

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE DE RECHERCHE PRÉSENTÉ À  
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

COMME EXIGENCE PARTIELLE  
DE LA MAÎTRISE EN SCIENCES DES PÂTES ET PAPIERS

PAR  
RUSSELL GIRARD

MISE EN PÂTE SANS SOUFRE - PROCÉDÉ DE SOLVOLYSE

DÉCEMBRE 1992

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

**À mes parents**

## REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier Madame Rubie Chen et, en son absence, Monsieur Sung Nien Lo pour leur collaboration et nombreux conseils. Je dois aussi des remerciements à Messieurs Claude Daneault et Bohuslav V. Kokta qui ont pris le temps de lire ce mémoire et d'y apporter des modifications qui ont eu pour effet d'en améliorer le contenu.

Mes remerciements vont également au Centre de Recherche en Pâte et Papiers de l'UQTR qui m'a introduit au monde merveilleux des pâtes et papiers.

## RÉSUMÉ

La pâte chimique est utilisée dans la fabrication du papier dans une certaine proportion pour à peu près tous les grades de papier à cause de ses bonnes propriétés physiques. Cependant, les procédés de mise en pâte chimique utilisés jusqu'à présent sont polluants (procédé kraft et procédé au bisulfite). En prévision d'une réglementation plus sévère en matière d'environnement, la recherche scientifique doit s'orienter vers le développement de nouveaux procédés moins polluants pour la mise en pâte chimique.

De plus, la surutilisation de bois résineux a contribué de beaucoup à diminuer les réserves de résineux nous obligeant à aller nous approvisionner de plus en plus loin au nord de la province, alors que, par contre, il existe des quantités abondantes de bois feuillus dans plusieurs de nos régions administratives. Le bouleau blanc, par exemple, représente 32% du volume marchand disponible en feuillus. Les essences de feuillus répondent généralement très bien à un procédé de solvolysé.

Il en résulte qu'une étude sur la mise en pâte du bouleau blanc, utilisant un mélange d'éthanol dénaturé et de soude caustique, a été entreprise à l'échelle du laboratoire. Cette étude a été effectuée selon un plan factoriel en deux blocs de  $2^3$ , soit 16 conditions de cuisson. Les cuissons ont été réalisées avec un réacteur discontinu d'une capacité de 6L. Les pâtes chimiques produites avec ce

réacteur ont été obtenues dans un temps relativement court. Ces pâtes ont d'excellentes propriétés physiques qui peuvent être attribuées à la pénétration accrue de la soude caustique à l'intérieur des copeaux à cause de la présence d'alcool. En variant la température de cuisson, la concentration d'alcool et la charge en alcali selon le plan factoriel on a tenté d'optimiser le rendement de ce procédé et les propriétés physiques de la pâte. Les propriétés physiques pour chacune des conditions sont discutées et des conditions de cuisson sont recommandées. La pâte produite utilisant lesdites conditions est alors comparée à une pâte kraft produite à partir de bouleau blanc sur une base d'alcali actif constant et aussi sur une base de même niveau de délignification (nombre de kappa constant). Il ressort que le procédé solvolytique donne une pâte dont les propriétés sont tout à fait comparables à celles de la pâte kraft tout en étant un procédé dont le rendement est aussi bon mais moins polluant que ce dernier.

---

Les données expérimentales recueillies lors de l'étude sur le rendement de cuisson et le nombre de kappa pour chaque condition de cuisson ont servi à développer des modèles pour la prévision du rendement de cuisson et le nombre de kappa en fonction des conditions de cuisson. Ces modèles ont été générés à l'aide du logiciel Statgraphics (v. 5.0) sur environnement MS-DOS. Il ressort de ces modèles que le rendement de cuisson est fonction seulement de la température de cuisson et de la charge en alcali alors que le nombre de kappa est fonction des 3 paramètres étudiés-(température de cuisson,-concentration en alcool et charge en alcali). Ainsi, ces modèles sont fiables et permettent de prévoir le rendement de cuisson et le nombre de kappa en fonction des conditions de cuissons.

## TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS .....	i
RÉSUMÉ .....	ii
TABLE DES MATIÈRES .....	iv
LISTE DES TABLEAUX .....	vii
LISTE DES FIGURES .....	ix
NOMENCLATURE .....	xi
1. INTRODUCTION .....	1
2. REVUE DE LA LITTÉRATURE .....	6
2.1 Procédés de solvolysé .....	6
2.1.1 Procédé ALCELL .....	7
2.1.2 Procédé ORGANOCELL .....	9
2.1.3 Procédé ASAM .....	12
2.1.4 Procédé ACETOSOLV .....	14
2.1.5 Orientation du projet .....	14
2.2 Composition chimique et structure physique du bouleau blanc .....	18
2.2.1 Composition chimique du bouleau blanc .....	18
2.2.1.1 Cellulose .....	18
2.2.1.2 Hémicelluloses .....	20
2.2.1.3 Lignine .....	22
2.2.2 Structure physique de la fibre de cellulose .....	22

2.3	Réactivité chimique de la cellulose et de la lignine.....	25
2.3.1	Gonflement de la cellulose.....	25
2.3.2	Action des bases sur la cellulose et les hémicelluloses....	26
2.3.3	Action des bases sur la lignine.....	30
2.3.4	Action de l'alcool sur la cellulose et les hémicelluloses....	30
2.3.5	Action de l'alcool sur la lignine.....	31
2.4	Aspects physiques des cuissons alcalines .....	33
2.4.1	Pénétration.....	36
2.4.2	Diffusion.....	38
2.4.3	Paramètres pour la cuisson alcaline.....	39
2.4.3.1	Charge chimique sur le bois.....	39
2.4.3.2	Rapport liqueur/bois.....	40
2.4.3.3	Température et temps de cuisson .....	41
2.4.3.4	Concentration en alcool .....	41
3.	MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE.....	43
3.1	Préparation de la matière première.....	43
3.2	Prétraitement et cuisson des copeaux .....	44
3.3	Détermination de l'alcali résiduel dans la liqueur noire .....	46
3.4	Traitements post-cuisson des copeaux.....	46
3.5	Analyse statistique .....	49
4.	RÉSULTATS ET DISCUSSION.....	52
4.1	Caractérisation de la matière première.....	52
4.2	Nombre de kappa, rendement et alcali résiduel .....	54

4.3 Propriétés physiques.....	64
4.4 Conditions de cuisson recommandées.....	74
4.5 Comparaison entre la pâte solvolytique et la pâte kraft.....	76
5. ANALYSE STATISTIQUE.....	83
5.1 Méthode expérimentale et méthodes statistiques.....	83
5.2 Loi de Student.....	85
5.3 Étude statistique préliminaire.....	86
5.4 Analyse de variance (ANOVA).....	88
5.5 Relation entre le nombre de kappa et le taux de lignine insoluble à l'acide .....	93
5.6 Modèles pour le rendement de cuisson et le nombre de kappa.....	95
5.7 Erreur expérimentale.....	99
6. CONCLUSION .....	103
RÉFÉRENCES.....	108
ANNEXE A      Résultats expérimentaux .....	112

## LISTE DES TABLEAUX

1.1	Règlements sur les émissions atmosphériques permises pour des usines de pâte kraft déjà existantes.....	3
1.2	Volume marchand brut de bois disponible pour la Province de Québec en 1990.....	4
2.1	Procédés "non-polluants" pour la mise en pâte chimique ayant atteint le stade de l'usine pilote .....	6
2.2	Comparaison entre les propriétés physiques d'une pâte ALCELL blanchie et une pâte kraft blanchie.....	9
2.3	Propriétés physiques d'une pâte ORGANOCELL et d'une pâte kraft semi-blanchie préparée à partir de bois résineux.....	11
2.4	Comparaison des propriétés physiques d'une pâte ASAM et d'une pâte kraft préparée à partir de sapin Douglas ayant un même niveau de délimification.....	13
2.5	Composition chimique du bouleau blanc ( <i>betula papyrifera</i> Marsh.) sans extractibles .....	18
2.6	Constitution physique des cellules du bouleau blanc.....	23
2.7	Polarité relative de quelques solvants hydroxyliques .....	25
3.1	Conditions expérimentales utilisées lors du projet.....	50
3.2	Standards utilisés pour les divers essais effectués au cours de cette étude .....	51
4.1	Mesures de viscosité pour les pâtes produites utilisant les conditions de cuissons limites. ....	66
4.2	Masses des fractions suite au classage sur l'appareil Bauer McNett.....	73
4.3	Conditions de cuisson recommandées.....	76

4.4	Comparaison entre pâtes solvolytiques et pâtes kraft.....	78
5.1	Équations obtenues à l'aide du logiciel CricketGraph décrivant les diverses propriétés physiques de la pâte produite aux conditions recommandées.....	87
5.2	Analyse de variance pour mesures ne nécessitant pas le développement d'équations.....	91
5.3	Analyse de variance pour les propriétés physiques nécessitant le développement d'équations.....	94
5.4	Valeurs moyennes des cinq répétitions pour chacun des blocs avec erreur expérimentale.....	102

## LISTE DES FIGURES

2.1	Courbes illustrant la pression de vapeur en fonction de la température pour les divers solvants pouvant être utilisés lors des cuissons de solvolysé .....	17
2.2	Unité de base de la cellulose .....	19
2.3	Régions cristallines et amorphes de la cellulose.....	19
2.4	Principales molécules d'hemicelluloses dans le bouleau blanc.....	21
2.5	Unités de base de la lignine .....	22
2.6	Diverses cellules retrouvées chez le bouleau blanc.....	23
2.7	Diverses parois d'une fibre libriforme .....	24
2.8	Réaction de "peeling" résultant d'un milieu alcalin .....	28
2.9	Hydrolyse alcaline des liaisons glycosidiques.....	29
2.10	Dégradation de la liaison éther en position <i>b</i> du monomère de lignine guaicylphénylpropane sous l'action de l'ion hydroxyle .....	31
2.11	Mécanisme de méthylation par un mélange alcali-méthanol servant à empêcher la condensation.....	34
2.12	Mécanisme de solubilisation de la lignine par l'éthanol en milieu acide .....	35
3.1	Schéma du réacteur discontinu (modèle M/K 409, M/K Systems Inc.) utilisé pour le prétraitement à la vapeur et les cuissons solvolytique .....	47
3.2	Courbe de cuisson typique pour une cuisson solvolytique .....	48
3.3	Courbe de titrage acide-base permettant de déterminer le point de virage de la liqueur noire.....	48
3.4	Schémas des blocs expérimentaux utilisés au cours de ce projet.....	50

4.1	Nombre de kappa en fonction de la concentration en alcool.....	55
4.2	Pourcentage d'alcali résiduel dans la liqueur noire en fonction de la concentration en alcool.....	55
4.3	Rendement brut des cuissons en fonction de la concentration en alcool.....	61
4.4	Pertes en hydrates de carbone en fonction de la concentration en alcool.....	63
4.5	Rendement de cuisson en fonction du nombre de kappa.....	64
4.6	Indice d'éclatement en fonction de la concentration en alcool à un indice d'égouttage de 500 mL.....	67
4.7	Longueur de rupture en fonction de la concentration en alcool à un indice d'égouttage de 500 mL .....	68
4.8	Indice de déchirure en fonction de la concentration en alcool à un indice d'égouttage de 500 mL.....	71
4.9	Nombre de révolutions requis pour atteindre un indice d'égouttage de 500 mL en fonction de la concentration en alcool.....	71
4.10	Fractions L28 et L48 des pâtes solvolytiques produites aux conditions limites.....	74
4.11	Indice de déchirure en fonction de la longueur de rupture pour les pâtes solvolytiques et kraft ayant la même charge chimique .....	82
5.1	Valeurs expérimentales utilisées pour l'analyse de variance .....	90
5.2	Pourcentage de lignine insoluble à l'acide en fonction du nombre de kappa pour la pâte solvolytique.....	95
5.3	Rendement de cuisson calculé à l'aide du modèle en fonction du rendement de cuisson mesuré.....	97
5.4	Nombre de kappa calculé à l'aide du modèle en fonction du nombre de kappa mesuré .....	98
5.5	Rendement de cuisson en fonction du nombre de kappa pour les valeurs mesurées et prédites.....	100

## NOMENCLATURE

ACPP	Association Canadienne des pâtes et papiers
ANOVA	analyse de variance
AQ	anthraquinone
atm.	atmosphère
$\beta$ -O-4	liaison éther en position $\beta$ du carbone 4
CED	cupriéthylènediamine
CSF	indice d'égouttage
D.L.	degrés de liberté
EtOH	éthanol
H.C.	hydrates de carbone
I.D.	indice de déchirure
I.É.	indice d'éclatement
L.R.	longueur de rupture
l/b	rapport liqueur/bois
MeOH	méthanol
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	carbonate de sodium
Na <sub>2</sub> S	sulfure de sodium
Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	sulfite de sodium
NaHSO <sub>3</sub>	bisulfite de sodium
OH <sup>-</sup>	ion hydroxyle
ppm	parties par million

psig	livre par pouce carré
REV.	révolutions
S.V.	source de variation
SRT	soufre réduit total
TAPPI	Technical association of the pulp and paper industry
$\Sigma$ carrées	somme des carrées

## INTRODUCTION

Le bois est la principale source de fibres cellulosiques servant à la production de divers types de papier. Il est composé principalement de cellulose, hémicelluloses, lignine et de produits secondaires. Pour produire une pâte à papier, il faut séparer les fibres du bois, ce qui peut être fait soit par voie mécanique ou par voie chimique.

Ce présent travail traitera de la séparation des fibres cellulosiques par voie chimique. Des réactifs chimiques sont utilisés afin de dissoudre la lignine qui lie entre elles les fibres cellulosiques. Cette dissolution chimique de la lignine produit généralement des pâtes ayant d'excellentes propriétés physiques mais avec un rendement plutôt faible.

Les rendements typiques des procédés de mise en pâte chimique se situe à environ 50%. Il existe à présent deux grands procédés classiques. Ceux-ci sont le procédé au sulfite et le procédé kraft. Chacun de ces procédés est utilisé depuis la fin des années 1800. [1,2]

Au Québec, en 1990, la production de pâte chimique comptait pour 35% de la production totale de pâte. Cette production se répartissait à 21% pour le procédé kraft et 14% pour le procédé au sulfite. [3] Chacun de ces procédés nécessite l'utilisation d'importantes quantités de réactifs à base de soufre, soit le sulfure de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) pour le procédé kraft et le bisulfite de sodium ( $\text{NaHSO}_3$ ) pour le

procédé au bisulfite. Ces réactifs qui servent à la délignification du bois malheureusement génèrent des sous-produits qui s'échappent dans l'atmosphère et qui sont la source des odeurs nauséabondes caractéristiques de ces procédés de mise en pâte.

Le procédé au bisulfite comporte d'autres inconvénients tel qu'il ne peut fonctionner avec toutes les essences de bois, il nécessite un système de récupération dispendieux et complexe à planter et il nécessite finalement des temps de cuissons généralement plus longs que ceux du procédé kraft. Ce procédé a, cependant, l'avantage de produire une pâte plus blanche au départ que celle du procédé kraft et aussi plus facile, par la suite, à blanchir davantage.

Le procédé kraft, de son côté, a l'avantage de pouvoir utiliser toute les essences de bois. Il produit une pâte plus forte que le procédé au bisulfite et le cycle de récupération est bien établi. Ce système de récupération nécessite une capitalisation importante; par conséquent, la capacité de production de ces usines doit croître sans cesse afin d'amortir les coûts fixes. [4] Il a été estimé que pour être rentable, une usine kraft doit produire au moins 1000 tonnes de pâte par jour, une capacité énorme qui entraîne des coûts énormes. [5] Les pressions sociales et gouvernementales, en matière d'environnement, font qu'il est difficile de prévoir la rentabilité future d'une usine neuve.

Puisque le procédé au bisulfite est moins utilisé au Québec que le procédé kraft, la suite de ce travail se limitera au procédé kraft comme point de comparaison.

Depuis le mois de septembre 1991, l'industrie papetière au Québec est soumise à une nouvelle réglementation en matière d'environnement. Cette réglementation stipule que la quantité de soufre réduit total (SRT) émise dans l'atmosphère devra diminuer de façon considérable d'ici 1996. Le SRT est constitué de tous les sous-produits volatils à caractère nauséabond résultant d'une réaction chimique entre les hydrates de carbones et le soufre présent lors de la cuisson kraft. Ces sous-produits sont aussi appelés mercaptan. [6] Le tableau 1.1 résume les principales modifications à la réglementation telle qu'elle s'applique aujourd'hui pour une usine kraft déjà existante.

ÉQUIPEMENT DE PROCÉDÉ	AVANT 09/91	APRÈS 09/91
Four de récupération	20 ppm	5 ppm
Four à chaux	20 ppm	10 ppm
Lessiveur	10 ppm	10 ppm

**LES TERMES SONT EXPRIMÉS EN ppm DE SOUFRE RÉDUIT TOTAL**

**Tableau 1.1 Règlements sur les émissions atmosphériques permises pour des usines de pâte kraft déjà existantes (6,7)**

Le besoin pour une pâte chimique de haute qualité existera probablement toujours compte tenu du fait qu'elle possède des propriétés physiques nettement supérieures à celles des pâtes mécaniques. Cependant, afin de satisfaire aux nouvelles réglementations, on devra envisager des procédés autres que ceux qui existent aujourd'hui. Depuis quelques années, plusieurs procédés dits "non-polluants" ont été développés. Ces procédés utilisent peu ou pas de réactifs à base de soufre. Quelques un de ces procédés ont même atteint le stade de l'usine pilote. Il s'agit entre autres des procédés Alcell, Organocell et ASAM qui

utilisent tous une forme d'alcool aliphatique comme agent délignifiant. Il existe aussi le procédé Acetosolv qui utilise l'acide acétique comme agent délignifiant [8]. Tous ces procédés sont aussi appelé procédés organosolv ou procédés de solvolysé car ils utilisent tous un solvant organique pour aider à la délignification du bois. Chacun des procédés mentionnés peut opérer avec des essences de bois feuillus comme matière première. Cet aspect est important, puisqu'au Québec, le bois feuillus représente 30% du volume marchand brut disponible, dont le tiers est constitué du bouleau blanc (*betula papyrifera* Marsh.). Le tableau 1.2 résume les pourcentages du volume marchand brut pour les essences de bois les plus utilisés [3]

FEUILLUS	%	RÉSINEUX	%
Bouleau à papier	10.0	Sapin	15.2
Bouleau jaune	3.9	Épinette	44.6
Peuplier	6.6	Pin gris	5.4
Érable	4.6	Autres	4.5
Autres	5.2		
<hr/>		<hr/>	
<b>Sous total:</b>	<b>30.3</b>	<b>Sous total:</b>	<b>69.7</b>

**LE BOULEAU À PAPIER REPRÉSENTE 33.0% DU VOLUME MARCHAND BRUT DES FEUILLUS**

**Tableau 1.2 Volume marchand brut de bois disponible pour la Province de Québec en 1990 (3)**

La présente étude a pour objectif de trouver les conditions pour améliorer un procédé de solvolysé pour la mise en pâte chimique. Les conditions recherchées doivent permettre de fonctionner avec des essences de bois feuillus et produire une pâte hautement délignifiée, sans causer de pertes importantes et inutiles en

hydrates de carbone. Ce procédé doit aussi pouvoir produire une pâte ayant des propriétés physiques semblables, sinon meilleures que celles obtenues par le procédé kraft. Il serait souhaitable aussi que tous les gains mentionnés soient réalisés avec un rendement supérieur à celui du procédé kraft. Finalement, ce procédé doit pouvoir remplacer les procédés de mise en pâte chimique déjà existants et pouvoir être implanté de façon à satisfaire les nouvelles réglementations environnementales.

## CHAPITRE 2

### Revue de la littérature

#### 2.1 Procédés de solvolysé

Cette section passe en revue les conditions opératoires des 4 différents procédés de mise en pâte chimique "non-polluants" ayant atteint le stade de l'usine pilote mentionné au chapitre précédent. Suite à cette description il sera possible d'orienter le projet vers un procédé particulier et ainsi justifier ce choix. Le tableau 2.1 résume les différents procédés "non-polluants".

NOM DU PROCÉDÉ	REMARQUES
ALCELL (Canada)	Procédé acide discontinu Bois feuillus seulement Solvant: éthanol
ORGANOCELL (Allemagne)	Procédé alcalin en continu Bois feuillus et résineux Solvant: méthanol
ACETOSOLV (Allemagne)	Feuillus et résineux Solvant: acide acétique
ASAM (Allemagne)	Procédé alcalin en discontinu Bois feuillus et résineux Solvant: méthanol

Tableau 2.1 Procédés "non-polluants" pour la mise en pâte chimique ayant atteint le stade de l'usine pilote (7)

### 2.1.1 Procédé ALCELL

Le procédé ALCELL (alcohol cellulose), développé au Canada par la compagnie Repap, est un procédé de solvolysé n'utilisant que de l'éthanol (EtOH) dénaturé comme réactif chimique. Un procédé de solvolysé est un procédé dans lequel le solvant organique est le principal agent délignifiant.

Le procédé ALCELL opère de la façon suivante. Les copeaux subissent un pré-traitement à la vapeur afin de chasser l'air emprisonné et sont ensuite acheminés au lessiveur. [9] La liqueur de cuisson est une solution aqueuse composé à 50% en poids d'EtOH dénaturé. Cette charge se traduit en une concentration volumique d'environ 56% d'EtOH dénaturé. La température de cuisson est près de 195°C, ce qui implique une pression de vapeur élevée de l'ordre de 27.2 atm. (400 psig) à l'intérieur du lessiveur. Le temps de cuisson est fonction du pH, de la température de cuisson, de la concentration en alcool et de l'essence de bois utilisé. Il dure généralement environ 3 heures. [5] La cuisson se fait en trois étapes d'extractions, le principe étant de déplacer la liqueur cuisson à contre-courant pour chacune des étapes d'extraction. Donc la liqueur fraîche est injectée au troisième extracteur et déplace la liqueur qui y était précédemment. Cette liqueur déplacée sera à présent utilisée comme liqueur dans la seconde extraction. La liqueur de seconde extraction sera utilisée ensuite pour la première extraction. Finalement, la liqueur de première extraction, riche en lignine, sera recyclée par distillation et réutilisée à nouveau comme liqueur fraîche. A chaque extraction, la liqueur est donc récupérée et réutilisée subséquemment pour l'extraction de l'étape précédente lors d'une cuisson

ultérieure. L'évolution d'une liqueur de cuisson est résumée ci-bas:

- liqueur fraîche -> liqueur troisième extraction
- liqueur troisième extraction -> liqueur seconde extraction
- liqueur seconde extraction -> liqueur première extraction
- liqueur première extraction -> liqueur de récupération -> liqueur fraîche

Le procédé ALCELL est un procédé autocatalysé, ce qui implique qu'il n'y a aucun ajout d'alcali ou d'acide. Le procédé ALCELL opère à un pH d'environ 4. Cette acidité provient de l'acide acétique libéré par l'hydrolyse des groupements acétyles contenu dans les hémicelluloses. Le rendement typique d'une cuisson ALCELL est d'environ 55% et la pâte résultante a un nombre de kappa d'environ 23. Lorsque la pâte est blanchie le rendement baisse à environ 52%. [10, 11] Les propriétés de la pâte ALCELL blanchie sont comparables à celles d'une pâte kraft blanchie et ce, avec un rendement allant jusqu'à 2% de plus. Le tableau 2.2 indique quelques propriétés physiques obtenues avec chacun des procédés. La pâte ALCELL contient des proportions plus élevées de cellulose et moins élevées d'hémicelluloses que la pâte kraft. Ce phénomène est attribuable au caractère acide du procédé. [9]

Puisque ce procédé est un procédé acide, l'utilisation d'un lessiveur en acier inoxydable s'avère nécessaire, ce qui augmente les coûts d'immobilisation. De plus, puisque la pression de vapeur, créée par la présence d'EtOH, est importante, il faut alors porter une attention particulière au "design" du lessiveur. La rentabilité du procédé ALCELL mise principalement sur la vente de produits

secondaires tel la lignine, le furfural, l'acide acétique et la vaniliane. Le procédé ALCELL ne fonctionne qu'avec les essences de bois feuillus, ce qui peut être considéré comme une faiblesse du procédé. [9]

	ALCELL	kraft feuillu
Indice d'égouttage, mL	400	400
Longueur de rupture, km	7.47	7.40
Indice d'éclatement, $\text{kPa} \cdot \text{m}^2/\text{g}$	5.08	5.18
Indice de déchirure, $\text{mN} \cdot \text{m}^2/\text{g}$	7.20	6.75
Blancheur, % ISO	88.7	89.6

Chaque pâte a été préparée à partir d'un mélange de bois feuillus. La pâte ALCELL a été fortifiée davantage avec 10% de pâte kraft à base de bois résineux

**Tableau 2.2 Comparaison entre les propriétés physiques d'une pâte ALCELL blanchie et une pâte kraft blanchie (10)**

### 2.1.2 Procédé ORGANOCELL

Le procédé ORGANOCELL a été développé par la société allemande MD Papier GmbH après avoir constaté que les papetières allemandes étaient dans l'incapacité de leur fournir la pâte chimique requise pour la fabrication de papier d'impression. [12]

En Allemagne, seul le procédé au bisulfite est utilisé pour la production de pâte chimique. La pâte produite avec le procédé au bisulfite est de qualité inférieure à celle produite par le procédé kraft. De plus, le gouvernement Allemand impose des normes environnementales extrêmement sévères sur la récupération des

SRT. [13] Afin de réduire l'importation de pâte kraft, la société MD Papier Gmbh a développé un procédé sein pour l'environnement et qui produit une pâte ayant des propriétés comparable à celles d'une pâte kraft.

Jusqu'à récemment le procédé ORGANOCELL comportait deux stades. Le premier stade était l'extraction des copeaux avec une solution de méthanol (MeOH) à 50% en volume pendant 20 à 50 minutes à des températures allant jusqu'à 195°C. A cette concentration et ces températures, il se développait à l'intérieur du lessiveur une pression de vapeur élevée atteignant entre 27.2 et 34.0 atm. (400 - 500 psig). Cette extraction, tout comme dans le procédé ALCELL, créait un milieu acide avec un pH variant entre 4 et 5. Après cette extraction, il y avait le stade alcalin où était introduit une solution alcaline ayant une charge chimique en NaOH variant entre 18 et 22% par rapport à la masse du bois. A cette solution, ont été ajoutés des traces de MeOH non quantifié ainsi que de l'anthraquinone (AQ) comme catalyseur. Ce stade durait 60 minutes et opérait à une température variant entre 165 et 175°C. Tel qu'existant le procédé, il était nécessaire d'avoir un lessiveur fait en acier inoxydable pour le stade acide du procédé alors que pour le stade alcalin, un lessiveur en acier doux était satisfaisant. [12, 14, 15, 16]

La pâte semi-blanchie obtenue par le procédé ORGANOCELL en deux stades possédait des propriétés physiques légèrement inférieures à celles d'une pâte kraft semi-blanchie, comme l'indique le tableau 2.3.

	ORGANOCELL	kraft
Indice d'égouttage, mL	600	600
Longueur de rupture, km	7.9	8.5
Indice d'éclatement, kPa	350	470
Indice de déchirure, mN•m/m	1000	1100

**Tableau 2.3 Propriétés physiques d'une pâte ORGANOCELL et d'une pâte kraft semi-blanchie préparée à partir de bois résineux (14)**

Depuis, il y a eu des modifications au procédé ORGANOCELL qui font que ce procédé opère maintenant avec un seul stade. A présent tous les réactifs, soit le MeOH, l'AQ et la soude caustique, sont introduits en même temps à l'intérieur du lessiveur. Avec ces modifications, il a été possible de diminuer la concentration de MeOH à 30% en volume et de diminuer la température de cuisson à environ 170°C. Ces modifications ont pour effet de diminuer la pression de vapeur à l'intérieur du lessiveur. Cependant, puisque la pression de vapeur qui se développe à l'intérieur du lessiveur est importante, il faut tout de même porter un intérêt particulier au "design" de celui-ci, afin qu'il puisse soutenir une pression élevée. Ces modifications ont aussi diminuer les coûts en énergie ainsi que les coûts du lessiveur, car celui-ci peut à présent être fait que d'acier doux. De plus, les modifications au procédé ont amélioré les propriétés physiques de la pâte, les rapprochant ainsi à celles de la pâte kraft. Le procédé ORGANOCELL possède aussi l'avantage de pouvoir fonctionner tant avec les essences de bois feuillus qu'avec les essences de bois résineux. [17]

Dans chacune des versions du procédé ORGANOCELL, les copeaux subissent un pré-traitement à la vapeur afin de purger l'air emprisonné à l'intérieur des

copeaux. Ce pré-traitement améliore aussi l'entassement des copeaux et l'imprégnation subséquente de ceux-ci.

---

### 2.1.3 Procédé ASAM

Le procédé ASAM (alcali, sulfite, AQ et MeOH) a été développé en Allemagne par les docteurs Patt et Kordsachia du Centre de Recherche en Foresterie et ensuite breveté par la société Kraftanlagen Heidelberg. [18]

Ce procédé n'est pas un procédé de solvolysé proprement dit car la majeure partie de la délignification est effectuée par les réactifs inorganiques (NaOH, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> et/ou Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). L'AQ et le MeOH sont ajoutés comme additifs afin d'accentuer la délignification. [19]

Le procédé ASAM opère de la façon suivante. Comme pour le procédé ALCELL et le procédé ORGANOCELL, les copeaux subissent d'abord un pré-traitement à la vapeur afin de purger l'air emprisonné. Les réactifs chimiques sont ensuite chargés. Les charges chimiques utilisées dans le procédé ASAM sont d'environ 3% NaOH, 4% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 17% Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> et entre 0.05 et 0.1% d'AQ. Ces pourcentages de charges chimiques sont basés sur la masse du bois. La liqueur de cuisson comprend aussi entre 10 et 20% de MeOH basé sur le volume de liqueur à utiliser. Le rapport liqueur/bois (l/b) est généralement de 4:1. La température de cuisson se situe entre 175 et 185°C, ce qui implique des pressions de vapeurs à l'intérieur du lessiveur qui varient entre 11.8 et 13.6 atm.

(174 - 200 psig). Il faut environ 2 heures pour éléver la température jusqu'à la température de cuisson et la cuisson prend environ un autre 3 heures. [19, 20, 21]

La pâte produite par le procédé ASAM possède des propriétés physiques supérieures à celles obtenue par le procédé kraft comme l'indique le tableau 2.4. De plus, les rendements de cuisson sont de 2 à 3% supérieures à ceux obtenues par le procédé kraft pour un même taux de délignification, en utilisant des essences de bois résineux. Dans le cas de bois feuillus, les gains, en rendement, peuvent atteindre entre 3 et 5% de plus.

	ASAM	kraft
Indice d'égouttage, mL	500	500
Longueur de rupture, km	9.97	8.80
Indice d'éclatement, kPa•m <sup>2</sup> /g	7.6	6.7
Indice de déchirure, mN•m <sup>2</sup> /g	19.6	18.8
Blancheur, % ISO	32.0	24.2
Indice kappa	29.0	29.3

**Tableau 2.4 Comparaison des propriétés physiques d'une pâte ASAM et d'une pâte kraft préparée à partir de sapin Douglas ayant un même niveau de délignification (19)**

Puisque le procédé ASAM est un procédé alcalin, le lessiveur peut être fait d'acier doux. Cependant, puisque la pression de vapeur qui se développe à l'intérieur du lessiveur est importante, il faut porter une attention particulière au "design" du lessiveur, afin qu'il puisse soutenir la pression élevée. Le procédé ASAM possède aussi l'avantage de pouvoir fonctionner tant avec les essences de bois feuillus qu'avec les essences de bois résineux. [19]

#### **2.1.4      Procédé ACETOSOLV**

Le procédé ACETOSOLV est un procédé développé en Allemagne par Nimz et utilise comme principal agent délignifiant l'acide acétique.

Les conditions opératoires, de ce procédé, sont les suivantes. Il s'agit principalement d'une extraction continue des copeaux avec un mélange d'acide acétique (95%), d'eau (4.9%) et d'acide chlorhydrique (0.1%). Les pourcentages sont en termes de poids. L'extraction se poursuit pendant une période de temps qui varie entre 2 et 5 heures à une température de 110°C. [22]

L'avantage de ce procédé est qu'il ne développe pas de haute pression à l'intérieur du lessiveur puisque la température de cuisson est basse. Le principal inconvénient de ce procédé est que l'acide acétique est très corrosif et nécessite un lessiveur de construction spéciale. Le procédé ACETOSOLV a aussi l'avantage de fonctionner tant avec les essences de bois feuillus qu'avec les essences de bois résineux. [23]

Aucune donnée n'est disponible dans la littérature sur les propriétés physiques que l'on obtient avec ce procédé.

#### **2.1.5      Orientation du projet**

Suite à la revue de la littérature sur les divers procédés chimiques "non-

"polluants" ayant atteint le stade de l'usine pilote, il a été possible d'orienter le projet dans une direction précise. Le choix s'est arrêté sur un procédé alcalin à base de soude caustique et ce pour plusieurs raisons.

La première raison est qu'un procédé alcalin peut opérer avec toutes les essences de bois contrairement à un procédé acide qui peut causer des problèmes de poix avec certaines essences de bois résineux. Deuxièmement, la fabrication d'un lessiveur pour un procédé alcalin est moins honéreuse que celle d'un lessiveur pour un procédé acide, lequel nécessite une paroi en acier inoxydable, alors, qu'il suffit d'une paroi fait d'acier doux pour un procédé alcalin. [24] Finalement, au Québec, il existe plusieurs usines de pâtes kraft qui devront se conformer aux nouvelles réglementations environnementales. La conversion de ces usines au procédé de solvolysé alcalin permettrait de récupérer certaine de leurs installations et de produire une pâte chimique de haute qualité, sans avoir les problèmes de pollution qu'elles connaissent aujourd'hui.

Une dernière incitation pour une étude d'un procédé de solvolysé en milieu alcalin vient des auteurs Aziz et al. qui ont indiqué lors de leurs recherches que les procédés simples alcool-alcali méritent d'être revus, étant donné les nouveaux développements dans les technologies de récupération. [25]

La littérature indique clairement que l'alcool a un effet bénéfique sur le taux de délinification et qu'il agit de façon sélective. Cependant, les alcools aliphatiques de bas poids moléculaire génèrent des pressions de vapeurs élevées à l'intérieur des lessiveurs à cause de leur faible température

d'ébullition. La figure 2.1 illustre les pressions de vapeurs générées par les différents solvants utilisés en fonction de la température dans les procédés de solvolysé qui ont atteint le stade de l'usine pilote. Il est à remarquer que la pression de vapeur du MeOH pur est beaucoup plus élevée que celle de l'EtOH pur pour une température donnée, car son point d'ébullition est moins élevé. Il en est de même pour la pression de vapeur de l'eau qui est plus élevée que celle de l'acide acétique à cause de son point d'ébullition moins élevé.

La littérature mentionne que, pour le pin, le taux de délignification et la sélectivité à la délignification sont à peu près les mêmes pour une liqueur de cuisson utilisant le méthanol et une autre utilisant l'éthanol. [26] En conséquence le procédé de solvolysé, dont il sera maintenant question dans ce travail, utilisera de l'éthanol dénaturé comme solvant organique, car celui-ci développe une pression de vapeur moins élevée que le méthanol.

L'essence de bois qui sera choisie comme matière première pour ce projet sera le bouleau blanc (*betula papyrifera* Marsh.), parce que c'est une essence abondante au Québec et qu'elle est, jusqu'à présent, sous-utilisée. De plus, cette essence est une des premières à croître après un feu de forêt ou une coupe à blanc. En effet la croissance des essences feuillues nécessite beaucoup de soleil, alors que les essences résineuses ont tendances à croître dans l'ombre des feuillus et finissent par les remplacer. [28]

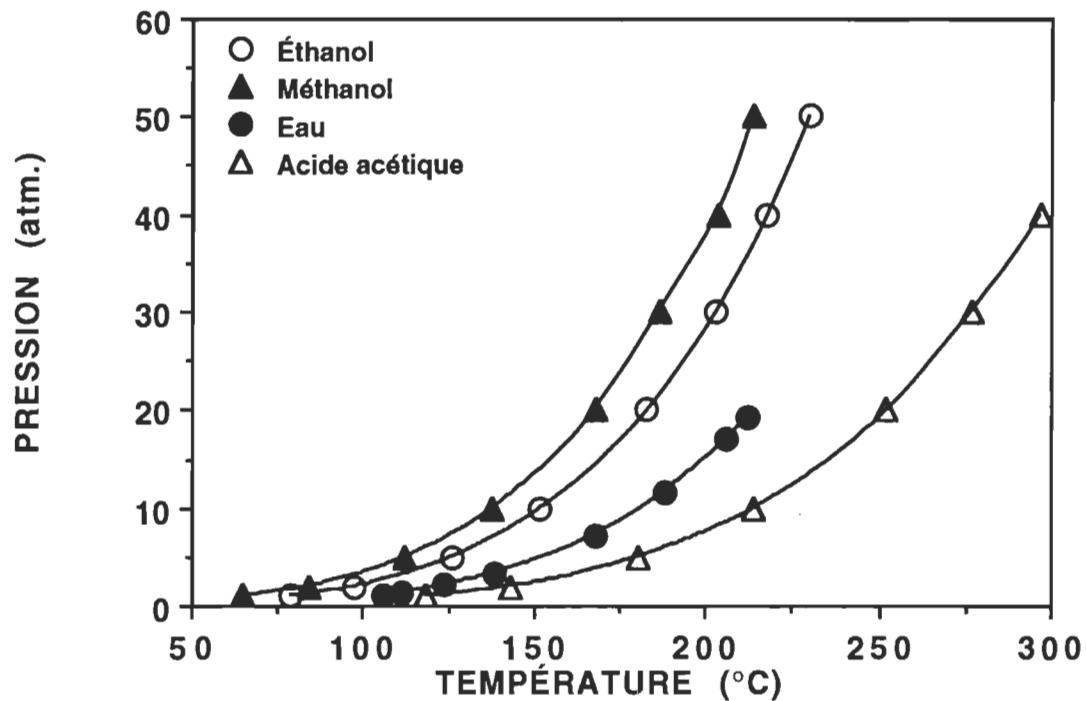


Figure 2.1

Courbes illustrant la pression de vapeur en fonction de la température pour les divers solvants pouvant être utilisés lors des cuissons de solvolysé (27)

## 2.2 Composition chimique et structure physique du bouleau blanc

Cette section traite de la composition chimique ainsi que de la structure physique du bouleau blanc, aussi appelé bouleau à papier.

### 2.2.1 Composition chimique du bouleau blanc

Le bois est composé de cellulose, d'hémicelluloses, de lignine et d'une faible quantité de matière extractible. Le tableau 2.5 indique la composition chimique du bouleau blanc sans extractibles, tel que mentionné dans la littérature.

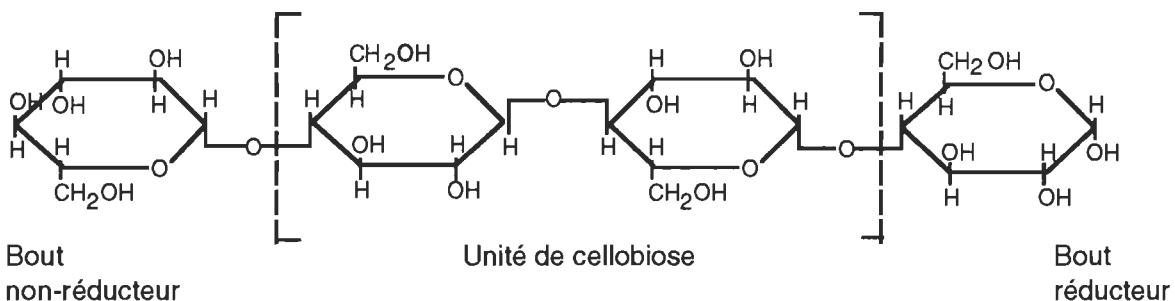
Composante	%
Cellulose	42
Lignine	19
O-Acetyl (4-O-methylglucurono) xylane	35
Glucomannane	3
Pectine, cendres, amidon, etc	1

Tableau 2.5 Composition chimique du bouleau blanc (*betula papyrifera* Marsh.) sans extractibles (29)

#### 2.2.1.1 Cellulose

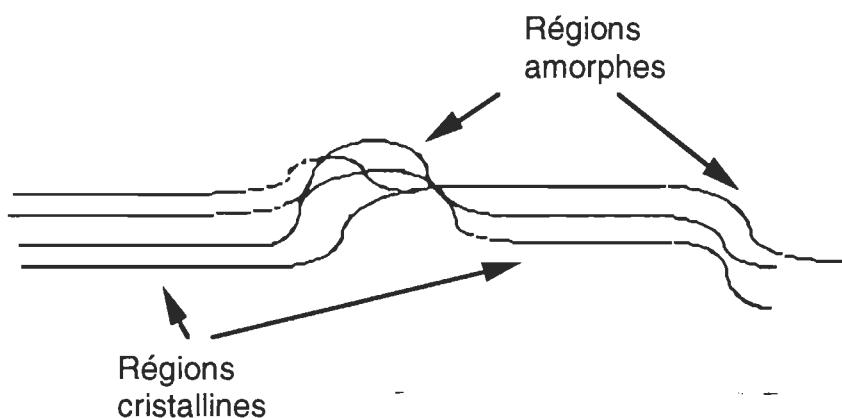
La cellulose est un polysaccharide linéaire de haut poids moléculaire composé de plusieurs unités d'anhydro-D-glucopyranose reliées ensemble aux positions 1 et 4 par une liaison glycosidique du type  $\beta$ . La figure 2.2 illustre la structure de

base de la cellulose appelée cellobiose.



**Figure 2.2 Unité de base de la cellulose (30)**

La cellulose forme de longs filaments appelés microfibrilles qui servent de structure de base aux cellules végétales. Ces microfibrilles possèdent une structure plus ou moins ordonnée et sont retenues ensemble par des hémicelluloses et de la lignine. La figure 2.3 illustre bien que certaines régions des microfibrilles sont cristallines (ordonnée) et que d'autres sont amorphes (non-ordonnée).



**Figure 2.3 Régions cristallines et amorphes de la cellulose (30)**

### 2.2.1.2 Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont aussi des polysaccharides mais avec des poids moléculaires beaucoup moins élevés que celui de la cellulose. Ce qui distingue les hémicelluloses de la cellulose, en plus du faible poids moléculaire, c'est qu'elles sont ramifiées.

Dans les bois dur (angiospermes), tel que le bouleau blanc, on retrouve des xylanes et des glucomannanes comme hémicelluloses. Plus précisément, chez le bouleau blanc, on retrouve en majorité un xylane partiellement acétylé (4-O méthylglucurono) ainsi que des quantités moins importantes de glucomannane.

Le xylane (4-O méthylglucurono) a comme structure de base une chaîne linéaire qui peut être simplement ramifiée de  $\beta$ -D-xylopyranose liée par des liaisons glycosidiques (1  $\rightarrow$  4). Les ramifications sont des formes pyroniques de l'acide 4-O-méthyl-D-glucuronique liées en position  $\alpha$  au carbone C<sub>2</sub> de l'unité de xylose. Les groupements acétyles seraient attachés de façon aléatoire à l'oxygène aux carbones C<sub>2</sub> ou C<sub>3</sub> de l'unité de xylose.

Le glucomannane du bouleau blanc est un polysaccharide composé de D-glucose et de D-mannose. Ces sucres coexistent dans un rapport 1:1 dans le glucomannane du bouleau blanc. Cette molécule est liée en position (1  $\rightarrow$  4) par des unités de  $\beta$ -D-glucopyranose et de  $\beta$ -D-mannopyranose. [29]

La figure 2.4 illustre les principales molécules d'hémicelluloses que l'on retrouve chez le bouleau blanc. [31]

## XYLANE

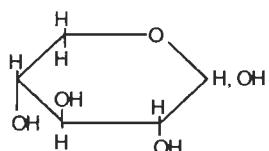


2  
OAc

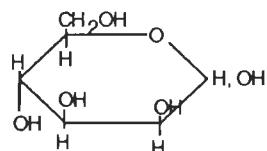
3  
OAc

## GLUCOMANNANE

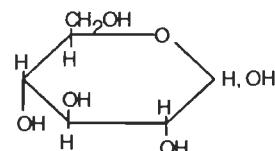
->4) G (1-> β -> 4) M (1-> β -> 4) G (1-> β -> 4) M (1-> β -> 4) G (1-> β -> 4) M (1-> β -> 4) G (1->



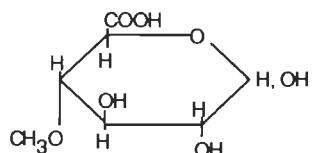
D-xylo pyranosyl  
X



D-manno pyranosyl  
**M**

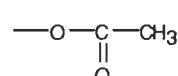


## D-gluco pyrannosyl G



#### 4-O-méthyl-D-glucurono pyranosyl

MeO<sub>4</sub>GA

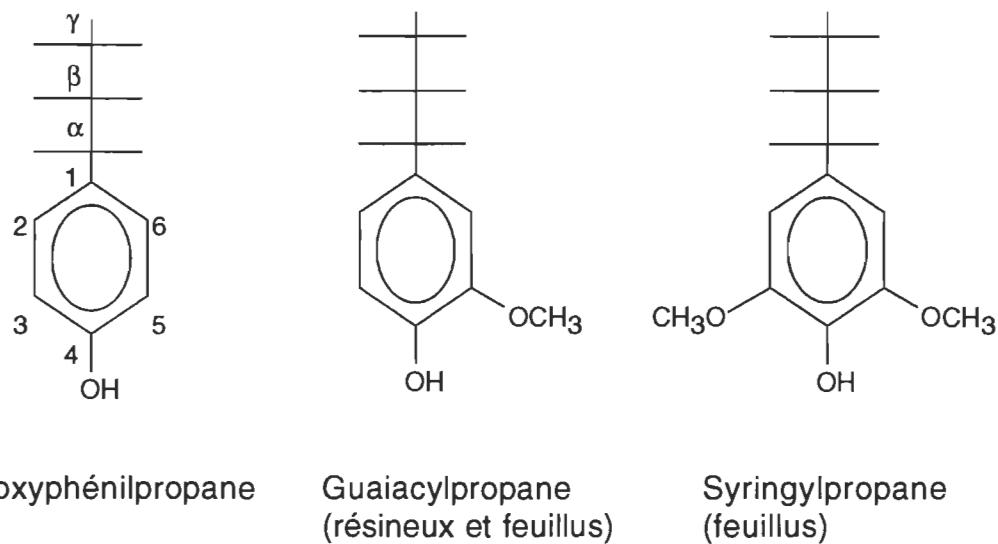


## Acétyle

**Figure 2.4 Principales molécules d'hémicelluloses dans le bouleau blanc (31)**

### 2.2.1.3 Lignine

La lignine est un polymère complexe fait d'unités d'hydroxyphénylpropane. Il existe chez les feuillus deux genres d'unités d'hydroxyphénylpropane soit le guaiacylphénylpropane et le syringylphénylpropane. La différence entre ces structures est le nombre de groupements méthoxy. Les deux structures sont présentes chez les feuillus en proportions à peu près équivalentes. Les unités structurales de base sont illustrées à la figure 2.5. [32]

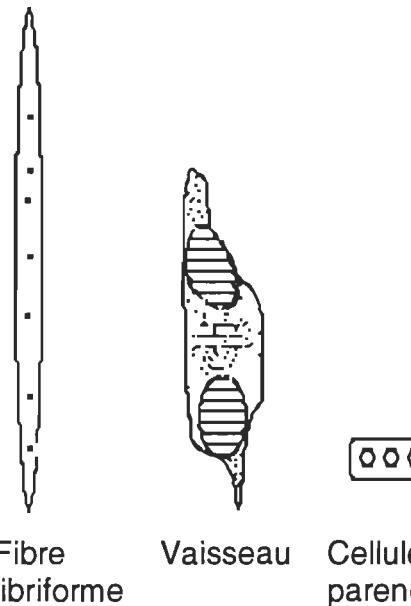


**Figure 2.5      Unités de base de la lignine**

### 2.2.2      Structure physique de la fibre de cellulose -

Il existe chez les bois feuillus trois genres de cellules différentes. Ceux-ci sont les fibres libriformes (fibres), les vaisseaux et les cellules de parenchymes verticaux

ou de rayon. La figure 2.6 illustre la structure de chacune de ces cellules. La cellule la plus abondante, tant au point de vue de la masse que du volume, est la fibre libriforme (fibre) tel que l'indique le tableau 2.6.



**Figure 2.6 Diverses cellules retrouvées chez le bouleau blanc**

	volume (%)	masse (%)
<b>Fibre libriforme</b>	65	86
<b>Vaisseaux</b>	25	9
<b>Parenchyme</b>	10	5

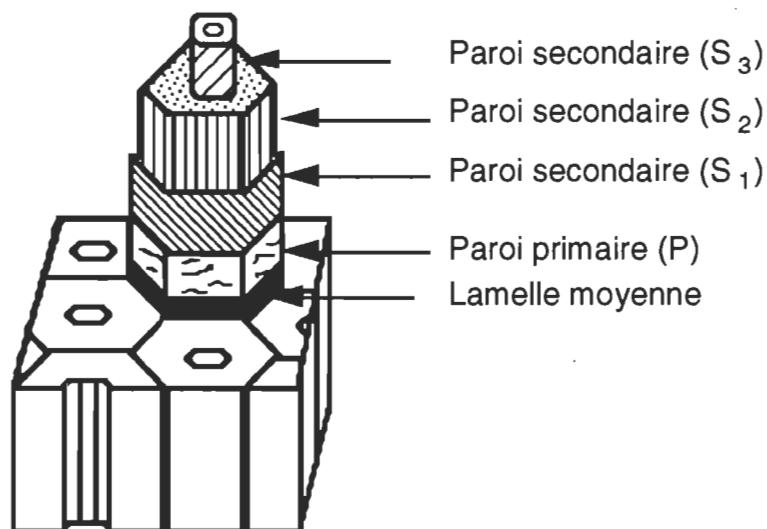
**Tableau 2.6 Constitution physique des cellules du bouleau blanc (33)**

Les cellules fibreuses (fibres) sont composées de diverses parois. La première paroi est appelée paroi primaire (P) et contient des microfibrilles orientées au hasard ainsi qu'une riche proportion d'hémicelluloses.

Sous la paroi primaire, il y a la paroi secondaire qui est séparée en trois couches: S<sub>1</sub>, S<sub>2</sub> et S<sub>3</sub>. La couche S<sub>1</sub> est très mince et les microfibrilles sont orientées à angle par rapport à l'axe de la fibre. La seconde couche S<sub>2</sub> est beaucoup plus épaisse. Dans cette couche, les microfibrilles sont orientées parallèlement à l'axe de la fibre. La dernière couche, S<sub>3</sub>, donne sur le lumen de la fibre et elle est très mince. L'orientation des microfibrilles dans cette couche est à peu près perpendiculaire à l'axe de la fibre.

Entourant la paroi primaire de la fibre on retrouve la lamelle moyenne, qui est composée principalement de lignine et de substances pectiques. [29]

La figure 2.7 illustre les diverses parois et couches formant une fibre.



**Figure 2.7 Diverses parois d'une fibre libriforme (30)**

La concentration en lignine est la plus élevée dans la lamelle moyenne. Cependant, la majeure partie de la lignine, en terme de masse, se retrouve emprisonnée dans la paroi secondaire de la fibre. [31, 32]

## 2.3 Réactivité chimique de la cellulose et de la lignine

Cette section passe en revue les différentes réactions chimiques pouvant se produire soit avec la cellulose, les hémicelluloses ou la lignine.

### 2.3.1 Gonflement de la cellulose

Les groupements hydroxyles (-OH) de la cellulose ont une grande affinité pour les solvants polaires, ce qui fait gonfler la cellulose. Ce gonflement ne change pas la structure cristalline de la cellulose, ce qui implique que le solvant ne pénètre que les régions amorphes et non les régions cristallines des microfibrilles. Ce genre de gonflement est appelé gonflement intercristallin. [29]

Les polarités de certains solvants sont indiquées au tableau 2.7. De ce tableau, il apparaît que l'eau est l'agent le plus polaire de ceux indiqués. Il en résulte que l'eau fait gonfler la cellulose plus que tout autre solvant. [34]

$\text{HOH} > \text{CF}_3\text{CH}_2\text{OH} > \text{CH}_3\text{OH} > \text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	
Très polaire	Peu polaire

**Tableau 2.7 Polarité relative de quelques solvants hydroxyliques (34)**

La cellulose peut aussi subir un gonflement intracristallin. Ce gonflement implique la pénétration d'une solution aqueuse autant dans les régions amorphes que dans les régions cristallines. Un exemple de solution aqueuse pouvant causer le gonflement intracristallin est une solution basique forte. [29]

### 2.3.2 Action des bases sur la cellulose et les hémicelluloses

La présence d'alcali dans la liqueur de cuisson fait gonfler la cellulose et les hémicelluloses. Cependant la présence d'alcali dans la liqueur de cuisson entraîne d'autres réactions qui sont plus néfastes.

La cellulose et les hémicelluloses subissent chacune une dégradation alcaline lors des cuissons alcaline suite à diverses réactions. La première réaction de dégradation possible est du genre réaction de "peeling", où il y a scission de la molécule de cellulose à partir du bout réducteur. Cette réaction se produit généralement lors de la période de chauffe de la cuisson, soit à des températures inférieure à 150°C. Cette réaction produit des acides qui diminuent l'efficacité de la liqueur de cuisson en neutralisant une certaine portion de l'alcali dans la liqueur.

Le rendement d'une cuisson chimique est généralement plus élevé pour un bois feuillu que pour un bois résineux. Une des causes étant que le bois feuillu est plus dense que le bois résineux et pour cette raison la liqueur de cuisson alcaline pénètre mieux le bois. Aussi, le bois résineux contient plus de résine que le bois feuillu et cette résine est facilement dissoute par l'alcali, ce qui résulte davantage le rendement de cuisson. Une troisième raison est que les xylanes, des essences feuillues, sont plus résistantes à l'hydrolyse alcaline que les glucomannanes. Il faut rappeler que les hémicelluloses des bois feuillus sont constituées principalement de xylanes alors ceux des résineux contiennent plutôt des glucomannanes. [35]

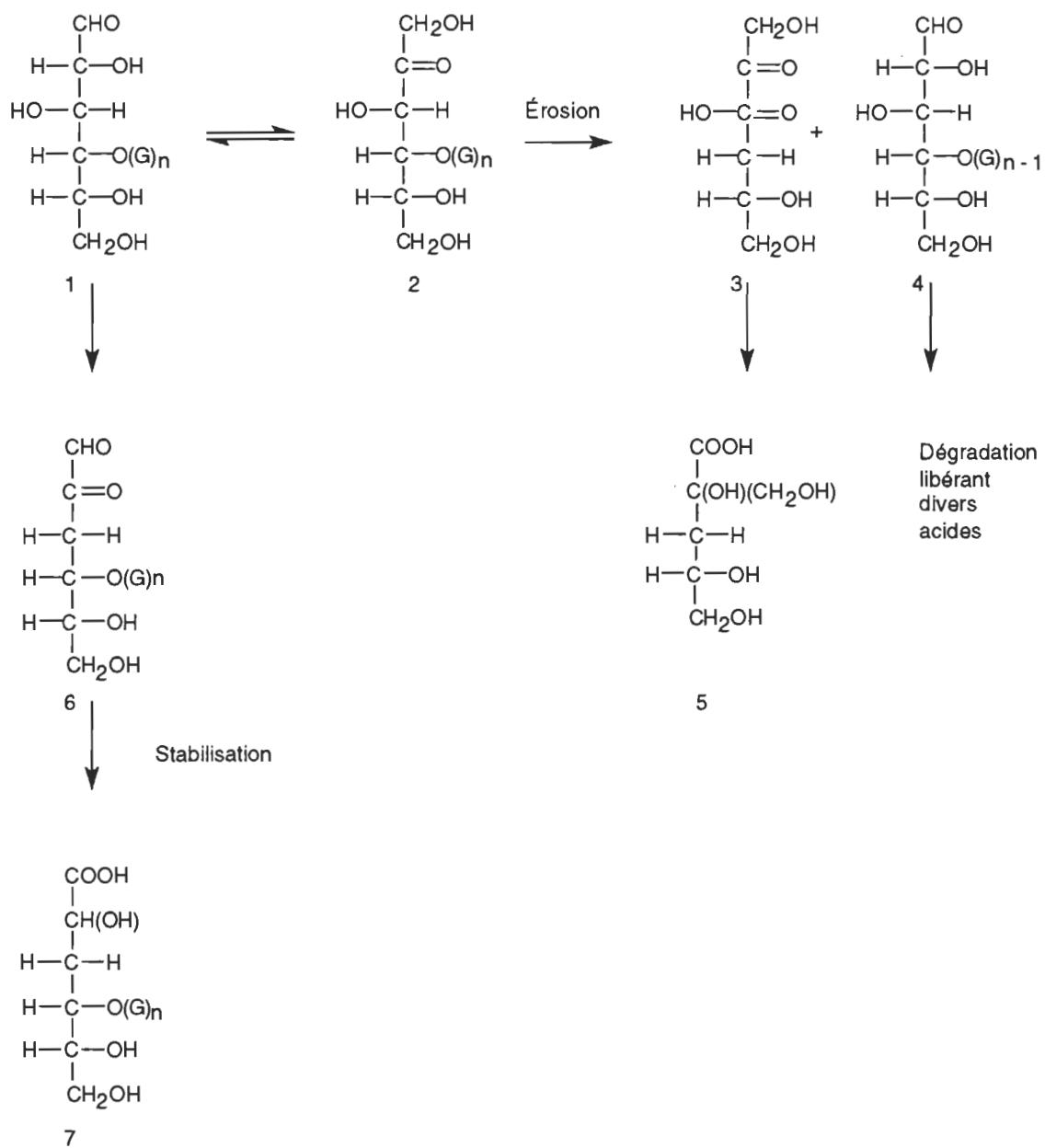
Cette stabilité des hémicelluloses, dans le cas du bouleau blanc, est attribuée à la présence d'acide galacturonique comme ramifications sur la chaîne de xylane près du bout réducteur. Cet acide est lié à une unité de rhamnose qui arrête la réaction de "peeling" une fois que le xylose est éliminé.

L'alcalinité de la liqueur de cuisson peut aussi causer une réaction de saponification des groupements acétyles sur les hémicelluloses. La désacétylation des hémicelluloses génère de l'acide acétique qui est neutralisé par la liqueur de cuisson. Les hémicelluloses libèrent aussi des quantités d'acides uroniques.

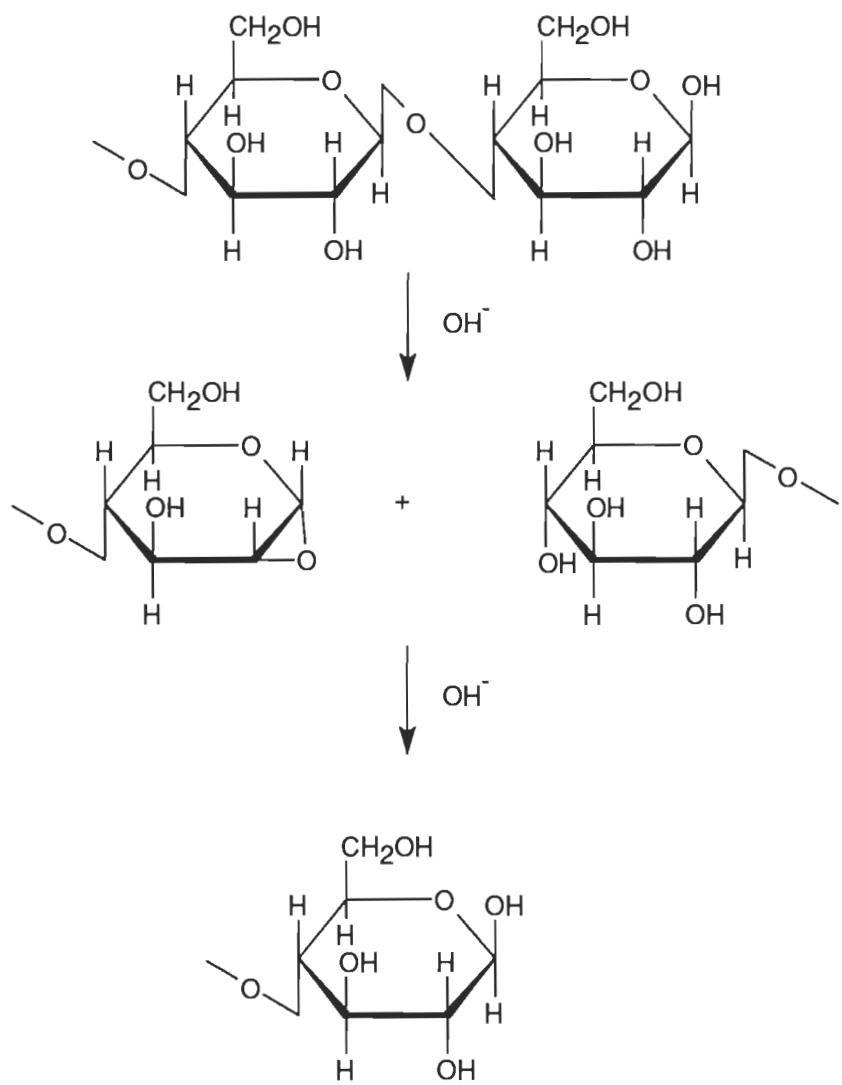
Finalement, il y a l'hydrolyse alcaline des liaisons glycosidiques. Cette hydrolyse est responsable de la diminution de la longueur des chaînes de polysaccharide et par conséquent des propriétés physiques. La perte de longueur est causée par le fait que l'hydrolyse expose de nouveaux groupes réducteurs qui permettent à la réaction de "peeling" de reprendre. Cependant, si la coupure est faite près du bout de la chaîne, l'oligosaccharide libéré passera alors en solution. Cette hydrolyse alcaline se produit qu'à de hautes températures, généralement entre 160 et 180°C et résulte dans la formation de dérivés d'acide saccharinique.

[29, 31]

Les figures 2.8 et 2.9 illustrent les diverses réactions de dégradation qui se produisent entre l'alcali et les polysaccharides.



**Figure 2.8** Réaction de "peeling" résultant d'un milieu alcalin (36)



**Figure 2.9** Hydrolyse alcaline des liaisons glycosidiques (37)

### 2.3.3 Action des bases sur la lignine

La délignification en milieu alcalin est causée par une dépolymérisation hydrolytique des éthers phénylalkyl. Ceci a pour effet de diminuer la taille des molécules de lignine et de promouvoir la formation d'ions phénoxyles qui se solubilisent.

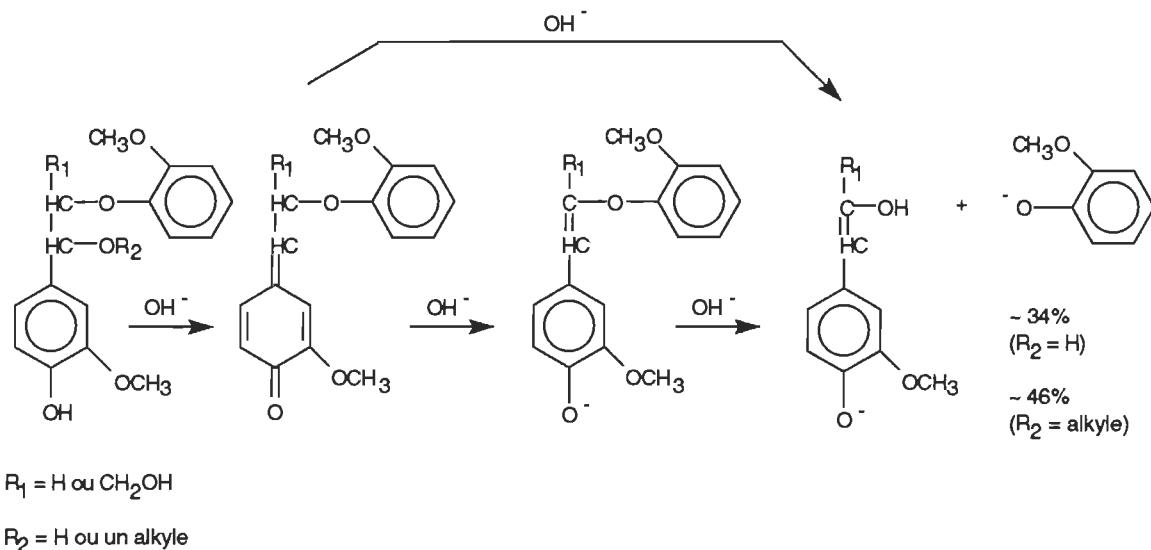
Le groupement phénol en milieu alcalin cède son proton à la base ( $\text{OH}^-$ ). Ainsi, la charge électronique se rélocalise sur le carbone du cycle aromatique. Une migration électronique s'effectue au sein du cycle aromatique pour former une espèce quinonique qui est instable. Le proton acide porté par le carbone lié au phénylethère va être attaqué par l'ion hydroxyle pour former une double liaison et une molécule d'eau. La formation de cette double liaison va entraîner la migration de la double liaison de la forme quinonique. La dernière étape est une substitution nucléophile du type  $\text{S}_{\text{N}}2$  par l'ion hydroxyle. Cela entraîne la formation de l'ion phénoxy (O-méthoxy-phénolate).

La figure 2.10 illustre le mécanisme de dégradation de la lignine en milieu alcalin. [31, 32]

### 2.3.4 Action de l'alcool sur la cellulose et les hémicelluloses

Les alcools aliphatiques de bas poids moléculaires, tel que le méthanol et l'éthanol, font légèrement gonfler la cellulose et les hémicelluloses. [29]

L'alcool peut aussi causer l'hydrolyse de la cellulose. [36]



**Figure 2.10** Dégradation de la liaison éther en position  $\beta$  du monomère de lignine guaiacylphénylpropane sous l'action de l'ion hydroxyle (31)

### 2.3.5 Action de l'alcool sur la lignine

Il a été suggéré par plusieurs auteurs dont Sarkany et Marton que l'alcool, dans un milieu alcalin, augmente la solubilité de la lignine et réduit la propension à la condensation de celle-ci. [39, 40]

Un des critères pour qu'un solvant puisse solubiliser la lignine est sa capacité à former des liaisons hydrogène. Un second critère est que le solvant doit avoir une densité d'énergie cohésive près de 11 cal/cm<sup>3</sup> (aussi appelé le paramètre de solubilité de Hildebrandt) afin de pouvoir solubiliser la lignine.

La densité d'énergie cohésive est obtenue à partir des propriétés thermodynamiques pour chaque solvant. On retrouve à l'équation (1) la formulation permettant le calcul de cette densité d'énergie cohésive. [41]

$$\delta = \left[ \frac{\Delta H - RT}{V} \right]^{1/2} \quad (1)$$

,  $\Delta H$  chaleur molaire de vaporisation en cal/mole  
 T température d'ébullition en K  
 V volume molaire du liquide en mL  
 R 1.98 cal/mole/K

Conséquemment, la densité d'énergie cohésive est de 12.7 cal/cm<sup>3</sup> pour l'éthanol et de 14.3 cal/cm<sup>3</sup> pour le méthanol. Ceci implique que l'éthanol solubilise mieux la lignine que le méthanol. Lorsque ces solvants sont mélangés avec d'autres solvants polaires tel que l'eau, la solubilité de la lignine augmente. La présence d'eau augmente l'accessibilité des molécules de lignine au solvant. Cependant, l'eau seule ne peut solubiliser la lignine car sa densité d'énergie cohésive est de 24.3 cal/cm<sup>3</sup>, ce qui est loin de 11 cal/cm<sup>3</sup>. [42]

Nakano et al. mentionnent, que lors d'une cuisson solvolytique en milieu alcalin utilisant le méthanol comme solvant, qu'il peut y avoir une méthylation partielle des hydroxyles benzoïques. Ils ont démontré et décrit ce mécanisme de méthylation utilisant l'alcool vanillique et l'alcool vératrique. Ce mécanisme est reproduit à la figure 2.11. Leurs études sur la lignine indiquent qu'il y a méthylation en position  $\alpha$ . Cette méthylation de la lignine aurait pour effet de prévenir la condensation de la lignine solubilisée. Ils indiquent que le taux de rupture des liaisons éthers en position  $\beta$  est plus lent que lors d'une cuisson à la soude mais que le taux de délignification demeure tout de même élevé à cause de la méthylation. [43]

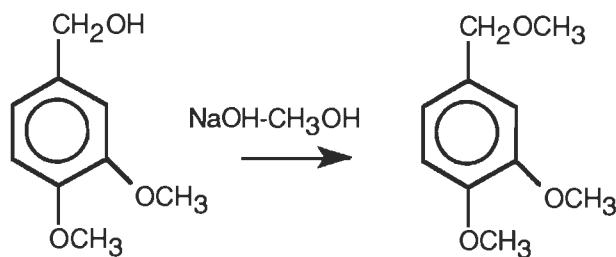
Malheureusement, la revue de la littérature n'a révélé aucun mécanisme de délignification pour un procédé utilisant un mélange d'éthanol et de soude caustique. La littérature décrit, cependant, un mécanisme de délignification par l'éthanol dans un milieu acide. Dans ce cas, il y a dégradation et dépolymérisation par hydrolyse acide. La figure 2.12 illustre ce mécanisme. De cette figure il est possible de constater qu'il y a éthylation des fragments à poids moléculaires plus faibles en position  $\alpha$  ou  $\beta$ .

Schroeter prétend que l'alcali est responsable de la fragmentation des molécules de lignine lors de cuisson solvolytique en milieu alcalin et que le haut niveau de délignification provient du fait que ces fragments sont solubles dans l'alcool et qu'ils sont éliminés par l'évacuation de la liqueur de cuisson. Il mentionne aussi que lorsque la concentration en alcool est élevée qu'il n'y a pas de réactions de condensation. [15]

## 2.4 Aspects physiques des cuissons alcalines

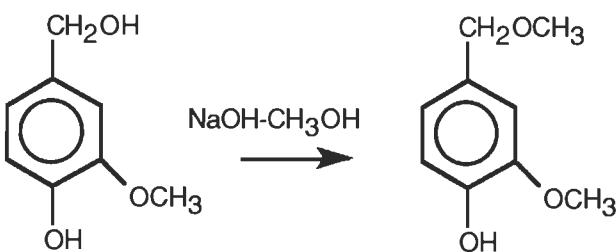
Le but de la cuisson chimique est de séparer les fibres par dissolution de la lignine présente dans la lamelle moyenne et à l'intérieur de la paroi secondaire. La réussite de cette délignification dépend de l'imprégnation des copeaux par la liqueur de cuisson. Cette liqueur alcaline fait gonfler les fibres et modifient leurs structures.

### Alcool vératrique

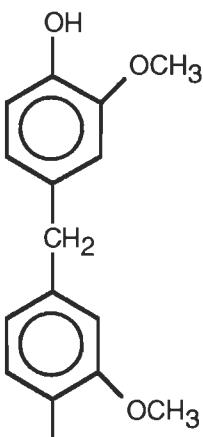


Produits non-condensés

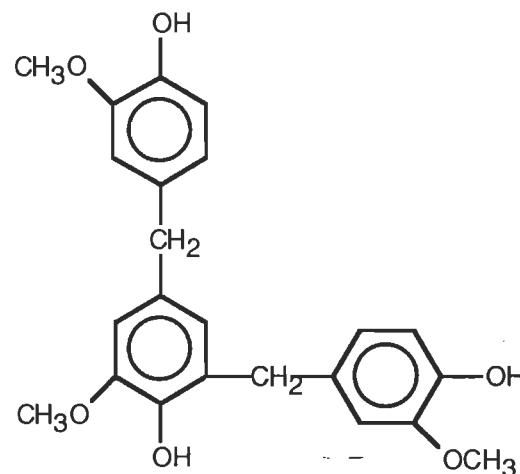
### Alcool vanillique



↓  
NaOH

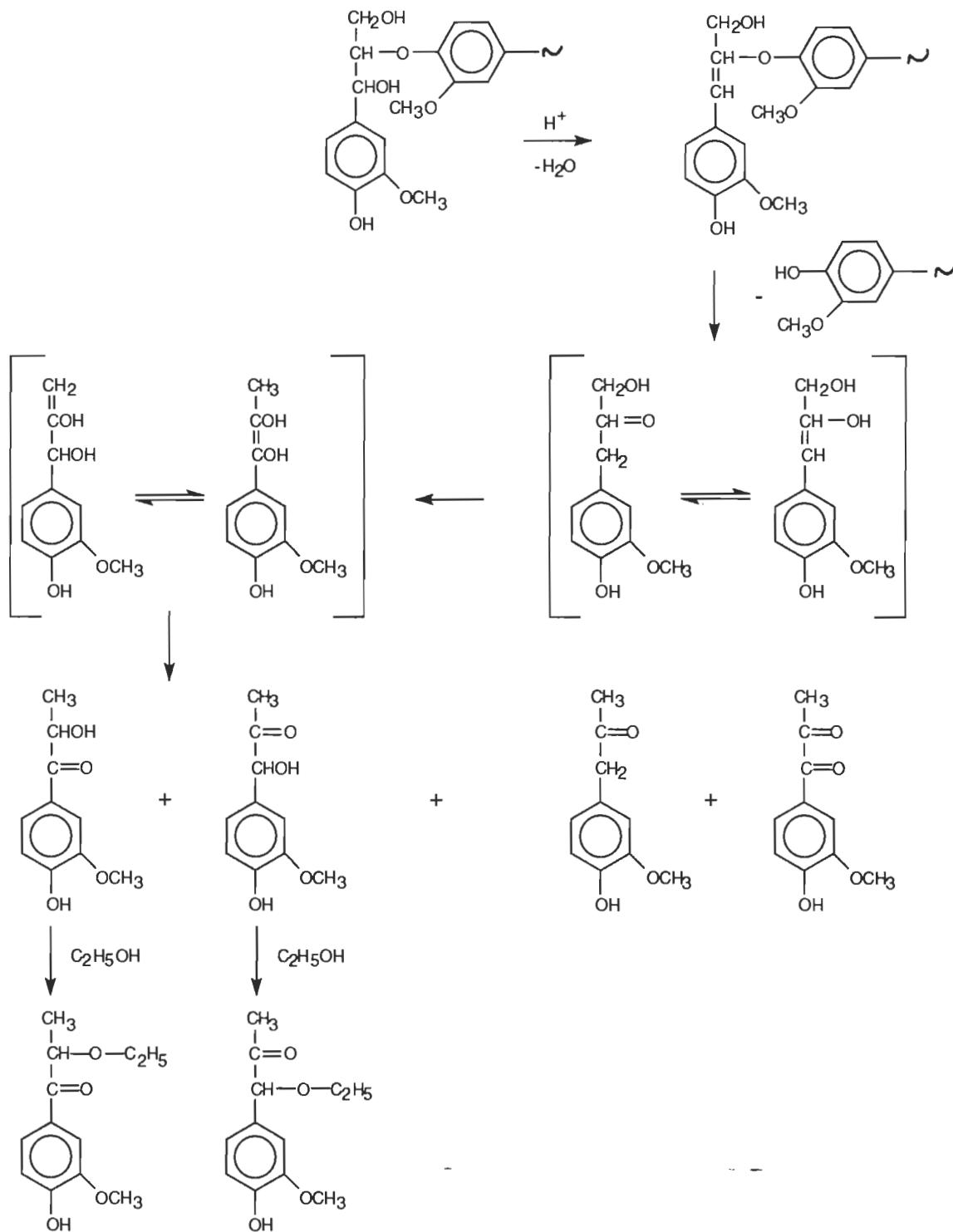


+



Produits condensés

Figure 2.11 Mécanisme de méthylation par un mélange alcali-méthanol servant à empêcher la condensation (42)



**Figure 2.12 Mécanisme de solubilisation de la lignine par l'éthanol en milieu acide (32)**

La liqueur de cuisson pénètre les copeaux selon deux mécanisme soit la pénétration et la diffusion. Afin que la liqueur de cuisson pénètre les copeaux de façon satisfaisante, il faut contrôler certains paramètres de cuisson. Ces sujets seront traités dans cette section.

#### 2.4.1 Pénétration

La pénétration de la liqueur est l'action physique d'avoir un écoulement à travers les capillaires des copeaux. Cet écoulement est fonction des tensions de surface du réseau de capillaires et de la pression appliquée. Cette pénétration est régie par la loi de Poiseuille. [35]

$$\frac{V}{t} \propto \frac{n r^4 \Delta P}{L \eta} \quad (2)$$

où  $V$  est le volume de liquide passant dans un capillaire dans un temps  $t$   
 $n$  est le nombre de capillaires  
 $r$  est le rayon des capillaires  
 $\eta$  est la viscosité de la liqueur de cuisson  
et  $\Delta P$  est le gradient de pression

Cette équation indique que pour des conditions physiques constantes, une augmentation du gradient de pression augmente le taux d'écoulement. De plus, si la viscosité de la liqueur de cuisson diminue, le taux d'écoulement augmentera

aussi. C'est ce qui se produit lorsqu'il y a présence d'un alcool aliphatique à bas poids moléculaire dans la liqueur de cuisson. La présence d'alcool (éthanol ou méthanol) diminue la viscosité de la liqueur de cuisson et en même temps augmente la pression à l'intérieur du lessiveur à cause de sa faible température d'ébullition. [39]

Par ailleurs, des copeaux secs, ayant subi un prétraitement à la vapeur pour en chasser l'air emprisonné, seront mieux imprégnés par la liqueur de cuisson que s'ils étaient à l'état saturé, c'est-à-dire avec le maximum de liquide dans ses pores et sans gonflement.

Le mécanisme d'imprégnation chez les feuillus se fait à travers les vaisseaux selon l'axe de la fibre et à travers la trachéide de rayon dans le sens latéral.

Les liqueurs alcalines pénètrent le bois à peu près au même taux dans les trois directions: longitudinale, radiale et tangentielle.

La combinaison d'une liqueur moins visqueuse et d'une haute pression de cuisson accélère la pénétration de la liqueur. Cette accélération du taux d'imprégnation aide à éliminer les différences morphologiques qui peuvent exister dans le bois, telle qu'une différence de densité entre les copeaux provenant du bois de coeur et ceux provenant du bois d'aubier. [38]

#### 2.4.2 Diffusion

La diffusion des réactifs chimiques à l'intérieur des copeaux ne peut avoir lieu que si ceux-ci sont saturés de liqueur.

Le taux de diffusion n'est fonction que de la section transversale disponible et du gradient de concentration de la liqueur qui existe entre l'extérieur et l'intérieur du copeau.

Le taux de diffusion peut être augmenté en rehaussant la température de cuisson.

Pour les cuissons alcalines, l'influence du pH est importante car il modifie le taux de diffusion de la liqueur. Pour la section transversale, par exemple, le taux de diffusion de la liqueur augmente considérablement pour des pH de 12.5 et plus. Ce phénomène étant attribuable soit au gonflement qui ouvre les pores de la paroi cellulaire, soit à la dissolution de certaines composantes de cette paroi par la présence d'alcali ou encore à la combinaison de ces deux phénomènes. Par contre, dans le sens longitudinal, le taux de diffusion demeure sensiblement constant peu importe le pH, car la section ne change pas de façon importante.

La présence d'alcool dans la liqueur de cuisson aide à la diffusion des fragments de lignine dissoute à l'intérieur des copeaux. [35, 39]

### **2.4.3 Paramètres pour la cuisson alcaline**

Sarkanen écrit que la présence d'alcool dans la liqueur de cuisson ne change pas la réactivité de la lignine vis-à-vis la soude caustique. L'effet bénéfique de l'alcool serait une meilleure solubilité de la lignine et/ou une diminution de la tendance à la condensation des fragments de lignine dissoute. La protection contre la condensation des fragments de lignine proviendrait de la méthylation des hydroxyles phénoliques lorsque le solvant est du méthanol et de l'éthylation lorsque le solvant est l'éthanol. [25, 39, 40]

Afin d'obtenir une bonne délignification sans trop endommager la fibre cellulosique, il faut contrôler certains paramètres de la cuisson. Ces paramètres sont la charge chimique sur le bois, le rapport liqueur/bois, la température de cuisson ainsi que le temps de cuisson. Chacun de ces paramètres sera brièvement discuté.

#### **2.4.3.1 Charge chimique sur le bois**

La charge chimique sur le bois est la quantité de réactifs totaux par rapport au bois utilisé lors de la cuisson. Afin de pouvoir effectuer une cuisson alcaline dans un temps raisonnable il faut ajouter un excès d'alcali de façon à ce qu'il reste un taux d'alcali résiduel d'environ 10%. Cet excès implique que la liqueur de cuisson noire doit avoir un pH supérieur à 9. Cet excès aide à empêcher la reprécipitation de la lignine à la surface des fibres. Un excès d'alcali plus élevé

entraîne la dégradation de la cellulose qui se traduit en une perte de rendement et de certaines propriétés physiques. En évitant la reprécipitation de la lignine, la pâte résultante possède une meilleure blancheur et est plus facile à blanchir. [35, 42]

La quantité d'alcali utilisée pour la délignification proprement dite est très faible. La majeure partie de la consommation en alcali est due à la dégradation des hémicelluloses. De plus, la dégradation des hémicelluloses génère des acides organiques, tel que l'acide acétique, qui consomment une partie importante de l'alcali pour leur neutralisation. [35, 44]

#### **2.4.3.2     Rapport liqueur/bois**

Le taux de délignification et la dégradation des polysaccharides (cellulose et hémicelluloses) est fonction de la concentration de la liqueur de cuisson. Ayant préalablement établi la charge chimique sur le bois, il est possible de jouer avec la concentration de la liqueur en la diluant plus ou moins. Cette dilution est quantifiée comme étant le rapport liqueur/bois (l/b).

A une charge chimique donnée, une liqueur plus diluée (l/b élevée) nécessitera un temps de cuisson plus long qu'une liqueur de cuisson plus concentrée (l/b faible) afin d'obtenir le même rendement. Cependant, la cuisson effectuée avec la liqueur diluée aura une proportion plus élevée en cellulose et sera mieux délignifiée que la cuisson avec la liqueur concentrée pour un même rendement.

Il apparaît donc que la concentration de la liqueur de cuisson est le paramètre cinétique contrôlant la cuisson et que la charge chimique détermine les pertes de rendement. [35]

#### **2.4.3.3 Température et temps de cuisson**

Pour des cuissons discontinues, tel que ceux qui font l'objet de cette étude, il y a deux phases: la montée de la température jusqu'à la température de cuisson et le temps de cuisson à la température de cuisson.

Il est important que le temps de montée soit suffisamment long afin de s'assurer que l'alcali pénètre le cœur des copeaux avant que la température de cuisson n'ait atteint 140°C. À 140°C et plus il y a possibilité de condensation de fragments de lignine en absence d'alcali.

Selon les études de Bray, l'augmentation de la température de cuisson dans la plage de 160 à 180°C n'a aucun autre effet que de diminuer le temps de cuisson en accélérant le taux de réaction. [35].

#### **2.4.3.4 Concentration en alcool**

L'augmentation de la concentration en alcool dans la liqueur de cuisson augmente la sélectivité de la délignification jusqu'à un certain point. Plusieurs

---

recherches ont indiqué que la concentration optimale en alcool dans la liqueur de cuisson se situait à environ 50% sur une base volumique. A des concentrations plus élevées il y a reprécipitation des fragments de lignine à la surface des fibres. [13, 25, 45, 46]

Chimiquement il existe des proportions optimales pour les solutions aqueuses de solvants organiques pour qu'elles développent un maximum de réactivité et de propriétés de solubilisation. [34]

## CHAPITRE 3

### Méthodologie Expérimentale

#### 3.1        Préparation de la matière première

Des rondins de bouleau blanc (*betula papyrifera* Marsh.), provenant de Ste-Anne de la Pérade, furent mis en copeaux à l'école de foresterie de Duschesnay. Les copeaux ont été séchés à l'air et par la suite classés sur un tamis vibrant de type Williams. Les fractions ayant des copeaux de longueur et/ou de largeur variant entre 4.75 mm et 22 mm ont été conservés. Un tri manuel fût exécuté afin d'éliminer les morceaux d'écorces, les noeuds et les copeaux pourris qui n'ont pu être enlevés après le classage sur tamis vibrant.

La siccité des copeaux a été calculée afin de déterminer le taux d'humidité présent avant le traitement à la vapeur. Chaque cuisson nécessite 800g de copeaux sec dont 75g sont isolés dans un panier pour la détermination du rendement de cuisson.

### 3.2 Prétraitement et cuisson des copeaux

Les copeaux sont ensuite introduits dans un lessiveur de laboratoire discontinu (modèle M/K 409, M/K Systems Inc.) où ils subissent un traitement à la vapeur pendant 5 minutes à une température de 135°C. Une vapeur à cette température correspond à une vapeur saturée à basse pression et est semblable à ce qui est utilisée en usine. Ce traitement permet de chasser l'air emprisonné à l'intérieur des copeaux et d'éliminer une partie des substances extractibles à l'eau avant la cuisson.

La quantité de NaOH et les volumes d'eau et d'éthanol sont déterminés selon un plan expérimental. La qualité de la soude caustique est technique (minipearls) avec une pureté variant entre 94.5 et 98.5% selon le lot. L'éthanol dénaturé est de qualité DAG 2A (ANACHEMIA), ce qui implique un mélange de 85% d'éthanol et 15% méthanol sur une base volumique. Aucun essai n'a été effectué afin de vérifier la pureté de cet alcool. L'eau utilisée pour les cuissons provient du service de canalisation municipal, et n'a subi aucun traitement pour quantifier le taux d'ions métalliques ou la présence de sels.

La liqueur de cuisson (liqueur blanche) est préparée en faisant dissoudre le NaOH dans le volume d'eau requis selon le plan expérimental, en prenant bien soins de soustraire le volume d'eau retenu par les copeaux lors du traitement à la vapeur ainsi que le volume présent avant ce traitement. Cette solution est, par la suite, diluée avec l'éthanol dénaturé juste avant son introduction dans le lessiveur. Un échantillon d'environ 60 mL de cette liqueur blanche est conservé

pour la mesure du pH et pour faire le contrôle de la quantité d'alcali présent dans la liqueur blanche de façon périodique. Après avoir ajouté la liqueur blanche au lessiveur, les copeaux sont insérés à l'intérieur de celui-ci, le couvercle est appliqué et le système est mis sous tension. Le système est chauffé jusqu'à la température désirée, ce qui prend en moyenne 45 minutes, et celle-ci est maintenue pendant tous le temps de cuisson, soit 120 minutes. A la fin de la cuisson, les gaz d'échappement, contenant principalement de l'éthanol en phase vapeur, sont relâchés lentement par le haut du lessiveur et condensés afin d'être récupérés. C'est de l'eau provenant du service de canalisation municipal qui sert alors de réfrigérant dans le condenseur. Durant la période estivale, cette eau était préalablement réfrigérée jusqu'à 4°C, à l'aide d'un compresseur. Lors de la période hivernale, l'eau était suffisamment froide ne nécessitant aucune réfrigération. La liqueur noire est purgée par le bas du lessiveur et récupérée. La vidange du lessiveur requiert environ 16 minutes. La figure 3.1 illustre schématiquement le lessiveur qui a servi aux prétraitements à la vapeur et aux cuissons. La figure 3.2 illustre une courbe de cuisson typique pour les cuissons à l'alcool effectuées lors de ce travail. Cette figure indique qu'il y a une légère chute de pression tout au long de la cuisson. Cette chute est attribuable à de légères fuites au niveau des joints dans certaines parties du système. Malgré le fait que ces joints étaient inspectés et nettoyés périodiquement, il était impossible d'éliminer toutes les fuites.

### **3.3        Détermination de l'alcali résiduel dans la liqueur noire**

Les deux courants, soit les gaz d'échappements condensés et la liqueur noire, sont mélangés ensemble et le volume est mesuré. Ce volume sera utilisé pour calculer la quantité d'alcali résiduel dans la liqueur noire. Un échantillon de cette liqueur est ensuite isolé ( $\approx 60$  mL) pour la détermination du pH et de l'alcali résiduel. La liqueur noire est analysée par titrage acide-base afin de déterminer le point de virage qui servira à calculer la quantité d'alcali résiduelle. Suite à plusieurs titrages pour diverses conditions de cuisson, il ressort que le point de virage de la liqueur noire solvolytique se situe à un pH d'environ 8.4. Ce point de virage a été déterminé graphiquement, tel qu'illustré à la figure 3.3.

### **3.4        Traitements post-cuisson des copeaux**

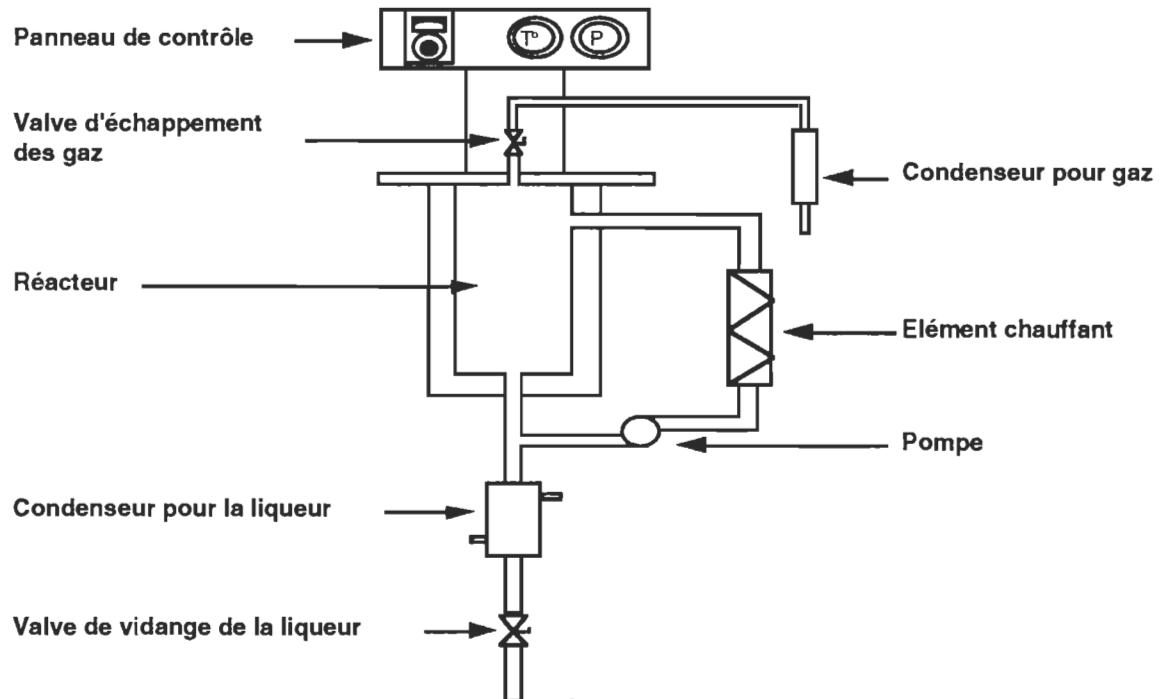
Les copeaux sont déchargés du lessiveur et introduit dans un trituateur où ils sont défaits en pâte à une concentration d'environ 3% pendant une période de 15 minutes. La pâte est alors lavée dans une centrifugeuse jusqu'à ce que l'effluent soit clair. Le gâteau de pâte est ensuite déchiqueté et est prêt à subir un battage dans une pile PFI selon les normes ACPP. La pâte produite est battue à 4 niveaux de raffinage et des formettes standards sont produites pour l'évaluation des propriétés physiques et optiques selon les normes ACPP et/ou TAPPI.

Un échantillon de pâte est conservé pour la détermination du nombre kappa ainsi que la quantité de lignine insoluble à l'acide. Des échantillons, aux conditions

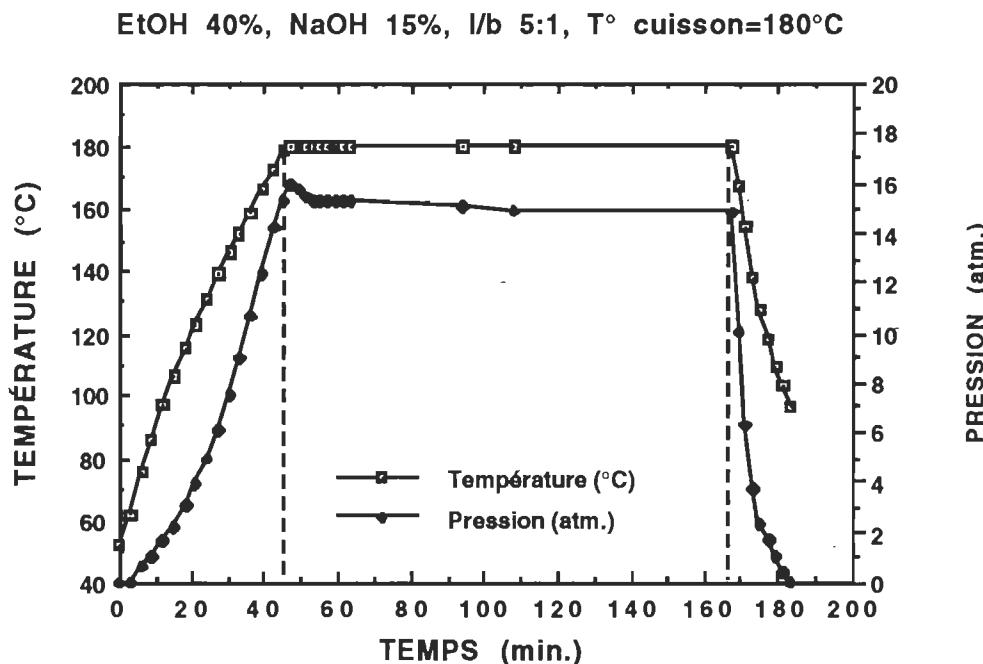
limites, ont été battus jusqu'à un indice d'égouttage donné pour des essais de viscosité (CED) et pour faire le classage des fibres à l'aide des tamis Bauer McNett.

Des échantillons du bois sec ont aussi été analysés pour déterminer la quantité d'extractibles et la quantité de lignine insoluble à l'acide.

Le tableau 3.1 énumère les divers essais utilisés lors de ce projet et les standards utilisés pour effectuer ces essais.

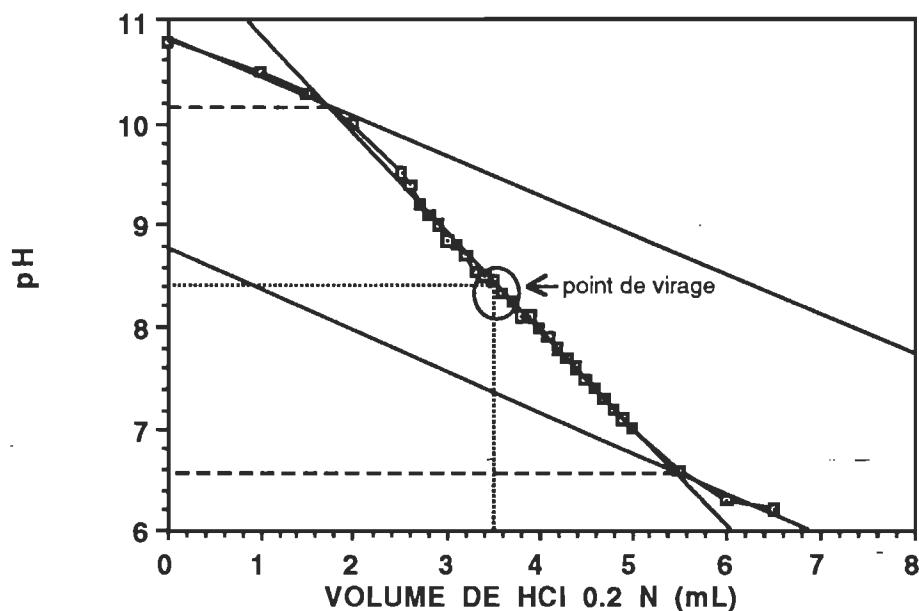


**Figure 3.1** Schéma du réacteur discontinu (modèle M/K 409, M/K Systems Inc.) utilisé pour le prétraitement à la vapeur et les cuissons solvolytique



**Figure 3.2** Courbe de cuisson typique pour une cuisson solvolytique

40% EtOH, 15% NaOH, T° cuisson = 180°C, I/b 5:1

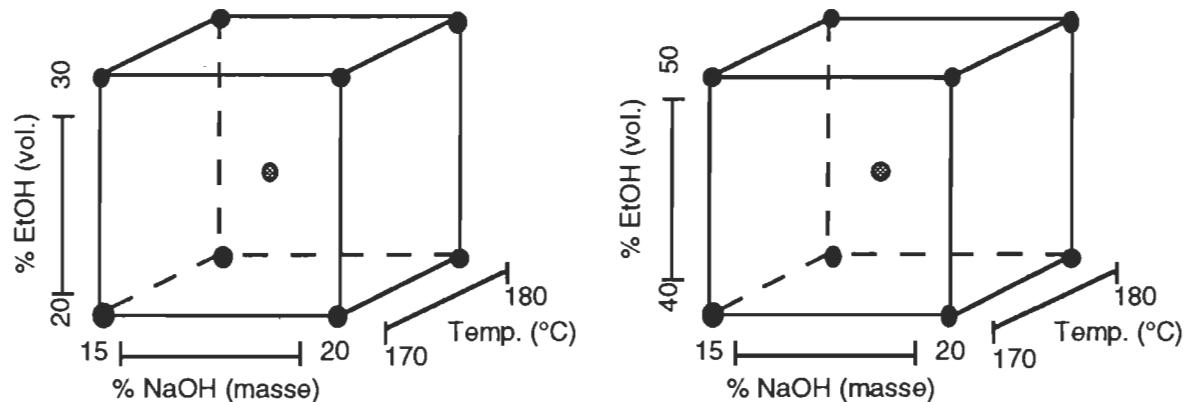


**Figure 3.3** Courbe de titrage acide-base permettant de déterminer le point de virage de la liqueur noire

### 3.5 Analyse statistique

La méthode de l'analyse de variance fût utilisée pour étudier l'effet de l'alcool, de la soude et de la température de cuisson sur les propriétés physiques. Des essais préliminaires ont permis de déterminer les conditions limites qui seraient utilisées pour le plan expérimental. L'expérimentation a été faite selon un plan factoriel en deux blocs ( $2 \times 2^3$ ), chacun ayant deux niveaux et trois paramètres. Les paramètres sont la température, la charge en soude caustique et la charge en éthanol. Les conditions expérimentales sont énumérées au tableau 3.2. On retrouve à la figure 3.4 les schémas des blocs expérimentaux.

Afin d'assurer la validité des résultats, chaque condition a été répétée et les valeurs de rendement, d'alcali résiduel et de nombre de kappa représentent la moyenne obtenue des deux valeurs expérimentales mesurées. Les mesures expérimentales pour les propriétés physiques à chacun des quatre niveaux de raffinage ont servi à développer des équations décrivant la longueur de rupture, l'indice de déchirure, l'indice d'éclatement et le nombre de révolution dans la pile PFI en fonction de l'indice d'égouttage. Les propriétés physiques, indiquées dans ce texte, correspondent à la moyenne des deux valeurs ayant été calculées à partir des équations développées et ce pour un indice d'égouttage de 500 mL. De plus, afin de déterminer l'erreur expérimentale, des cuissons, représentant les conditions moyennes de chacun des blocs, fût répétées à cinq reprises.



**Figure 3.4** Schémas des blocs expérimentaux utilisés au cours de ce projet

<b>Rapport liqueur/bois:</b>	5:1
<b>Temps de montée pour la température de cuisson:</b>	45 - 50 min
<b>Temps de cuisson à la température désirée:</b>	120 min
<b>Température de cuisson:</b>	170 - 180°C
<b>Charge en alcali par rapport à la masse du bois:</b>	15 - 20%
<b>Teneur en alcool par rapport au volume de liqueur:</b>	20 - 50%

**Tableau 3.1** Conditions expérimentales utilisées lors du projet

ESSAI	ACPP	TAPPI
Indice d'égouttage (CSF)	C.1	---
Battage des pâtes (PFI)	C.7	---
Nombre de kappa	G.18	---
Blancheur, opacité	E.1, E.2	---
Main	D.5H	---
Indice de déchirure	D.9	---
Indice d'éclatement	D.8	---
Longueur de rupture	D.6H	---
Lignine insoluble à l'acide (pâte)	G.9	---
Lignine insoluble à l'acide (bois)	G.8	---
Feuilles formettes	C.4	---
Grammage	D.3	---
Epaisseur	D.4	---
Préparation de la feuille	D.12	---
Extraction du bois	G.20	---
Humidité de la feuille	G.3	---
Viscosité (CED)	---	230 om-82
Classification Bauer McNett	---	233 cm-82

Tableau 3.2 Standards utilisés pour les divers essais effectués au cours de cette étude

## CHAPITRE 4

### Résultats et discussion

#### 4.1 Caractérisation de la matière première

Le premier traitement, qu'ont subi les copeaux avant la cuisson, fût le prétraitement à la vapeur. La mesure du pH de la vapeur condensée indique que ce traitement élimine une certaine partie des matières extractibles à l'eau. Le pH de la vapeur baisse de 7.05, avant le prétraitement, à 5.7 après le prétraitement. Malgré le fait que les copeaux aient été séchés à l'air, il reste tout de même une quantité de produits non-volatiles pouvant être extraits du bois à l'eau chaude et ayant un caractère acide. Les produits extraits, suite au prétraitement à la vapeur, n'ont pas été quantifiés.

Suite au prétraitement à la vapeur, il y a la cuisson. La cuisson est une cuisson solvolytique en milieu alcalin. Le terme "solvolytique" implique l'utilisation d'un solvant organique comme principal agent délignifiant. Pour cette étude, le solvant organique était de l'éthanol dénaturé.

Le pouvoir solvant de l'alcool sur la lignine est connu depuis longtemps. L'effet de la soude sur la lignine est aussi bien connu. Cependant, l'effet de l'interaction

des deux réactifs jumelés sur la lignine n'est pas tellement bien connu. La soude caustique seule peut dégrader la cellulose par la réaction de "peeling" (fig. 2.8). Elle peut aussi dégrader la cellulose et la lignine par hydrolyse alcaline (fig. 2.9 et 2.10). Le rôle de l'alcool est de solubiliser la lignine et d'empêcher la condensation (précipitation) des fragments de lignine. Certains des mécanismes qui empêchent la condensation des fragments de lignine ont été présentés au chapitre 2 aux figures 2.11 et 2.12. La littérature indique que l'alcool peut aussi hydrolyser la cellulose. [36, 43] Lorsque l'alcool et la soude caustique sont tous deux présents dans la liqueur de cuisson, il se produit un effet synergique qui accélère le taux de délignification. [39] Cet effet peut être partiellement expliqué du fait que la liqueur de cuisson est moins visqueuse, assurant ainsi une meilleure pénétration à l'intérieur des copeaux. La délignification est améliorée par l'action double de l'alcool et de la soude sur les molécules de lignine. La soude caustique fait gonfler les fibres, ouvrant les pores et permettant une meilleure délignification de la paroi S<sub>2</sub> par l'alcool et la soude.

Avant de traiter les résultats obtenus lors de cette étude, il est nécessaire de caractériser le bois utilisé. L'extraction au dichlorométhane a révélé que les copeaux de bouleau blanc séché à l'air ayant servis à cette étude contenaient 1.3% de matières extractibles. Par la suite, des essais ont été effectués pour déterminer la quantité de lignine, insoluble à l'acide, (aussi appelé lignine de Klason) présente dans les copeaux extraits. Ces essais ont révélé que le bois extrait contenait 19.1% de lignine insoluble à l'acide. Cette valeur concorde très bien avec la valeur de la littérature citée à la section 2.2.1.

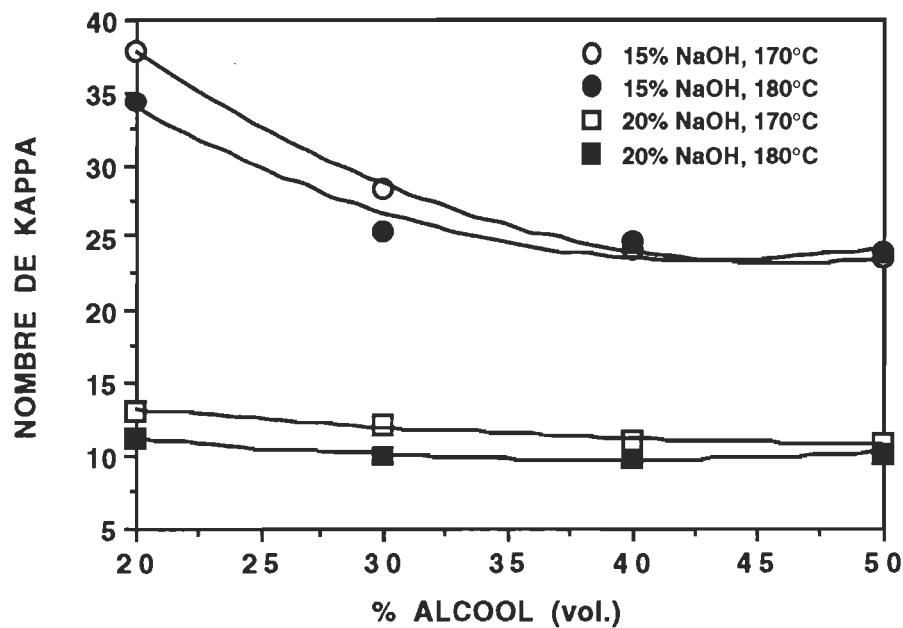
Conséquemment, les copeaux de bouleau blanc extraits contenaient tout au plus 80.1% d'hydrates de carbone. Cette valeur est aussi très près de la valeur rapportée dans la littérature. Les hydrates de carbone comprennent la cellulose et les hémicelluloses.

#### 4.2        **Nombre de kappa, rendement et alcali résiduel**

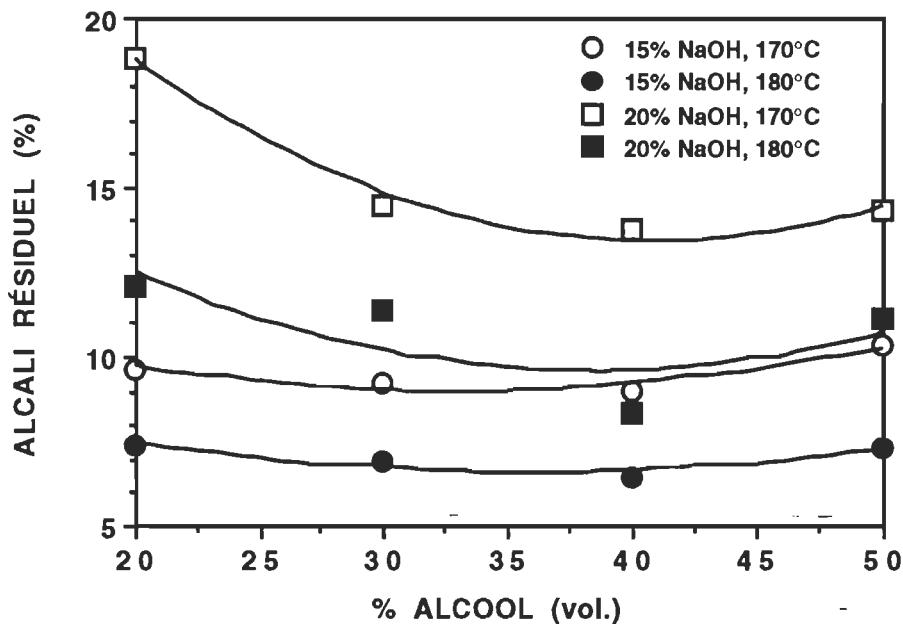
La figure 4.1 illustre l'effet de la concentration en alcool sur le niveau de délignification, tel que représenté par le nombre de kappa. La première observation tirée de cette figure est qu'une charge de 20% en soude caustique produit une pâte qui est mieux délignifiée que celle produite avec 15% NaOH.

On aperçoit sur les courbes représentant les cuissons effectuées avec 20% NaOH, une légère pente négative. Ceci indique que la présence d'alcool dans la liqueur de cuisson aide à la délignification. De plus, une augmentation de la température de cuisson accentue la délignification. Pour ces cuissons, une augmentation de 10°C diminue le nombre de kappa d'environ une unité.

Pour les cuissons effectuées avec 15% NaOH, les pentes des courbes, jusqu'à une concentration de 40% en EtOH, sont beaucoup plus négatives que celles des cuissons utilisant 20% NaOH. Conséquemment, la concentration en alcool a un effet marqué sur le niveau de délignification pour cette charge en alcali. Il faut aussi remarquer sur la figure qu'il y a un plateau pour des concentrations supérieures à 40% en alcool. L'explication offerte par Ivanow et al. est que le



**Figure 4.1** Nombre de kappa en fonction de la concentration en alcool



**Figure 4.2** Pourcentage d'alcali résiduel dans la liqueur noire en fonction de la concentration en alcool

pouvoir hydrolysant de la liqueur de cuisson diminue lorsque la concentration en alcool augmente et que le pouvoir solvant augmente jusqu'à un point maximal après lequel il n'y a plus de délignification poussée. [46] A des concentrations plus élevées en alcool, il y a possibilité de condensation de la lignine, et par conséquent le nombre de kappa peut même augmenter. L'augmentation de la température de cuisson, pour une charge en alcali de 15%, améliore légèrement la délignification jusqu'à un certain point. Pour des concentrations supérieures à 40% EtOH, il apparaît que l'augmentation de la température de cuisson n'est plus bénéfique car on atteint un plateau et on peut même causer une condensation des fragments de la lignine dissoute.

La figure 4.1 se résume donc à ceci; la majeure partie de la délignification, pour les cuissons utilisant 20% NaOH, est réalisée par la soude caustique alors que dans le cas des cuissons utilisant 15% NaOH la délignification est très influencée par l'alcool présent dans la liqueur de cuisson. Cette figure indique aussi que l'augmentation de la température de cuisson est bénéfique à la délignification mais que les gains ne sont pas très importants. Finalement, une charge plus élevée en alcali produit une pâte qui est mieux délignifiée.

La figure 4.2 illustre le pourcentage d'alcali résiduel dans la liqueur noire en fonction de la concentration en alcool. Pour les cuissons effectuées avec 20% NaOH, cette figure indique qu'il y a consommation croissante de soude à mesure que la concentration en alcool augmente, et ce jusqu'à 40% d'EtOH. Cette consommation croissante est due à une meilleure pénétration de la liqueur de cuisson à l'intérieur des copeaux. Cette pénétration améliorée est elle même

causé par une viscosité de liqueur plus faible due à la présence d'alcool . Une meilleure pénétration entraîne une meilleure absorption de la soude par les fibres, ce qui explique la baisse d'alcali résiduel dans la liqueur noire. La soude absorbée peut alors réagir par hydrolyse alcaline ou par réaction de "peeling" sur les hydrates de carbones, les liaisons hydrates de carbones-lignine et la lignine. La soude cause aussi le gonflement des fibres ce qui ouvre les pores, permettant ainsi une meilleure délignification et/ou une dégradation des hydrates de carbones. Une dégradation des hydrates de carbones se traduit en une perte de rendement.

L'augmentation de la température de cuisson augmente beaucoup la consommation en alcali dans le cas des cuissons effectuées avec 20% NaOH. Une des raisons est que la pression du lessiveur augmente et améliore la pénétration de la liqueur de cuisson selon la loi de Poiseuille. De plus, une augmentation de la température de cuisson augmente la vitesse de réaction.

Donc, pour les cuissons faites avec 20% NaOH, une consommation croissante en alcali permet d'obtenir une meilleure délignification (fig. 4.1). Il est possible d'augmenter la consommation en alcali en augmentant la température de cuisson et/ou en augmentant la concentration en alcool jusqu'à une concentration de 40% d'EtOH.

La figure 4.2 indique, pour les cuissons faites avec 15% NaOH, que la consommation en alcali semble peu influencée par la concentration en alcool présente dans la liqueur de cuisson. Ceci laisse croire que la délignification pour

ces cuissons est réalisée partiellement par la soude et principalement par l'alcool tel que l'indique la figure 4.1. L'augmentation de la température de cuisson augmente la consommation en alcali et en même temps améliore légèrement la délignification. Comme c'est le cas pour les cuissons faites avec 20% NaOH, il est possible de croire qu'il y a une pénétration améliorée de la liqueur et une augmentation de la vitesse de réaction.

Étant donné, l'effet peu remarquable de l'alcali sur la délignification pour les cuissons faites avec 15% NaOH, on peut croire que la soude sert à neutraliser les acides formés par l'hydrolyse de la lignine et des hydrates de carbones. Elle servirait aussi à faire gonfler les fibres ce qui aiderait à améliorer la pénétration de la liqueur.

Tel que mentionné au chapitre 3, le pourcentage d'alcali résiduel a été calculé par mesure du pH, suite à un titrage acide-base. Le point de virage a été déterminé graphiquement suite à de nombreux titrages et se situe à un pH de 8.4 (fig. 3.3).

Le calcul de l'alcali résiduel est effectué de la façon suivante:

- volume total de la liqueur noire (C)
- volume de titrant requis pour atteindre le point de virage (A)
- volume de l'échantillon (B)
- calcul de la masse d'alcali résiduel

- rapport entre la masse d'alcali résiduel et l'alcali initial multiplié par 100 donne le % d'alcali résiduel

L'équation se résume comme suit:

$$\frac{\text{Vol. A} \times \text{Molarité A}}{\text{Vol. B}} \times \frac{\text{M.M. B}}{1000 \text{ mL}} \times \text{Vol. C} = \text{g d'alcali résiduel} \quad (3)$$

$$\frac{\text{g d'alcali résiduel}}{\text{charge alcali initiale} \times \text{masse bois}} \times 100\% = \% \text{ d'alcali résiduel} \quad (4)$$

Exemple: Pour la cuisson la première cuisson faite avec 40% d'EtOH et 15% NaOH à une température de cuisson de 180°C on a mesuré le 3000 mL de liqueur noire. Le volume de HCl 0.2 N standard nécessaire pour atteindre un pH de 8.4 était de 3.25 mL et l'échantillon à titrer était de 10 mL.

$$\frac{3.25 \times 0.2}{10} \times \frac{40}{1000} \times 3000 = 7.80 \text{ g d'alcali résiduel}$$

$$\frac{7.80}{0.15 \times 800} \times 100\% = 6.5\% \text{ d'alcali résiduel}$$

La figure 4.3 illustre le rendement brut des cuissons en fonction de la concentration en alcool. La présence d'alcool dans la liqueur de cuisson semble peu influencer la perte de rendement pour une charge donnée en alcali.

L'examen de cette figure indique clairement qu'une charge de 20% en alcali résulte en un rendement de cuisson beaucoup plus faible que l'usage d'une

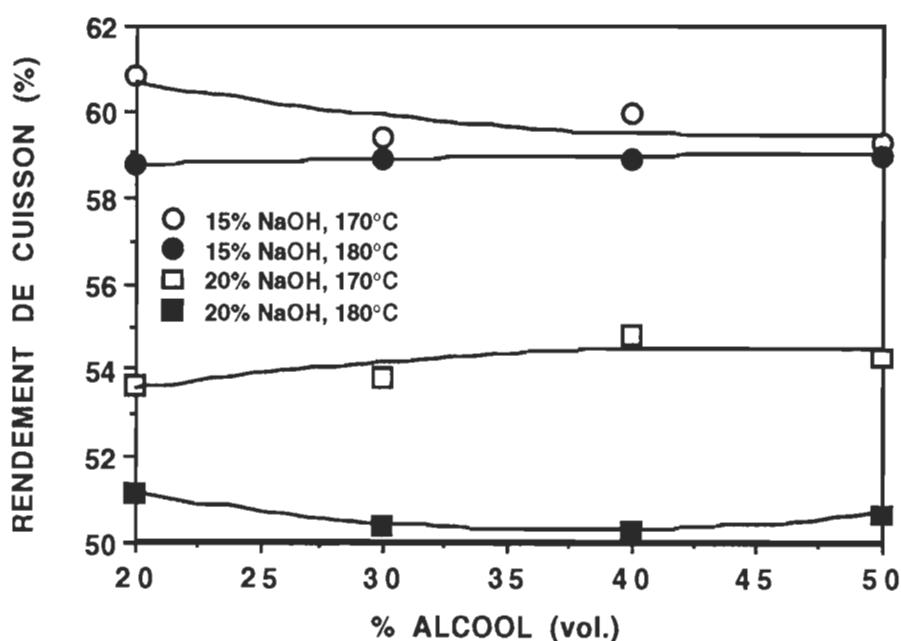
charge de 15% NaOH. Ceci implique qu'en plus d'obtenir une meilleure délignification des copeaux on obtient aussi une perte plus importante en hydrates de carbones due à une hydrolyse alcaline plus sévère à cause de la charge en alcali plus élevée. Ainsi, la charge en alcali a un effet très important sur le rendement de cuisson.

En comparant les cuissons effectuées avec 20% NaOH, on note une baisse importante du rendement lorsque la température de cuisson est augmentée de 170 à 180°C, soit environ 4%. L'augmentation de la température de cuisson cause une perte importante en hydrates de carbone pour peu de gain en délignification (environ 1 point en terme de nombre de kappa tel qu'indiqué à la fig. 4.1). L'hydrolyse alcaline, dans ce cas, est accentuée par l'augmentation de la température de cuisson.

Lorsque 15% NaOH est utilisé, l'écart entre les rendements des cuissons produites à 170 et 180°C est beaucoup moins important. Dans ce cas, il semble que l'augmentation de la température de cuisson soit moins néfaste pour la perte en hydrates de carbones pour un même gain en délignification (1 point). Donc, il est possible de croire que l'alcali, dans ce cas, sert plutôt à la neutralisation des acides formés et non à une hydrolyse sévère des hydrates de carbones.

Tel que vue précédemment à la figure 4.2, lorsque la température de cuisson augmente, la consommation en alcali augmente. Cette augmentation de la température de cuisson entraîne aussi une perte de rendement qui est causé par

une consommation accrue de l'alcali qui hydrolyse les hydrates de carbones. Selon la loi d'Arrhénius, une augmentation de 10°C de la température de réaction double la vitesse de réaction. [47] Pour les cuissons utilisant 20% NaOH, il y a un excès important d'ions hydroxyles pouvant hydrolyser la cellulose et les hémicelluloses. Donc, lorsque la température de cuisson augmente, l'excès d'ions agit et cause des pertes plus importantes en hydrates de carbone. Dans le cas des cuissons utilisant 15% NaOH, l'excès d'ions est plus faible et provoque ainsi des pertes moins importantes en hydrates de carbone.



**Figure 4.3 Rendement brut des cuissons en fonction de la concentration en alcool**

Des mesures sur la quantité de lignine insoluble à l'acide (lignine de Klason) permettent de déterminer la quantité de lignine restante dans la pâte. De cette quantité, il est possible de calculer, par différence, le contenu en hydrates de

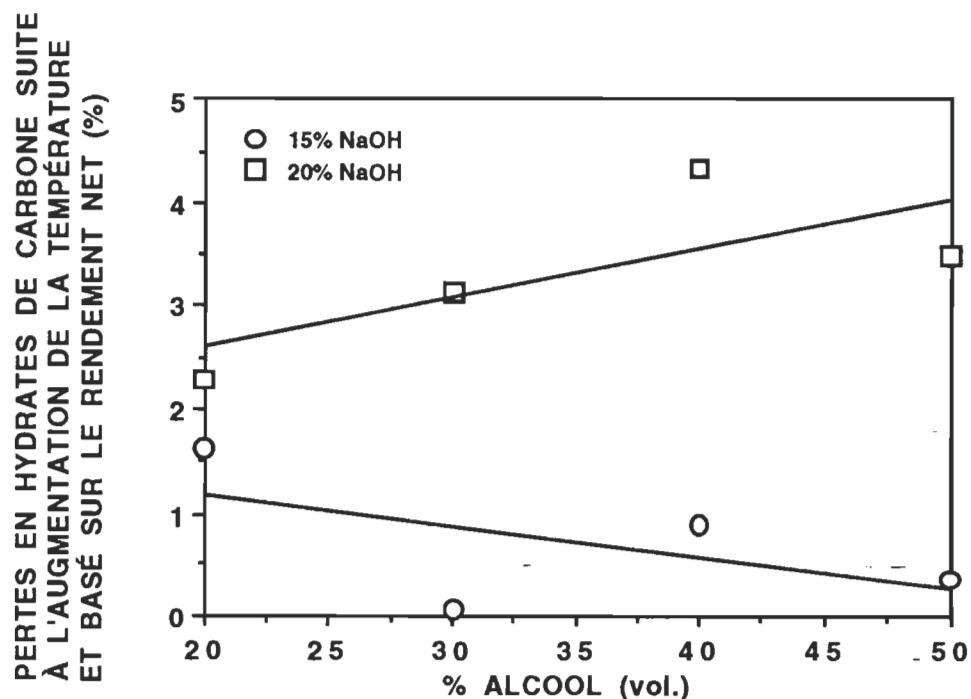
carbone d'une pâte.

La figure 4.4 illustre l'importance de l'effet de l'augmentation de la température de cuisson sur les pertes en hydrates de carbone. Cette figure illustre la perte nette en hydrates de carbone pour les cuissons utilisant 15 et 20% NaOH en fonction de la concentration en alcool. Pour les cuissons faites avec 20% NaOH, on constate immédiatement que les pertes en hydrates de carbone, causées par l'augmentation de la température de cuisson, deviennent de plus en plus importantes à mesure que la concentration en alcool augmente. La cause de ces pertes est attribuable à une meilleure imprégnation des copeaux, résultant en une meilleure absorption de l'alcali. Cette absorption accrue augmente les pertes en hydrates de carbone par hydrolyse alcaline. De plus, il a été mentionné auparavant que la délignification avec cette charge en alcali était principalement due à la présence d'alcali et non à la présence de l'alcool. L'augmentation de la température cause beaucoup moins de pertes en hydrates de carbone pour les cuissons faites avec 15% NaOH. On constate qu'à une faible concentration en alcool, la délignification est effectuée par l'alcali et l'alcool mais à mesure que la concentration en alcool augmente il devient évident que l'alcool agit comme principal agent délignifiant. Lorsque ceci se produit, il apparaît que la soude ne sert qu'à neutraliser une partie des acides libérés par l'hydrolyse et à gonfler les fibres.

La perte en hydrates de carbone est la différence entre le rendement net à 170°C et le rendement net à 180°C. Le rendement net est calculé en soustrayant du rendement brut, la quantité de lignine restante dans la pâte. La quantité de

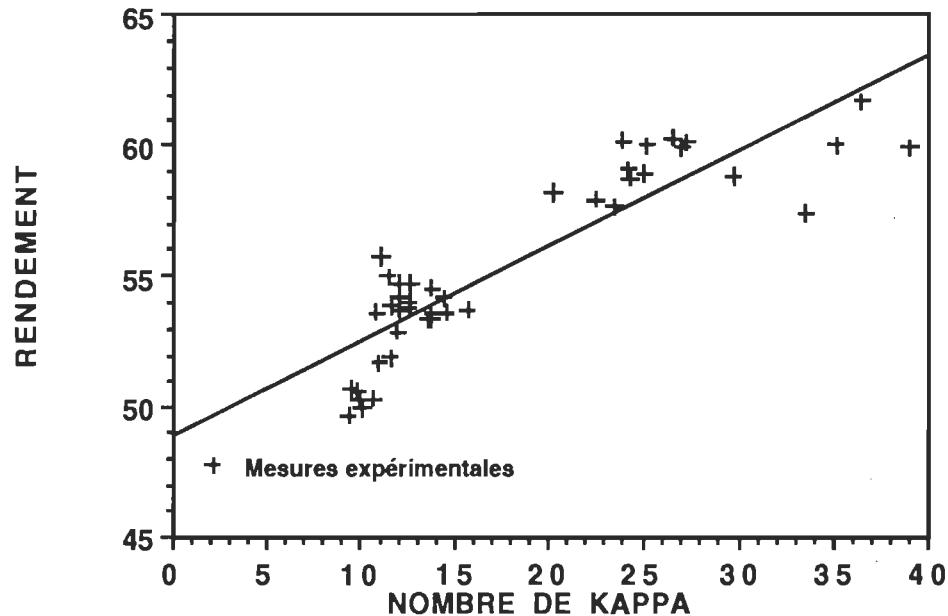
lignine a été calculé en multipliant le nombre de kappa par un facteur de 0.134. Ce facteur a été déterminé expérimentalement à partir d'essais sur la quantité de lignine insoluble à l'acide. Un exemple du calcul des pertes en hydrates de carbone est présenté ci-bas pour les pâtes solvolytique produites utilisant 15% NaOH et 40% EtOH.

Température de cuisson (°C)	170	180
Rendement brut	59.7	58.9
Nombre de kappa	24.1	24.7
%lignine= Nombre de kappa x 0.134	3.23	3.31
Rendement net	56.47	55.6
% pertes H.C. = Rendement net (170°C) - Rendement net (180°C) = 0.88		



**Figure 4.4** Pertes en hydrates de carbone en fonction de la concentration en alcool

La figure 4.5 illustre le rendement de cuisson en fonction du nombre de kappa. Cette figure indique clairement que plus la pâte solvolutique est délignifiée, plus le rendement de cuisson sera faible.



**Figure 4.5 Rendement de cuisson en fonction du nombre de kappa**

#### 4.3 Propriétés physiques

L'examen des propriétés physiques permettra de démontrer s'il y a ou non dégradation de la cellulose et des hémicelluloses lorsqu'on utilise 20% NaOH. Cet examen permettra aussi de vérifier si une température de cuisson plus élevée est bénéfique ou non pour l'obtention de propriétés physiques améliorées. L'influence de la concentration en alcool sur les propriétés

physiques sera aussi examinée. D'autre part, il sera possible de vérifier et ainsi confirmer si l'alcool a un effet hydrolysant sur la cellulose.

Il est important de mentionner que l'hydrolyse de la cellulose n'implique pas nécessairement une perte de rendement. L'hydrolyse peut tout simplement causer une dépolymérisation qui se manifeste par une perte de viscosité. Une légère perte de viscosité influence peu la perte de propriétés physiques. Selon la littérature il semble que la perte de propriétés débute lorsque la viscosité baisse en déça de 20 cP. Donc, une hydrolyse sévère cause une importante perte des propriétés physiques, soit l'indice d'éclatement, la longueur de rupture et l'indice de déchirure. [48]

Des mesures de viscosité ont confirmé qu'il y a hydrolyse de la cellulose à mesure que la concentration en alcool augmente dans la liqueur de cuisson pour une charge fixe en alcali. L'augmentation de la charge en alcali cause aussi une hydrolyse de la cellulose. Ces essais ont finalement montré qu'il y a hydrolyse de la cellulose lorsque la température de cuisson augmente. L'hydrolyse, causée par l'augmentation de la température de cuisson, peut être expliquée par une augmentation de la vitesse de réaction. Cette augmentation accélère l'hydrolyse et se répercute par une perte de viscosité et de certaines propriétés physiques si elle est trop importante. Le tableau 4.1 indique les valeurs de viscosités mesurées pour les pâtes produites aux conditions limites. En résumé, l'augmentation de chacun des trois paramètres étudiés, lors de ce projet, produit une augmentation de l'hydrolyse de la cellulose.

Essai	Viscosité (cP)
20-15-170	40.78
50-15-170	23.42
20-20-180	10.94
50-20-180	6.28

Code: %EtOH-%NaOH-Temp.

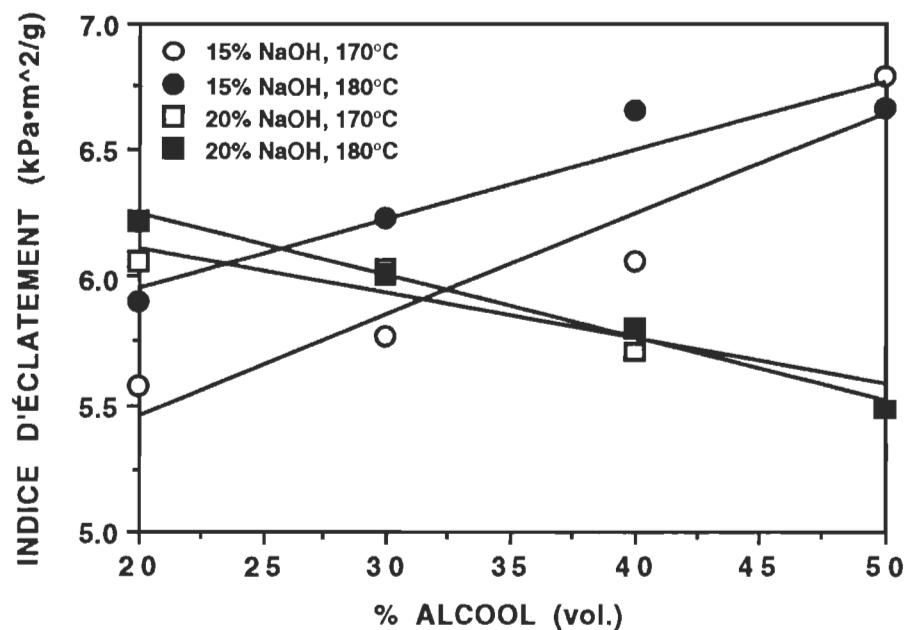
**Tableau 4.1 Mesures de viscosité pour les pâtes produites utilisant les conditions de cuissons limites.**

A la figure 4.6 est illustré l'indice d'éclatement en fonction de la concentration en alcool pour un indice d'égouttage de 500 mL. Immédiatement, on note que cette propriété chute à mesure que la concentration en alcool augmente pour les cuissons utilisant 20% NaOH.

On confirme ainsi que 20% NaOH est une charge trop élevée et que la cellulose subie une hydrolyse importante en plus d'une perte élevée en hydrates de carbone, résultant en un rendement de cuisson faible. De plus, à cette charge en alcali, une augmentation de la température de cuisson cause une baisse additionnelle de l'indice d'éclatement pour des concentrations en alcool supérieure à 40% d'EtOH.

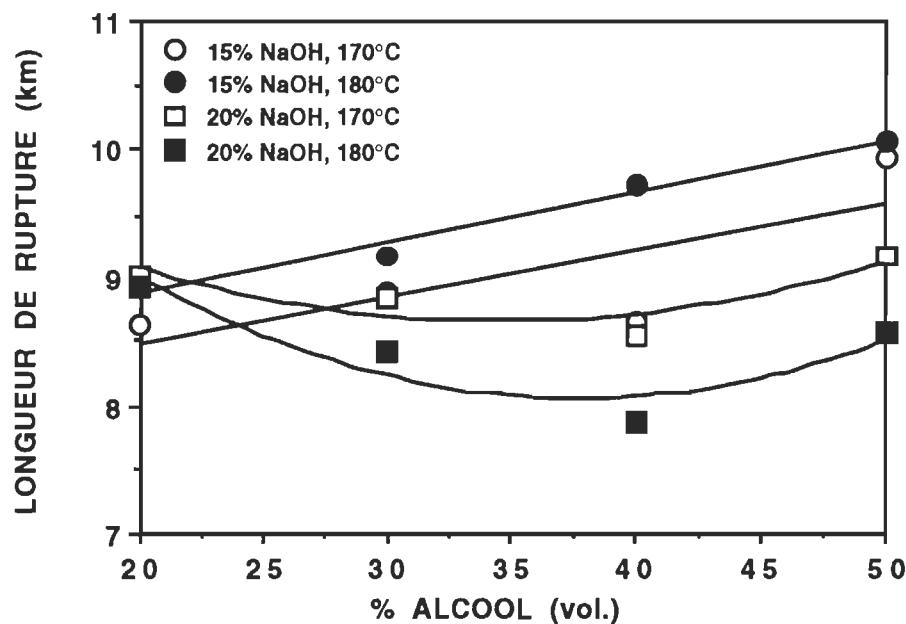
L'utilisation de 15% NaOH et des concentrations croissantes en alcool améliore l'indice d'éclatement. L'augmentation de la température de cuisson de 170 à 180°C augmente aussi cet indice. Cette amélioration de l'indice peut être expliquée par une meilleure délignification de la pâte. Une meilleure délignification entraîne un assouplissement et un gonflement des fibres, ce qui augmente les contacts interfibres et par le fait même l'indice d'éclatement. [49]

Du tableau 4.1 on remarque qu'il y a hydrolyse de la cellulose avec une concentration croissante en alcool. Cette hydrolyse n'est cependant pas suffisamment importante pour causer une perte importante des propriétés physiques car la viscosité demeure tout de même assez élevée.



**Figure 4.6** Indice d'éclatement en fonction de la concentration en alcool à un indice d'égouttage de 500 mL

La figure 4.7 illustre la longueur de rupture en fonction de la concentration en alcool pour un indice d'égouttage de 500 mL. Pour les cuissons effectuées avec 20% NaOH, la longueur de rupture diminue à mesure que la concentration en alcool augmente. On remarque aussi que l'augmentation de la température de cuisson cause une baisse de la longueur de rupture. Cette diminution est due à l'hydrolyse de la cellulose et à une perte élevée en hydrates de carbone.



**Figure 4.7 Longueur de rupture en fonction de la concentration en alcool à un indice d'égouttage de 500 mL**

Pour les cuissons effectuées avec 15% NaOH, la longueur de rupture augmente à mesure que la concentration en alcool augmente. Une température de cuisson plus élevée aide aussi à rehausser la longueur de rupture. A cause de la haute température de cuisson et du fait que la concentration en alcool soit élevée, il se développe une pression élevée à l'intérieur du lessiveur. Ainsi, l'alcali peut faire gonfler les fibres davantage, et assurer une meilleure pénétration, ce qui par la suite les rend plus aptes au battage. Le battage augmente le taux de fibrillation et ainsi la surface spécifique des fibres. Conséquemment la longueur de rupture augmente car elle est fonction de la surface spécifique. Tel qu'indiqué au tableau 4.1, cette charge en alcali génère des pâtes ayant une viscosité suffisamment élevée afin de conserver de bonnes propriétés papetières.

Lorsque la longueur de rupture et l'indice d'éclatement augmente, généralement l'indice de déchirure diminue. La figure 4.8 montre bien que l'indice de déchirure, à un indice d'égouttage de 500 mL, baisse en fonction de la concentration en alcool pour tous les cas. Cette tendance est d'autant plus vraie que la température de cuisson est élevée. A 170°C, on note que l'utilisation de 15% ou 20% NaOH ne semble pas influencer l'indice de déchirure de façon significative car l'indice, dans chacun des cas, demeure semblable. Cependant, lorsque la température de cuisson augmente à 180°C, une baisse importante de cet indice apparaît, pour les cuissons faites avec 20% NaOH. A nouveau, il est démontré que la haute température accélère et accentue l'hydrolyse des hydrates de carbone. L'indice de déchirure chute beaucoup moins pour les cuissons utilisant 15% NaOH lorsque la température de cuisson passe de 170 à 180°C car l'hydrolyse est moins sévère.

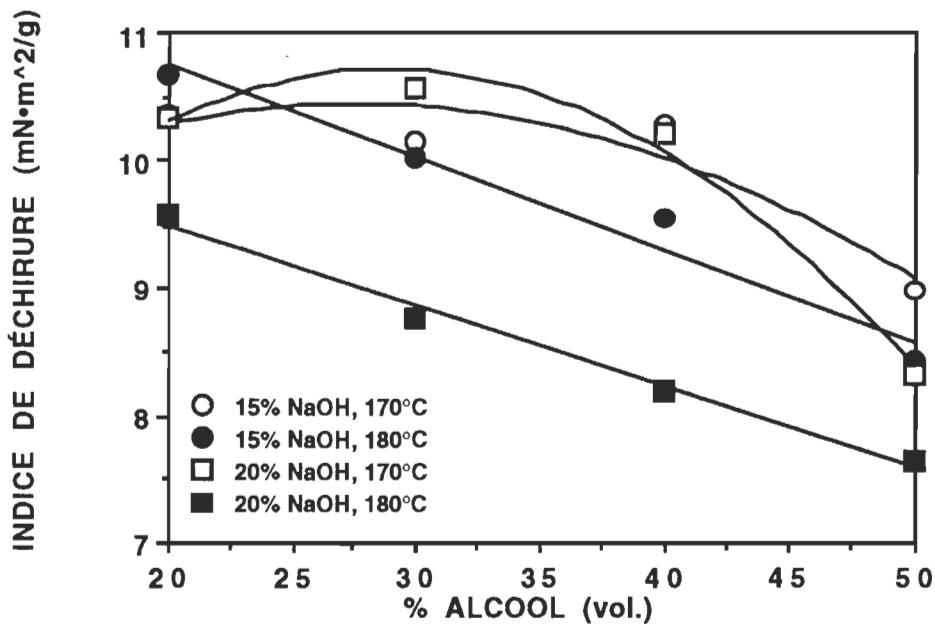
L'étape suivante est l'examen du nombre de révolutions requis afin de battre la pâte à un indice d'égouttage donné. La figure 4.9 illustre le nombre de révolutions requis pour atteindre un indice d'égouttage de 500mL en fonction de la concentration en alcool. Cette figure indique que les cuissons faites avec 20% NaOH nécessite moins de battage que les cuissons faites avec 15% NaOH. Ceci s'explique par une délignification plus prononcée, donc les fibres sont plus faciles à séparer, et du fait elles sont aussi plus gonflées, donc plus aptes au battage. Le nombre de révolutions requis afin de battre la pâte à un indice d'égouttage donné baisse à mesure que la concentration en alcool augmente pour les cuissons à 20% NaOH et davantage lorsque la température de cuisson augmente. La raison est que les fibres deviennent plus gonflées et sont alors

plus faciles à battre et à fibriller. Cette fibrillation accrue augmente la surface spécifique ce qui fait baisser l'indice d'égouttage.

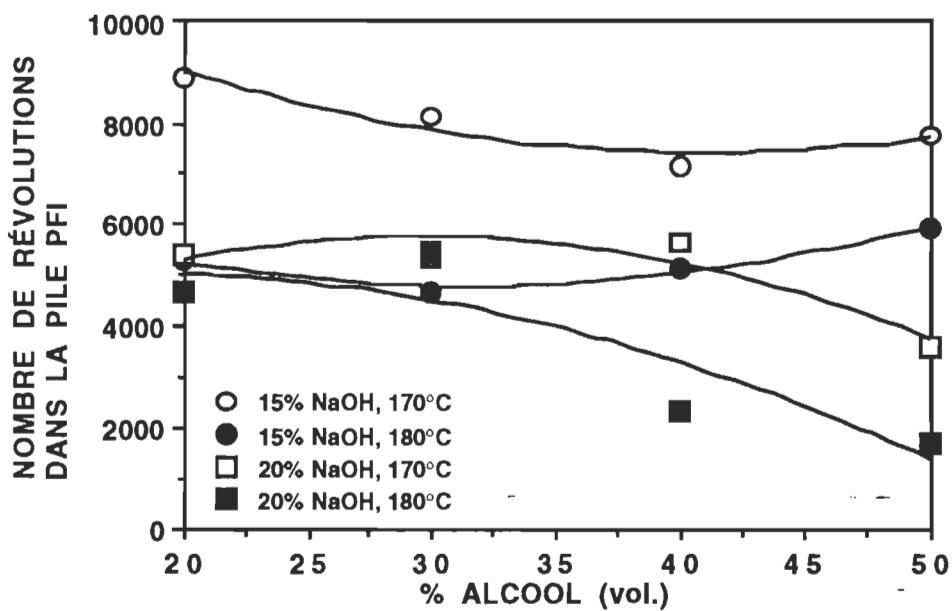
---

Pour les cuissons utilisant 15% NaOH l'effet est différent. Le nombre de révolutions passe d'abord par un minimum pour ensuite augmenter. La concentration d'alcool au minimum des courbes, pour chacune des températures de cuisson, correspond assez bien au minimum des courbes de délignification présenté à la figure 4.1 soit à une concentration de 40% en EtOH. Ce phénomène peut être expliqué du fait qu'il y a condensation des fragments lignine sur les fibres lorsque la concentration en alcool est trop élevée, ce qui rend plus difficile le battage car celles-ci deviennent plus rigides. On constate à partir de la figure 4.9 que le nombre de révolutions requis pour atteindre un indice d'égouttage de 500 mL pour les pâtes produites avec 15% NaOH et une température de cuisson de 180°C est moindre que celui nécessaire pour les cuissons effectuées à 15% NaOH et 170°C. Ceci est dû au fait que les fibres sont plus gonflées dû à une absorption plus élevée en alcali et sont conséquemment plus souples.

Le tableau 4.2 indique les valeurs mesurées, suite à la classification Bauer-McNett, des pâtes préparées aux conditions limites. Il y a eu tentative de battre les pâtes jusqu'à un indice d'égouttage de 500 mL en utilisant le nombre de révolutions calculé à partir des équations développées et qui seront présentées au chapitre 5 à la section 5.3. On note qu'il y a beaucoup de variation entre l'indice d'égouttage mesuré et l'indice d'égouttage désiré. L'indice d'égouttage pour la condition utilisant 50% d'éthanol dénaturé, 20% NaOH et



**Figure 4.8** Indice de déchirure en fonction de la concentration en alcool à un indice d'égouttage de 500 mL



**Figure 4.9** Nombre de révolutions requis pour atteindre un indice d'égouttage de 500 mL en fonction de la concentration en alcool

une température de cuisson de 180°C est la plus erroné. La raison est que le nombre de révolutions requis pour battre la pâte a été extrapolé et non interpolé comme est le cas pour toutes les autres conditions de cuisson. Malgré cette faiblesse, il est possible de constater que l'augmentation de la concentration en alcool de 20 à 50%, pour les cuissons utilisant 20% NaOH, diminue la fraction L28 alors que la fraction L48 augmente. La figure 4.10 illustre bien cette observation en utilisant la moyenne des valeurs mesurées lors de l'étude expérimentale. Ceci permet de suggérer qu'il y a une hydrolyse des fibres cellulosiques. Dans ce cas, l'hydrolyse est due à la présence d'alcool et ceci a été confirmé par des mesures de viscosité. Conséquemment le nombre de révolutions nécessaire pour atteindre un CSF de 500 mL baisse. On sait que l'indice d'égouttage est fonction de la longueur de la surface spécifique et de la longueur des fibres. Dans le cas des cuissons utilisant 20% NaOH et 50% EtOH, on obtient une fraction L28 moins importante, donc des fibres plus courtes. De plus, cet essai a été effectué sur des pâtes ayant un CSF plus élevé que prévu. Il est donc possible de croire que si le CSF était vraiment de 500 mL que la fraction L28 serait encore plus faible.

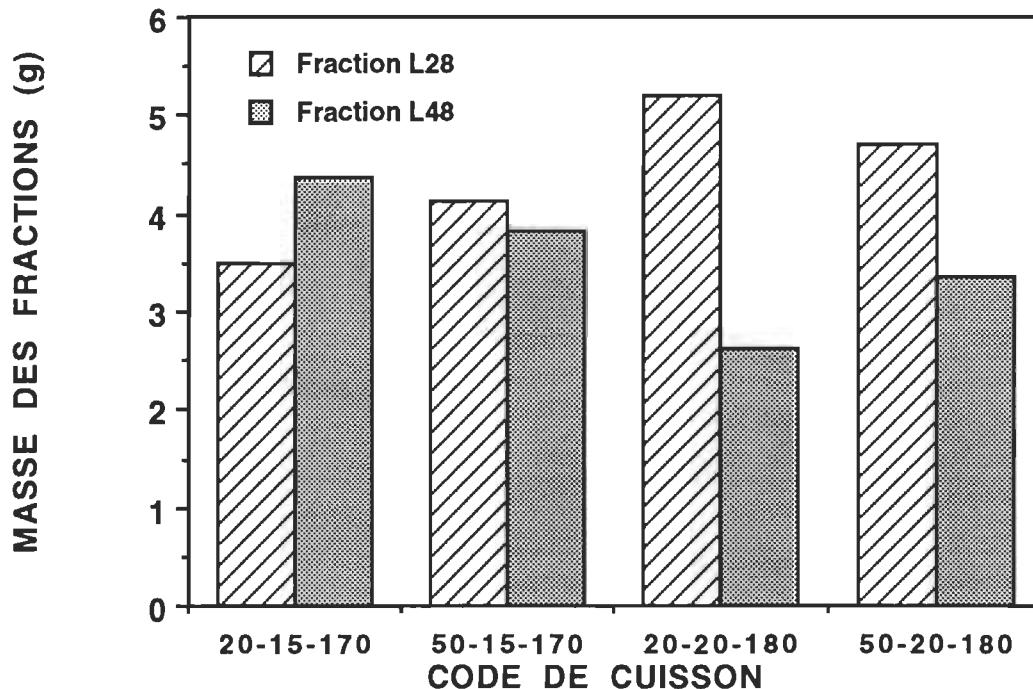
Pour les cuissons utilisant 15% NaOH, l'augmentation de la concentration en alcool semble beaucoup moins néfaste. Pour ce cas, la pâte produite avec 50% d'EtOH est beaucoup mieux délinifiée que celle produite avec 20% d'EtOH. Conséquemment, les fibres seront plus faciles à séparer et la fraction L28 devrait être plus importante pour la cuisson faite avec 50% d'EtOH que pour celle faite avec 20% d'EtOH. La figure 4.10 illustre bien ce phénomène.

Essai	CSF (mL)	L14 (g)	L28 (g)	L48 (g)	L100 (g)	L200 (g)	P200 (g)
20-15-170-2	528	0	3.05	4.68	1.31	0.20	0.76
50-15-170-2	475	0.01	4.32	3.63	1.07	0.16	0.81
20-20-180-2	498	0	5.14	2.05	1.86	0.02	0.93
50-20-180-2	588	0	4.74	3.32	1.06	0.22	0.66

Code: %EtOH-%NaOH-Temp.-essai

**Tableau 4.2 Masses des fractions suite au classage sur l'appareil Bauer McNett**

Une dernière observation est que l'utilisation de 20% NaOH et une température de cuisson de 180°C facilite la défibration plus que la combinaison 15% NaOH et 170°C. De la figure 4.10, on remarque que la fraction L28 est beaucoup plus importante à une concentration en alcool donnée pour les cuissons faites avec 20% NaOH que pour celles faites avec 15% NaOH. D'autre part, la fraction L48 des cuissons utilisant 15% NaOH à une température de 170°C est plus importante que celle des cuissons utilisant 20% NaOH et une température de 180°C. Une raison pouvant expliquer ce phénomène est que les fibres produites avec 15% NaOH et une température de cuisson de 170°C sont plus rigides et nécessite plus de battage dans la pile PFI car elles sont moins bien délinéifiées. Ce battage additionnel coupe les fibres, diminuant ainsi la fraction L28 au profit de la fraction L48.



**Figure 4.10      Fractions L28 et L48 des pâtes solvolytiques produites aux conditions limites**

#### 4.4              Conditions de cuisson recommandées

Suite à la revue des données expérimentales, les conditions de cuisson recommandées par rapport au champ d'étude ont pu être déterminées.

Une cuisson utilisant 15% NaOH semble adéquate pour rehausser les propriétés physiques sans trop endommager la cellulose ou les hémicelluloses. La concentration en éthanol dénaturé devrait être de 40% car une concentration plus élevée n'aide pas à pousser la délignification. Une concentration inférieure

ne permet pas d'atteindre les meilleures propriétés physiques possibles. Aussi, lorsque la concentration en alcool est de 40% et plus, il est facile d'obtenir un courant de vapeur condensée clair lors de la purge du lessiveur, facilitant ainsi la récupération de l'alcool. A des concentrations en alcool plus faible, il est à peu près impossible d'obtenir un courant de vapeur condensée non-contaminée par de la liqueur noire.

Pour les cuissons effectuées avec 15% NaOH, 40% éthanol dénaturé et une température de 180°C, on obtient un indice d'éclatement et une longueur de rupture nettement plus élevée que lorsque la température de cuisson est de 170°C. Ces conditions de cuisson permettent d'obtenir une pâte qui a un bon niveau de délimification. A ces mêmes conditions, la haute température de cuisson permet de diminuer le nombre de révolutions requis pour obtenir un indice d'égouttage donné. L'augmentation de la température de cuisson cause une légère baisse de l'indice de déchirure mais celle-ci demeure tout de même acceptable. Pour cette étude une température de cuisson de 180°C semble donc la mieux appropriée.

Le tableau 4.3 résume les conditions de cuisson recommandées qui sont une charge en alcali de 15% par rapport à la masse de bois, une concentration en éthanol dénaturé de 40% par rapport au volume de liqueur utilisé et une température de cuisson de 180°C. Cette température de cuisson devrait être maintenue pendant une période de 120 minutes et le rapport liqueur/bois devrait être de 5 pour 1.

<b>Rapport liqueur/bois:</b>	<b>5:1</b>
<b>Temps de monté pour la température de cuisson:</b>	<b>45 - 50 min</b>
<b>Temps de cuisson à la température désirée:</b>	<b>120 min</b>
<b>Température de cuisson:</b>	<b>180°C</b>
<b>Charge en alcali par rapport à la masse du bois:</b>	<b>15%</b>
<b>Teneur en alcool par rapport au volume de liqueur:</b>	<b>40%</b>

**Tableau 4.3      Conditions de cuisson recommandées**

#### **4.5           Comparaison entre la pâte solvolytique et la pâte kraft**

Ayant trouvé les conditions de cuisson recommandables pour la mise en pâte par solvolyse du bouleau blanc, il fallait alors comparer cette pâte à une pâte kraft. Pour l'étude, il a été décidé qu'il valait mieux comparer les deux procédés sur une base d'alcali actif constante ainsi qu'à un niveau de délignification semblable. Des cuissons kraft ont donc été réalisés avec des copeaux de bouleau blanc provenant du même lot que ceux utilisés pour les cuissons solvolytiques. Pour la cuisson kraft ayant la même charge en alcali actif, le niveau d'alcali actif utilisé était de 11.63% Na<sub>2</sub>O et le niveau de sulfidité 25%. Une charge de 11.63% Na<sub>2</sub>O est équivalente à une charge de 15% NaOH. Le niveau de sulfidité choisi représente un niveau qui est utilisé dans une usine de pâte kraft. La cuisson kraft ayant le même niveau de délignification utilisait un niveau d'alcali actif de 14.28% Na<sub>2</sub>O (18.43% NaOH) et un niveau de sulfidité de 22.3%. La durée des cuissons était de 120 minutes avec un rapport liqueur/bois égal à 5:1 et une température de cuisson de 170°C. Cette température de cuisson est semblable à celle qui est utilisée dans une usine de pâte kraft. Les

résultats obtenus sont reproduits au tableau 4.4. La première constatation est que la cuisson faite avec le procédé de solvolysé développe une pression de vapeur élevée à l'intérieur du lessiveur d'environ 16 atm. (235 psig) comparativement à une pression de 7.8 atm. (115 psig) pour le procédé kraft. Ceci implique, qu'advenant une conversion d'un procédé kraft à un procédé de solvolysé, qu'il sera nécessaire de réviser certains lessiveurs pour la limite maximale de pression permise. Cette pression élevée a un effet bénéfique car elle permet une meilleure pénétration de la liqueur de cuisson à l'intérieur des copeaux et ainsi une meilleure délignification par les produits chimiques. Cet aspect a déjà été traité au chapitre 2 à la section 2.4.1.

On remarque que lorsque la charge en alcali actif est semblable, la cuisson kraft a un rendement brut plus élevé que la cuisson solvolytique produite aux conditions de cuisson recommandées, mais, par contre, la pâte kraft résultante est beaucoup moins délignifiée.

La présence d'alcool dans la liqueur de cuisson a effectivement un effet sélectif sur la délignification lorsque l'on considère que les deux procédés ont été mis en pâte avec la même charge en alcali actif. La température de cuisson n'est pas la même dans chacun des cas. Cependant, il a été démontré plutôt, à l'aide de la figure 4.1, que l'augmentation de la température de cuisson pour le procédé de solvolysé influence très peu le niveau de délignification à cette concentration en alcool. Donc, la pâte solvolytique, ayant été produite avec la même charge en alcali actif et une température de cuisson de 170°C, est tout de même mieux délignifiée que la pâte kraft. Le tableau 4.4 indique clairement cette observation.

	Solvolyse	kraft	Solvolyse	kraft
	40-15-180	11.6% A.A.	40-15-170	14.3% A.A.
	25% Sulf.		22.3% Sulf.	
<b>Température de cuisson (°C):</b>	<b>180</b>	<b>170</b>	<b>170</b>	<b>170</b>
<b>Temps de cuisson (min):</b>	<b>120</b>	<b>120</b>	<b>120</b>	<b>120</b>
<b>% Alcali actif. (Na<sub>2</sub>O):</b>	<b>11.63</b>	<b>11.63</b>	<b>11.63</b>	<b>14.28</b>
<b>% Éthanol:</b>	<b>40</b>	<b>-----</b>	<b>40</b>	<b>-----</b>
<b>% Sulfidité:</b>	<b>-----</b>	<b>25</b>	<b>-----</b>	<b>22.3</b>
<b>Pression du lessiveur à la T° (atm.):</b>	<b>16</b>	<b>7.8</b>	<b>13.5</b>	<b>7.8</b>
<b>Rendement brut (%):</b>	<b>58.9</b>	<b>62.5</b>	<b>59.7</b>	<b>56.0</b>
<b>Rendement net sans lignine (%):</b>	<b>57.0</b>	<b>57.9</b>	<b>57.8</b>	<b>54.7</b>
<b>Nombre de kappa:</b>	<b>24.7</b>	<b>55.2</b>	<b>24.1</b>	<b>19.8</b>
<b>PROPRIÉTÉS PHYSIQUES ET OPTIQUES</b>				
<b>Indice d'égouttage (mL):</b>	<b>500</b>	<b>500</b>	<b>500</b>	<b>500</b>
<b>Révolutions:</b>	<b>5143</b>	<b>5730</b>	<b>7141</b>	<b>4689</b>
<b>Blancheur (%):</b>	<b>24.5</b>	<b>18.55</b>	<b>26.6</b>	<b>25.55</b>
<b>Opacité (%):</b>	<b>98.7</b>	<b>99.5</b>	<b>98.3</b>	<b>97.75</b>
<b>Main (cm<sup>3</sup>/g):</b>	<b>1.49</b>	<b>1.57</b>	<b>1.52</b>	<b>1.44</b>
<b>Indice d'éclatement (kPa•m<sup>2</sup>/g):</b>	<b>6.65</b>	<b>7.52</b>	<b>6.06</b>	<b>7.45</b>
<b>Indice de déchirure (mN•m<sup>2</sup>/g):</b>	<b>9.56</b>	<b>8.64</b>	<b>10.28</b>	<b>8.74</b>
<b>Longueur de rupture (km):</b>	<b>9.73</b>	<b>10.49</b>	<b>8.66</b>	<b>10.70</b>

**Tableau 4.4 Comparaison entre pâtes solvolytiques et pâtes kraft**

Ainsi, on vient de confirmer expérimentalement l'effet synergique qui existe entre l'alcali et l'alcool, mentionné par Marton. [39] Ceci a été démontré en examinant le niveau de délignification des pâtes produites, utilisant deux procédés différents, mais ayant la même charge en alcali actif.

Des essais sur la quantité de lignine insoluble à l'acide ont permis de calculer le rendement net des cuissons. Il ressort de ces essais que le rendement net de la cuisson solvolytique produite à partir des conditions de cuisson recommandées est similaire à celui d'une cuisson kraft lorsque la charge en alcali actif est la même. Le rendement net de la cuisson solvolytique est de 57.0% comparativement à 57.9% pour la cuisson kraft. Il est important de rappeler que la température de cuisson est plus élevée pour la pâte solvolytique produite aux conditions recommandées. Lorsque la température de cuisson pour le procédé solvolytique est la même que celle utilisée pour produire la pâte kraft, le rendement net est à peu près identique, soit 57.8%. A nouveau, il est démontré que le procédé de solvolyse est plus sélectif pour la délignification. Ceci permet d'avancer qu'afin d'atteindre le même niveau de délignification avec le procédé kraft, il y aura des pertes plus importantes en hydrates de carbone, diminuant ainsi le rendement net. Il est alors possible d'affirmer que le procédé kraft hydrolyse plus les hydrates de carbone que le procédé de solvolyse. Le tableau 4.4 indique que lorsque le niveau de délignification est semblable, le rendement net du procédé kraft est inférieur à celui du procédé de solvolyse, soit 54.7% comparativement à 57.0%. La concentration plus élevée de la liqueur de cuisson kraft attaque davantage les hydrates de carbone, baissant ainsi le rendement tel que mentionné à la section 2.4.3.2.

Les calculs du rendement net pour les pâtes solvolytiques ont été faits à l'aide des équations suivantes:

$$\text{Nombre de kappa} \times 0.134 = \% \text{ lignine} \quad (5)$$

$$\% \text{ hydrates de carbone} = 100 - \% \text{ lignine} \quad (6)$$

$$\text{Rendement net (\%)} = \text{Rendement brut (\%)} \times \% \text{ hydrates de carbone}/100\% \quad (7)$$

Exemple: Pour la première cuisson faite avec 40% d'EtOH et 15% NaOH à une température de cuisson de 180°C, on a mesuré le Nombre de kappa comme étant 24.7 et le rendement brut de la cuisson comme étant 58.9%

$$24.7 \times 0.134 = 3.31\%$$

$$\% \text{ hydrates de carbone} = 100 - 3.31 = 96.69\%$$

$$\text{Rendement net (\%)} = 58.9 \times 96.69/100 = 57\%$$

Le facteur de conversion 0.134 provient de la corrélation linéaire qui existe entre le pourcentage de lignine insoluble à l'acide et le nombre de kappa et qui sera traitée à la section 5.5 du chapitre 5.

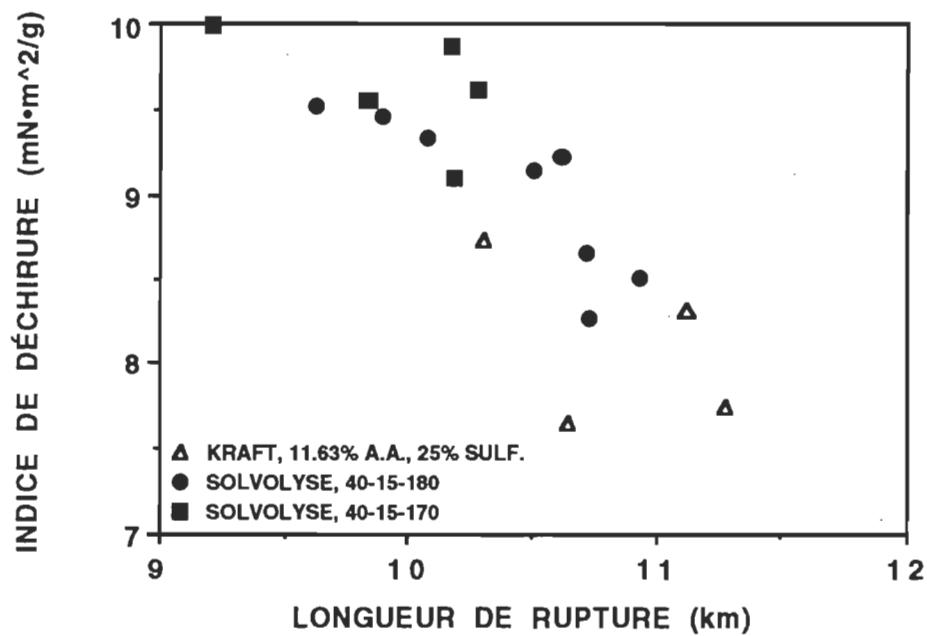
Pour les cuissons kraft, le rendement net a été calculé sans utiliser le facteur de conversion, mais seulement le pourcentage de lignine insoluble à l'acide. La raison pour laquelle il n'y a pas de facteur de conversion est qu'il n'y a pas suffisamment de données, pour les cuissons kraft, pour en tirer une corrélation.

Compte tenu que la pâte solvolytique produite à partir des conditions recommandées contient moins de lignine que la pâte kraft produite avec un même niveau d'alcali actif, elle sera moins portée à développer des groupements chromophores. C'est pour cette raison que la blancheur de cette pâte est

supérieure à celle de la pâte kraft. Le tableau 4.4 démontre bien que lorsque la pâte kraft est plus délignifiée qu'elle possède une meilleure blancheur. Ce tableau indique aussi que lorsque le niveau de délignification est semblable, la blancheur est comparable, peu importe le procédé de mise en pâte.

La pâte kraft, produite avec un même niveau d'alcali actif que la pâte solvolytique aux conditions recommandées, nécessite plus de battage pour atteindre le même indice d'égouttage car elle contient plus de lignine. De plus, à un rendement plus élevé les fibres cellulosiques sont plus rigides et donc plus difficiles à battre.

Du tableau 4.4, pour un indice d'égouttage de 500 mL, il semble que les pâtes kraft soient plus fortes que les pâtes solvolytique car leurs indices d'éclatement et leurs longueurs de rupture sont supérieurs. Cependant, en traçant une figure représentant l'indice de déchirure en fonction de la longueur de rupture, tel que présenté à la figure 4.11, on remarque que pour une longueur de rupture donnée, l'indice de déchirure de la pâte solvolytique est supérieur à celui de la pâte kraft. Ceci est un facteur important, car il permet de prévoir si un papier aura tendance à casser sur une machine à papier. Ceci permet ainsi de dire que la pâte solvolytique, produite avec les conditions recommandées, est au moins aussi bonne qu'une pâte kraft produite utilisant une même charge en alcali actif.



**Figure 4.11** Indice de déchirure en fonction de la longueur de rupture pour les pâtes solvolytiques et kraft ayant la même charge chimique

## CHAPITRE 5

### Analyse statistique

#### 5.1 Méthode expérimentale et méthodes statistiques

Le but de l'analyse statistique est de vérifier la validité des résultats provenant de la partie expérimentale du projet.

Tel qu'il a été mentionné au chapitre 3, la partie expérimentale du projet a été faite selon un plan factoriel  $2^3$ . Cette méthode expérimentale a été choisie car elle permet d'étudier l'interaction de 3 paramètres simultanément. Cette méthode est aussi celle nécessitant le moins de manipulations expérimentales pour l'étude de 3 paramètres. Ceci permet de sauver de l'argent en diminuant le temps de laboratoire et les quantités de produits chimiques nécessaires pour une telle étude. De plus, avec cette méthode expérimentale, il est possible de produire un rapport rapidement et ainsi juger si un projet mérite d'être poursuivi.

[50, 51]

Des résultats expérimentaux accumulés, une étude statistique a donc été entreprise. Cette étude a été effectuée en utilisant l'analyse de variance (ANOVA), ce qui a permis de vérifier l'effet d'un paramètre et/ou l'effet de

l'interaction pouvant exister entre deux ou trois paramètres dans le cas de cette étude. De plus, l'analyse de variance permet de vérifier ces effets pour divers niveaux de confiance. Le niveau de confiance indique le pourcentage des cas qui peuvent être expliqués par le phénomène ou le paramètre.

Pour les propriétés physiques, telles que la longueur de rupture, l'indice de déchirure et l'indice d'éclatement, il a fallu développer des équations afin de pouvoir les comparer sur une même base de comparaison. Cette base de comparaison fût un indice d'égouttage constant. Ce même exercice a été fait pour le nombre de révolutions requis pour atteindre cet indice d'égouttage dans la pile PFI. Utilisant le logiciel CricketGraph (version 1.3.1) de la compagnie Cricket Software sur environnement Macintosh, il a été possible d'écrire les équations pour chacune des propriétés physiques et ce pour chacune des pâtes produites en laboratoire. Ceci a été réalisé en traçant des courbes à quatre points à partir des valeurs mesurées pour chaque propriété en fonction des indices d'égouttage correspondant. Les courbes tracées, pour les propriétés physiques, étaient, pour la majeure partie, linéaire. Lorsqu'il était impossible d'avoir un coefficient de corrélation au carré ( $r^2$ ) acceptable, une équation polynomiale de second ordre était utilisée. Toutes les équations générées pour le nombre de révolution en fonction de l'indice d'égouttage étaient de second ordre.

Du coefficient de corrélation au carré ( $r^2$ ), il était alors possible de vérifier la validité statistique de ces équations avec un certain niveau de confiance. La loi de Student a servi à cette fin puisque la population échantillonnée était petite.

Lorsque l'équation était jugée valide, pour un niveau de confiance de 90% et plus, la propriété, sous étude, était calculée pour un indice d'égouttage de 500 mL. Le choix d'un indice d'égouttage de 500 mL est basé sur le fait qu'en industrie on utilise généralement une pâte chimique à indice d'égouttage élevé. Il était alors possible de passer à l'analyse de variance.

## 5.2 Loi de Student

La loi de Student est décrite comme suit:

$$t = \frac{r \sqrt{n - 2}}{\sqrt{1 - r^2}}, \quad \text{où } n \text{ est le nombre d'observations (population)} \\ r \text{ est le coefficient de corrélation} \quad (8)$$

A l'aide des tables statistiques pour la distribution de Student, on vérifie si  $t > t_{\alpha/2}; n-2$  ou  $t < -t_{\alpha/2}; n-2$  pour les hypothèses suivantes:  $H_0: \rho = 0$  et  $H_1: \rho \neq 0$  pour un niveau de confiance de 95%, soit  $\alpha = 0.05$

Puisque le nombre d'observations est de 4, on retrouve dans les tables que:

$$|\pm t_{\alpha/2}; n-2| = |\pm t 0.05/2; 4-2| = 4.3027$$

En réarrangeant l'équation (8), il est possible de trouver la valeur du  $r^2$  minimum nécessaire à ce qu'une équation soit valide.

$$r^2 > \frac{1}{\frac{n-2}{(t_{\alpha/2; n-2})^2} + 1} > \frac{1}{\frac{2}{(4.3027)^2} + 1} > 0.9025 \quad (9)$$

Afin que l'équation soit valide avec un niveau de confiance de 95%, il faut que le coefficient de corrélation au carré ( $r^2$ ) soit supérieur à 0.9025. Le même exercice a été répété pour un niveau de confiance de 90% et dans ce cas le coefficient de corrélation au carré doit être supérieur à 0.81. [52]

### 5.3 Étude statistique préliminaire

Au tableau 5.1, sont inscrites les équations trouvées pour chacune des propriétés physiques de la pâte produite aux conditions de cuisson recommandées et ce, pour chaque répétition. Le tableau inclut aussi les propriétés physiques calculées à un indice d'égouttage de 500 mL ainsi que le coefficient de corrélation au carré ( $r^2$ ). Toutes les équations présentées sont valides pour un niveau de confiance de 95% à l'exception de trois, soit celle décrivant l'indice de déchirure ( $r^2 = 0.598$ ) et celles décrivant la longueur de rupture ( $r^2 = 0.898$  et  $r^2 = 0.874$ ). Cependant, ces dernières équations sont valides pour un niveau de confiance de 90% ce qui n'est pas le cas pour l'équation décrivant l'indice de déchirure.

De toutes les propriétés mesurées, il apparaît que l'indice de déchirure est celui qui est le moins prévisible. Les équations représentatives des essais sont souvent non valides à cause du petit nombre de points et de leur grande

dispersion. En effet, de tous les essais sur les propriétés physiques, il est généralement possible d'obtenir 10 mesures par échantillon, ce qui n'est pas le cas pour l'indice de déchirure où l'on obtient tout au plus 4 ou 5 valeurs par échantillon. Pour les cuissons produites avec 20% NaOH, presque toutes les équations décrivant l'indice de déchirure sont non-valide pour un niveau de confiance supérieur à 90%. Cependant, les équations développées pour toutes les autres propriétés sont généralement valides. Malgré cette lacune, en ce qui a trait à l'indice de déchirure, les équations ont tout de même été utilisées à titre indicatif des tendances, faute d'avoir d'autres méthodes pour l'évaluation de cette propriété.

Essai	Équation	$r^2$	Valeur (500 mL)
1	I.D. (mN•m <sup>2</sup> /g) = 8.2669 + 2.5973 × 10 <sup>-3</sup> * CSF (mL)	<u>0.598</u>	9.57
2	I.D. (mN•m <sup>2</sup> /g) = 8.1499 + 2.8033 × 10 <sup>-3</sup> * CSF (mL)	0.919	9.55
1	I.É. (kPa•m <sup>2</sup> /g) = 8.9163 - 4.1811 × 10 <sup>-3</sup> * CSF (mL)	0.982	6.83
2	I.É. (kPa•m <sup>2</sup> /g) = 9.1981 - 5.4346 × 10 <sup>-3</sup> * CSF (mL)	0.988	6.48
1	L.R. (km) = 11.062 - 2.3754 × 10 <sup>-3</sup> * CSF (mL)	<u>0.898</u>	9.87
2	L.R. (km) = 11.433 - 3.4002 × 10 <sup>-3</sup> * CSF (mL)	<u>0.874</u>	9.73
1	Rev. = 3.2060 × 10 <sup>4</sup> - 92.719 * CSF (mL) + 7.8501 × 10 <sup>-2</sup> * CSF <sup>2</sup> (mL)	1.000	5326
2	Rev. = 739.50 - 5.434 × 10 <sup>-2</sup> * CSF (mL) + 7.8501 × 10 <sup>-6</sup> * CSF <sup>2</sup> (mL)	1.000	4960

**Tableau 5.1** Équations obtenues à l'aide du logiciel CricketGraph décrivant les diverses propriétés physiques de la pâte produite aux conditions recommandées.

#### 5.4 Analyse de variance (ANOVA)

L'analyse de variance a été faite pour chaque mesure et chaque propriété physique pour la plage 20 à 50% d'alcool. Cette plage comprend 16 valeurs expérimentales, soit celles provenant de 8 conditions de cuissons et qui ont été répétées. Cette plage représente la limite inférieure et supérieure pour la concentration en alcool et donne un aperçu global de l'effet et de l'interaction de chacun des paramètres. Une telle plage a été choisie afin de simplifier l'ANOVA. [53] Ceci était très important compte tenu du nombre de tables qu'il fallait générer. L'ANOVA sur un échantillonnage plus grand devient très long et les risques d'erreurs augmentent considérablement. La figure 5.1 illustre le bloc utilisé pour l'ANOVA, ainsi que les valeurs utilisées pour l'analyse de variance nécessitant le développement d'équations.

Pour avoir un niveau de confiance de 95%, il faut que la valeur  $F_0$  soit supérieur à 5.32 selon les tables de distribution de Fisher lorsque les hypothèses sont  $H_0: \rho = 0$  et  $H_1: \rho \neq 0$ . Afin de trouver cette valeur, il faut noter que les sources de variation ont toutes 1 degré de liberté et l'erreur a 8 degrés de liberté. Par conséquent, pour un  $\alpha$  de 0.05,  $F_{1,8}$  est égal à 5.32. La valeur  $F_0$  est définie comme étant la moyenne carrée divisée par l'erreur moyenne carrée.

Le tableau 5.2 montre les tables ANOVA générées pour les mesures ne nécessitant pas le développement d'équations. Les valeurs soulignées sont celles ayant un effet important sur la mesure sous étude et ce pour un niveau de confiance supérieur à 95%.

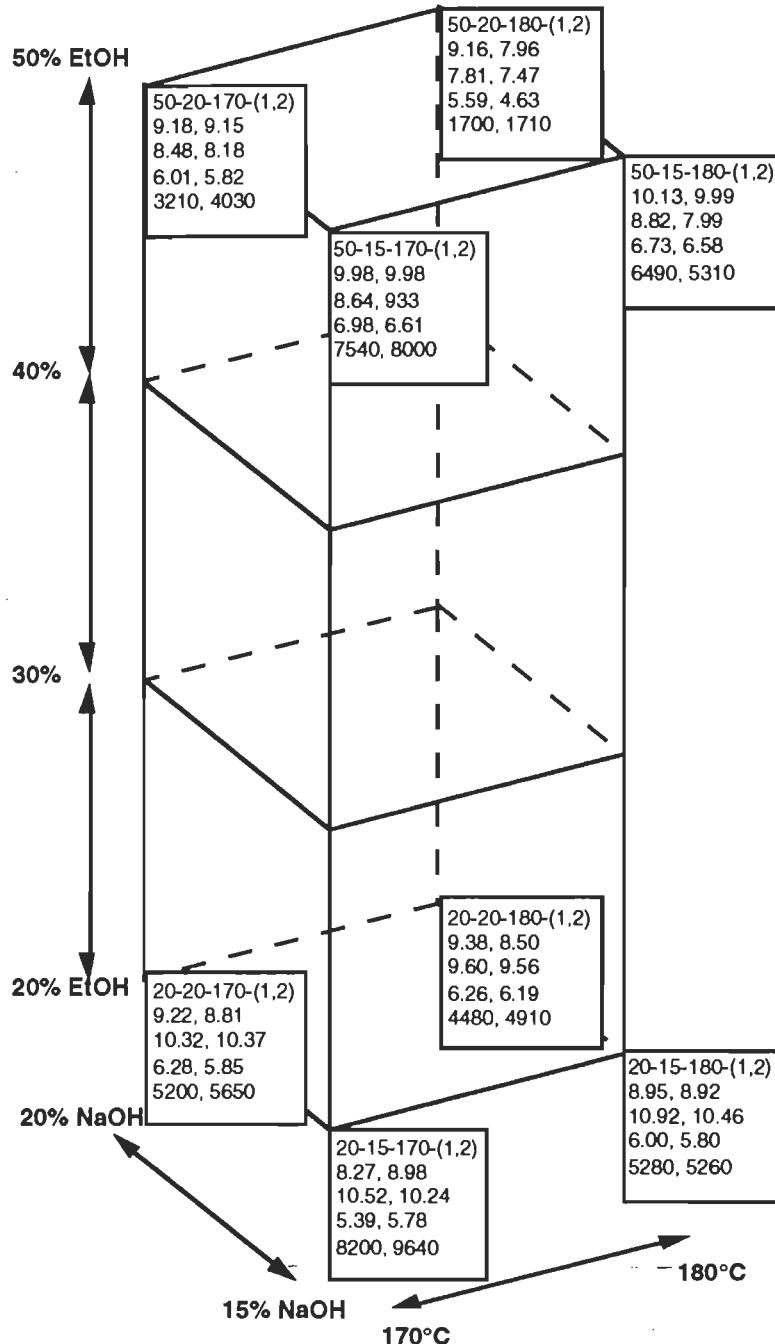
L'ANOVA indique que les principaux paramètres pouvant influencer la quantité d'alcali résiduel sont la charge initiale en alcali et la température de cuisson. Donc statistiquement, pour cette plage d'étude (20 - 50% EtOH), la concentration en alcool n'influence pas avec certitude la consommation de l'alcali.

De l'ANOVA, il ressort que le niveau de délignification, tel que représenté par le nombre de kappa, est principalement influencé par la charge en alcali initial et la concentration en alcool. Il existe aussi une interaction importante entre l'alcool et l'alcali sur le niveau de délignification, démontrant l'effet synergique du mélange des deux réactifs. Cette analyse confirme bien ce qui avait été avancé à la discussion des résultats au chapitre 4, en indiquant que l'augmentation de la température de cuisson n'influence pas de façon considérable la délignification. Ceci implique que si les cuissons avaient été faites seulement avec de l'alcool ou seulement avec du NaOH, l'effet de la charge ou de la concentration de l'un ou l'autre aurait été plus important sur le niveau de délignification que l'augmentation de la température de cuisson.

Il a été mentionné dans la discussion des résultats que le rendement était influencé par la température et la charge initiale en alcali. Il a aussi été dit que l'alcool avait très peu d'effet sur le rendement. Ces affirmations ont été confirmées par l'ANOVA.

## LÉGENDE

CODE (%EtOH, %NaOH, Temp., essai)  
 Longueur de rupture (km)  
 Indice de déchirure (mN•m<sup>2</sup>/g)  
 Indice d'éclatement (kPa•m<sup>2</sup>/g)  
 Révolutions



Les valeurs des propriétés physiques sont celles calculées à partir des équations développées

Figure 5.1 Valeurs expérimentales utilisées pour l'analyse de variance

S.V.	$\Sigma$ carrées	D.L.	moyenne <sup>2</sup>	F <sub>o</sub>
<b>ALCALI RESIDUEL (20-50)</b>				
NaOH (A)	115.89	1	116	<u>23.30</u>
TEMP. (B)	57.84	1	58	<u>11.63</u>
EtoH (C)	5.98	1	6	1.20
AB	5.78	1	6	1.16
AC	9.46	1	9	1.90
BC	1.97	1	2	0.40
ABC	4.73	1	5	0.95
ERREUR	39.79	8	5	
TOTAL	241.44	15		
<b>NOMBRE DE KAPPA (20-50)</b>				
NaOH (A)	1365.30	1	1365	<u>351.66</u>
TEMP. (B)	8.70	1	9	2.24
EtoH (C)	194.60	1	195	<u>50.12</u>
AB	0.00	1	0	0.00
AC	118.81	1	119	<u>30.60</u>
BC	5.76	1	6	1.48
ABC	2.10	1	2	0.54
ERREUR	31.06	8	4	
TOTAL	1726.34	15		
<b>RENDEMENT (20-50)</b>				
NaOH (A)	196.70	1	197	<u>110.45</u>
TEMP. (B)	18.28	1	18	<u>10.26</u>
EtoH (C)	0.29	1	0	0.16
AB	3.63	1	4	2.04
AC	0.60	1	1	0.34
BC	0.13	1	0	0.07
ABC	2.06	1	2	1.16
ERREUR	14.25	8	2	
TOTAL	235.92	15		

S.V. (sources de variation)       $\Sigma$  carrées (somme des carrées)  
 D.L. (degrés de liberté)      F<sub>o</sub> (facteur de Fisher)

**Tableau 5.2      Analyse de variance pour mesures ne nécessitant pas le développement d'équations**

L'étape suivante de l'analyse statistique est la vérification des propriétés physiques par l'analyse de variance. Les propriétés physiques utilisées sont celles calculées à l'aide des équations développées précédemment pour un indice d'égouttage de 500 mL. Ces valeurs peuvent être retrouvées à la figure 5.1.

Le tableau 5.3 montre les tables ANOVA générées pour les propriétés physiques nécessitant le développement d'équations afin de pouvoir les comparer sur une même base de comparaison, soit l'indice d'égouttage.

L'ANOVA pour l'indice de d'éclatement indique que cette propriété est influencée par une interaction importante entre la concentration en alcool et la charge initiale en alcali. Ceci confirme ce qui avait été dit précédemment dans la discussion des résultats. Il ressort aussi que la température de cuisson, pour la plage 20 à 50% en alcool, interagit avec l'alcool. Ceci à nouveau confirme ce qui avait été avancé dans la discussion des résultats au chapitre 4.

L'ANOVA pour la longueur de rupture indique qu'il existe une forte interaction entre la concentration en alcool et la charge en NaOH. Ceci confirme ce qui avait été mentionné au chapitre 4. Il ressort que la concentration en alcool seule a un effet important sur la longueur de rupture. La charge en alcali a aussi un effet non négligeable sur la longueur de rupture. Le niveau de confiance de cette influence est de 90% et non 95% comme est le cas pour les autres situations. Ceci implique que si les cuissons avaient été faites qu'avec de l'alcool ou du NaOH, que la concentration ou la charge aurait eu un effet important sur la longueur de rupture.

Suite à l'ANOVA pour l'indice de déchirure, il ressort que la concentration en alcool, la charge initiale en alcali et la température de cuisson ont tous un effet important sur cette propriété. L'analyse de variance corrobore ainsi ce qui a été mentionné dans la discussion des résultats.

La dernière étude d'analyse de variance a été effectuée pour le nombre de révolutions requis pour obtenir un indice d'égouttage de 500 mL dans la pile PFI. Il ressort de cette étude que la charge initiale en alcali, la température de cuisson et la concentration en alcool ont tous un effet important sur le nombre de révolutions. En plus de ces effets, il existe des interactions entre la charge en alcali et la concentration en alcool, ainsi qu'entre la charge en alcali et la température de cuisson. Finalement, il existe une interaction importante entre les 3 paramètres. A nouveau, cette analyse confirme les affirmations avancées lors de la discussion.

### **5.5 Relation entre le nombre de kappa et le taux de lignine insoluble à l'acide**

Des essais pour quantifier la lignine insoluble à l'acide (lignine de Klason) ont été effectués sur onze des pâtes solvolytiques produites en laboratoire. Les valeurs de lignine insoluble furent misent en graphique en fonction du nombre de kappa. Ce graphique est présenté à la figure 5.2. Il résulte de ce graphique, suite à une régression linéaire, une droite qui est représentée par l'équation (10).

$$\% \text{ Lignine} = -0.38784 + 0.13438 \cdot \text{Nombre de Kappa}, r^2 = 0.963 \quad (10)$$

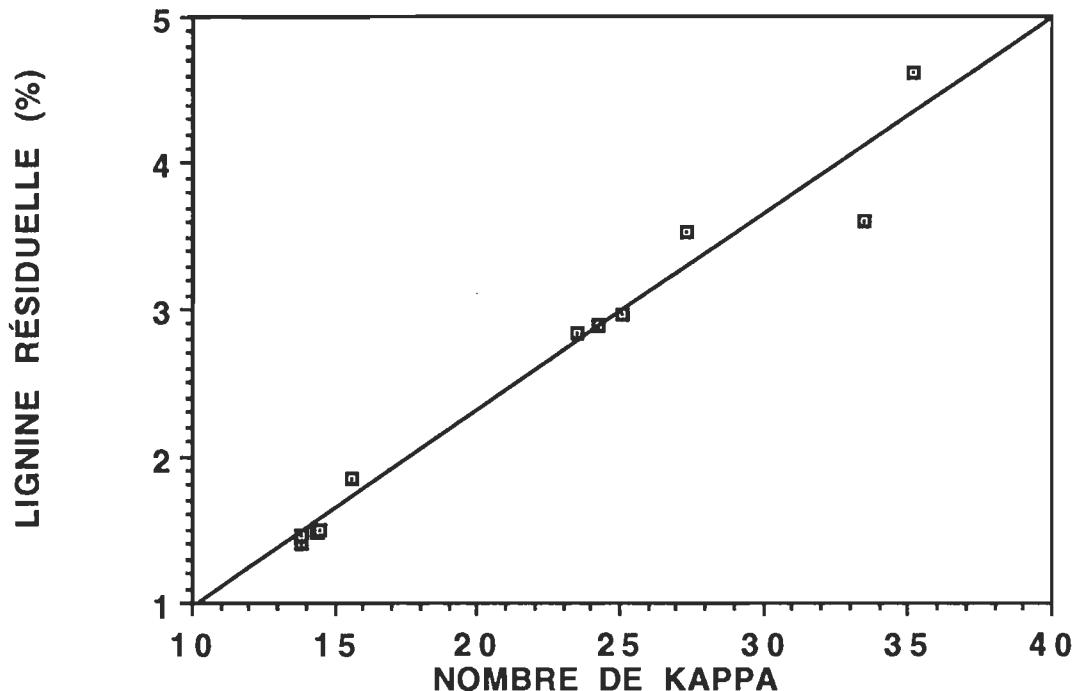
Il était alors possible d'utiliser la loi de Student afin de vérifier la validité de l'équation (10) pour un niveau de confiance de 95%. La méthode utilisée était la même que celle décrite à la section 5.2 de ce chapitre. Utilisant cette méthode, il a été déterminé que l'équation est valide et qu'elle peut servir à déterminer le lignine insoluble à l'acide restant dans la pâte solvolytique. Cette équation

S.V.	$\Sigma$ carrées	D.L.	moyenne <sup>2</sup>	F <sub>o</sub>
<b>INDICE D'ECLATEMENT (20-50)</b>				
NaOH (A)	0.65	1	1	<u>6.89</u>
TEMP. (B)	0.05	1	0	<u>0.57</u>
EtOH (C)	0.13	1	0	<u>1.35</u>
AB	0.17	1	0	<u>1.81</u>
AC	2.61	1	3	<u>27.86</u>
BC	0.50	1	0	<u>5.33</u>
ABC	0.07	1	0	<u>0.70</u>
ERROR	0.75	8	0	
TOTAL	4.92	15		
<b>INDICE DE DÉCHIRURE (20-50)</b>				
NaOH (A)	1.64	1	2	<u>16.00</u>
TEMP. (B)	0.73	1	1	<u>7.16</u>
EtOH (C)	4.59	1	15	<u>142.13</u>
AB	0.35	1	0	<u>3.41</u>
AC	0.02	1	0	<u>0.19</u>
BC	0.16	1	0	<u>1.61</u>
ABC	0.231	0	0	<u>2.27</u>
ERROR	0.82	8	0	
TOTAL	18.55	15		
<b>LONGUEUR DE RUPTURE (20-50)</b>				
NaOH (A)	0.93	1	1	<u>5.07</u>
TEMP. (B)	0.02	1	0	<u>0.12</u>
EtOH (C)	1.27	1	1	<u>6.94</u>
AB	0.29	1	0	<u>1.58</u>
AC	1.84	1	2	<u>10.06</u>
BC	0.14	1	0	<u>0.77</u>
ABC	0.02	1	0	<u>0.11</u>
ERROR	1.46	8	0	
TOTAL	5.96	15		
<b>RÉVOLUTIONS DANS LA PILE PFI (20-50)</b>				
NaOH (A)	38595156	1	38595156	<u>130.62</u>
TEMP. (B)	16666806	1	16666806	<u>56.41</u>
EtOH (C)	7033104	1	7033104	<u>23.80</u>
AB	2066406	1	2066406	<u>6.99</u>
AC	4553956	1	4553956	<u>15.41</u>
BC	88209	1	88209	<u>0.30</u>
ABC	2199289	1	2199289	<u>7.44</u>
ERROR	2363759	8	295470	
TOTAL	73566686	15		

S.V. (sources de variation)       $\Sigma$  carrées (somme des carrées) -  
 D.L. (degrés de liberté)      F<sub>o</sub> (facteur de Fisher)

Tableau 5.3 Analyse de variance pour les propriétés physiques nécessitant le développement d'équations

permet de calculer le pourcentage de lignine à partir de l'essai sur le nombre de Kappa, ce qui est beaucoup plus rapide que l'essai sur la quantité de lignine insoluble à l'acide.



**Figure 5.2** Pourcentage de lignine insoluble à l'acide en fonction du nombre de kappa pour la pâte solvolytique

## 5.6 Modèles pour le rendement de cuisson et le nombre de kappa

Des modèles ont été développés afin de prédire le rendement de cuisson et/ou le nombre de kappa à partir des conditions de cuisson. Les équations décrivant ces modèles ont été déterminées à l'aide du logiciel Statgraphics (version 5.0) de la

compagnie Statistical Graphics Inc. sur environnement MS DOS et de son option "stepwise variable selection".

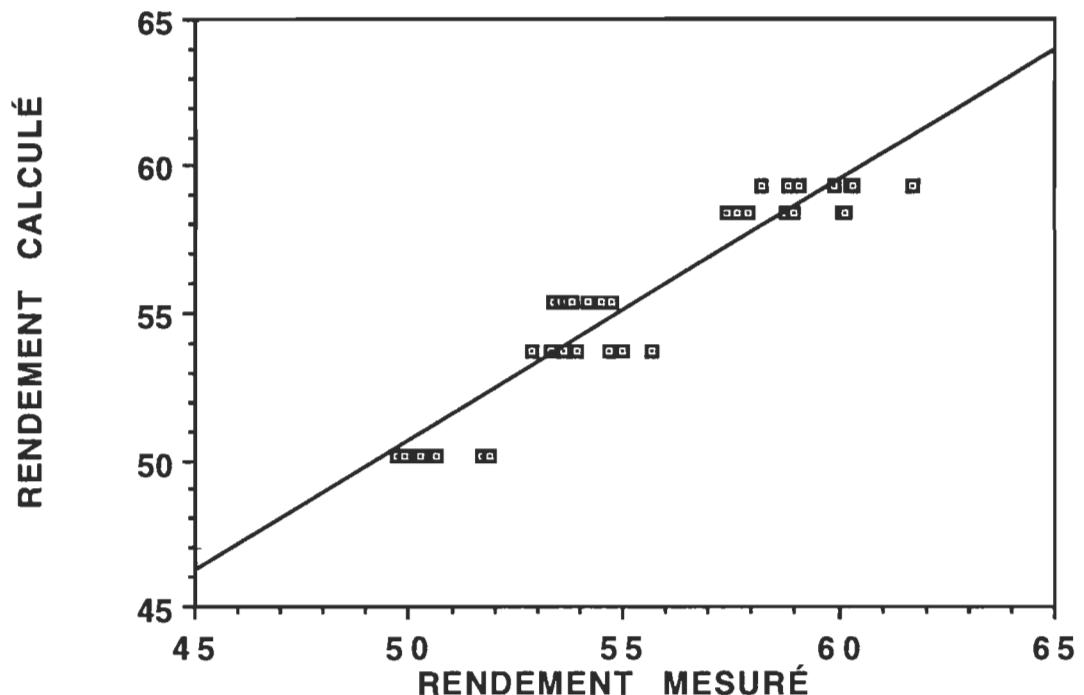
Le modèle pour prédire le rendement de cuisson a été généré à partir de 42 mesures expérimentales. Ce modèle est reproduit à l'équation (11) et a un coefficient de corrélation au carré de 0.8752. Ceci implique que le modèle est significatif selon la loi de Student pour un niveau de confiance de 95%. De l'équation (11), il apparaît qu'il y a une interaction entre la charge en alcali et la température de cuisson. Ceci s'explique du fait que l'ANOVA effectué pour générer ce modèle utilisait 42 valeurs couvrant la plage expérimentale entière. Cette analyse est donc beaucoup plus précise que l'ANOVA présenté à la section 5.4, qui utilisait 16 valeurs expérimentales pour étudier l'effet des paramètres. Une analyse avec 42 valeurs est beaucoup plus longue à effectuer et possède des risques d'erreurs plus importants mais lorsqu'elle est bien faite elle donne un modèle beaucoup plus précis. Cette analyse plus poussée et l'équation qui la traduit confirment les résultats plus sommaire énoncés à la section 5.4, laissant voir que la concentration en alcool n'influence pas le rendement de cuisson.

$$\begin{aligned} \% \text{ Rendement} = & -41.62 + 7.77 \cdot (\% \text{NaOH}) + 6.94 \cdot 10^{-1} \cdot (\text{Temp.}^\circ \text{C}) \\ & - 5.23 \cdot 10^{-2} \cdot (\% \text{NaOH}) \cdot (\text{Temp.}^\circ \text{C}) \end{aligned} \quad (11)$$

En portant en graphique le rendement prévu selon l'équation (11) en fonction des rendements mesurés en laboratoire pour les mêmes conditions expérimentales, on obtient le graphique illustré à la figure 5.3, donnant une régression linéaire avec un coefficient de corrélation au carré de 0.884.

De la même façon, on a généré un modèle pour prédire le nombre de kappa à partir des conditions de cuisson. Quarante-deux mesures ont aussi servi à développer ce modèle qui est représenté par l'équation (12) qui se traduit aussi par une régression linéaire (fig. 5.4) dont le  $r^2$  est de 0.8447, ce qui implique qu'il est valide selon la loi de Student pour un niveau de confiance de 95%.

$$\text{Nombre de kappa} = 125.39 - 5.74 \cdot (\% \text{NaOH}) - 7.98 \cdot 10^{-3} \cdot (\% \text{EtOH}) \cdot (\text{Temp.}^\circ \text{C}) + 3.91 \cdot 10^{-4} \cdot (\% \text{NaOH}) \cdot (\% \text{EtOH}) \cdot (\text{Temp.}^\circ \text{C}) \quad (12)$$

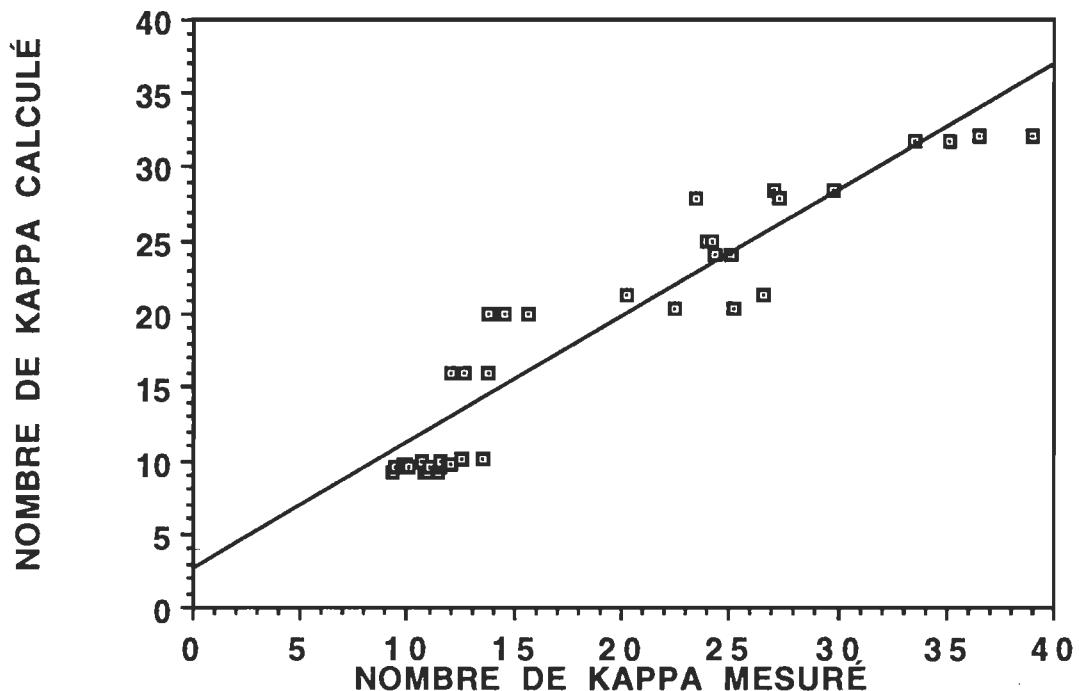


**Figure 5.3** Rendement de cuisson calculé à l'aide du modèle en fonction du rendement de cuisson mesuré

Le modèle généré révèle des interactions qui n'apparaissent pas dans l'ANOVA de la section 5.4. A nouveau ceci s'explique par le fait que la plage

expérimentale entière, soit 42 mesures, a servi pour l'ANOVA qui a donné ce modèle.

Les valeurs du nombre de kappa ont été calculées pour différentes conditions de cuisson et elles ont ensuite été mises en graphique en fonction des valeurs mesurées. Le graphique résultant est reproduit à la figure 5.4. La régression linéaire de la droite résultante possède un coefficient de corrélation au carré de 0.856.



**Figure 5.4** Nombre de kappa calculé à l'aide du modèle en fonction du nombre de kappa mesuré -

Il est important de prendre note que les modèles présentés sont valides que pour la plage expérimentale étudiée. Cette plage expérimentale peut être retrouvée au tableau 3.1.

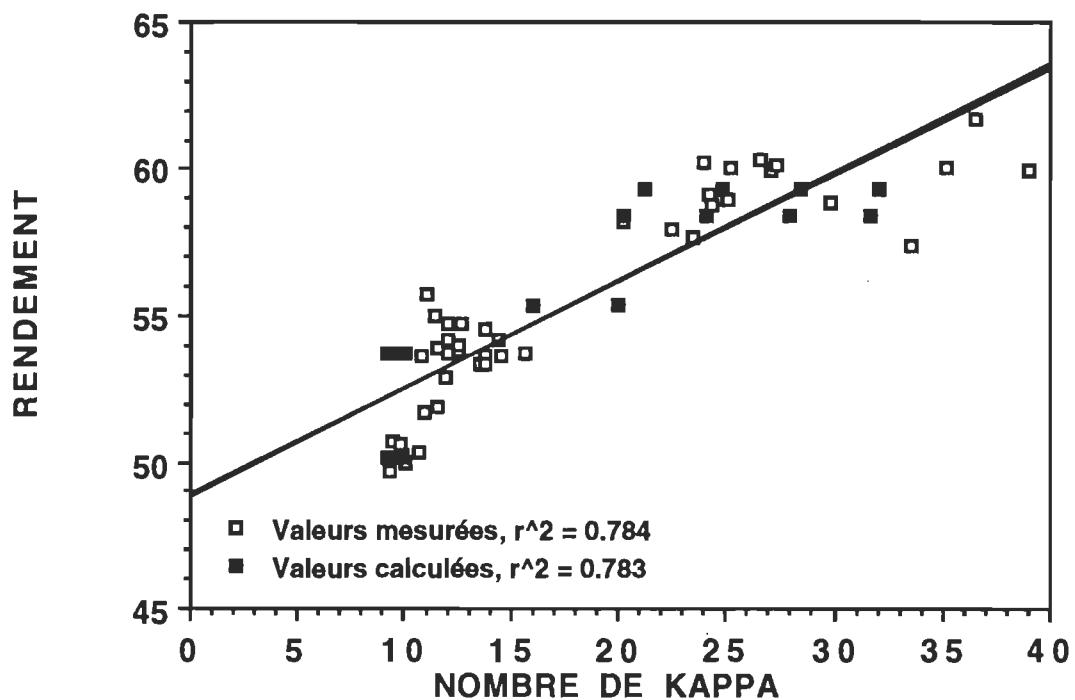
En fixant des conditions de cuisson, il est possible de calculer le rendement et le nombre de kappa à partir des modèles. Ces valeurs calculées peuvent être mises sur un graphique du rendement de cuisson en fonction du nombre de kappa tel qu'illustré à la figure 5.5.

Sur cette même figure ont aussi été ajoutés les valeurs expérimentales. Suite à une régression linéaire sur chacun des ensembles de points, on remarque, immédiatement, que les droites se surimposent très bien. Par conséquent, il apparaît que les modèles développés reflètent bien les mesures expérimentales et qu'il est alors possible de prévoir le taux de délignification et/ou le rendement en fonction des paramètres de cuissons. Utilisant la loi de Student, il ressort que les droites sont valides pour un niveau de confiance de 95%, compte tenu que le  $r^2$  est de 0.784 et que le nombre de mesures est de 42 pour la droite expérimentale. La droite calculée est obtenue à partir de 18 valeurs prédites et possède un coefficient de corrélation au carré de 0.783. Cette droite est aussi valide selon la loi de Student. Les 18 valeurs représentent les 18 conditions de cuisson différentes utilisées lors de cette étude. Ces conditions peuvent être retrouvées à la figure 3.4.

## 5.7 Erreur expérimentale

Le dernier élément de l'analyse statistique est l'examen de l'erreur expérimentale. L'étude expérimentale avait été divisée en deux blocs (fig. 3.4). Pour chacun de ces blocs, des cuissons aux conditions moyennes avaient été

répétées à cinq reprises. Les mesures de rendement, d'alcali résiduel et du nombre de kappa ont été prises et la moyenne a été calculée ainsi que l'écart type. Pour les propriétés physiques de ces pâtes, des équations ont été développées, utilisant la même méthode que celle décrite à la section 5.1, et les propriétés ont été calculées pour un indice d'égouttage de 500 mL. La moyenne de ces valeurs calculées a été déterminée ainsi que l'écart type.



**Figure 5.5** Rendement de cuisson en fonction du nombre de kappa pour les valeurs mesurées et prédites

Le tableau 5.4 indique les moyennes des diverses mesures ou propriétés pour chacun des blocs ainsi que la valeur de deux écarts types. Ce même tableau indique aussi le pourcentage d'erreur par rapport à deux écarts types. Lorsque

l'on utilise un écart type ( $\sigma$ ), il y a 68.3% des chances que la valeur se situe dans cette plage. Avec deux écarts types ( $2\sigma$ ), il y a 95.45% des chances que la valeur se trouve à l'intérieur de ces limites.

L'examen du tableau 5.4 indique que l'erreur expérimentale est faible, soit 12.5% dans le pire des cas, avec deux écarts types comme contrôle de qualité. Toutes les valeurs expérimentales se retrouvent à l'intérieur des limites. Donc, tout peut être expliqué. Une erreur aussi faible implique que les essais sont répétitifs et que la démarche expérimentale était satisfaisante.

Lorsque les deux blocs expérimentaux sont comparés, il ressort que l'erreur expérimentale est semblable dans chacun des cas à l'exception du nombre de révolutions requis pour atteindre un indice d'égouttage de 500 mL. L'explication pour cette différence importante est que pour le bloc 1, la valeur calculée se trouve sur la courbe expérimentale et pouvait être interpolée, alors que pour le bloc 2, la valeur ne se trouve sur la courbe expérimentale et doit être extrapolée. Compte tenu que ces courbes sont de second ordre, l'extrapolation peut générer d'importantes erreurs, cependant, elles sont moins importantes que celles générées par une régression linéaire sur cette même mesure, parce que l'indice d'égouttage d'une pâte a une tendance naturelle à diminuer de façon asymptotique lors du battage. Par exemple, l'erreur pour l'indice d'égouttage du bloc 1 passe de 2.9 à 7.6% suite à une régression linéaire, alors que pour le bloc 2, elle passe de 10.7% à 32.7%. En conséquence, un écart de 7.8% entre les deux blocs, lorsqu'on utilise des équations polynomiales, est beaucoup plus acceptable qu'un écart de 25.1% avec des équations linéaires.

	Bloc 1	Bloc 2				
CONDITIONS DE CUISSON						
Température de cuisson (°C):	175			175		
Temps de cuisson (min):	120			120		
% NaOH:	17.5			17.5		
% Éthanol:	25			45		
VALEURS MOYENNES	moy.	$\pm 2\sigma$	% Err.	moy.	$\pm 2\sigma$	% Err.
Rendement brut (%):	53.7	0.6	1.1	54.2	0.9	1.6
Nombre de Kappa:	14.4	1.5	10.2	12.6	1.4	11.0
Alkali résiduel (%)	12.0	1.1	9.0	11.1	0.8	6.9
PROPRIÉTÉS PHYSIQUES						
Indice d'égouttage (mL):	500			500		
Révolutions:	4937	143	2.9	4897	526	10.7
Indice d'éclatement (kPa $\cdot$ m <sup>2</sup> /g):	6.31	0.27	4.4	6.32	0.22	3.4
Indice de déchirure (mN $\cdot$ m <sup>2</sup> /g):	9.19	0.77	8.4	8.82	0.65	7.4
Longueur de rupture (km):	9.84	1.23	12.5	9.66	1.04	10.7

Tableau 5.4 Valeurs moyennes des cinq répétitions pour chacun des blocs avec erreur expérimentale

## CONCLUSION

Cette étude avait pour objectif l'amélioration d'un procédé de mise en pâte chimique de façon à satisfaire à la nouvelle réglementation sur l'industrie des pâtes et papiers. Il avait été suggéré qu'un procédé de solvolysé en milieu alcalin pouvait satisfaire à cette réglementation.

Le procédé de solvolysé proposé utiliserait de l'éthanol dénaturé qui est facilement recyclable. Le procédé en milieu alcalin était nécessaire afin de pouvoir récupérer certaines des installations déjà existantes chez certaines usines advenant leur conversion à une nouvelle technologie. D'autre part, un procédé alcalin est polyvalent et peut effectuer la mise en pâte de toutes essences de bois. Au surplus, les procédés alcalins produisent généralement des pâtes ayant de bonnes propriétés physiques.

Les résultats expérimentaux ont permis de cerner des conditions de cuisson produisant une pâte, à partir de bouleau blanc, ayant d'excellentes propriétés physiques. Les conditions de cuisson recommandées suite à cette étude sont l'utilisation de 15% de soude caustique par rapport à la masse de bois, 40% d'éthanol dénaturé par rapport au volume de la liqueur de cuisson et une température de cuisson de 180°C qui est maintenue pendant une période de 120 minutes. Le rapport liqueur/bois devrait être de 5:1.

Lorsque ces conditions de cuisson sont utilisées, une pâte hautement délignifiée (nombre de kappa de 24.7) avec un rendement de cuisson moyen (58.9%) est obtenue. Cette étude a démontré qu'il existe une synergie entre l'alcali et l'alcool qui influence le niveau de délignification. Cette interaction entre les réactifs permet d'obtenir une meilleure délignification dans un temps beaucoup plus court qu'avec le procédé kraft, si l'on utilise un même taux d'alcali actif. Cependant, afin d'atteindre le même niveau de délignification avec le procédé kraft, pour un même temps de cuisson, il est nécessaire d'augmenter la charge en alcali actif. Cette augmentation de la charge se traduit par une perte additionnelle en hydrates de carbone et conséquemment le rendement devient inférieur à celui du procédé de solvolysé.

Les propriétés physiques, telles que la longueur de rupture et l'indice d'éclatement, pour un indice d'égouttage donné, sont légèrement inférieures à celles obtenue par le procédé kraft utilisant le même taux d'alcali actif. L'indice de déchirure, pour cet indice d'égouttage, est supérieur à celui de cette même pâte kraft. Un aspect remarquable de cette étude est que pour une longueur de rupture donnée, l'indice de déchirure de la pâte solvolytique est supérieur à celui de la pâte kraft. Cet aspect est intéressant pour les papetiers car cela implique que le papier aura moins tendance à casser sur une machine.

Avec de telles propriétés, il est possible de croire que la proportion de pâte chimique à ajouter comme pâte d'appoint, pour certains grades de papier, puisse diminuer et ainsi abaisser certains coûts.

L'analyse statistique a permis de conclure que la démarche expérimentale entreprise était valide et que l'erreur expérimentale était faible. Dans le pire des cas, l'erreur expérimentale était de 12.5%. De plus, l'analyse statistique a permis de confirmer plusieurs des interactions observées entre les trois paramètres lors de la discussion. L'analyse statistique a produit deux modèles permettant de calculer et de prévoir le rendement de cuisson ainsi que le nombre de kappa à partir des conditions de cuisson.

Il était impossible de faire une analyse économique concluante sur le procédé de solvolysé traité dans cette étude car aucune étude n'a pu être faite sur la récupération de la liqueur noire et/ou de l'éthanol dénaturé. Conséquemment, il est impossible de dire si le procédé de solvolysé, décrite dans cette étude, est rentable ou plus avantageux que le procédé kraft. Dans une telle étude économique, il faudrait considérer plusieurs facteurs, tel qu'un système de distillation pour le procédé de solvolysé et un système de laveur de gaz pour un procédé kraft, compte tenu de la nouvelle réglementation en matière d'environnementale.

Il est, cependant, possible de dire que la phase cuisson du procédé de solvolysé, décrite dans cette étude, possède une demande énergétique moins élevée que le procédé kraft, pour des pâtes ayant le même niveau de délignification. Cette économie est possible même si la température de cuisson du procédé de solvolysé est plus élevée que celle du procédé kraft. La raison étant que la chaleur spécifique de l'alcool dénaturé ( $C_p \approx 3.26 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ ) est beaucoup plus faible que celle de l'eau ( $C_p \approx 4.18 \text{ J/g}^\circ\text{C}$ ) et que la masse d'eau à chauffer est

beaucoup plus importante pour le procédé kraft. [54] Finalement, pour un même niveau de délignification le procédé de solvolysé possède un rendement plus élevé que le procédé kraft. Conséquemment, la demande énergétique par rapport à la production de pâte diminue à nouveau en faveur du procédé de solvolysé.

L'un des objectifs de cette étude était le développement d'un procédé pouvant récupérer une certaine partie des installations d'une usine kraft advenant une conversion. Le procédé de solvolysé décrit dans cette étude pourrait utiliser le même système de récupération de la liqueur noire que celui du procédé kraft. La seule différence entre la récupération de la liqueur noire du procédé de solvolysé et la récupération de la liqueur noire du procédé kraft est le réactif d'appoint à ajouté à la chaudière de combustion. Dans le cas du procédé de solvolysé, le réactif d'appoint est le carbonate de sodium ( $Na_2CO_3$ ) alors que pour le procédé kraft il s'agit du sulfate de sodium ( $Na_2SO_4$ ). Le  $Na_2CO_3$  est plus dispendieux que le  $Na_2SO_4$ , soit 98\$ US/ton comparativement à 72\$ US/ton. [55] A cause de la différence de prix entre les réactifs d'appoint, il n'est plus possible de dire avec certitude que les économies énergétiques mentionnées plus tôt rendent le procédé solvolytique plus rentable que le procédé kraft.

Conséquemment, la recherche sur le procédé de solvolysé décrit dans cette étude mérite d'être poursuivi afin de déterminer si le procédé est effectivement plus rentable qu'un procédé kraft. L'étape suivante de la recherche devrait porter sur la récupération de la liqueur noire et de l'alcool. La base de comparaison pour une telle étude devrait être un même niveau de délignification. Cela

permettrait d'étudier tous le système de récupération soit l'évaporation de l'alcool, la concentration de la liqueur noire, la combustion de la liqueur noire et finalement la quantité de réactif d'appoint devant être ajouté lors de la combustion.

Finalement, il semble que la mise en pâte chimique par un procédé de solvolysé en milieu alcalin peut être envisagée comme solution aux problèmes que vit actuellement l'industrie de la pâte chimique au Québec.

## RÉFÉRENCES

1. Smook, G.A., "Handbook for Pulp and Paper Technologists", Joint Textbook Committee of the Paper Industry, Montréal, 1982, chapitre 4, pages 35-43
2. Shemilt, L.W., Chemical Engineering in Canada - An Historical Perspective, The Canadian Society of Chemical Engineering, Ottawa, 1991, chapitre 13, pages 195-196
3. Direction des communications du Ministère des Forêts du Québec, Ressources et industries forestières portrait statistiques 1990 (1990)
4. Hough, G., Chemical Recovery in the Alkaline Pulping Process, Tappi Press, Atlanta, 1985, chapitre 1, pages 1-7
5. Pye, E.K., The Alcell Process-A proven Alternative to Kraft Pulping, Tappi Journal, 74 (3), 113-118 (March 1991)
6. Editeur officiel du Québec, Partie 2 Lois et règlements, Gazette officielle du Québec 123 (36): 4956 (1991)
7. Editeur officiel du Québec, Règlements sur les fabriques de pâtes et papiers, Q-2, r.12, 14 (1991)
8. Direction des communications du Ministère des Forêts du Québec, INFO-FORÊT (19) 3 (1991)
9. Jamieson, S., "Alcell Pulping: World Class Research Right Here in Canada", Pulp & Paper Canada, 92 (3), 16-18 (March 1991)
10. Lora, J.H., Aziz, S., "Organosolv Pulping; A versatile Approach to Wood Refining", Tappi Journal, 68 (8), 94-97 (August 1985)
11. Pye, E.K., Klein, W.R., Lora, J.H., Cronlund, M., "The Alcell Process", Doshi & Associates Conference Solvent Pulping, Appleton, WI, 55-67 (June 16-17, 1987)

12. Dahlmann, G., Schroeter, M.C., "Pulping of Spruce and Pine with Alcohol and Alkali by the Organocell Process", 1990 Tappi Pulping Conference, Toronto, vol. 2, 657-661 (October 14-17, 1990)
13. Feckl, J., Edel, E., "Organosolv Pulping with Addition of Alkali-Procedure and Products, 4th ISWPC, Paris, vol. 1, 369-372 (April 27-30, 1987)
14. Dahlmann, G., Schroeter, M.C., "The Organocell process-pulping with the environment in mind", Tappi Journal, 73 (4), 237-240 (April 1990)
15. Organocell GmbH, Dépliant publicitaire
16. Schroeter, M.C., "Possible Lignin Reactions in the Organocell Pulping Process", Tappi Journal, 74 (10), 197-200 (October 1991)
17. Schroeter, M.C., Dahlmann, G., "Organocell Simplifies the Solvent Pulping Process", 1991 Tappi Pulping Conference, Orlando, vol. 2, 646-651 (November 3-7, 1991)
18. Kraftanlagen Heidelberg, "The ASAM-Process", Document interne de la compagnie, 9 pages, circa 1989
19. Kopfmann, K., "Conversion of an Existing Kraft Pulp Mill to an ASAM Mill", 1991 Tappi Pulping Conference, Orlando, vol. 2, 925-931 (November 3-7, 1991)
20. Fuchs, K. et al., "Chemical Recovery System for an ASAM Mill", 1991 Tappi Pulping Conference, Orlando, vol. 1, 259-270 (November 3-7, 1991)
21. Kraftanlagen Heidelberg, "The Right Approach to Pollution-free Pulping: ASAM Pilot Plant Confirms Laboratory Test Results", Document interne de la compagnie, 8 pages, circa 1990
22. Nimz, H.H., Casten, R., "Organosolv Pulping with Acetic Acid", 3rd ISWPC, Vancouver, vol. 1, 265-266 (August 26-30, 1985)
23. Young, R.A. et al., "Pulping of Wood with Organic Acids and Esters", 4th ISWPC, Paris, vol. 2, 185-187 (April 27-30, 1987)
24. Smook, G.A., "Handbook for Pulp and Paper Technologists", Joint Textbook Committee of the Paper Industry, Montréal, 1982, chapitre 8, pages 76-88
25. Aziz, S., Sarkany, K., "Organosolv Pulping - A review", Tappi Journal, 72 (3), 169-175 (March 1989)

26. Green, J., Sanyer, N., "Alkaline Pulping in Aqueous Alcohols and Amines", Tappi, 65 (5), 133-137 (May 1982)
27. Perry, R., Green, D., "Perry's Chemical Engineers' Handbook", McGraw-Hill, New York, 1984, 6ème éd., pages 3-62 - 3-63
28. Page, D., "White Birch (*Betula papyrifera* Marsh.)", Journal of Pulp and Paper Science, 18 (2), J77 (March 1992)
29. Casey, J.P., "Pulp and Paper Chemistry and Technology", John Wiley & Sons, New York, 1980, 3ème éd., vol. 1, chapitre 1, pages 1-40
30. Smook, G.A., "Handbook for Pulp and Paper Technologists", Joint Textbook Committee of the Paper Industry, Montréal, 1982, chapitre 1, pages 1-8
31. Grace, T.M., Malcolm, E.W., "Pulp and Paper Manufacture: Alkaline Pulping", Joint Textbook Committee of the Paper Industry, Montréal, 1989, 3ème éd, vol. 5, chapitre 3, pages 23-44
32. Casey, J.P., "Pulp and Paper Chemistry and Technology", John Wiley & Sons, New York, 1980, 3ème éd., vol. 1, chapitre 2, pages 59-93
33. Smook, G.A., "Handbook for Pulp and Paper Technologists", Joint Textbook Committee of the Paper Industry, Montréal, 1982, chapitre 2, page 17
34. Raber, D., Raber, N., "Organic Chemistry", West Publishing, St. Paul, 1988, chapitre 12, pages 618-621
35. Casey, J.P., "Pulp and Paper Chemistry and Technology", John Wiley & Sons, New York, 1980, 3ème éd., vol. 1, pages 392-440
36. Bikales, N.M., "Cellulose and Cellulose Derivatives", John Wiley & Sons, New York, 1971, vol. 1, pages 1007-1010
37. Whistler, R.L., "Methods in Carbohydrate Chemistry", Academic Press, New York, 1963, vol. 3, pages 154-164
38. Ott, S., "Cellulose and Cellulose Derivatives", Interscience Publishers, New York, 1954, vol. 5, 2 ème éd., pages 520-524
39. Marton, R., Granzow, S., "Ethanol-Alkali Pulping", Tappi, 65 (6), 103-106 (June 1982)
40. Sarkkanen, K.V., "Chemistry of Solvent Pulping", 1990 Tappi Pulping Conference, Toronto, vol. 2, 651-655 (October 14-17, 1990)

41. Kokta, B.V., "Notion de chimie de la lignine", Chimie du bois et des dérivées cellulosiques", Notes de cours, CRPP, UQTR, 1991, page 6
42. Sarkanen, K.V., Ludwig, C.H., "Lignins: Occurrence, Formation, Structure and Reactions", John Wiley & Sons, New York, 1971, pages 687-688
43. Nakano, J. et al., "Studies on Alkali-Methanol Cooking", 1st ISWPC, Stockholm, vol. 2, 72-77 (June 9-12, 1981)
44. Kleinert, T., "Organosolv Pulping with Aqueous Alcohol", Tappi, 57 (8), 99-102 (August 1974)
45. Chen, Z.T. et al., "Pulp Characteristics and Mill Economics for a Conceptual SO<sub>2</sub>-Ethanol-Water Mill", 1990 Tappi Pulping Conference, Toronto, vol. 2, 663-672 (October 14-17, 1990)
46. Ivanow, T., Robert, A., "Délignification par solvolysé: Role du solvant et de divers additifs", 4th ISWPC, Paris, vol. 2, 189-192 (April 27-30, 1987)
47. Barrow, G.M., "Physical Chemistry", McGraw-Hill, New York, 1966, 2 ème éd., pages 486-490
48. Grace, T.M., Malcolm, E.W., "Pulp and Paper Manufacture: Alkaline Pulping", Joint Textbook Committee of the Paper Industry, Montréal, 1989, 3ème éd., vol. 5, chapitre 3, pages 23-44
49. Libby, C.E., "Pulp and Paper Science and Technology", McGraw-Hill, New York, 1962, 1 ère éd., vol. 1, pages 49 et 403-404
50. Box, G.E., Draper, N.R., "Evolutionary Operation", John Wiley & Sons, New York, 1969, chapitre 3, pages 79-104
51. Montgomery, D.G., "Design and Analysis of Experiments", John Wiley & Sons, New York, 1984, 2 ème éd., chapitre 9, pages 266-273
52. Baillargeon, G., Rainville, J., "Statistique Appliquée", Éditions SMG, Trois-Rivières, 1977, 6 ème éd., tome 2, chapitre 9, pages 533-538
53. Perry, R., Green, D., "Perry's Chemical Engineers' Handbook", McGraw-Hill, New York, 1984, 6ème éd., pages 2-102 - 2-104
54. Perry, R., Green, D., "Perry's Chemical Engineers' Handbook", McGraw-Hill, New York, 1984, 6ème éd., page 3-146
55. Chemical Marketing Reporter, 241 (22), 26-35 (June 1, 1992)

## ANNEXE A

### RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

<b>ESSAI (cuisson):</b>	1 - 1 - 0	1 - 1 - 5	1 - 1 - 10	1 - 1 - 15	1 - 1 - 20
Date de l'expérience:	23/1/92	23/1/92	23/1/92	23/1/92	23/1/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	25	25	25	25	25
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	16.14	16.14	16.14	16.14	16.14
pH liqueur blanche:	12.00	12.00	12.00	12.00	12.00
pH liqueur noire:	11.50	11.50	11.50	11.50	11.50
Rendement de la cuisson:	53.67	53.67	53.67	53.67	53.67
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

#### PROPRIÉTÉS PHYSIQUES

Indice d'égouttage (mL):	667	488	327	208	153
Blancheur (%):	34.10	30.00	28.55	28.00	27.80
Opacité (%):	98.85	97.44	96.96	96.42	96.59
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.07	58.48	58.86	59.88	59.79
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.84	1.48	1.42	1.38	1.35
Porosité (mL/min.):	3690	1530	402	109	51
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.21	6.26	7.41	8.18	8.25
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.60	9.15	8.86	9.03	8.78
Longueur de rupture (km):	6.78	8.92	9.94	10.28	10.62
Nombre de kappa:	15.6	15.6	15.6	15.6	15.6

<b>ESSAI (cuisson):</b>	1 - 2 - 0	1 - 2 - 5	1 - 2 - 10	1 - 2 - 15	1 - 2 - 20
Date de l'expérience:	24/1/92	24/1/92	24/1/92	24/1/92	24/1/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	25	25	25	25	25
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	16.73	16.73	16.73	16.73	16.73
pH liqueur blanche:	12.10	12.10	12.10	12.10	12.10
pH liqueur noire:	11.60	11.60	11.60	11.60	11.60
Rendement de la cuisson:	53.60	53.60	53.60	53.60	53.60
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

#### PROPRIÉTÉS PHYSIQUES

Indice d'égouttage (mL):	675	496	336	219	148
Blancheur (%):	34.65	30.25	29.25	28.45	28.65
Opacité (%):	99.09	97.11	96.78	96.46	96.46
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.28	59.82	60.09	60.16	59.72
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.81	1.44	1.41	1.38	1.34
Porosité (mL/min.):	3770	1450	488	115	41
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.18	6.29	6.99	7.83	8.09
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.44	9.45	9.40	8.94	8.44
Longueur de rupture (km):	6.30	10.33	10.87	10.88	11.15
Nombre de kappa:	14.5	14.5	14.5	14.5	14.5

<b>ESSAI (cuisson):</b>	1 - 3 - 0	1 - 3 - 5	1 - 3 - 10	1 - 3 - 15	1 - 3 - 20
Date de l'expérience:	25/1/92	25/1/92	25/1/92	25/1/92	25/1/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	25	25	25	25	25
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	16.78	16.78	16.78	16.78	16.78
pH liqueur blanche:	12.00	12.00	12.00	12.00	12.00
pH liqueur noire:	11.63	11.63	11.63	11.63	11.63
Rendement de la cuisson:	53.36	53.36	53.36	53.36	53.36
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	675	496	334	226	154
Blancheur (%):	35.60	31.20	29.90	29.40	28.90
Opacité (%):	98.54	96.90	96.33	96.21	95.80
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	58.87	58.39	59.61	59.92	59.22
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.87	1.47	1.42	1.37	1.36
Porosité (mL/min.):	3760	1510	412	165	58
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.31	6.32	7.16	7.60	8.39
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.77	9.17	9.18	8.66	8.64
Longueur de rupture (km):	6.71	9.80	10.56	11.07	10.10
Nombre de kappa:	13.8	13.8	13.8	13.8	13.8

<b>ESSAI (cuisson):</b>	1 - 4 - 0	1 - 4 - 5	1 - 4 - 10	1 - 4 - 15	1 - 4 - 20
Date de l'expérience:	26/1/92	26/1/92	26/1/92	26/1/92	26/1/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	25	25	25	25	25
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	16.36	16.36	16.36	16.36	16.36
pH liqueur blanche:	12.10	12.10	12.10	12.10	12.10
pH liqueur noire:	11.55	11.55	11.55	11.55	11.55
Rendement de la cuisson:	54.18	54.18	54.18	54.18	54.18
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	678	493	339	221	156
Blancheur (%):	34.35	30.10	28.65	28.00	27.75
Opacité (%):	98.69	97.01	96.67	96.30	96.21
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	58.90	60.20	59.25	58.99	59.57
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.88	1.47	1.43	1.37	1.35
Porosité (mL/min.):	3680	1180	352	117	55
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.23	6.34	7.47	7.92	8.18
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.97	9.58	8.78	8.79	8.53
Longueur de rupture (km):	6.76	10.00	10.86	11.09	11.41
Nombre de kappa:	14.4	14.4	14.4	14.4	14.4

<b>ESSAI (cuisson):</b>	1 - 5 - 0	1 - 5 - 5	1 - 5 - 10	1 - 5 - 15	1 - 5 - 20
Date de l'expérience:	12/2/92	12/2/92	12/2/92	12/2/92	12/2/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	25	25	25	25	25
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	18.09	18.09	18.09	18.09	18.09
pH liqueur blanche:	12.20	12.20	12.20	12.20	12.20
pH liqueur noire:	11.78	11.78	11.78	11.78	11.78
Rendement de la cuisson:	53.60	53.60	53.60	53.60	53.60
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	673	497	320	231	155
Blancheur (%):	35.25	30.30	29.45	28.80	28.55
Opacité (%):	98.71	97.42	96.65	96.35	96.05
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.85	60.12	59.43	60.05	59.33
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.88	1.42	1.40	1.38	1.34
Porosité (mL/min.):	3780	928	390	147	48
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.11	6.53	7.14	7.68	8.12
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	9.28	8.59	8.72	8.56	8.35
Longueur de rupture (km):	7.58	10.41	10.92	11.83	11.03
Nombre de kappa:	13.8	13.8	13.8	13.8	13.8

<b>ESSAI (cuisson):</b>	2 - 1 - 0	2 - 1 - 5	2 - 1 - 10	2 - 1 - 15	2 - 1 - 20
Date de l'expérience:	13/2/92	13/2/92	13/2/92	13/2/92	13/2/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	45	45	45	45	45
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	15.55	15.55	15.55	15.55	15.55
pH liqueur blanche:	12.20	12.20	12.20	12.20	12.20
pH liqueur noire:	11.75	11.75	11.75	11.75	11.75
Rendement de la cuisson:	54.21	54.21	54.21	54.21	54.21
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	683	482	348	224	124
Blancheur (%):	33.40	29.20	28.80	28.45	28.00
Opacité (%):	98.85	97.74	97.49	97.00	96.92
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	58.84	59.42	59.71	59.57	59.48
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.89	1.44	1.42	1.35	1.34
Porosité (mL/min.):	3840	1090	377	84	28
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.88	6.27	7.14	7.57	8.04
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.94	8.47	8.60	8.53	7.96
Longueur de rupture (km):	6.76	9.78	9.71	10.48	10.77
Nombre de kappa:	12.1	12.1	12.1	12.1	12.1

<b>ESSAI (cuisson):</b>	2 - 2 - 0	2 - 2 - 5	2 - 2 - 10	2 - 2 - 15	2 - 2 - 20
Date de l'expérience:	19/2/92	19/2/92	19/2/92	19/2/92	19/2/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	45	45	45	45	45
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	15.89	15.89	15.89	15.89	15.89
pH liqueur blanche:	12.20	12.20	12.20	12.20	12.20
pH liqueur noire:	11.70	11.70	11.70	11.70	11.70
Rendement de la cuisson:	54.73	54.73	54.73	54.73	54.73
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	679	498	329	193	129
Blancheur (%):	33.50	29.30	28.45	27.55	27.35
Opacité (%):	99.09	97.82	97.12	97.00	97.32
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	58.37	59.67	59.67	60.44	60.60
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.92	1.43	1.41	1.32	1.33
Porosité (mL/min.):	3800	1120	294	68	42
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.87	6.28	7.01	7.52	7.85
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.66	8.88	8.27	8.36	7.90
Longueur de rupture (km):	6.67	9.74	10.27	10.39	10.66
Nombre de kappa:	12.7	12.7	12.7	12.7	12.7

<b>ESSAI (cuisson):</b>	2 - 3 - 0	2 - 3 - 5	2 - 3 - 10	2 - 3 - 15	2 - 3 - 20
Date de l'expérience:	20/2/92	20/2/92	20/2/92	20/2/92	20/2/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	45	45	45	45	45
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	15.87	15.87	15.87	15.87	15.87
pH liqueur blanche:	12.20	12.20	12.20	12.20	12.20
pH liqueur noire:	11.70	11.70	11.70	11.70	11.70
Rendement de la cuisson:	53.72	53.72	53.72	53.72	53.72
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	670	483	291	192	126
Blancheur (%):	33.60	29.25	28.35	28.35	28.40
Opacité (%):	99.04	97.91	97.11	97.46	96.87
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.65	60.34	59.95	61.71	60.41
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.94	1.43	1.38	1.36	1.32
Porosité (mL/min.):	3820	782	210	66	29
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.83	6.40	7.36	7.70	8.02
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.57	8.69	8.39	8.17	7.93
Longueur de rupture (km):	6.80	- 10.43	11.12	11.17-	10.86
Nombre de kappa:	12.1	12.1	12.1	12.1	12.1

<b>ESSAI (cuisson):</b>	2 - 4 - 0	2 - 4 - 5	2 - 4 - 10	2 - 4 - 15	2 - 4 - 20
Date de l'expérience:	2/3/92	2/3/92	2/3/92	2/3/92	2/3/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	45	45	45	45	45
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	14.59	14.59	14.59	14.59	14.59
pH liqueur blanche:	12.00	12.00	12.00	12.00	12.00
pH liqueur noire:	11.70	11.70	11.70	11.70	11.70
Rendement de la cuisson:	53.82	53.82	53.82	53.82	53.82
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	673	504	612	188	127
Blancheur (%):	32.80	28.60	27.75	27.50	27.30
Opacité (%):	99.18	98.28	97.46	97.25	97.58
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.04	60.66	59.88	59.97	61.21
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.89	1.47	1.41	1.35	1.36
Porosité (mL/min.):	3660	878	262	63	24
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.99	6.43	7.49	7.95	8.23
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.93	8.87	8.16	7.72	8.05
Longueur de rupture (km):	6.17	9.68	9.76	10.39	10.42
Nombre de kappa:	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5

<b>ESSAI (cuisson):</b>	2 - 5 - 0	2 - 5 - 5	2 - 5 - 10	2 - 5 - 15	2 - 5 - 20
Date de l'expérience:	9/3/92	9/3/92	9/3/92	9/3/92	9/3/92
T° de cuisson:	175	175	175	175	175
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	17.5	17.5	17.5	17.5	17.5
% EtOH:	45	45	45	45	45
Alcali liqueur blanche (g):	140	140	140	140	140
Alcali liqueur noire (g):	15.57	15.57	15.57	15.57	15.57
pH liqueur blanche:	12.20	12.20	12.20	12.20	12.20
pH liqueur noire:	11.70	11.70	11.70	11.70	11.70
Rendement de la cuisson:	54.51	54.51	54.51	54.51	54.51
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	677	469	300	182	133
Blancheur (%):	32.70	28.70	27.80	27.30	27.30
Opacité (%):	99.39	98.00	97.70	97.22	97.35
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	58.60	59.70	59.61	58.82	59.74
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.95	1.46	1.43	1.36	1.34
Porosité (mL/min.):	3820	794	262	66	32
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.94	6.50	7.20	7.94	8.14
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.66	9.13	8.54	8.48	8.47
Longueur de rupture (km):	5.85	9.29	10.71	11.25	10.92
Nombre de kappa:	13.8	13.8	13.8	13.8	13.8

<b>ESSAI (cuisson):</b>	20-15-1-5	20-15-1-10	20-15-1-15	20-15-1-20
Date de l'expérience:	7/2/91	7/2/91	7/2/91	7/2/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	20	20	20	20
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	11.32	11.32	11.32	11.32
pH liqueur blanche:	12.35	12.35	12.35	12.35
pH liqueur noire:	10.90	10.90	10.90	10.90
Rendement de la cuisson:	61.72	61.72	61.72	61.72
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	620	495	382	295
Blancheur (%):	25.45	24.70	23.90	23.00
Opacité (%):	98.35	97.72	97.45	96.99
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.27	59.76	60.08	60.39
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.54	1.46	1.41	1.38
Porosité (mL/min.):	2440	914	422	188
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	4.93	5.74	6.66	7.31
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.62	10.33	9.78	9.46
Longueur de rupture (km):	8.09	9.41	9.81	9.61
Nombre de kappa:	36.5	36.5	36.5	36.5

<b>ESSAI (cuisson):</b>	20-15-1-5	20-15-1-10	20-15-1-15	20-15-1-20
Date de l'expérience:	8/12/91	8/12/91	8/12/91	8/12/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	20	20	20	20
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	11.83	11.83	11.83	11.83
pH liqueur blanche:	12.60	12.60	12.60	12.60
pH liqueur noire:	10.95	10.95	10.95	10.95
Rendement de la cuisson:	59.92	59.92	59.92	59.92
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	594	457	335	261
Blancheur (%):	25.00	23.80	22.65	22.80
Opacité (%):	98.83	98.14	98.22	97.48
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.48	59.36	60.05	60.22
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.56	1.50	1.42	1.41
Porosité (mL/min.):	2360	914	384	212
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	4.78	5.68	6.38	7.04
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.52	10.43	10.10	9.66
Longueur de rupture (km):	7.54	- 8.57	9.61	10.09-
Nombre de kappa:	39.0	39.0	39.0	39.0

<b>ESSAI (cuisson):</b>	20-15-3-5	20-15-3-10	20-15-3-15	20-15-3-20
Date de l'expérience:	20/05/91	20/05/91	20/05/91	20/05/91
T° de cuisson:	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	20	20	20	20
Alcali liquide blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liquide noire (g):	10.03	10.03	10.03	10.03
pH liquide blanche:	13.20	13.20	13.20	13.20
pH liquide noire:	10.65	10.65	10.65	10.65
Rendement de la cuisson:	57.40	57.40	57.40	57.40
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	521	340	241	174
Blancheur (%):	23.40	22.20	21.90	21.25
Opacité (%):	99.20	98.90	98.70	98.20
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.20	60.68	59.95	60.65
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.50	1.42	1.33	1.32
Porosité (mL/min.):	1350	344	109	47
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	5.68	6.82	7.27	7.91
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.46	10.30	9.89	9.75
Longueur de rupture (km):	8.77	9.69	9.84	10.12
Nombre de kappa:	33.5	33.5	33.5	33.5

<b>ESSAI (cuisson):</b>	20-15-3-5	20-15-3-10	20-15-3-15	20-15-3-20
Date de l'expérience:	16/07/91	16/07/91	16/07/91	16/07/91
T° de cuisson:	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	20	20	20	20
Alcali liquide blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liquide noire (g):	7.80	7.80	7.80	7.80
pH liquide blanche:	12.55	12.55	12.55	12.55
pH liquide noire:	10.40	10.40	10.40	10.40
Rendement de la cuisson:	60.08	60.08	60.08	60.08
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	509	357	244	195
Blancheur (%):	22.15	21.80	21.20	21.05
Opacité (%):	99.38	98.92	99.04	99.20
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	61.04	60.94	61.95	61.59
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.56	1.43	1.40	1.40
Porosité (mL/min.):	1150	394	114	72.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	5.93	6.73	7.16	7.45
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.91	10.74	10.26	10.09
Longueur de rupture (km):	8.87	9.81	10.01	10.59
Nombre de kappa:	35.2	35.2	35.2	35.2

<b>ESSAI (cuisson):</b>	20-20-1-0	20-20-1-5	20-20-1-10	20-20-1-15	20-20-1-20
Date de l'expérience:	5/9/91	5/9/91	5/9/91	5/9/91	5/9/91
T° de cuisson:	170	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	20	20	20	20	20
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	36.88	36.88	36.88	36.88	36.88
pH liqueur blanche:	13.20	13.20	13.20	13.20	13.20
pH liqueur noire:	12.00	12.00	12.00	12.00	12.00
Rendement de la cuisson:	53.34	53.34	53.34	53.34	53.34
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	679	528	368	253	175
Blancheur (%):	37.30	33.10	32.70	31.70	31.20
Opacité (%):	98.70	97.00	97.00	96.40	96.10
Grammage (g/m^2):	58.90	58.30	58.67	59.24	58.86
Main (cm^3/g):	1.92	1.46	1.45	1.41	1.39
Porosité (mL/min.):	3870	1650	448	164	54
Ind. d'éclatement (kPa•m^2/g):	2.78	5.78	6.38	7.10	7.53
Ind. de déchirure (mN•m^2/g):	8.55	10.24	10.64	9.44	9.61
Longueur de rupture (km):	6.00	8.71	9.53	9.92	10.75
Nombre de kappa:	13.6	13.6	13.6	13.6	13.6

<b>ESSAI (cuisson):</b>	20-20-1-0	20-20-1-5	20-20-1-10	20-20-1-15	20-20-1-20
Date de l'expérience:	7/8/91	7/8/91	7/8/91	7/8/91	7/8/91
T° de cuisson:	170	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	20	20	20	20	20
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	23.46	23.46	23.46	23.46	23.46
pH liqueur blanche:	12.70	12.70	12.70	12.70	12.70
pH liqueur noire:	12.00	12.00	12.00	12.00	12.00
Rendement de la cuisson:	53.97	53.97	53.97	53.97	53.97
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	675	510	347	255	165
Blancheur (%):	37.85	33.85	32.85	32.40	32.25
Opacité (%):	98.35	98.80	95.59	95.43	95.41
Grammage (g/m^2):	59.49	60.33	59.65	59.80	59.43
Main (cm^3/g):	1.87	1.48	1.42	1.38	1.38
Porosité (mL/min.):	3570	758	360	91	47.5
Ind. d'éclatement (kPa•m^2/g):	2.96	6.17	7.04	7.44	7.66
Ind. de déchirure (mN•m^2/g):	9.18	10.28	10.44	9.80	9.86
Longueur de rupture (km):	6.11	9.24	9.56	10.14	10.28
Nombre de kappa:	12.6	12.6	12.6	12.6	12.6

<b>ESSAI (cuisson):</b>	20-20-3-0	20-20-3-5	20-20-3-10	20-20-3-15	20-20-3-20
Date de l'expérience:	21/05/91	21/05/91	21/05/91	21/05/91	21/05/91
T° de cuisson:	180	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	20	20	20	20	20
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	20.98	20.98	20.98	20.98	20.98
pH liqueur blanche:	13.40	13.40	13.40	13.40	13.40
pH liqueur noire:	11.60	11.60	11.60	11.60	11.60
Rendement de la cuisson:	50.30	50.30	50.30	50.30	50.30
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	698	487	333	199	139
Blancheur (%):	36.70	31.45	30.50	30.25	30.10
Opacité (%):	99.70	99.10	99.00	98.90	98.70
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.00	58.89	60.41	60.50	59.28
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.94	1.44	1.39	1.32	1.34
Porosité (mL/min.):	3880	814	196	40	32
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.40	6.18	7.00	7.40	7.66
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	7.64	9.71	8.86	8.71	8.89
Longueur de rupture (km):	4.77	8.61	9.39	9.76	9.55
Nombre de kappa:	10.7	10.7	10.7	10.7	10.7

<b>ESSAI (cuisson):</b>	20-20-3-0	20-20-3-5	20-20-3-10	20-20-3-15	20-20-3-20
Date de l'expérience:	29/07/91	29/07/91	29/07/91	29/07/91	29/07/91
T° de cuisson:	180	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	20	20	20	20	20
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	17.62	17.62	17.62	17.62	17.62
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	11.30	11.30	11.30	11.30	11.30
Rendement de la cuisson:	51.91	51.91	51.91	51.91	51.91
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	682	481	329	214	145
Blancheur (%):	36.65	32.00	31.05	30.85	30.60
Opacité (%):	98.51	96.98	96.49	96.30	96.38
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.86	60.38	60.79	60.26	60.76
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.84	1.45	1.40	1.40	1.35
Porosité (mL/min.):	3630	564	239	67.5	27
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.03	6.35	6.94	7.51	7.72
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	9.37	9.62	9.42	9.39	9.03
Longueur de rupture (km):	6.24	9.36	9.80	9.97	10.01
Nombre de kappa:	11.6	11.6	11.6	11.6	11.6

<b>ESSAI (cuisson):</b>	30-15-1-5	30-15-1-10	30-15-1-15	30-15-1-20
Date de l'expérience:	27/06/91	27/06/91	27/06/91	27/06/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	30	30	30	30
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	11.18	11.18	11.18	11.18
pH liqueur blanche:	12.30	12.30	12.30	12.30
pH liqueur noire:	11.10	11.10	11.10	11.10
Rendement de la cuisson:	59.91	59.91	59.91	59.91
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	598	495	343	275
Blancheur (%):	27.60	26.60	25.10	24.40
Opacité (%):	98.20	97.30	96.80	96.50
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.53	59.54	59.81	59.74
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.55	1.48	1.38	1.40
Porosité (mL/min.):	2430	1350	239	196
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	5.08	5.95	7.26	7.55
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.36	9.84	9.57	9.27
Longueur de rupture (km):	8.59	8.43	9.57	9.73
Nombre de kappa:	27.1	27.1	27.1	27.1

<b>ESSAI (cuisson):</b>	30-15-1-5	30-15-1-10	30-15-1-15	30-15-1-20
Date de l'expérience:	13/08/91	13/08/91	13/08/91	13/08/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	30	30	30	30
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	11.12	11.12	11.12	11.12
pH liqueur blanche:	12.70	12.70	12.70	12.70
pH liqueur noire:	11.05	11.05	11.05	11.05
Rendement de la cuisson:	58.88	58.88	58.88	58.88
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	570	420	302.5	226
Blancheur (%):	27.20	25.90	25.40	24.40
Opacité (%):	98.46	97.82	97.12	96.83
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.11	61.10	61.12	60.84
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.56	1.46	1.43	1.41
Porosité (mL/min.):	2350	1115	370	183.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	5.10	6.28	6.94	7.62
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.53	10.09	9.77	9.50
Longueur de rupture (km):	8.65	9.40	9.93	10.40
Nombre de kappa:	29.8	29.8	29.8	29.8

<b>ESSAI (cuisson):</b>	30-15-3-5	30-15-3-10	30-15-3-15	30-15-3-20
Date de l'expérience:	6/10/91	6/10/91	6/10/91	6/10/91
T° de cuisson:	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	30	30	30	30
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	9.47	9.47	9.47	9.47
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	10.65	10.65	10.65	10.65
Rendement de la cuisson:	57.67	57.67	57.67	57.67
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	466	314	200	126
Blancheur (%):	25.55	24.10	23.55	23.15
Opacité (%):	98.33	98.17	97.88	97.52
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.35	60.03	60.73	60.20
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.47	1.43	1.37	1.35
Porosité (mL/min.):	720	268	56	15.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	6.41	6.82	7.70	8.37
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	9.48	9.13	9.07	8.51
Longueur de rupture (km):	9.26	10.01	10.44	10.96
Nombre de kappa:	23.5	23.5	23.5	23.5

<b>ESSAI (cuisson):</b>	30-15-3-5	30-15-3-10	30-15-3-15	30-15-3-20
Date de l'expérience:	17/07/91	17/07/91	17/07/91	17/07/91
T° de cuisson:	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	30	30	30	30
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	7.22	7.22	7.22	7.22
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	10.60	10.60	10.60	10.60
Rendement de la cuisson:	60.16	60.16	60.16	60.16
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	499	321	221	162
Blancheur (%):	23.35	22.20	22.00	21.40
Opacité (%):	99.22	98.74	98.69	98.77
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	58.85	59.54	60.31	59.74
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.51	1.43	1.40	1.45
Porosité (mL/min.):	860	283	88.5	54
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	6.45	6.95	7.59	7.62
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.44	9.88	9.55	9.33
Longueur de rupture (km):	9.25	9.92	10.32	10.09
Nombre de kappa:	27.3	27.3	27.3	27.3

<b>ESSAI (cuisson):</b>	30-20-1-0	30-20-1-5	30-20-1-10	30-20-1-15	30-20-1-20
Date de l'expérience:	14/05/91	14/05/91	14/05/91	14/05/91	14/05/91
T° de cuisson:	170	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	30	30	30	30	30
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	25.58	25.58	25.58	25.58	25.58
pH liqueur blanche:	13.50	13.50	13.50	13.50	13.50
pH liqueur noire:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
Rendement de la cuisson:	52.90	52.90	52.90	52.90	52.90
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	694	517	341	267	184
Blancheur (%):	36.45	32.25	31.20	31.00	30.70
Opacité (%):	99.00	97.40	97.40	96.70	96.75
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.49	58.82	59.28	58.54	59.43
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.93	1.51	1.43	1.38	1.36
Porosité (mL/min.):	4020	1420	328	197.5	70.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.27	5.75	6.70	6.85	7.40
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.07	10.10	9.94	9.60	9.78
Longueur de rupture (km):	4.85	9.16	8.90	9.87	9.67
Nombre de kappa:	23.5	11.9	11.9	11.9	11.9

<b>ESSAI (cuisson):</b>	30-20-1-0	30-20-1-5	30-20-1-10	30-20-1-15	30-20-1-20
Date de l'expérience:	7/9/91	7/9/91	7/9/91	7/9/91	7/9/91
T° de cuisson:	170	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	30	30	30	30	30
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	20.86	20.86	20.86	20.86	20.86
pH liqueur blanche:	12.60	12.60	12.60	12.60	12.60
pH liqueur noire:	12.10	12.10	12.10	12.10	12.10
Rendement de la cuisson:	54.72	54.72	54.72	54.72	54.72
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	680	518	342	232	160
Blancheur (%):	39.05	34.30	33.10	32.80	32.30
Opacité (%):	98.68	96.61	95.96	95.53	95.40
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.81	59.48	59.90	59.40	59.05
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.95	1.48	1.42	1.41	1.35
Porosité (mL/min.):	3770	1350	414	170	50
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.88	6.15	7.04	7.54	8.17
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.64	11.19	10.20	10.06	9.42
Longueur de rupture (km):	5.06	8.68	9.46	9.72	11.17
Nombre de kappa:	27.3	12.0	12.0	12.0	12.0

<b>ESSAI (cuisson):</b>	30-20-3-0	30-20-3-5	30-20-3-10	30-20-3-15	30-20-3-20
Date de l'expérience:	6/4/91	6/4/91	6/4/91	6/4/91	6/4/91
T° de cuisson:	180	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	30	30	30	30	30
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	19.01	19.01	19.01	19.01	19.01
pH liqueur blanche:	13.00	13.00	13.00	13.00	13.00
pH liqueur noire:	11.60	11.60	11.60	11.60	11.60
Rendement de la cuisson:	50.58	50.58	50.58	50.58	50.58
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	674	492	297	193	145
Blancheur (%):	36.90	32.70	31.40	31.10	31.00
Opacité (%):	98.70	97.30	96.90	96.70	96.90
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.38	60.15	59.92	61.41	60.53
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.86	1.48	1.41	1.38	1.36
Porosité (mL/min.):	3850	892	248	60.5	43.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.98	5.87	6.73	7.27	7.37
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.21	8.70	8.38	8.70	8.22
Longueur de rupture (km):	5.94	8.43	9.04	9.57	9.69
Nombre de kappa:	9.8	9.8	9.8	9.8	9.8

<b>ESSAI (cuisson):</b>	30-20-3-0	30-20-3-5	30-20-3-10	30-20-3-15	30-20-3-20
Date de l'expérience:	8/1/91	8/1/91	8/1/91	8/1/91	8/1/91
T° de cuisson:	180	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	30	30	30	30	30
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	17.57	17.57	17.57	17.57	17.57
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	11.70	11.70	11.70	11.70	11.70
Rendement de la cuisson:	50.23	50.23	50.23	50.23	50.23
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	719	538	338	248	119
Blancheur (%):	37.60	32.70	31.55	31.60	30.50
Opacité (%):	98.43	97.52	96.98	96.60	96.26
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	58.30	62.41	61.41	60.48	61.15
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.94	1.43	1.38	1.39	1.31
Porosité (mL/min.):	3830	574	176	88.5	10.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.68	6.05	6.86	7.02	7.69
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.28	8.87	8.69	8.59	8.54
Longueur de rupture (km):	5.07	8.36	9.20	9.38	10.34
Nombre de kappa:	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

<b>ESSAI (cuisson):</b>	40-15-1-5	40-15-1-10	40-15-1-15	40-15-1-20
Date de l'expérience:	19/06/91	19/06/91	19/06/91	19/06/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	40	40	40	40
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	11.26	11.26	11.26	11.26
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	11.10	11.10	11.10	11.10
Rendement de la cuisson:	60.27	60.27	60.27	60.27
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	585	440	320	220
Blancheur (%):	27.20	26.00	25.20	24.70
Opacité (%):	98.23	97.66	97.19	96.73
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.74	59.97	59.63	59.05
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.50	1.47	1.42	1.37
Porosité (mL/min.):	2290	842	320	63
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	5.54	6.30	7.13	7.63
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.46	9.90	9.87	9.09
Longueur de rupture (km):	8.22	8.36	10.17	10.18
Nombre de kappa:	24.0	24.0	24.0	24.0

<b>ESSAI (cuisson):</b>	40-15-1-5	40-15-1-10	40-15-1-15	40-15-1-20
Date de l'expérience:	19/08/91	19/08/91	19/08/91	19/08/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	40	40	40	40
Alcali liqueur blanche (g):	30	30	30	30
Alcali liqueur noire (g):	120.00	120.00	120.00	120.00
pH liqueur blanche:	10.27	10.27	10.27	10.27
pH liqueur noire:	11.65	11.65	11.65	11.65
Rendement de la cuisson:	59.12	59.12	59.12	59.12
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	549	399	276	184
Blancheur (%):	26.05	25.20	24.20	23.35
Opacité (%):	98.32	97.94	97.26	97.30
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.20	59.77	60.09	59.92
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.53	1.46	1.41	1.39
Porosité (mL/min.):	2100	612	262.5	74
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	5.78	6.74	7.41	7.73
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	10.51	10.00	9.62	9.55
Longueur de rupture (km):	8.39	9.21	10.29	9.84
Nombre de kappa:	24.2	24.2	24.2	24.2

<b>ESSAI (cuisson):</b>	40-15-3-5	40-15-3-10	40-15-3-15	40-15-3-20
Date de l'expérience:	18/06/91	18/06/91	18/06/91	18/06/91
T° de cuisson:	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	40	40	40	40
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	7.80	7.80	7.80	7.80
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	10.80	10.80	10.80	10.80
Rendement de la cuisson:	58.99	58.99	58.99	58.99
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	525	333	225	150
Blancheur (%):	24.30	23.20	23.10	22.50
Opacité (%):	98.82	98.47	98.64	98.13
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.17	59.70	60.36	60.09
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.48	1.42	1.38	1.33
Porosité (mL/min.):	1213	228	88	42
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	6.66	7.66	7.95	8.24
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	9.46	9.33	9.22	8.26
Longueur de rupture (km):	9.89	10.08	10.62	10.73
Nombre de kappa:	25.1	25.1	25.1	25.1

<b>ESSAI (cuisson):</b>	40-15-3-5	40-15-3-10	40-15-3-15	40-15-3-20
Date de l'expérience:	20/08/91	20/08/91	20/08/91	20/08/91
T° de cuisson:	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	40	40	40	40
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	7.62	7.62	7.62	7.62
pH liqueur blanche:	12.70	12.70	12.70	12.70
pH liqueur noire:	10.80	10.80	10.80	10.80
Rendement de la cuisson:	58.79	58.79	58.79	58.79
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	497	322	195	142
Blancheur (%):	24.70	22.90	22.80	22.15
Opacité (%):	98.64	98.43	98.09	98.11
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.92	59.74	60.11	60.49
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.50	1.42	1.40	1.36
Porosité (mL/min.):	1065	264	52	31
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	6.43	7.58	8.14	8.36
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	9.52	9.15	8.52	8.65
Longueur de rupture (km):	9.63	-10.51	10.94	10.72-
Nombre de kappa:	24.3	24.3	24.3	24.3

<b>ESSAI (cuisson):</b>	40-20-1-0	40-20-1-5	40-20-1-10	40-20-1-15	40-20-1-20
Date de l'expérience:	6/3/91	6/3/91	6/3/91	6/3/91	6/3/91
T° de cuisson:	170	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	40	40	40	40	40
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	23.14	23.14	23.14	23.14	23.14
pH liqueur blanche:	13.00	13.00	13.00	13.00	13.00
pH liqueur noire:	11.80	11.80	11.80	11.80	11.80
Rendement de la cuisson:	53.93	53.93	53.93	53.93	53.93
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	690	530	345	225	142
Blancheur (%):	35.90	32.70	31.00	31.10	30.60
Opacité (%):	99.00	97.36	96.71	96.73	96.64
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.45	59.36	61.01	60.32	60.96
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.85	1.51	1.42	1.39	1.35
Porosité (mL/min.):	4020	1260	285	107	25.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.71	5.43	6.63	6.80	7.53
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.34	10.12	9.76	10.21	8.98
Longueur de rupture (km):	5.39	8.19	9.07	8.93	8.02
Nombre de kappa:	11.5	11.5	11.5	11.5	11.5

<b>ESSAI (cuisson):</b>	40-20-1-0	40-20-1-5	40-20-1-10	40-20-1-15	40-20-1-20
Date de l'expérience:	30/07/91	30/07/91	30/07/91	30/07/91	30/07/91
T° de cuisson:	170	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	40	40	40	40	40
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	20.74	20.74	20.74	20.74	20.74
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	12.10	12.10	12.10	12.10	12.10
Rendement de la cuisson:	55.71	55.71	55.71	55.71	55.71
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	687	531	349	216	136
Blancheur (%):	36.50	32.70	31.60	31.05	30.65
Opacité (%):	98.80	97.26	96.34	96.06	95.93
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.12	59.42	59.91	59.68	59.50
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.96	1.51	1.42	1.42	1.40
Porosité (mL/min.):	3740	1420	310	79.5	25
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.69	5.54	6.81	7.31	7.95
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	9.32	10.32	9.95	9.39	9.06
Longueur de rupture (km):	5.09	8.31	9.79	10.22	10.60
Nombre de kappa:	11.0	11.0	11.0	11.0	11.0

<b>ESSAI (cuisson):</b>	40-20-3-0	40-20-3-5	40-20-3-10	40-20-3-15	40-20-3-20
Date de l'expérience:	6/11/91	6/11/91	6/11/91	6/11/91	6/11/91
T° de cuisson:	180	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	40	40	40	40	40
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	10.11	10.11	10.11	10.11	10.11
pH liqueur blanche:	12.40	12.40	12.40	12.40	12.40
pH liqueur noire:	11.25	11.25	11.25	11.25	11.25
Rendement de la cuisson:	50.65	50.65	50.65	50.65	50.65
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	683	440	255	126	96
Blancheur (%):	36.35	32.20	31.50	30.90	30.80
Opacité (%):	99.16	96.87	96.50	95.89	96.04
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	62.23	61.09	59.52	60.01	60.25
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.77	1.43	1.41	1.33	1.33
Porosité (mL/min.):	3380	470	90	14.5	12.3
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.24	6.09	7.00	7.30	7.40
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	9.04	8.16	8.07	7.17	7.12
Longueur de rupture (km):	6.89	9.39	9.15	9.88	9.71
Nombre de kappa:	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4

<b>ESSAI (cuisson):</b>	40-20-3-0	40-20-3-5	40-20-3-10	40-20-3-15	40-20-3-20
Date de l'expérience:	8/6/91	8/6/91	8/6/91	8/6/91	8/6/91
T° de cuisson:	180	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	40	40	40	40	40
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	16.62	16.62	16.62	16.62	16.62
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	11.70	11.70	11.70	11.70	11.70
Rendement de la cuisson:	49.92	49.92	49.92	49.92	49.92
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	687	415	222	131	87
Blancheur (%):	35.40	31.25	30.60	30.05	30.00
Opacité (%):	99.27	97.79	97.25	97.23	97.22
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.76	59.67	59.80	59.88	59.48
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.87	1.46	1.40	1.37	1.35
Porosité (mL/min.):	3580	542	70	20.5	12.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.99	6.01	6.79	7.05	7.36
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	7.90	8.03	7.96	7.72	7.20
Longueur de rupture (km):	6.09	8.50	9.47	9.53	10.09
Nombre de kappa:	10.1	10.1	10.1	10.1	10.1

<b>ESSAI (cuisson):</b>	50-15-1-5	50-15-1-10	50-15-1-15	50-15-1-20
Date de l'expérience:	10/7/91	10/7/91	10/7/91	10/7/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	50	50	50	50
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	12.54	12.54	12.54	12.54
pH liqueur blanche:	12.35	12.35	12.35	12.35
pH liqueur noire:	11.10	11.10	11.10	11.10
Rendement de la cuisson:	60.33	60.33	60.33	60.33
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	577	446	295	221
Blancheur (%):	24.45	23.70	22.80	22.40
Opacité (%):	98.77	98.28	97.86	98.10
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.61	59.09	58.98	59.76
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.50	1.43	1.36	1.37
Porosité (mL/min.):	2030	730	224	119
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	6.46	7.42	8.07	8.65
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.91	8.39	8.11	8.15
Longueur de rupture (km):	9.32	10.49	11.55	11.44
Nombre de kappa:	26.6	26.6	26.6	26.6

<b>ESSAI (cuisson):</b>	50-15-1-5	50-15-1-10	50-15-1-15	50-15-1-20
Date de l'expérience:	11/12/91	11/12/91	11/12/91	11/12/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	50	50	50	50
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	12.29	12.29	12.29	12.29
pH liqueur blanche:	12.40	12.40	12.40	12.40
pH liqueur noire:	11.35	11.35	11.35	11.35
Rendement de la cuisson:	58.21	58.21	58.21	58.21
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	564	470	314	211
Blancheur (%):	27.05	26.60	25.50	24.95
Opacité (%):	98.73	97.51	97.26	96.70
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	63.12	59.51	60.34	60.17
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.51	1.45	1.40	1.37
Porosité (mL/min.):	1860	950	328	112
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	5.99	7.03	7.93	8.30
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	9.56	9.30	8.44	8.51
Longueur de rupture (km):	9.55	10.18	11.18	11.25
Nombre de kappa:	20.2	20.2	20.2	20.2

<b>ESSAI (cuisson):</b>	50-15-3-5	50-15-3-10	50-15-3-15	50-15-3-20
Date de l'expérience:	10/11/91	10/11/91	10/11/91	10/11/91
T° de cuisson:	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	50	50	50	50
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	8.57	8.57	8.57	8.57
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	10.75	10.75	10.75	10.75
Rendement de la cuisson:	60.07	60.07	60.07	60.07
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	562	396	263	180
Blancheur (%):	22.00	21.25	20.80	20.70
Opacité (%):	99.08	99.13	98.91	98.74
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.50	59.62	60.49	59.81
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.50	1.41	1.38	1.34
Porosité (mL/min.):	1850	576	190	64
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	6.40	7.29	7.85	8.16
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.96	8.56	8.09	7.64
Longueur de rupture (km):	9.81	10.73	10.55	10.83
Nombre de kappa:	25.2	25.2	25.2	25.2

<b>ESSAI (cuisson):</b>	50-15-3-5	50-15-3-10	50-15-3-15	50-15-3-20
Date de l'expérience:	16/12/91	16/12/91	16/12/91	16/12/91
T° de cuisson:	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% NaOH:	15	15	15	15
% EtOH:	50	50	50	50
Alcali liqueur blanche (g):	120	120	120	120
Alcali liqueur noire (g):	9.10	9.10	9.10	9.10
pH liqueur blanche:	12.35	12.35	12.35	12.35
pH liqueur noire:	10.75	10.75	10.75	10.75
Rendement de la cuisson:	57.89	57.89	57.89	57.89
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	517	330	204	122
Blancheur (%):	22.15	21.25	20.90	20.70
Opacité (%):	99.10	99.20	99.03	98.73
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.89	59.54	59.69	59.72
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.47	1.39	1.34	1.35
Porosité (mL/min.):	1220	356	85	22
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	6.58	7.15	7.97	8.26
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	7.99	7.84	7.41	7.30
Longueur de rupture (km):	9.90	10.42	11.03	10.76
Nombre de kappa:	22.5	22.5	22.5	22.5

<b>ESSAI (cuisson):</b>	50-20-1-0	50-20-1-5	50-20-1-10	50-20-1-15	50-20-1-20
Date de l'expérience:	8/10/91	8/10/91	8/10/91	8/10/91	8/10/91
T° de cuisson:	170	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	50	50	50	50	50
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	23.62	23.62	23.62	23.62	23.62
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	12.00	12.00	12.00	12.00	12.00
Rendement de la cuisson:	55.00	55.00	55.00	55.00	55.00
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	687	477	260	154	103
Blancheur (%):	34.35	29.55	28.80	28.30	27.70
Opacité (%):	98.91	97.48	97.07	96.85	96.59
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.41	58.78	59.82	59.78	59.66
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.95	1.44	1.38	1.34	1.34
Porosité (mL/min.):	3770	644	90.5	21.5	13.5
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.63	6.72	7.66	7.81	8.40
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.96	8.36	7.93	7.49	7.76
Longueur de rupture (km):	6.12	9.89	10.16	10.64	10.58
Nombre de kappa:	11.4	11.4	11.4	11.4	11.4

<b>ESSAI (cuisson):</b>	50-20-1-0	50-20-1-5	50-20-1-10	50-20-1-15	50-20-1-20
Date de l'expérience:	13/12/91	13/12/91	13/12/91	13/12/91	13/12/91
T° de cuisson:	170	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	50	50	50	50	50
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	22.14	22.14	22.14	22.14	22.14
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	12.00	12.00	12.00	12.00	12.00
Rendement de la cuisson:	53.63	53.63	53.63	53.63	53.63
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	693	494	302	195	113
Blancheur (%):	34.70	30.60	29.80	30.20	29.50
Opacité (%):	98.93	97.53	96.90	96.94	96.76
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.32	60.88	59.45	60.26	60.29
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.90	1.44	1.39	1.37	1.33
Porosité (mL/min.):	3790	950	224	79	23
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	2.75	6.30	7.15	7.31	7.85
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.15	8.40	8.11	7.82	7.99
Longueur de rupture (km):	6.55	9.57	9.99	10.17-	10.26
Nombre de kappa:	10.8	10.8	10.8	10.8	10.8

<b>ESSAI (cuisson):</b>	50-20-3-0	50-20-3-5	50-20-3-10	50-20-3-15	50-20-3-20
Date de l'expérience:	14/10/91	14/10/91	14/10/91	14/10/91	14/10/91
T° de cuisson:	180	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	50	50	50	50	50
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	17.91	17.91	17.91	17.91	17.91
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	11.60	11.60	11.60	11.60	11.60
Rendement de la cuisson:	51.68	51.68	51.68	51.68	51.68
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (ml):	685	402	202	110	66
Blancheur (%):	33.00	28.00	27.50	27.00	26.80
Opacité (%):	99.13	98.26	97.67	97.52	97.38
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.60	59.59	59.37	59.39	58.89
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.91	1.41	1.34	1.34	1.30
Porosité (ml/min.):	3620	372	61	22	15
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.07	6.68	7.38	7.85	7.79
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.58	7.12	7.03	6.50	6.29
Longueur de rupture (km):	6.66	10.16	10.64	10.74	10.74
Nombre de kappa:	10.9	10.9	10.9	10.9	10.9

<b>ESSAI (cuisson):</b>	50-20-3-0	50-20-3-5	50-20-3-10	50-20-3-15	50-20-3-20
Date de l'expérience:	17/12/91	17/12/91	17/12/91	17/12/91	17/12/91
T° de cuisson:	180	180	180	180	180
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% NaOH:	20	20	20	20	20
% EtOH:	50	50	50	50	50
Alcali liqueur blanche (g):	160	160	160	160	160
Alcali liqueur noire (g):	17.59	17.59	17.59	17.59	17.59
pH liqueur blanche:	12.50	12.50	12.50	12.50	12.50
pH liqueur noire:	11.75	11.75	11.75	11.75	11.75
Rendement de la cuisson:	49.69	49.69	49.69	49.69	49.69
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (ml):	680	405	189	99	64
Blancheur (%):	34.75	29.70	29.60	29.00	28.50
Opacité (%):	99.15	97.86	97.74	97.48	96.76
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	58.70	59.55	60.85	60.15	59.34
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.98	1.42	1.38	1.33	1.31
Porosité (ml/min.):	3780	464	62	14	9
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.00	5.90	6.91	7.54	7.67
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.02	7.14	6.47	6.62	6.13
Longueur de rupture (km):	6.32	8.67	9.30	9.48	9.61
Nombre de kappa:	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3

<b>ESSAI (cuisson):</b>	BK-1-5	BK-1-10	BK-1-15	BK-1-20
Date de l'expérience:	11/4/91	11/4/91	11/4/91	11/4/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% A.A.:	15.5	15.5	15.5	15.5
% Sulfidité:	25.0	25.0	25.0	25.0
Rendement de la cuisson:	54.45	54.45	54.45	54.45
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	503	385	300	220
Blancheur (%):	27.30	26.40	25.70	25.45
Opacité (%):	96.56	96.12	95.50	95.40
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.70	60.01	59.37	59.31
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.41	1.38	1.36	1.34
Porosité (mL/min.):	646	310	208	92
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	7.62	8.03	8.10	8.82
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.51	8.37	8.29	8.04
Longueur de rupture (km):	11.47	10.90	11.24	11.85
Nombre de kappa:	16.6	16.6	16.6	16.6

<b>ESSAI (cuisson):</b>	BK-2-0	BK-2-5	BK-2-10	BK-2-15	BK-2-20
Date de l'expérience:	11/5/91	11/5/91	11/5/91	11/5/91	11/5/91
T° de cuisson:	170.0	170.0	170.0	170.0	170.0
Temps de cuisson:	120	120	120	120	120
% A.A.:	20.67	20.67	20.67	20.67	20.67
% Sulfidité:	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0
Rendement de la cuisson:	49.41	49.41	49.41	49.41	49.41
Nombre de révolutions:	0	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	690	505	375	272	211
Blancheur (%):	36.55	31.70	30.70	29.80	30.05
Opacité (%):	98.60	96.30	95.15	95.06	95.40
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	59.79	59.90	59.46	59.99	59.92
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.79	1.43	1.41	1.34	1.34
Porosité (mL/min.):	3530	868	353	126	70
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	3.14	6.94	7.80	8.46	8.34
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.58	9.46	9.41	8.99	8.81
Longueur de rupture (km):	6.42	10.10	10.44	10.56	10.83
Nombre de kappa:	10.6	10.6	10.6	10.6	10.6

<b>ESSAI (cuisson):</b>	BK-3-5	BK-3-10	BK-3-15	BK-3-20
Date de l'expérience:	24/11/91	24/11/91	24/11/91	24/11/91
T° de cuisson:	170	170	170	170
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% A.A.:	11.625	11.625	11.625	11.625
% Sulfidité:	25.0	25.0	25.0	25.0
Rendement de la cuisson:	62.47	62.47	62.47	62.47
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	518	410	318	251
Blancheur (%):	18.55	18.00	17.70	17.45
Opacité (%):	99.54	99.48	98.98	99.05
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	61.40	60.31	59.63	60.70
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.57	1.45	1.43	1.38
Porosité (mL/min.):	766	338	231	78
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	7.45	7.89	8.16	8.51
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.74	8.32	7.64	7.75
Longueur de rupture (km):	10.30	11.12	10.65	11.28
Nombre de kappa:	55.2	55.2	55.2	55.2

<b>ESSAI (cuisson):</b>	BK-4-5	BK-4-10	BK-4-15	BK-4-20
Date de l'expérience:	4/10/92	4/10/92	4/10/92	4/10/92
T° de cuisson:	170.0	170.0	170.0	170.0
Temps de cuisson:	120	120	120	120
% A.A.:	14.28	14.28	14.28	14.28
% Sulfidité:	22.3	22.3	22.3	22.3
Rendement de la cuisson:	55.99	55.99	55.99	55.99
Nombre de révolutions:	5000	10000	15000	20000

**PROPRIÉTÉS PHYSIQUES**

Indice d'égouttage (mL):	490	359	284	211
Blancheur (%):	25.55	24.35	23.25	23.05
Opacité (%):	97.75	97.26	96.90	96.71
Grammage (g/m <sup>2</sup> ):	60.24	60.25	59.00	60.20
Main (cm <sup>3</sup> /g):	1.44	1.48	1.40	1.35
Porosité (mL/min.):	514	249	108	60
Ind. d'éclatement (kPa•m <sup>2</sup> /g):	7.45	7.93	8.04	8.61
Ind. de déchirure (mN•m <sup>2</sup> /g):	8.75	9.21	8.68	8.72
Longueur de rupture (km):	10.79	10.79	11.87	11.57
Nombre de kappa:	19.8	19.8	19.8	19.8