

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

**ÉTUDE DU COMPORTEMENT DE DIFFÉRENTES PÂTES CELLULOSIQUES
SUR LE PROCÉDÉ DE THERMOFORMAGE**

**MÉMOIRE PRÉSENTÉ
COMME EXIGENCE PARTIELLE DU
MAÎTRISE EN SCIENCES ET GÉNIE DES MATÉRIAUX
LIGNOCELLULOSIQUES (3145)**

**PAR
CAROLINE LACHANCE**

JUIN 2025

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

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

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, cette thèse ou cet essai. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire, de cette thèse et de son essai requiert son autorisation.

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES
MAÎTRISE EN SCIENCES ET GÉNIE DES MATÉRIAUX
LIGNOCELLULOSIQUES (3145)

Direction de recherche :

Simon Barnabé

Prénom et nom	directeur de recherche
---------------	------------------------

Benoît Bideau

Prénom et nom	codirecteur de recherche
---------------	--------------------------

Jury d'évaluation

Robert Lanouette

I²E³-UQTR

Prénom et nom	Évaluateur interne
---------------	--------------------

Aziz Laghdir

SEREX

Prénom et nom	Évaluateur externe
---------------	--------------------

Avant-propos

Le domaine des pâtes et papiers est vaste et très intéressant, allant des papiers tissus aux cartons, en passant par les pâtes, le raffinage, les produits chimiques, etc. Il y en a pour tous les goûts ! Diplômée dans ce domaine, j'ai évolué sans jamais m'ennuyer durant presque 20 ans. Ce retour aux études s'inscrit dans une démarche de continuité et de réflexion. Il répondait à un besoin de mise à jour des connaissances, mais aussi au désir de contribuer de manière plus directe à l'évolution du domaine, en particulier dans un secteur encore peu documenté : celui des pâtes moulées. L'opportunité de réaliser une maîtrise dans ce domaine, plus précisément sur l'étude des pâtes cellulosiques et leur impact sur le procédé de thermoformage, m'a permis d'affiner mes connaissances en recherche scientifique, d'aiguiser mon esprit critique et d'en apprendre davantage sur les emballages écologiques, tout en me sensibilisant aux enjeux de la surutilisation du plastique. J'ai ainsi découvert un univers passionnant, riche en défis et en questionnements!

Ce projet a ainsi été l'occasion d'allier savoir pratique et démarche scientifique, tout en participant à une réflexion plus large sur le rôle des matériaux biosourcés dans l'industrie de demain.

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de maîtrise, Simon Barnabé, de m'avoir offert l'opportunité d'intégrer son équipe et pour son accompagnement tout au long de ma maîtrise. Un grand merci à mon co-directeur, Benoit Bideau, pour son soutien, sa patience exceptionnelle et ses précieux conseils qui ont guidé mes réflexions durant mon processus de recherche. Je remercie également le professeur Bruno Chabot pour son aide et ses conseils.

Ma gratitude va aussi à Innofibre, ainsi qu'à son directeur, Jean-Philippe Jacques, pour son soutien. Un merci tout particulier à Dominic Deshaies, Pascale Deshaies et toute l'équipe de l'axe de thermoformage pour leur précieuse collaboration.

Je remercie la Chaire de recherche municipale pour les villes durables, la Ville de Victoriaville et MITACS pour leur soutien financier.

Merci à mon entraîneuse physique Marie-Anne Laperrière qui m'a appris que l'énergie crée l'énergie et que la fatigue c'est dans la tête! Enfin, un immense merci à mes trois enfants pour leur compréhension tout au long de cette aventure.

Comme un grand homme m'a dit : « Le plus difficile n'est pas de se lancer, mais de persévérer lorsque les choses se compliquent ! »

Avril 2025

Résumé

Les pâtes moulées cellulosiques représentent une solution prometteuse aux plastiques à usage unique en raison de leurs propriétés recyclables, compostables et biodégradables. Cela est d'autant plus vrai avec les nouvelles réglementations qui viennent d'être instaurées, comme la responsabilité élargie des producteurs (REP). Toutefois, il faut savoir que ce secteur d'activité a longtemps été cantonné à un marché restreint à cause des avantages des plastiques qui dominaient. Il y avait donc peu d'entreprises, et lorsqu'elles faisaient de la recherche, l'ensemble des données restaient confidentielles afin d'être le plus concurrentiel dans ce secteur. C'est pourquoi les recherches scientifiques sur ce sujet demeurent limitées, en particulier sur les paramètres et les types de pâtes utilisés puisqu'il s'agit de points critiques dans la rentabilité. Comprendre l'impact des différentes pâtes cellulosiques sur le procédé de thermoformage est essentiel pour optimiser l'utilisation des matières premières et renforcer la compétitivité des emballages en fibres moulées face aux plastiques.

Cette étude vise à analyser l'impact des pâtes cellulosiques sur le procédé de thermoformage. Les paramètres du procédé, tels que la formation, le drainage et le séchage, ont été étudiés à l'aide des machines industrielles d'Innofibre. Des courbes de formation ont permis d'analyser la vitesse de formation des matelas cellulosiques, tandis que des courbes de drainage ont démontré la siccité initiale et le gain de siccité des différentes pâtes. Des barquettes ont été fabriquées avec un poids sec cible de 31 g à partir de suspensions de pâtes à des consistances de 0,2 % et 0,8 %. Les résultats ont montré que les temps de formation nécessaires pour atteindre le poids cible variaient selon le type de pâte, le degré de raffinage et la consistance de la suspension. De plus, les courbes de formation ont révélé un comportement logarithmique pour la majorité des pâtes. Des temps de formation plus longs ont eu un impact négatif sur la qualité du produit, soulignant ainsi l'importance d'ajuster la consistance de la suspension pour optimiser le procédé.

Une siccité plus faible implique une quantité d'eau résiduelle plus importante à évaporer, ce qui augmente les coûts de séchage. Les pâtes kraft de feuillus blanchies du nord (KFBN) ont présenté une siccité initiale plus élevée, tandis que les fibres alternatives,

comme celles de canola, ont affiché une siccité plus faible, allongeant ainsi les temps de séchage. L'augmentation du raffinage a réduit la siccité initiale et le gain en siccité.

Une étude sur le séchage a été menée à l'aide d'un moule d'assiette afin d'évaluer l'impact de la température et de la pression sur différentes pâtes. L'analyse a porté sur les propriétés physiques et mécaniques des assiettes de 25 g sec (500 g/m²) produites ainsi que sur leur aspect visuel. Le séchage a été réalisé en faisant varier la température de 160 à 220 °C et la pression de 20 à 400 kN. Les résultats ont montré que le type de pâte influençait significativement les propriétés mécaniques des assiettes, bien que des forces plus élevées ne garantissent pas forcément un meilleur aspect visuel. La KFBN s'est distinguée comme la pâte offrant le meilleur compromis entre propriétés physiques et mécaniques et l'apparence, tout en étant plus tolérante aux variations des conditions de séchage. Le raffinage a permis d'accroître la densité, la résistance à la rupture et la rigidité des assiettes, mais a aussi eu un impact sur la qualité de surface et la définition des motifs du moule. L'augmentation de pression de 20 kN à 200 kN a permis d'augmenter la densité et réduire la porosité. Toutefois, à 400 kN, elle a eu un effet négatif sur la rigidité et la qualité de surface, mettant en évidence la nécessité de trouver un équilibre. La température a eu peu d'impact sur les propriétés mécaniques, mais a fortement influencé la qualité visuelle et la rigidité.

Les résultats montrent que le type de pâte ainsi que son niveau de raffinage ont un impact significatif sur le procédé de thermoformage.

Mots Clés

Pâtes moulées, thermoformage, pâtes cellulosiques, drainage, formation, raffinage, propriétés physiques, propriétés mécaniques

Table des Matières

Avant-propos.....	iii
Remerciements.....	iv
Résumé.....	v
Mots Clés.....	vi
Table des Matières	vii
Liste des Figures	xi
Liste des Tableaux.....	xiii
Liste des Équations	xiv
Liste des Abréviations.....	xv
Chapitre 1 - Introduction.....	16
1.1 Problématique	16
1.2 Hypothèses et objectifs de l'étude	19
Chapitre 2 - Revue de littérature	20
2.1 L'histoire de pâtes moulées	20
2.2 La composition de la biomasse	21
2.2.1 Cellulose	21
2.2.2 Lignine	22
2.2.3 Hémicellulose	23
2.3 Les fibres vierges de bois.....	24
2.3.1 Pâte mécanique	25
2.3.2 Procédé mi-chimique et chimique	27
2.4 Les fibres recyclées.....	27
2.5 Les fibres alternatives	28
2.6 Les résidus alimentaires.....	31
2.7 Biomasse algale	31

2.8	Les catégories des pâtes moulées.....	33
2.9	Les procédés	34
2.9.1	Procédé conventionnel.....	34
2.9.2	Procédé de thermoformage.....	35
2.9.3	Traitement secondaire ou spécial.....	36
2.9.4	Procédé de formage à sec	37
2.9.5	Automatisation.....	38
2.10	Les facteurs influençant la qualité d'une forme thermoformée	38
2.10.1	Les moules.....	39
2.10.2	La matière première	40
2.10.2.1	Les additifs	42
2.10.2.2	Raffinage	43
2.10.3	Les paramètres de thermoformage.....	45
2.10.3.1	Pompe à vide	45
2.10.3.2	Impact du pressage et du séchage	46
2.10.4	Les tests et les normes	48
Chapitre 3 - Matériels et méthodes		50
Chapitre 4 - Article 1: The impact of cellulosic pulps on thermoforming process: effects on formation time and drainage efficiency.		53
4.1	Avant-propos	53
4.2	Résumé.....	54
4.3	Abstract.....	55
4.4	Introduction.....	56
4.5	Materials and Methods.....	58
4.5.1	Materials	58
4.5.2	Characterization of pulp	59
4.5.2.1	Canadian standard freeness (CSF)	59
4.5.2.2	Fiber morphological properties.....	59
4.5.3	Substrate preparation	60
4.5.3.1	Refining.....	60
4.5.3.2	Removing latency.....	62

4.5.4	Production of thermoformed molding products	62
4.5.4.1	Study of pulp formation speed	63
4.5.4.2	Initial dryness and gain after drainage	64
4.5.4.3	Tray formation	64
4.6	Results and Discussion	66
4.6.1	Speed formation.....	66
4.6.2	Initial dryness and gain after drainage.....	70
4.6.2.1	Recycled and mechanical pulps dryness	73
4.6.2.2	Recycled and mechanical pulps dryness	74
4.7	Conclusions.....	76
4.8	REFERENCE.....	77

Chapitre 5 - Article 2: Impact of thermoforming parameters on the physical, mechanical properties and quality of cellulose thermoformed plates		79
5.1	Avant-propos	79
5.2	Résumé.....	80
5.3	Abstract.....	81
5.4	Introduction.....	81
5.5	Materials and Methods.....	84
5.5.1	Pulps	84
5.5.2	Refining	85
5.5.3	Latency	87
5.5.4	Plate production using the TF45 and TF1 thermoforming equipment at Innofibre.....	87
5.5.5	3D form choice	89
5.5.6	Physical and mechanical testing methods	89
5.6	Results and discussion	90
5.6.1	Production plates	90
5.6.2	Pulps	92
5.6.3	Visual quality analysis of thermoformed plates	93
5.6.4	Physical and mechanical properties of the plates	96
5.6.5	Density.....	97
5.6.6	Tensile and burst strength.....	98

5.6.7	Elastic modulus and rigidity	100
5.6.8	Porosity	102
5.7	Conclusion	104
5.8	REFERENCE.....	106
Chapitre 6 - Conclusion et perspectives.....		111
6.1	Conclusion	111
6.2	Perspectives – Ajout d’algues.....	113
BIBLIOGRAPHIE		114

Liste des Figures

Figure 1-1 : Produits celluloseux en pâtes moulées.	17
Figure 2-1 : Joseph Coyle dans son usine et dessin de son invention.	20
Figure 2-2 : Cellulose	22
Figure 2-3 : Modèle de structure de lignine de bois mou.	23
Figure 2-4 : Exemples d'hémicellulose.....	24
Figure 2-5 : Structure générale du tronc et différentes directions.....	25
Figure 2-6 : Exemple d'installation thermomécanique.	26
Figure 2-7 : Schéma d'un procédé conventionnel.	34
Figure 2-8 : Étapes de Schéma d'un procédé de moulage de précision ou de thermoformage.	35
Figure 2-9 : Produits en pâtes moulées avec traitement secondaire et spécial..	37
Figure 2-10 : Procédé de formage à sec	38
Figure 2-11 : Facteurs influençant la qualité d'une forme thermoformée.	39
Figure 2-12 : Moule de barquette 50 mesh.	40
Figure 2-13 : Qualité/prix des différents produits en fibre thermoformée en fonction de la source de la fibre ; du procédé de moulage et du post-traitement	41
Figure 2-14 : À gauche: Une fibre de pâte kraft non raffinée avec une structure intacte de la paroi cellulaire, qui comprend plusieurs couches (S1, S2 et S3). Le lumen (cavité centrale) est bien défini. À droite: Une fibre après raffinage montrant plusieurs modifications structurelles: gonflement de S2, fibrillation, fines et effondrement du lumen	44
Figure 2-15 : Procédure de conformité à la norme de compostabilité ASTM D 6868.	49
Figure 4-1 :Waldron Sprout refiner with refining plate.	61
Figure 4-2 : Formation section of the Innofibre's MSIPME – TF-45 industrial machine.	63
Figure 4-3 : Thermoforming process	65
Figure 4-4 : Trays manufactured in the pilot thermoforming machine with different pulps.	66
Figure 4-5 : Example of formation curves for various pulps at 0.2% and 0.8% consistencies.	67
Figure 4-6 : Formation time vs. dry weight for Bamboo at different refining levels and consistencies.	69

Figure 4-7 : Formation time vs. dry weight for different NBHK NR and NBSK NR pulps.	70
Figure 4-8 : Tray that sticks to the mold during transfer when the drainage time is too high.	70
Figure 4-9 : Drainage curves of unrefined and refined NBHK pulps at 0.2% and 0.8% consistencies.	72
Figure 4-10 : Drainage curves of mechanical and recycled pulps.	74
Figure 4-11 : Canola NR and Wheat NR trays.	75
Figure 5-1 : Thermoforming press (TF1).....	88
Figure 5-2 : Laboratory equipment: (a) Tensile tester, (b) Rigidity FPI, (c) Porosity Bendtsen, (d) Burst tester.	90
Figure 5-3 : Preliminary study to determine the proper basis weight to achieve densification.	91
Figure 5-4 : Surface characteristics and defects observed in thermoformed plates: (a) Dark lines, smooth surface, good definition, (b) Sticking marks, (c) Holes, (d) Blisters, smooth surface, (e) Rough surface, bad definition, (f) Burn marks, discoloration	94
Figure 5-5 : Pictures of a commercially available plate used as the benchmark	95
Figure 5-6 : Density obtained varying pressure (a) and temperature (b) during thermoforming.	98
Figure 5-7 : Breaking length (a) and burst strength (b) obtained varying pressure during thermoforming.	99
Figure 5-8 : Breaking length (a) and burst strength (b) obtained varying temperature during thermoforming.	100
Figure 5-9 : Elastic modulus obtained varying pressure (a) and temperature (b) during thermoforming.	101
Figure 5-10 : Rigidity FPI obtained varying pressure (a) and temperature (b) during thermoforming.	102
Figure 5-11 : Porosity obtained varying pressure (a) and temperature (b) during thermoforming.	103
Figure 6-1 : Assiettes mélange KFBN + algues (a) et prototype multicouche (b)	113

Liste des Tableaux

Tableau 2-1 : Caractéristiques des quatre types de produits en pâte moulée.....	33
Tableau 2-2 : Prix moyen de la pâte 2023-2024.	40
Table 4-1 : Parameters used during thermoforming	63
Table 4-2 : Formation time, equations, and correlation coefficients (R2) for various pulps at tested consistencies.	68
Table4-3 : Pulp characterization: CSF and fiber morphology for various fiber types	72
Table4-4 : Comparison of dryness within pulps being refined.	73
Table 5-1 : Average time required to fully dry the plate.....	92
Table 5-2 : Pulp characterization; CSF and fiber morphology.	93

Liste des Équations

Dryness (%) = $(W_d / W_w) \times 100$	(1) 64
--	--------

Liste des Abréviations

ABS	Acrylonitrile butadiène styrene
AKD	Dimère d'alkyl-cétène
APFC à LC	Acides perfluorocarboxyliques à longue chaîne
APFO	Acide pentadécafluorooctanoïque
ASA	Anhydride alcénylsuccinique
ASTM	Société américaine pour les essais et matériaux
BCTMP	Bleached chemi-thermomechanical pulp
CAPEX	Dépenses en capital ou dépenses d'investissement
CMC	Carboxyméthyl cellulose
CNC	Cellulose nanocristalline
CSF	Canadian Standard Freeness
CTMP	Chemi-thermomechanical pulp
EAMC	Eurasia United Equipment Group Co., Ltd./Eurasia Light Industry Equipment Manufacture Co., Ltd.
EU	Europe
HMI	Human/machine interface
IMFA	International Association of Molded Fibers
ISO	International Standard Organisation
OCC	Old Corrugated Containers
GPAM	Polymères polyacrylamide glyoxylés réticulés
KFBN	Pâte Kraft de feuillus blanchie du nord
NaOH	Hydroxyde de sodium
Net HPD/T	Net Horsepower per Ton
NBSK	Northern Bleached Softwood Kraft
NBHK	North Bleached Hardwood Kraft pulp
NR	Not refined
PAE	Polyamidoamine-épichlorhydrine
PCTM	Pâte chimico-thermomécanique
PCTMB	Pâte chimico-thermomécanique blanchie
PTMP	Primary thermomechanical pulp
PHA	Polyhydroxyalcanoates
PLA	Acide polylactique
PTM	Pâte thermomécanique
PTMP	Pâte thermomécanique primaire
PVOH	Poly (alcool vinylique)
REP	Responsabilité élargie des producteurs
RIPUU	Règlement interdisant les plastiques à usage unique
SPFA	Substances perfluoroalkyliques et polyfluoroalkyliques
SPFO	Per-and polyfluoroalkyl substances
USD	U.S. dollar (\$)
TAPPI	Technical association of pulp and paper
TMP	Thermomechanical pulp

Chapitre 1 - Introduction

1.1 Problématique

Les plastiques et leurs produits connexes sont présents partout en raison de leur faible coût, leur légèreté, leur durabilité et leurs hautes performances. Au Canada, la demande pour les produits en plastique est significative, avec environ 4 667 000 tonnes de plastiques introduits sur le marché intérieur chaque année, ce qui équivaut à plus de 125 kg par habitant. Cette quantité met en lumière l'importance du plastique dans nos vies par sa polyvalence et son faible coût. La consommation de plastique a augmenté plus que celle de tout autre matériau, et ce, dans la plupart des secteurs de l'économie. Les trois principaux secteurs étant l'emballage, la construction et l'automobile, représentant 69 % de l'utilisation finale du plastique [1].

Cependant, cette utilisation intensive des plastiques soulève également des préoccupations environnementales, notamment en ce qui concerne la gestion des déchets plastiques et les impacts sur les écosystèmes. L'utilisation grandissante combinée à une mauvaise gestion de ces déchets plastiques a conduit à l'omniprésence de ceux-ci dans tous les principaux milieux naturels [2].

En raison de l'inquiétude grandissante du public et des scientifiques quant aux effets nocifs de cette pollution plastique sur l'environnement et sur la santé des humains [3], les gouvernements commencent à agir afin de limiter leur utilisation [4]. D'ailleurs, le 22 juin 2022, le gouvernement du Canada a publié le Règlement interdisant les plastiques à usage unique (RIPUU). Ce règlement fait partie du plan global du gouvernement du Canada pour lutter contre la pollution et atteindre son objectif de zéro déchet de plastique d'ici 2030. Il interdit la fabrication, l'importation et la vente des articles en plastique à usage unique [5].

Les compagnies doivent donc offrir des alternatives aux consommateurs. Dans ce contexte, les emballages en fibre cellulosique moulés deviennent plus intéressants en raison de leurs avantages écologiques.

L'industrie de la pâte moulée sert déjà le secteur alimentaire, industriel, horticole et même médical [6];

- **Alimentaire** : contenants de type coquille (Clam Shell), barquettes alimentaires à emporter, tasses, bols, assiettes et plateaux de service, plateaux pour œufs, etc.
- **Horticole** : pots de fleurs et bacs à semis, etc.
- **Industriel** : protection électronique, pièces de véhicules, etc.
- **Médical** : cuvettes médicales à usage unique, plats de rein, bassins de lit, urinoir, etc.

Les produits d'emballage en fibre moulée sont ainsi utilisés dans la manipulation et l'emballage de milliers de produits manufacturés. Voici des exemples de produits à la Figure 1-1.



Figure 1-1 : Produits cellulosiques en pâtes moulées.

La valeur du marché mondial de l'emballage en fibre moulée en 2023 est de 4 555,5 millions USD, avec une croissance estimée de 6,5% pour la période 2018-2028. Au Canada, le marché représente 240 millions USD en 2023, avec une croissance de 6%, contre 876 millions USD pour les États-Unis et une croissance de 5,8%. Le segment des fibres thermoformées devrait détenir une part considérable du marché au cours de la

période de prévision en raison de la demande croissante de l'industrie alimentaire et des boissons [7].

L'emballage pour les œufs en pâte moulée est un bon exemple d'un produit ayant remplacé le polystyrène. Du point de vue de la fabrication, les produits en pâtes moulées fabriqués sur des machines conventionnelles (moulé et séché au four) avec des volumes de production élevés sont plus à même de rivaliser avec les produits en polystyrène en termes de coût. Cependant, l'esthétique est souvent déficiente, car les parois sont grossières. Lorsqu'on parle de pâte cellulosique thermoformée, il s'agit d'une pâte séchée dans un moule. Les produits ainsi obtenus rivalisent facilement sur le plan esthétique, mais sont moins compétitifs en termes de coût de production. Pour les produits de restauration, le coût en capital par rapport au volume de production est environ 10 à 20 % plus élevé que celui des produits en plastique/polystyrène. Les avancées technologiques visant à améliorer la performance des équipements et à réduire les coûts de production seront donc cruciales pour rivaliser avec les emballages plastiques [8].

Les longs temps de cycle, l'utilisation élevée d'énergie et de produits chimiques, la concurrence des bioplastiques, le bannissement de l'utilisation de substances perfluoroalkyliques et polyfluoroalkyliques (SPFA), substances utilisées pour conférer des propriétés barrières à l'eau et aux graisses dans les emballages alimentaires, ainsi que le coût élevé des matières premières, pourraient constituer des freins à la croissance du domaine des pâtes moulées

La littérature sur le sujet des pâtes moulées reste limitée. Bien que quelques articles se soient intéressés à la technologie de fabrication de la pâte cellulosique par thermoformage, l'industrie a maintenu ses avancées techniques confidentielles. Il devient donc essentiel de mieux comprendre l'impact des différentes pâtes cellulosiques sur le procédé de thermoformage, afin d'optimiser la sélection des matières premières et rendre le procédé plus compétitif face au plastique, notamment pour les entreprises qui souhaiteraient se lancer dans le domaine.

1.2 Hypothèses et objectifs de l'étude

Les hypothèses de cette étude s'appuient sur l'expertise développée à Innofibre, où les observations issues de nombreux essais suggèrent que le comportement des pâtes cellulosiques semble varier en fonction du type de fibre, du degré de raffinage et de la consistance du bassin. Par conséquent, les paramètres du thermoformage doivent être ajustés selon la pâte utilisée afin d'assurer la qualité des pièces obtenues.

L'objectif général est d'étudier le comportement de plusieurs pâtes cellulosiques raffinées et non raffinées sur le procédé de thermoformage au niveau de la formation, du drainage et du séchage.

Plus spécifiquement, les objectifs de cette étude sont :

1. Réaliser des courbes de formation et de drainage avec les différentes pâtes et évaluer leurs temps de formation, la siccité et le gain de siccité obtenue à différentes consistances dans le bassin.
2. Étudier l'impact du niveau de pressage et de la température de séchage sur différentes pâtes cellulosiques et évaluer les propriétés physiques et mécaniques ainsi que l'aspect visuel des pièces produites

Chapitre 2 - Revue de littérature

2.1 L'histoire de pâtes moulées

Le procédé de fabrication de pâte moulée remonte à 1890, lorsque la première méthode de production à partir de pâte cellulosique a été développée [9]. Au milieu des années 1800, l'augmentation de la distribution de journaux et de livres aux États-Unis a entraîné une baisse des prix des produits papetiers, favorisant l'émergence de nouvelles applications.

Le premier brevet pour une machine de pâte moulée a été déposé en 1903 par Martin L. Keyes, de Cambridge, Massachusetts [10]. L'année suivante, il enregistra un autre brevet pour améliorer la structure de la machine [11]. La production industrielle de pâte moulée ne débuta qu'après la Première Guerre mondiale. Peu après, Joseph Coyle, un inventeur canadien, produisit des emballages d'œufs en pâte moulée (Figure 2-1).

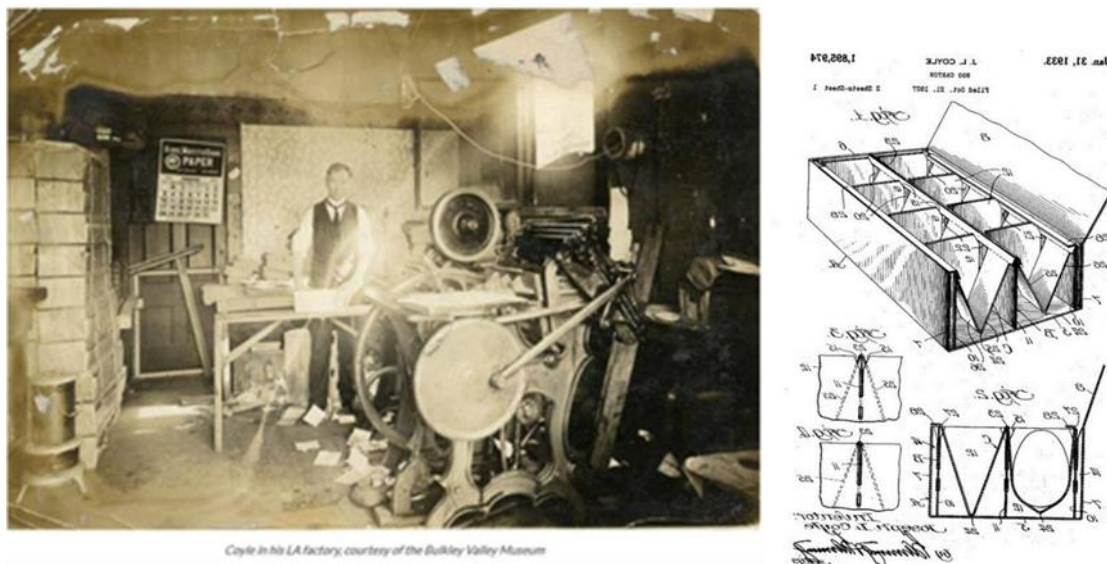


Figure 2-1 : Joseph Coyle dans son usine et dessin de son invention [12].

Les pâtes moulées ont été utilisées pour protéger une variété d'objets fragiles tels que les fruits et les ampoules. Dans les années 1980, avec l'augmentation de la prise de conscience des consommateurs concernant l'impact environnemental des produits plastiques, l'industrie des pâtes moulées a gagné en popularité et a évolué pour inclure une grande

diversité de produits [13]. Depuis, les matières premières se sont diversifiées au-delà de la simple pâte de vieux journaux, intégrant une large gamme de pâtes cellulosiques.

La première partie de cette revue de littérature portera sur la matière première utilisée, la composition de la biomasse et les procédés de mise en pâte. La seconde partie fera un survol du domaine des pâtes moulées, du procédé de thermoformage et de ses paramètres.

2.2 La composition de la biomasse

Les fibres cellulosiques ou lignocellulosiques naturelles sont les principales matières premières des produits de pâte moulée, et elles se composent principalement de cellulose, de lignine et d'hémicelluloses.

2.2.1 Cellulose

La cellulose est le polymère naturel le plus abondant dans la biosphère, avec une production (et décomposition) de $\sim 1.5 \times 10^{12}$ tonnes par an, comparable aux réserves planétaires des principales sources fossiles et minérales. La principale source de cellulose est la fibre végétale. La cellulose représente environ 40 % de la fraction carbonée des plantes, servant d'élément structurant au sein de l'architecture complexe de leur paroi cellulaire [14].

La cellulose est un glucide, ce qui signifie qu'elle est composée de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. Elle est aussi un polysaccharide, c'est-à-dire qu'elle contient plusieurs unités de sucres. La formule chimique de la cellulose est $(C_6H_{10}O_5)_n$, où n représente le nombre d'unités récurrentes de sucre présentes dans la molécule, ou son degré de polymérisation (Figure 2-2). La valeur n varie selon les différentes sources de cellulose et le traitement subit [15].

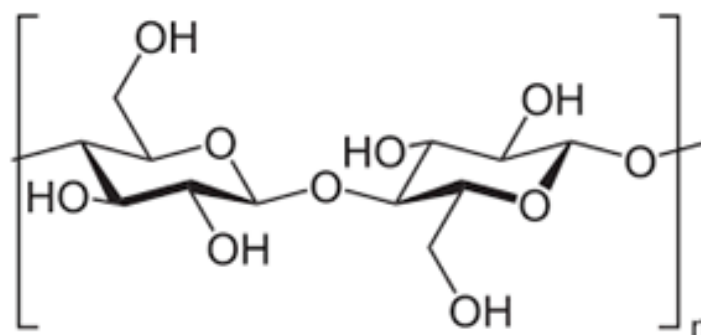


Figure 2-2 : Cellulose

Les microfibrilles cellulosiques sont composées de régions aux propriétés physiques différentes. Certaines, où les molécules de cellulose sont bien alignées, sont cristallines. D'autres, plus désordonnées, sont amorphes. Les parties amorphes, plus accessibles, gonflent et se déforment facilement sous l'effet des solvants ou des réactifs, tandis que les zones cristallines, plus stables, y résistent mieux. La cellulose I correspond à la forme naturelle présente dans les plantes, tandis que la cellulose II désigne une cellulose dont la structure a été modifiée [16].

2.2.2 Lignine

Le processus de croissance du bois commence par la formation des polysaccharides, ensuite vient celle de la lignine qui se loge dans les espaces entre les microfibrilles et devient la matière qui fortifie et protège la plante contre toute attaque de nature physique, chimique et biochimique. La lignine est donc le ciment naturel des polysaccharides du bois. Elle représente environ 20 à 40 % de la matière sèche. Sa répartition et sa composition varient selon l'essence et l'âge de la plante. Ce polymère amorphe et tridimensionnel est très réactif chimiquement. Il est solidement compacté entre les fibres cellulosiques. La lignine n'existe jamais à l'état pur, elle est toujours associée à la cellulose et à un autre polysaccharide, ce qui rend son extraction particulièrement difficile. La figure 2-3 propose un modèle de lignine de bois mou. Ce composé du bois reste toutefois difficile à analyser. De plus, sa structure diffère d'un type de bois à un autre, voire dans une même espèce. Néanmoins, il existe d'excellentes formules de travail qui

donnent les proportions quantitatives des diverses fonctions organiques présentes dans la lignine.

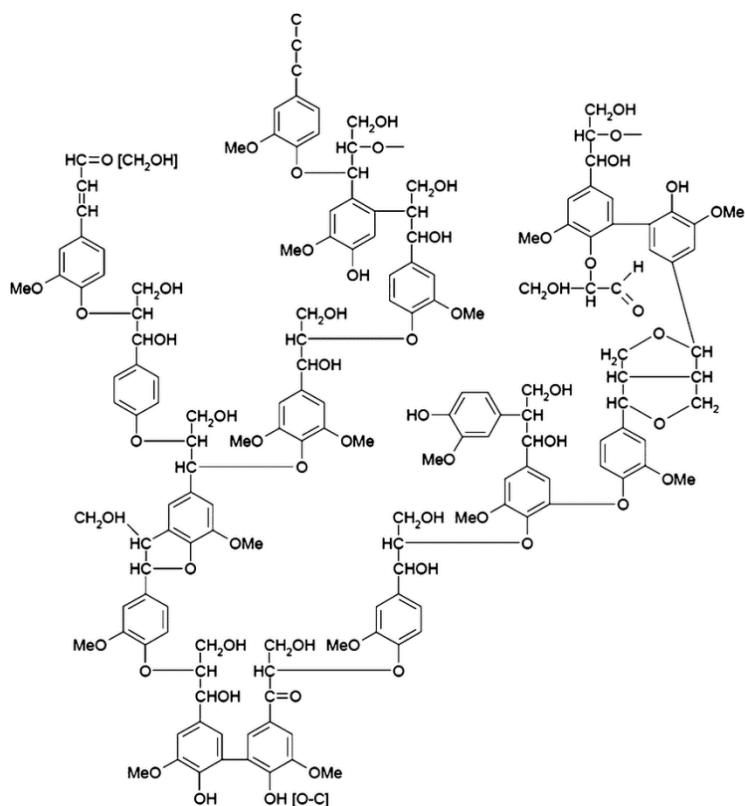


Figure 2-3 : Modèle de structure de lignine de bois mou [17].

La présence de la lignine dans le procédé papetier rend la mise en pâte et le blanchiment difficile en raison des propriétés hydrophobes et des nombreux groupements chromogènes. De plus, la capacité de raffinage d'une pâte est inversement proportionnelle à sa teneur en lignine. En effet, la lignine rend les fibres plus rigides et moins flexibles. Sa présence élevée dans une pâte cellulosique peut rendre les fibres plus dures et plus résistantes à l'action mécanique du raffinage [15].

2.2.3 Hémicellulose

Les hémicelluloses jouent un rôle crucial en liant les différents feuillets de cellulose dans les structures de fibres végétales. Elles sont constituées de chaînes de polymères avec un degré de polymérisation d'environ 100 à 200 unités de monosaccharides. Les hémicelluloses sont des polymères mixtes composés de pentoses, d'hexoses et d'acides

uraniques, et peuvent présenter des structures linéaires ou ramifiées. La figure 2-4 représente différentes composantes et liaisons observables dans la structure des hémicelluloses. Au niveau papetier, les hémicelluloses ont l'avantage d'augmenter le rendement de production et l'amélioration de certaines propriétés du papier comme la résistance à la rupture ou à l'éclatement [18].

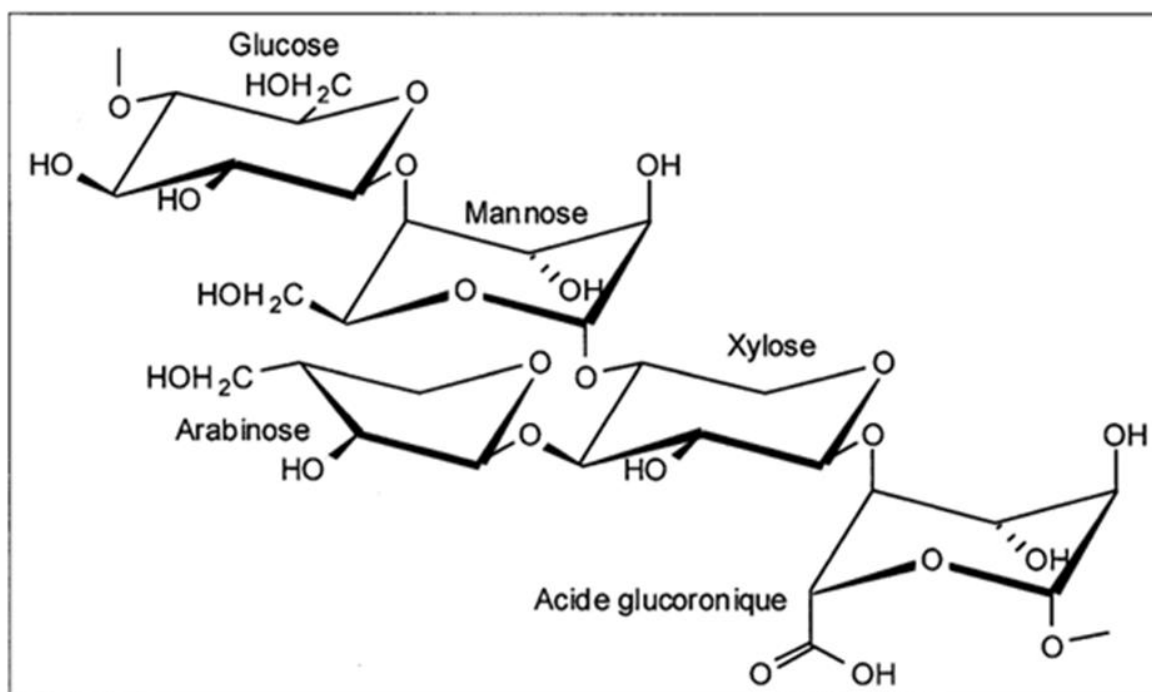


Figure 2-4 : Exemples d'hémicellulose

2.3 Les fibres vierges de bois

Les troncs d'arbres forestiers en pâte (fûts) sont la principale source de fibres papetières. Les propriétés des fibres dépendent à la fois de l'essence d'arbre et de la structure du bois (Figure 2-5). Les forêts du monde contiennent un grand nombre d'espèces d'arbres, qui peuvent être divisées en deux groupes: les conifères, généralement appelés résineux, et les arbres à feuilles caduques, ou feuillus. Les fibres de cellulose de résineux mesurent d'environ 2 à 4 millimètres de longueur, et les fibres de bois dur varient d'environ 0,5 à 1,5 millimètre [19, 20].

La réduction en pâte est le procédé par lequel le bois est réduit en une masse fibreuse. Les moyens utilisés pour briser les liens présents dans la structure ligneuse peuvent être mécanique, thermique, chimique ou par une combinaison de ces différents procédés.

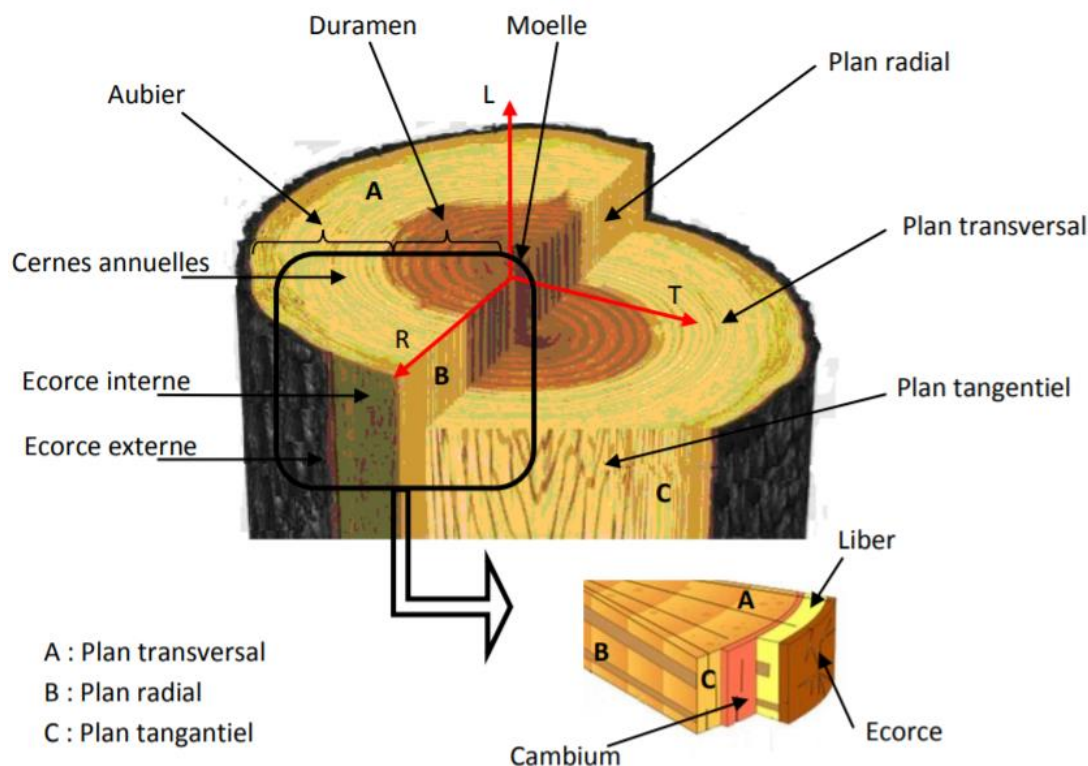


Figure 2-5 : Structure générale du tronc et différentes directions [21].

2.3.1 Pâte mécanique

Les procédés de fabrication de la pâte mécanique permettent de convertir entre 85% et 95% du poids sec du bois en pâte, mais nécessitent une grande quantité d'énergie. Les pâtes mécaniques sont le plus souvent fabriquées de bois de résineux. Les fibres sont courtes et contiennent des impuretés. La pâte produite possède une faible résistance mécanique et a tendance à jaunir.

Dans le procédé de pâte thermomécanique (PTM), les copeaux de bois sont soumis à une action mécanique sous haute température, humidité et pression. Ce traitement permet leur décomposition progressive en fibres individuelles et en fragments. Le raffinage se déroule en deux étapes : d'abord une phase de défibrage, suivie d'un stade de développement. Les

fibres sont ainsi séparées sans enlever la majeure partie de la lignine et d'hémicellulose. Le raffinage primaire permet de séparer les fibres de la matrice du bois ce qui nous permet déjà d'avoir une pâte mécanique. Le second raffinage est effectué pour mieux développer les fibres. La figure 2-6 schématise un procédé thermomécanique [22]. C'est l'effet de cycles successifs de compression et de décompression qui produit la pâte [23].

Cette pâte, autrefois très populaire en raison de la production de papiers journaux, pourrait être intéressante pour les pâtes moulées en raison de la disponibilité des infrastructures au Québec [24]. Elle pourrait être échantillonnée après le premier stade de raffinage. Cette pâte thermomécanique dite primaire (PTMP) pourrait être raffinée selon les besoins.

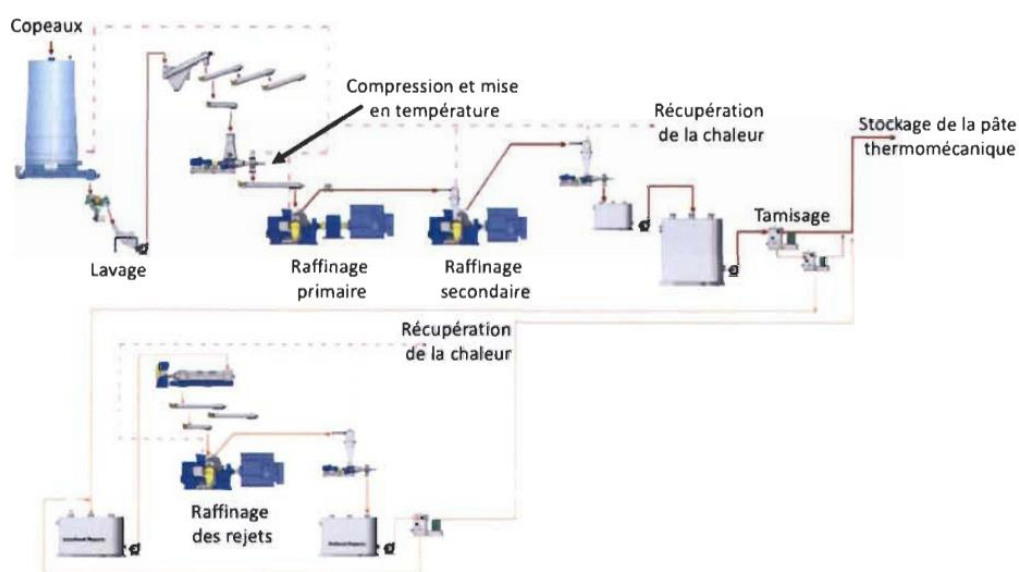


Figure 2-6 : Exemple d'installation thermomécanique.

Dans la production de pâtes mécaniques, un phénomène appelé « latence » est causé par l'action du raffineur ou des meules haute pression sur les fibres. Les fibres se tordent et s'enroulent en boules ou nodules. Si la pâte est testée sans avoir enlevé la latence, les tests effectués ne montreront pas le développement complet des propriétés de résistance de la pâte. La chaleur et l'action mécanique sont indispensables pour enlever la latence d'une pâte. La chaleur permet de redresser les fibres et l'action mécanique est indispensable pour briser les floccs de fibres et libérer toutes les fibres [25, 26]. La consistance de la pâte doit

être relativement faible. Dans la norme de laboratoire TAPPI T262; préparation des pâtes mécaniques pour les tests, la latence est enlevée en désintégrant la pâte à environ 2% de consistance dans un désintégrateur Domtar à 90-95°C [27, 28].

2.3.2 Procédé mi-chimique et chimique

La pâte chimico-thermomécanique (PCTM) est la plus proche des pâtes chimiques, car elle conserve l'intégrité des fibres. Cette mise en pâte complète le procédé PTM par l'ajout d'un léger traitement chimique, éliminant une partie des lignines et des extractibles. La pâte peut être blanchie [29].

Dans la réduction en pâte chimique, les copeaux de bois de résineux ou feuillus sont soumis à une cuisson dans une solution aqueuse contenant des produits chimiques appelés liqueur de cuisson, à une température et une pression élevée. L'objectif est de dégrader et dissoudre la lignine et de conserver le plus de fibres intactes. Le rendement se situe entre 40-50%. Les principaux procédés utilisés dans la préparation des pâtes chimiques sont le procédé au sulfate (Kraft) et les procédés au sulfite et au bisulfite. Les pâtes chimiques sont utilisées pour la fabrication de produits qui demandent une grande résistance, tels que les papiers d'impression et d'écriture, les papiers fins ainsi que les papiers et les cartons d'emballage. Elles peuvent être ajoutées en mélange afin d'augmenter la résistance de certains produits, comme les papiers spécialisés [15].

2.4 Les fibres recyclées

Les fibres recyclées désignent les fibres qui subissent un ou plusieurs cycles de recyclage, telles que les vieux papiers de bureau, le papier ondulé, le papier journal, le papier cartonné. Les avantages de l'utilisation de fibres recyclées comparativement à la fibre vierge comprennent : une diminution des arbres coupés, de l'enfouissement et de la quantité d'eau et d'électricité utilisées. Le recyclage des vieux papiers comporte une série d'étapes: la collecte des vieux papiers, le tri, la trituration du papier, le désencrage, tamisage/nettoyage et le raffinage. Les traitements de nettoyage et de tamisage servent à éliminer les contaminants comme le métal, les plastiques, le sable et les matières gommantes pouvant endommager ou nuire à la production. Par exemple, dans le procédé

de thermoformage, la pâte se doit donc d'être exempte d'abrasifs métalliques, de plastiques qui endommageront et colleront aux presses. La pâte moulée produite sans transfert ni pressage peut utiliser une pâte moins propre, mais uniquement en l'absence de raffinage. Les contaminants pourraient endommager les plaques du raffineur [8].

Les fibres recyclées ont tendance à avoir une résistance plus faible en raison de l'hornification et des traitements subis au cours des cycles de recyclage, ce qui les rend moins conformables. Bien que la définition de l'hornification varie selon les chercheurs, elle désigne généralement la réduction du gonflement des parois cellulaires des fibres et l'augmentation de leur rigidité [30, 31].

2.5 Les fibres alternatives

Les fibres alternatives présentent une grande diversité en termes de caractéristiques et de formes, et peuvent être classées en deux catégories : les fibres "communes" et les fibres "spécialisées" [24, 32, 33].

D'abord, voici des exemples de fibres alternatives communes :

- Pailles de céréales
- Tiges de maïs
- Tiges de sorgho-grain
- Roseaux et graminées
- Bagasse/canne à sucre
- Quelques bambous

Les fibres alternatives communes sont typiquement des fibres courtes. Elles sont des substituts au bois dur. La pâte qui est produite est normalement transformée en papier à même l'usine. Le tonnage est plus petit que la capacité de l'usine de papier – la balance est de la pâte de bois résineux pour plus de solidité. Il y a très peu d'usines de production de pâtes sur le marché. On retrouve des usines de paille de blé en Hongrie ; de bagasse /canne à sucre en Thaïlande et en Iran et des usines de pâte de bambou en Chine [24].

Voici maintenant des exemples de fibres alternatives spécialisées :

- Fibres libériennes : lin, chanvre, jute, kénaf
- Fibres de coton
- Fibres de feuilles ; abaca, sisal
- Quelques bambous

Les fibres alternatives spécialisées sont typiquement longues. Les propriétés sont égales ou supérieures à la pâte kraft de résineux. La pâte est transformée en papier sur le même site ou vendue en pâte. Les pâtes issues de fibres libériennes et de feuilles sont des pâtes de spécialité haut de gamme, destinées à des applications très spécifiques. Leur prix est élevé en raison de leur caractère spécialisé et des exigences particulières de production.

L'utilisation de fibres non ligneuses pour la production de pâte présente un fort potentiel en raison de la disponibilité des résidus agricoles et de la diminution des ressources forestières. Toutefois, leur intégration à grande échelle reste limitée par des défis technologiques et logistiques. Plusieurs questions stratégiques doivent être considérées pour assurer une production durable et économiquement viable. Il est essentiel d'identifier les zones de forte concentration de ces fibres dans une région ou une province afin d'optimiser l'approvisionnement. De plus, les pratiques agricoles influencent directement leur disponibilité, notamment en fonction des exigences du sol et des cycles de culture. La concurrence avec d'autres utilisations locales de ces fibres peut également impacter leur coût et leur accessibilité. Enfin, des stratégies doivent être mises en place pour garantir une production stable d'une année à l'autre, en tenant compte des variations climatiques, des pratiques de rotation des cultures et des périodes de sécheresse [34, 35].

Tout comme pour le bois, la réduction en pâte des fibres alternatives peut être réalisée par des procédés mécaniques, mi-chimiques ou chimiques. Par exemple, dans la plupart des usines de transformation de la paille de blé, on utilise un procédé chimique ou mi-chimique à base d'hydroxyde de sodium/soude caustique (NaOH) [36]. Certaines installations combinent ces procédés avec d'autres technologies, comme la fabrication de pâte par extrusion, pour améliorer l'efficacité de la production [37].

Selon la matière utilisée, celle-ci doit être coupée puis lavée. Un lavage humide est privilégié. Il est important de mentionner qu'une usine de fibres alternatives ne peut pas utiliser les équipements destinés aux copeaux de bois, car la matière tend à se bloquer dans les réservoirs. La technologie de réduction en pâte la plus courante pour les pâtes de bois (voie alcaline) pose des problèmes lors du processus de délignification. Le silicium présent dans la matière première se dissout dans la liqueur de cuisson, ce qui entraîne des difficultés de récupération des produits chimiques de cuisson. Jusqu'à présent, les coûts de récupération des alcalis et du silicium sont élevés. Une usine chimique exige des dépenses d'investissement en capital (capex) élevées, elle est donc réservée aux grandes usines (100-150 tonnes sèches/jour et plus). Des usines avec des bases alcalines pourraient être possibles pour de petites usines en utilisant des bases de potassium ou d'ammonium pour permettre aux effluents d'être rejetés dans les champs. Pour une production de pâte moulée ou thermoformée, des procédés de mise en pâte mécanique ou mi-chimique avec cuisson atmosphérique sont à privilégier, car le tonnage est plus faible jusqu'à 50/75 tonnes sèches/jour. Par exemple, la cuisson sous pression mi-chimique aura un niveau d'investissement trop élevé pour une petite usine avec des équipements très dispendieux comme une chaudière haute pression et un réservoir de soufflage [38, 39].

Les nouvelles technologies dans les installations de réduction en pâte comme le défibreur Tornado, l'extrusion ou les procédés de réduction en pâte chimique doivent être améliorées pour produire de la pâte industriellement à des prix compétitifs. Le défibreur de type "pulper " Tornado® (Kadant Black Clawson, Westford, Massachusetts, États-Unis) est utilisé pour défibrer des matières premières non ligneuses comme le coton, chanvre, lin, cuir et fibres synthétiques sans prétraitement ni produits chimiques [40]. De plus, le procédé Organosolv a été étudié comme une alternative à la pâte alcaline standard. Ce procédé de réduction en pâte se déroule en deux étapes : d'abord, une hydrolyse, qui décompose le bois à l'aide d'un catalyseur, suivi de l'extraction de la lignine à l'aide d'un solvant organique, généralement un mélange d'alcool et d'eau [41].

2.6 Les résidus alimentaires

Les entreprises et les chercheurs explorent de nouvelles sources de matières cellulosiques, notamment les résidus et alimentaires, qui suscitent un intérêt croissant dans la fabrication de produits moulés. Des fibres issues de la tige de bananier, de la feuille d'ananas ainsi que de la pulpe de pomme et d'orange ont été intégrées afin de remplacer une partie de la biomasse traditionnelle. [42, 43].

2.7 Biomasse algale

Il peut s'avérer intéressant de remplacer une partie de la matière cellulosique par de la biomasse algale dans un contexte d'économie circulaire comme l'utilisation de microalgue (*Chlorella* sp.) [44].

Les microalgues sont des organismes unicellulaires microscopiques capables de convertir l'énergie solaire en énergie chimique via photosynthèse. Elles sont reconnues pour leur capacité à produire de grandes quantités de biomasses rapidement. Leur culture dans les eaux usées offre plusieurs avantages par rapport aux plantes, puisqu'elles n'ont pas besoin de sol pour se développer et permettent d'utiliser de l'eau non potable comme milieu de culture [45, 46].

Il a très peu de connaissances sur l'ajout direct de biomasse algale dans les produits thermoformés. Les composants de la biomasse algale (ex. protéines, amidon) et les parois cellulaires des microalgues sont susceptibles d'avoir des interactions de surface avec les fibres cellulosiques et modifier ainsi les propriétés des produits thermoformés.

Plusieurs questions se posent :

1. La biomasse de microalgues peut-elle apporter de nouvelles propriétés ou améliorer les propriétés existantes des produits thermoformés ?
2. Quels sont les impacts de l'ajout de cette biomasse sur les paramètres du processus de fabrication tels que les temps de formage, d'égouttage et de thermoformage ?
3. Quel pourcentage de biomasse algale peut-on ajouter à la pâte cellulosique sans en affecter ses propriétés ?

Des recherches scientifiques à l'échelle de laboratoire sont requises pour trouver des réponses à ces questions.

2.8 Les catégories des pâtes moulées

L'IMFA (International Association of Molded Fibers), créée en 1997, est une association commerciale mondiale à but non lucratif qui vise à promouvoir la visibilité des fabricants de produits en fibres moulées et des fournisseurs de l'industrie [8]. Selon l'IMFA, les pâtes moulées sont classées en quatre catégories en fonction du procédé de production, des techniques de fabrication et de la densité des produits. Les détails spécifiques de ces catégories sont présentés dans le Tableau 2-1.

Tableau 2-1 : Caractéristiques des quatre types de produits en pâte moulée

	Parois épaisses (Type 1)	Moulé avec transfert (Type 2)	Thermoformé/paroi mince (Type 3)	Traitement secondaire ou spécial (Type 4)
Épaisseurs	5-10 mm	3-5 mm	2-4 mm	Les pâtes cellulosiques moulées qui nécessitent un traitement spécial comme une impression supplémentaire, un revêtement ou l'ajout d'additifs
Matériaux	Papier recyclé, papier kraft	Papiers journaux recyclés	Fibres de bois vierges	
Procédé de moulage	Un seul moule, séché au four	Un moule de formage et un moule de transfert, séché au four	Séché par pressage dans un moule chauffé	
Propriété de la surface	Une surface assez lisse et l'autre rugueuse	Les surfaces sont relativement lisses d'un côté.	Bonne précision dimensionnelle, surface lisse, forme bien détaillée, ressemble au matériau plastique thermoformé	
Application	Pour des objets non fragiles et lourds, pots et contenants pour plantes, fleurs et de pépinières	Plateaux d'œufs, équipements électroniques	Produits de santé, de beauté, médicale et scientifique	

2.9 Les procédés

2.9.1 Procédé conventionnel

Le procédé conventionnel comprend la formation/moulage, le drainage et le séchage de la pièce dans un four. Après la formation, un drainage par aspiration sous vide est effectué pour éliminer l'eau. Une fois cette étape terminée, la pièce peut soit être envoyée directement au four (type 1), ce qui donne des parois épaisses, soit être moulée par transfert (type 2) avant d'être envoyée au four. Le moulage par transfert permet d'obtenir un côté plus lisse et des parois plus fines par rapport au type 1. La figure 2-7 illustre le procédé conventionnel.

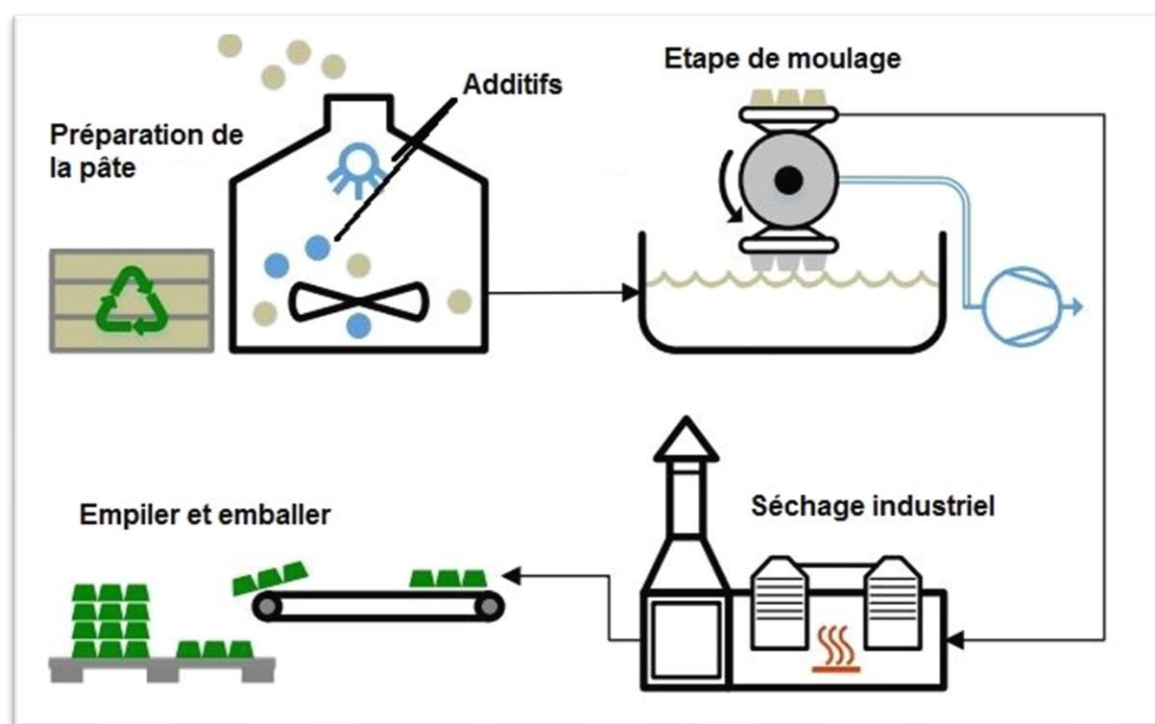


Figure 2-7 : Schéma d'un procédé conventionnel [47].

2.9.2 Procédé de thermoformage

Le procédé de thermoformage comprend la formation/moulage et le drainage. Le séchage de la pièce est effectué par pression (type 3) dans un moule chauffé pendant une période de l'ordre de dizaines ou de centaines de secondes, où le produit est densifié et séché, comme illustré dans la Figure 2-8. Les pièces obtenues présentent une bonne précision dimensionnelle et des surfaces lisses qui sont similaires à celles des produits en plastique.

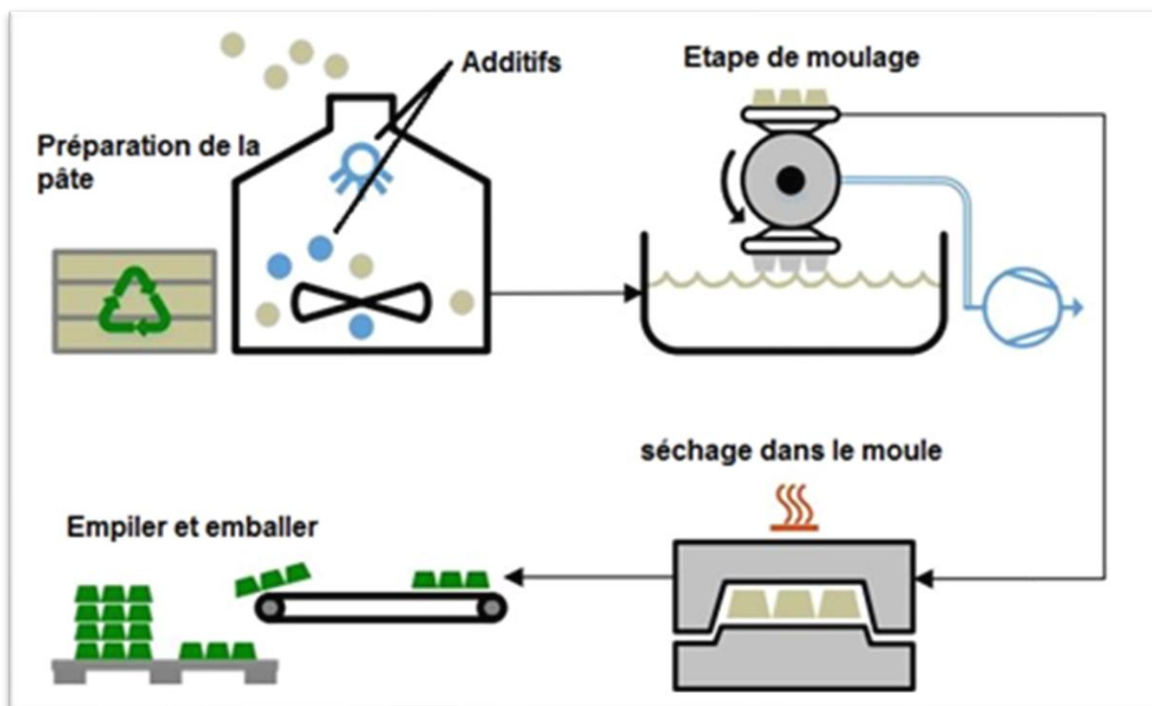


Figure 2-8 : Étapes de Schéma d'un procédé de moulage de précision ou de thermoformage [47].

Le coût en capital d'un procédé de thermoformage est beaucoup plus élevé qu'un procédé conventionnel. On donne l'exemple qu'avec 100 000 \$ d'outillage en capital investi, on produirait 7 tonnes par jour de produit avec un procédé conventionnel contre une tonne avec un procédé de thermoformage. Un petit outil conventionnel de 2 tonnes par jour pourrait coûter aussi peu que 25 000 \$. Pour ce qui a trait de l'énergie, les machines de thermoformage fonctionnent généralement à l'électricité alors que les machines conventionnelles peuvent faire fonctionner leurs séchoirs avec de nombreuses options différentes telles que le gaz, la vapeur, la biomasse, etc. [8].

2.9.3 Traitement secondaire ou spécial

Les produits en fibre moulée nécessitant un traitement supplémentaire après le moulage et le séchage, dans le but d'ajouter de la valeur, sont classés comme produits de type 4. Ces traitements complémentaires, généralement appliqués sur des produits de type 2 ou 3, visent à améliorer les caractéristiques du produit final. Parmi ces traitements, on trouve l'impression, l'application de revêtements, l'ajout d'additifs, le pressage à chaud ou post-pressage, la découpe à l'emporte-pièce, la perforation, la coloration, l'utilisation de moules spéciaux, des formulations spécifiques de suspension fibreuse, le gaufrage, ou encore l'ajout de caractéristiques de conception uniques

De plus en plus, les entreprises se tournent vers des produits en pâte moulée pour refléter leur image de marque tout en mettant en avant leur engagement environnemental. Des boîtiers de maquillage en pâte thermoformée [48], aux produits imprimés avec les logos des entreprises, les additifs permettent de proposer des emballages considérés comme écologiques (Figure 2-9). La bouteille thermoformée est devenue un choix privilégié des entreprises pour afficher leur engagement environnemental. Pulpac [49], Pulpex [50], Papacks [51], Pabaco [52] et Ecologic [53] s'attaquent à la bouteille de plastique, symbole du déchet à usage unique en tentant d'offrir une solution plus écologique. La bouteille peut être dotée d'une barrière protectrice ou comporter une doublure intérieure fine en plastique. La coque en fibre moulée et la doublure en plastique sont ensuite solidement verrouillées ensemble.

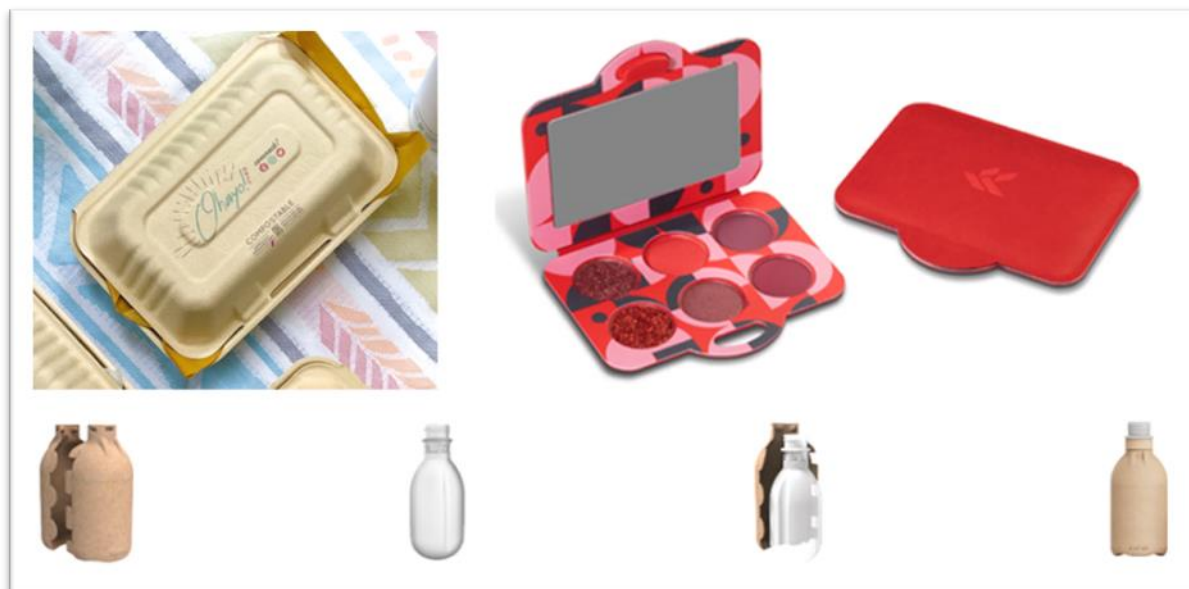


Figure 2-9 : Produits en pâtes moulées avec traitement secondaire et spécial.

2.9.4 Procédé de formage à sec

Le formage à sec est désormais considéré comme le nouveau type 5. Dans ce processus, les fibres proviennent d'un rouleau de papier et sont séparées à l'aide d'un broyeur à marteaux haute performance. Après le défibrage, les fibres sont transformées en un matelas à faible densité à l'aide d'air comprimé, comme illustré dans la Figure 2-10. Le matelas de cellulose Airlaid possède une faible résistance qui nécessite un renforcement. Trois technologies principales de liaison sont utilisées: la liaison chimique, thermique et mécanique [54, 55, 56]. Enfin, le matelas est pressé à haute capacité dans un moule chauffé. Ce procédé est utilisé par différentes entreprises telles que PULPAC, YANGI et CAMPEN [57, 58, 59].

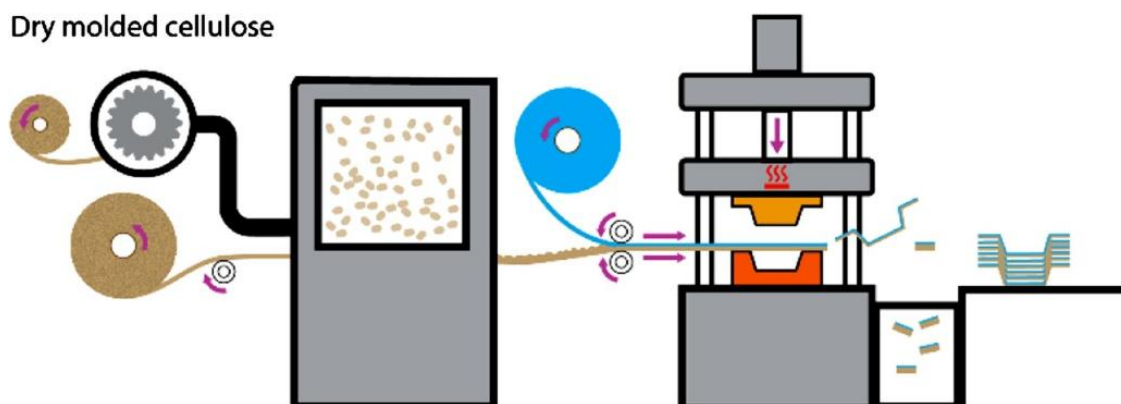


Figure 2-10 : Procédé de formage à sec [55].

2.9.5 Automatisation

L'automatisation et l'intégration de robots jouent un rôle essentiel dans l'optimisation de la production et de la rentabilité des emballages en pâte moulée. Ces technologies optimisent des étapes comme le formage, le moulage, le rognage et l'application de revêtements, rendant le processus de fabrication plus efficace. En Chine, des entreprises telles qu'EAMC [60] et FarEast [61] développent des machines entièrement automatisées pour la production d'emballages alimentaires, tandis qu'aux États-Unis, ABB Robotics et Zume intègrent des cellules robotisées pour accroître la productivité et répondre aux exigences environnementales [62]. Ces avancées témoignent de l'évolution du secteur vers des solutions plus performantes, durables et compétitives.

2.10 Les facteurs influençant la qualité d'une forme thermoformée

La figure 2-11 présente un diagramme d'Ishikawa permettant d'analyser les facteurs influençant la qualité de la forme produite lors du processus de thermoformage de pâte cellulosique. Chaque catégorie : utilisation, caractéristiques, matière première, moule, et paramètres doivent être soigneusement contrôlés pour assurer un produit final de haute qualité.

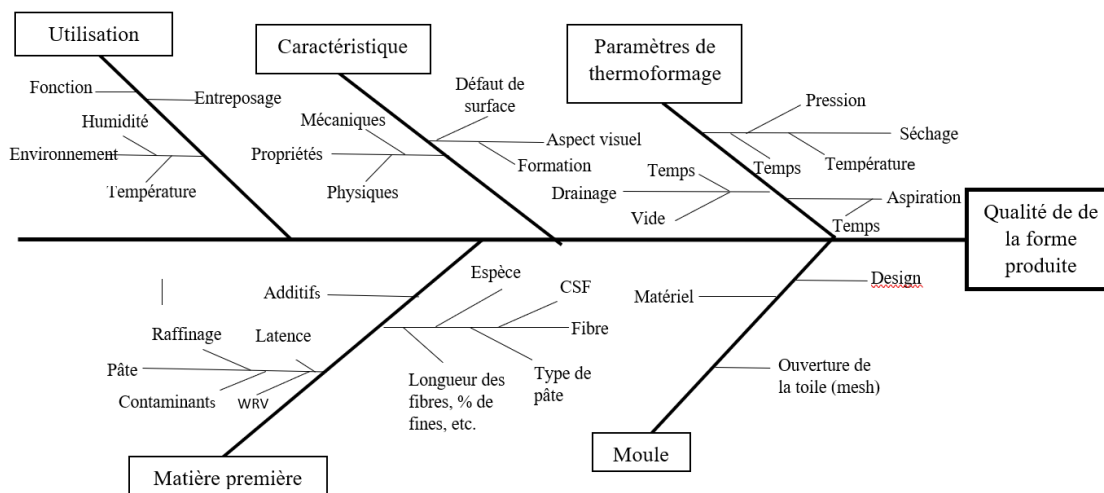


Figure 2-11 : Facteurs influençant la qualité d'une forme thermoformée.

2.10.1 Les moules

Le moule est une composante essentielle du procédé. La matrice, conçue sur mesure, représente le négatif de la géométrie à former. L'ensemble des matrices fixées à la machine de moulage constitue le moule de formation. La structure est recouverte d'une toile à maillage fin (50 mesh ou plus), qui aide à la rétention de la pâte tout en permettant l'élimination de l'eau. La figure 2-12 montre un exemple de moule de formation de barquette.

Les moules de séchage sont pleins, favorisant la conductivité thermique, avec quelques petits trous permettant l'évacuation de la vapeur d'eau. Cette élimination est cruciale, car une accumulation de vapeur peut entraîner un risque de délamination, compromettant ainsi la qualité du produit final.

Les points suivants doivent être pris en compte lors de la conception du moule:

- Le moule doit reproduire la géométrie souhaitée du produit final.
- Il doit être capable de produire la finition de surface souhaitée sur le produit moulé.
- Il doit être capable de supporter un grand nombre de cycles de stress.

- Le matériau utilisé doit être résistant à la corrosion et inerte par rapport à la suspension fibreuse.
- Le moule doit être nettoyable entre les cycles de production.



Figure 2-12 : Moule de barquette 50 mesh.

L'aluminium est couramment utilisé pour la fabrication des moules en raison de sa légèreté, de son coût abordable et de sa facilité d'usinage. De plus, il réagit peu avec son environnement, contrairement à l'acier, qui rouille facilement. Toutefois, la fabrication traditionnelle des moules en métal reste un processus relativement long et coûteux. Des plastiques comme l'ABS et le Nylon commencent à être utilisés [44, 47].

2.10.2 La matière première

Le coût des matières premières constitue un défi majeur pour la croissance du secteur des pâtes moulées. Le tableau 2-2 met en évidence les écarts de prix significatifs entre les différentes matières premières, avec des valeurs allant de 500 à 1 447 USD par tonne [63].

Tableau 2-2 : Prix moyen de la pâte 2023-2024.

Pâtes	Prix moyen USD/tonne métrique
Pâte Kraft blanchie du nord (É.-U.)	1 447
Pâte Kraft blanchie du nord (Europe)	1248
Pâte Kraft blanchie du nord (Chine)	557
Bambou	900*
Bagasse	600-800*
Pâte chimico-thermomécanique blanchie (Chine)	532
Pâte thermomécanique (Canada)	500-700 *
Pâte recyclée	400-600*

*Prix approximatif

Généralement, plus il y a de fibres vierges dans la recette de pâte, plus les produits en pâtes moulées sont de qualités élevées ou destinées au contact alimentaire telles que représentées à la figure 2-13. La pâte de fibre recyclée contient généralement des encres résiduelles et d'autres contaminants qui peuvent occasionner un problème pour le contact alimentaire. Avec la croissance des médias électroniques, l'industrie des pâtes moulées a de moins en moins accès aux matières récupérées telles que le papier journal qui a été une source majeure de matières premières dans le passé. L'OCC (Old Corrugated Containers) est largement disponible maintenant, mais il existe d'autres utilisations potentielles pour l'OCC, comme la fabrication de papier tissus. Ainsi, le prix et la disponibilité de l'OCC sont susceptibles de changer [64]. Le choix de la matière première aura un impact significatif sur le coût de production, influençant directement le prix de vente des pièces produites.



Figure 2-13 : Qualité/prix des différents produits en fibre thermoformée en fonction de la source de la fibre ; du procédé de moulage et du post-traitement [6].

2.10.2.1 Les additifs

Les agents de rétention, les flocculants et les anti-mousses sont utilisés lors de la formation pour aider celle-ci et faciliter le drainage lors de la fabrication.

Certains additifs, tels que les amidons cationiques, augmentent la résistance à sec en renforçant la cohésion des fibres. Les polymères polyacrylamide glyoxylés réticulés (GPAM), grâce à leur structure réticulée et à la présence de groupes glyoxal, améliorent à la fois la résistance à sec et à l'humidité en formant des liaisons chimiques qui renforcent les propriétés mécaniques dans ces deux états. Lorsque la résistance mécanique doit être maintenue en milieu humide, l'ajout d'agents de résistance humide, comme le polyamidoamine-épichlorhydrine (PAE), peut s'avérer utile. Cependant, ces résines contiennent des composés organochlorés, qui suscitent des préoccupations concernant leur impact sur la santé humaine [65].

2.10.2.1.1 Les barrières

La demande croissante de produits durables pousse à remplacer les plastiques par des emballages en pâte moulée dans le secteur alimentaire. Cependant, ces matériaux présentent une faible résistance aux liquides et aux gaz, ce qui peut affecter la qualité des aliments. L'amélioration des propriétés barrières et l'application de revêtements spécifiques permettent d'optimiser leurs performances [6].

Des agents d'encollage, tels que l'AKD (dimère d'alkylcétène) et l'ASA (anhydride alkenyl succinique), réduisent l'absorption d'eau.

Les SPFA (PFAS) sont des composés organiques de structure apparentée qui possèdent une chaîne fluorocarbonée. Ce sont des substances chimiques synthétiques à stabilité chimique et thermique élevée, qui peuvent repousser l'eau et les huiles. Elles subsistent dans l'environnement et peuvent s'accumuler au fil du temps. Au Canada, les SPFA incluant le sulfonate de perfluorooctane (SPFO), l'acide pentadécafluorooctanoïque (APFO) et les acides perfluorocarboxyliques à longue chaîne (APFC à LC) ainsi que leurs sels et précurseurs sont interdits [66, 67].

L'application de revêtements spécifiques, tels que des polymères, des cires ou des nano-revêtements, est étudiée pour leurs propriétés barrières et envisagée comme solution de remplacement aux SPFA. Par exemple, des revêtements comme le PLA (acide polylactique), le PHA (polyhydroxyalcanoates), le PVOH (alcool polyvinylique), les cires, l'alginate, le chitosane, la CMC (carboxyméthylcellulose) et la cellulose nanocristalline (CNC) permettent d'optimiser les performances des matériaux en renforçant leur protection tout en répondant aux exigences environnementales et réglementaires. Ces substances offrent diverses solutions pour améliorer la résistance à l'eau et aux graisses des produits en fibres moulées [68, 69]. Les revêtements sont appliqués par diverses techniques d'enduction (lame, cylindre, racle) ou de pulvérisation [6].

2.10.2.2 Raffinage

La modification de la qualité de la pâte pour améliorer les caractéristiques du papier est l'un des défis les plus importants des industries papetières.

L'un des processus effectués lors de la préparation de la pâte est le raffinage. Le raffinage est décrit comme un traitement mécanique à l'aide d'un équipement spécial (raffineur). Dans les raffineurs, les fibres circulent entre deux plaques rainurées parallèles ; stator et rotor. Lors du processus de raffinage, les fibres sont soumises à des forces de compression et de cisaillement qui entraînent des changements dans la structure des fibres; fibrillation interne et externe, gonflement, formation de fines, raccourcissement des fibres et redressement des fibres. La Figure 2-14 illustre bien l'effet du raffinage mécanique sur la structure des fibres de pâte kraft. Le raffinage modifie les propriétés mécaniques du papier en augmentant la résistance au drainage, la résistance à la rupture, à l'éclatement et la liaison interne des fibres.

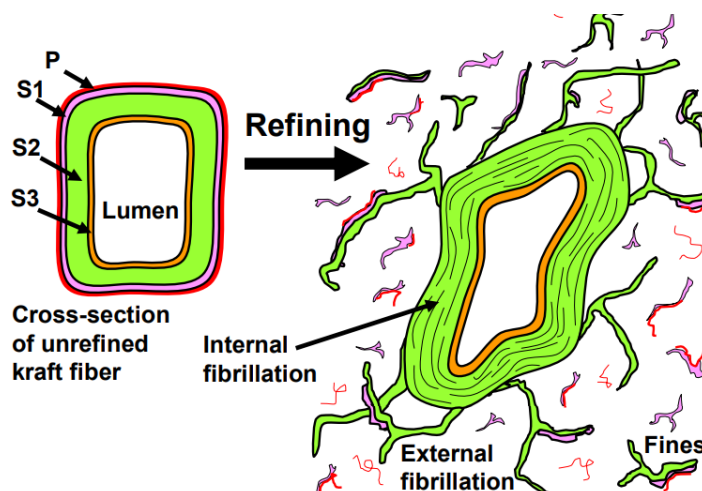


Figure 2-14 : À gauche: Une fibre de pâte kraft non raffinée avec une structure intacte de la paroi cellulaire, qui comprend plusieurs couches (S1, S2 et S3). Le lumen (cavité centrale) est bien défini. À droite: Une fibre après raffinage montrant plusieurs modifications structurales: gonflement de S2, fibrillation, fines et effondrement du lumen [70, 71].

Lors du raffinage, le comportement des fibres de feuillus et de résineux varie considérablement en fonction de leurs caractéristiques structurales. Les fibres de résineux, longues et épaisses, ce qui les rend idéales pour des applications nécessitant de la résistance. Comparativement aux fibres de feuillus, elles nécessitent une plus grande intensité de raffinage pour le développement des propriétés recherchées. En revanche, les fibres de feuillus, plus courtes et fines, sont plus sensibles au raffinage excessif. Un raffinage excessif peut entraîner la dégradation des fibres et une perte d'élasticité. Bien que les fibres de résineux augmentent la résistance à la rupture et la cohésion interne, les fibres de feuillus, elles, améliorent la douceur de la surface, ce qui les rend adaptées à la production de papiers fins [72].

Les fibres issues de la pâte mécanique sont initialement rigides et ont un faible potentiel de liaison. Cependant, lors du raffinage, elles sont séparées et deviennent plus flexibles, ce qui améliore leur capacité de liaison. Cela est principalement dû à la fibrillation, qui entraîne la libération de fibrilles à la surface des fibres et à la génération de fines. Ces fines jouent un rôle crucial dans la liaison entre les fibres et influencent les propriétés mécaniques du papier [73].

Une énergie de raffinage trop élevée peut avoir des effets négatifs, notamment un raccourcissement des fibres et une trop grande augmentation de la teneur en fines. Cela peut altérer les propriétés de drainage et la consolidation de la feuille [74, 75, 76].

2.10.2.2.1 Indice d'égouttage

L'indice d'égouttage, ou Canadian Standard Freeness (CSF) est défini par la norme TAPPI T227 om-21. Il évalue le taux de drainage d'une suspension diluée de pâte. En Amérique du Nord, il s'agit du test de contrôle le plus couramment utilisé dans la préparation des pâtes. Il permet de valider l'intensité du raffinage ; plus le raffinage est intense, plus le CSF diminue. D'autres tests de drainage, comme le Schopper-Riegler, peuvent également être utilisés.

AFT, une compagnie spécialisée en raffinage, mentionne que l'énergie appliquée au raffinage peut fluctuer d'une usine à l'autre, même pour des grades, des types de fibres et des procédés similaires. AFT propose un guide des pertes de CSF (en mL) associées à l'énergie spécifique (Net HPD/T) pour différents types de pâtes. Ce guide permet d'estimer les besoins énergétiques en fonction du type de pâte et des niveaux cibles de CSF : pâte kraft de résineux blanchie (20–40 mL), pâte kraft feuillus blanchie (60–100 mL), pâte mécanique (3–7 mL), vieux cartons ondulés (40–70 mL), déchets de bureau mélangés (50–70 mL) et papier journal (20–35 mL) [77].

2.10.3 Les paramètres de thermoformage

2.10.3.1 Pompe à vide

Une pompe de haute qualité, bien dimensionnée, peut optimiser la productivité et la qualité des produits en fibres moulées et diminuer les coûts opérationnels et les temps d'arrêt. Les fabricants peuvent s'assurer que leur système de vide répond aux besoins de leur production en prenant en compte des critères essentiels comme le niveau de vide, le débit d'air, la durabilité, la facilité de maintenance et l'efficacité énergétique [44].

2.10.3.2 Impact du pressage et du séchage

Pour le thermoformage, le temps de séchage doit être soigneusement évalué, car il représente un compromis entre l'efficacité du séchage et l'énergie consommée [44].

Le séchage par impulsion est présenté comme une avancée technologique susceptible d'améliorer l'efficacité du séchage. Cette méthode consiste à éliminer l'eau d'une bande de papier humide en combinant pression mécanique (de 1,5 MPa à 8 MPa) et température élevée (de 100°C à 400°C), avec un temps de contact (nip) de 20 à 50 millisecondes. Le mécanisme du séchage par impulsion n'a jamais été entièrement décrit. Toutefois, il est mentionné qu'un transfert de chaleur élevé provoque la vaporisation de l'eau à l'intérieur du matériau, ce qui entraîne l'expulsion de l'eau retenue entre les fibres du papier. Cependant, la plupart des machines de thermoformage ne permettent pas de contrôler précisément la pression de fermeture en millisecondes [78].

Selon Joseph Grygny, directeur général de l'IMFA, la pression est essentielle, en particulier le contrôle de la pression et du moment précis où elle est appliquée. En revanche, la température devrait être le dernier recours pour sécher un produit thermoformé. La siccité de la forme humide devrait être maximisée avant de la transférer sur les presses chauffées. La chaleur est efficace pour réduire les temps de cycle, mais elle peut entraîner de nombreuses conséquences, dont des problèmes de démoulage. Dans la pâte recyclée, les températures élevées auront comme effet de ramollir les matières et les résidus collants présents qui colleront aux outils de presse et qui feront coller les fibres. De plus, la chaleur élevée peut entraîner des dommages et une usure prématurée des moules en ramollissement continuellement les outils de presse [8].

Dans une étude de Koubaa [74], l'effet du pressage et du séchage simultanés des feuilles sur la nature et la résistance des liaisons est étudié. Il sèche simultanément le papier à une température supérieure à 100°C tout en appliquant une pression externe perpendiculaire au plan de la feuille. Sachant que le thermoformage des pâtes cellulosiques utilise les mêmes principes que le procédé de pressage et séchage simultané étudié par Koubba, les conclusions de l'étude pourraient être une piste d'explication du développement des forces dans les produits thermoformés. L'effet combiné du pressage et du séchage joue un rôle

clé dans l'amélioration des propriétés mécaniques des fibres cellulosiques. La température assouplit les fibres, augmentant ainsi leur flexibilité, tandis que la pression favorise leur compression et accroît leur surface de contact. L'étude compare l'impact du pressage humide seul à une combinaison pressage/séchage. Dans le cas du pressage humide, une augmentation de la force de compression rapproche les fibres, augmentant leur surface de contact et favorisant la formation des liaisons hydrogène. Cet effet est particulièrement bénéfique pour les pâtes chimiques, dont la résistance des liaisons s'améliore grâce à cette augmentation de la surface de contact. Cependant, les fibres des pâtes mécaniques, plus rigides, conservent leur forme cylindrique et résistent à la compression, limitant ainsi la création de nouvelles liaisons. Lorsque le pressage est combiné au séchage, la température assouplit davantage les fibres mécaniques, permettant une meilleure action de la pression et une augmentation significative de la surface de contact.

Dans une publication de Didone et Tosello, portant sur la caractérisation du procédé de thermoformage, plusieurs conclusions importantes ont été tirées concernant les paramètres influençant l'efficacité et la qualité du processus. L'efficacité du séchage dépend surtout de la température du moule. Il est plus important de bien gérer cette température que de prolonger le temps de contact. Les défauts de fabrication, tels que la délamination et les cloques en surface, peuvent être minimisés en atteignant un niveau de siccité spécifique avant de libérer la pression structurelle. Par ailleurs, la précision géométrique des pièces produites dépend du type de pâte utilisée, les caractéristiques spécifiques de chaque pâte pouvant influencer la précision des formes thermoformées et, par conséquent, la qualité géométrique du produit final [78]. Dans une autre étude, de Didone et al, des expériences ont été réalisées pour étudier les effets de l'élimination de l'eau par pressage à froid et sous conditions thermiques (80 °C à 120 °C), en utilisant une modélisation numérique pour prédire les résultats [79]. Les deux études précédentes sont basées sur l'analyse de disque de pâte formée sur un appareil qui ressemble à une formette avec un niveau de siccité initial d'environ 25 % et un grammage de 600 g/m² une fois séché.

Ainsi, peu d'études récentes ont exploré la relation entre les matériaux cellulosiques et les propriétés finales du produit thermoformé. Bien que des recherches existent sur le thermoformage des pâtes cellulosiques, la plupart sont menées en laboratoire sur des

échantillons 2D, comme formette ou des filtres Buchner, pressés sous une presse de laboratoire. La densification observée dans ces études atteint jusqu'à $1,2 \text{ cm}^3/\text{g}$. Toutefois, ces procédés impliquent souvent un pressage initial à froid, suivi d'un pressage à chaud, avec les échantillons placés directement entre les plaques de la presse. La compression uniforme est plus facile à atteindre avec des échantillons plats, car ils peuvent être pressés de façon égale entre les plaques. En revanche, l'utilisation d'un moule introduit des défis supplémentaires, notamment la répartition uniforme de la pression et l'adaptation à des formes complexes [78, 80, 81]

2.10.4 Les tests et les normes

Les produits en pâte moulée thermoformée se distinguent des autres produits papetiers par leur procédé de fabrication et leur utilisation. Bien qu'ils soient souvent comparés au polystyrène pour leur résistance à la compression et leur capacité à absorber les chocs, leurs propriétés mécaniques varient en fonction de leur forme et de leur application. Cette variabilité complique l'établissement de tests standardisés et la définition de critères de qualité ainsi que de méthodes d'évaluation. L'absence de standardisation dans les méthodes d'analyse se reflète dans les études. Par exemple, pour déterminer les propriétés de rupture, certaines études se basent sur la norme ISO 527-2, qui est dédiée aux plastiques moulés, tandis que d'autres préfèrent utiliser des méthodes spécifiques aux pâtes et papiers, telles que la norme TAPPI T 494 om 22 [82, 83, 84].

La rigidité étant une propriété importante pour un matériau d'emballage, le module d'élasticité est souvent analysé lors de la caractérisation. Il définit la rigidité et la capacité d'un matériau à résister à la déformation, ce qui permet de mieux comprendre son comportement sous contrainte. Un module d'élasticité élevé indique que le matériau est plus rigide [85].

D'autres tests, comme la porosité de surface qui analyse la fermeture du matelas fibreux, ainsi que des tests pour caractériser la résistance à l'eau, sont également utilisés lors des études.

La compostabilité des produits d'emballage est un critère essentiel dans la recherche de solutions durables face à la pollution plastique. Un produit d'emballage est déterminé lorsqu'il se décompose de manière biologique dans un environnement de compostage, sans laisser de résidus nocifs pour l'environnement. Pour qu'un produit soit certifié compostable, il doit passer plusieurs tests rigoureux. Il existe plusieurs normes qui évaluent la compostabilité comme les normes ASTM D6868 et ISO 18606. Celles-ci évaluent la caractérisation du matériau, sa biodégradabilité, sa désintégration en morceaux inférieurs à 2 mm et l'impact sur la qualité du compost final. Ces tests garantissent que le produit ne contamine pas le compost et qu'il se dégrade de manière complète et sécuritaire en présence de micro-organismes [33, 44, 86, 87]. La Figure 2-15 illustre la procédure à suivre pour se conformer à la norme ASTM D6868.

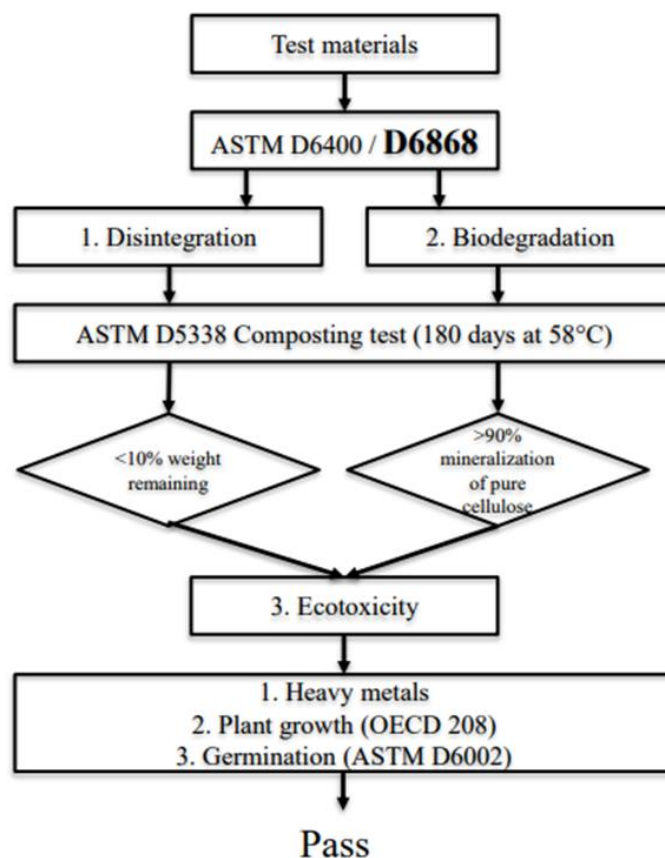


Figure 2-15 : Procédure de conformité à la norme de compostabilité ASTM D 6868.

Chapitre 3 - Matériels et méthodes

À la suite de la revue de littérature, il est important de présenter les matériaux et les méthodes expérimentales utilisés afin de mieux situer le cadre dans lequel s'inscrivent les travaux réalisés. Ce chapitre fait le pont entre les connaissances théoriques recensées et les deux études expérimentales qui constituent le cœur de ce mémoire.

La revue de littérature a permis de mieux comprendre le domaine du thermoformage cellulosique et de faire ressortir les principales avancées connues à ce jour. Toutefois, en raison du caractère très confidentiel de ce secteur, les données disponibles dans la littérature scientifique demeurent limitées. On constate par ailleurs que plusieurs recherches explorent l'ajout de différentes biomasses pour fabriquer des produits, mais que peu d'entre elles s'attardent aux effets de ces différentes pâtes sur le procédé lui-même. Par exemple, peu de données portent sur l'influence d'une nouvelle biomasse sur le temps de formation, la quantité d'eau résiduelle après le drainage et la facilité de séchage. Ces paramètres sont pourtant essentiels au bon fonctionnement du thermoformage à l'échelle industrielle. Cela soulève une interrogation importante : quel est l'impact réel d'un changement de biomasse sur le procédé?

Ainsi, les travaux expérimentaux menés dans ce projet ont été conçus en grande partie à partir de l'expertise développée par Innofibre dans le domaine. Ils visent à combler certaines lacunes fondamentales et à approfondir la compréhension du comportement de différentes pâtes cellulosiques dans un contexte industriel, notamment à travers une analyse détaillée des étapes de formation, de drainage et de séchage. La première étude visait à caractériser une sélection représentative de pâtes cellulosiques décrites dans la revue de littérature en évaluant leur comportement au cours des premières étapes du thermoformage c'est-à-dire la formation et le drainage. Les pâtes utilisées comprennent de la bagasse, du bambou, des pâtes chimiques Kraft de feuillus et de résineux provenant du Canada et de l'Europe, ainsi que des pâtes mécaniques. Des matières premières agricoles ont également été incluses, comme de la paille blé et du canola. Enfin, deux pâtes issues d'essais industriels réalisés chez Innofibre ont été évaluées : une pâte recyclée provenant de déchets post-consommation, une pâte extraite d'emballages Tetra Pak.

L'objectif était de déterminer l'influence des différentes fibres sur les paramètres clés du procédé, tels que le temps de formation et l'efficacité du drainage lors de la fabrication de barquettes, et de dégager des corrélations significatives entre ces propriétés et le comportement observé. Les pâtes ont été évaluées à l'état non raffiné ainsi qu'à deux niveaux de raffinage. Ces plages ont été choisies afin de couvrir un large spectre d'intensités de raffinage, permettant ainsi d'observer les effets sur le comportement des fibres dans le procédé de thermoformage. Ces travaux ont fait l'objet d'une publication dans le Nordic Pulp and Paper Research Journal sous le titre *The impact of cellulosic pulps on the thermoforming process: effects on formation time and drainage efficiency* (DOI: 10.1515/npprj-2024-0091).

La deuxième étude s'inscrit dans la continuité de la première en se concentrant sur la phase de séchage et les conditions de thermoformage (température, pression), dans le but d'évaluer l'effet de ces paramètres sur les propriétés physiques et mécaniques et la qualité visuelle des produits finis mais aussi de déterminer l'impact de différentes pâtes et de leur raffinage sur les cycles de séchage. Dans le cadre de cette étude, des assiettes ont été fabriquées à partir de différentes pâtes cellulosiques, non raffinées et raffinées, afin d'évaluer l'impact du raffinage sur les caractéristiques des produits finis. Le raffinage a été effectué jusqu'à une valeur cible de 400 mL de drainage, en accord avec les pratiques courantes de l'industrie et l'expertise d'Innofibre. Quatre types de pâtes ont été étudiés : une pâte de résineux, une pâte de feuillus, une pâte recyclée et une pâte thermomécanique primaire. Ces résultats ont été traités sous forme d'article dans le second article intitulé *Impact of thermoforming parameters on the physical, mechanical properties and quality of cellulose thermoformed plates*.

Le raffinage des pâtes a été effectué à l'aide d'un raffineur à disque Sprout de 12 pouces (Waldron Engineering, USA), équipé de plaques de raffinage interchangeables, fabriquées par AFT (Amérique du Nord), spécialisées dans la conception de plaques adaptées aux différents types de fibres. Ce raffineur est un modèle de table conçu pour traiter des lots de 2 à 4 kg.

Les essais ont été réalisés au sein des installations pilotes d'Innofibre, notamment à l'aide des machines pilotes d'Innofibre appelé TF45 et TF1, spécialement conçue pour la

fabrication de produits cellulotiques moulés. Ces machines permettent un contrôle précis des conditions de formage, de drainage et de séchage. Des équipements complémentaires ont été utilisés pour la caractérisation des pâtes (l'analyseur de fibre FS5, l'indice d'égouttage), ainsi que pour la mesure des propriétés physiques et mécaniques des échantillons formés.

Les chapitres suivants présentent donc ces deux articles et l'ensemble des matériaux, des équipements, des paramètres opératoires, ainsi que les méthodologies utilisées pour la conduite des essais.

Chapitre 4 - Article 1: The impact of cellulosic pulps on thermoforming process: effects on formation time and drainage efficiency.

4.1 Avant-propos

Le titre de l'article rédigé en anglais est : *The impact of cellulosic pulps on thermoforming process: effects on formation time and drainage efficiency*. Il présente les résultats de la partie expérimentale au niveau de la formation et du drainage de différentes pâtes cellulosiques. L'article a été publié en mars 2025 dans le journal Nordic Pulp & Paper Research Journal.

Lachance, C., Barnabé, S., Deshaies, D. and Bideau, B. (2025) The impact of cellulosic pulps on thermoforming process: effects on formation time and drainage efficiency. Nordic Pulp & Paper Research Journal. <https://doi.org/10.1515/nppri-2024-0091>

Les auteurs ainsi que leur coordonnée dans l'ordre :

Caroline Lachance, étudiante à la maîtrise

Sciences et génie des matériaux lignocellulosiques, Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3), Université du Québec à Trois-Rivières, 3351 Des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : caroline.lachance2@uqtr.ca

Simon, BARNABÉ, Ph.D, Professeur

Titulaire de Chaire de recherche municipale de Victoriaville, Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3), Université du Québec à Trois-Rivières, 3351 Des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : simon.barnabé@uqtr.ca

Dominic Deshaies, technicien

Innofibre, Centre d'innovation des produits cellulosique, 3351 Des Forges, C.P. 97, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : dominic.deshaies@cegeptr.qc.ca

Benoit Bideau, Ph. D, chercheur principal

Innofibre, Centre d'innovation des produits cellulosique, 3351 Des Forges, C.P. 97, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : benoit.bideau@cegeptr.qc.ca

4.2 Résumé

Les préoccupations croissantes en matière d'environnement et de santé liées à la pollution plastique ont accéléré la recherche de solutions durables. Cette étude examine l'impact de différents types de pâtes cellulosiques et des niveaux de raffinage sur la production de matériaux thermoformés à base de fibres, destinés à remplacer les plastiques de manière écologique. En analysant les caractéristiques des pâtes et des fibres, l'étude vise à établir une corrélation entre ces facteurs et deux paramètres clés du procédé : le temps de formation et l'efficacité du drainage.

Des plateaux d'un poids sec cible de 31 g ont été produits en utilisant des consistances de suspension de 0,2 % et 0,8 % sur une machine de moulage industrielle. Les temps de formation nécessaires pour atteindre le poids cible variaient de 0 à 42 secondes, en fonction du type de pâte, du niveau de raffinage et de la consistance de la suspension. Des temps de formation plus longs ont été observés comme ayant un impact négatif sur la qualité du produit. Un niveau de raffinage plus élevé a prolongé le temps de formation, soulignant la nécessité d'ajuster la consistance de la suspension pour optimiser l'efficacité de la production.

Les essais de formation ont révélé que la plupart des pâtes suivaient un modèle de formation logarithmique aux deux consistances. La siccité et le gain en drainage variaient considérablement selon les types de pâte. Les pâtes de bois feuillu présentaient la siccité initiale la plus élevée, tandis que les fibres alternatives comme le canola affichaient la plus faible, entraînant des temps de séchage plus longs. Les fibres recyclées et mécaniquement défibrées retenant davantage d'eau en raison de leur forte teneur en fines, réduisant ainsi l'efficacité du séchage. De plus, une augmentation du niveau de raffinage diminuait à la fois la siccité initiale et le gain en siccité pour un même temps de drainage.

Étant donné que la siccité influence directement le temps de séchage et la consommation d'énergie, l'optimisation du choix des pâtes et des stratégies de raffinage est essentielle pour réduire les coûts de la production de fibres thermoformées.

4.3 Abstract

The growing environmental and health concerns associated with plastic pollution have driven the search for sustainable alternatives. This study investigated the impact of various types of cellulosic pulps and degree of refining on the production of thermoforming eco-friendly fiber-based materials as alternatives to plastics. By examining the influence pulp and fibers characteristics, the study aimed to correlate these factors with the two process parameters, formation time and drainage efficiency. Trays with a target dry weight of 31 g were produced using slurry consistency of 0.2% and 0.8% on an industrial molding machine. In this study, formation times required to achieve the target weight are varied from 0 to 42 seconds, influenced by pulp type, refining level, and slurry consistency showing that the longest time can affect the quality. Higher refining levels extended formation time, making it crucial to adjust slurry consistency to optimize production efficiency. Formation trials revealed that most pulps followed a logarithmic formation pattern at both consistencies. Dryness and drainage gain varied significantly across pulp types. Hardwood pulps exhibited the highest initial dryness, while alternative fibers like canola had the lowest, making them longer to dry. Recycled and mechanically pulped fibers retained more water due to fines content, further decreasing dewatering. Additionally, increased refining levels decreased both the initial dryness and the gain in

dryness over equal drainage times. Since dryness directly influences drying time and energy consumption, optimizing pulp selection and refining strategies are essential for enhancing cost efficiency in thermoformed fiber production.

4.4 Introduction

Plastic plays a fundamental role in supporting our modern lifestyles due to its versatile properties. It is durable, lightweight, and provides effective barriers, making it ideal for a wide range of applications. These benefits combined with easy manufacturability have led to a global annual production of over 359 million tons of plastic (Pilapitiya and Ratnayake 2024). However, despite these advantages, plastics present significant environmental and public health concerns. When plastics break down, they fragment into tiny microplastics and nanoplastics particles that can easily spread through air, water and soil. These small particles can enter ecosystems affecting wildlife and even enter our food and water supply, raising concerns about potential health risks (Environment and Climate Change Canada and Health Canada 2020; Napper and Thompson 2023,).

Due to growing public and scientific concern about the harmful effects of plastic pollution on the environment and human health, governments are beginning to limit their use (Government of Canada 2021). Companies must therefore provide consumers with alternative options. In this context, molded cellulosic fiber products have gained attention for their environmental benefits. As a green and sustainable packaging material, molded fibers are increasingly recognized as an eco-friendly choice (Didone and Tosello 2019).

Molded egg packaging serves as a strong example of a product that has successfully replaced polystyrene. From a manufacturing standpoint, molded pulp products made using traditional molding and oven-drying techniques, especially at high production volumes, can more effectively compete with polystyrene on cost. However, these products often lack in aesthetics due to rough wall surfaces. In contrast, thermoformed cellulosic pulp products, which are pressure-dried, offer superior aesthetics and are visually competitive but are generally less cost-effective (International Molded Fiber Association 2024). Thermoformed molded fiber products are typically made from renewable and biodegradable lignocellulosic fibers. Their production involves multiple steps, including

pulp preparation, forming, pressing, and drying within mold compression, to create various three-dimensional fiber products (Didone et al. 2017).

Several challenges could impact the growth of molded pulp products including long cycle times, high energy and chemical consumption, the presence of toxic PFAS, competition from bioplastics and high raw material costs (Semple et al. 2022). Raw material prices vary widely, adding to this complexity. For example, Northern Bleached Softwood Kraft (NBSK) pulp fluctuated from \$1 735 in September 2024 to an average of \$1 553 per ton for 2024, while bleached chemi-thermomechanical pulp (BCTMP) from China averaged at \$505 per ton for the same period (Natural Resources Canada 2024). Thermoformed molded pulp parts are made from a wide variety of cellulosic fiber sources including non-wood fibers, wood fibers and even food residues (Rattanawongkun et al. 2020). Generally, the higher the proportion of virgin fibers in the pulp recipe, the higher the grade and quality of the molded products (Dey et al. 2020). Recycled fiber pulp typically contains residual inks and other contaminants that may create challenges for food contact applications. As electronic media has become more widespread, the molded pulp industry has faced challenges due to reduced availability of recovered materials, such as newspapers, which were once a primary source of raw materials. (Zambrano et al. 2021).

Previous studies have examined the influence of pulp composition on the properties of thermoformed products (Dislaire et al. 2021; Oliaei et al. 2021; Wang et al. 2018). Pasquier et al. (2023) specifically analyzed the effects of temperature and pressure during the thermoforming of softwood pulp and chemi-thermomechanical pulp (CTMP). However, research remains limited on how various fiber sources, including wood virgin fibers, bamboo, bagasse, recycled pulps and alternatives fibers interact with critical process parameters such as drainage and formation.

In industrial applications, pulp is typically refined to improve formation, fiber distribution, and caliper control (International Molded Fiber Association, 2024). However, refining also reduces drainability, impacting key process parameters by increasing formation time and retaining more water within the fiber mat or fibers themselves, thereby affecting dryness (Debnath et al. 2022). Dryness is a critical factor in thermoformed products, as it directly influences drying time and, consequently, overall production costs.

Understanding how different cellulosic pulps behave in thermoforming is essential for improving the efficiency and adaptability of molded fiber applications. This study evaluates a diverse range of cellulosic pulps with two primary objectives: analyzing how pulp type and refining levels influence the speed of tray formation and assessing the initial dryness of a 31 g molded tray while measuring the increase in dryness after a set drainage period.

4.5 Materials and Methods

4.5.1 Materials

In this study, a selection of cellulosic pulps was tested to represent the diversity of materials available on the market. The chosen pulps include bagasse, bamboo, BCTMP, TMP, two North Bleached Hardwood Kraft pulps (NBHK NR and NBHK EU), and three NBSK variants (NBSK NR, NBSK-2, and NBSK EU), sourced from Europe and Canada. NBSK is sourced from eastern Canada, while NBSK-2 originates from the western region. These pulps vary based on geographic location and the tree species used in their production. The study also includes thermomechanical pulp (TMP) and Primary TMP. 'Primary TMP' refers to pulp sampled directly after the defibrating stage in a TMP plant, resulting in a higher Canadian Standard Freeness (CSF) compared to typical TMP.

Other materials include wheat pulp, a Canadian commercial pulp produced using a twin-screw extruder, along with three pulps obtained from industrial trials using Innofibre's pilot equipment: recycled pulp, Tetra Pak pulp, and canola straw pulp. Recycled pulp was sourced from post-consumer waste, processed through pulping and cleaning to extract fibers from urban recycling bins. Tetra Pak pulp was produced by separating the fiber components of multilayer Tetra Pak containers. Canola straw was chopped, pulped, refined, and screened to obtain a usable pulp.

4.5.2 Characterization of pulp

4.5.2.1 Canadian standard freeness (CSF)

In the Canadian Standard Freeness (CSF) test, 1 liter of dilute slurry (0.3% consistency) is drained through a standard screen that retains the fibers, forming a mat, as specified by the TAPPI standard T227 om-21. Freeness is a reliable predictor of sheet density and is commonly used to estimate the strength and other physical properties of paper. In North America, it is the most widely used control test in stock preparation and is frequently employed to monitor changes in pulp drainage rates during beating and refining. Freeness indicates the drainage resistance of a pulp slurry, and other standard measures of pulp drainage, such as Schopper-Riegler, can be roughly converted to equivalent CSF values.

4.5.2.2 Fiber morphological properties

While CSF provides valuable information about the ease of water removal from pulp, fiber analysis using the FS5 analyzer can help capture other important fiber characteristics.

The Valmet Fiber Image Analyzer (Valmet FS5) is a laboratory instrument that analyzes fiber dimensions (length and width), fines particles, curl, kink index and fibrillation. The analyzer operates within the framework of ISO 16065-2 standards utilizing a 0.5 mm depth-of-field imaging cell to ensure precision. This tool is indispensable for quality control and research in the pulp and paper industry.

Fiber length is measured along the centerline for fibers between 0.2 mm and 7 mm while the width is assessed within the range of 10 μm to 75 μm . The arithmetic average fiber length represented as $L_c(n)$ is calculated by taking the simple arithmetic mean of the lengths of individual fibers in a sample. This metric provides an overall average length, giving equal weight to each fiber regardless of its weight or size. It is useful for general assessments of fiber populations. The length-weighted average fiber length denoted as $L_c(l)$ assigns greater importance to longer fibers when calculating the average. This method considers the relative length of each fiber giving more emphasis to those that are longer. This parameter is particularly useful when longer fibers significantly impact the material's performance. The weight-weighted average fiber length indicated as $L_c(w)$ is

calculated by factoring in both the length and weight of the fibers. This metric emphasizes fibers that contribute more mass to the sample. It is highly relevant in processes where the mass distribution of fibers plays a critical role in material properties or production efficiency.

Fines are categorized into two types: Fines A consisting of flake-like particles shorter than 0.2 mm and Fines B comprising lamella-shaped particles with widths below 10 μm and lengths exceeding 0.2 mm.

Additional measurements include the kink index, which evaluates fiber damage per 1 000 fibers and fibrillation expressed as the projection area of fibrils relative to the total object area.

4.5.3 Substrate preparation

4.5.3.1 Refining

Modifying the quality of pulp to enhance the characteristics of paper represents a major challenge for the paper industry. The key process in this preparation is "pulp refining," involving the mechanical treatment of fibers using specific equipment called a refiner. In the refiner, the fibers are subjected to compressive and shear forces between two grooved plates, resulting in various changes to their specifications. The effects of refining vary depending on the initial properties of the fibers and the processing conditions, leading to phenomena such as fibrillation, fines formation, shortening, and straightening of the fibers. These transformations make the fibers more flexible and increase their bonding surface, crucial for improving paper quality. (Lumiainen et al. 2000, Gharehkhani et al. 2015).

Pulps were evaluated without refining (NR) and at two levels of refining based on the initial freeness of the pulp: a pulp with high initial freeness was refined to 500 mL and 300 mL, while a pulp with lower initial freeness was refined to 400 mL and 300 mL. These ranges were chosen to cover a broad spectrum of refining intensities. Refining was carried out using the Sprout 12" disc refiner from Waldron Engineering (USA). The disc refiner was equipped with several refining plates of different designs that can be changed

depending on the type of fiber or pulp to be refined (Fig. 4-1). These plates were manufactured by AFT (North America), specializing in refining.



Figure 4-1 :Waldron Sprout refiner with refining plate.

Since the Waldron Sprout refiner is a table refiner designed for processing 2-4 kg batches and lacks the necessary instrumentation to measure refining energy. The gap and the refining time were controlled manually. The intensity of refining was determined by CSF as well as by morphological properties. Fiber length is monitored to ensure that the fibers are not being cut during the process. However, AFT has provided a guideline (AFT 2016) that outlines typical energy requirements per fiber type as energy can vary from mill to mill. Even for the same or similar grades and the same fiber source and pulping process, two paper mills may apply significantly different specific energy levels in the stock preparation refining system. This guide includes the typical freeness drop (in mL) associated with specific energy (Net HPD/T) requirements for various furnish types offering a useful framework for estimating energy needs based on pulp type and target freeness levels. For example, different pulp types exhibit a wide range of drainage properties: Bleached Softwood Kraft (20–40 mL), Bleached Hardwood Kraft (60–100 mL), Groundwood (3–7 mL), Old Corrugated Containers (40–70 mL), Mixed Office Waste (50–70 mL), and newsprint (20–35 mL).

4.5.3.2 Removing latency

Mechanical pulps often experience "latency" during the refining process, where the fibers become twisted or rolled into balls or nodules, resulting in a highly strained state as explained in Tappi 262 sp-96 method. This latency can prevent the pulp from fully developing its strength properties, especially when disintegrated in cold water, as the fibers have not relaxed sufficiently. To eliminate this latency, a combination of heat and agitation is applied to help the fibers relax and enhance their performance. During the trials, the mechanical pulps were heated to 75°C in the thermoforming machine tank and recirculated for 20 minutes at 2%.

4.5.4 Production of thermoformed molding products

The manufacturing of the molded products was carried out using Innofibre's industrial thermoforming equipment. Fig. 4-2 shows the formation section of the machine. The MSIPME – TF-45 thermoforming system is fully adjustable and customizable. Recirculation allows for agitation and heating of the pulp in the tank. In 4-1, the parameters used during the trials are listed. The pulp was heated to 45°C, representative of industrial practices. The chosen mold, designed for tray production, has a 50-mesh size. To produce the tray, a target dry weight of 31 grams ($\pm 5\%$) was chosen based on Innofibre's practices, ensuring an even mold fill. The tank consistencies selected for the study were 0.2% and 0.8%, representing low and high consistency conditions during the thermoforming process (Vargas et al. 2012). These values allowed analysis of fiber dispersion and drainage behavior at different consistencies. The system automatically adjusted consistency based on the desired value entered in the machine interface. This was achieved by diluting the pulp, initially stored at $\sim 2\%$ consistency in the adjacent reservoir, with water until reaching the target consistency. This automated adjustment ensured precision and repeatability throughout the process.



Figure 4-2 : Formation section of the Innofibre's MSIPME – TF-45 industrial machine.

Table 4-1 : Parameters used during thermoforming

Pulp (°C)	Tank volume (liters)	Tank consistency (%)	Vacuum (Hg)	Drying (°C)
45	300	0.2 or 0.8	-27	180

4.5.4.1 Study of pulp formation speed

Formation times were evaluated in 2-second increments, starting at 0 seconds and progressing up to 14 seconds. A 0-seconds setting in the machine interface includes a brief suction period required for the head to pivot upward, which cannot be modified but is accounted for in the measurements. When the mold is in the suction position, the formation time corresponds to the duration before the system begins returning to its initial position. During this phase, suction continues, allowing fibers to deposit onto the mold until it exits the formation tank. Therefore, the actual formation time consists of the operator-defined suction time plus the machine's movement time. To simplify operations, the formation time is recorded as the value entered by the operator in the HMI interface.

For each formation time interval, three trays were produced: from 0 to 14 seconds, by 2-second increments. A fixed drainage time of 6 seconds was applied to all trays to ensure

easier transfer without deformation. The average dry weight obtained at each formation time was plotted on a graph to determine a trend equation and analyze formation speed as a function of time.

4.5.4.2 Initial dryness and gain after drainage

To evaluate the maximum dryness achievable over a 14-second drainage period, drainage curves were generated using standard trays with a dry weight of 31 g. Drainage time was incrementally adjusted from 0 to 14 seconds in 2-second steps. For each drainage time, three trays were produced. At 0 seconds, the interface setting still corresponds to a drainage time of x seconds, accounting for the vacuum closure delay. The tray weights were recorded immediately after formation and after drying to determine the percentage of dryness. The results were used to plot dryness as a function of drainage time, allowing for the curve evaluation. The dryness percentage was calculated using Eq. (1).

$$\text{Dryness (\%)} = (W_d / W_w) \times 100 \quad (1)$$

Where W_d represents the weight of the tray after drying and W_w represents the weight of the tray after formation and drainage (%).

In this study, each tray was dried within the thermoforming press, with manual transfer performed between steps to allow weighing before and after drying to determine dry content. The drying time was adjusted to ensure that trays reach complete dryness at 180°C, regardless of the pulp and their initial moisture levels.

4.5.4.3 Tray formation

Molding or forming is the initial stage where the molding tool is immersed in the pulp slurry. The training head moves 180°. When the head is completely submerged, an automatic valve opens, and vacuum is introduced into the suspension. The slurry of pulp passes through the molding tool for the specified time, allowing the pulp to build up on mold while the water passes through. This is the formation stage where time was varied. Once the suction time is over, the head returns to its initial position. A determined drainage time is then applied. After that, the wet tray is ready to transfer for drying. The wet part

resulting from the molding step is placed on the lower tool of the press. The upper tool, also heated, is then aligned with the lower tool containing the part. The thermoforming press uses solid metal press tooling equipped with an integrated steam exhaust system in both the upper and lower tools. Press tooling was heated to a temperature of 180°C. Pressure is applied by a servo press mounted above the press tool. The force of the servo press was set at 80 kN ensuring adequate pressure for drying and final forming of the part. During the press cycle sequence, heat and pressure help dry the part and shape it into its final shape. The system structure is controlled autonomously via a human/machine interface (HMI) or manually. The Fig. 4-3 schematize the thermoforming process.

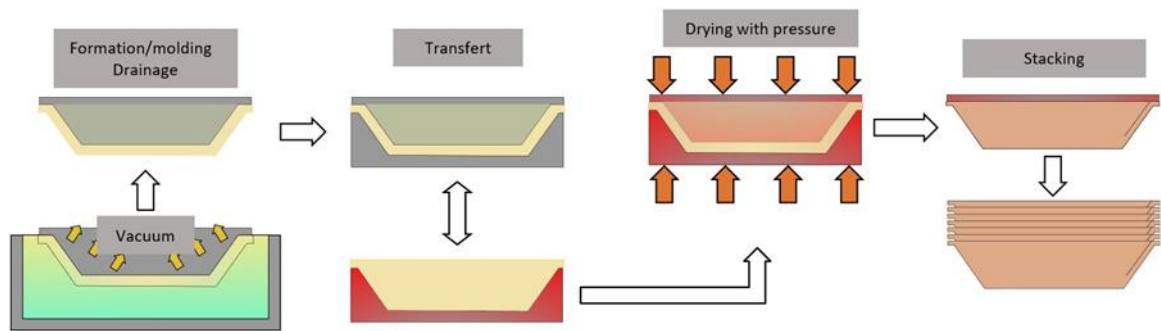


Figure 4-3 : Thermoforming process

Drying times have not been optimized but this extended drying time ensures consistency in tray quality, despite variations in initial dryness across test samples. In Fig. 4-4 , photos of trays produced from various pulps are displayed.

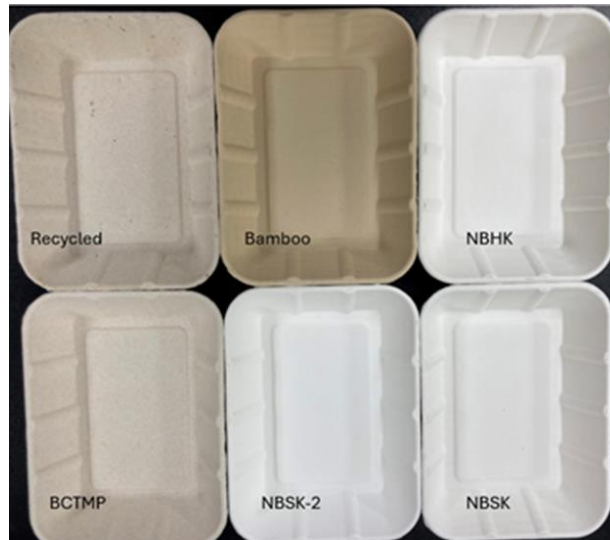


Figure 4-4 : Trays manufactured in the pilot thermoforming machine with different pulps.

4.6 Results and Discussion

4.6.1 Speed formation

The consistency of fiber slurries is a crucial parameter in manufacturing affecting water usage, product quality and production efficiency. Traditional molded fiber processes typically use higher consistency (2-5%) to create robust, thick products, while thermoformed molded fiber processes rely on lower consistency (0.2-1%) to achieve precision in thin-walled applications (Hubbe et al. 2020).

To reach a target dry weight, it is essential to determine and maintain the appropriate consistency in the formation tank. If the consistency is too low, the formation time increases, leading to extended production cycles and higher energy costs. Additionally, excessive formation times can negatively impact product quality by keeping the form in the suspension for too long. To minimize formation time, increasing the pulp consistency is preferable. However, a balance must be maintained, as excessively high consistency can make it difficult to achieve the desired product weight if the formation time is too short. Some pulps benefit from lower consistency since they reach the target weight more quickly.

Based on experience, the optimal formation time for the Innofibre thermoforming machine MSIPME – TF-45 has been determined to be between 0 and 10 seconds, allowing sufficient flexibility to fine-tune the process for precise weight control. The dry weight is determined through trial and error. Typically, higher CSF pulps are used at lower consistency while lower CSF pulps require higher consistency.

The formation study generated curves, as shown in Fig. 4-5, illustrated the rate at which a tray forms over a period of 0 to 14 seconds. Both 0.2% and 0.8% consistencies were tested; however, not all pulps successfully formed a 31 g tray within the specified time at either consistency. Formation curves were generated whenever possible. Although linear models provided a reasonable fit for some pulps, the thermoforming process generally followed a logarithmic trend. This pattern occurs because mass accumulates rapidly at the start, then slows as drainage decreases, making logarithmic models a more accurate representation. Table 4-2 presents the formation equations for all the curves, along with their R^2 values as well as the formation times in seconds to obtain 31 g dry $\pm 5\%$. The R^2 indicates the accuracy of each fit and further confirms the reliability of these equations, showing that formation time, regardless of consistency, can be predicted by a logarithmic fit.

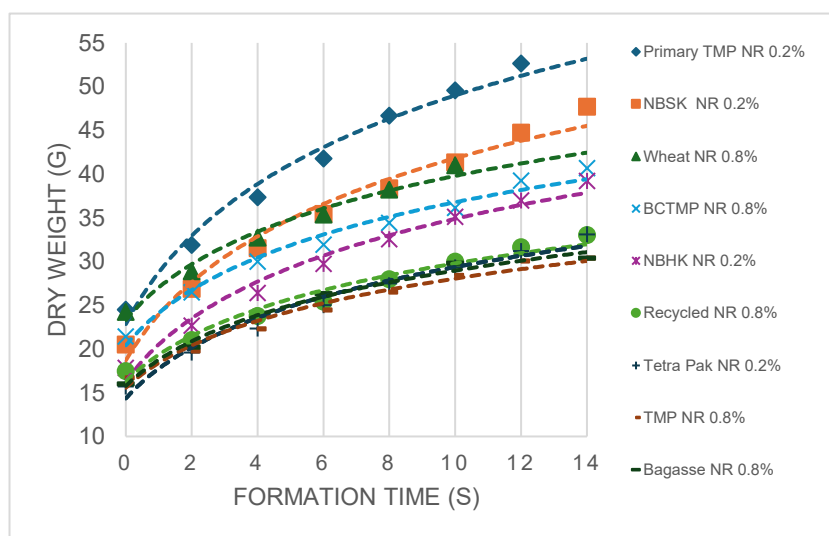


Figure 4-5 : Example of formation curves for various pulps at 0.2% and 0.8% consistencies.

Table 4-2 : Formation time, equations, and correlation coefficients (R²) for various pulps at tested consistencies.

Pulp	Equation	R ²	Formation time (s)
Bagasse NR 0.8%	$y = 7.3574\ln(x) + 15.778$	R ² = 0.988	14
Bamboo NR 0.2%	$y = 12.821\ln(x) + 21.293$	R ² = 0.988	3
Bamboo 500 mL 0.2%	$y = 7.8729\ln(x) + 17.748$	R ² = 0.998	9
Bamboo 300 mL 0.8%	$y = 11.296\ln(x) + 24.162$	R ² = 0.976	2
Canola NR 0.2%	N/A		18
BCTMP NR 0.2%	N/A		40
BCTMP NR 0.8%	$y = 9.1306\ln(x) + 20.421$	R ² = 0.979	5
NBHK EU NR 0.2%	$y = 11.936\ln(x) + 16.481$	R ² = 0.980	5
NBHK NR 0.2%	$y = 10.375\ln(x) + 16.297$	R ² = 0.979	7
NBHK 400 mL 0.2%	N/A		30
NBHK 400 mL 0.8%	$y = 10.086\ln(x) + 31.129$	R ² = 0.996	0*
NBHK 300 mL 0.8%	$y = 9.1735\ln(x) + 21.568$	R ² = 0.979	4
NBSK EU NR 0.2%	$y = 14.118\ln(x) + 19.732$	R ² = 0.980	3
NBSK NR 0.2%	$y = 12.895\ln(x) + 18.707$	R ² = 0.976	4
NBSK 500 mL 0.2%	N/A		42
NBSK 500 mL 0.8%	$y = 6.8271\ln(x) + 28.762$	R ² = 0.844	3
NBSK 300 mL 0.8%	$y = 6.9629\ln(x) + 19.682$	R ² = 0.980	10
NBSK-2 NR 0.2%	$y = 10.745\ln(x) + 16.199$	R ² = 0.978	7
NBSK-2 500 mL 0.8%	$y = 8.5279\ln(x) + 24.252$	R ² = 0.974	3
NBSK-2 300 mL 0.8%	N/A		38
Primary TMP NR 0.2%	$y = 14.588\ln(x) + 22.848$	R ² = 0.983	2
Recycled NR 0.8%	$y = 7.5417\ln(x) + 16.279$	R ² = 0.971	10
Tetra Pak NR 0.2%	$y = 8.3778\ln(x) + 14.355$	R ² = 0.973	13
TMP NR 0.8%	$y = 6.9651\ln(x) + 15.576$	R ² = 0.975	14
Wheat NR 0.8%	$y = 9.2007\ln(x) + 23.309$	R ² = 0.979	3

*This value reflects the fact that, at 0.8%, the target weight was reached immediately, meaning no additional formation time was needed. However, even when the machine is set to 0 seconds, a brief suction period still occurs, corresponding to the time elapsed before the system returns to its initial position.

The degree of fiber development refers to how much the fibers have been altered during refining, such as through fibrillation, which increases surface area and improves bonding ability. As fibers are refined, their structure changes, leading to different drainage rates. Thus, the CSF is closely linked to the refining process because refining affects both fiber length distribution and fiber development, influencing the pulp's drainage properties (Biermann 1996). In the study, the results align with theoretical expectations. For instance,

unrefined bamboo pulp (CSF: 621 mL) requires approximately 3 seconds to form a 31 g dry tray at 0.2% consistency. As the refining level increases, the freeness decreases, and the formation time increases. At 500 mL, bamboo pulp takes 9 seconds, and at 300 mL, it requires 70 seconds (Fig.4-6). During the refining process, the fibrillation percentage increases from 0.54% to 0.77%, while the fiber length remains constant. Similar trends are observed with both softwood and hardwood pulps when refined (Table4-3).

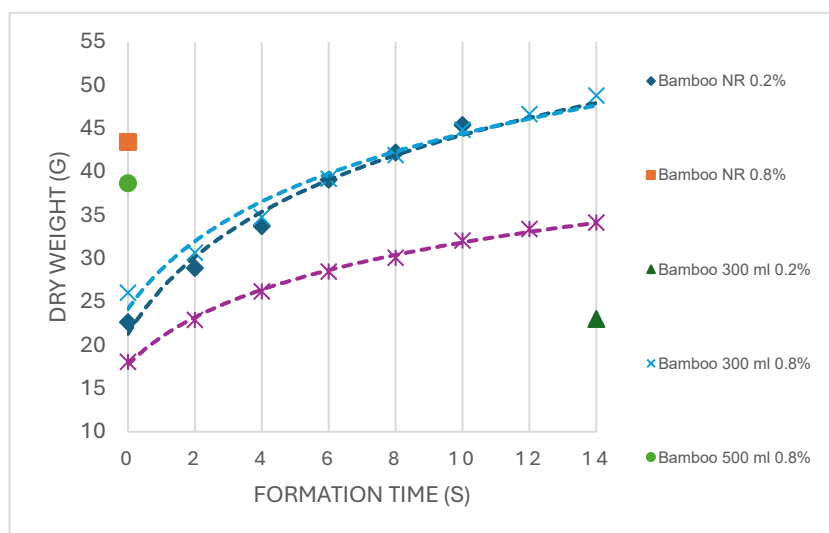


Figure 4-6 : Formation time vs. dry weight for Bamboo at different refining levels and consistencies.

The three softwood pulps displayed similar formation times that correlate with CSF (Fig.4-7). The European-sourced NBSK EU NR (freeness of 708 mL) formed the fastest, taking around 2 seconds. In contrast, NBSK-2 NR, with a lower freeness of 661 mL, required approximately 6 seconds to form. NBSK NR with a freeness of 685 mL fell in between, taking about 4 seconds. A similar pattern was observed with hardwood pulps; the European hardwood pulp, with a freeness of 543 mL, formed approximately 1 second faster than NBHK NR, which had a slightly lower freeness of 530 mL.

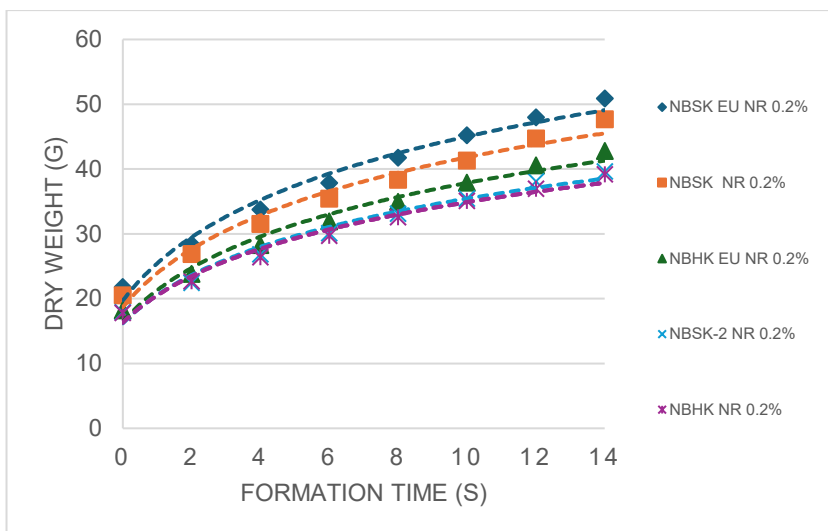


Figure 4-7 : Formation time vs. dry weight for different NBHK NR and NBSK NR pulps.

4.6.2 Initial dryness and gain after drainage

The dryness of the pulp entering the presses is a critical factor in manufacturing cellulosic parts such as trays. A drier pulp requires less time and energy to heat and dry as there is less moisture to evaporate. This improves efficiency and reduces energy consumption. However, achieving the optimal dryness is essential: pulp that is too wet can lead to delamination defects, while pulp that is too dry may stick to the forming mold. Some pulps such as recycled pulp may stick to the mold during transfer if the drainage time is too long. This was observed with Tetra Pak NR, where release issues were noted after 8 seconds of drainage (Fig.4-8).



Figure 4-8 : Tray that sticks to the mold during transfer when the drainage time is too high.

The initial dryness of molded trays varies significantly depending on the pulp type and refining level, ranging from 22.3% to 26.5% (TMP NR) to 35.3% to 38.5% (NBHK EU NR) at 0 and 14 seconds of drainage. Similarly, the dryness gain over a specific drainage period differs among pulps. The dryness gain between 0 and 14 seconds of drainage ranged around 3% across the different pulps. The consistency of the forming tank (0.2% vs. 0.8%) does not appear to significantly impact the final dryness. For example, in the case of NBHK pulp refined at 400 mL, the dryness after 4 seconds of drainage was 31.6% at 0.2% consistency and 31.4% at 0.8% consistency. However, the formation time varied significantly: at 0.8% consistency, the 31 g tray formed immediately at 0 s, whereas at 0.2% consistency, it required 30 seconds.

Refining fibers induces structural and among these changes, the formation of fines, especially fibrillar fines generated during refining plays a crucial role in influencing dewatering rates in papermaking processes (Chen et al. 2009). Laboratory studies have demonstrated that the dewatering rates of kraft furnish are significantly impacted by the type and concentration of fine materials. For example, secondary fines, which are generated during the refining of hardwood Kraft, have a more substantial negative effect on gravity drainage compared to primary fines from unrefined hardwood furnish (Hubbe 2002). As illustrated in Fig.4-9, unrefined hardwood kraft achieves higher dryness levels compared to refined hardwood Kraft. These results correlate with the fiber characteristics presented in Table 3: the higher the fibrillation percentage, the lower the dryness achieved. Notably, NBHK-EU exhibits the lowest fibrillation percentage (0.17%) compared to 0.23% for NBHK-NR, and 0.28% and 0.42% for NBHK-400 mL and NBHK-300 mL, respectively.

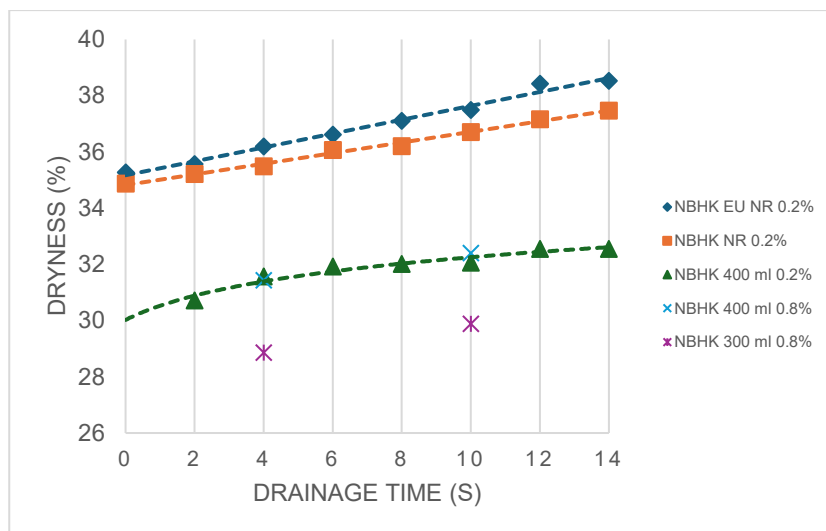


Figure 4-9 : Drainage curves of unrefined and refined NBHK pulps at 0.2% and 0.8% consistencies.

Table4-3 : Pulp characterization: CSF and fiber morphology for various fiber types

Pulp	CSF mL	Lc(n) ISO mm	Lc(l) ISO mm	Lc (w) ISO mm	Fines A %	Fines B %	Curl %	Fiber width µm	Fibrillation %	Kink 1/m
Bagasse NR	355	0.541	0.861	1.347	28.9	5.23	8.97	20.54	0.52	2358
Bamboo NR	618	1.029	1.569	2.048	34.9	8.42	22.91	16.90	0.56	2685
Bamboo 500 mL	485	1.037	1.605	2.103	35.2	8.82	15.09	16.86	0.61	1527
Bamboo 300 mL	301	1.024	1.600	2.109	37.0	9.05	12.72	17.10	0.77	1672
BCTMP NR	305	0.55	0.723	0.914	40.2	7.93	4.86	24.69	1.21	2287
Canola NR	608	0.652	1.056	1.556	29.5	8.82	6.43	23.80	0.84	1640
NBHK NR	530	0.611	0.764	0.963	19.7	0.50	11.15	18.13	0.23	4864
NBHK 400 mL	392	0.624	0.787	0.998	19.5	0.59	7.94	18.41	0.28	3814
NBHK 300 mL	310	0.617	0.774	0.973	20.3	0.89	7.95	18.66	0.42	3954
NBHK EU NR	543	0.687	0.786	0.873	19.9	0.40	12.50	15.97	0.17	4208
NBSK EU NR	708	1.231	1.980	2.489	11.1	2.52	16.33	27.17	0.15	4123
NBSK NR	685	1.457	2.319	2.833	10.5	1.71	16.31	26.55	0.15	3810
NBSK 500 mL	515	1.439	2.354	2.894	11.0	2.77	8.44	27.02	0.26	1849
NBSK 300 mL	314	1.388	2.317	2.878	13.3	5.70	8.00	27.04	0.50	1711
NBSK-2 NR	661	1.193	2.062	2.613	12.7	5.99	14.23	26.74	0.20	3935
NBSK-2 500 mL	508	1.277	2.220	2.778	11.9	6.35	6.82	27.36	0.31	1812
NBSK-2 300 mL	286	1.170	2.171	2.506	16.5	11.02	6.58	26.99	0.77	1708
Primary TMP NR	689	0.913	1.616	2.221	24.6	21.34	6.79	32.61	1.53	1935
Recycled NR	242	0.650	1.004	1.552	36.4	23.32	13.36	22.02	2.08	4471
Tetra Pak NR	594	0.906	1.399	2.022	13.3	3.78	9.56	24.91	0.65	3012
TMP NR	246	0.704	1.360	2.075	49.4	37.85	5.55	30.40	2.53	1991
Wheat NR	394	0.634	0.910	1.221	16.9	9.42	13.96	18.67	0.71	4361

The increased fibrillation results in greater water retention within the fiber network, thereby reducing the efficiency of dewatering. As refining increases, the specific surface

area, specific volume and water retention value of the pulps also increase, leading to higher water retention and slower drainage (Banavath et al. 2011). This highlights the significant effect of refining on the drainage behavior and final dryness of the pulp as shown in Table4-4. For example, NBHK NR starts with an initial dryness of 35.5%. and after drainage, the final dryness reaches 36.7%. resulting in a gain of 1.2%. Refining the NBHK at 400 mL and 300 mL slightly reduces the gain to 1.0% over the same drainage period of 4-10 seconds. Similarly, NBSK NR shows an initial dryness of 33.5%, reaching 35.0% after drainage, with a gain of 1.5%. Refining at 500 mL and 300 mL reduces this gain to 1.2% and 1.4% respectively for an interval of 4-10 seconds of drainage. NBSK-2 (unrefined) shows a gain of 2.5%, which decreases to 1.9% after 500 mL refining. Bamboo pulp also shows a high gain in dryness with the unrefined pulp showing a 2.9% increase and the 500 mL refining level achieving a 2.0% gain.

Table4-4 : Comparison of dryness within pulps being refined.

Pulp type	Refining level	Initial dryness (%)	Final dryness (%)	Interval time of drainage (sec.)	Gain (%)
NBHK NR	Unrefined	35.5	36.7	4-10	1.2
NBHK	400 mL	31.4	32.4	4-10	1.0
NBHK	300 mL	28.9	29.9	4-10	1.0
NBSK NR	Unrefined	33.5	35.0	4-10	1.5
NBSK	500 mL	27.6	28.8	4-10	1.2
NBSK	300 mL	25.0	26.4	4-10	1.4
NBSK-2 NR	Unrefined	33.6	36.1	2-14	2.5
NBSK-2	500 mL	27.8	29.7	2-14	1.9
Bamboo NR	Unrefined	33.9	36.8	0-14	2.9
Bamboo	500 mL	30.3	32.3	0-14	2.0
Bamboo	400 mL	27.2	28.6	0-14	1.4

4.6.2.1 Recycled and mechanical pulps dryness

Fines considerably slow dewatering especially when both fines content and basis weight are high. This is a critical concern when working with recycled pulp for molded products as recycled pulp typically contains higher levels of fines and exhibits fluctuating fines content. Fines generated from mechanically pulped fibers exacerbate this challenge with fibrillar fines being especially problematic. Fines form when the outer layers of fibers break down during refining. These fine particles are thin and have a large surface area, making them more likely to get trapped in tight spaces within the wet fiber mat (Hubbe et al. 2008). This phenomenon can be observed in Fig 4-10. where recycled and

mechanically pulped fibers achieve lower dryness levels compared to bleached chemical pulp, commonly used in Tetra Pak containers.

The curve for Tetra Pak NR's pulp (derived from a mix of hardwood and softwood fibers) is notably different from those of recycled and mechanical pulps. It is more linear, while the others follow a logarithmic trend, as shown in Fig. 4-104-10. For mechanical pulps, excluding recycled materials, the percentage of fibrillation shows a strong correlation with dryness: higher fibrillation percentages lead to lower dryness levels. Specifically, BCTMP NR exhibits 1.21% fibrillation and achieves 29.34% dryness, while Primary TMP NR shows 1.53% fibrillation and 28.76% dryness. TMP NR has the highest fibrillation at 2.53%, resulting in the lowest dryness at 26.57%. After 14 seconds, TMP NR reaches only 26.6% dryness, whereas recycled pulp achieves 30.3% dryness.

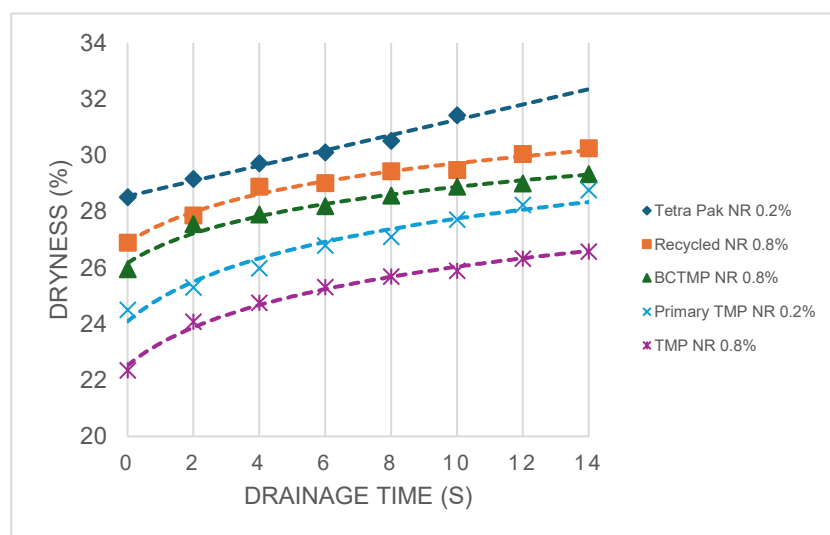


Figure 4-10 : Drainage curves of mechanical and recycled pulps.

4.6.2.2 Recycled and mechanical pulps dryness

Trays were successfully produced using wheat and canola fibers (Fig.4-11). Canola NR trays exhibited the lowest dryness, reaching 22.4% at 6 seconds of drainage, while Wheat NR trays showed superior performance with 26.1% dryness.

The formation quality of canola trays was noticeably inferior, with visible lines and defects. Additionally, transferring Canola NR trays were challenging due to their weaker

structural integrity. In contrast, Wheat NR trays had better structural strength, enabling easier handling and more efficient production overall.



Figure 4-11 : Canola NR and Wheat NR trays.

4.7 Conclusions

Manufacturers may consider switching to different pulps to reduce costs or address supply shortages; however, the study shows significant variation in formation speed across different pulps. The formation process follows a logarithmic pattern at 0.2% or 0.8% consistency. Unrefined pulps formed quickly at a 0.2% consistency, while refined pulps required an increase in consistency to maintain an optimal formation time. As refining increased, fibrillation also increased, and CSF decreased, which lowered the speed of formation. Changes in the pulp recipe will impact the process, and new formation parameters will need to be found to achieve the target weight.

Additionally, dryness and drainage gains varied greatly across pulp types. Hardwood pulps exhibited the highest initial dryness levels, while Canola NR pulp had the lowest initial dryness, making it more challenging to form and dry effectively. Wheat NR pulp, on the other hand, showed lower dryness compared to hardwood pulps but still exhibited better drainage properties than Canola NR. Recycled and mechanically pulped fibers also showed lower dryness due to increased fibrillation and fines content, further complicating the dewatering and drying process.

Dryness plays a critical role in energy efficiency. Unrefined pulps exhibited higher initial dryness and greater drainage gains compared to refined pulps, making them more efficient in drying. This results in reduced energy costs for heating and drying the trays, as less water needs to be removed. Recycled, mechanical pulps, and alternative fibers can be more challenging to dry and would require additional energy for heating.

A follow-up study will focus on the drying process and the physical properties of the final products, particularly exploring the influence of drying parameters like pressure and temperature on product quality.

4.8 REFERENCE

- AFT (2016). Introduction to Stock Prep Refining 2016 Edition. Available at: https://aft-global.com/sites/default/files/resources/docs/files/2017-03/EB-050-ENA4_FineBar%20Training%20Manual%202016_A4.pdf (Accessed 21 Nov 2024).
- Banavath, H.N., Sharma, N., Pandey, A.K., Gandhi, K.S., and Neogi, S. (2011). A comparative study of the effect of refining on charge of various pulps. *Bioresource Technology* 102: 4544–4551.
- Biermann, C.J., 1996. *Handbook of Pulping and Papermaking*. 2nd ed. Academic Press, San Diego.
- Chen, H., Park, A., Heitmann, J.A., and Hubbe, M.A. (2009). Importance of cellulosic fines relative to the dewatering rates of fiber suspensions. *Ind. Eng. Chem. Res.* 48: 9106–9112. <https://doi.org/10.1021/ie9006613>.
- Debnath, M., Ghosh, A., Sen, S., Kumar, B., and Singh, R. (2022). Molded pulp products for sustainable packaging: production rate challenges and product opportunities. *BioResources* 17: 3810.
- Dey, A., Singh, R., Sen, S., and Mukhopadhyay, S. (2020). Paper and other pulp-based eco-friendly moulded materials for food packaging applications: A review. *J. Postharvest Technol.* 8: 01–21.
- Didone, M., Saxena, P., Brilhuis-Meijer, E., Tosello, G., Bissacco, G., Mcaloone, T. C and Howard, T. J. (2017). Moulded pulp manufacturing: Overview and prospects for the process technology. *Packaging Technology and Science*, 30, 231-249.
- Dislaire, C., Déchelotte, S., Grand, A., and Gattin, R. (2021). Mechanical and hygroscopic properties of molded pulp products using different wood-based cellulose fibers. *Polymers* 13: 3225.
- Environment and Climate Change Canada and Health Canada (2020). Science Assessment of Plastic Pollution. Cat. No.: En14-424/2020E-PDF. ISBN 978-0-660-35897-0. Available at: <https://www.canada.ca/en/environment-climate-change/services/evaluating-existing-substances/science-assessment-plastic-pollution.html> (Accessed 4 Dec 2024).
- Gharehkhani, S., Sadeghinezhad, E., Nia, A.S., Kazi, S.N., Yarmand, H., Badarudin, A., and Safaei, M.R. (2015). Basic effects of pulp refining on fiber properties—a review. *Carbohydr. Polym.* 115: 785–803.
- Government of Canada (2021). Government of Canada moving forward with banning harmful single-use plastics. Available at: <https://www.canada.ca/en/environment-climate-change/news/2021/12/government-of-canada-moving-forward-with-banning-harmful-single-use-plastics0.html>.
- Hubbe, M.A. (2002). Fines management for increased paper machine productivity. *Proc. Sci. Tech. Adv. Wet End Chem. Conf.* (pp. 22-23).

- Hubbe, M.A., Heitmann, J.A., and Cole, C.A. (2008). Water release from fractionated stock suspensions. 2. Effects of consistency, flocculants, shear, and order of mixing. *TAPPI J.* 7: 14–19.
- Hubbe, M.A. and Pruszynski, P. (2020). Greaseproof paper products: A review emphasizing ecofriendly approaches. *BioResources* 15: 1978–2004. <https://doi.org/10.15376/biores.15.1.1978-2004>
- International Molded Fiber Association (2024). About Molded Fiber. Available at: <https://www.imfa.org> (Accessed 21 Nov 2024).
- Lumiainen, J. (2000). Refining of chemical pulp. *Papermaking* 1: 86–122.
- Napper, I.E. and Thompson, R.C. (2023). Plastics and the environment. *Annu. Rev. Environ. Resour.* 48: 55–79.
- Natural Resources Canada (2024). Current Lumber, Pulp, and Panel Prices. Available at: <https://natural-resources.canada.ca/our-natural-resources/domestic-and-international-markets/current-lumber-pulp-panel-prices/13309> (Accessed 15 Nov 2024).
- Oliaei, E., Seppänen, T., Koskinen, J., Haapala, A., and Rintala, L. (2021). Eco-friendly high-strength composites based on hot-pressed lignocellulose microfibrils or fibers. *ACS Sustain. Chem. Eng.* 9: 1899–1910.
- Pasquier, E., Skunde, R., Grand, A., and Gattin, R. (2023). Influence of temperature and pressure during thermoforming of softwood pulp. *J. Bioresour. Bioprod.* 8: 408–420.
- Pilapitiya, P. N. T., & Ratnayake, A. S. (2024). The world of plastic waste: a review. *Cleaner Materials*, 11, 100220.
- Rattanawongkun, P., Wichai, J., and Nakapan, W. (2020). Improving agricultural waste pulps via self-blending concept with potential use in moulded pulp packaging. *J. Environ. Chem. Eng.* 8: 104320.
- Vargas, F., Diez, C., and Samper, M.D. (2012). Cellulosic pulps of cereal straws as raw material for the manufacture of ecological packaging. *BioResources* 7: 4161–4170.
- Wang, Q., Chen, J., Li, Y., and Zhou, J. (2018). Effect of light-delignification on mechanical, hydrophobic, and thermal properties of high-strength molded fiber materials. *Sci. Rep.* 8: 955.
- Zambrano, F., Rodriguez, R., and Gonzalez, P. (2021). Upcycling strategies for old corrugated containerboard to attain high-performance tissue paper: A viable answer to the packaging waste generation dilemma. *Resour. Conserv. Recycl.* 175: 105854.

Chapitre 5 - Article 2: Impact of thermoforming parameters on the physical, mechanical properties and quality of cellulose thermoformed plates

5.1 Avant-propos

Le titre de l'article rédigé en anglais est: *Impact of thermoforming parameters on the physical, mechanical properties and quality of cellulose thermoformed plates*. Il présente les résultats de la partie expérimentale au niveau du séchage de différentes pâtes cellulosiques.

L'article a été soumis le 11-Mar-2025 à la revue Nordic Pulp & Paper Research Journal (NPPRJ). Le numéro d'identification est : NPPRJ.2025.0014.

Les auteurs ainsi que leur coordonnée dans l'ordre :

Caroline Lachance, étudiante à la maîtrise

Sciences et génie des matériaux lignocellulosiques, Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3), Université du Québec à Trois-Rivières, 3351 Des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : caroline.lachance2@uqtr.ca

Simon, BARNABÉ, Ph.D, Professeur

Titulaire de Chaire de recherche municipale de Victoriaville, Institut d'Innovations en Écomatériaux, Écoproduits et Écoénergies à base de biomasse (I2E3), Université du Québec à Trois-Rivières, 3351 Des Forges, C.P. 500, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : simon.barnabé@uqtr.ca

Dominic Deshaies, technicien

Innofibre, Centre d'innovation des produits cellulosique, 3351 Des Forges, C.P. 97, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : dominic.deshaies@cegeptr.qc.ca

Benoit Bideau, Ph. D, chercheur principal

Innofibre, Centre d'innovation des produits cellulosique, 3351 Des Forges, C.P. 97, Trois-Rivières, Québec, Canada, G9A 5H7

Courriel : benoit.bideau@cegeptr.qc.ca

5.2 Résumé

En raison de la préoccupation croissante du public et des scientifiques concernant les effets nuisibles de la pollution plastique sur l'environnement et la santé humaine, la demande pour des matériaux d'emballage écologiques, tels que les produits en fibres thermoformées, est en forte augmentation. Cependant, malgré l'intérêt croissant, les informations disponibles sur les procédés de fabrication et les matières premières restent limitées. Cette étude examine l'impact du raffinage, de la pression et de la température sur la qualité visuelle et les propriétés mécaniques des assiettes thermoformées fabriquées à partir de diverses pâtes.

Le type de pâte utilisé influence de manière significative les propriétés mécaniques, bien qu'une résistance plus élevée ne soit pas toujours corrélée à une meilleure qualité visuelle. Le raffinage a amélioré les propriétés mécaniques—en particulier la densité, la résistance à la rupture et la rigidité—les pâtes raffinées, comme le NBSK 400 mL, affichant les résistances les plus élevées. Cependant, ce processus a également introduit des compromis en termes de qualité visuelle, affectant le fini de surface et la clarté des motifs du moule. La pression a joué un rôle clé en augmentant la densité et en réduisant la porosité. Cependant, une pression excessive (400 kN) a eu un impact négatif sur la qualité de la surface et la rigidité, mettant en évidence la nécessité d'une approche équilibrée. La température a eu un effet limité sur les propriétés mécaniques, mais a significativement influencé la qualité visuelle et la rigidité. Ces résultats soulignent la relation complexe

entre les propriétés mécaniques et esthétiques dans les produits thermoformés et soulignent la nécessité d'une optimisation minutieuse des paramètres de traitement pour atteindre le meilleur équilibre entre la résistance et l'apparence dans les solutions d'emballages écologiques.

5.3 Abstract

Due to growing public and scientific concern about the harmful effects of plastic pollution on the environment and human health, eco-friendly packaging materials such as thermoformed fiber products are in high demand. Despite the increasing interest, limited information is available regarding the manufacturing processes and raw materials. This study examines the impact of refining, pressure, and temperature on the visual quality and mechanical properties of thermoformed fiber plates using several pulps. Pulp type significantly affects mechanical properties, but higher strength does not always correlate with better visual quality. Refining enhanced mechanical properties—particularly density, tensile strength, and rigidity—with refined pulps like NBSK 400 mL achieving the highest strengths. However, it also introduced trade-offs in visual quality, affecting surface smoothness and the definition of mold designs. Pressure played a crucial role in increasing density and reducing porosity. However, excessive pressure (400 kN) negatively impacted surface quality and rigidity, emphasizing the need for a balanced approach. Temperature had a limited effect on mechanical properties but significantly influenced visual quality and rigidity. These findings highlight the complex relationship between mechanical and aesthetic properties in thermoformed fiber production and emphasize the need for careful optimization of processing parameters to achieve the best balance between strength and appearance in eco-friendly packaging solutions.

5.4 Introduction

The plastic production has more than doubled over the last two decades, reaching more than 407 million tons of primary plastics annually (Rhodes 2018; Cowger et al. 2024). Packaging alone is estimated to account for roughly one third of all global plastic use (Chen et al. 2021, Williams and Rangel-Buitrago 2022,). The widespread use of plastics

in packaging has raised significant public and policy concerns worldwide. (Kumar et al. 2021) since plastic pollution has gained increasing attention, with plastic particles—both visible and microscopic—found in all ecosystems (Borrelle et al. 2020).

Single-use plastics and inadequate waste management exacerbate plastic pollution, contributing to marine pollution, soil contamination, and even the infiltration of plastic particles into the food chain (Lakhiar et al. 2024).

Faced with the growing demand for alternatives to plastics, molded cellulose packaging is regaining popularity and is recognized as a sustainable packaging option as it stands out for its eco-friendly properties, recyclability, and potential to support the circular economy (Didone and Tosello 2018; Singh et al. 2023; Zhang et al. 2022). Molded fiber pulp packaging dates to 1903, when Martin L. Keyes of Cambridge, Massachusetts, was granted a patent (US 740,023) for an apparatus to manufacture pulp articles. This development coincided with the increased availability of newspapers, magazines, and books to the public. Traditionally, molded pulp has been used to protect fragile objects such as eggs, fruit, and light bulbs (Wever and Twede 2007). In the 1970s, the first disposable food trays and plates made from molded pulp appeared on the market but were quickly replaced by cheaper and easier to produce petroleum-based plastics, especially expanded polystyrene (Semple et al. 2022). Natural cellulosic and lignocellulosic fibers, primarily composed of cellulose, lignin, and hemicelluloses, serve as the raw materials for molded pulp products. These fibers originate from wood through chemical or mechanical pulping, recycled paper fibers, or agricultural biomass. Both virgin fibers from wood and non-wood plants, as well as recycled fibers from wastepaper are widely used (Debnath et al. 2022; Didone et al. 2017).

The growth of molded pulp packaging faces challenges despite increasing demand. For example, high production costs remain a significant barrier, as drying is energy-intensive, and molds are expensive. The drying step in the production of molded fiber products requires 8 to 20 times more energy than the formation and drainage stages. Additionally, while molded pulp offers environmental benefits, it struggles to match the performance of plastic in terms of water, oil and moisture resistance. (Debnath et al. 2022, Didone et al. 2017, Semple et al. 2022).

Molded fiber products are categorized by their manufacturing processes, wall thickness, and applications. Thick-wall products, with wall thicknesses ranging from 5 to 10 mm (IMFA) or 6-8 mm (Semple et al. 2022, TRIDAS) are used for heavy-duty packaging, such as automotive parts and furniture, typically made from recycled paper and cardboard. Transfer-molded products with 3-5 mm wall thicknesses are high-volume items like egg cartons, trays, and electronic packaging, produced using a vacuum-forming method that results in a smooth inner surface and a wire imprint on the outer side. Thin-wall thermoformed products, with wall thicknesses ranging from 0.4-1.5 mm (Semple et al. 2022; TRIDAS), or 2-4 mm (IMFA) are precision-molded using heated molds, resulting in smooth, high-quality packaging suitable for applications such as food containers, cosmetics, and electronics. Dry thermoforming, an emerging technology, reduces water, drying time, and energy requirements by thermoforming a fiber composite material with a biopolymer binder, improving the mechanical properties and sustainability of food and non-food packaging (Semple et al. 2022).

The literature on thermoformed pulp remains limited. As Freville (2024) noted, research has primarily focused on the impact of raw materials, including wood, non-wood fibers, and even food residues (Dislaire et al. 2021; Kumar et al. 2013; Liu et al. 2020; Rattanawongkun et al. 2020; Vargas et al. 2012), as well as the addition of nanocellulose to enhance material properties (Barbash et al. 2022; Han 2022; Jacobsen et al., 2023; Klayya et al. 2023; Oliaei et al. 2021). Meanwhile, only a few recent studies have investigated the relationship between cellulose materials and the final properties of the thermoformed product. While research on thermoforming cellulosic pulp exists, some studies are conducted in laboratories using 2D samples, such as handsheets or Buchner pads, which are pressed under a laboratory press. Densification in these studies has been reported to reach values as high as 1.2 cm³/g. However, these processes often involve an initial cold pressing, followed by the application of heat and pressure with samples placed directly between the press plates. It is easier to achieve uniform compression when working with flat samples, as they can be evenly pressed between the plates. In contrast, using a mold introduces additional challenges, such as ensuring even pressure distribution and accommodating complex shapes (Didone et al., 2020; Pasquier et al. 2023; Saxena et al., 2018; Zhang et al., 2022)

This study examines how variations in process parameters affect the quality of thermoformed cellulose plates made from different pulps, both refined and unrefined. Four types of pulp, including a Northern Bleached Softwood Kraft (NBSK), a Northern Bleached Hardwood Kraft (NBHK), a recycled pulp, and a Primary Thermomechanical pulp (PTMP), were tested, with virgin pulps refined to 400 mL Canadian Standard Freeness (CSF) to assess the impact of fiber development. The effects of pressure (20 kN, 200 kN, and 400 kN) and temperature (160°C, 200°C, and 220°C) on plates were analyzed. Physical and mechanical properties were evaluated and correlated with the visual quality of the plates, particularly surface defects. This approach helps determine whether improved mechanical properties necessarily lead to better visual quality or if trade-offs exist, guiding process optimization for both strength and appearance.

5.5 Materials and Methods

5.5.1 Pulps

Four different pulps were studied: NBSK, NBHK, recycled, and PTMP. The virgin pulps were sourced from North American companies. Mechanical pulping, such as thermomechanical pulping (TMP), produces high-yield pulp but retains significant lignin content, resulting in lower fiber bonding strength (Li et al., 2012). In contrast, chemical pulping, such as kraft pulping, removes lignin through chemical treatment at elevated temperatures and pressures, resulting in low-yield but high-strength pulps (Su et al., 2018). In the TMP refining process, wood chips are broken down into individual fibers using refiner plates that progressively disintegrate the material while softening the lignin for fiber separation. After pretreatment steps such as washing and steaming, the wood chips are fed into a primary refiner via a screw feeder. A second-stage refiner further improves pulp quality, but in this study, the pulp used was obtained from the primary refining stage (Talebjadi et al., 2021). The name "primary TMP" (PTMP) comes from the fact that it is sampled directly after the defibrating stage in a TMP plant, resulting in a higher Canadian Standard Freeness (CSF) compared to typical TMP. Recycled pulp was sourced from post-consumer waste and processed through pulping and cleaning stages, including pressurized

screens and hydrocyclones, to extract and purify fibers. It was obtained from an industrial trial at Innofibre's research center using pilot equipment.

5.5.2 Refining

Modifying pulp quality through refining to enhance paper characteristics remains a significant challenge in the paper industry. Refining involves the mechanical treatment of fibers using specialized equipment called refiners, where fibers are subjected to compressive and shear forces between two grooved plates (stator and rotor). This process induces structural modifications such as fibrillation, fines formation, fiber shortening, and fiber straightening, all of which influence the final properties of the paper. These modifications increase fiber flexibility and bonding surface, which are crucial for improving paper strength and durability (Gharehkhani et al. 2015; Lumiainen 2000). The Canadian Standard Freeness (CSF) test, as specified by TAPPI T227 om-21, measures the drainage rate of a dilute pulp suspension, providing a reliable indicator of fiber refining effects. In North America, it is the most widely used control test in stock preparation and is frequently employed to monitor changes in pulp drainage rates during refining. Freeness indicates the drainage resistance of a pulp slurry, and other standard measures of pulp drainage, such as Schopper-Riegler, can be roughly converted to equivalent CSF values.

In this study, plates were produced using unrefined virgin pulp and refined pulp to evaluate the impact of refining on plate characteristics. A refining level of 400 mL CSF was chosen, as it is a common industry standard based on Innofibre expertise. The refining behavior of hardwood and softwood fibers differs significantly due to their structural characteristics. Softwood fibers, being longer and thicker, require higher refining intensity to enhance bonding and reinforcement properties, making them ideal for applications requiring strength and durability. In contrast, hardwood fibers, which are shorter and finer, are more susceptible to over-refining, leading to fiber degradation and loss of elasticity. While softwood fibers contribute to tensile strength and internal bonding, hardwood fibers enhance surface smoothness, making them suitable for fine paper production (Chauhan et al. 2011).

High refining energy may lead to fiber shortening and an increase in fines content, which can impact drainage properties and sheet consolidation. Refining modifies key mechanical properties of paper by increasing drainage resistance, tensile strength, burst resistance, and internal bonding. However, its effects on tear resistance differ for softwood fibers; tear strength initially increases but later declines, whereas hardwood fibers show a significant initial increase before decreasing with excessive refining. Additionally, refining reduces air permeability, bulk, absorbency and opacity, impacting overall paper properties (Gharehkhani et al. 2015; Lumiainen 2000). Mechanical pulp fibers are initially rigid and exhibit low bonding potential, which limits their overall strength. However, during refining, the fibers are separated, becoming more flexible and improving their ability to bond. This enhancement is primarily driven by fibrillation, which occurs both externally and internally. Internal fibrillation leads to fiber swelling, while external fibrillation results in the gradual peeling of fibrils from the S1 layer of the secondary wall. This process generates fine fibrillar structures that extend from the fiber surface, with some detaching and contributing to the fines fraction. These fines play a critical role in interfiber bonding, significantly influencing the mechanical properties of the pulp (Sundstrom et al. 1993).

Refining was carried out using the Sprout 12" (30.48 cm) disc refiner from Waldron Engineering (USA). This refiner was equipped with interchangeable refining plates of various designs, allowing customization based on fiber or pulp type. These plates were manufactured by AFT (North America), a company specializing in refining technologies.

While CSF provides valuable information about the ease of water removal from pulp, fiber analysis using the FS5 analyzer can help capture other important fiber characteristics. Valmet Fiber Image Analyzer (Valmet FS5) is a laboratory instrument that analyzes fiber dimensions (length and width), fine particles, curl, kink index and fibrillation. The analyzer operates within the ISO 16065-2 standard framework, utilizing a 0.5 mm depth-of-field imaging cell to ensure precision. This tool is indispensable for quality control and research in the pulp and paper industry. Fiber length is measured along the centerline for fibers between 0.2 mm and 7 mm while width is assessed within 10 μ m to 75 μ m range. The length-weighted average fiber length $L_c(l)$ considers the relative length of each fiber

giving more emphasis to those that are longer. This parameter is particularly useful when longer fibers significantly impact the material's performance. The weight-weighted average fiber length indicated as $L_c(w)$ is calculated by factoring in the fibers' length and weight. This metric emphasizes fibers that contribute more mass to the sample. It is highly relevant in processes where the mass distribution of fibers plays a critical role in material properties or production efficiency. Fines are categorized into two types: Fines A consisting of flake-like particles shorter than 0.2 mm and Fines B comprising lamella-shaped particles with widths below 10 μm and lengths exceeding 0.2 mm. Additional measurements include the kink index, which evaluates fiber damage per 1,000 fibers and fibrillation expressed as the projection area of fibrils relative to the total object area.

5.5.3 Latency

Mechanical pulps often experience "latency" during the refining process, where fibers become twisted or rolled into balls or nodules, causing them to be in a highly strained state, as described in the TAPPI 262 sp-96 method. This latency prevents the pulp from fully developing its strength properties, particularly when disintegrated in cold water, as the fibers have not relaxed sufficiently. Heat and agitation are applied to help the fibers relax and enhance their performance. To examine the impact of latency on the performance of Primary TMP in molding, a series of plates were produced using TMP with latency not removed (TMPP LNR) and TMP after latency removal (LN), where the pulp was heated to 75°C in the thermoforming machine tank and recirculated for 20 minutes at 2% consistency.

5.5.4 Plate production using the TF45 and TF1 thermoforming equipment at Innofibre

The thermoforming equipment at Innofibre was used to mold and dry the plates. The process began with the MSIPME – TF-45 thermoforming system (Pulp Smart), which features a fully adjustable and customizable formation section. The system includes a recirculation feature for agitation and heating of the pulp slurry. It operates at a vacuum level of -91.4 kPa with a flow rate of 84 cubic meters per hour, which is the standard vacuum delivered by the pump. During molding, the molding tool is submerged in the

slurry, and the rotative head moves 180°. When fully submerged, an automatic valve opens to introduce a vacuum, allowing the pulp to build up on the mold while water drains through. For this study, the formation time was adjusted to achieve the desired weight of 25 g dry, and after the suction time, the head returns to its initial position, followed by a 6-second drainage time.

The laboratory prototype TF1 from Pulp Smart was used to dry the plates (Figure 5-1). The TF1 follows the same drying principles as the TF-45, featuring a solid metal toolset with ventilation and steam extraction systems. However, the TF1 is equipped with a 600 kN press, which allows it to operate at higher pressure compared to the TF-45 which can operate to a maximum of 200 kN. The tooling is heated to temperatures between 160°C and 220°C. The wet molded part is placed on the lower tool, and the heated upper tool aligns with it. Pressure is applied by three consecutive steps via a servo press. During the pressing cycle, heat and pressure are combined to dry the part, while ventilation and extraction systems remove steam. Once the cycle is completed, the upper tool lifts, and the dried part is removed. The system can be controlled either manually or autonomously via a human-machine interface (HMI).



Figure 5-1 : Thermoforming press (TF1).

5.5.5 3D form choice

In the studies, a plate mold was chosen because it uses less material to fill, enhancing efficiency. A tray mold, however, requires more pulp, which may lead to variations in physical properties due to changes in process parameters. Furthermore, the plate mold offers more testing space, facilitating more accurate results.

5.5.6 Physical and mechanical testing methods

To perform tests, square sections of 12.5 cm × 12.5 cm were cut from the center of the plates. The basis weight was determined in accordance with TAPPI T410 om-19 and is defined as the mass per unit area. The density of the plates (d) was calculated using Eq. (1):

$$d = m / (t \times A) \quad (1)$$

Where d is the density (g/cm^3), m is the mass (g), t is the thickness (mm), and A is the area (cm^2). The thickness was measured at five different locations and averaged according to TAPPI T411 om-21.

The tensile strength and the Elastic Modulus (Figure 5-2a) of the samples were assessed in accordance with TAPPI T494 om-22. Tests were conducted using an Instron 68TMR-5565 tensile tester equipped with a 5 kN load cell. Specimens were prepared as 15 mm-wide strips, with a grip-to-grip distance of 80 mm to ensure proper alignment during testing. Burst strength tests were performed in accordance with TAPPI T810 om-22 using a Messmer M406 burst tester (Figure 5-2d).

The porosity of the samples was evaluated using the Bendtsen equipment (Figure 5-2c). The method is adapted from the manufacturer's manual. This test measured the air permeability of the sample, expressed as the average air flow through the material when subjected to a pressure of 1.47 kPa with a 5-second delay. Porosity is an important parameter providing insight into the beating degree, liquid absorption (oil, water), and filtration efficiency. It is influenced by both the internal structure and surface finish of the

material. The stiffness of the plates was measured using the FPI stiffness method, adapted from the manufacturer's manual.

The FPI stiffness apparatus (Foodservice Packaging Institute) is used to evaluate the rigidity of plates, bowls, and trays made from paper, cardboard, molded pulp, or plastic. The stiffness measurement is displayed in grams, providing a direct assessment of mechanical performance (Figure 5-2b).

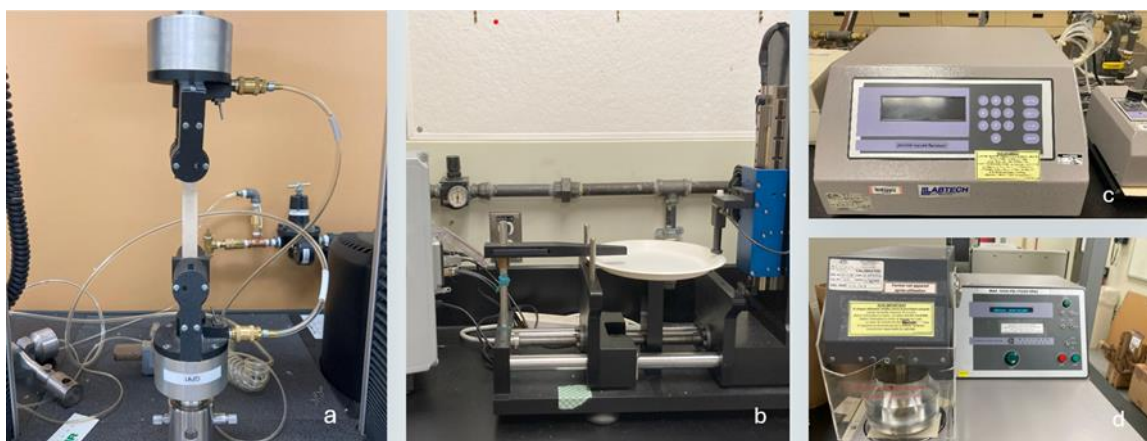


Figure 5-2 : Laboratory equipment: (a) Tensile tester, (b) Rigidity FPI, (c) Porosity Bendtsen, (d) Burst tester.

5.6 Results and discussion

5.6.1 Production plates

The basis weight was selected during a preliminary study that was performed to determine if densification could be achieved with the lowest weight possible. The tests were conducted at that time using the MSIPME TF-45 thermoforming system with a different set of mold plates. As shown in Figure 5-3, as the basis weight increases, density follows the same trend, indicating a progressive densification of the material. At 100 kN, 420 g/m² and 447 g/m² samples reached similar 0,72 g/cm³ density values, suggesting that a higher basis weight is necessary to enhance densification further. If the basis weight is too low, there is insufficient material to be compacted effectively under pressure. At 505 g/m², density continued to increase at 0,77 g/cm³ even at 190 kN, confirming that this basis weight facilitates significant densification under high pressure. This makes 500 g/m² an

ideal choice for studying the impact of high-pressure thermoforming on material structure and mechanical properties. This basis weight corresponds to a target dry plate weight of 25.0 g, with an acceptable range of $25.0 \text{ g} \pm 5\%$, with an average range between 23.8 g and 26.3 g. Studies on the influence of both temperature and pressure are still limited on material over 500 g/m^2 , as noted by Pasquier et al (2023).

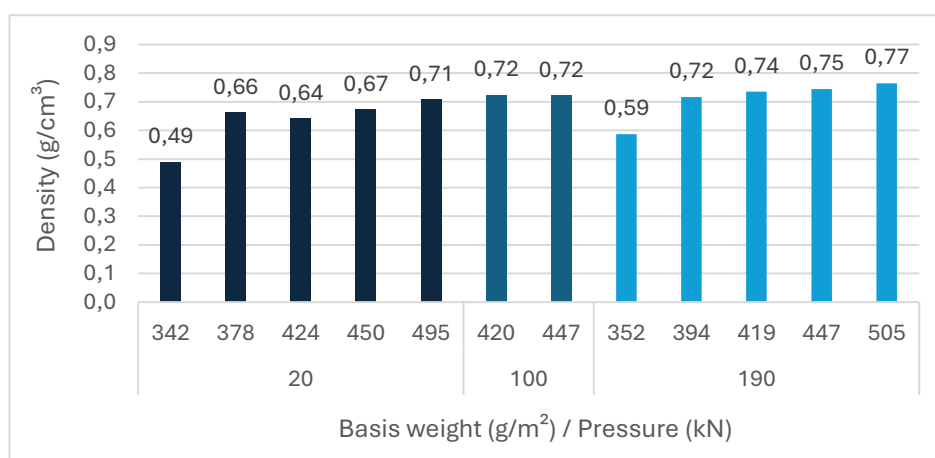


Figure 5-3 : Preliminary study to determine the proper basis weight to achieve densification.

In thermoforming, the initial dryness of the molded trays can range from as low as 24% to 39%, depending on factors such as the pulp type, refining level, and drainage time. For example, the initial dryness of NBHK, NBSK, recycled, and PTMP pulps is approximately 36%, 34%, 27%, and 25%, respectively. Refining decreases dryness, allowing the material to retain more water and, consequently, requiring additional drying time (Lachance et al., 2025). As a result, the total pressing time must be adjusted accordingly. Temperature also significantly influences the overall processing time. The pressing process is conducted in three steps, with the distance between the upper mold and the fiber mat gradually decreasing, allowing the fiber mat to dry before the final pressure is applied. Rapid pressure applied to a fiber mat containing excess water can lead to delamination, where steam is trapped within the material and attempts to escape. Delamination occurs when there is an imbalance between the internal vapor pressure within the sheet and the external atmospheric pressure. This leads to separation when the drag forces from the escaping vapor exceed the cohesive forces holding the sheet together (Didone and Tosello, 2018). Table 5-1 presents the average drying time required for the plates. Drying time

varies by approximately 5 seconds depending on the temperature, with faster drying observed at 220 °C compared to 160 °C.

Table 5-1 : Average time required to fully dry the plate.

Pulp	Time (s) Press positon 1	Time (s) Press positon 2	Time (s) Press positon 3	Total pressing time (s)
NBSK NR	6	3	35	44
NBSK 400 mL	6	2	41	49
NBHK NR	6	2	32	40
NBHK 400 mL	13	5	30	48
PTMP LR	11	5	35	51
PTMP LNR	11	5	35	51
PTMP 400 mL	14	5	34	53
Recyled NR	14	5	36	55

NR = not refined or refined

5.6.2 Pulps

Table Table 5-2 presents the average value for fiber length (L_c (l)) in millimeters and fiber width in micrometers for different pulp types. The NBHK NR pulp has a shorter and thinner fiber than the NBSK NR pulp, with an average fiber length of 0.764 mm versus 2.319 mm, and a smaller fiber width of 18.13 μm versus 26.55 μm . This suggests that the NBHK NR pulp has shorter and finer fibers than the NBSK NR pulp. After refining, all fiber types show an increase in fibrillation, indicating that the refining process has successfully generated fibrils without cutting the fiber.

Latency arises from fiber deformation. During the latency removal process, latent pulp fibers are exposed to mechanical and thermal energy, leading to changes in fiber morphology. The most key indicator of latency is fiber curl. In the absence of other factors, fiber curl increases the bulk and porosity of the handsheet, thereby lowering the drainage resistance of the pulp. Consequently, a higher fiber curl corresponds to higher freeness values. Introducing or removing fiber deformation in mechanical pulping significantly impacts pulp strength properties, particularly tensile strength (Gao 2006). In this study, the removal of latency in TMP decreased the CSF from 683 mL to 662 mL, likely due to

increased fiber flexibility and improved conformation within the fiber mat, which restricted water flow. The reduction in curl from 6.93% to 4.96% and kink from 2194 to 1730, along with an increase in fibrillation percentage from 1.79% to 1.91%, shows the impact of latency removal on fiber properties.

Table 5-2 : Pulp characterization; CSF and fiber morphology.

Pulp	CSF (mL)	Lc(n) ISO (mm)	Lc(l) ISO (mm)	Lc(w) ISO (mm)	Fines A (%)	Fines B (%)	Fibrillation (%)	Fiber width (μm)	Curl (%)	Kink (1/m)
NBSK NR	685	1.457	2.319	2.833	10.5	1.71	0.15	26.55	16.31	3810
NBSK 400 mL	400	1.444	2.389	2.941	12.2	5.20	0.39	26.91	7.50	1549
NBHK NR	530	0.611	0.764	0.963	19.7	0.50	0.23	18.13	11.15	4864
NBHK 400 mL	406	0.624	0.787	0.998	19.5	0.59	0.28	18.41	7.94	3814
PTMP LNR latency not removed	683	0.918	1.701	2.376	26.5	23.8	1.79	33.35	6.93	2194
PTMP LR latency removed	662	0.909	1.697	2.374	29.0	25.3	1.91	32.94	4.96	1730
PTMP 400 mL	379	0.851	1.567	2.235	32.3	33.8	2.30	31.46	4.56	1587
Recycled NR	425	0.677	1.085	1.729	34.5	20.4	1.83	22.69	8.81	3243

5.6.3 Visual quality analysis of thermoformed plates

The thermoformed plates were evaluated based on their visual appearance. The plates were expected to be well-formed with smooth surfaces. However, several defects were observed under the conditions. The primary defects identified are listed below, along with typical images presented in Figure 5-4.

- Bad definition: The clarity and sharpness of the design of the mold (engraved-embossed design).
- Surface finish: Some plates exhibited a rough texture, rather than a smooth, uniform finish.

- Dark lines: Shadow-like lines that appeared on certain plates. These seemed to be a result of compression, although the surface remained smooth.
- Blistering: Small bubbles or raised areas.
- Sticking marks: Adhesion between the plates and the mold resulted in defects such as holes, fiber tearing, or surface irregularities

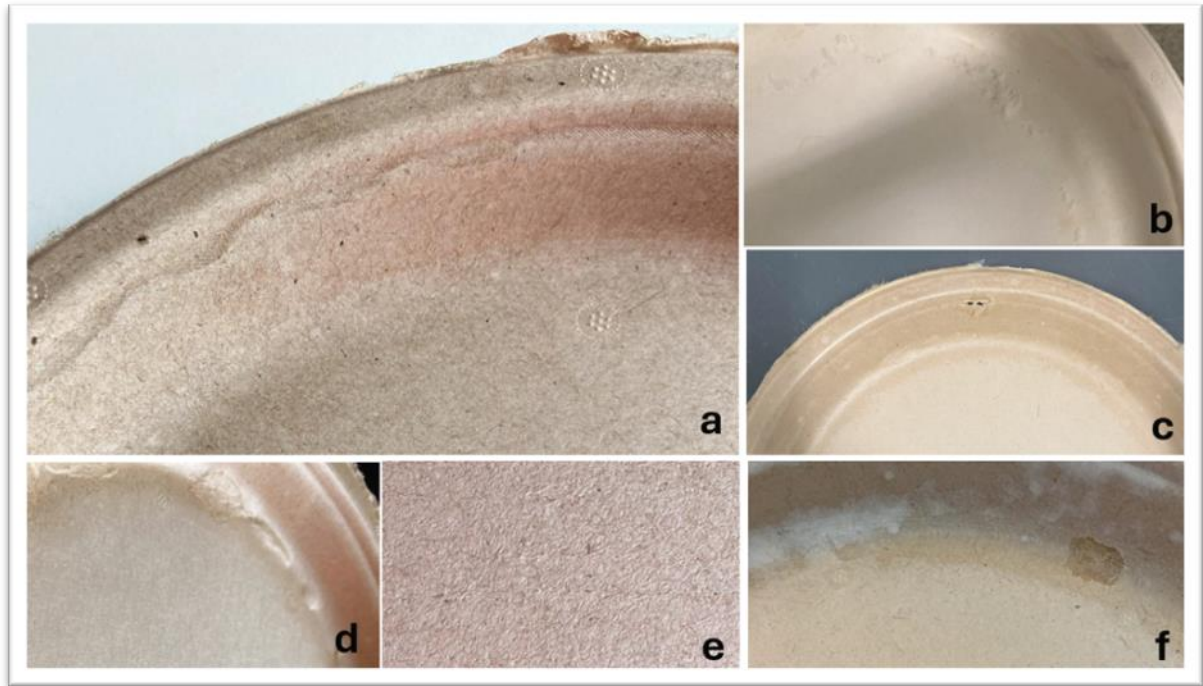


Figure 5-4 : Surface characteristics and defects observed in thermoformed plates:
(a) Dark lines, smooth surface, good definition, (b) Sticking marks, (c) Holes, (d)
Blisters, smooth surface, (e) Rough surface, bad definition, (f) Burn marks,
discoloration

Controlling pressure and temperature is crucial in thermoforming cellulose-based materials. Higher pressure improves fiber consolidation, surface smoothness, and definition, but it may also increase tool wear and the risk of defects, such as fiber breakage. Elevated temperatures can speed up drying and reduce cycle times but should be used cautiously, as excessive heat can cause mold adhesion, material softening, and accelerated tool wear. Optimizing these parameters, rather than relying on higher temperatures, ensures better densification, mechanical strength, and surface quality while minimizing defects (IMFA 2025).

To help define what constitutes a high-quality molded plate, a commercially available plate was used as a benchmark. This benchmark (Figure 5-5) represents the target level of surface quality and definition that was aimed for in this study.



Figure 5-5 : Pictures of a commercially available plate used as the benchmark.

While TMP required a minimum pressure of 200 kN to ensure proper definition and surface quality, it performed best at lower temperatures to minimize defects. TMP-based samples were the most prone to burn marks and cracking, especially at elevated temperature (220°C) and pressure (400 kN). Recycled pulp exhibited the best visual quality at the lowest pressure, but increasing pressure, even at lower temperatures, led to more pronounced dark lines and a darker surface along the contour. Among all pulps studied, NBHK NR provided the most consistent quality across conditions, maintaining better surface integrity no matter the parameters, making it the more versatile. NBSK NR showed good definition at moderate settings but developed sticking issues at higher temperatures. NBSK 400 mL has poor definition, and the surface remains rough at low and moderate temperatures and pressures. NBHK NR, NBSK NR, and PTMP NR plates have better definition quality than the refined ones. It might come from the fact that

unrefined pulp wet mat is bulkier than refined ones, filling the mold more and making it easier to compress. Table **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** provides a visual summary by pulp, using color coding to quickly identify the conditions that provide the highest quality plates throughout this study. The color legend, Good, Acceptable and Poor, offers an easy way to assess the impact of varying temperatures and pressures on the plate quality for each pulp. This visual tool enables rapid comparison across conditions, highlighting which combinations of temperature and pressure result in the most well-defined, high-quality plates.

Table 5-3 : Visual defects observed on plates depending on temperature and pressure.

Temperature	160°C	190°C	190°C	190°C	220°C
Pressure	200 kN	20 kN	200 kN	400 kN	200 kN
NBSK NR	Good	Bad definition	less defined	less defined	Sticking marks
NBSK 400 mL	Bad definition, rough texture	Bad definition, rough texture	Bad definition, rough texture	Sticking marks, bubbles	Yellowing, sticking marks
NBHK NR	Good	Good	Good	Good	Yellowing
NBHK 400 mL	Less defined than NBHK	Less defined than NBHK	Less defined than NBHK	Less defined than NBHK	Light sticking marks
TMP NR	Good definition	Rough surface	Burn marks, discoloration	Cracks, lines, blisters, holes	Cracks, lines, blisters, severely damaged
TMP 400 mL	Good	Rough surface	Cracks, lines, blisters	Cracks, lines, blisters	Cracks, lines, blisters, holes
Recycled NR	Dark lines but good definition	Less defined but no lines	Dark lines, darker surface	Blisters, darker edges, sticking, holes, cracks on the rim	Blisters, darker edges, sticking marks

Color legend : Good Acceptable Poor

5.6.4 Physical and mechanical properties of the plates

The study aims to enhance mechanical properties and reduce porosity by densifying the materials. Increasing strength results in a stronger, more durable material, while decreasing porosity creates a more closed surface. This improved surface provides a better

barrier against water and grease or creates better conditions for applying a second layer through pulverization.

5.6.5 Density

Refining enhances density across all pulp types by promoting fiber bonding through fibrillation, improving fiber-to-fiber contact and reducing void spaces, resulting in a more compact structure (Smook, 2016). Additionally, simultaneous pressing and drying contribute to densification by flattening fibers and increasing bonding surfaces (Koubaa, 1996). In this study, unrefined NBSK, NBHK, and PTMP exhibited lower densities compared to their refined counterparts, as refining improves fiber packing and reduces porosity.

Density generally increases with pressure, but a plateau is reached at 200 kN, beyond which further compaction is minimal (Figure 5-6a). NBHK 400 mL achieved the highest density among the tested pulps, reaching 0.76 g/cm³ at 190°C and 200 kN. However, PTMP 400 mL and recycled pulp show no significant density differences across conditions, suggesting that maximum densification is reached at 20 kN, and higher pressure or temperatures do not enhance density. During thermoforming, additional pressure does not significantly reduce volume once the mold cavity is filled. At this stage, the material reaches optimal densification, and further compression risks mold deformation or material failure, compromising dimensional integrity and product quality.

The pulps show minimal sensitivity to temperature (Figure 5-6b). NBSK reaches its highest density of 0.72 g/cm³ at 160°C and 200 kN, which corresponds to the optimal plate formation for this pulp.

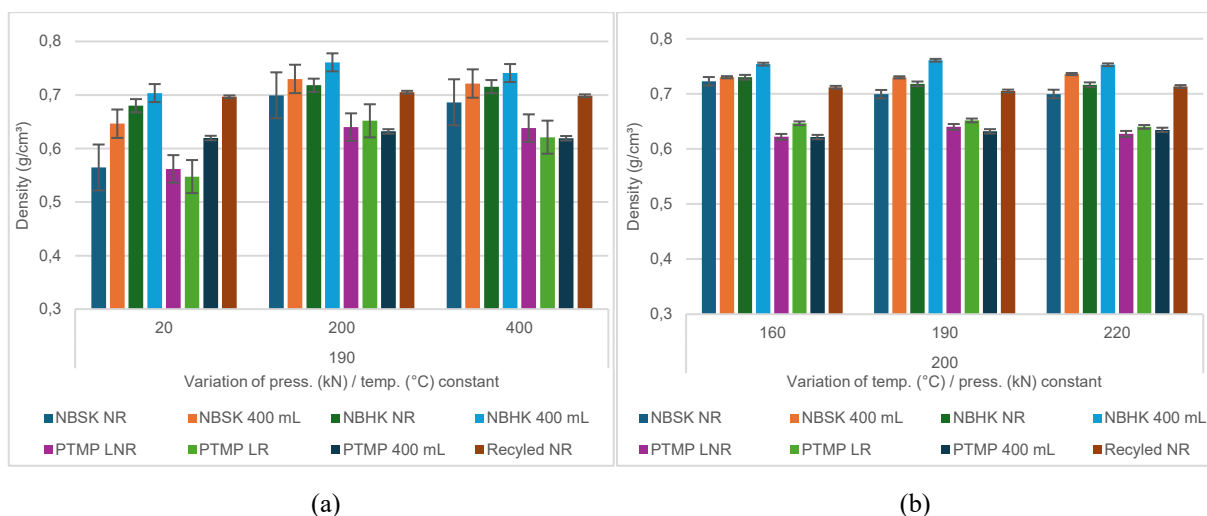


Figure 5-6 : Density obtained varying pressure (a) and temperature (b) during thermoforming.

5.6.6 Tensile and burst strength

Figures 6 and 7 present the effect of pressure and temperature on tensile and burst strength. Refining NBSK, NBHK, and PTMP to 400 mL significantly increased strength, likely due to enhanced fiber bonding and inter-fiber interactions. The highest tensile and burst strength values (4.39 kN/m, 2495 kPa) were observed in refined softwood pulp (NBSK 400 mL), outperforming NBHK 400 mL and PTMP 400 mL. This trend is consistent with existing literature, as softwood fibers are typically longer and more flexible, facilitating superior network formation during processing (Gharehkhani, 2015). Refining further enhances their bonding potential, improving tensile and burst strength in the final material.

Tensile and burst strength generally increase when thermoforming pressure was increased from 20 kN to 200 kN with increasing density, indicating enhanced resistance to mechanical stress under moderate pressure (Figure 5-7a). This feature supports the idea that enhancing the relative bonded area and/or specific bonding strength through sheet densification can be effectively utilized, improving the material's structural integrity and mechanical properties (Mandlez, 2020). However, between 200 kN and 400 kN, tensile strength either stabilizes or declines, particularly in pulps like NBHK 400 mL, where a decrease is observed at 400 kN. For most pulps, the maximum tensile strength is recorded at 200 kN. Similarly, burst strength either stabilizes or decreases between 200 kN and 400

kN for specific pulps, such as PTMP NR, suggesting that excessive pressure may reduce the material's ability to withstand force (Figure 5-7b).

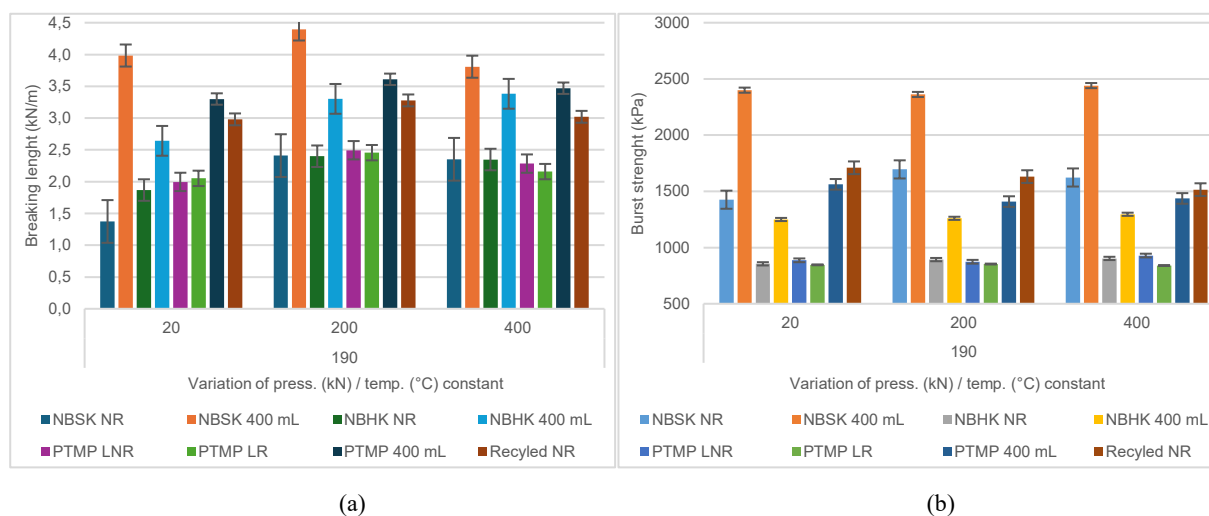


Figure 5-7 : Breaking length (a) and burst strength (b) obtained varying pressure during thermoforming.

Tensile and burst strength remain largely unaffected by temperature variations (Figures 5-8a et 5-8b). However, PTMP exhibits differences in breaking length at 160°C, where plates formed with fibers retaining latency show lower tensile strength. At 190°C, both PTMP LN and PTMP LNR achieve similar tensile strength, suggesting that temperatures higher than 160°C mitigate latency effects. This is likely due to lignin softening at elevated temperatures, which enhances fiber bonding and promotes stronger fiber-to-fiber interactions. Elevated temperatures likely contributed to this effect by softening lignin, allowing fibers to collapse and pack more tightly. However, excessive pressure may have restricted fiber movement, diminishing the material's ability to distribute mechanical stress effectively. (Pasquier et al. 2024; Joelssona et al., 2022)

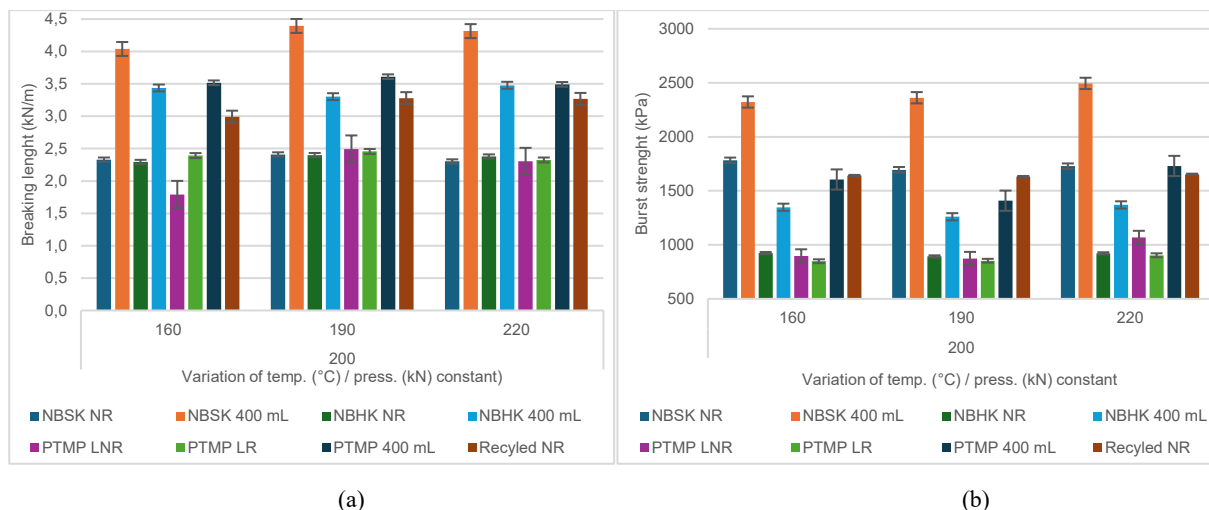


Figure 5-8 : Breaking length (a) and burst strength (b) obtained varying temperature during thermoforming.

5.6.7 Elastic modulus and rigidity

The elastic modulus is a key material property that defines the stiffness and resistance to deformation of cellulose-based materials. It is particularly important in determining the rigidity of cellulose fibers and sheets, as it governs how the material responds to applied forces. Cellulose materials with a higher elastic modulus tend to be stiffer, making them less flexible but more structurally sound under stress (Ashby and Jones, 2012). Refined pulps exhibited higher rigidity, confirming that increased fiber bonding leads to improved structural integrity. NBSK 400 mL showed the highest elastic modulus (2653 MPa) and best rigidity FPI of all (873 g) at 190°C, 200 kN. (Figures 5-9).

Elastic modulus increases from 20 kN to 200 kN, indicating enhanced rigidity with moderate pressure. However, no significant changes are observed between 200 kN and 400 kN suggesting that densification play a large role (Figure 5-9a). The elastic modulus is generally not significantly impacted by temperature; however, an increase in temperature from 160°C to 190°C seems to show a slight increased on the TMP which latency was not removing (Figure 5-9b).

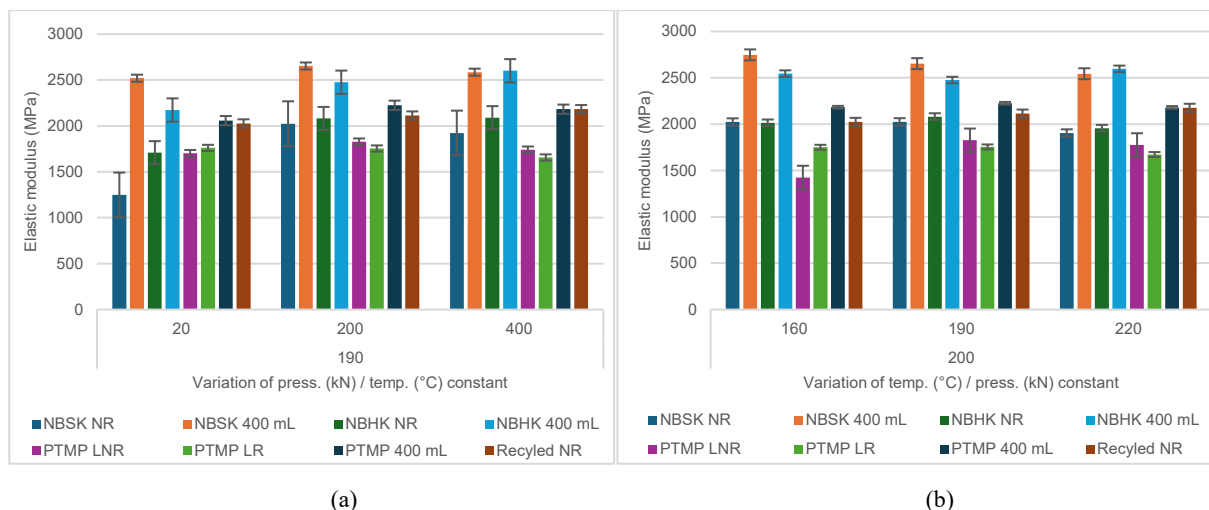


Figure 5-9 : Elastic modulus obtained varying pressure (a) and temperature (b) during thermoforming.

The rigidity of the plate, as measured by the Rigidity FPI, generally peaks at 200 kN for most pulps, indicating that rigidity increases with the densification of the plate. However, at 400 kN, the FPI rigidity decreases for several pulps (Figure 5-10a). During drying, a pressure of 400 kN does not further densify the center of the plate, as the pressure does not significantly increase compared to tests at 200 kN. However, during thermoforming, the edges of the plate experience much higher pressure, resulting in excessive compression of the pulp. Since rigidity is measured by a transducer placed at the edges of the plate, the excessive compression at these edges weakens the material. Consequently, the rigidity measurement may be compromised, as the edges, which are more heavily impacted by the high pressure, exhibit reduced strength. This explains the lower FPI values observed at 400 kN, even though the central portion of the plate remains relatively unchanged in terms of density.

NBSK NR exhibited increased rigidity at 190°C compared to 160°C, but this rigidity decreased again at 220°C, suggesting that intermediate temperatures (190°C) may optimize the structural integrity of the pulp, while higher temperatures (220°C) might cause some degradation or weakening of its structure. On the other hand, both NBSK 400 mL and PTMP NR showed a loss of rigidity at 220°C, indicating that higher temperatures negatively impact the structural strength of these pulps (Figure 5-10b).

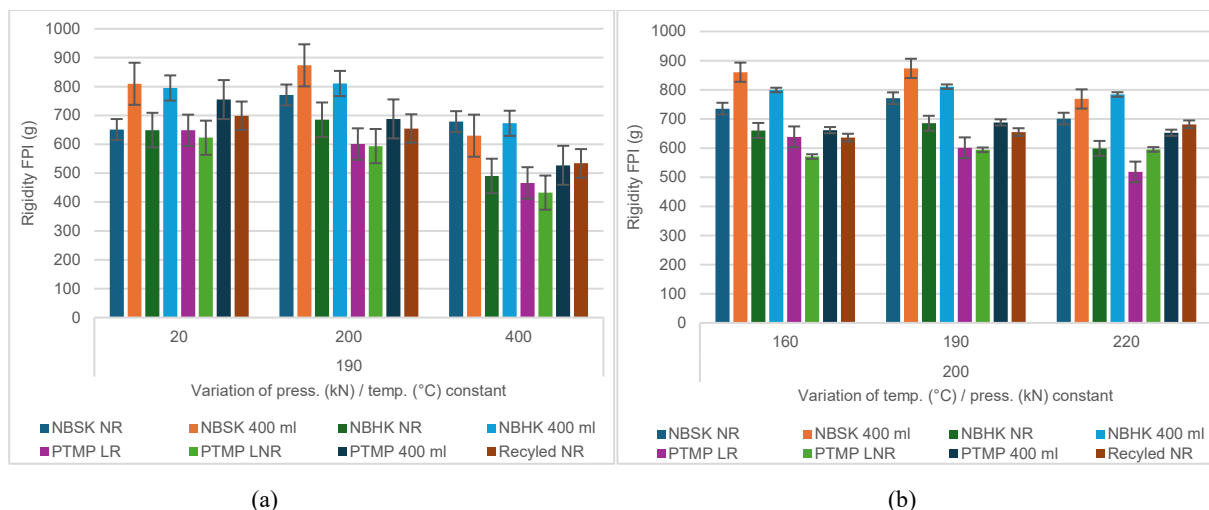


Figure 5-10 : Rigidity FPI obtained varying pressure (a) and temperature (b) during thermoforming.

5.6.8 Porosity

Porosity varies between pulp types. Recycled pulp exhibited the lowest porosity without refining, remaining below 100 mL/min, likely due to its combination of short fibers ($L_c = 1.085$ mm) and high fines content (Fines A: 34.5%, Fines B: 20.4%) (Table 5-2). At low pressure (20 kN), porosity is highest, with NBSK NR reaching approximately 1400 mL/min. As pressure increases to 200 kN, porosity decreases due to reduced air spaces in the material. Beyond 200 kN, porosity stabilizes or increases, as observed in NBSK 400 mL, PTMP NR, and PTMP 400 mL, suggesting potential material damage. With refining, porosity becomes more comparable across pulps, generally falling below 100 mL/min. However, NBHK 400 mL retains slightly higher porosity (~146 mL/min) (Figure 5-11a). Porosity remains stable for NBSK NR, NBSK 400 mL, and recycled pulp across all temperatures. However, for NBHK NR, NBHK 400 mL, and PTMP NR and 400 mL porosity decreases up to 190°C and then stabilizes at 220°C (Figure 5-11b).

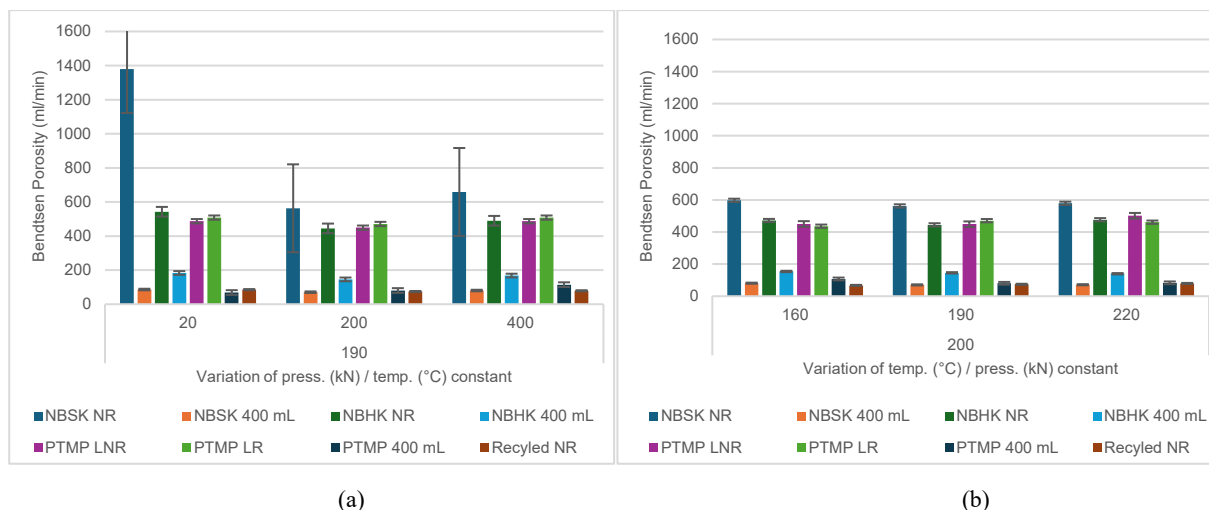


Figure 5-11 : Porosity obtained varying pressure (a) and temperature (b) during thermoforming.

Overall, moderate pressure levels (200 kN) appear to provide the best balance for improving mechanical properties such as density, tensile strength, and rigidity. In contrast, excessive pressure (400 kN) tends to negatively impact rigidity, tensile strength, and burst strength.

The temperature was varied between 160°C, 190°C, and 220°C. While higher temperatures influenced the overall quality of the molded plates, their direct impact on key physical properties such as density, porosity, and mechanical strength remained limited. Although some variations were observed, the dominant factors affecting these properties were the pulp type, refining level, and applied pressure. These parameters were more critical role in fiber consolidation, inter-fiber bonding, and overall structural integrity.

5.7 Conclusion

This study explores the intricate relationship between visual quality and mechanical properties in molded fiber plates, providing valuable insights into optimizing the production process. The findings suggest that improved mechanical properties do not necessarily lead to better visual quality, and in some cases, trade-offs must be considered when balancing strength and appearance. First, of all, densification in the molding process is influenced by the feasibility and design of the mold. While higher pressures generally increase the density of molded plates, further densification beyond a certain threshold is limited by the mold's design and its ability to accommodate additional compression.

Refining played a crucial role in enhancing the mechanical properties of the molded fiber plates. Refined softwood pulps, such as NBSK 400 ml, exhibited the highest mechanical strengths, with significant tensile and burst strength improvements. Refining increased density and tensile strength, making the plates more rigid and durable. However, higher refining levels were also associated with a decrease in surface quality. Although refining improved mechanical properties, it often led to more visual defects, such as a reduction in surface smoothness and increased sensitivity to imperfections. In contrast, unrefined pulps, such as NBHK NR, showed better consistency in visual quality across different conditions, suggesting that less refined materials might be more forgiving when balancing mechanical strength and appearance.

The application of pressure during the thermoforming process significantly impacted the mechanical properties and visual quality of the molded plates. Moderate pressures (200 kN) provided the best balance for achieving high definition, smooth surfaces while enhancing mechanical properties such as density and rigidity. However, excessive pressure (400 kN) resulted in negative outcomes, such as reduced definition, increased dark lines, and deterioration of surface integrity, especially with refined pulps like NBSK and PTMP. While higher pressures enhanced mechanical strength, they compromised surface quality.

While having a limited effect on mechanical properties, press temperature was found to significantly influence the visual quality of the molded fiber plates. On the other hand,

excessively high temperatures (220°C) led to material degradation, resulting in lower rigidity and compromised structural integrity. Additionally, high temperatures negatively affected the visual quality, causing defects such as blistering and dark lines.

In conclusion, this study demonstrates that optimizing processing parameters—refining, pressure, and temperature—is essential for achieving a balance between mechanical performance and visual quality in molded fiber plate production. Refining improves mechanical strength but can compromise surface quality, while pressure and temperature need to be carefully managed to avoid negative effects on both appearance and material properties.

5.8 REFERENCE

Ashby, M.F., Jones, D.R. (2012). Engineering materials 1: an introduction to properties, applications and design (Vol. 1). Elsevier.

Barbash, V.A., Yashchenko, O.V., Yakymenko, O.S., Zakharko, R.M., Myshak, V.D. (2022). Preparation of hemp nanocellulose and its use to improve the properties of paper for food packaging. *Cellulose*, 29, 8305-8317. <https://doi.org/10.1007/s10570-022-04773-6>

Borrelle, S.B., et al. (2020). Predicted growth in plastic waste exceeds efforts to mitigate plastic pollution. *Science*, 369, 1515-1518. <https://doi.org/10.1126/science.aba3656>

Chauhan, V.S., Kumar, N., Kumar, M., Chakrabarti, S.K., Thapar, S.K. (2011). Effect of separate and mixed refining of hardwood and softwood pulps on paper properties. *Journal of Korea Technical Association of The Pulp and Paper Industry*, 43, 1-10.

Chen, Y., Awasthi, A.K., Wei, F., Tan, Q., Li, J. (2021). Single-use plastics: Production, usage, disposal, and adverse impacts. *Science of the total environment*, 752, 141772. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.141772>

Cowger, W., Willis, K.A., Bullock, S., Conlon, K., Emmanuel, J., Erdle, L.M, Eriksen, M., Farelly, T.A., Hardesty, B.D., Kerge, K., et al. (2024). Global producer responsibility for plastic pollution. *Science Advances*, 10, eadj8275. <https://doi.org/10.1126/sciadv.adj8275>

Debnath, M., Sarder, R., Pal, L., Hubbe, M.A. (2022). Molded pulp products for sustainable packaging: Production rate challenges and product opportunities. *BioResources*, 17, 3810-3870. <https://doi.org/10.15376/biores.17.2.debnath>

Didone, M, Saxena, P, Meijer, EB, Tosello, G, Bissacco, G, McAlloone, TC, Pigosso, DCA, Howard, TJ 2017, 'Moulded Pulp Manufacturing: Overview and Prospects for the Process Technology', *Packaging Technology and Science*, vol. 30, no. 6, pp. 231-249. <https://doi.org/10.1002/pts.2289>

Didone, M., & Tosello, G. (2018). Moulded pulp products manufacturing with thermoforming. *Packaging Technology and Science*, 32, 7-22. <https://doi.org/10.1002/pts.2412>

Didone, M, Mohanty, S, Hattel, JH, Sonne, MR, Fiordaliso, EM, Checchi, A & Tosello, G (2020) On the drying process of molded pulp products: Experiments and numerical modelling, *Drying Technology*, vol. 38, no. 12. <https://doi.org/10.1080/07373937.2019.1653905>

Dislaire, C., Seantier, B., Muzy, M., & Grohens, Y. (2021). Mechanical and hygroscopic properties of molded pulp products using different wood-based cellulose fibers. *Polymers*, 13, 3225. <https://doi.org/10.3390/polym13193225>

Freville, E., Pescheux-Sergienko, J., Mujica, R., Rey, C., & Bras, J. (2024). Novel technologies for producing tridimensional cellulosic materials for packaging: A review. *Carbohydrate Polymers*, 342, 122413. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122413>

Gharehkhani, S., Sadeghinezhad, E., Kazi, S.N., Yarmand, H., Badarudin, A., Safaei, M.R., Zubir, M.N.M., (2015). Basic effects of pulp refining on fiber properties—A review. *Carbohydrate Polymers*, 115, 785-803. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.08.047>

Gao, J. (2006). Fiber morphology and its impact on pulp properties, Ph.D. thesis. Vancouver, The University of British Columbia.

Han, G. (2022). Characterization and properties of nanocellulose-enhanced pulp-molded lunch boxes. In *Journal of Physics: Conference Series*, 2393, 012006. IOP Publishing. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2393/1/012006>

IMFA, International Molded Fiber Association (2025). About Molded Fiber. Available at: <https://www.imfa.org> (Accessed March 2025).

Jacobsen, E.U., Følknær, S.P., Blindheim, J., Molteberg, D., Steinert, M., & Chinga-Carrasco, G. (2023). The effect of cellulose nanofibres on dewatering during wet-forming

and the mechanical properties of thermoformed specimens made of thermomechanical and kraft pulps. *Nanomaterials*, 13, 2511. <https://doi.org/10.3390/nano13182511>

Joelssona, T., Sandbergc, C., Norgrend, S., Idrise, A., Engstrandf, P. (2022). Fibre morphology affects the bonding and densification of hot-pressed thermomechanical pulp-based paper. *JAMES OLSON*, 142.

Keyes, M.L. (1903). Apparatus for making pulp articles, US 740,023.

Klayya, S., Tawichai, N., Intatha, U., Zhang, H., Bilotti, E., Soykeabkaew, N. (2023). Sustainable nanocomposite coating for moulded pulp with enhanced barrier properties for food packaging applications. *Polymer International*, 72, 323-332. <https://doi.org/10.1002/pi.6469>

Kumar, A., Singh, B.P., Jain, R.K., Sharma, A.K. (2013). The use of alternate ligno-cellulosic raw materials banana (*Musa sapientum*) ankara (*Calotropis procera*) and pineapple (*Ananas comosus*) in handmade paper & their blending with wastepaper. *American Journal of Engineering Research*, 2, 171-189.

Koubaa, A. (1996). Amélioration de la résistance des liaisons dans le papier et le carton par raffinage et par pressage et séchage simultanés (Doctoral dissertation, Université du Québec à Trois-Rivières).

Lachance, C., Barnabé, S., Deshaies, D. and Bideau, B. (2025) The impact of cellulosic pulps on thermoforming process: effects on formation time and drainage efficiency. *Nordic Pulp & Paper Research Journal*. <https://doi.org/10.1515/npprj-2024-0091>

Lakhiar, I.A., Yan, H., Zhang, J., Wang, G., Deng, S., Bao, R., Zang, C., Syed, T.N., Wang, B., Zhou, R. et al. (2024). Plastic pollution in agriculture as a threat to food security, the ecosystem, and the environment: an overview. *Agronomy*, 14, 548. <https://doi.org/10.3390/agronomy14030548>

Liu, C., Luan, P., Li, Q., Cheng, Z., Sun, X., Cao, D., Zhu, H. (2020). Biodegradable, hygienic, and compostable tableware from hybrid sugarcane and bamboo fibers as the plastic alternative. *Matter*, 3, 2066-2079.

Liu, W., Yuan, Z., Mao, C., Hou, Q., Li, K. (2012). Extracting hemicelluloses prior to aspen chemi-thermomechanical pulping: Effects of pre-extraction on pulp properties. *Carbohydrate Polymers*, 87, 322-327. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.07.050>

Lumiainen, J. (2000). Refining of chemical pulp. *Papermaking* 1: 86–122.

Oliaei, E., Berthold, F., Berglund, L.A., Lindström, T. (2021). Eco-friendly high-strength composites based on hot-pressed lignocellulose microfibrils or fibers. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 9, 1899-1910. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c08498>

Pasquier, E., Skunde, R., Ruwoldt, J. (2023). Influence of temperature and pressure during thermoforming of softwood pulp. *Journal of Bioresources and Bioproducts*, 8, 408-420.

Rattanawongkun, P., Kerddonfag, N., Tawichai, N., Intatha, U., Soykeabkaew, N. (2020). Improving agricultural waste pulps via self-blending concept with potential use in moulded pulp packaging. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(5), 104320. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104320>

Rhodes, C. J. (2018). Plastic pollution and potential solutions. *Science progress*, 101, 207-260. <https://doi.org/10.3184/003685018X15294876706211>

Saxena, P., Bissacco, G., Bedka, F.J., Stolfi, A. (2018). Tooling for production of the green fiber bottle. *Procedia CIRP*, 69, 348-353. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2017.12.001>

Semple, K.E., Zhou, C., Rojas, O.J., Nkeuwa, W.N., & Dai, C. (2022). Moulded pulp fibers for disposable food packaging: A state-of-the-art review. *Food Packaging and Shelf Life*, 33, 100908. <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2022.100908>

Singh, A.K., Itkor, P., Lee, M., Shin, J., & Lee, Y.S. (2023). Promoting sustainable packaging applications in the circular economy by exploring and advancing molded pulp materials for food products: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 63, 11010-11025 <https://doi.org/10.1080/10408398.2022.2088686>

Smook, G. A. (2016). Handbook for pulp & paper technologists (Fourth edition). Handbook for Pulp & Paper Technologists. TAPPI.

Sundstrom, L., Brodin, A., Hartler, N. (1993). Fibrillation and its importance for the properties of mechanical pulp fiber sheets. Nordic Pulp & Paper Research Journal, 8, 379-383. <https://doi.org/10.3183/npprj-1993-08-04-p379-383>

Su, Y., Yang, B., Liu, J., Sun, B., Cao, C., Zou, X., Lutes, R., He, Z. (2018). Prospects for Replacement of Some Plastics in Packaging with Lignocellulose Materials: A Brief Review. BioResources, 13(2).

Talebjedi, B., Laukkanen, T., Holmberg, H., Vakkilainen, E., Syri, S. (2021). Energy simulation and variable analysis of refining process in thermo-mechanical pulp mill using machine learning approach. Mathematical and Computer Modelling of Dynamical Systems, 27, 562-585. <https://doi.org/10.1080/13873954.2021.1990967>

TRIDAS (2025). About TRIDAS. Available at: <https://www.tridas.fr> (Accessed March 2025).

Vargas, F., González, Z., Sánchez, R., Jiménez, L., Rodríguez, A. (2012). Cellulosic pulps of cereal straws as raw material for the manufacture of ecological packaging. BioResources, 7, 4161-4170.

Wever, R., & Twede, D. (2007, September). The history of molded fiber packaging; a 20th century pulp story. In Proceedings of the 23rd IAPRI symposium on packaging (pp. 1-8).

Williams, A.T., & Rangel-Buitrago, N. (2022). The past, present, and future of plastic pollution. Marine Pollution Bulletin, 176, 113429. <https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2022.113429>

Zhang, Y., Duan, C., Bokka, S.K., He, Z., Ni, Y. (2022). Molded fiber and pulp products as green and sustainable alternatives to plastics: A mini review. Journal of Bioresources and Bioproducts, 7, 14-25. <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2021.10.003>

Chapitre 6 - Conclusion et perspectives

6.1 Conclusion

Cette recherche met en évidence l'impact du choix des pâtes et de leur raffinage sur les paramètres de thermoformage étudiés, à savoir la formation, le drainage et le séchage.

L'étude de la formation a démontré que la formation d'une pièce cellulosique suit une courbe logarithmique. La vitesse de formation dépend à la fois du type de pâte et de la consistance du bassin. L'augmentation du raffinage ralentit la vitesse de formation en raison de la fibrillation accrue des fibres, ce qui réduit l'indice d'égouttage. Lorsque le temps de formation devient trop long pour atteindre le poids cible, il est nécessaire d'ajuster la consistance du bassin afin de maintenir un temps de formation optimal, idéalement le plus faible possible.

L'étude du drainage a permis d'évaluer la siccité initiale et le gain de siccité des différentes pâtes, ainsi que l'impact du raffinage. Il a été démontré que le type de pâte influence directement la siccité initiale. De plus, le raffinage réduit cette siccité et diminue également le gain de siccité après un temps de drainage donné. Une siccité plus faible implique une teneur en eau plus élevée à l'entrée des presses, ce qui allonge le temps de séchage et augmente la demande énergétique. Cependant, un équilibre est nécessaire, car un matelas cellulosique trop sec peut coller au moule, compliquant ainsi le transfert de la pièce, et altérer la qualité du produit final. Les pâtes de feuillus ont présenté les niveaux de siccité les plus élevés, tandis que la pâte de Canola NR affichait la siccité la plus faible, rendant sa mise en forme et son séchage plus complexes. De plus, les fibres recyclées et mécaniques, en raison de leur forte teneur en fines, ont également montré une siccité plus faible.

L'étude du séchage, c'est-à-dire l'impact de la température et de la pression sur différentes pâtes raffinées et non raffinées, a révélé que le type de pâte influence de manière significative les propriétés physiques et mécaniques des produits thermoformés. Le raffinage a joué un rôle clé dans l'amélioration des propriétés mécaniques. Toutefois, un raffinage excessif a également conduit à une diminution de la qualité de surface. De plus,

une pression modérée (200 kN) permet d'obtenir un bon équilibre entre résistance mécanique et qualité de surface, tandis qu'une pression excessive (400 kN) entraîne des défauts tels que des lignes sombres et une perte de définition. Toutefois, il n'est pas exclu que ces défauts soient liés aux moules (gap pas toujours identique). De même, la température du moule joue un rôle crucial dans la qualité visuelle. À des températures élevées (220 °C), la dégradation du matériau a été observée, accompagnée d'une diminution de la rigidité et de l'apparition de défauts visuels.

Ces résultats mettent en lumière l'influence de la matière première sur le procédé de thermoformage. Le type de fibre et ses caractéristiques ont un impact direct sur les paramètres étudiés, nécessitant des ajustements en conséquence.

Le raffinage, utilisé pour améliorer les propriétés des fibres, affecte le temps de formation et oblige à ajuster la consistance du bassin. Il affecte aussi la siccité : une pâte plus raffinée retient plus d'eau, ce qui augmente l'énergie nécessaire pour le séchage. Ces observations soulignent l'importance d'un usage judicieux du raffinage, qui ne devrait être appliqué que lorsque nécessaire. Un équilibre doit être trouvé entre l'amélioration des propriétés mécaniques du produit fini et les contraintes du procédé, afin d'optimiser à la fois la performance et l'efficacité énergétique. De plus, l'application d'une pression est essentielle pour développer les forces, mais elle doit être bien dosée afin de ne pas nuire à la qualité. Il est crucial d'ajuster la température en fonction du type de pâte utilisée, car une température trop élevée peut compromettre la qualité du produit en entraînant des défauts de surface.

6.2 Perspectives – Ajout d’algues

Ce projet de maîtrise s’inscrit dans un le cadre d’un plan de plus grande envergure mené par le professeur S. Barnabé de l’Université du Québec à Trois-Rivières (UQTR), dont l’objectif est de produire des emballages intégrant des microalgues. En effet, les projets VERTECH II et la SERRE+, souhaitent utiliser les eaux usées du parc industriel de Victoriaville pour produire des microalgues à l’aide d’un photobioréacteur. Les algues produites seront ensuite intégrées à une pâte cellulosique pour le thermoformage. Cette approche vise à développer des emballages écologiques en combinant le traitement des eaux usées et la valorisation de biomatériaux « verts ».

Dans le cadre d’essais expérimentaux, des microalgues ont été cultivées dans les installations d’Innofibre et de l’UQTR. La quantité d’algues récoltée a permis d’effectuer des essais préliminaires avec la machine de thermoformage TF-45 et le moule d’assiette. Les assiettes ont été produites de façon individuelle, cette technique demande une quantité moindre de matière. Les algues ont été incorporées à une pâte KFBN non raffinée. Cette pâte a été privilégiée en raison de sa siccité initiale élevée et de ses bons résultats au séchage obtenus durant l’étude du comportement des pâtes sur le procédé de thermoformage. Entre 20 et 40 % d’algues ont été incorporés à la pâte avec succès (Figure 5-1a). Un prototype multicouche a également été produit, combinant une couche supérieure de KFBN, conforme au contact alimentaire, et une couche inférieure contenant 50 % d’algues avec de la KFBN (Figure 5-1b). Pour valoriser les microalgues dans un tel contexte, il est essentiel d’utiliser des pâtes qui drainent bien et qui auront un bon pouvoir mécanique.



Figure 6-1 : Assiettes mélange KFBN + algues (a) et prototype multicouche (b)

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Environnement et Changement climatique Canada & Santé Canada. (2020, octobre). Évaluation scientifique de la pollution plastique. (No de cat. En14-424/2020F-PDF, ISBN 978-0-660-35898-7).
- [2] Chen, Y., Awasthi, A. K., Wei, F., Tan, Q., & Li, J. (2021). Single-use plastics: Production, usage, disposal, and adverse impacts. *Science of the Total Environment*, 752, 141772.
- [3] Cowger, W., Willis, K. A., Bullock, S., Conlon, K., Emmanuel, J., Erdle, L. M., Eriksen, M., Farrelly, T. A., Hardesty, B. D., Kerge, K., et al. (2024). Global producer responsibility for plastic pollution. *Science Advances*, 10, eadj8275. <https://doi.org/10.1126/sciadv.adj8275>
- [4] Environnement et Changement climatique Canada. (2019). Étude économique sur l'industrie, les marchés et les déchets du plastique au Canada (No En4-366/1-2019F-PDF). https://publications.gc.ca/collections/collection_2019/eccc/En4-366-1-2019-fra.pdf.
- [5] Gouvernement du Canada, Environnement et Changement climatique Canada. (2021, 21 décembre). Le gouvernement du Canada va de l'avant avec son projet d'interdiction des plastiques à usage unique néfastes [Communiqué de presse].
- [6] Zhang, Y., Duan, C., Bokka, S. K., He, Z., & Ni, Y. 2021. Molded fiber and pulp products as green and sustainable alternatives to plastics: A mini review. *Journal of Bioresources and Bioproducts*.
- [7] Global Molded Fiber Packaging Market Global Industry Analysis. 2022. Size, Share, Growth, Trends & Forecast, 2021-2028, www.upmarketresearch.com
- [8] International Molded Fiber Association. (n.d.). About Molded Fiber. Retrieved from <https://www.imfa.org>

-
- [9] **Keyes, F. E.** (1890). *Method of molding pulp articles* (U.S. Patent No. 424,003). U.S. Patent and Trademark Office.
- [10] **Keyes, M. L.** (1903). *Apparatus for making pulp articles* (U.S. Patent No. 740,023). U.S. Patent and Trademark Office.
- [11] **Keyes, M. L.** (1904). *Machine for molding articles from pulp* (U.S. Patent No. 759,616). U.S. Patent and Trademark Office.
- [12] Coyle, J. L. (1933). Egg carton (U.S. Patent No. 1,895,974). U.S. Patent and Trademark Office. <https://patents.google.com/patent/US1895974A/en>
- [13] Wever, R., & Twede, D. (2007). The history of molded fiber packaging: A 20th century pulp story. In Proceedings of the 23rd IAPRI Symposium on Packaging. International Association of Packaging Research Institutes.
- [14] Advances in Polymer Science. (2016). Cellulose Chemistry and Properties: Fibers, Nanocelluloses, and Advanced Materials (Vol. 271). Springer.
- [15] Smook, G. A., (1998). Manuel du Technicien et de la Technicienne en Pâtes et Papiers. Cégep de Trois-Rivières.
- [16] Lapointe, R. E. (1995). Précis de chimie de la cellulose. Cégep de Trois-Rivières. Décembre.
- [17] Adler, E. (1977). Lignin chemistry—past, present and future. Wood science and technology, 11(3), 169-218.
- [18] Biermann, C. J. (1996). Handbook of pulping and papermaking (2e éd.). Academic Press.
- [19] Britt, K. W. (2020). Papermaking. Encyclopedia Britannica. <https://www.britannica.com/technology/papermaking> (Page consultée le 14 décembre, 2021)

-
- [20] Ferluc, A. (2008). Raffinage optimal des pâtes thermomécaniques par fractionnement (Thèse de doctorat, Université du Québec à Trois-Rivières).
- [21] Candelier, K. (2013). Caractérisation des transformations physico-chimiques intervenant lors de la thermodégradation du bois. Influence de l'intensité de traitement, de l'essence et de l'atmosphère (Thèse de doctorat). <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.1083.0889>
- [22] Lonnberg, B., (2009), Mechanical Pulping, Livre 5 de Papermaking science and technology, Paper Engineers' Association / Paperi ja Puu Oy, Finland,
- [23] Garceau, J., R., Chen, C., Danneault, K., Goel, K., Kokta, B.V., Koran, Z. , Lavallée, H.C., Law, K.N., Lebel, R.G., Lemay, Y. et Rémillard, B. (1989). Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques. Section technique de PAPTAC.
- [24] Hurter, B. (2022). Nonwood Fibres. Présentation lors de FIBEQ 2022, Trois-Rivières.
- [25] Gao, J., Bennington, C., Martinez, D., & Olson, J. (2013). MECHANICAL PULPING: Latency removal of mechanical pulps: Phenomenological observations. Nordic Pulp & Paper Research Journal, 28(2), 198-202. <https://doi.org/10.3183/npprj-2013-28-02-p198-202>
- [26] Gao, J. (2014). Modelling latency removal in mechanical pulping processes (Thèse de doctorat, University of British Columbia). <https://open.library.ubc.ca/collections/ubctheses/24/items/1.0167251>
- [27] ANSI/TAPPI T 205 sp-18. (2018). Preparation of mechanical pulps for testing.
- [28] ANSI/TAPPI T 262 sp-22. (2022). Forming handsheets for physical tests of pulp

-
- [29] Rullifank, K. F., Roefinal, M. E., Kostanti, M., & Sartika, L. (2020). Pulp and paper industry: An overview on pulping technologies, factors, and challenges. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 845(1), IOP Publishing.
- [30] Lévesque, M. (1999). Le recyclage et le désencrage des papiers et des cartons. Cégep de Trois-Rivières. ISBN 978-2-89470-078-5.
- [31] Hubbe, M. A., Venditti, R. A., & Rojas, O. J. (2007). What happens to cellulosic fibers during papermaking and recycling? A review. *BioResources*, 2(4), 739-788.
- [32] Eugenio, M. E., Ibarra, D., Martín-Sampedro, R., Espinosa, E., Bascón, I., & Rodríguez, A. (2019). Alternative raw materials for pulp and paper production in the concept of a lignocellulosic biorefinery. In *Cellulose*. IntechOpen.
- [33] Johansson, C., Bras, J., Mondragon, I., Nechita, P., Plackett, D., Simon, P., ... & Aucejo, S. (2012). Renewable fibers and bio-based materials for packaging applications-a review of recent developments. *BioResources*, 7(2), 2506-2552.
- [34] Pydimalla, M., Chirravuri, H. V., & Uttaravalli, A. N. (2023). An overview on non-wood fiber characteristics for paper production: Sustainable management approach. *Materials Today: Proceedings*.
- [35] Ashori, A. (2006). Nonwood fibers—A potential source of raw material in papermaking. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 45(10), 1133–1136. <https://doi.org/10.1080/03602550600728976>
- [36] Sun, R., Lawther, J. M., & Banks, W. B. (1995). Influence of alkaline pre-treatments on the cell wall components of wheat straw. *Industrial crops and products*, 4(2), 127-145.
- [37] Coimbra, M. C., Duque, A., Saéz, F., Manzanares, P., Garcia-Cruz, C. H., & Ballesteros, M. (2016). Sugar production from wheat straw biomass by alkaline extrusion and enzymatic hydrolysis. *Renewable Energy*, 86, 1060-1068.

-
- [38] Pschorn, T. (2022, juin 21). General overview of nonwood pulping technologies for moulded products [Présentation lors de FIBEQ 2022, Trois-Rivières]. <https://go.b2b-2go.com/fr/fibeq-2022>
- [39] Worku, L. A., Bachheti, A., Bachheti, R. K., Rodrigues Reis, C. E., & Chandel, A. K. (2023). Agricultural residues as raw materials for pulp and paper production: Overview and applications on membrane fabrication. *Membranes*, 13(2), 228. <https://doi.org/10.3390/membranes13020228>
- [40] Hunt, J. F., Ahmed, A., & Friedrich, K. (2008). Effects of fiber processing on properties of fiber and fiberboard made from lodgepole pine treetops. *Forest products journal*. Vol. 58, no. 6 (June 2008): Pages 82-87.
- [41] Barberà, L., Pèlach, M. A., Pérez, I., Puig, J., & Mutjé, P. (2011). Upgrading of hemp core for papermaking purposes by means of organosolv process. *Industrial Crops and Products*, 34(1), 865-872. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.02.005>
- [42] Rattanawongkun, P., Kerddonfag, N., Tawichai, N., Intatha, U., & Soykeabkaew, N. (2020). Improving agricultural waste pulps via self-blending concept with potential use in moulded pulp packaging. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(5), 104320. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104320>
- [43] Kumar, A., Singh, B. P., Jain, R. K., & Sharma, A. K. (2013). The use of alternate ligno-cellulosic raw materials banana (*Musa sapientum*), ankar (Calotropis procera), and pineapple (*Ananas comosus*) in handmade paper & their blending with waste paper. *American Journal of Engineering Research*, 2(9), 171-189.
- [44] Bideau, B., Automne 2021, les produits cellulosiques 3D Évolution ou révolution ? CHM6007, UQTR
- [45] Déry, M.-A. (2021). Les microalgues : un potentiel à développer. Innofibre. <https://innofibre.ca/les-microalgues-un-potentiel-a-developper/>

-
- [46] Priyadarshani, I., & Rath, B. (2012). Commercial and industrial applications of micro algae—A review. *Journal of Algal Biomass Utilization*, 3(4), 89-100.
- [47] Didone, M., Saxena, P., Brilhuis-Meijer, E., Tosello, G., Bissacco, G., Mcaloone, T. C., ... & Howard, T. J. (2017). Moulded pulp manufacturing: Overview and prospects for the process technology. *Packaging Technology and Science*, 30(6), 231-249.
- [48] Knoll Packaging. (n.d.). Home. Retrieved from <http://www.knollpack.com>
- [49] Pulpac. (n.d.). Bottle Collective. Retrieved from <https://www.pulpac.com/bottle-collective/>
- [50] Pulpex. (n.d.). Home. Retrieved from <https://www.pulpex.com/>
- [51] Papacks. (n.d.). Bouteille en papier. Retrieved from <https://www.papacks.com/fr/produits/bouteille-en-papier/>
- [52] Paboco. (n.d.). Bottle. Retrieved from <https://www.paboco.com/bottle>
- [53] Ecologic Brands. (n.d.). Home. Retrieved from <https://www.ecologicbrands.com/>
- [54] Wilson, A. (2010). The formation of dry, wet, spunlaid and other types of nonwovens. In R. A. Chapman (Ed.), *Applications of nonwovens in technical textiles* (pp. 3-). Woodhead Publishing.
- [55] Schenker, U., Chardot, J., Missoum, K., Vishtal, A., & Bras, J. (2021). Short communication on the role of cellulosic fiber-based packaging in reduction of climate change impacts. *Carbohydrate polymers*, 254, 117248.
- [56] Larsson, O., Ljungberg, M., Guidotti, E., Arlerot, B., Höglblom, T., & Larsson, P. (2023). A method for producing a cellulose product and a cellulose product (WO2023117682A1). World Intellectual Property Organization (WIPO). <https://patentscope.wipo.int/search/en/detail.jsf?docId=WO2023117682>

-
- [57] PulPac. (n.d.). Dry molded fiber – A sustainable revolution. <https://www.pulpac.com/>
- [58] Yangi. (n.d.). Dry forming. <https://www.yangi.se/dry-forming>
- [59] CAMPEN Machinery. (n.d.). Innovative machinery solutions. <https://campenmachinery.com/>
- [60] Fiber Molding Systems. (n.d.). Pulp molding machine. <https://www.fibermolding.com/pulp-molding-machine.html>
- [61] Far East Pulp Molding. (n.d.). Home. <https://www.fareastpulpmolding.com/>
- [62] Packaging Insights. (2021, November 19). Zume reinvigorates compostable packaging charge with ABB Robotics installations. Packaging Insights. <https://www.packaginginsights.com/news/zume-reinvigorates-compostable-packaging-charge-with-abb-robotics-installations.html>
- [63] Gouvernement du Canada, 31 janvier 2024, Prix actuel du bois d'œuvre, de la pâte et des panneaux.
- [64] Zambrano, F., Marquez, R., Jameel, H., Venditti, R., & Gonzalez, R. 2021. Upcycling strategies for old corrugated containerboard to attain high-performance tissue paper: A viable answer to the packaging waste generation dilemma. *Resources, Conservation and Recycling*, 175, 105854.
- [65] Lang, C. V., Jung, J., Wang, T., & Zhao, Y. (2022). Investigation of mechanisms and approaches for improving hydrophobicity of molded pulp biocomposites produced from apple pomace. *Food and Bioproducts Processing*, 133, 1-15.
- [66] Santé Canada. (2021). Les substances perfluoroalkyliques et polyfluoroalkyliques (PFAS) dans la population canadienne. Ottawa (Ont.). <https://www.canada.ca/fr/sante-canada/services/sante-environnement-milieu->

travail/rapports-publications/contaminants-environnementaux/ressources-biosurveillance-humaine/per-polyfluoroalkyl-population-canadienne.htm

- [67] Glüge, J., Scheringer, M., Cousins, I. T., DeWitt, J. C., Goldenman, G., Herzke, D., ... & Wang, Z. (2020). An overview of the uses of per-and polyfluoroalkyl substances (PFAS). *Environmental Science: Processes & Impacts*, 22(12), 2345-2373. <https://doi.org/10.1039/d0em00291h>
- [68] Sirviö, J., Kolehmainen, A., Liimatainen, H., Niinimäki, J., & Hormis, E. O. (2014). Biocomposite cellulose-alginate films: Promising packaging materials. *Food Chemistry*, 343–351.
- [69] Rhim, J.-W., & Ng, P. K. W. (2007). Natural biopolymer-based nanocomposite films for packaging applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 47(4), 411–419. <https://doi.org/10.1080/10408390600846366>
- [70] Hubbe, M. A., Sjöstrand, B., Lestelius, M., Håkansson, H., Swerin, A., & Henriksson, G. (2024). Swelling of cellulosic fibers in aqueous systems: A review of chemical and mechanistic factors. *BioResources*, 19(3), 6859-6945.
- [71] Debnath, M., Sarder, R., Pal, L., & Hubbe, M. A. (2022). Molded pulp products for sustainable packaging: production rate challenges and product opportunities. *BioResources*, 17(2), 3810.
- [72] Chauhan, V. S., Kumar, N., Kumar, M., Chakrabarti, S. K., & Thapar, S. K. (2011). Effect of separate and mixed refining of hardwood and softwood pulps on paper properties. *Journal of Korea Technical Association of The Pulp and Paper Industry*, 43, 1-10
- [73] Sundstrom, L., Brodin, A., & Hartler, N. (1993). Fibrillation and its importance for the properties of mechanical pulp fiber sheets. *Nordic Pulp & Paper Research Journal*, 8(4), 379-383. <https://doi.org/10.3183/npprj-1993-08-04-p379-383>

-
- [74] Koubaa, A. (1996). Amélioration de la résistance des liaisons dans le papier et le carton par raffinage et par pressage et séchage simultanés. Thèse de doctorat de l'Université de Québec à Trois-Rivières.
- [75] Lumiainen, J. (2000). Refining of chemical pulp. *Papermaking part*, 1, 86-122.
- [76] Gharehkhani, S., Sadeghinezhad, E., Kazi, S. N., Yarmand, H., Badarudin, A., Safaei, M. R., & Zubir, M. N. M. (2015). Basic effects of pulp refining on fiber properties—A review. *Carbohydrate polymers*, 115, 785-803.
- [77] AFT. (2016). Introduction to stock prep refining 2016 edition. AFT. Available at: https://aft-global.com/sites/default/files/resources/docs/files/2017-03/EB-050-ENA4_FineBar%20Training%20Manual%202016_A4.pdf (Accessed 21 Nov 2024)
- [78] Didone, M., & Tosello, G. (2019). Moulded pulp products manufacturing with thermoforming. *Packaging Technology and Science*, 32(1), 7-22.
- [79] Didone, M., Mohanty, S., Hattel, J. H., Sonne, M. R., Fiordaliso, E. M., Checchi, A., & Tosello, G. (2020). On the drying process of molded pulp products: Experiments and numerical modelling. *Drying Technology*, 38(12), 1644-1662.
- [80] Pasquier, E., Skunde, R., & Ruwoldt, J. (2023). Influence of temperature and pressure during thermoforming of softwood pulp. *Journal of Bioresources and Bioproducts*, 8(4), 408-420.
- [81] Saxena, P., Bissacco, G., Bedka, F. J., & Stolfi, A. (2018). Tooling for production of the green fiber bottle. *Procedia CIRP*, 69, 348-353.
- [82] Dislaire, C., Grohens, Y., Seantier, B., & Muzy, M. (2021). The impact of molded pulp product process on the mechanical properties of molded Bleached Chemi-Thermo-Mechanical Pulp. *Functional Composite Materials*, 2, 1-10.

-
- [83] Dislaire, C., Seantier, B., Muzy, M., & Grohens, Y. (2021). Mechanical and hygroscopic properties of molded pulp products using different wood-based cellulose fibers. *Polymers*, 13(19), 3225.
- [84] Liu, C., Luan, P., Li, Q., Cheng, Z., Sun, X., Cao, D., & Zhu, H. (2020). Biodegradable, hygienic, and compostable tableware from hybrid sugarcane and bamboo fibers as plastic alternative. *Matter*, 3(6), 2066-2079.
- [85] Ashby, M. F., & Jones, D. R. (2012). *Engineering materials 1: An introduction to properties, applications, and design* (Vol. 1). Elsevier.
- [86] Bureau de normalisation du Québec. (n.d.). Produits compostables. Bureau de normalisation du Québec.
<https://bnq.qc.ca/fr/normalisation/environnement/produits-compostables.html>
- [87] Palau, J. (2024, May 29). The 8 most frequently asked questions about compostability testing. ITENE Compostability Laboratory.
<https://itenecompostabilitylab.us/news/the-8-most-frequently-asked-questions-about-compostability-testing/#standard>