clump is formed in the water through electro-chemical interactions.

The floc initiation in the fibrous suspension is due mainly, to the adsorption of the polymers at the surface of the fibers, which occurs by two models: loaded patches model and bond formation model. The first one takes place when there is a polycation of high charge density and low or middle molecular weight, while the second one results form a polycation of low to middle charge density and high molecular weight.

When having a polyelectrolite of opposite charge to the particles the flocculation resulting of the attraction forces of short approach is favored.

The flocculation mechanism is divided in six stages (Hernández, 2001):

- a) Dispersal of the polymer in the medium
- b) Diffusion of the polymer towards the solid-liquid interphase
- c) Adsorption of the polymer in the surface
- d) Re-organization of the polymer chain
- e) Growth of floc by collisions and adsorptions between floc
- f) Breaking of floc

The reorganization of the polymer chains to obtain a compact conformation depends on time; with it, the microfloc favor collisions and produce a greater number of bonds between particles that provoke the growth of floc (Hubbe *et al.*, 2009). The flocculant activity of the cationic acrylamide depends on the present substance, in particular from the anionic compounds, organic fines and mineral charges, which interfere in the polyacrylamide adsorption over the alpha-cellulose chains of the fibers (Swanson, 2003).



La resistencia al cizallamiento en una suspensión de fibras de celulosa se incrementa al adicionar poliacrilamida de alto peso molecular, lo que está en función del número de fibras activas en la red, así como del aumento de los puntos de enlace entre fibras. La influencia del floculante de poliacrilamida catiónico en las propiedades reológicas se da por una adsorción del mismo sobre las fibras que modifica su densidad de carga (Swerin, 1998). El empleo de cargas minerales reduce la efectividad de la floculación (Ovenden y Xiao, 2002). La capacidad de adsorción de polímeros sobre la superficie de las fibras a partir de su proceso de obtención se puede realizar a través de isothermas (Marais y Wågberg, 2012).

El presente trabajo busca contribuir al análisis del control de la densidad de carga eléctrica durante el proceso de reciclado de papel posconsumo, así como su impacto en la conformación del papel al adicionar poliacrilamida de alto y bajo peso molecular con densidad de carga diferente, previo a la estructuración del papel.

Se determinó la presencia de floculante de alto y bajo peso molecular sobre fibra reciclada en la formación de este producto, lo que se midió en función de la distribución de fibras. Se tomó como base un diseño experimental 2^k , con las variables: adición de floculante de alto peso molecular con baja densidad de carga eléctrica y otro de bajo peso molecular con alta densidad de carga eléctrica; tiempo de reacción y temperatura. Como factores de respuesta se evaluaron la densidad de carga eléctrica, la distribución de fibras en hojas de laboratorio y la resistencia a la tensión. La mayor densidad de carga eléctrica de un polímero no garantiza el mejor resultado en la distribución de fibras considerada como la formación uniforme de la estructura del papel, ni en la resistencia a la tensión.

Materiales y Métodos

El estudio se llevó a cabo en el laboratorio de Papel del Departamento de Madera, Celulosa y Papel de la Universidad de Guadalajara, con la finalidad de generar conocimiento en el manejo de fibra reciclada para el diseño y estructuración de papel.

Productos químicos

Como floculantes se seleccionaron dos poliacrilamidas, una de alto peso molecular y baja densidad de carga eléctrica y otra de bajo peso molecular y alta densidad de carga. Ambas se prepararon en solución con agua destilada a una relación 100:1.

Resistance to shearing in a cellulose fiber suspension increases when high molecular weight polyacrylamide is added, which depends on the number of active fibers in the net, as well as the increase of the bonding points between fibers. The influence of the cationic polyacrylamide flocculant in the rheological properties results from its adsorption upon the fibers and changes its charge density (Swerin, 1998). The use of mineral charges lessens the effectivity of flocculation (Ovenden and Xiao, 2002). The ability of polymer adsorption over the surface of the fibers from its production process may be analyzed by isothermals (Marais y Wågberg, 2012).

The actual study is aimed to help in the analysis of control of the electric charge density during the process of recycling of post-consumption paper, as well as its impact in the elaboration of paper when adding polyacrylamide of high and low molecular weight with different density charge previous to paper structuring.

The presence of high and low molecular weight upon recycled fiber in the formation of this products, which was measured in regard to the distribution of fibers. A 2^k experimental design was taken as a basis, with the following variables: addition of high molecular weight and low electric charge density and low molecular weight flocculant with high electric charge density; reaction time and temperature. As response factors, the electric charge density, the distribution of fibers in the laboratory sheets and the resistance to tension were assessed. The greatest electric charge of a polymer does not guarantee the best result in the distribution of fibers taken as the uniform formation of the structure of paper or in the tensile strength.

Materials and Methods

The study was carried out at the Laboratory of Paper of the *Departamento de Madera, Celulosa y Papel* (Department of Wood, Cellulose and Paper) of the *Universidad de Guadalajara*, with the aim to generate knowledge related to the management of the recycled fiber for the design and structuring of paper.

Chemical products

Two polyacrylamides were chosen as flocculants, one of high molecular weight and low electric charge density and low molecular weight and high charge density. Both were prepared in a solution with a 100:1 distilled water solution.



La neutralización de la densidad de carga eléctrica fibrosa se realizó con poliacrilamida de alta densidad de carga eléctrica (barredor), la cual se preparó en solución acuosa en una relación de 10:1.

Para determinar el potencial de carga se tituló la suspensión con cloruro de dimetil amonio dialil poli, P-DADMAC con una concentración de 0.007 N.

Fibra

La materia prima fibrosa fue papel *Kraft* posconsumo de primer reciclo (fibra larga de 656 %) y papel *Kraft* posconsumo con n reciclados (fibra larga de 48 %) en una proporción de 50 % cada una.

Preparación de la pasta

La mezcla fibrosa se humectó durante 4 h y se desintegró por 7 min a 3 000 rev de acuerdo a la norma T-205 sp-02 (TAPPI, 2014). Posteriormente, la fibra se refinó a 360 °CSF en molino *Jokro* (ISO 5264/3) (ISO, 1998).

Descripción de la fibra

La mezcla fibrosa se caracterizó de acuerdo a T-211 sp-02 respecto al contenido de ceniza y con la T-233 sp-06 se hizo la clasificación de fibra *Bauer-McNett* (TAPPI, 2014).

Determinación de densidad de carga eléctrica

La densidad de carga eléctrica de la suspensión fibrosa se evaluó mediante el equipo *Mütek* V2.5, BTG Inc., y se utilizó una solución catiónica de poly-Dadmac (Dialil-dimetil cloruro de amonio) y una solución aniónica PES-Na (Polietilsulfonato de sodio).

Tratamiento del floculante

El floculante se aplicó a la suspensión fibrosa de acuerdo al diseño experimental 2³, con las variables controladas: adición de floculante de alto peso molecular con baja densidad de carga eléctrica y bajo peso molecular con alta densidad de carga eléctrica, tiempo de reacción y temperatura; y como factores de respuesta se evaluaron la densidad de carga eléctrica, la distribución de fibras en hojas de laboratorio y resistencia a la tensión.



The neutralization of the fibrous electric charge density was made with polyacrylamide of electric charge density (sweeper), which was prepared in a water solution in a 10:1 ratio.

The suspension was titrated with Poly diallyl dimethyl ammonium chloride, P-DADMAC with a 0.007 N concentration, in order to determine the charge potential.

Fiber

The fibrous raw material was first cycle post-consumption Kraft paper (65.6 % long fiber), and n-cycles post-consumption Kraft paper (48 % long fiber), in a 50 % proportion each.

Paste preparation

The fibrous mix was moistened during 4 h and was disintegrated for 7 min at 3 000 rev according to the T-205 sp-02 regulation (TAPPI, 2014). Later, the fiber was refined at 360 °CSF with a *Jokro* mill (ISO 5264/3) (ISO, 1998).

Fiber description

The fibrous mix was described according to T-211 sp-02 in regard to the ash content and with T 233 sp-06 the *Bauer-McNett* fiber was classified (TAPPI, 2004).

Determination of electric charge density

The fibrous electric charge density suspension was assessed by a V2.5, BTG Inc *Mütek* equipment and a poly- Dadmac (diallyl dimethyl ammonium chloride) cationic solution and an anionic PES-Na (Sodium polysulphonate ethyl) solution was used.

Flocculant treatment

The flocculant was applied to the fibrous suspension according to the 2³ experimental design with the following controlled variables: addition of flocculant of high molecular weight with low electric charge density and low molecular weight with high electric charge density, reaction time and temperature; and as response factors the electrical charge density, the distribution of fibers in laboratory sheets and tensile strength were evaluated.

Sheet formation

Sheet formation of standard laboratory paper was made according to T-205 sp-02, 60 gm⁻² (TAPPI, 2014). Fiber is preserved in a 0.8 % consistency solution at permanent shake. The area of the formed sheet is 0.0202 m².

Formación de hojas

La formación de hojas de papel estándar de laboratorio se efectuó de acuerdo a T-205 sp-02, de 60 g m⁻² (TAPPI, 2014); la fibra se conserva en una suspensión al 0.8 % de consistencia con agitación constante. El área de la hoja formada es de 0.0202 m².

Evaluación de la estructuración de la hoja

La distribución de fibras aceptada como formación se evaluó utilizando técnicas de análisis de imágenes, para lo cual se usó un estereomicroscopio MZ7.5 Laica y *software LAS Image Laica*.

Resistencia mecánica

Las hojas formadas se acondicionaron a 23 °C y 50 % de humedad relativa de acuerdo a T-402 sp-02, se tomaron probetas para evaluar la resistencia a la tensión de acuerdo a T-494 sp-02 (TAPPI, 2014).

Metodología

El experimento se llevó a cabo con fibra refinada ajustada a las condiciones preestablecidas, la aplicación de productos químicos y factores de respuesta de acuerdo al diseño experimental 2^k con dos repeticiones. Las variables dependientes consideradas fueron: dosificación de floculante para alto y bajo peso molecular (0.05, 0.075 y 0.1 %), tiempo de reacción (0, 15 y 30 min) y temperatura (30, 37.5 y 45 °C); los tratamientos del diseño experimental se muestran en el Cuadro 1. Como factores de respuesta se evaluaron la densidad de carga eléctrica, la distribución de fibras y la resistencia a la tensión con probetas de las hojas de laboratorio. Como constante del proceso se adicionó como barredor poliacrilamida de alta densidad de carga eléctrica al 0.3 % para neutralizar la densidad de carga eléctrica inicial de la suspensión, así como la velocidad de agitación de 65 rpm. Los resultados se analizaron estadísticamente al aplicar las herramientas del *software Statgraphics Centurion* (Statpoint Technologies, 2006).

Evaluation of the sheet structuring

The accepted fiber distribution as formation was assessed by using image analysis techniques and a MZ7.5 Laica stereomicroscope and LAS Image Laica software.

Mechanical resistance

The formed sheets were conditioned at 23 °C and 50 % relative humidity according to T-402 sp-02; tests were taken to assess the tensile strength according to T-494 sp-02 (TAPPI, 2014).

Methodology

The experiment was carried out with refined fiber fitted to the pre-established conditions, the addition of chemical products and response factors according to the 2^k experimental design with two replications. The dependent variables were: high and low molecular weight (0.05, 0.075 and 0.1 %) flocculant dosage; reaction time (0, 15 and 30 min) and temperature (30, 37.5 and 45 °C); the treatments of the experimental design are shown in Table 1. As response factors, the electric charge density, the distribution of fibers and tensile strength were assessed with tests of the laboratory sheets. As a constant of the process, electric charge of high density at 0.3 % polyacrylamide was added as a sweeper to neutralize the initial electric charge density of the suspension, as well as the shaking speed of 65 rpm. Results were statistically analyzed with the Statgraphics Centurion (Statpoint Technologies, 2006) software tools.

Results and Discussion

The analysis of the raw material shows a high per cent of long fiber caught in a 30 mesh (57 %), with the presence of 23 % fines and 5.4 % of ash contents (Table), which suggests the existence of mineral charges.

Results from the high molecular weight and low electric charge density flocculant dosage treatments are summarized in Table 3, in which the response variables are shown: charge density, distribution of fibers and tensile strength for each one of the treatments.



Cuadro 1. Diseño experimental 2³.
Table 1. 2³ Experimental design.

Número de tratamiento	Floculante	Tiempo de reacción	Temperatura
	(Alto y Bajo PM) %	min	°C
1	0.075	15	37.5
2	0.1	0	30
3	0.1	0	45
4	0.1	30	30
5	0.1	30	45
6	0.05	0	30
7	0.05	0	45
8	0.05	30	30
9	0.05	30	45
10	0.075	15	37.5

Resultados y Discusión

El análisis de la materia prima muestra un alto porcentaje de fibra larga retenido en malla 30 (57 %), con presencia de finos de 23 % y un contenido de ceniza de 5.4 % (Cuadro 2), lo cual indica la existencia de cargas minerales.

Los resultados obtenidos de los tratamientos de dosificación de floculante de alto peso molecular y baja densidad de carga eléctrica se resumen en el Cuadro 3, en el que se muestran las variables de respuesta: densidad de carga, distribución de fibras y resistencia a la tensión para cada uno de los tratamientos.

Previo a la dosificación del floculante se aplicó el barredor para así asegurar la neutralización de cargas eléctricas residuales. Como referencia de la densidad de carga se estructuró la hoja de papel con fibra sin floculante, ni neutralizador de carga eléctrica inicial (barredor).

Before the dosage of the flocculant, a sweeper was applied in order to guarantee the neutralization of residual electric charges. As a reference of the charge density, the paper sheet was structured without flocculant or neutralizer of the initial electric charge (sweeper).

Cuadro 2. Caracterización de la materia prima en mezcla.
Table 2. Description of the mixed raw material.

Retenido en malla	Retenido %
30	57
50	18
100	2
200	1
Finos	23

The statistical analysis reveals that the presence of the flocculant coordinates with the reaction time (interaction of the AB factors) reaches a 1.1 standardized effect in the distribution of fibers and a value of 67.1 %, information that came from the Pareto diagram (Figure 1).

The analysis of the surface of response of the data obtained in the treatment with the highest level of flocculant with the least reaction time records the greatest value in fiber distribution, which allows the achievement of a better quality in the formed sheet (Figure 2).



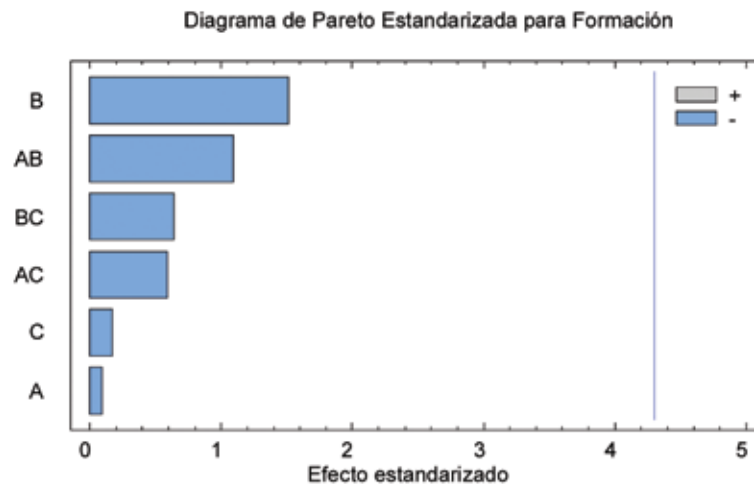
Cuadro 3. Resultados de la aplicación del floculante de alto alto peso molecular y baja densidad de carga eléctrica de acuerdo al diseño experimental y el valor de referencia sin tratamiento.

Table 3. Results of the application of a high molecular weight and low electric charge density flocculant according to the experimental design and the reference value without treatment.

Floculante de alto peso molecular %	Tiempo de reacción min	Temperatura °C	Densidad de carga mV	Distribución de fibras %	Resistencia a la tensión kgf 15 mm ⁻¹
0	0	30	165	55.5	5.1
0.05	30	30	146	64.5	5.5
0.05	30	45	98	64.3	5.1
0.1	0	45	101	67.1	5.7
0.1	0	30	115	67.1	5.8
0.075	15	37.5	100	64.7	5.4
0.1	30	45	100	60.7	5.8
0.05	0	45	101	66.1	5.1
0.1	30	30	106	63.6	5.6
0.05	0	30	158	64.3	5.5
0.075	15	37.5	105	61.2	5.7

El análisis estadístico revela que la presencia del floculante en coordinación con el tiempo de reacción (interacción de los factores AB) alcanza un efecto estandarizado de 1.1 en el proceso de distribución de fibras y un valor de 67.1 %, información rescatada del diagrama de Pareto (Figura 1).

The distribution of the fibers when a high molecular weight flocculant is present in figures 3 and 4. The first one belongs to the conditions of 0.1 %; flocculant, reaction time of 0 min and temperature of 30 °C, which results in a fiber distribution of 67.1 %. Figure 4 illustrates a value of 64.7 % in this respect, from



A = Floculante; B = Tiempo de reacción; C = Temperatura
A = Flocculant; B = Reaction time; C = Temperature

Figura 1. Diagrama de Pareto del análisis de distribución de fibras (formación) para el floculante de alto peso molecular y baja densidad de carga.

Figure 1. Pareto diagram of the fiber distribution analysis (formation) for the high molecular weight and low electric charge density flocculant.

El análisis de la superficie de respuesta de los datos obtenidos en el tratamiento con el nivel más alto de floculante con el menor tiempo de reacción registra el mayor valor en la distribución de fibras, lo que permite lograr una mejor calidad en la hoja formada (Figura 2).

the addition of the 0.075 % flocculant; reaction time of 15 min and temperature of 37.5 °C. Tensile strength was 5.8 and 5.4 kgf, respectively, in specimens of 15 mm wide.

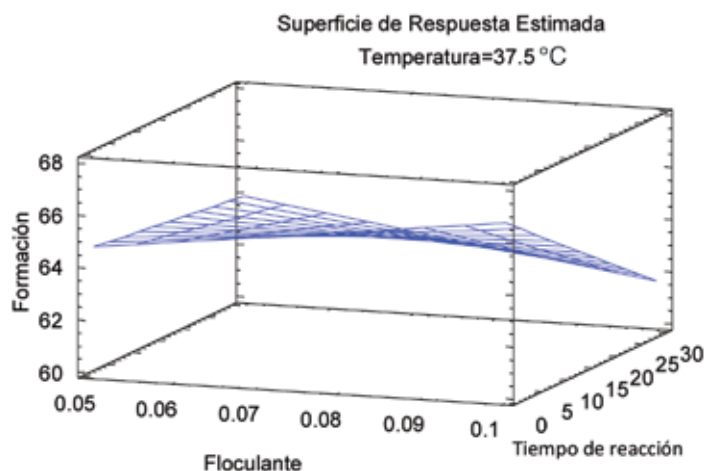


Figura 2. Estimación de la superficie de respuesta del análisis de distribución de fibras (formación) con floculante de alto peso molecular y baja densidad de carga eléctrica.

Figure 2. Estimation of the surface of response from the fiber distribution analysis (formation) with high molecular weight and low electric charge density flocculant.

La distribución de fibras al aplicar floculante de alto peso molecular se representa en las figuras 3 y 4. La primera corresponde a las condiciones de floculante de 0.1 %; tiempo de reacción de 0 min y temperatura de 30 °C, lo que da como resultado una distribución de fibras de 67.1 %. La Figura 4 ilustra un valor de 64.7 %, por la adición de floculante de 0.075 %; tiempo de reacción de 15 min y temperatura de 37.5 °C. La resistencia a la tensión fue de 5.8 y 5.4 kgf, respectivamente, en probetas de 15 mm de ancho.

Los resultados de los tratamientos con respecto a la adición del floculante de bajo peso molecular se reúnen en el Cuadro 4, así como los valores obtenidos para las variables de respuesta: densidad de carga, distribución de fibras y resistencia a la tensión.

The results from the treatments of the addition of low molecular weight flocculant are in Table 4, as well as the values from the response variables: charge density, fiber distribution and strength resistance.

The previous table indicates that the dosage of 0.05 % of low molecular weight and high electric charge density flocculant without reaction time of 30 min and a temperature of 30 °C, produces a charge density of 254 mV and a fiber distribution of 64.2 %, while for a 0.1 % flocculant with no reaction time and 30 °C generates 162 mV and a fiber distribution of 69.3 %. The analysis shows that the impact of the electric charge density proper to the added flocculant as it is a low molecular weight polymer and high charge density; at a low concentration it has a greater motion in the fibrous suspension, which recorded a greater electric charge density in the suspension without reaction time.



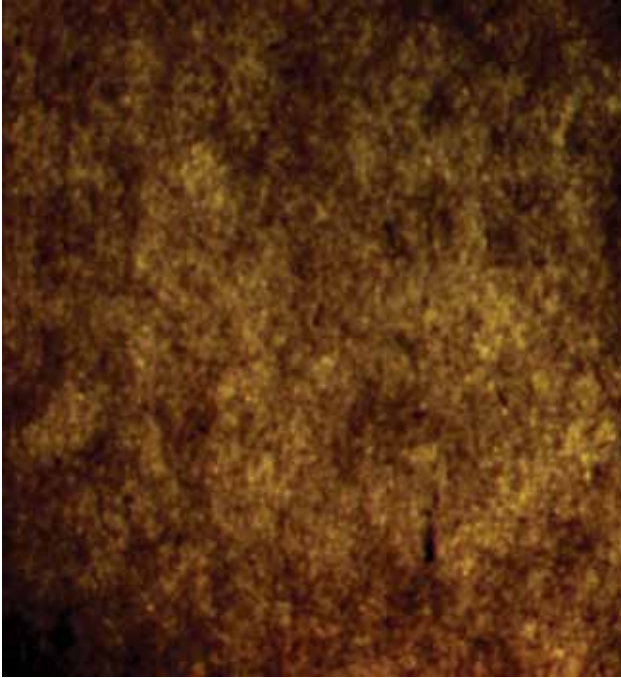


Figura 3. Distribución de fibras de 67.1 %.
Figure 3. Fiber structure of 67.1%.

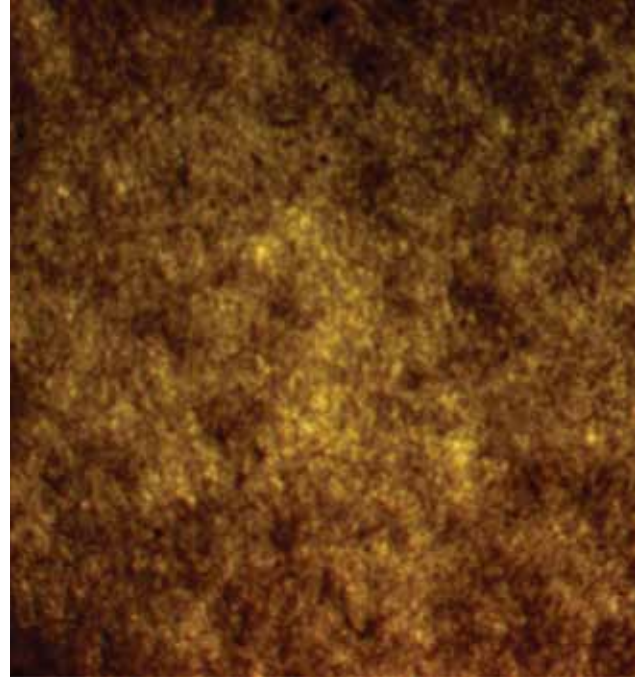


Figura 4. Distribución de fibras de 64.7%.
Figure 4. Fiber structure of 64.7%.

Cuadro 4. Resultados de la aplicación del floculante de bajo peso molecular y el valor de referencia sin tratamiento.
Table 4. Results of the addition of low molecular weight flocculant and the reference value without treatment.

Floculante de bajo peso molecular %	Tiempo de reacción min	Temperatura °C	Densidad de carga mV	Distribución de fibras %	Resistencia a la tensión kgf 15 mm ⁻¹
0	0	30	165	55.5	5.1
0.05	30	30	150	68.5	5.6
0.05	30	45	182	66.3	5.6
0.1	0	45	183	67.8	4.9
0.1	0	30	162	69.3	5.8
0.075	15	37.5	172	63.2	5.9
0.1	30	45	128	67	5.4
0.05	0	45	146	66	5.8
0.1	30	30	203	59	5.1
0.05	0	30	254	64.2	5.6
0.075	15	37.5	171	62.1	5.8



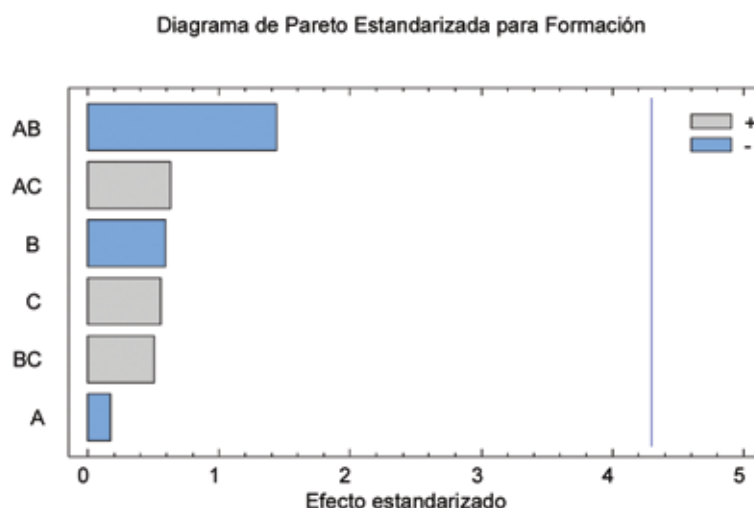
El cuadro anterior muestra que la dosificación de 0.05 % de floculante de bajo peso molecular y alta densidad de carga eléctrica, sin tiempo de reacción y temperatura de 30 °C genera una densidad de carga eléctrica de 254 mV y una distribución de fibras de 64.2%, mientras que con 0.1 % de floculante, sin tiempo de reacción y temperatura de 30 °C origina una densidad de carga eléctrica de 162 mV y una distribución de fibras de 69.3 %. El análisis muestra el efecto de la densidad de carga eléctrica propia del floculante adicionado por ser un polímero de bajo peso molecular y alta densidad de carga; a baja concentración tiene más movilidad en el seno de la suspensión fibrosa, con un registro superior de la densidad de carga eléctrica en la suspensión y sin tiempo de reacción.

La relación de floculante de bajo peso molecular con alta densidad de carga eléctrica y tiempo de reacción (interacción de los factores AB) son variables dominantes en el proceso de distribución de fibra, ya que alcanza un efecto estandarizado de 1.5 y la distribución de fibras de 69.3 %. Lo anterior se confirma en el diagrama de Pareto (Figura 5).

The relation of the low molecular weight and high electric charge density and reaction time (interaction of the AB factors) are dominant variables in the process of fiber distribution since it reaches a standardized effect of 1.5 and the fiber distribution of 69.3 %. This confirms the Pareto Diagram (Figure 5).

The analysis of the response surface records that the flocculant concentration with the least reaction time reaches the highest fiber in the experimental range (Figure 6).

The fiber distribution in the laboratory sheets is shown in figures 7 and 8. The first one corresponds to the addition of the low molecular weight flocculant (0.1 %), reaction time (0 min) and temperature of 30 °C shows a fiber distribution of 69.3 %. Figure 8 refers to the treatment with flocculant of 0.1 %, a reaction time of 30 min and a temperature of 30 °C shows a fibrous distribution of 59 %; while the results of tensile strength are 5.8 and 5.1 kgf in 15 mm wide tests, respectively.



A = Floculante; B = Tiempo de reacción; C = Temperatura

A = Flocculant; B = Reaction time; C = Temperature

Figura 5. Diagrama de Pareto del análisis de distribución de fibras (formación) para el floculante de bajo peso molecular y alta densidad de carga eléctrica.

Figure 5. Pareto Diagram of the analysis of fiber distribution (formation) for the low molecular weight and high electric charge density flocculant.



El análisis de la superficie de respuesta registra que la concentración de floculante con el menor tiempo de reacción alcanza la mayor distribución de fibras en el intervalo experimental (Figura 6).

This study indicates that the fiber distribution that allows a better paper sheet formation is that which offers the lowest electric charge density in the system, and that is coincidental with the parameters of the wet part of the paper machine, which is attributed to the number of contacts between fibers and bonding force between them (Cho *et al.*, 2006).

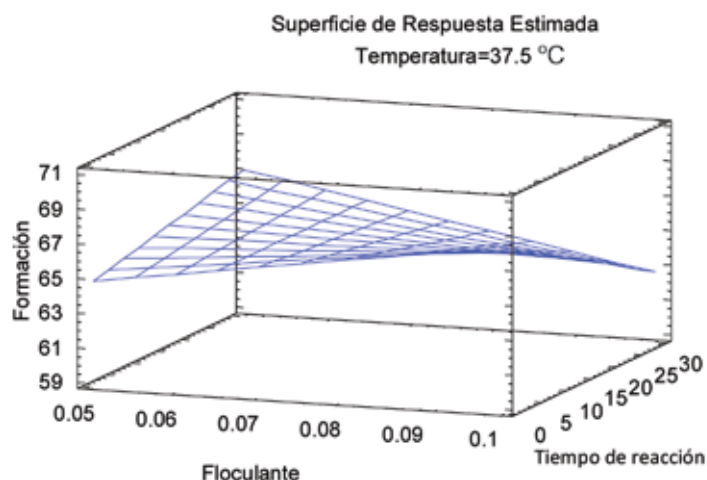


Figura 6. Estimación de la superficie de respuesta del análisis de distribución de fibras (formación) para el floculante de bajo peso molecular y alta densidad de carga eléctrica

Figure 6. Estimation of the response surface of the analysis of fiber distribution (formation) for the low molecular weight and high electric charge density flocculant.

La distribución de fibras en las hojas de laboratorio se muestra en las figuras 7 y 8. La primera corresponde a la adición de floculante de bajo peso molecular (0.1 %), tiempo de reacción de 0 min y temperatura de 30 °C presenta distribución de fibras 69.3 %. La Figura 8 se refiere al tratamiento con adición de floculante de 0.1 %, tiempo de reacción de 30 min y temperatura de 30 °C con distribución fibrosa de 59 %, mientras que los resultados de resistencia a la tensión son de 5.8 y 5.1 kgf en probetas de 15 mm de ancho, respectivamente.

Este estudio indica que la distribución de fibras permite la mejor formación de la hoja del papel es aquella que ofrece la menor densidad de carga eléctrica en el sistema, lo que concuerda con los parámetros de la parte húmeda de la máquina de papel que se atribuye al número de contactos entre fibras y la fuerza del enlace entre ellas (Cho *et al.*, 2006).

Las fluctuaciones en la distribución de fibras y densidad de carga eléctrica del sistema se atribuye a la composición de la materia prima empleada, la cual está constituida con 57 % de fibra larga y 5.4 % de ceniza, estas últimas consideradas como cargas minerales, parámetros que contribuyen a la formación

The fluctuations in fiber distribution and electric charge density of the system is explained by the composition of the used raw material, consisting of 57 % long fiber and 5.4 % ash, the latter of which are considered mineral charges, parameters that help to the floc formation and hamper the uniform fiber distribution. This coincides with the impact analysis of long fibers, short fibers and inorganic particles, in which it is determined that the long ones become part of the flocculation process, in addition to the presence of short fibers and inorganic particles (Hartley and Banerjee, 2008).



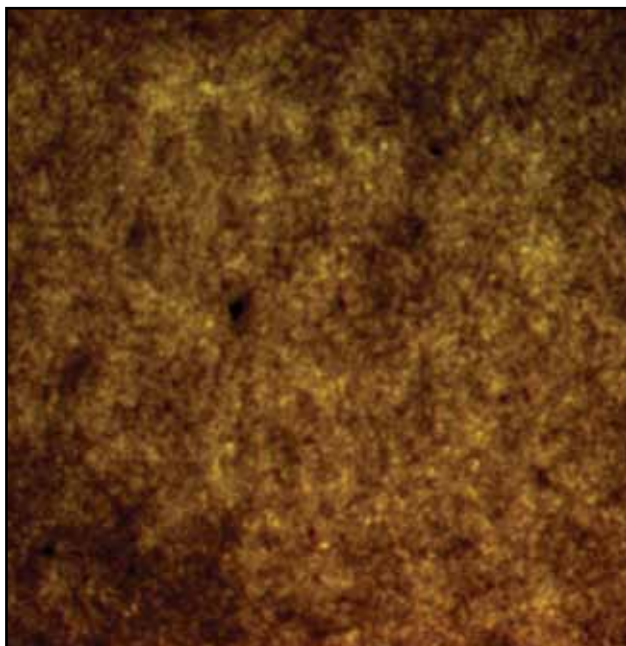


Figura 7. Distribución de fibras 69.3 %.
Figure 7. 69.3 % Fiber distribution.

de flóculos y dificultan la distribución uniforme de fibras. Esto concuerda con el análisis del impacto de las fibras largas, fibras cortas y partículas inorgánicas, en el que se determina que las largas participan en el proceso de floculación, aunado a la presencia de fibras cortas y partículas inorgánicas (Hartley y Banerjee, 2008).

Conclusiones

El presente trabajo registró niveles aceptables de formación en la hoja de papel, cuando se adicionó floculante de bajo peso molecular con alta densidad de carga eléctrica al registrar 69.3 % de distribución de fibras, lo cual representa un incremento de 20 %. Asimismo la resistencia a la tensión se incrementó 12 % y alcanzó 5.9 kgf 15 mm⁻¹.

El floculante de alto peso molecular y baja densidad de carga eléctrica mantuvo valores de resistencia a la tensión en un margen de 5.1 a 5.8 kgf evaluadas en probetas de 15 mm de ancho.

La densidad de carga eléctrica del floculante incide en la formación de enlaces fibra-fibra, ya que la resistencia a la tensión es función de la capacidad de enlaces o de puentes de hidrógeno, así como del largo de la fibra.

Se evidencia que el control continuo de la carga eléctrica del sistema para mantener estable la distribución de fibras, ya que la mayor densidad de carga eléctrica de un polímero

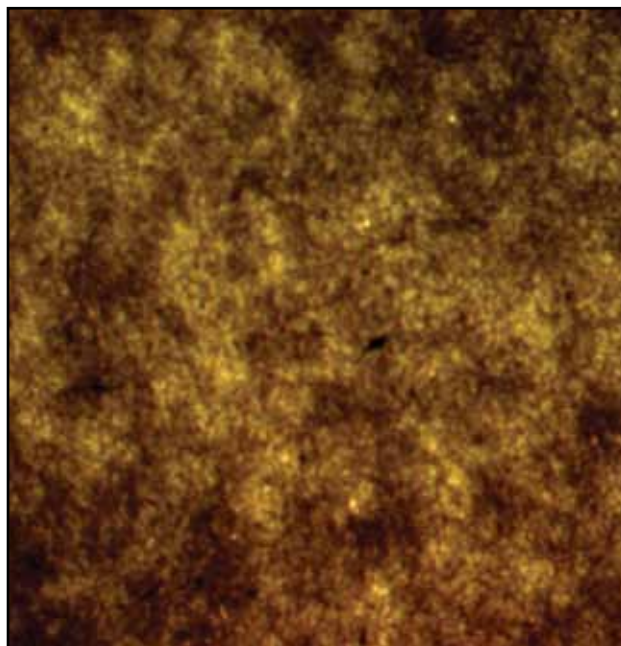


Figura 8. Distribución de fibra 59 %.
Figure 8. 59 % Fiber distribution.

Conclusions

The actual work recorded good levels of paper sheet formation when the low molecular weight and high electric charge density flocculant when registering 69.3 % of fiber distribution, which represents an increment of 20 %. Also, the tensile strength increased 12 % and reached 5.9 Kgf 15 mm⁻¹.

The low molecular weight and high electric charge density flocculant kept values of tensile strength from 5.1 to 5.8 kgf assessed in 15 mm wide specimens.

The electric charge density of the flocculant affects the fiber-fiber bond formation since the tensile strength depends on the ability of the hydrogen bonds as well as on the fiber length.

This paper leaves clear the continuous control of the electric charge of the system to keep stable fiber distribution, since the greatest electric charge of a polymer does not guarantee the best result in fiber distribution, considered as the uniform formation of paper structure or in tensile strength.

Conflict of interests

The authors declare no conflict of interests.



no garantiza el mejor resultado en la distribución de fibras, considerada como la formación uniforme de la estructura del papel, ni en la resistencia a la tensión. 

Conflicto de intereses

Los autores declaran no tener conflicto de intereses.

Contribución por autor

Alma Rosa Saucedo Corona: colaborador y revisor de trabajo de tesis de investigación; José Turrado Saucedo: director de trabajo de tesis de investigación; Marcela Guzmán Corona: estudiante de posgrado, trabajo de tesis de investigación; Rubén Sanjuán Dueñas: asesor de trabajo de tesis de investigación; Ezequiel Delgado Fornué: co-director del trabajo de tesis de investigación; José Antonio Silva Guzmán: colaborador y revisor de trabajo de tesis de investigación; Hugo Vélez: colaborador y revisor externo de trabajo de tesis de investigación.

Referencias

- Cámara Nacional de las Industrias de la Celulosa y el Papel (CNCP). 2014. Informe anual. México, D. F., México, pp. 25- 41.
- Cho, B. U., G. Garnier, T. G. van de Ven and M. Perrier. 2006. A bridging model for the effects of a dual component flocculation system on the strength of fiber contacts in flocs of pulp fibers: implications for control of paper uniformity. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 287(1): 117-125.
- Hartley, W. H. and S. Banerjee. 2008. Imaging c-PAM induced flocculation of paper fibers. *Journal of Colloid and Interface Science* 320: 159-162.
- Hernández M., A. 2001. Depuración y desinfección de aguas residuales. 5a ed. Colegio de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Madrid, España. 1 151 p.
- Hubbe, M. A., H. Nanko and M. R. McNeal. 2009. Retention aid polymer interactions with cellulosic surfaces and suspensions: a review. *BioResources* 4(2):850-906.
- International Organization for Standardization (ISO). 1998. Paper, board and Pulp. Laboratory beating. Part III. Jokro Mill. ISO 5264/3. Genèveve, Switzerland. pp.354-358.
- Marais, A. and L. Wägberg. 2012. The use of polymeric amines to enhance the mechanical properties of lignocellulosic fibrous networks. *Cellulose* 19 (4): 1437.
- Ovenden, C. and H. Xiao. 2002. Flocculation behavior and mechanisms of cationic inorganic microparticle/polymer systems. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 197(1): 225-234.
- Swanson, J. W. 2003. *Colloid Chemistry of papermaking materials* Tappi Press. Atlanta, GA, USA, pp. 135-151.
- Swerin, A. 1998. Rheological properties of cellulosic fiber suspensions flocculated by cationic polyacrylamides. *In: Journal of Colloid and Interface Science* 133: 279-294.
- Scott, W. E. 1996. Principles of wet end chemistry. Basic properties of papermaking fibers and fiber fines important to wet end chemistry. TAPPI Press. Atlanta, GA, USA, pp. 11-33.
- Statpoint Technologies. 2006. Statgraphics Centurion Ver. XV. Warrenton, VA, USA. s/p.
- Technical Association Pulp and Paper Industry (TAPPI). 2014. Forming handsheets for physical test of pulp. T- 205 sp-02. <http://www.tappi.micronexx.com> (8 de enero de 2014).
- Technical Association Pulp and Paper Industry (TAPPI). 2014. Ash in Wood, Pulp, Paper, and Paperboard: Combustion at 525°C. T- 211 sp-02. <http://www.tappi.micronexx.com> (8 de enero de 2014).
- Technical Association Pulp and Paper Industry (TAPPI). 2014. Fiber Length of Pulp by Classification T- 233 sp-06. <http://www.tappi.micronexx.com> (8 de enero de 2014).
- Technical Association Pulp and Paper Industry (TAPPI). 2014. Standard Conditioning and Testing. Atmospheres for Paper, Board, Pulp Handsheets and Related Products. T- 402 sp-02. <http://www.tappi.micronexx.com> (26 de febrero de 2014).
- Technical Association Pulp and Paper Industry (TAPPI). 2014. Tensile properties of paper and paperboard. T- 494 sp-02. <http://www.tappi.micronexx.com> (26 de febrero de 2014).

Contribution by author

Alma Rosa Saucedo Corona: assistant and reviewer of the research study; José Turrado Saucedo: chief of the research study; Marcela Guzmán Corona: coworker in the research study; Rubén Sanjuán Dueñas: advisor of the research study; Ezequiel Delgado Fornué: co-director of the research study; José Antonio Silva Guzmán: coworker and reviewer of the research study; Hugo Vélez: coworker and external reviewer of the research study.

End of the English version

