

PAPEL TISÚ CON FIBRA REDUCIDA Y MÉTODOS DE FABRICACIÓN

REFERENCIA CRUZADA CON SOLICITUDES RELACIONADAS

Esta solicitud reivindica la prioridad de la solicitud de patente provisional de Estados Unidos con núm. de serie: 62/772,838, titulado “REDUCED FIBER TISSUE PAPER AND METHODS OF MANUFACTURE” presentado el 29 de noviembre de 2018, la totalidad de la cual se incorpora en la presente descripción como referencia.

CAMPO TÉCNICO

La presente descripción está relacionada generalmente con métodos para fabricar papel tisú con contenido reducido de fibra. La presente descripción también está relacionada generalmente con papel tisú con contenido reducido de fibra.

ANTECEDENTES

En la industria del papel tisú higiénico, las propiedades de resistencia son necesarias para hacer frente a las tensiones y tensiones causadas durante la fabricación, conversión y uso. Si bien el papel tisú producido a partir de técnicas de fabricación tradicionales puede desempeñarse bien en términos de lograr una mayor resistencia, este papel está sujeto a problemas con respecto a menor suavidad, menor volumen, menor drenaje, menor velocidad de la máquina, mayor peso base (aumento en el uso de fibra), secado más prolongado y otros problemas relacionados.

El análisis transversal de mercado realizado en productos de papel tisú en los Estados Unidos muestra que los consumidores están dispuestos a pagar un sobreprecio por papel tisú con mayor suavidad, volumen y absorbencia de agua, pero no por productos con una resistencia superior (Wang y otros. (2019) *Bioresources* 14: 9410-9428). Las operaciones de fabricación para lograr la resistencia nominal a la tracción, *por ejemplo*, el refinado mecánico, la química del acabado húmedo o el aumento del peso base, tienden a exceder las especificaciones del producto para suministrar un papel mucho más resistente, pero con impactos negativos en la suavidad y el volumen del papel tisú que perjudican la calidad, la productividad y el costo del papel tisú.

SUMARIO

Un aspecto de la descripción abarca modalidades de una suspensión de fibras de celulosa para el uso en la fabricación de un papel tisú, la suspensión de fibras de celulosa comprende fibras de celulosa que se han sometido a (i) fibrilación mecánica o

química de entre aproximadamente el 1 % a aproximadamente el 60 % del peso en seco de fibra de la fibra de celulosa hasta un nivel de drenabilidad entre aproximadamente 50 ml de estándar canadiense de drenabilidad (CSF) y aproximadamente 390 ml de CSF o (ii) conversión a celulosa microfibrilada y nanofibrilada de aproximadamente 0,10 % a aproximadamente 30 % del peso en seco de fibra de las fibras de celulosa; y un adyuvante de retención o drenaje, en donde la suspensión de fibras de celulosa puede tener un nivel de drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, las fibras de celulosa pueden comprender pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda.

En algunas modalidades, la suspensión de fibras de celulosa puede comprender fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no provengan de madera o cualquiera de sus combinaciones.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, las fibras de celulosa pueden comprender pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda y pueden comprender además fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no provengan de madera o cualquiera de sus combinaciones.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la celulosa microfibrilada y nanofibrilada puede comprender al menos una de celulosa microfibrilada, celulosa nanofibrilada, finos fibrilares y fragmentos de fibra.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la cantidad del adyuvante de retención o drenaje puede estar entre aproximadamente 0.005 % a aproximadamente 4 % del peso en seco de las fibras de celulosa.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, el adyuvante de retención o drenaje puede seleccionarse del grupo que consiste en un copolímero catiónico o aniónico de acrilamida, un copolímero de PEI, óxido de polietileno (PEO) y un polímero catiónico combinado con una micropartícula aniónica.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la micropartícula aniónica puede ser sílice coloidal, bentonita, un micropolímero o cualquiera de sus combinaciones.

Otro aspecto de la descripción abarca modalidades de un método para fabricar un papel tisú, el método comprende las etapas de: (a) obtener una suspensión de fibras de celulosa mediante la combinación de una suspensión de fibras de celulosa no fibriladas o parcialmente fibriladas con una suspensión de fibras de celulosa fibriladas que tiene

un nivel de drenabilidad de entre aproximadamente 50 ml de CSF a aproximadamente 390 ml de CSF o una celulosa microfibrilada y nanofibrilada; (b) añadir un adyuvante de retención o drenaje a la suspensión de fibras de celulosa, de esta manera se genera una suspensión de fibras de celulosa que tiene una drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF; y (c) fabricar un papel tisú con un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 80 gramos por metro cuadrado.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, en la etapa (a) entre aproximadamente 40 % a aproximadamente 99,9 % del peso en seco de fibra de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa puede estar no fibrilada o fibrilada hasta tener un nivel de drenabilidad de al menos 300 ml de CSF.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, en la etapa (a) entre aproximadamente 1 % a aproximadamente 60 % del peso en seco de fibra de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa puede someterse a fibrilación mecánica o química hasta un nivel de drenabilidad entre aproximadamente 50 ml de estándar canadiense de drenabilidad (CSF) y aproximadamente 390 ml de CSF.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, en la etapa (a) entre aproximadamente 0,10 % a aproximadamente 30 % del peso en seco de fibra de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa puede convertirse en celulosa microfibrilada y nanofibrilada.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la celulosa microfibrilada y nanofibrilada comprende al menos una de celulosa microfibrilada, celulosa nanofibrilada, finos fibrilares y fragmentos de fibra.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, después de la adición del adyuvante de retención o drenaje, la suspensión de fibras de celulosa puede tener un nivel de drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, las fibras de celulosa pueden comprender pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda.

En algunas modalidades, la suspensión de fibras de celulosa puede comprender fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no provengan de madera o cualquiera de sus combinaciones.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, las fibras de celulosa pueden comprender pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda y pueden comprender además fibras de

celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no provengan de madera o cualquiera de sus combinaciones.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la cantidad del adyuvante de retención o drenaje puede estar entre aproximadamente 0.005 % a aproximadamente 4 % del peso en seco de las fibras de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa de fabricación de papel tisú.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, el adyuvante de retención o drenaje puede seleccionarse del grupo que consiste en un copolímero catiónico o aniónico de acrilamida, un copolímero de PEI, óxido de polietileno (PEO) y un polímero catiónico combinado con una micropartícula aniónica.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, el papel tisú fabricado en la etapa (c) puede tener un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 54,6 g/m²; un calibre de aproximadamente 126 µm a aproximadamente 794 µm, en donde el calibre se mide mediante la aplicación de una carga estática de 2 kPa; un volumen de aproximadamente 6,1 cm³/g a aproximadamente 17,2 cm³/g; suavidad TSA (TS7) de aproximadamente 7,5 dB a aproximadamente 20,3 dB; tersura TSA (TS750) de aproximadamente 12,9 dB a aproximadamente 75,3 dB; resistencia a la tracción (MD) de aproximadamente 100 N/m a aproximadamente 668 N/m; resistencia a la tracción (CD) de aproximadamente 28 N/m a aproximadamente 220 N/m; promedio aritmético de resistencia a la tracción de aproximadamente 78 N/m a aproximadamente 424 N/m.

Otro aspecto más de la descripción abarca modalidades de un papel tisú fabricado mediante cualquier método descrito en la presente descripción.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, en donde el papel tisú puede tener un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 54,6 g/m²; un calibre de aproximadamente 126 µm a aproximadamente 794 µm, en donde el calibre se mide mediante la aplicación de una carga estática de 2 kPa; un volumen de aproximadamente 6,1 cm³/g a aproximadamente 17,2 cm³/g; suavidad TSA (TS7) de aproximadamente 7,5 dB a aproximadamente 20,3 dB; tersura TSA (TS750) de aproximadamente 12,9 dB a aproximadamente 75,3 dB; resistencia a la tracción (MD) de aproximadamente 100 N/m a aproximadamente 668 N/m; resistencia a la tracción (CD) de aproximadamente 28 N/m a aproximadamente 220 N/m; promedio aritmético de resistencia a la tracción de aproximadamente 78 N/m a aproximadamente 424 N/m.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Otros aspectos de la presente descripción se apreciarán más fácilmente tras la revisión de la descripción detallada de sus diversas modalidades, descritas a continuación cuando se toman junto con los dibujos adjuntos.

La Figura 1 ilustra un papel tisú de control y modalidades de papel tisú de acuerdo con la descripción, cuya fabricación combina una fibrilación intensiva de una porción de la mezcla de fibras celulósicas y la adición de un adyuvante de retención o drenaje a la suspensión de fabricación de papel tisú.

La Figura 2 ilustra un papel tisú de control y modalidades de papel tisú de acuerdo con la descripción, cuya fabricación combina la fibrilación parcial o ninguna fibrilación de la mezcla de fibras celulósicas, y la adición de celulosa microfibrilada y nanofibrilada (MNFC) y un adyuvante de retención o drenaje a la suspensión de fabricación de papel tisú.

La Figura 3 ilustra esquemáticamente el protocolo experimental de preparación de una modalidad del papel tisú de acuerdo con la descripción mediante el uso de un método de fibrilación mecánica intensiva.

La Figura 4 ilustra esquemáticamente el protocolo experimental de preparación de una modalidad del papel tisú de acuerdo con la descripción mediante el uso de un método de micro- y nanofibrilación.

Las Figuras 5A y 5B ilustran el efecto de la reducción en el contenido de fibra sobre la resistencia a la tracción del papel tisú generado mediante el uso de los métodos de la descripción.

La Figura 5A ilustra los resultados cuando la vía de fabricación de papel tisú consistía en una fibrilación mecánica intensiva de una porción de la mezcla de fibras celulósicas y la adición de una poliacrilamida catiónica (CPAM) a una suspensión de fibras. La línea horizontal de puntos y trazos indica la resistencia a la tracción del papel tisú de control. En el ejemplo que se muestra, la fibrilación mecánica de una porción de la mezcla de fibras celulósicas a niveles por debajo de 400 ml del estándar canadiense de drenabilidad (CSF), seguido de la adición de CPAM a la suspensión de fabricación de papel tisú, permitió una reducción de aproximadamente el 12,1 % del contenido de fibra del papel tisú, mientras que suministraba una resistencia a la tracción de aproximadamente 676 N/m, similar a la del papel tisú de control.

La Figura 5B ilustra los resultados cuando la vía de fabricación de papel tisú no consistía en fibrilación mecánica de la mezcla de fibras celulósicas sino con la adición de MNFC y CPAM a la suspensión. La línea de puntos y trazos indica la resistencia a la tracción del papel tisú de control. En el ejemplo que se muestra, la adición de 2 % de

MNFC y CPAM a la suspensión de fibras sin fibrilación mecánica de la mezcla de fibras celulósicas permitió una reducción de al menos un 14,1 % del contenido de fibra en el papel tisú, cumpliendo al mismo tiempo la resistencia a la tracción del papel tisú control (360 N/m).

Las Figuras 6A y 6B ilustran el efecto sobre la suavidad TSA (analizador de suavidad de tejidos, Tissue Softness Analyzer, EmTec Inc) del papel tisú generado mediante el uso de los métodos de la descripción.

Un valor de TS7 más bajo generalmente se asocia con una lámina de papel más suave. La línea horizontal de puntos y trazos en las Figuras 6A y 6B indican la suavidad TSA de un papel tisú de control.

Cuando no se añadió CPAM en la suspensión de fabricación de papel tisú, la reducción de fibra permitió la recuperación parcial de las pérdidas de suavidad causadas por la fibrilación mecánica intensiva o la adición de MNFC. Ambas vías de fabricación dieron como resultado un papel tisú que tenía menos suavidad en comparación con el papel tisú de control (valores de TS7 por encima del valor del papel tisú de control) a un peso base donde se alcanza la resistencia a la tracción del papel de control. La combinación de fibrilación mecánica intensiva de una fracción de la mezcla de fibras celulósicas con la subsecuente adición de CPAM mitigó las pérdidas de suavidad, dando como resultado un papel tisú con suavidad mejorada (un valor TS7 8,2 % por debajo del valor del papel de control) pero con 12,1 % de menos contenido de fibra. (Figura 6A).

La combinación de MNFC con una CPAM mitigó las pérdidas de suavidad y permitió obtener un papel tisú con suavidad y resistencia similares al de la lámina de control (valor TS7 1,6 % por encima del valor del papel control) pero con un 14,1 % de menos contenido de fibra. (Figura 6B).

Las Figuras 7A y 7B ilustran el efecto sobre el volumen del papel tisú generado mediante el uso de los métodos de la descripción. La línea horizontal de puntos y trazos en las Figuras 7A y 7B indican el volumen del papel tisú de control.

Ambas vías de fabricación, es decir la fibrilación mecánica intensiva de una fracción de la mezcla de fibras celulósicas y la adición de MNFC, causaron inicialmente una caída en el volumen del papel tisú. La adición de una CPAM acompañada de la reducción en el contenido de fibra dio como resultado un papel tisú con un 12,1 % de menos (Figura 7A) y un 14,1 % de menos (Figura 7B) contenido de fibra, respectivamente, conservando la resistencia del papel tisú de control y con un volumen que era 3,2 % (Figura 7A) y 1.0 % mayor (Figura 7B) que el control.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

Esta descripción no se limita a las modalidades particulares descritas y, como tal, puede, por supuesto, variar. La terminología usada en la presente descripción sirve solamente para el propósito de describir modalidades particulares, y no pretende ser limitante, dado que el alcance de la presente descripción se limitará solamente por las reivindicaciones anexas.

Cuando se proporciona un intervalo de valores, cada valor intermedio, hasta la décima parte de la unidad del límite inferior, a menos que el contexto dicte claramente de cualquier otra manera, entre el límite superior e inferior de ese intervalo y cualquier otro valor intermedio o indicado en ese intervalo establecido, se incluye dentro de la descripción. Los límites inferior y superior de estos intervalos más pequeños pueden incluirse independientemente en los intervalos más pequeños y también se incluyen dentro de la descripción, sujetos a cualquier límite excluido específicamente en el intervalo indicado. Donde el intervalo indicado incluye uno o ambos límites, los intervalos que excluyen cualquiera o ambos de los límites incluidos también se incluyen en la descripción.

Las modalidades de la presente descripción emplearán, a menos que se indique de otra forma, técnicas de medicina, química orgánica, bioquímica, biología molecular, farmacología y similares, las cuales están dentro de la experiencia de la técnica. Tales técnicas se explican completamente en la bibliografía.

Los siguientes ejemplos se exponen para proporcionar a los expertos en la técnica una información y descripción completas de cómo realizar los métodos y usar las composiciones y compuestos descritos y reivindicados en la presente descripción. Se han hecho esfuerzos para asegurar la exactitud con respecto a los números (*por ejemplo, cantidades, temperatura, etc.*), pero algunos errores y desviaciones deben tenerse en cuenta. A menos que se indique de cualquier otra manera, las partes son partes en peso, la temperatura es en °C y la presión es la atmosférica o cercana a esta. La temperatura y presión estándar se definen como 20 °C y 1 atmósfera.

Antes de que se describan en detalle las modalidades de la presente descripción, debe entenderse que, a menos que se indique de otra forma, la presente descripción no se limita a materiales, reactivos, materiales de reacción, procesos de fabricación, dimensiones, intervalos de frecuencia, aplicaciones, o similares, particulares ya que estos pueden variar. Debe también entenderse que la terminología usada en la presente descripción es para propósitos de describir las modalidades particulares solamente, y no pretende ser limitante. También es posible en la presente descripción que las etapas

puedan ejecutarse en una secuencia diferente donde esto sea lógicamente posible. También es posible que las modalidades de la presente descripción puedan aplicarse a modalidades adicionales que impliquen mediciones más allá de los ejemplos descritos en la presente descripción, los cuales no pretenden ser limitantes. Además, es posible que las modalidades de la presente descripción puedan combinarse o integrarse con otras técnicas de medición más allá de los ejemplos descritos en la presente descripción, los cuales no pretenden ser limitantes.

Debe señalarse que, como es usado en esta descripción y en las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares “un”, “una” y “el/la” incluyen referentes en plural a menos que el contexto claramente lo indique de cualquier otra manera. Así, por ejemplo, la referencia a “un soporte” incluye una pluralidad de soportes. En esta descripción y en las reivindicaciones que siguen, se hará referencia a un número de términos que se definirán para tener los siguientes significados a menos que sea evidente una intención contraria.

Cada una de las solicitudes y patentes citadas en este texto, así como también cada documento o referencia citada en cada una de las solicitudes y patentes (incluidas durante la tramitación de cada patente emitida; “documentos citados por la solicitud”), y cada uno de los PCT y solicitudes extranjeras o patentes correspondientes y/o que reivindican prioridad de cualquiera de estas solicitudes y patentes, y cada uno de los documentos citados o referenciados en cada uno de los documentos de solicitud citados, se incorporan expresamente en la presente descripción como referencia. Además, los documentos o referencias citados en este texto, en una Lista de Referencia antes de las reivindicaciones, o en el texto mismo; y cada uno de estos documentos o referencias (“referencias citadas en la presente descripción”), así como también cada documento o referencia citada en cada una de las referencias citadas en la presente descripción (incluidas las especificaciones del fabricante, instrucciones, etc.) se incorporan expresamente en la presente descripción como referencia.

Antes de describir las diversas modalidades, se proporcionan las siguientes definiciones y deben usarse a menos que se indique de otra forma.

Abreviaturas

SBHK, Kraft de madera dura del sur blanqueada; NBSK, Kraft de madera blanda del norte blanqueada; CPAM, poliacrilamida catiónica; CSF, Estándar Canadiense de Drenabilidad; MNFC, celulosa microfibrilada y nanofibrilada

Definiciones

El término "drenabilidad", como se usa en la presente descripción, se refiere a una medida de la rapidez con la que el agua puede drenar de una muestra proporcionada de fibras. En muchos casos, existe una correlación entre los valores de drenabilidad y (a) un nivel objetivo de refinamiento de la pulpa, o (b) la facilidad de drenaje del agua blanca de la banda húmeda, especialmente en las primeras secciones de un formador Fourdrinier. Las pruebas estándar de drenabilidad se basan en la eliminación de agua por gravedad a través de una rejilla. Los dispositivos están diseñados para que un operador pueda juzgar la velocidad de eliminación de agua observando el volumen de líquido recogido en un cilindro graduado. La drenabilidad tiende a disminuir por el refinado y por el aumento del nivel de finos en la composición. La drenabilidad puede aumentarse mediante el uso de adyuvantes de retención o drenaje, eliminación de finos o tratamientos enzimáticos para convertir materiales mucilaginosos en azúcares.

La prueba "Estándar Canadiense de drenabilidad" (CSF) está diseñada para proporcionar una medida de la velocidad a la cual se elimina agua de una suspensión diluida de pulpa en condiciones específicas. Se ha demostrado que la capacidad de drenaje está relacionada con las condiciones de la superficie y el hinchamiento de las fibras, y constituye un índice útil de la cantidad de tratamiento mecánico al cual se ha sometido la pulpa. Los resultados de esta prueba no correlacionan necesariamente con el comportamiento de drenaje de una pulpa en una máquina de papel comercial. Un método para la determinación de la capacidad de drenaje en términos del número de Schopper-Riegler está especificado en la ISO 5267-1.

El término "fibrilación", como se usa en la presente descripción, se refiere tanto a un proceso como al resultado de ese proceso. El refinado puede definirse como la etapa de paso de una suspensión de fibras de fabricación de papel entre placas en movimiento relativo entre sí que tienen barras elevadas sobre sus superficies. Las fibras están sometidas a fuerzas de cizallamiento y compresión. Una de las cosas que ocurre durante el refinado de las fibras es la fibrilación, la deslaminación parcial de la pared celular, que da como resultado una apariencia microscópicamente pilosa de las superficies de las fibras humedecidas. Las "pilosidades" también se denominan fibrilación. Las microfibrillas más pequeñas pueden ser tan pequeñas como cadenas de celulosa individuales. La fibrilación tiende a aumentar el área de unión relativa entre las fibras después de que se haya secado el papel.

El término "nanocelulosa", como se usa en la presente descripción, se refiere a celulosa microfibrilada/microfibrilar y celulosa nanofibrilada/nanofibrilar de los tipos como se describen, por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos Núm. 4,483,743;

patente de Estados Unidos Núm. 4,952,278, WO 2007/091942, Wagberg Lars y otros, (2008) *Langmuir* 24: 784-795 y Saito y otros, (2007) *Biomacromolecules* 8: 2485-2491. La idea básica que subyace el desarrollo de la nanocelulosa es simplemente deslaminar la pared celular y liberar las microfibrillas, las cuales constituyen el componente básico principal de las fibras de madera. Las nanocelulosas son materiales de tipo gel incluso a concentraciones muy bajas. El ancho y la longitud de las fibras de nanocelulosa varían en dependencia del proceso de fabricación específico y la materia prima usada para su producción. Un ancho típico de nanocelulosa es de aproximadamente 3 a aproximadamente 100 nm, preferentemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 30 nm, y una longitud típica es de aproximadamente 100 nm a aproximadamente 2 μ m, preferentemente de aproximadamente 100 a 1000 nm.

La nanocelulosa puede producirse a partir de pulpa celulósica o pulpa celulósica prehidrolizada que incluye pulpa al sulfito y pulpa kraft mediante cizallamiento múltiple como se describe, por ejemplo, en la Patente de Estados Unidos Núm. 4,483,743, o por hidrólisis enzimática combinada con cizallamiento mecánico como se describe en el documento WO 2007/091942, o por pretratamiento/modificación químicamente de la pulpa celulósica y posteriormente sometiénola a un cizallamiento mecánico como se describe en Wagberg Lars y otros, (2008) *Langmuir* 24: 784-795 y Saito y otros, (2007) *Biomacromolecules* 8: 2485-2491.

Una nanocelulosa preferida es del tipo producido a partir de pulpa de celulosa mediante tratamiento enzimático seguido de homogeneización en un homogeneizador de alta presión. La enzima en el tratamiento enzimático comprende preferentemente una celulasa, tal como endoglucanasa. El homogeneizador de alta presión comprende preferentemente cámaras en forma de Z y la pulpa se pasa varias veces, preferentemente al menos tres veces a través de las cámaras.

Otra nanocelulosa preferida es del tipo producido a partir de pulpa de celulosa mediante pretratamiento químico seguido de homogeneización en un fluidizador/homogeneizador de alta presión. Se conocen en la técnica diversas modificaciones químicas. Un pretratamiento químico preferido comprende la carboximetilación de las fibras de celulosa. La pulpa puede ser pulpa al sulfito o pulpa kraft. También pueden usarse pulpas de disolución, tales como pulpa de disolución de sulfito, que tienen un bajo contenido de hemicelulosa. El homogeneizador de alta presión comprende preferentemente cámaras en forma de Z y la pulpa pasa al menos una vez a través de las cámaras.

Las fibras de micro y nanocelulosa pueden añadirse a la suspensión de fibras de celulosa para la fabricación de papel tisú en forma de una suspensión o gel acuoso que comprende aproximadamente 5 %, preferentemente 0,1 a 4%, y más preferentemente de 0,3 a 3 % en peso de sólidos.

El término "adyuvante de retención o adyuvante de drenaje", como se usa en la presente descripción, puede referirse a un copolímero catiónico o aniónico de acrilamida que tiene valores de masa molecular en el intervalo de 5 a 20 millones de gramos por mol. Se sabe que son efectivos para mejorar la retención de partículas finas durante la formación del papel. El adyuvante de retención o drenaje mantiene la eficiencia, el drenaje y la limpieza adecuados de una máquina de papel; para lograr una uniformidad direccional Z adecuada; para retener los aditivos, incluidos los rellenos.

Los adyuvantes de retención o drenaje pueden tener un efecto profundo en la eficiencia del proceso y en la calidad del producto. La regla más general es añadir solo la cantidad de adyuvante de retención o drenaje que se necesita para optimizar la capacidad de ejecución y evitar problemas excesivos de las dos caras de la estructura de la lámina. Los productos químicos típicos usados como adyuvantes de retención o drenaje incluyen, entre otros, poliacrilamida (PAM), poliacrilamida catiónica (CPAM), polietilenimina (PEI), sílice coloidal y bentonita.

El polímero catiónico usado en los métodos de la descripción puede producirse ventajosamente mediante la copolimerización de la acrilamida con un monómero catiónico o de la metacrilamida con un monómero catiónico. El peso molecular del polímero catiónico es preferentemente de al menos 500 000, y se añade a la pasta preferentemente en una cantidad de al menos 0.005 % especialmente preferentemente 0.01-0.06 % como sustancia activa basado en el peso de sólidos secos de la pasta.

El polímero catiónico usado en los métodos de la descripción puede ser cualquier copolímero de acrilamida y/o metacrilamida, preparado mediante el uso al menos de uno de los comonómeros cargado catiónicamente o un monómero catiónicamente cargable. Tales monómeros incluyen, pero no se limitan a, cloruro de metacriloiloxietiltrimetilamonio, cloruro de acrililoiloxietiltrimetilamonio, cloruro de 3-(metacrilamido)propiltrimetilamonio, cloruro de 3-(acrililoilamido)propiltrimetilamonio, cloruro de dialildimetilamonio, acrilato de dimetilaminoetilo, metaacrilato de dimetilaminoetilo, dimetilaminopropilacrilamida, dimetilaminopropilmetacrilamida o un monómero similar. El polímero también puede contener monómeros distintos de acrilamida, metacrilamida o algún monómero catiónico o cationizable.

El término "acrilamida", como se usa en la presente descripción, se refiere a aditivos para la fabricación de papel que tienen un amplio intervalo de masa molecular, grado de ramificación (a menudo copolímeros lineales) y una proporción relativa de grupos monoméricos cargados. Uno de los monómeros es la acrilamida simple, es *decir*, $\text{CH}=\text{C}[-\text{CONH}_2]-$ en la cual el grupo entre paréntesis está unido al segundo carbono. Para la producción de un copolímero aniónico, el comonómero es a menudo ácido acrílico, $-\text{CH}=\text{C}[-\text{COOH}]-$. Los comonómeros catiónicos típicamente tienen grupos de amonio cuaternario, y están unidos al nitrógeno de la amida, $-\text{CH}=\text{C}[-\text{CONH}-\text{RN}^+(\text{CH}_3)_3]-$, donde R puede tomar una variedad de formas. La polimerización se logra "comprimiendo" los dobles enlaces de modo que la cadena principal del polímero consista en enlaces sencillos (insaturados).

El término "fibras de madera blanda (traqueidas) ", como se usa en la presente descripción, se refiere a fibras de madera obtenidas de árboles de coníferas portadores de agujas. Los principales componentes químicos de las traqueidas del kraft de madera blanda, específicamente, celulosa y hemicelulosa, son polímeros de glucosa, con cada unidad conectada por un β enlace -1-4-glicosídico. Estas moléculas están dispuestas en una serie de capas que tienen diferentes ángulos con relación a la dirección de la fibra. Las más gruesas de estas capas (la subcapa S2) tiene un ángulo de fibrilla casi alineado con la fibra, y esto explica la alta estabilidad dimensional tanto de las fibras como de la madera en la dirección longitudinal. Los polímeros de celulosa están parcialmente fusionados en dominios cristalinos microscópicos, y esto explica la insolubilidad de las fibras de madera. Se usan dos métodos principales de despulpado, Kraft y mecánico, para liberar las fibras. El proceso Kraft disuelve una resina fenólica natural denominada lignina de entre las fibras. En el despulpado mecánico, la lignina se deja en su lugar. Por ejemplo, en el despulpado termomecánico (TMP), las virutas de madera se pasan, a temperatura y presión elevadas, entre placas giratorias que tienen barras elevadas. El calentamiento ablanda la lignina y posibilita separar las fibras en estado intacto, obteniendo un rendimiento superior al 90 % de los sólidos originales de la madera. Las fibras de madera blanda de especies comúnmente usadas para la fabricación de papel, tales como el pino, picea, el abeto alpino y el abeto de Douglas, tienen fibras traqueidas de aproximadamente 3 mm de largo y de 20 a 30 μm de grosor. Especialmente después del despulpado Kraft, el proceso de refinado tiende a delaminar la pared celular, lo que permite que la fibra se colapse en una cinta, lo que aumenta en gran medida la capacidad de las fibras para unirse entre sí.

Las fibras de madera blanda (traqueidas) confieren una alta resistencia al desgarre, la capacidad de soportar múltiples plegamientos y una variedad de otras propiedades relacionadas con la resistencia.

La pulpa quimiotermomecánica de madera blanda (CTMP) es útil en productos que pueden beneficiarse de una disminución de la densidad. Una de las consideraciones clave en el uso de pulpas de madera blanda es cómo lograr una uniformidad de formación satisfactoria. La relación de la longitud al ancho (relación de aspecto) de las fibras de madera blanda es a menudo tan alta como 100. Eso significa que las fibras tienen una fuerte tendencia a agruparse cuando se suspenden en agua. En teoría, se tendría que reducir el nivel de sólidos a menos de aproximadamente 0.01 % para que cada fibra tenga espacio para rotar sin colisionar con una fibra adyacente.

El término "fibras de madera dura" como se usa en la presente descripción se refiere al componente principal de la madera de un árbol caducifolio (madera dura) y consiste en fibras libriformes. Estas son de aproximadamente 1 mm de longitud y aproximadamente 20 micrómetros de ancho. La madera de los árboles caducifolios es una mezcla complicada de estas fibras, vasos multicelulares (para el transporte de agua desde las raíces) y otras células especializadas. El método de despulpado Kraft disuelve químicamente la lignina, una resina fenólica natural que pega las fibras juntas en la madera. El despulpado kraft produce fibras que tienden a tener una capacidad de unión superior después de haber sido flexibilizadas por acción de la compresión y el cizallamiento de un refinador. Las pulpas semiquímicas de madera dura se cuecen en condiciones que solubilizan solo una fracción de la lignina. Se necesita algún refinado mecánico después de la cocción semiquímica para liberar las fibras de las virutas ablandadas. Dos de estos procesos son la cocción con carbonato y el semiquímico de sulfito neutro (NSSC). Debido a que la lignina es rígida, estas pulpas se comportan de manera diferente. Además, el alto contenido de lignina y materiales extraíbles tales como los ácidos grasos contribuyen a una mayor densidad de la carga aniónica de la superficie de las fibras semiquímicas, en comparación con la mayoría de las pulpas Kraft.

Discusión

El papel tisú de acuerdo con la descripción exhibe una suavidad y un volumen ventajosos a un peso base menor que a los pesos bases básicos encontrados en los productos de papel tisú comerciales actualmente disponibles, mientras que suministra una resistencia adecuada para el funcionamiento de la máquina y el uso del consumidor.

Este papel tisú es un papel liviano que comprende un núcleo de fibra con hasta 60 % de fibras fibriladas mecánicamente y un adyuvante de retención o drenaje, como un polímero catiónico de poliacrilamida, que facilita el drenaje, la suavidad y el volumen. Este enfoque puede reducir significativamente el contenido de fibra de los productos de papel tisú (hasta un 30 % en comparación con los productos comerciales disponibles) mientras que suministra la resistencia deseada y otras propiedades críticas.

La presente descripción, por lo tanto, abarca modalidades de métodos de fabricación de papel tisú que producen un exceso de resistencia del papel tisú y usan parte o la totalidad de dicho exceso de resistencia para proporcionar una reducción del contenido de fibra en el papel tisú. La presente descripción proporciona vías de fabricación para la reducción del contenido de fibra del papel tisú en al menos 1 % basado en el peso de la fibra seca del papel tisú. Las vías de fabricación pueden producir papel tisú con valores de resistencia nominales con un contenido de fibra más bajo y sin efectos adversos sobre la suavidad y el volumen del papel tisú, y la drenabilidad de la suspensión de fabricación de papel tisú. En casos específicos, el papel tisú ha mejorado el volumen y la suavidad. Las vías se basan en el uso de "exceso de resistencia" (es decir, resistencia que puede reducirse sin detrimento de la función o propiedades deseadas del papel tisú) obtenida mediante prácticas del estado de la técnica (por ejemplo, refinación mecánica y aditivos de acabado húmedo) para impulsar la reducción del contenido de fibra. Esto permite una reducción de entre aproximadamente 1 % a aproximadamente el 30 % del uso de fibra en comparación con las especificaciones de los productos de papel tisú disponibles comercialmente (al mismo tiempo que suministra un producto con una resistencia similar a la que se encuentra en los productos de papel tisú disponibles comercialmente) y, en casos específicos, con mejor volumen y suavidad.

Las modalidades de las vías de fabricación de la descripción pueden abarcar la fibrilación intensiva de una fracción de una mezcla de fibras celulósicas y la adición de un adyuvante de retención o drenaje, por ejemplo, pero sin limitarse a, una poliacrilamida catiónica (CPAM) a una suspensión de fabricación de papel tisú. La porción intensamente fibrilada, que puede comprender entre aproximadamente 1 % a aproximadamente 60 % del peso de la fibra seca del papel tisú, puede refinarse hasta un nivel atípico de drenabilidad en las operaciones comerciales actuales de fabricación de papel tisú que involucran fibras vírgenes, es decir, entre aproximadamente 50 ml de CSF y aproximadamente 390 ml de CSF. Tal fracción, la cual es la principal fuente de resistencia mecánica en el papel tisú, corresponde típicamente a la pulpa de madera

blanda (fracción de fibra larga). La fracción restante de la mezcla de fibras celulósicas está parcialmente fibrilada hasta niveles de drenabilidad superiores a 390 ml de LCR o no está tratada. La fracción restante, que es la principal fuente de suavidad y volumen del papel tisú, corresponde típicamente a la pulpa de madera dura (fracción de fibra corta). El tratamiento de la mezcla de fibras celulósicas se realiza de modo que la resistencia de la lámina se logre refinando la fracción de fibras largas, mientras que la fracción de fibras cortas se protege para preservar el volumen y la suavidad del papel tisú.

La fibrilación mecánica a valores bajos de drenabilidad no es deseable en las prácticas de fabricación de papel tisú, ya que compromete la velocidad de la máquina y, por lo tanto, reduce la productividad del molino de papel tisú. Además, produce bandas de papel con una alta resistencia no deseada y una suavidad, volumen y absorbencia limitados, las cuales son propiedades ventajosas y generan altos precios de almacenamiento. Las operaciones tradicionales de fabricación de papel tisú evitan refinar fibras vírgenes a valores de drenabilidad por debajo de 420 ml de CSF.

Los presentes métodos de la descripción compensan la resistencia excesiva desarrollada en el papel tisú para permitir una reducción en el contenido de fibra. La reducción del contenido de fibra retiene la resistencia deseada del papel, compensando algunos de los efectos perjudiciales sobre la suavidad del papel tisú. Los efectos negativos sobre el drenaje se compensan mediante la adición de CPAM, la cual recupera la drenabilidad de la suspensión a niveles que son adecuados para altas velocidades de la máquina mientras asegura, al mismo tiempo, la retención de partículas extrafinas que puedan generarse debido a la acción mecánica intensiva sobre las fibras celulósicas. La cantidad de CPAM se ajusta para mantener la drenabilidad de la suspensión de fabricación de papel tisú en un intervalo entre aproximadamente 450 ml de CSF a aproximadamente 650 ml de CSF, en dependencia de la mezcla de fibras celulósicas y los requisitos operativos de la máquina. La incorporación de CPAM en la lámina también ayuda a mitigar cualquier pérdida de suavidad y volumen. Esto, sumado a los beneficios en suavidad y volumen impulsados por la reducción de fibra, permite obtener un papel tisú con un contenido de fibra reducido en comparación con los papeles tisú actualmente disponibles comercialmente, los cuales tienen una suavidad y un volumen similares o mejorados.

La facilidad para reducir el contenido de fibra en la lámina de papel tisú aumenta con el uso de fibras de fabricación de papel sin refinar o de alta calidad, ya que desarrollan la resistencia de la lámina de manera más eficiente en comparación con las

fibras que han sido expuestas a varias etapas de tratamiento mecánico o que han sido previamente recicladas. Se prefiere un bajo contenido de finos en la suspensión antes y después del tratamiento mecánico, ya que impactan en la dosificación de CPAM requerida para mantener la drenabilidad de la suspensión a niveles permitidos para el funcionamiento de la máquina. Un aumento en el contenido de finos se asocia típicamente con un aumento en la dosis de polímero y, por lo tanto, con un aumento en los costos operativos. Además, una tecnología de refinado deficiente que resulta en la generación de grandes finos en la suspensión en lugar de la fibrilación de la superficie, el aumento de la flexibilidad de la fibra y la deslaminación de la fibra, desarrollará poco el exceso de resistencia necesario para reducir el contenido de fibra de la lámina.

La cantidad de reducción de fibra aceptable mediante la aplicación de los métodos de la presente descripción depende, al menos en parte, de las características de la lámina de control frente a las cuales se evalúa la reducción en peso. Por tanto, las fibras de fabricación de papel en una lámina en donde se desarrollan las propiedades de resistencia ya habrán alcanzado o estarán cerca de su potencial máximo de resistencia. En consecuencia, se requiere una acción mecánica más intensa para desarrollar aún más la resistencia de la lámina para lograr el exceso que compensa la reducción de fibras. También es más difícil reducir el contenido de fibra a medida que disminuye el peso de la lámina de control porque la unión de las fibras se dificulta más en la lámina más ligera. Esto requiere un mayor grado de acción mecánica para desarrollar la ganancia en resistencia con menos fibras disponibles.

Los procesos de fabricación de la descripción pueden abarcar además el uso de la fibrilación mecánica continua de una porción de la mezcla de fibras celulósicas para generar MNFC que posteriormente se añade a la suspensión de fabricación de papel tisú en combinación con un adyuvante de retención o drenaje, más ventajosamente una CPAM. Los materiales celulósicos a micro- y nanoescala son bien conocidos por su capacidad de refuerzo del papel (Boufi y otros (2016) *Carbohidr. Polym.* 154: 151-166). La incorporación de MNFC en una red de fibra aumenta la unión de fibra a fibra y, por lo tanto, el área adherida total en la lámina de papel. Además, la tendencia propia de MNFC a formar nano-redes de fuerza intrínseca sobresaliente a lo largo de fibras más grandes proporciona la macro estructura con puntos de alta resistencia. Estos dos factores contribuyen a un aumento de la densidad del papel y a una mejora general de las propiedades de resistencia (González y otros., (2012) *BioResources* 7: 5167-5180).

La MNFC puede obtenerse a partir de materias primas lignocelulósicas vía una fibrilación mecánica intensa, que provoca la drenabilidad de las fibrillas por compresión

y fuerzas de cizallamiento cíclicas y abrasivas. La biomasa puede pre-tratarse por medios químicos o mecánicos para reducir la energía requerida para la fibrilación. Pueden usarse diversas materias primas lignocelulósicas renovables y benignas con el medio ambiente para la producción de MNFC, que incluyen madera blanda, madera dura, fibras recicladas y/o fibras que no provienen de madera. El carácter entrópico del proceso mecánico hace que el material obtenido de esta operación sea heterogéneo por naturaleza. El material celulósico puede estar compuesto por nanofibrillas, microfibrillas, finos fibrilares, fragmentos de fibras y/o fibras fibriladas. La proporción relativa de cada especie puede variar según el aporte de energía y el tipo de pre-tratamiento aplicado a las fibras.

La porción de fibra celulósica que se somete a este extenso tratamiento mecánico está ventajosamente entre aproximadamente 0,10 % a aproximadamente 30 % del peso de fibra seca del papel tisú. El porcentaje de mezcla de fibras celulósicas tratada mecánicamente puede reducirse en comparación con el 1 % a aproximadamente 60 % del método descrito previamente, como resultado de ganancias significativas en la resistencia del papel tisú propiciado por el material celulósico altamente fibrilado. Esto permite reducir la cantidad de material fibrilado en la suspensión de fabricación de papel tisú para producir el exceso de resistencia que es necesario para compensar la reducción del contenido de fibra en el papel tisú.

Tras la aplicación de las vías de fabricación de la descripción, si el objetivo de reducción de fibra (ganancia de resistencia) se logra únicamente con la adición de MNFC, la mezcla de fibra celulósica restante es más ventajosamente no refinada para preservar el volumen y la suavidad inherentes al estado sin refinar de las fibras. Por otro lado, si la adición de MNFC no es suficiente para lograr la reducción de fibra deseada, la mezcla de fibra celulósica restante, más específicamente la fracción de fibras largas, puede someterse a fibrilación mecánica parcial, *por ejemplo*, a un valor de drenabilidad superior a 500 ml de CSF, para desarrollar aún más la resistencia de la banda de papel. En todos los casos, la cantidad de CPAM añadida a la suspensión de fabricación de papel tisú puede ajustarse para mantener la drenabilidad de la suspensión a niveles que cumplan con la capacidad de funcionamiento de la máquina de papel tisú.

Un aspecto de la descripción abarca modalidades de una suspensión de fibras de celulosa para el uso en la fabricación de un papel tisú, la suspensión de fibras de celulosa comprende fibras de celulosa que se han sometido a (i) fibrilación mecánica o química de entre aproximadamente el 1 % a aproximadamente el 60 % del peso en seco de fibra de la fibra de celulosa hasta un nivel de drenabilidad entre aproximadamente 50

ml de estándar canadiense de drenabilidad (CSF) y aproximadamente 390 ml de CSF o (ii) conversión a celulosa microfibrilada y nanofibrilada de aproximadamente 0,10 % a aproximadamente 30 % del peso en seco de fibra de las fibras de celulosa; y un adyuvante de retención o drenaje, en donde la suspensión de fibras de celulosa puede tener un nivel de drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, las fibras de celulosa pueden comprender pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda.

En algunas modalidades, la suspensión de fibras de celulosa puede comprender fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no provengan de madera o cualquiera de sus combinaciones.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, las fibras de celulosa pueden comprender pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda y pueden comprender además fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no provengan de madera o cualquiera de sus combinaciones.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la celulosa microfibrilada y nanofibrilada puede comprender al menos una de celulosa microfibrilada, celulosa nanofibrilada, finos fibrilares y fragmentos de fibra.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la cantidad del adyuvante de retención o drenaje puede estar entre aproximadamente 0.005 % a aproximadamente 4 % del peso en seco de las fibras de celulosa.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, el adyuvante de retención o drenaje puede seleccionarse del grupo que consiste en un copolímero catiónico o aniónico de acrilamida, un copolímero de PEI, óxido de polietileno (PEO) y un polímero catiónico combinado con una micropartícula aniónica.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la micropartícula aniónica puede ser sílice coloidal, bentonita, un micropolímero o cualquiera de sus combinaciones.

Otro aspecto de la descripción abarca modalidades de un método para fabricar un papel tisú, el método comprende las etapas de: (a) obtener una suspensión de fibras de celulosa mediante la combinación de una suspensión de fibras de celulosa no fibriladas o parcialmente fibriladas con una suspensión de fibras de celulosa fibriladas que tiene un nivel de drenabilidad de entre aproximadamente 50 ml de CSF a aproximadamente 390 ml de CSF o una celulosa microfibrilada y nanofibrilada; (b) añadir un adyuvante de

retención o drenaje a la suspensión de fibras de celulosa, de esta manera se genera una suspensión de fibras de celulosa que tiene una drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF; y (c) fabricar un papel tisú con un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 80 gramos por metro cuadrado.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, en la etapa (a) entre aproximadamente 40 % a aproximadamente 99,9 % del peso en seco de fibra de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa puede estar no fibrilada o fibrilada hasta tener un nivel de drenabilidad de al menos 300 ml de CSF.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, en la etapa (a) entre aproximadamente 1 % a aproximadamente 60 % del peso en seco de fibra de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa puede someterse a fibrilación mecánica o química hasta un nivel de drenabilidad entre aproximadamente 50 ml de estándar canadiense de drenabilidad (CSF) y aproximadamente 390 ml de CSF.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, en la etapa (a) entre aproximadamente 0,10 % a aproximadamente 30 % del peso en seco de fibra de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa puede convertirse en celulosa microfibrilada y nanofibrilada.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la celulosa microfibrilada y nanofibrilada comprende al menos una de celulosa microfibrilada, celulosa nanofibrilada, finos fibrilares y fragmentos de fibra.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, después de la adición del adyuvante de retención o drenaje, la suspensión de fibras de celulosa puede tener un nivel de drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, las fibras de celulosa pueden comprender pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda.

En algunas modalidades, la suspensión de fibras de celulosa puede comprender fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no provengan de madera o cualquiera de sus combinaciones.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, las fibras de celulosa pueden comprender pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda y pueden comprender además fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no provengan de madera o cualquiera de sus combinaciones.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, la cantidad del adyuvante de retención o drenaje puede estar entre aproximadamente 0.005 % a aproximadamente 4 % del peso en seco de las fibras de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa de fabricación de papel tisú.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, el adyuvante de retención o drenaje puede seleccionarse del grupo que consiste en un copolímero catiónico o aniónico de acrilamida, un copolímero de PEI, óxido de polietileno (PEO) y un polímero catiónico combinado con una micropartícula aniónica.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, el papel tisú fabricado en la etapa (c) puede tener un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 54,6 g/m²; un calibre de aproximadamente 126 µm a aproximadamente 794 µm, en donde el calibre se mide mediante la aplicación de una carga estática de 2 kPa; un volumen de aproximadamente 6,1 cm³/g a aproximadamente 17,2 cm³/g; suavidad TSA (TS7) de aproximadamente 7,5 dB a aproximadamente 20,3 dB; tersura TSA (TS750) de aproximadamente 12,9 dB a aproximadamente 75,3 dB; resistencia a la tracción (MD) de aproximadamente 100 N/m a aproximadamente 668 N/m; resistencia a la tracción (CD) de aproximadamente 28 N/m a aproximadamente 220 N/m; promedio aritmético de resistencia a la tracción de aproximadamente 78 N/m a aproximadamente 424 N/m.

Otro aspecto más de la descripción abarca modalidades de un papel tisú fabricado mediante cualquier método descrito en la presente descripción.

En algunas modalidades de este aspecto de la descripción, en donde el papel tisú puede tener un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 54,6 g/m²; un calibre de aproximadamente 126 µm a aproximadamente 794 µm, en donde el calibre se mide mediante la aplicación de una carga estática de 2 kPa; un volumen de aproximadamente 6,1 cm³/g a aproximadamente 17,2 cm³/g; suavidad TSA (TS7) de aproximadamente 7,5 dB a aproximadamente 20,3 dB; tersura TSA (TS750) de aproximadamente 12,9 dB a aproximadamente 75,3 dB; resistencia a la tracción (MD) de aproximadamente 100 N/m a aproximadamente 668 N/m; resistencia a la tracción (CD) de aproximadamente 28 N/m a aproximadamente 220 N/m; promedio aritmético de resistencia a la tracción de aproximadamente 78 N/m a aproximadamente 424 N/m.

Debe enfatizarse que las modalidades de la presente descripción descritas anteriormente, particularmente cualquiera de las modalidades "preferentes", son meramente ejemplos posibles de las implementaciones, meramente expuestas para una comprensión clara de los principios de la descripción. Pueden hacerse muchas variaciones y modificaciones a la modalidad (es) de la descripción descritas

anteriormente sin apartarse sustancialmente del espíritu y de los principios de la descripción. Se pretende que todas estas modificaciones y variaciones se incluyan en la presente descripción dentro del alcance de esta descripción y estén protegidas por las siguientes reivindicaciones.

Los ejemplos específicos a continuación deben considerarse meramente ilustrativos y no limitativos del resto de la descripción en ningún modo. Sin otros detalles innecesarios, se considera que, basándose en la presente descripción, un experto en la técnica podrá utilizar en toda su extensión la presente descripción. Todas las patentes u otras publicaciones citadas en la presente descripción están incorporadas íntegramente en esta descripción como referencia.

Los siguientes ejemplos se exponen para proporcionar a los expertos en la técnica una información y descripción completas de cómo realizar los métodos y usar las composiciones y compuestos descritos y reivindicados en la presente descripción. Se han hecho esfuerzos para asegurar la exactitud con respecto a los números (*por ejemplo, cantidades, temperatura, etc.*), pero algunos errores y desviaciones deben tenerse en cuenta. A menos que se indique de cualquier otra manera, las partes son partes en peso, la temperatura es en °C y la presión es la atmosférica o cercana a esta. La temperatura y presión estándar se definen como 20 °C y 1 atmósfera.

Debe señalarse que las relaciones, concentraciones, cantidades y otros datos numéricos pueden expresarse en la presente descripción en formato de intervalo. Debe entenderse que dicho formato de intervalo se usa por conveniencia y brevedad y, por lo tanto, debe interpretarse de una manera flexible como que incluye no solo los valores numéricos mencionados explícitamente como los límites del intervalo, sino también que incluye todos los valores numéricos individuales o subintervalos dentro de ese intervalo como si cada valor numérico y subintervalo se mencionara explícitamente. Para ilustrar, un intervalo de concentración de "aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 5 %" debe interpretarse para incluir no solo la concentración mencionada explícitamente de aproximadamente 0,1 % en peso a aproximadamente 5 % en peso, sino que también incluye concentraciones individuales (*por ejemplo, 1 %, 2 %, 3 % y 4 %*) y los subintervalos (*por ejemplo, 0,5 %, 1,1 %, 2,2 %, 3,3 % y 4,4 %*) dentro del intervalo indicado. El término "aproximadamente" puede incluir $\pm 1 \%$, $\pm 2 \%$, $\pm 3 \%$, $\pm 4 \%$, $\pm 5 \%$, $\pm 6 \%$, $\pm 7 \%$, $\pm 8 \%$, $\pm 9 \%$ o $\pm 10 \%$ o más de los valores numéricos que se están modificando.

EJEMPLOS

Ejemplo 1

Fabricación de papel tisú con contenido reducido de fibra: Se usó una mezcla de fibras de pulpa virgen (pulpas de mercado) que consistía de un 70 % en peso de Kraft de madera dura del sur blanqueada (SBHK) y un 30 % en peso de Kraft de madera blanda del norte blanqueada (NBSK) para preparar suspensiones de fabricación de papel tisú de diferentes niveles de drenabilidad. La drenabilidad de la suspensión se determinó de acuerdo con el método del Estándar Canadiense como se describe en TAPPI T 227 om-99 (TAPPI T 227 om-99. *drenabilidad de la pulpa (Método Estándar Canadiense)* Atlanta, GA (1999), incorporado en la presente descripción como referencia en su totalidad). Se ajustó la drenabilidad de la suspensión de fabricación de papel tisú mediante fibrilación mecánica de la fracción de madera blanda de la suspensión. Se usó agua del grifo para la dispersión de las fibras. La fracción de madera dura se usó como se proporcionó por el fabricante.

Para la fabricación de un papel tisú de control, la porción NBSK de la mezcla de pulpa de madera se refinó hasta una drenabilidad de 406 ml de CSF. A continuación, la fracción de fibra se mezcló con la fracción de fibra sin refinar SBHK y se preparó en forma de suspensión que tenía un contenido del peso en seco de fibra de 0,3 % y un valor de drenabilidad de 547 ml de CSF. Esta suspensión de control se usó para preparar láminas de prueba de control sin crepar que tenían un valor de peso base de 30,6 g/m².

Para la generación de papel tisú de acuerdo con la descripción, como se muestra esquemáticamente en la Figura 3, la fracción NBSK de la mezcla de pulpa de madera se sometió a una intensa fibrilación mecánica. La acción mecánica se controló para obtener un valor de drenabilidad de aproximadamente 117 ml de LCR. Esta fracción de fibra fibrilada se mezcló posteriormente con la fracción de fibra sin refinar SBHK y se preparó en forma de suspensión con un contenido del peso en seco de fibra de 0,3 % y un valor de drenabilidad de 450 ml de LCR. Se añadió a la suspensión una dosis de CPAM equivalente al 0.052 % del peso en seco de fibra. La cantidad de CPAM se ajustó para proporcionar un valor de drenabilidad de la suspensión de 543 ml de CSF. Esta suspensión se usó para preparar láminas de prueba de papel tisú sin crepar con menor contenido de fibra en comparación con la lámina de control, es *decir*, teniendo un valor de peso base entre aproximadamente 23,9 g/m² y aproximadamente 30,7 g/m².

Además, se prepararon láminas de prueba mediante el uso de la suspensión que comprende la fracción NBSK de la mezcla de pulpa de madera pero sin la adición de CPAM para ilustrar el efecto de acoplar la reducción en el contenido de fibra *vía* fibrilación mecánica intensa con el adyuvante de retención o drenaje.

Ejemplo 2

Fabricación de papel tisú con contenido reducido de fibra-conversión de la mezcla de fibras celulósicas en MNFC: Se usa una mezcla de fibras de pulpa virgen (pulpas de mercado) que consiste de 70 % en peso de Kraft de madera dura del sur blanqueada (SBHK) y 30 % en peso de Kraft de madera blanda blanqueada del norte (NBSK) para preparar una suspensión de fabricación de papel tisú. Las fibras se usaron como las proporciona el fabricante y ninguna de las fracciones de fibra se expuso a fibrilación mecánica. La única acción mecánica aplicada a la suspensión durante todo el procedimiento de preparación fue la necesaria para dispersar las fibras de pulpa para formar la suspensión. Una suspensión de fabricación de papel tisú de control tenía un contenido del peso en seco de fibra de 0,3 % y un valor de drenabilidad de 627 ml de LCR y se usó para preparar láminas de prueba de prueba sin crepar que tenían un valor de peso base de 29,8 g/m².

Para la generación de papeles tisú de acuerdo con la descripción, como se muestra esquemáticamente en la Figura 4, las fibras SBHK se convirtieron en MNFC. La fibrilación mecánica se llevó a cabo en una trituradora de fricción ultrafina SupermassColloider (modelo MKZA6-5, Masuko Sangyo, Co., Ltd, Saitama, Japón) con las fibras en forma de suspensión con un contenido del peso en seco de fibra de 3 %. El MNFC se produjo mediante el uso de una entrada neta de energía de fibrilación de 6.000 kWh por tonelada seca en horno. Aproximadamente 99 % del material celulósico tratado eran partículas finas (ponderadas en longitud), como es determinado por un analizador de calidad de fibra (HiRes FQA, OPTest Equipment Inc., Hawkesbury, ON, Canadá); la longitud de la porción restante de fibra tratada disminuyó desde su longitud inicial de fibra hasta estar entre aproximadamente 0,2 mm a aproximadamente 0,25 mm de longitud.

El MNFC se añadió a la suspensión de control a una concentración del 2 % del peso en seco de fibra en combinación con una dosis de CPAM de 0.057 % basado en el peso en seco de fibras. La cantidad de CPAM se ajustó para proporcionar un valor de drenabilidad de la suspensión de aproximadamente 600 ml de CSF.

Esta suspensión se usó para preparar láminas de prueba sin crepar con un contenido de fibra más bajo que la lámina de control, es decir, que tiene un valor de peso base de entre aproximadamente 23,9 g/m² a aproximadamente 30,7 g/m². Además, se prepararon láminas de prueba mediante el uso de la suspensión que comprende MNFC pero sin la adición de CPAM para ilustrar el efecto de acoplar la reducción en el

contenido de fibra con un adyuvante de retención o drenaje. La drenabilidad de la suspensión sin la adición de CPAM resultó en 540 ml de CSF.

Ejemplo 3

Procedimiento modificado de fabricación de láminas de prueba para pruebas de papel tisú: En las operaciones de fabricación de papel tisú, el prensado en húmedo de la banda de papel se minimiza típicamente para conservar el volumen. Esto se debe a que la densificación de la banda húmeda da como resultado una suavidad y una absorbencia deficientes en el producto final de papel tisú. Los procedimientos de la presente descripción, es decir, que forman láminas de prueba para pruebas físicas de pulpa, corresponden a una versión modificada de TAPPI T 205 sp-02 (TAPPI T 205 sp-02. *Formación de láminas de prueba para pruebas físicas de pulpa*. Atlanta, Georgia; (2006), que se incorpora en la presente descripción como referencia en su totalidad). Este método alternativo adaptó el procedimiento estándar para igualar o imitar las condiciones usadas en la fabricación de papel tisú. Brevemente, se evitaron el prensado y el secado en anillo de las láminas de prueba. En su lugar, después de la formación y acoplamiento, las láminas de prueba se secaron mediante el uso de un secador cilíndrico (Formax 12", Adirondack Machine Co., Gleans Fall, NY) que simula el funcionamiento del secador Yankee. El secador cilíndrico se fijó para que funcionara a 110 °C, al 20 % de la velocidad nominal y a un tiempo de residencia de 5 min. Las láminas de prueba producidas a partir de este método adaptado no fueron crepadas.

Ejemplo 4

Prueba de lámina de prueba: La evaluación de las propiedades mecánicas de las láminas de prueba preparadas de acuerdo con los métodos de la descripción se realizó de acuerdo con la ISO 12625 que dicta los procedimientos estándar para probar el papel tisú y los productos de papel tisú. Las muestras de láminas de prueba se acondicionaron durante 24 horas en una atmósfera estándar ajustada al 50 % de humedad relativa y 23 °C antes de la prueba (ISO 187. *Papel, cartón y pulpas: atmósfera estándar para acondicionamiento y ensayo y procedimiento para monitorear la atmósfera y acondicionamiento de muestras*. Ginebra, Suiza (1990), incorporada en la presente descripción como referencia en su totalidad). Los valores informados para el peso base y el volumen se obtuvieron de un promedio de 20 mediciones realizadas en diferentes muestras de láminas de prueba. Para otras propiedades, los resultados informados fueron el promedio de un mínimo de siete mediciones.

(a) *Peso base*: El peso base (masa por unidad de área) se determinó de acuerdo con la ISO 12625-6 (ISO 12625-6. *Papel tisú y productos de papel tisú-Parte 6: Determinación del peso base*. Ginebra, Suiza (2005), incorporado en la presente descripción como referencia en su totalidad).

(b) *Grosor y volumen*: El grosor y el volumen (inverso de la densidad aparente) se determinaron de acuerdo con la ISO 12625-3 (ISO 12625-3. *Papel tisú y productos de papel tisú-Parte 3: Determinación del grosor, grosor aparente y densidad aparente y volumen*. Ginebra, Suiza (2005), incorporado en la presente descripción como referencia en su totalidad). El grosor se midió mediante la aplicación de una carga estática de 2 kPa sobre la muestra de lámina de prueba (micrómetro digital, modelo 49-56, Buchel BV, Veenendaal, Holanda).

(c) *Resistencia a la tracción*: La resistencia a la tracción, definida como la fuerza de tracción máxima por unidad de ancho, se determinó de acuerdo con la norma ISO 12625-4 (ISO 12625-4. *Papel tisú y productos tisú-Parte 4: Determinación de la resistencia a la tracción, estiramiento a la fuerza máxima y absorción de energía de tracción*. Ginebra, Suiza (2005), incorporado aquí como referencia en su totalidad). Una muestra de lámina de prueba de 50 mm de ancho y al menos 150 mm de largo se estiró hasta la fractura a una tasa constante de alargamiento de 50 mm/min utilizando un aparato de prueba de tracción que midió y registró la fuerza de tracción en función del alargamiento (Instron.RTM, modelo 4443, Canton, MA).

(d) *Suavidad*: La Suavidad (respuesta sensorial humana obtenida cuando un producto de papel tisú se frota con los dedos y se arruga con la mano) (Hollmark & Ampulski (2004) *Nord. Pap de pulpa. Res. J.* 19: 345-353), se evaluó con un Analizador de Suavidad de papel tisú (Emtec Electronic GmbH, Leipzig, Alemania). La evaluación se basó en el análisis del espectro sonoro generado por la vibración combinada de la muestra de papel tisú y seis laminillas verticales que giran horizontalmente sobre la superficie del papel tisú provocando fricción.

Dos picos característicos en el espectro de sonido son relevantes para la evaluación de la suavidad del papel tisú, la suavidad TS7 o TSA centrada en alrededor de 6500 HZ, y la tersura TS750 o TSA que se encuentra entre 200 y 2000 Hz. TS7 es el resultado de la vibración de las laminillas verticales y es una función de varias variables que incluyen, entre otras, la rigidez de la fibra, el número de extremos libres de la fibra, la fuerza de unión de la fibra, la rigidez de la red de fibra, la micro compresibilidad de las ondas de crepado y aditivos químicos. Un valor de TS7 más bajo generalmente se asocia con un papel tisú más blando (Wang y otros, (2019)

BioResources 14: 780-795). La tersura TSA o TS750 resulta de la vibración de la propia banda de papel y se correlaciona con la tersura/rugosidad o textura de la superficie del papel tisú, que dependen de parámetros como el estampado y el crepado. Un valor de TS750 más bajo normalmente se relaciona con una superficie de papel tisú más suave. Por consiguiente, TS7 y TS750 se usaron como indicadores de la suavidad del papel tisú y la tersura del papel tisú, respectivamente.

Ejemplo 5

Propiedades de las láminas de prueba con contenido reducido de fibra

(a) *Resistencia a la tracción y reducción del contenido de fibra:* Las ventajas derivadas de la reducción en el contenido de fibra de las láminas de papel tisú mediante el uso de la ruta de fabricación del Ejemplo 1 (mostrado esquemáticamente en la Fig. 3) se presentan en la Fig. 5A. Cuando no se añade CPAM a la suspensión, la fibrilación mecánica intensiva de la porción de NBSK hasta un nivel de drenabilidad de 117 ml de LCR, el cual es bajo en comparación con los niveles de drenabilidad más típicos anteriores 450 ml de LCR usado en operaciones de fabricación de papel tisú, aumentó la resistencia a la tracción hasta al menos 15,4% con respecto a la lámina de control. Esta ganancia en la resistencia a la tracción permitió una reducción de la fibra en la lámina de papel tisú hasta en aproximadamente 10,8 %. Tal reducción en el contenido de fibra no comprometió las propiedades de resistencia de la lámina, la cual permaneció superior o al mismo valor que la de la lámina de control.

Aunque se obtuvieron resultados positivos en términos de reducción del peso base de la lámina, el valor de drenabilidad de la suspensión disminuyó en aproximadamente 97 ml de unidades de CSF por debajo del valor de drenabilidad de la suspensión de control. Esta menor drenabilidad de la suspensión podría ser desventajosa para permitir el funcionamiento de la máquina de papel tisú a altas velocidades. Sin embargo, la adición de CPAM a la suspensión ayudó a abordar los problemas relacionados con el bajo nivel de drenabilidad. Por tanto, la ganancia en la resistencia a la tracción permitió reducir el contenido de fibra hasta en aproximadamente 12,1 %, mientras que los valores de drenabilidad se mantuvieron en los de la suspensión de control. También se cumplieron los requisitos de resistencia.

Las ventajas derivadas de la reducción en el contenido de fibra de las láminas de papel tisú mediante el uso de la ruta de fabricación del Ejemplo 2 (mostrada esquemáticamente en la Figura 4) se presentan en la Figura 5B. Cuando no se añadió CPAM a la suspensión, la adición de 2 % de MNFC aumentó la resistencia a la tracción

hasta aproximadamente 25 % con respecto a la lámina de control. Esta ganancia en la resistencia a la tracción permitió una reducción de la fibra en la lámina de papel tisú de hasta a aproximadamente 14,8 %.

Tal reducción en el contenido de fibra se logró sin comprometer las propiedades de resistencia de la lámina, la cual permaneció al menos en el mismo valor que en la lámina de control. Por ejemplo, una lámina con un 14,8 % menos de contenido de fibra tenía una resistencia a la tracción similar a la lámina de control. Sin embargo, el valor de drenabilidad de la suspensión que contiene 2 % de MNFC disminuyó en aproximadamente 87 ml de unidades de CFS por debajo del valor de drenabilidad de la suspensión de control. Cuando se añadió CPAM a la suspensión, el valor de drenabilidad aumentó a un nivel aproximadamente igual al encontrado en la suspensión de control ($\Delta = 27$ ml de unidades CSF). Se obtuvieron resultados ventajosos en términos de capacidad para reducir el contenido de fibra. Las láminas de prueba fabricadas a partir de esta suspensión tenían aproximadamente 14,1 % menos de contenido de fibra con respecto al control a valores de resistencia similares o superiores. La dosis de CPAM puede ajustarse para que coincida con el grado exacto de drenabilidad de la suspensión de control.

(b) Suavidad del papel tisú: La reducción del contenido de fibra puede afectar negativamente a otras propiedades deseadas de la lámina, especialmente a la suavidad del papel tisú. En ese sentido, el efecto de las vías de fabricación descritas en los Ejemplos 1 y 2 sobre la suavidad del papel tisú se muestra en las Figs. 6A y 6B. El aumento de la resistencia a la tracción resultante de la fibrilación mecánica intensiva de una porción de la mezcla de fibras celulósicas o la adición de MNFC produjo una lámina de papel tisú con poca suavidad (los valores de TS7 eran altos en comparación con las láminas de control). Esta reducción de la suavidad se contrarrestó parcialmente con la reducción del contenido de fibra de las láminas que en general disminuyó los valores de TS7. Sin embargo, tal efecto no fue suficiente para lograr la suavidad de la lámina de control, específicamente en el peso base donde puede lograrse la resistencia a la tracción de esta última.

La adición de CPAM junto con la reducción de fibras mejoró la suavidad del papel tisú. Con esta combinación, se obtuvieron láminas de papel tisú con un contenido reducido de fibra y una suavidad similar a la de la lámina de control. Por ejemplo, después de añadir CPAM a la suspensión generada por el método del Ejemplo 1, se mitigaron las pérdidas de suavidad. En el peso base donde se logró el valor de resistencia a la tracción de la lámina de control, el TS7 de la lámina de papel tisú con

una reducción en el contenido de fibra del 12,1 % fue 8,2 % menor en comparación con la lámina de control (Fig. 6A). De manera similar, después de añadir CPAM a la suspensión generada por el método del Ejemplo 2, se obtuvo una reducción de 14,1 % en el contenido de fibra en un peso base donde se logró la resistencia a la tracción de la lámina de control, mientras que el valor de TS7 estaba dentro de 2,3 % del de la lámina de control (Fig. 6B).

(c) *Volumen de papel tisú*: preferentemente, una reducción en el contenido de fibra no debería tener como resultado efectos adversos sobre el volumen del papel tisú. Los efectos de las rutas de fabricación descritas en los Ejemplos 1 y 2 sobre la masa del papel tisú se muestran en las Figuras 5A y 5B, respectivamente. La fibrilación mecánica intensiva de una porción de la mezcla de fibras celulósicas como se describe en el método del Ejemplo 1 antes de la adición de CPAM redujo el volumen de la lámina de papel tisú a valores por debajo de los de la lámina de control (Fig. 7A). Este efecto negativo sobre el volumen fue parcialmente contrarrestado por la reducción del contenido de fibra, lo cual generó un aumento en el volumen de las láminas. Con el peso base donde se alcanza la resistencia a la tracción deseada de la lámina de control, el volumen del tisú estaba un 0,7 % por debajo del de la lámina de control. Sin embargo, la posterior adición de CPAM a la suspensión de fibra refinada amortiguó la reducción de volumen observada en primer lugar. Se obtuvo una lámina de papel tisú con un volumen ligeramente mayor que la lámina de control (+ 3,2 %) al peso base donde se logró la resistencia a la tracción de la lámina de control (pero con un 12,1 % menos de contenido de fibra).

De manera similar, la adición de MNFC a la suspensión de fibras como se describe en el método del Ejemplo 2 produjo láminas de papel tisú con valores de volumen que estaban a aproximadamente 5,9 % por debajo de los de la lámina de control; cuando el MNFC se combinó con CPAM, el volumen de papel tisú se mantuvo en valores que estaban ligeramente por encima de los de la lámina de control dentro del intervalo de pesos base evaluados (Fig. 7B). En particular, en el peso base donde se logró la resistencia a la tracción de la lámina de control, el volumen de la lámina tiene un contenido de fibra de aproximadamente 14,1 % menos que el valor de control que estaba dentro del 1 % del de la lámina de control

Aunque las láminas de papel tisú con contenido de fibra reducido eran iguales o más voluminosas que la lámina de control, siempre hubo una reducción en el grosor del papel tisú en comparación con el control. En todos los casos, tal reducción de grosor fue una consecuencia inherente a la eliminación de fibras de la lámina y fue proporcional

al por ciento de reducción en el contenido de fibra. Las láminas de papel tisú más delgadas resultantes pueden ser ventajosas para la fabricación de rollos de papel tisú más compactados con un mayor número de láminas por rollo, mientras que tienen un rendimiento similar al de los rollos producidos a partir de láminas más gruesas.

Ejemplo 6

Tabla 1: Propiedades del papel tisú con contenido reducido de fibra fabricado de acuerdo con el método del Ejemplo 1

Condición	Peso base (g/m²)	Resistencia a la tracción (N/m)	Suavidad TSA TS7¹ (dB)	Volumen (cm³/g)	Calibre (μm)	Drenabilidad de la suspensión (ml CSF)
Lámina de control	30,6	676	43,9	4,39	134	547
Elevada fibrilación mecánica-lámina de papel tisú, sin adyuvante de drenaje	27,3	672	50,9	4,36	119	450
Lámina de papel tisú del Ejemplo 1	26,9	676	40,3	4,53	122	543

¹ Un valor de TS7 más bajo generalmente se asocia con una lámina de papel tisú más suave

Ejemplo 7

Tabla 2: Propiedades del papel tisú con contenido reducido de fibra fabricado de acuerdo con el ejemplo 2

Condición	Peso base (g/m ²)	Resistencia a la tracción (N/m)	Suavidad TSA TS7 ¹ (dB)	Volumen (cm ³ /g)	Calibre (μm)	Drenabilidad de la suspensión (ml CSF)
Lámina de control	29,8	360	29,8	4,84	144	627
Lámina de papel tisú-2 % MNFC, sin adyuvante de drenaje	25,4	369	35,1	4,52	115	540
Lámina de papel tisú del ejemplo 2	25,6	364	30,5	4,89	125	600

¹ Un valor de TS7 más bajo generalmente se asocia con una lámina de papel tisú más suave

Ejemplo 8

Crepado de láminas de prueba: Se evaluó la respuesta de las láminas de prueba con contenido reducido de fibra a la acción de crepado para confirmar que los resultados positivos y el rendimiento que se obtuvieron para las láminas de prueba sin crepado se mantuvieron después del proceso de crepado. Más específicamente, por medio de este ejemplo se pretendía comprender cómo los cambios relacionados con la banda de papel (*por ejemplo*, peso base, volumen y calibre) y proceso de fabricación de papel tisú (*por ejemplo*, el refinado mecánico intensivo, la adición de adyuvantes de drenaje y la formación) propuestos por la descripción pueden afectar la efectividad del proceso de crepado en el desarrollo de las propiedades del papel tisú.

El crepado de las láminas de prueba se realizó mediante el uso de un simulador de crepado similar al utilizado por Hämäläinen y otros, (Hämäläinen y otros, (2016) *Nord. Pulp Pap. Res. J.* 31: 448-458). El simulador de crepado estaba compuesto por dos secciones, específicamente (i) la sección de pulverización/transferencia de láminas y (ii) la sección de secado/crepado; y cuatro elementos principales, específicamente (i) un trineo para mover la lámina a lo largo de las diferentes secciones, (ii) un sistema de pulverización para rociar la química de crepado sobre el trineo, (iii) un rodillo de transferencia recubierto con una tela de formación para transferir la lámina húmeda al trineo, y (iv) una cuchilla de crepado para realizar la acción de crepado en la lámina.

Se establecieron velocidades de 1,4 m/s y 2,5 m/s en la sección de pulverización/transferencia de láminas y en la sección de secado/crepado, respectivamente. La humedad en la tela de formación se ajustó entre aproximadamente

15% a aproximadamente 18 % para asegurar una buena adhesión entre la tela y la lámina húmeda antes de transferir la lámina al trineo. Se usó un adhesivo de poliaminoamida-epiclorhidrina (PAE) como el componente principal de la química de crepado. No se añadieron otros productos químicos *por ejemplo*, agente de liberación o modificador. La química de crepado en la superficie del trineo se ajustó a aproximadamente 2,4 mg/m² basado en los sólidos secos de PAE. La superficie del trineo se calentó eléctricamente a 115 °C. La temperatura fue suficiente para secar la lámina húmeda hasta una consistencia de aproximadamente 95 % antes de someterla a la cuchilla de crepado. Se usó un ángulo de crepado de 80 ° controlado por el ángulo de bisel.

El simulador de crepado no disponía de sección de formación ni de carrete. Se cargaron las láminas de prueba sin crepado directamente sobre la tela de formación para cada corrida de crepado con una consistencia de entre aproximadamente 40 % a aproximadamente 45 % (basado en el peso de la lámina húmeda). Para cada una de las condiciones de prueba, una porción de las láminas de prueba se dejó sin crepar para evaluar la evolución de las propiedades del papel tisú antes y después de la operación de crepado. Todas las láminas de prueba se acondicionaron como se describe en el Ejemplo 4 antes de la prueba. Una vez acondicionadas, las láminas crepadas se estiraron mediante el uso de un aparato de prueba de tracción descrito en el Ejemplo 4.

Las láminas de prueba sometidas a la operación de crepado se produjeron mediante los procedimientos descritos en el Ejemplo 1 con omisión de la etapa de secado. Para la preparación de las láminas de prueba se usó una mezcla de fibras de madera que comprendía 80 % en peso de BEK sin refinar y 20 % en peso de NBSK fibrilada mecánicamente. Para las láminas de control, la fracción de fibra de madera NBSK (con un grado de drenabilidad inicial de 722 ml de CSF) se fibriló mecánicamente hasta un nivel de drenabilidad de 606 ml de CSF y posteriormente se mezcló con la fracción de fibra de madera BEK sin refinar. La suspensión de control tenía un valor de drenabilidad de 597 ml de CSF. Para las láminas con contenido de fibra reducido, la fracción de fibras NBSK se fibrilaron intensamente hasta un valor de drenabilidad de 406 ml de CSF y posteriormente se mezcló con la fracción de fibra de madera BEK sin refinar. Se añadió una dosis de CPAM de 0.03% basada en el peso en seco de las fibras a la suspensión de fabricación de papel tisú para ajustar la drenabilidad a un nivel de 588 ml de CSF (aproximadamente la misma drenabilidad de la suspensión de control).

Ejemplo 9

Propiedades de las láminas con contenido reducido de fibra antes y después del crepado y comparación con la lámina de control:

Tabla 3: Propiedades del papel tisú con contenido reducido de fibra antes del crepado

Condición	Peso base (g/m²)	Resistencia a la tracción (N/m)	Calibre (µm)	Volumen (cm³/g)	Suavidad TSA TS7¹ (dB)	Tersura TSA TS750² (dB)
Lámina de control sin crepar	30,2	365	137	4,5	27	38
Lámina de papel tisú sin crepar del Ejemplo 8	26.0	352	121	4,6	25	33

¹ Un valor de TS7 más bajo generalmente se asocia con una lámina de papel tisú más suave

² Un valor de TS750 más bajo generalmente se asocia con una lámina de papel tisú más suave

Tabla 4: Propiedades del papel tisú con contenido reducido de fibra después del crepado

Condición	Peso base (g/m ²)	Resistencia a la tracción (N/m)	Calibre (μm)	Volumen (cm ³ /g)	Suavidad TSA TS7 ¹ (dB)	Tersura TSA TS750 ² (dB)	Proporción de crepado (%)
Lámina de control crepada	35,4	122	281	7,9	10	44	14,8
Lámina de papel tisú crepada del Ejemplo 8	30,4	124	234	7,7	10	31	14,2

¹ Un valor de TS7 más bajo generalmente se asocia con una lámina de papel tisú más suave

² Un valor de TS750 más bajo generalmente se asocia con una lámina de papel tisú más suave

(a) *Resistencia a la tracción y reducción del contenido de fibra:* Una lámina de papel tisú sin crepar con un peso base de 30,2 g/m² y una resistencia a la tracción de 365 N/m se usó como lámina de control para la operación de crepado. La lámina de papel tisú con contenido reducido de fibra sometida a crepado tenía un peso base de 26,0 g/m² y una resistencia a la tracción de 352 N/m (13,9 % menos de contenido de fibra y una resistencia a la tracción aproximadamente similar a la de la lámina de control).

Después del crepado, ambas láminas se estiraron dando como resultado proporciones de crepado de 14,8 % y 14,2 % para la lámina de control y la lámina con contenido de fibra reducido, respectivamente. Se obtuvo un aumento en el peso base como resultado de la formación de pliegues crepé y la respectiva reducción en la longitud de la lámina. El peso base de la lámina de control aumentó en 17,2 % (de 30,2 g/m² a 35,4 g/m²), mientras que el peso base de la lámina con contenido reducido de fibra aumentó en 16,9 % (de 26,0 g/m² a 30,4 g/m²). El porcentaje de reducción de fibra en el estado crepado permaneció comparable al del estado no crepado (14,1 % menos de contenido de fibra en la lámina de la presente descripción). Las láminas experimentaron una reducción en la resistencia a la tracción que también fue similar (67 % y 65 % para la lámina de control y la lámina con contenido de fibra reducido, respectivamente), de modo que, al igual que en el estado no crepado, ambas láminas mantuvieron valores de resistencia a la tracción comparables después del crepado. Las pérdidas de resistencia a la tracción resultaron de la falla parcial de la banda de papel

debido a las fuerzas de compresión ejercidas por la cuchilla de crepado, la cual que perturba y rompe los enlaces H internos de fibra-fibra en la lámina. La reducción en la resistencia a la tracción obtenida en este ejemplo fue similar a los valores para el crepado en seco de productos de papel tisú comerciales y láminas de papel tisú crepadas con el mismo simulador de crepado usado en este estudio (Pan y otros, (2019) *Int. J. Solid Structures* 165: 23-33; De Assis (2019) *tesis de Ph.D.*, Dept. Biomateriales forestales, U del Estado de Carolina del Norte).

(b) *Calibre de papel tisú y volumen*: Antes de someterse al crepado, la lámina con contenido de fibra reducido tenía un calibre 11,7 % más bajo que la lámina de control. Aunque se satisfacen los requisitos de resistencia, la reducción del contenido de fibra normalmente da como resultado una lámina de papel tisú con grosor reducido.

La acción de crepado aumentó el calibre de las láminas. Tal aumento en el calibre fue más prominente para la lámina de control (+105 %) que para la lámina con contenido de fibra reducido (+93 %). Esto provocó una desviación adicional del 5 % en la diferencia inicial en el calibre observado antes del crepado. Se sabe que el crepado provoca continuamente la deformación y la delaminación de la banda de papel, como resultado de las fuerzas de compresión que actúan sobre la lámina cuando se raspa de la superficie del secador mediante una cuchilla de crepado. La lámina crepada, que inicialmente tiene una estructura plana, se expande en la dirección Z y adquiere una estructura ondulada con pliegues de crepé cuya amplitud y longitud de onda dependen de la intensidad de la fuerza de crepado.

El modelado informático de crepado indica que el calibre de la banda de papel sin crepar en comparación con otras variables como la densidad de la banda, el módulo de Young, la energía de fractura, la velocidad de crepado y el ángulo de crepado, tiene uno de los mayores impactos en la fuerza de crepado y la amplitud y longitud de onda de los pliegues crepé. De acuerdo con las simulaciones de crepado, un calibre de lámina más alto (o rigidez de la banda mientras se mantiene constante el módulo de Young) generalmente da como resultado una mayor longitud de onda y amplitud de crepado (Pan y otros, (2018) *J. Manufacturing Sci. Engineering* 140: 071003; Ramasubramanian y otros, (2011) *J. Manufacturing Sci. Engineering* 133: 051011). Mayores longitudes de onda y de amplitud de los pliegues crepé dan como resultado un papel tisú con un calibre más alto. La relación de crepado más alta obtenida para la lámina de control también podría magnificar la diferencia de calibre observada después del crepado, ya que una relación de crepado más alta se asocia típicamente con una amplitud más alta y una longitud de onda más pequeña de los pliegues de crepé.

Antes del crepado, la mayor parte de las láminas tenía una diferencia del 2,2 %. La deformación y la expansión de la lámina en la dirección Z causados por la presión de crepado dieron como resultado un aumento en el volumen (+76 % y +67 % para la lámina de control y la lámina con contenido de fibra reducido, respectivamente). De manera similar, como se observó con el calibre, la acción de crepado provocó mayores cambios en la lámina de control que en la lámina con contenido de fibra reducido. A pesar de que ambas láminas mostraron valores de volumen que estaban cerca después del proceso de crepado (2,5 % de diferencia), la lámina con contenido de fibra reducido era más delgada (16,7 % de calibre más bajo que la lámina de control).

(c) *Suavidad y tersura del papel tisú*: La evaluación de la suavidad y tersura del papel tisú se realizó sobre la superficie de la lámina que estaba en contacto directo con el trineo. El trineo era una superficie plana de hierro fundido que simulaba la superficie del secador Yankee.

Antes del proceso de crepado, la lámina con contenido de fibra reducido presentaba un valor de TS7 7,4 % más bajo que la lámina de control. Esto fue consistente con los resultados obtenidos en el Ejemplo 5, donde la reducción en el contenido de fibra junto con la adición de CPAM permitió obtener una lámina de papel tisú con una resistencia a la tracción similar a la lámina de control y similar a una suavidad mejorada. La operación de crepado provocó una reducción en el TS7 (-63 % y -60 % para la lámina de control y la lámina con contenido de fibra reducido respectivamente), lo cual resultó en un valor similar. El mismo valor de TS7 mostrado en el estado crepado indicó una gran similitud en términos de suavidad de ambas láminas.

El TS750 de la lámina con contenido de fibra reducido fue un 13,2 % menor en comparación con la lámina de control antes del crepado, lo que junto con los valores más bajos de TS7, se tradujo en una lámina con similar suavidad y mayor tersura. La acción de crepado tuvo efectos diferentes en la TS750, al contrario de lo observado con la TS7, la cual disminuyó para ambas láminas. Después del crepado, el TS750 de la lámina de control aumentó un 15,7 %. El aumento de TS750 fue asociado con una estructura de crepé más gruesa (pliegues de crepé de gran amplitud y longitud de onda), lo que resultó en una tersura deficiente. Esto estaba de acuerdo con el aumento significativo de volumen observado para la lámina de control. Por otro lado, la lámina con contenido de fibra reducido experimentó poco o ningún cambio en el TS750 después del crepado. La acción de crepado desarrolló una estructura de crepé más fina (pliegues de crepé de pequeña amplitud y longitud de onda), lo que resultó en una mejor tersura.

Esto también se correlacionó con el aumento menos prominente del calibre obtenido para esta lámina. Como resultado, el crepado aumentó aún más al 29,5 % las diferencias observadas en el TS750 en el estado no crepado.

Ejemplo 10

Tabla 5: Intervalos de valores numéricos de propiedades de los papeles tisú comerciales retenidos en los papeles tisú fabricados mediante los métodos de la descripción a pesar de una reducción en el peso base de aproximadamente 1 % a aproximadamente 30 %.

Propiedad	Unidad	Mín	Máx
Peso base	g/m ²	7	54,6
Calibre ¹	µm	126	794
Volumen	cm ³ /g	6,1	17,2
Suavidad TSA - TS7	dB	7,5	20,3
Tersura TSA - TS750	dB	12,9	75,3
Resistencia a la tracción - MD	N/m	100	668
Resistencia a la tracción - CD	N/m	28	220
Promedio aritmético de Resistencia a la tracción	N/m	78	424
Drenabilidad de la suspensión de fabricación de papel tisú	ml de CSF	250	700

¹ calibre medido mediante el uso de una carga estática de 2 kPa

REIVINDICACIONES

Lo que se reivindica es:

1. Una suspensión de fibras de celulosa para el uso en la fabricación de un papel tisú, la suspensión de fibras de celulosa comprende fibras de celulosa que se han sometido a (i) fibrilación mecánica o química de entre aproximadamente 1 % a aproximadamente 60 % del peso en seco de fibra de la fibra de celulosa hasta un nivel de drenabilidad entre aproximadamente 50 ml de estándar canadiense de drenabilidad (CSF) y aproximadamente 390 ml de CSF o (ii) conversión a celulosa microfibrilada y nanofibrilada de aproximadamente 0,10 % a aproximadamente 30 % del peso en seco de fibras de celulosa; y un adyuvante de retención o drenaje, en donde la suspensión de fibras de celulosa tiene un nivel de drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF.
2. La suspensión de fibras de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las fibras de celulosa comprenden pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda.
3. La suspensión de fibras de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la suspensión de fibras de celulosa comprende fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no son de madera o cualquiera de sus combinaciones.
4. La suspensión de fibras de celulosa de acuerdo con la reivindicación 2, en donde la suspensión de fibras de celulosa comprende además fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no son de madera o cualquiera de sus combinaciones.
5. La suspensión de fibras de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la celulosa microfibrilada y nanofibrilada comprende al menos una de celulosa microfibrilada, celulosa nanofibrilada, finos fibrilares y fragmentos de fibra.
6. La suspensión de fibras de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la cantidad del adyuvante de retención o drenaje está entre aproximadamente 0.005 % a aproximadamente 4 % del peso en seco de las fibras de celulosa.

7. La suspensión de fibras de celulosa de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el adyuvante de retención o drenaje se selecciona del grupo que consiste en un copolímero catiónico o aniónico de acrilamida, un copolímero de PEI, óxido de polietileno (PEO) y un polímero catiónico combinado con una micropartícula aniónica.
8. La suspensión de fibras de celulosa de acuerdo con la reivindicación 7, en donde la micropartícula aniónica es sílice coloidal, bentonita, un micropolímero o cualquiera de sus combinaciones.
9. Un método para fabricar un papel tisú, el método comprende las etapas de:
- (a) obtener una suspensión de fibras de celulosa mediante la combinación de una suspensión de fibras de celulosa no fibriladas o parcialmente fibriladas con una suspensión de fibras de celulosa fibriladas que tiene un nivel de drenabilidad de entre aproximadamente 50 ml de CSF a aproximadamente 390 ml de CSF o una celulosa microfibrilada y nanofibrilada;
 - (b) añadir un adyuvante de retención o drenaje a la suspensión de fibras de celulosa, de esta manera se genera una suspensión de fibras de celulosa que tiene una drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF; y
 - (c) fabricar un papel tisú con un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 80 gramos por metro cuadrado.
10. El método de la reivindicación 9, en donde en la etapa (a) entre aproximadamente 40 % a aproximadamente 99,9 % del peso en seco de fibra de la fibra de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa está no fibrilada o fibrilada hasta tener un nivel de drenabilidad de al menos 300 ml de CSF.
11. El método de la reivindicación 9, en donde en la etapa (a) entre aproximadamente 1 % a aproximadamente 60 % del peso en seco de fibra de la fibra de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa se somete a fibrilación mecánica o química hasta un nivel de drenabilidad entre aproximadamente 50 ml de estándar canadiense de drenabilidad (CSF) y aproximadamente 390 ml de CSF.
12. El método de la reivindicación 9, en donde en la etapa (a) entre aproximadamente 0,10 % a aproximadamente 30 % del peso en seco de fibra de la fibra

de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa se convierte en celulosa microfibrilada y nanofibrilada.

13. El método de la reivindicación 12, en donde la celulosa microfibrilada y nanofibrilada comprende al menos una de celulosa microfibrilada, celulosa nanofibrilada, finos fibrilares y fragmentos de fibra.

14. El método de la reivindicación 9, en donde después de la adición del adyuvante de retención o drenaje, la suspensión de fibras de celulosa tiene un nivel de drenabilidad superior a aproximadamente 250 ml de CSF.

15. El método de la reivindicación 9, en donde las fibras de celulosa comprenden pulpa química de madera dura o una combinación de pulpas químicas de madera dura y madera blanda.

16. El método de la reivindicación 9, en donde la suspensión de fibras de celulosa comprende fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no son de madera o cualquiera de sus combinaciones.

17. El método de la reivindicación 15, en donde la suspensión de fibras de celulosa comprende además fibras de celulosa recicladas, fibras mecánicas de celulosa, fibras de celulosa que no son de madera o cualquiera de sus combinaciones.

18. El método de la reivindicación 9, en donde la cantidad del adyuvante de retención o drenaje está entre aproximadamente 0.005 % a aproximadamente 4 % del peso en seco de las fibras de celulosa de la suspensión de fibras de celulosa de fabricación de papel tisú.

19. El método de la reivindicación 9, en donde el adyuvante de retención o drenaje se selecciona del grupo que consiste en un copolímero catiónico o aniónico de acrilamida, un copolímero de PEI, óxido de polietileno (PEO) y un polímero catiónico combinado con una micropartícula aniónica.

20. El método de la reivindicación 9, en donde el papel tisú fabricado en la etapa (c) tiene un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 54,6 g/m²; un calibre de

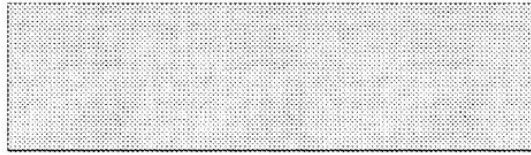
aproximadamente 126 μm a aproximadamente 794 μm , en donde el calibre se mide mediante la aplicación de una carga estática de 2 kPa; un volumen de aproximadamente 6,1 cm^3/g a aproximadamente 17,2 cm^3/g ; suavidad TSA (TS7) de aproximadamente 7,5 dB a aproximadamente 20,3 dB; tersura TSA (TS750) de aproximadamente 12,9 dB a aproximadamente 75,3 dB; resistencia a la tracción (MD) de aproximadamente 100 N/m a aproximadamente 668 N/m; resistencia a la tracción (CD) de aproximadamente 28 N/m a aproximadamente 220 N/m; promedio aritmético de resistencia a la tracción de aproximadamente 78 N/m a aproximadamente 424 N/m

21. Un papel tisú fabricado por el método de cualquiera de las reivindicaciones 9-20.

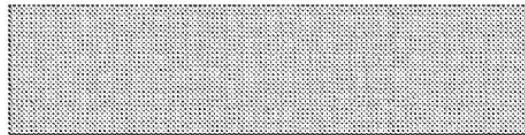
22. El papel tisú de acuerdo con la reivindicación 21, en donde el papel tisú tiene un peso base de aproximadamente 7 a aproximadamente 54,6 g/m^2 ; un calibre de aproximadamente 126 μm a aproximadamente 794 μm , en donde el calibre se mide mediante la aplicación de una carga estática de 2 kPa; un volumen de aproximadamente 6,1 cm^3/g a aproximadamente 17,2 cm^3/g ; suavidad TSA (TS7) de aproximadamente 7,5 dB a aproximadamente 20,3 dB; tersura TSA (TS750) de aproximadamente 12,9 dB a aproximadamente 75,3 dB; resistencia a la tracción (MD) de aproximadamente 100 N/m a aproximadamente 668 N/m; resistencia a la tracción (CD) de aproximadamente 28 N/m a aproximadamente 220 N/m; un promedio aritmético de resistencia a la tracción de aproximadamente 78 N/m a aproximadamente 424 N/m.

RESUMEN

El papel tisú de la descripción exhibe una suavidad y un volumen ventajosos a un peso base menor que el de los pesos base que se encuentran en los productos de papel tisú comerciales actualmente disponibles, mientras que suministra una resistencia adecuada para el funcionamiento de la máquina y el uso del consumidor. Este papel tisú es un papel liviano que comprende un núcleo de fibra con hasta 60 % de fibras fibriladas mecánicamente y un adyuvante de retención o drenaje, como un polímero catiónico de poliacrilamida, que facilita el drenaje, la suavidad y el volumen. Este enfoque puede reducir significativamente el contenido de fibra de los productos de papel tisú mientras que suministra la resistencia deseada y otras propiedades críticas.



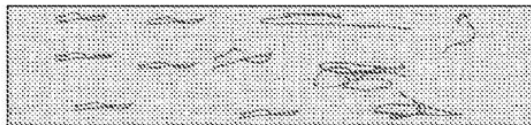
**Control: Peso base estándar
+ fibras refinadas o no refinadas (práctica actual)
Resistencia y suavidad objetivo, volumen, drenabilidad**



**Modalidad 1: Peso base estándar
+ fibrilación mecánica intensiva de una porción de la
mezcla de fibras de celulosa
Elevada resistencia
Baja suavidad, volumen, drenabilidad**

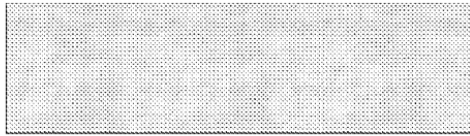


**Modalidad 2: Peso base estándar
+ fibrilación mecánica intensiva de una porción de la
mezcla de fibras de celulosa + adyuvante de drenaje
Elevada resistencia
Suavidad moderada, volumen, drenabilidad objetivo**

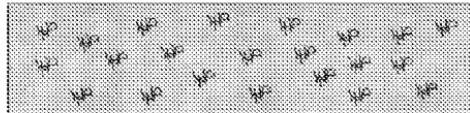


**Modalidad 3: Peso base reducido
+ fibrilación mecánica intensiva de una porción de la mezcla de
fibras de celulosa + adyuvante de drenaje
Resistencia objetivo
Suavidad objetivo o moderada, volumen, drenabilidad objetivo
Uso bajo de fibra; baja carga de agua**

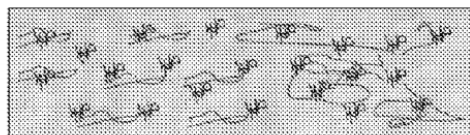
Figura 1



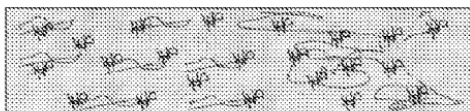
Control: Peso base estándar
+ fibras refinadas o no refinadas (práctica actual)
Resistencia y suavidad objetivo, volumen, drenabilidad



Modalidad 1: Peso base estándar
+ celulosa microfibrilada y nanofibrilada (MNFC)
Elevada resistencia
Baja suavidad, volumen, drenabilidad



Modalidad 2: Peso base estándar
+ celulosa microfibrilada y nanofibrilada (MNFC)
+adyuvante de drenaje
Elevada resistencia
Suavidad moderada, volumen, drenabilidad objetivo



Modalidad 3: Peso base reducido
+ celulosa microfibrilada y nanofibrilada (MNFC)
+adyuvante de drenaje
Resistencia objetivo
Suavidad objetivo o moderada, volumen, drenabilidad objetivo
Uso bajo de fibra; baja carga de agua

Figura 2

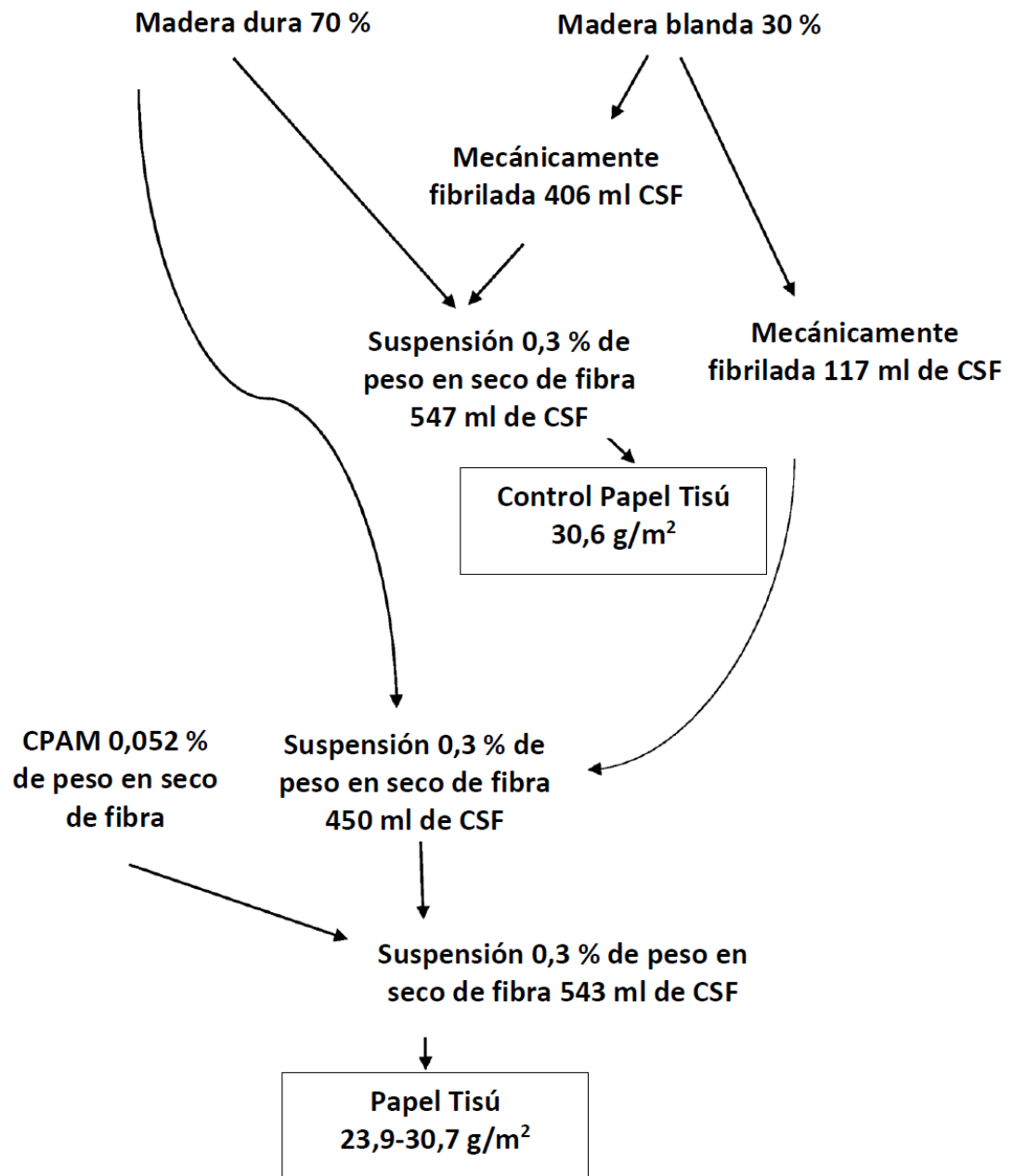
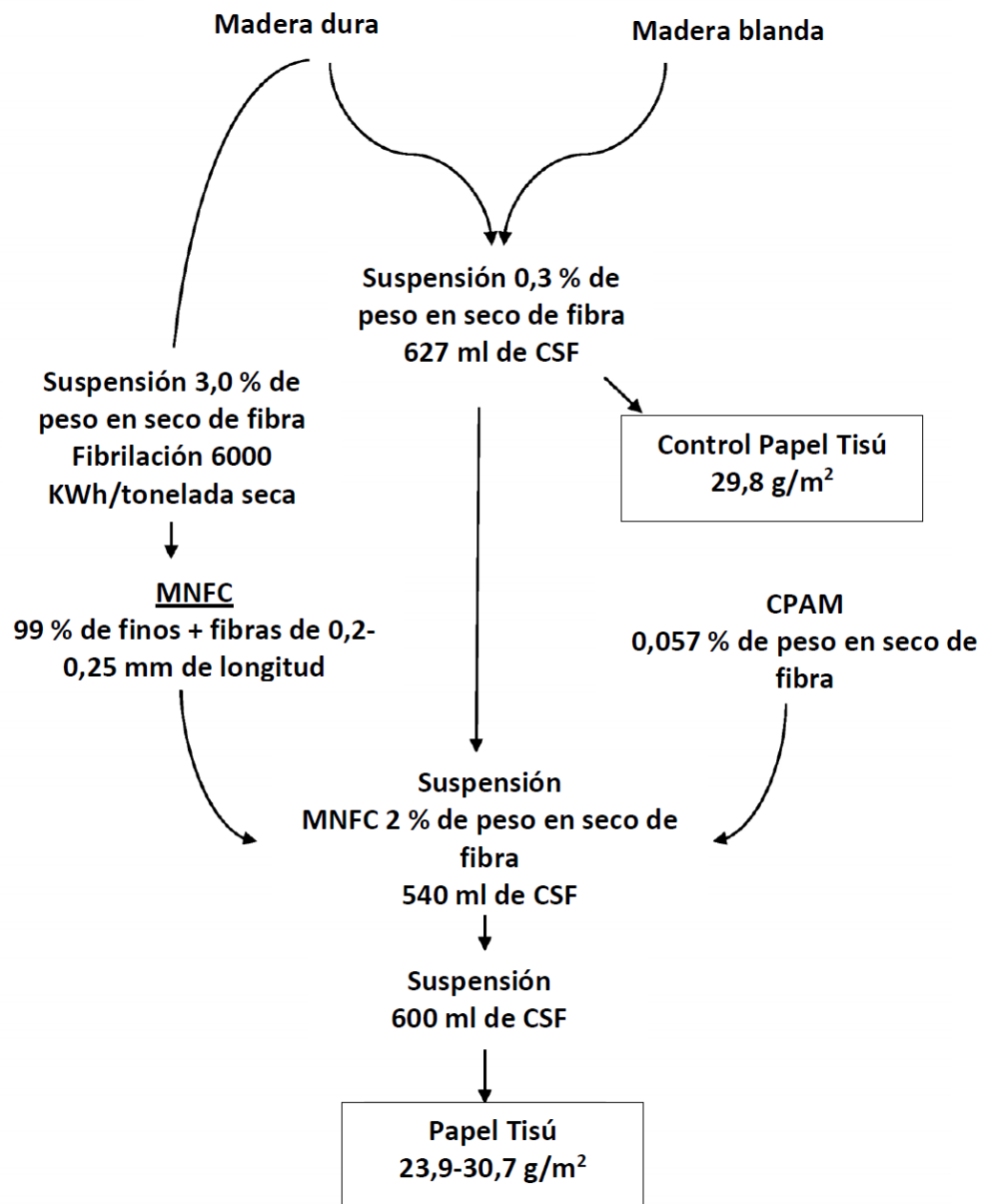


Figura 3

**Figura 4**

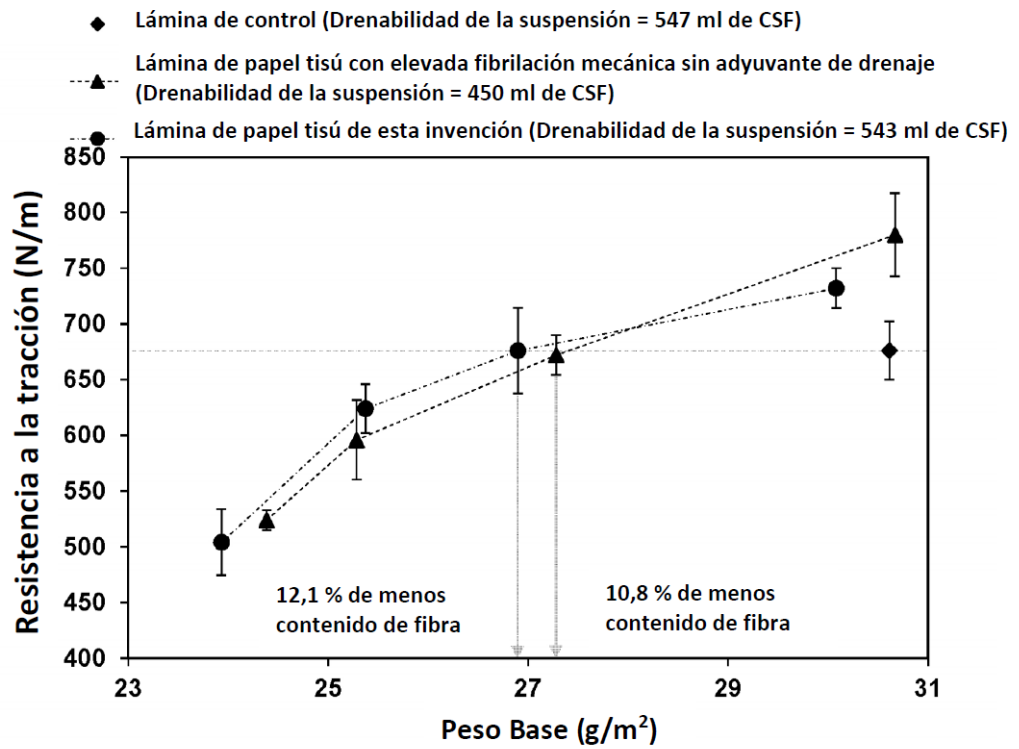
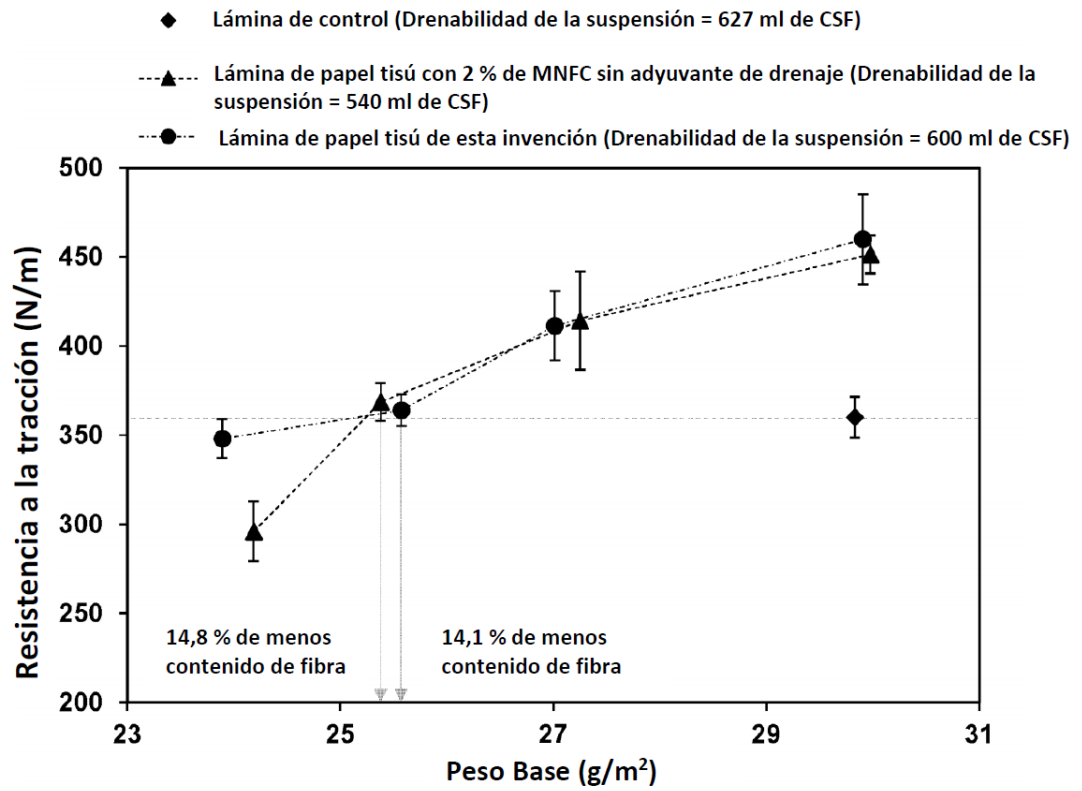


Figura 5A

**Figura 5B**

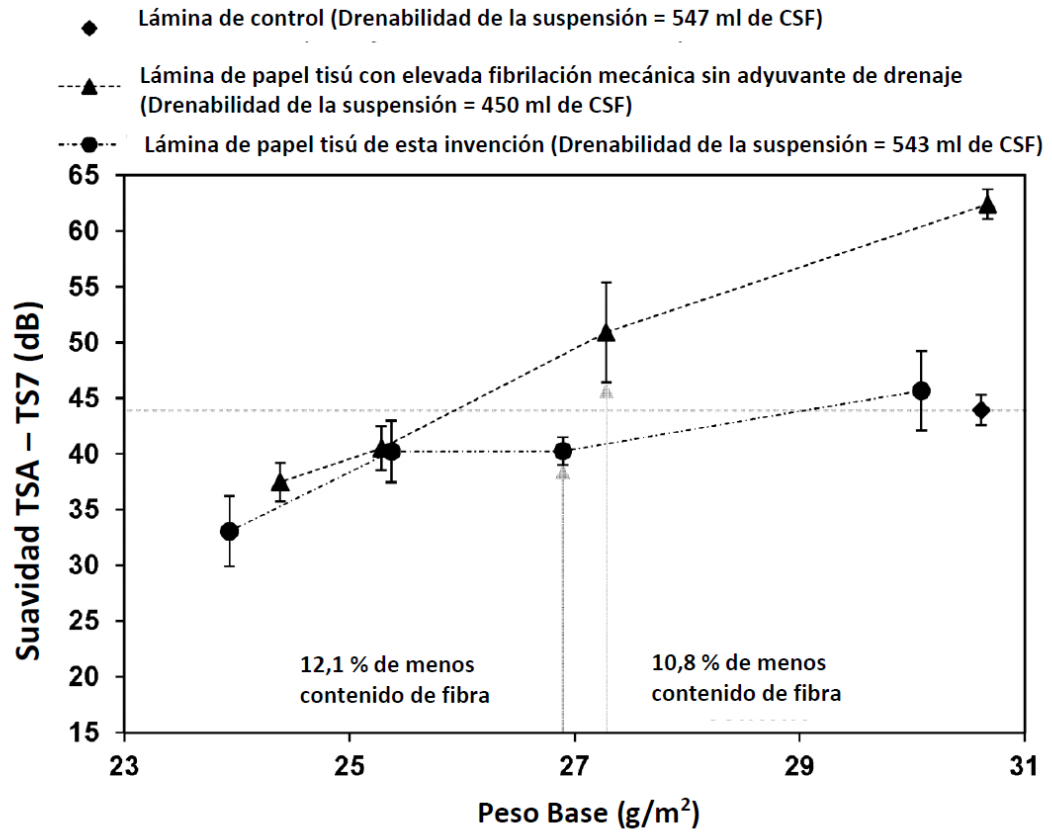


Figura 6A

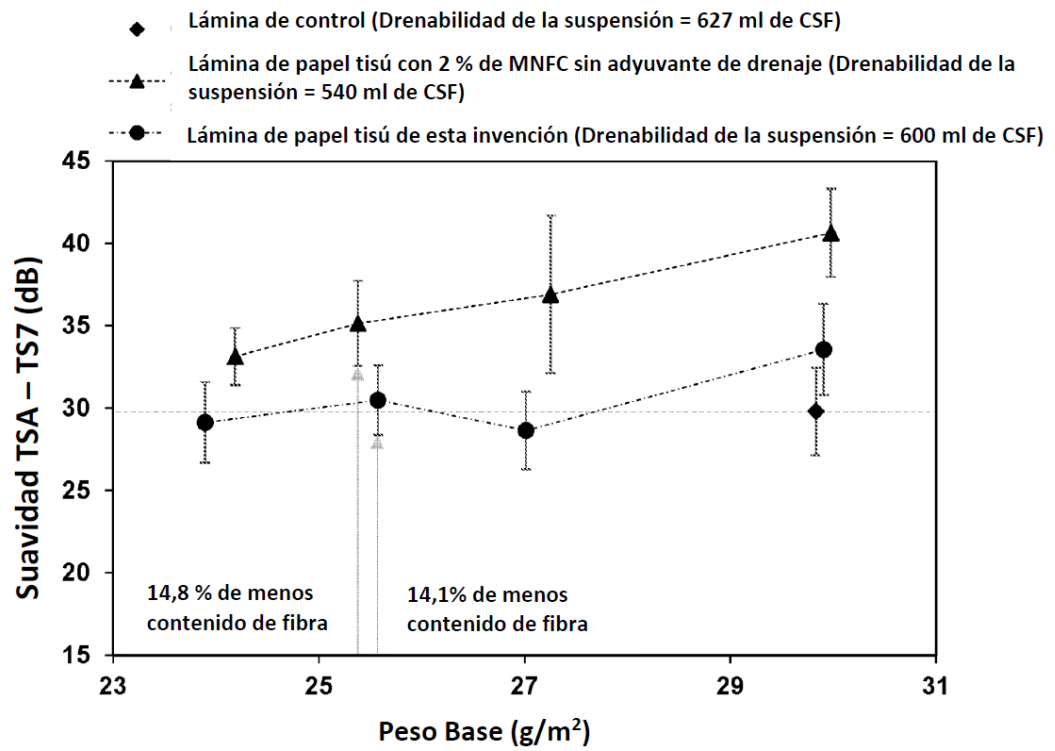
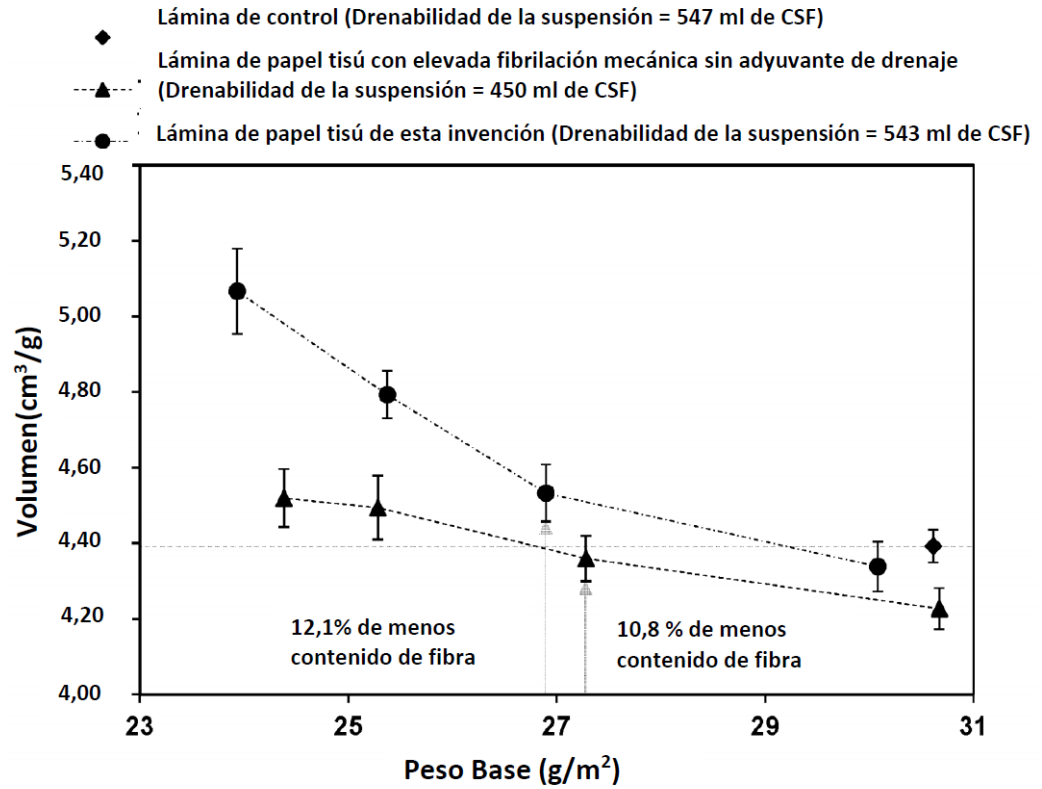


Figura 6B

**Figura 7A**

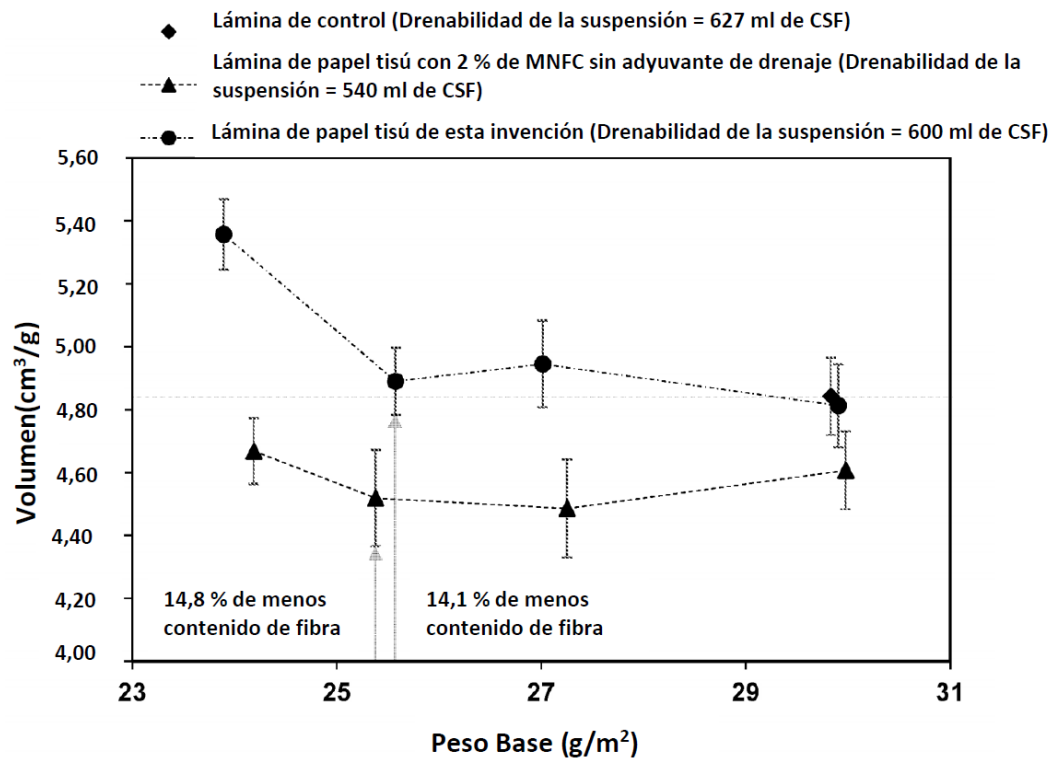


Figura 7B