

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS RIVIÈRES

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

PAR
MARIA CRISTINA AREA

PRODUCTION DE PÂTES À HAUT RENDEMENT DE BOULEAU BLANC
DANS UNE PERSPECTIVE DE PÂTE FLUFF

AOÛT 1992

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

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

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

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier très sincèrement mon directeur de recherche, Dr. Jacques L. Valade, pour son appui, sa compréhension et ses conseils.

Je remercie spécialement M. Robert Lanouette, qui m'a apporté une aide très appréciable tout au cours de mon travail.

Ma reconnaissance va également à Dr. Claude Daneault et son équipe de recherche, en particulier Mme Céline Leduc et M. Jimmy Prasakis, et aussi au Dr. Ken Law.

J'aimerais remercier Mme Thérèse Goneau pour sa générosité et son appui dès mon arrivée, de même que Mme Lise Bourdages pour sa collaboration à la rédaction de ce mémoire.

À mes copains de la Maîtrise et en général au personnel du Centre de Recherche en Pâtes et Papiers de l'Université de Québec à Trois-Rivières, j'adresse des remerciements à la mesure du soutien et de l'amitié qu'ils m'ont témoignés tout au long de cette étude.

Mes remerciements vont également à M. Bryon Brideau de Tembec, et au Ministère des Forêts du Québec.

J'exprime enfin ma gratitude aux autorités de la "Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales de l'Universidad Nacional de Misiones", et au "Programa de Investigación de Celulosa y Papel" pour avoir permis et appuyé mes études au Québec.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	i
TABLE DE MATIÈRES.....	ii
RÉSUMÉ.....	viii
LISTE DE TABLEAUX.....	xi
LISTE DE FIGURES.....	xiii
LEXIQUE.....	xix
1. INTRODUCTION.....	1
1.1 Objectifs.....	1
1.2 Justifications.....	1
2. GÉNÉRALITÉS.....	4
2.1 Les pâtes fluff.....	4
2.1.1 Définition.....	4
2.1.2 Histoire.....	4
2.1.3 Caractéristiques générales.....	6
2.1.4 Aspects économiques.....	8
2.1.5 Tendances.....	11
2.2 Le bouleau blanc.....	12
2.2.1 Caractéristiques générales.....	12

2.2.2	Aspects économiques.....	13
2.2.3	Anatomie.....	14
2.2.3.1	La structure macroscopique.....	15
2.2.3.2	La structure microscopique.....	16
2.2.4	Le bouleau blanc comme matière première de produits fluff.....	16
2.3	Pâtes fluff à partir de BCTMP.....	19
2.3.1	Généralités.....	19
2.3.2	Les pâtes BCTMP d'épinette.....	21
2.3.3	Les pâtes BCTMP de feuillus.....	23
2.3.4	Le procédé de mise en pâte BCTMP pour produits fluff.....	25
2.4	La technologie de production de BCTMP pour produits fluff.....	25
2.4.1	BCTMP fluff à Temcell (Québec, Canada).....	26
2.4.2	BCTMP fluff à Skoghall Mill (SCA, Suède).....	27
2.4.3	BCTMP à Ostrand Mill (SCA, Suède).....	28
2.4.4	BCTMP à Millar Western Pulp Ltd (Alberta, Canada).....	29
2.4.5	BCTMP fluff à Donohue Matane (Québec, Canada).....	32
2.5	Études sur la mise en pâte de bouleau.....	34
2.5.1	Études antérieures.....	34
2.5.2	Résumé des conclusions.....	35

2.6	Tableaux 2.1 à 2.7.....	37
2.7	Figures 2.1 à 2.2.....	44
3.	THÉORIE DE LA MISE EN PÂTE CTMP DES FEUILLUS.....	46
3.1	Aspects chimiques.....	46
3.1.1	Les mécanismes d'imprégnation.....	46
3.1.2	Caractéristiques anatomiques de bois feuillus.....	48
3.1.3	Généralités sur la composition chimique des feuillus.....	49
3.1.4	Les réactions chimiques pendant le prétraitement avec NaOH.....	52
3.1.5	Les réactions chimiques pendant le prétraitement avec Na ₂ SO ₃	55
3.1.6	La combinaison des deux : NaOH + Na ₂ SO ₃	59
3.1.7	L'importance et l'action du supergonflement.....	60
3.1.8	Les effets du prétraitement chimique sur la blancheur.....	62
3.1.9	Conclusions sur les aspects chimiques.....	63
3.2	ASPECTS MÉCANIQUES.....	64
3.2.1	L'action du raffineur.....	64
3.2.2	Les effets du défibrage et du raffinage.....	65
3.2.3	Les effets du prétraitement thermique.....	67
3.2.4	La combinaison de l'action mécanique avec l'action chimique.....	68

	3.2.5	L'effet des actions combinées sur les fibres.....	69
	3.3	Tableaux 3.1.....	70
	3.4	Figures 3.1 à 3.5.....	71
4		ESSAIS PRÉLIMINAIRES.....	76
	4.1	Introduction.....	76
	4.2	Techniques expérimentales.....	80
	4.2.1	Préparation des copeaux.....	80
	4.2.2.	Préparation des liqueurs d'imprégnation.....	81
	4.2.3	Préparation des pâtes	81
	4.2.4	Méthodologie expérimentale.....	83
	4.2.5	Techniques d'analyse.....	84
	4.3	Résultats et discussion des essais préliminaires.....	85
	4.4	Conclusions sur les essais préliminaires.....	90
	4.5	Tableaux 4.1 à 4.2.....	93
	4.6	Figures 4.1 à 4.22.....	95
5		ESSAIS DÉFINITIFS.....	117
	5.1	Introduction.....	117
	5.2	Techniques expérimentales.....	119
	5.2.1	Préparation des copeaux	119
	5.2.2	Préparation des liqueurs d'imprégnation.....	119
	5.2.3	Préparation des pâtes.....	120

5.2.4	Méthodologie expérimentale.....	121
5.2.5	Techniques d'analyse.....	122
5.3	Résultats et discussions des essais définitifs.....	122
5.3.1	Qualité des pâtes.....	122
5.3.2	L'influence des variables en étude sur les paramètres évalués.....	126
5.3.3	L'analyse des corrélations entre variables.....	130
5.3.4	La comparaison avec d'autres pâtes CTMP de bouleau blanc.....	137
5.4	Conclusions sur les essais définitifs.....	138
5.5	Tableaux 5.1 à 5.2.....	141
5.6	Figures 5.1 à 5.34.....	143
6	OBTENTION ET CARACTÉRISTIQUES DE PÂTES BLANCHIES (BCTMP).....	177
6.1	Introduction.....	177
6.2	Techniques expérimentales.....	179
6.2.1	Préparation des pâtes.....	179
6.2.2	Méthodologie expérimentale	179
6.2.3	Techniques d'analyse.....	181
6.3	Résultats et discussions sur les pâtes BCTMP...	181
6.3.1	Qualité des pâtes.....	181
6.3.2	La comparaison avec d'autres pâtes CTMP de bouleau blanc.....	182
6.4	Conclusions sur les pâtes BCTMP.....	186
6.5	Tableaux 6.1 à 6.6.....	187

6.6	Figures 6.1 à 6.6.....	193
7	CONCLUSIONS.....	204
8	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	209
ANNEXE 1 : L'ANATOMIE ET LA STRUCTURE DU BOIS.....		225
ANNEXE 2 : LE DESIGN EXPÉRIMENTAL (Carré étoilé avec point central).....		237
ANNEXE 3 : RÉSULTATS DE L'ANALYSE STATISTIQUE.....		242

RÉSUMÉ

L'objectif poursuivi dans ce travail est de fabriquer, à partir du bouleau blanc (*Betula papyrifera* March.), une pâte chimico-thermomécanique blanchie (BCTMP) de qualité optimale, laquelle pourrait être utilisée comme pâte fluff. Afin de vérifier la qualité des pâtes de bouleau blanc, des comparaisons ont été effectuées avec des standards de pâte BCTMP d'épinette pour produits fluff. Six procédés de mise en pâte ont été sélectionnés comme essais préliminaires. La pâte de référence (#1) CTMP classique est traitée avec 1,5% de NaOH et 2,5% de Na₂SO₃ pendant 5 minutes à 128 °C. La pâte #2 comprend le trempage des copeaux avec 1,5% de NaOH et 2,5% de Na₂SO₃, (ratio de liqueur/bois de 5:1 à 50 °C durant 5 heures); compression; chauffage durant 5 minutes à 128 °C; raffinage pressurisé en une étape). D'autres pâtes incluent le trempage des copeaux comprimées pendant une demi-heure et raffinage atmosphérique (#3) ou pressurisé (#4). Enfin, une double compression et différentes compositions de liqueur forment les scénarios #5 et #6. L'unité pilote Sunds Defibrator a été utilisée pour la

mise en pâte. A prime abord, la pâte produite selon les conditions du scénario #2, semble appropriée à nos besoins quant à presque toutes les propriétés papetières développées. Aussi, suite à l'optimisation de certaines conditions, l'obtention d'une pâte CTMP de bouleau blanc de caractéristiques papetières acceptables pour être utilisée pour des produits fluff semble également possible. Les essais définitifs ont été faits dans le but d'optimiser les variables de mise en pâte du scénario #2, (temps et température de trempage des copeaux), laissant les autres conditions identiques. Un design expérimental de type carré étoilé avec point central (2 variables et 5 niveaux) a été utilisé. Les niveaux extrêmes de la température et du temps ont été fixés à 22 et 78 °C et 1.5 à 5 heures respectivement. Le trempage des copeaux a été accompli dans des sacs en plastique maintenus dans un bain thermique chauffé à la vapeur directe. Selon cette étude, le système de mise en pâte en deux étapes, (trempage avec 1,5% de NaOH et 2,5% de Na₂SO₃ pendant 3,5 à 4,5 heures à 75-85 °C, puis compression et chauffage à 128 °C durant 5 minutes et raffinage pressurisé), apparaît comme le meilleur scénario pour l'obtention de pâtes CTMP de bouleau blanc de bonne qualité. Par rapport aux pâtes de référence non blanchies, elles présentent: une consommation spécifique d'énergie 30% inférieure, une quantité de matières fines 30%

supérieure, entre 9 et 50% plus de rejets, un volume spécifique semblable, des taux de matières extractibles 20% supérieurs et des résistances physiques inférieures. Le blanchiment au peroxyde d'hydrogène en une étape avec 4% de H_2O_2 a été appliqué sur les pâtes obtenues avec trempage: 78 °C-3 heures, 70 °C-4,5 heures, 50 °C-5 heures et 50 °C-3 heures. Les conclusions suivantes sont mises en évidence: le procédé de blanchiment en une étape, avec 4% de H_2O_2 , est approprié pour obtenir 80% ISO de blancheur; la couleur jaune a été diminuée jusqu'à 50% de sa valeur initiale; la quantité finale (environ 0,5%) de matières extractibles résiduelles dans les pâtes demeure toutefois élevée. Un système de nettoyage efficace devait donc être installé avant le blanchiment. La pâte non blanchie doit avoir environ 550 ml CSF de façon à obtenir les meilleures propriétés papetières requises. En dernière analyse, il ressort que l'obtention d'une pâte BCTMP de bouleau blanc de caractéristiques acceptables pour être utilisée en mélanges pour des produits fluff semble possible. Auparavant, une méthode d'extraction des matériels non désirables de la pâte doit être trouvée.

LISTE DE TABLEAUX

2.1 - Caractéristiques de la pâte initiale et de la pâte fluff.....	37
2.2 - Composition cellulaire du bois de bouleau blanc (<i>Betula papyrifera</i> Marsh.).....	38
2.3 - Dimensions fibreuses du bois de bouleau blanc.....	39
2.4 - Composition chimique du bois de bouleau blanc.....	40
2.5 - Standards de qualité internationaux de BCTMP d'épinette (<i>Picea</i>).....	41
2.6 - Liste des usines de fabrication de pâtes BCTMP pour produits fluff.....	42
2.7 - Caractéristiques du grade fluff de l'usine BCTMP à Ostrand Mill (SCA, Suède).....	43
3.1 - Différences entre l'action sulfonante et alcaline.....	71
4.1 - Normes TAPPI utilisées (méthodes standards).....	93
4.2 - Résultats des essais préliminaires à 550 ml d'indice d'égouttage.....	94
5.1 - Résultats des essais définitifs à 550 ml d'indice d'égouttage.....	141

5.2 - Comparaison entre pâtes CTMP de bouleau blanc.....	142
6.1 - Conditions de prétraitement des pâtes avec DTPA.....	190
6.2 - Conditions expérimentales de blanchiment.....	171
6.3 - Résultats de l'évaluation de la liqueur de blanchiment.....	192
6.4 - Propriétés des pâtes blanchies par rapport aux pâtes non blanchies.....	193
6.5 - Propriétés mesurées sur les pâtes non blanchies et blanchies.....	194
6.6 - Comparaison entre pâtes BCTMP de bouleau blanc....	195
6.7 - Propriétés des pâtes fluff de bouleau blanc.....	196

LISTE DE FIGURES

2.1	- L'effet combiné: superabsorbants-fibres sur l'absorption d'eau.....	44
2.2	- Conditions typiques de fabrication des pâtes CTMP pour produits absorbants.....	45
3.1	- Modèle idéalisé de la distribution des composants dans la paroi cellulaire.....	72
3.2	- Schéma du phénomène de gonflement.....	73
3.3	- Mécanisme probable de la sulfonation de la lignine.....	74
3.4	- Gonflement de la paroi cellulaire de tremble (<i>Populus</i>) avec NaOH.....	75
3.5	- L'effet combiné du Na ₂ SO ₃ avec NaOH sur le bois du bouleau blanc.....	76
4.1	- Usine pilote Sunds Defibrator.....	95
4.2	- Scénarios des essais préliminaires.....	96
4.3	- Évolution de l'indice d'égouttage avec l'énergie spécifique.....	97
4.4	- Consommation d'énergie spécifique à 550 ml d'indice d'égouttage.....	98

4.5	- Observation microscopique de la pâte # 4.....	99
4.6	- Observation microscopique de la pâte # 3.....	100
4.7	- Pourcentage des matières fines à 550 ml d'indice d'égouttage.....	101
4.8	- Observation microscopique de la pâte # 1.....	102
4.9	- Taux de matières extractibles des pâtes #1 à #6.....	103
4.10	- Évolution de la longueur de rupture avec l'indice d'égouttage.....	104
4.11	- Longueur de rupture à 550 ml d'indice d'égouttage.....	105
4.12	- Observation microscopique de la pâte # 2.....	106
4.13	- Indice d'éclatement à 550 ml d'indice d'égouttage.....	107
4.14	- Indice de déchirure à 550 ml d'indice d'égouttage.....	108
4.15	- Évolution du taux de rejets avec l'indice d'égouttage.....	109
4.16	- Taux de rejets à 550 ml d'indice d'égouttage.....	110
4.17	- Observation microscopique de la pâte # 5.....	111
4.18	- Taux de fibres longues (R28) à 550 ml d'indice d'égouttage.....	112

4.19 - Valeur de rétention d'eau à 550 ml d'indice d'égouttage.....	113
4.20 - Main à 550 ml d'indice d'égouttage.....	114
4.21 - Degré de sulfonation des pâtes # 1 à # 5.....	115
4.22 - Observation microscopique de la pâte # 6.....	116
5.1 - Niveaux des variables indépendantes utilisées dans les essais définitifs.....	143
5.2 - Consommation d'énergie spécifique à 550 ml d'indice d'égouttage.....	144
5.3 - Longueur de rupture à 550 ml d'indice d'égouttage.....	145
5.4 - Indice d'éclatement à 550 ml d'indice d'égouttage.....	146
5.5 - Indice de déchirure à 550 ml d'indice d'égouttage.....	147
5.6 - Valeur de rétention d'eau à 550 ml d'indice d'égouttage.....	148
5.7 - Consommation d'alcali (pH final) des différents traitements.....	149
5.8 - Taux de matières fines des pâtes à 550 ml d'indice d'égouttage.....	150
5.9 - Blancheur des pâtes non blanchies à 550 ml d'indice d'égouttage.....	151
5.10 - Main des pâtes à 550 ml d'indice d'égouttage.....	152
5.11 - Taux de rejets des pâtes à 550 ml d'indice	

d'égouttage.....	153
5.12 - Longueur de fibres des pâtes à 550 ml d'indice d'égouttage.....	154
5.13 - Taux des matières extractibles des pâtes obtenues.....	155
5.14 - Sulfonation des pâtes obtenues.....	156
5.15 - Carboxylation des pâtes obtenues.....	157
5.16 - Surface de réponse de la longueur de rupture.....	158
5.17 - Diagramme de contour de la longueur de rupture.....	159
5.18 - Surface de réponse de l'indice d'éclatement.....	160
5.19 - Diagramme de contour de l'indice d'éclatement....	161
5.20 - Surface de réponse de l'indice de déchirure.....	162
5.21 - Diagramme de contour de l'indice de déchirure....	163
5.22 - Surface de réponse de la blancheur.....	164
5.23 - Diagramme de contour de la blancheur.....	165
5.24 - Surface de réponse de la valeur de rétention de l'eau.....	166
5.25 - Diagramme de contour de la valeur de rétention de l'eau.....	167
5.26 - Surface de réponse de l'alcalinité finale des liqueurs.....	168
5.27 - Diagramme de contour de l'alcalinité finale des liqueurs.....	169
5.28 - Surface de réponse du taux de sulfonates.....	170

5.29 - Diagramme de contour du taux de sulfonates.....	171
5.30 - Corrélation entre variables dépendantes à l'étude: degré de sulfonation, rétention d'eau, sulfite résiduel et pH final.....	172
5.31 - Corrélation entre variables dépendantes à l'étude: degré de carboxylation et de sulfonation, rétention d'eau et pH final.....	173
5.32 - Corrélation entre variables dépendantes à l'étude: longueur de rupture, indice de déchirure, degré de sulfonation et rétention d'eau.....	174
5.33 - Corrélation entre variables dépendantes à l'étude: longueur de rupture, indice de déchirure, taux de rejets et indice d'éclatement.....	175
5.34 - Corrélation entre variables dépendantes à l'étude: taux de rejets, blancheur, degré de sulfonation et rétention d'eau.....	176
6.1 - Les coordonnées de couleur L*, a*, b*.....	197
6.2 - Comparaison entre la main des pâtes blanchies, non blanchies et de référence (BCTMP d'épinette).....	198
6.3 - Taux de rejets des pâtes blanchies, non blanchies et de référence (BCTMP d'épinette).....	199

6.3 - Longueur de rupture des pâtes blanchies, non blanchies et de référence (BCTMP d'épinette).....	200
6.4 - Indice de déchirure des pâtes blanchies, non blanchies et de référence (BCTMP d'épinette).....	201
6.5 - Blancheur des pâtes blanchies, non blanchies et de référence (BCTMP d'épinette).....	202
6.6 - Matières extractibles des pâtes blanchies, non blanchies et de référence (BCTMP d'épinette).....	203

LEXIQUE

DCM = dichlorométhane

A/B = alcool - benzène

BCTMP = pâte chimico-thermomécanique blanchie

CTMP = pâte chimico-thermomécanique

RMP = pâte mécanique de raffineur

CRMP = pâte chimico-mécanique de raffineur

R28% = fraction fibreuse retenue par le tamis de 28 mailles du
classificateur Bauer McNett

P200% = fraction fibreuse retenue par le tamis de 200 mailles
du classificateur Bauer McNett

SAP = matériaux superabsorbants

Na_2SO_3 = sulfite de sodium

NaOH = hydroxyde de sodium

H_2O_2 = peroxyde d'hydrogène

DTPA = diéthylène triamine penta acétate de sodium

LM = lamelle mitoyenne (voir ANNEXE 1)

P = paroi cellulaire primaire (voir ANNEXE 1)

S = paroi cellulaire secondaire (voir ANNEXE 1)

S_1 = couche externe de la paroi cellulaire secondaire

S_2 = couche interne de la paroi cellulaire secondaire

T = paroi cellulaire tertiaire (voir ANNEXE 1)

L = longueur de fibre

D = diamètre de fibre

T = température, °C

t = temps, min

bms = sur base de matière sèche

WRV = valeur de rétention d'eau, %

IE = indice d'éclatement, kPa m²/g

LR = longueur de rupture, km

ID = indice de déchirure, Nm m²/g

CSF = indice d'égouttage

L* = luminosité

a* = indice de la couleur rouge-vert

b* = indice de la couleur bleu-jaune

ns = statistiquement non significatif

INTRODUCTION

1.1 OBJECTIF

L'objectif poursuivi dans ce travail est de fabriquer, à partir du bouleau blanc, une pâte chimico-thermomécanique blanchie (BCTMP) de qualité optimale, laquelle pourrait être utilisée comme pâte fluff.

1.2 JUSTIFICATIONS

Les raisons qui ont motivées ce travail de recherche sont les suivantes:

1 - L'abondance de cette matière première:

Les ressources forestières du Québec sont constituées de 25 % d'essences feuillues. Certaines de ces essences sont sous-

exploitées du fait que l'industrie forestière s'approvisionne d'essences résineuses à près de 90 %.

Si les prévisions d'une augmentation de 40 % de la demande se matérialisent pour l'année 2000, le Québec devra faire face à une réelle pénurie d'essences résineuses d'où une plus grande utilisation de ses essences feuillues, dont le bouleau constituant 576 millions de mètres cubes annuellement disponibles.

Actuellement, le tremble est l'essence la plus utilisée lors de la mise en pâte mécanique, et ce, à cause de sa faible densité et de ses parois cellulaires relativement minces.

2 - La nécessité de développer de nouveaux produits et ce en parallèle avec la production du papier journal:

De la production totale canadienne de papier, le papier journal y est pour 60 % tandis que les produits sanitaires se situent à 3,2 %. Entre 1984 et 1990, il a été estimé que le marché de pâte fluff en Europe de l'Ouest s'est accru, annuellement, de 761 000 à 980 000 tonnes métriques. Dans ces pays, la demande de produits à base de pâte fluff, tels que les couches, est très liée à l'augmentation de la population. Le taux de croissance de l'utilisation des pâtes fluff, en

Amérique du Nord et en Europe, a été le double de celui des pâtes de grade papier.

3 - L'absence de données techniques sur le sujet:

Il est connu que les feuillus ont été incorporés dans les produits fluff sous forme de pâte Kraft. Il n'existe que peu de références sur les pâtes fluff à partir de pâtes BCTMP de feuillus, sauf le BCTMP de tremble, lequel n'est pas la matière première la plus appropriée quant aux besoins de ce type de produits.

GÉNÉRALITÉS

2.1 LES PÂTES FLUFF

2.1.1 Définition

Pâte, habituellement pâte Kraft (grade papier), qui est vendue en rouleaux ou en ballots pour "fluffing". Elle est incorporée comme matériel absorbant dans les couches jetables pour bébés, serviettes sanitaires , produits pour les problèmes d'incontinence chez les adultes, bandes absorbantes, etc.

2.1.2 Histoire

En 1940, dans les hôpitaux suédois, en raison de la pénurie, le coton est remplacé par des papiers crêpés, puis par la première génération de pâtes fluff fournies par des sociétés produisant des pâtes de dissolution (1).

Très vite, pour des raisons économiques, elles sont supplantées par la deuxième génération de pâtes fluff, développées à partir de pâtes papetières sulfates et sulfites. À partir des années 70, l'explosion du marché des produits d'hygiène à usage unique permet au fluff de faire un véritable bond en avant pour atteindre, en 1976, une production mondiale d'environ 2 millions de tonnes.

Avec les années 80, est apparue la troisième génération de pâtes fluff. Le processus de fabrication a été spécialement étudié d'un bout à l'autre de la chaîne de production pour satisfaire au maximum les exigences des utilisateurs de fluff.

Parallèlement à cette transformation de la matière première, on a assisté à une évolution des produits finis et des besoins: le change complet a progressivement remplacé la couche classique, les produits d'hygiène féminine se sont affinés, devenant ainsi de plus en plus discrets (à noter, le développement des produits en sachet individuel). Le marché des culottes pour incontinence, quant à lui, connaît des débuts difficiles, principalement dus à des raisons psychologiques, mais commence à se développer.

En outre, pour chaque type d'articles, on assiste à une diversification croissante des produits. Si les premières

couches et les premières serviettes étaient semblables dans leur structure, les produits actuels sont différents les uns des autres.

Le matériel a donc lui aussi subi d'importantes transformations et , tout naturellement, les producteurs de pâtes ont créé des gammes pour répondre aux différents besoins des fluffeurs.

2.1.3 Caractéristiques générales

Présentement, le marché des pâtes fluff est dominé par celui des pâtes Kraft. En Europe, 70 % du volume est composé de pâte Kraft. En Amérique du Nord et au Japon, le pourcentage est encore plus élevé.

La pâte fluff est produite principalement à partir de pâte Kraft blanchie en utilisant des conifères (pins ou épinettes). Le coût est un peu plus élevé que celui de la pâte de grade papier, surtout à cause de l'emballage. Quelques usines de pâtes sulfiteuses pour dissolution fabriquent des pâtes fluff. Actuellement, la pâte BCTMP s'emploie aussi.

Pour être utilisée comme pâte fluff, la pâte doit posséder de bonnes propriétés d'absorption d'eau; c'est-à-dire une grande capacité de retenir l'eau et une grande vitesse de pénétration. Une haute tension superficielle, entre la matière fibreuse et le liquide à être absorbé, aide à assurer une grande capacité d'absorption (2).

Du côté des propriétés physiques, la pâte doit montrer un volume spécifique élevé, un bas pourcentage de résine résiduelle et, de plus, doit avoir une moindre résistance du matelas fibreux (3).

Une synthèse des caractéristiques de la pâte initiale et de la pâte fluff apparaît dans le tableau 2.1.

La pâte fluff est commercialisée en rouleaux ou en ballots et envoyée aux usines de produits sanitaires où les feuilles sont désintégrées en fibres individuelles pour donner les produits finaux.

2.1.4 Aspects économiques

Les couches jetables pour bébés comme les produits pour incontinence peuvent constituer une affaire avantageuse pour certaines usines.

Entre 1984 et 1990, par exemple, une croissance de 761 000 à 980 000 tonnes était estimée pour le marché de la pâte fluff en Europe occidentale. Les couches pour bébés, qui composaient 81 % de la production de pâte fluff jusqu'à 1985, ont diminué à 75 % et le pourcentage des produits pour incontinence ont augmenté de 8 % à 13 %. Les serviettes sanitaires utilisent à peu près 15 % de la pâte fluff en 1992 (4).

La demande de couches jetables est liée à l'augmentation de la population, car la pénétration du marché par le matériel jetable est très élevée dans la plupart de ces pays.

La vitesse de croissance de la demande des pâtes fluff, dans l'Amérique du Nord et l'Europe, a doublé comparativement à celle des pâtes de grade papier.

En 1983, la Compagnie Data Ressources Inc. a estimé que la consommation de fluff dans l'Amérique du Nord était de 820 000 tonnes et la consommation totale mondiale de 1.8 millions de

tonnes. En 1987 la consommation en Amérique du Nord était de 900 000 tonnes, en Europe de 1 million de tonnes, en Amérique latine, Asie et Océanie 400 000 tonnes (1).

Dans les années 70, le marché de pâtes fluff a augmenté de 20 % par année, en 1985 de 8% et aujourd'hui, on parle d'environ 2-3 % par année. En 1992, la consommation mondiale est de 2,5 millions de tonnes par année. Le marché a triplé dans une période de 10 ans. Il y a beaucoup de motifs pour lesquels le marché des pâtes fluff est attrayant.

Dans certains pays d'Europe occidentale, le marché des couches jetables est en voie d'atteindre sa limite (on estime une croissance de 4 % en Europe et de 2-3 % en Amérique du Nord). D'autres régions sont à développer, où la pénétration du marché demeure très faible. On parle de l'Asie, l'Amérique latine, le Moyen orient, et l'Europe de l'Est (5).

Dans le cas de la Scandinavie, la vitesse de croissance de la demande est en dessous de 5 %, mais dans d'autres pays comme l'Angleterre et l'Espagne, elle dépasse 10 %. La pénétration du marché dans ces pays se situe à 10 %, tandis que pour la Scandinavie elle tend vers 100 % (6).

Actuellement, la plus grande opportunité de marché est celle des produits pour les problèmes d'incontinence chez les adultes qui représentent maintenant 10 % du marché total des pâtes fluff. Son potentiel approche celui des couches pour bébés. Sa vitesse de croissance s'estime à 10 % par année. Cependant, c'est un marché très difficile, à cause de la spécificité de ce produit. Plusieurs variétés sont nécessaires afin de résoudre les divers problèmes d'incontinence. Comparativement aux couches pour bébés, la production devient plus complexe.

Les usines de la Scandinavie ont tendance à mieux utiliser leurs ressources limitées de bois, en fabriquant des grades de papier avec une haute valeur ajoutée. L'offre de la pâte fluff sera probablement à la baisse. Il est difficile de faire une estimation du marché, parce qu'il n'y a pas beaucoup de données publiées sur la production de pâte fluff et, de plus, quelques usines ne dévoilent pas leur capacité.

2.1.5 Tendance

La tendance future s'oriente vers un marché des couches dites "minces" (thin), donc les caractéristiques demandées aux pâtes de grade absorbant changeront (7, 8).

Il est plus difficile de fabriquer un produit de ce type avec un bas grammage qu'un de haut grammage. On rencontre beaucoup plus de problèmes avec l'absorption initiale, la distribution du liquide et la résistance du matelas fibreux. Une réduction du grammage initial de 25 % fait diminuer la résistance du matelas à 40 % (5).

Pourtant, les couches minces offrent plusieurs avantages tels que la réduction du coût d'emballage, du transport et d'espace de stockage. Dans ces cas, les pâtes fluff mélangées avec des matériaux superabsorbants sont employées. Par conséquent, les développements à faire dans le domaine des pâtes fluff sont:

- 1- Optimiser l'absorption du matériel pour que les pâtes se conforment aux exigences des couches minces.
- 2- Améliorer la capacité d'absorption des fibres cellulosiques afin de créer une concurrence aux matériaux superabsorbants.

2.2 LE BOULEAU BLANC (*BETULA PAPYRIFERA* MARSH.)

2.2.1 Caractéristiques générales

Nom latin = *Betula papyrifera* Marsh

Noms courants = bouleau blanc (white birch), bouleau à papier (paper birch)

Le nom générique *Betula* dérive du mot celtique *betu* qui signifie "briller", "reluire", et fait ainsi référence à l'écorce blanche de cet arbre. Le nom *papyrifera* vient du grec *papyros* qui signifie "papier"; il évoque l'écorce, mince comme du papier, qui pèle facilement. Toutes les espèces de bouleaux n'ont pas l'écorce blanche, mais la majorité présente cette fine texture.

Les bouleaux se retrouvent dans toutes les régions tempérées et arctiques de l'hémisphère boréal. Le genre comprend environ cinquante espèces d'arbres et arbustes dont dix sont indigènes du Canada. Le bouleau est une essence pionnière ayant besoin d'énormément de lumière. Il se présente en grand nombre sur les sites ouverts et perturbés après un feu de forêt, une coupe à blanc, un défrichement, etc. Sa durée de

vie, relativement courte, est de 100 à 150 ans. Le bouleau à papier est très répandu au Québec (9).

2.2.2 Aspects économiques

À cause des aspects économiques intéressants des ressources forestières au Québec, et de l'abondance due à leur capacité de renouvellement, certains pensent qu'il faut les exploiter au maximum (10). L'industrie des pâtes et papiers est la principale industrie qui utilise les ressources forestières du Québec, comprenant ainsi 4,5 % des revenus du produit brut provincial. Le coût des matières premières fibreuses est plus élevé que celui des États-Unis, son principal compétiteur, à cause de ses moindres rendements et des taux de croissance plus lents. Compte tenu de la très grande utilisation des bois de conifères, ces ressources traditionnelles sont de plus en plus éloignées et dispersées, faisant ainsi augmenter les coûts.

Les ressources forestières du Québec sont constituées par presque 25% d'essences feuillues. Ces essences sont sous-exploitées au Canada, car l'industrie forestière s'approvisionne d'essences conifères à peu près dans 90 % des cas. Si les estimations d'une augmentation de 40% de la demande

se matérialisent d'ici l'an 2000, le Québec devra faire face à une réelle pénurie des essences conifères et devra utiliser ses essences feuillues.

Le bouleau blanc représente presque 33% du volume du marché brut de feuillus dans les terrains accessibles; c'est l'essence la plus répandue (à peu près 4 milliard de m³). Le 15% qui reste est constitué de peupliers (tremble), érables, etc. Les essences de peupliers sont plus utilisées dans les procédés de mise en pâte de type mécanique, à cause de leur faible densité et de leurs parois cellulaires relativement minces. L'utilisation d'autres essences feuillues dans ce type de procédé est rare.

Étant donné l'affaiblissement des ressources fibreuses, le Canada se doit de faire une bonne utilisation de toutes celles-ci. C'est la raison pour laquelle le bouleau blanc a été choisi comme matière première pour cette étude.

2.2.3 Anatomie

Les différentes essences de *Betula* ne peuvent pas être séparées avec certitude sur la base de caractéristiques anatomiques. On peut seulement dire que les essences *Betula*

lenta et *Betula alleghamiensis* sont plus denses et plus résistantes que les autres: *Betula Migra*, *Betula papyrifera*, *Betula populifolia* (11).

2.2.3.1 La structure macroscopique

L'aubier de cette essence est blanchâtre, tandis que le coeur (la partie intérieure) est brunâtre. Ce bois ne possède aucune odeur particulière. Le bois est de modérément jusqu'à très lourd (0,45-0,60 kg/m³ pour le bois vert; 0,55-0,71 kg/m³ pour le bois sec à 100%), et de modérément jusqu'à très dur.

Fréquemment les anneaux de croissance ne peuvent pas se distinguer sans loupe. Le grain est droit et la porosité est diffuse. On peut distinguer aussi une fine ligne de tissu fibreux plus dense au bord extérieur et habituellement des pores plus petits dans la partie correspondant au bois d'été de l'anneau de croissance. Les pores se voient comme des points blancs à l'oeil nu. De grandeur semblable et dispersés uniformément à travers les anneaux de croissance, ils sont solitaires, en groupements de deux ou plus. Le parenchyme n'est pas visible à l'oeil nu. Les rayons sont fins et, en général, invisibles.

2.2.3.2 La structure microscopique

Les vaisseaux, rares ou moyennement nombreux, sont classés de petits à moyens avec des perforations planes et de forme scalaire. Les ponctuations intervasculaires sont ovales et minuscules (2 à 4 microns de diamètre) comportant des orifices fréquemment confluent. Le parenchyme apotrachéal est diffus et en agrégats, paratrachéal et marginal.

Les fibrotrachéides sont limitées par des parois minces jusqu'à modérément grosses. Les rayons, homocellulaires, se présentent en séries de 1 à 5. Les ponctuations radiales des vaisseaux sont de même type que les ponctuations intervasculaires.

La composition cellulaire, les dimensions et la composition chimique du bois de bouleau blanc sont présentés aux tableaux 2.2, 2.3 et 2.4 respectivement.

2.2.4 Le bouleau blanc comme matière première de produits fluff

Même s'il existe des différences entre les données bibliographiques, ce bois est modérément dense, avec des

éléments fibreux en grand nombre. De plus, la longueur de fibre (1,5 mm) est élevée pour un bois feuillu (par exemple, la plupart des eucalyptus utilisés par l'industrie des pâtes et papiers ont des longueurs de fibre d'environ 0.9 à 1.1 mm).

En ce qui concerne les éléments non fibreux, on ne peut savoir d'avance leur contribution au matériel fin à cause des différences trouvées dans les données bibliographiques. Il est possible que les éléments de vaisseaux soient brisés dépendamment de la quantité d'action mécanique appliquée. Une augmentation de la fraction des fines en résulterait à cause de la faiblesse de leurs parois (très minces, ainsi qu'une très grande quantité de petites ponctuations). Il est certain que toutes les cellules de parenchyme vont apparaître aussi dans les fines.

Du point de vue de la composition chimique, la proportion des hémicelluloses est élevée, ce qui est très positif pour le raffinage et le gonflement; par contre, la proportion élevée des substances extractibles ajoute un effet négatif pour n'importe quel procédé de mise en pâte. La composition qualitative des matières extractibles est aussi très importante. La bibliographie nous indique une proportion de 30 à 37 % de matières insaponifiables dans la résine nonvolatile de *Betula papyrifera* (la plupart, β sitosterol et β sitosferol,

probablement estérifiés avec des acides gras, esthers à longue chaîne et alcools de haut poids moléculaire) (15). L'éventualité d'un effet négatif dû aux substances extractibles résiduelles est prévisible. Ces matières ne pourront être enlevées de la pâte avec l'action alcaline.

En ce qui a trait aux propriétés de résistance, les différences trouvées par divers chercheurs entre la réponse du bois de tremble et celle du bouleau, peuvent être attribuées aux caractéristiques des fibres de bouleau (haute rigidité) lesquelles ne répondent pas d'une façon adéquate aux besoins des papiers d'impression. Les traitements conventionnels ne permettent pas l'obtention de hautes résistances (haut degré de liaison interfibre) avec une faible consommation d'énergie.

Par contre, les spécifications des pâtes fluff sont très différentes. Elles nécessitent un grand volume spécifique, une grande absorbance et un bas pourcentage des fines (16). Des avantages peuvent être tirés de l'espèce en étude.

Ses caractéristiques principales sont:

1- Grande longueur de fibres et rigidité par rapport au tremble, ce qui est très important pour la main.

2- Grande épaisseur de paroi et haute quantité d'hémicellulose, ce qui est nécessaire pour obtenir une haute absorption d'eau.

3- Faible quantité de lignine et moyenne quantité de matières extractibles.

En général, le bouleau est facile à blanchir, et la réversion est peu élevée.

2.3 Pâtes fluff à partir de BCTMP

2.3.1 Généralités

Les pâtes fluff qui ont été autrefois les pâtes fluff du futur, sont les pâtes fluff d'aujourd'hui. L'évolution technologique a amélioré considérablement les spécifications de repulpabilité et d'absorption, l'élimination du goût et de l'odeur ainsi que la diminution du niveau des furannes. En Europe, ces modifications ont favorisé l'utilisation des BCTMP de conifères dans la fabrication des produits absorbants de remplissage (17).

Les pâtes fluff BCTMP peuvent être considérées comme une alternative aux produits absorbants. Eventuellement, elles remplaceront presque toute la pâte chimique dans les couches pour bébés, serviettes sanitaires et produits pour incontinence. En Scandinavie, déjà 50-85 % de BCTMP composent ces produits (18).

Un des éléments intéressants est le bas coût de ces pâtes. Dans le cas des couches, la pâte représente 25-30 % du coût et 15-20 % dans les serviettes sanitaires. La pâte fluff BCTMP peut se vendre en rames ou en ballots. Le coût d'achat en ballot est environ 10 % plus bas qu'en rame, laquelle est, en général, 6-8 % plus abordable que la pâte fluff chimique. En ce qui concerne la qualité, les deux types sont semblables (19). Dans le domaine des produits pour incontinence, les pâtes BCTMP ont obtenu la plus grande pénétration de marché en Europe occidentale.

Présentement, la pâte fluff BCTMP est produite à partir de 100 % d'épinette ou de pins originaires du sud des États-Unis. Elle peut également se fabriquer à partir de tremble mais, jusqu'à maintenant, les feuillus ne sont pas utilisés au niveau industriel.

2.3.2 Les pâtes BCTMP d'épinette

Les pâtes BCTMP montrent quelques avantages par rapport aux pâtes chimiques tels que (20 - 23) :

- 1- Elles sont plus faciles à défibrer et leur consommation d'énergie est moindre (20 % de moins que les pâtes chimiques).
- 2- Elles possèdent de bonnes propriétés de rétention d'eau, une haute compressibilité et rétention de liquide sous charge, à cause d'un haut volume spécifique (Bulk). Par conséquent, ces pâtes possèdent un grand degré d'ouverture de pore à l'état humide.
- 3- Compte tenu de leur grande proportion de fibres longues (65-70 % R48 mailles), une bonne résistance du matelas fibreux s'obtient, presque identique à celle des pâtes chimiques. Cet aspect est très important, surtout dans les produits de grande dimension comme ceux conçus pour les problèmes d'incontinence. Par contre, ses principales limites sont la blancheur et la réversion.

Les fibres BCTMP sont fortes et flexibles et le niveau de matières extractibles dans le dichlorométhane (D.C.M.) de la

pâte est d'environ 0.04 à 0.08 %, ce qui convient très bien pour la fabrication des produits absorbants.

D'autre part, leur rigidité est suffisamment grande pour maintenir l'eau, même lorsque le matelas se trouve sous pression.

La nouvelle technologie permet d'obtenir des blancheurs de 80-81 % ISO. La différence la plus importante entre les fluff BCTMP d'épinette et les fluff chimiques est la couleur. À un même niveau de blancheur, les fluff BCTMP paraissent plus jaunes, ce que ne plait pas toujours aux consommateurs.

Les résultats d'indice d'égouttage pour une pâte BCTMP d'épinette se situent entre 500 et 700 ml. La capacité d'absorption de ces pâtes est à peu près 10-12 grammes d'eau par gramme de pâte, donc semblable à celle des pâtes chimiques (19).

Des similarités se remarquent également dans la vitesse d'absorption et l'habileté pour retenir le liquide (24). Les fines sont nocives pour la vitesse d'absorption, principalement parce qu'elles produisent une diminution de la microporosité. C'est une des raisons pour laquelle la quantité de fines doit être maintenue au niveau le plus bas possible. Une autre raison

est la quantité de poussière qui est générée au moment de la défibration du matériel sec (fluffing).

Une autre chose de très importante dont il faut tenir compte est que les fibres doivent maintenir leurs propriétés hydrophiles pendant l'entreposage.

Les standards de qualité internationaux de BCTMP d'épinette sont présentés au tableau 2.5 (25).

2.3.3 Les pâtes BCTMP des feuillus

La tendance du marché mondial des pâtes s'oriente vers les grades de feuillus. Les BCTMP des feuillus montrent des attributs semblables aux BCTMP des résineux et quelques avantages comme: plus haute blancheur, moindre réversion et moindre niveau des matières extractibles.

Le domaine des couches jetables semble entreprendre une période de modifications, avec une utilisation accrue de superabsorbants et une quantité moindre de fibres (5 à 8 % de ces superabsorbants peuvent remplacer à peu près 20-25 % des fibres). L'idée que des couches minces peuvent absorber la même quantité que des couches épaisses est, semble-t-il, acceptée.

Il est possible que l'on continue à ajouter plus de superabsorbants (SAP) et moins de fibres. La figure 1 présente l'effet combiné SAP-fibres sur l'absorption d'eau (26).

L'intégrité du matelas d'une pâte fluff BCTMP sous conditions d'opérations optimales peut se comparer à celle d'une pâte fluff chimique. Dans le futur, si l'utilisation d'une moindre quantité de fibres pour l'absorption se réalise, l'intégrité du matelas pourrait se maintenir avec l'incorporation d'autres matériaux, comme des fibres synthétiques (par exemple, le Dacron). De cette façon, il devient possible d'utiliser des matériaux fibreux avec peu d'intégrité, ce qui crée une ouverture pour l'utilisation des BCTMP de feuillus pour la production de pâtes fluff (27).

De plus, l'expérience démontre que le niveau de blancheur est l'une des principales causes de la résistance à procéder au changement. Mais, un mélange à 30 % de BCTMP de feuillus et 10 % BCTMP de résineux peut être blanchi jusqu'à 84-85 % ISO. Ce mélange s'avère plus blanc que la pâte d'épinette seule et peut maintenir l'intégrité du matelas. Ainsi, ce produit pourrait être accepté dans le marché à cause de son aspect vraiment blanc.

2.3.4 Le procédé de mise en pâte BCTMP pour produits fluff

On présente à la figure 2.2 un diagramme en blocs des conditions typiques de fabrication des pâtes CTMP pour produits absorbants (28).

L'imprégnation des copeaux de résineux avec du Na_2SO_3 dans un milieu alcalin, avant le chauffage et le raffinage, aide à la diminution de la quantité des matières extractibles. L'utilisation de produits séquestrants pour désactiver les métaux lourds du bois est possible. Avec cette combinaison, la pâte peut être blanchie à 75-80% ISO.

Un ajout de substances tensioactives dans le raffineur est également possible afin de diminuer la quantité de matières extractibles lorsque nécessaire.

2.4 LA TECHNOLOGIE DE PRODUCTION DE BCTMP POUR PRODUITS FLUFF

La présente section traite des aspects descriptifs de quelques usines fabriquant des pâtes fluff afin d'apporter des exemples sur la technologie existante.

La liste des usines de fabrication de pâtes BCTMP pour produits fluff est présenté au tableau 2.6 (29).

2.4.1 BCTMP fluff à Temcell (Québec, Canada)

Quelques conditions de conception sont exclusives pour cette entreprise (30). Elles ont été incluses dans le but de supporter quelques limites historiques des pâtes à haut rendement telles que des rejets, des matières extractibles, la blancheur, etc.

Les différences technologiques dans ce cas sont:

- Deux étapes d'imprégnation chimique; ce qui a comme résultats un très bas niveau de rejets, une bonne résistance physique et une distribution des fibres.
- Deux étapes de blanchiment accompagnées de trois étapes de lavage; ce qui permet d'augmenter la blancheur et de diminuer la réversion.
- Deux étapes de séchage à basse température permettant de diminuer la réversion et faciliter la remise en suspension.

Les caractéristiques de la pâte finale sont:

- Haut niveau de propreté, c'est-à-dire un bas taux de rejets et de matières extractibles (ce qu'élimine les problèmes de poix et améliore l'absorption).
- Haut volume spécifique et rigidité, à cause des fibres de type "tube" (sans aplatissement comme les fibres Kraft).
- Blancheur de 80 % ISO, avec une possibilité de réversion de 5 points dans le cas de BCTMP d'épinette.

2.4.2 BCTMP fluff à Skoqhall Mill (Billerud AB, Suède)

L'usine a une production de 150 tonnes/jour de BCTMP pour la fabrication des produits fluff (28).

Après le préétuvage atmosphérique et l'imprégnation avec 3 % de Na_2SO_3 , les copeaux sont préchauffés et raffinés dans un raffineur RLP de 58 pouces pour obtenir un indice d'égouttage de 600-700 ml avec une consommation d'énergie spécifique de 900-1000 kwh/tonne sèche à l'air. La pâte est lavée, blanchie avec du H_2O_2 et séchée en forme de rouleaux dans une machine à papier.

2.4.3 BCTMP à Ostrand Mill (SCA, Suède)

Le système de mise en pâte est composé de plusieurs constituants : laveur de copeaux, imprégneur, réservoir de préchauffage et deux raffineurs pressurisés à double disques RSB 1300 (une étape), mais fonctionnant en parallèle (28). La pâte déchargée est entreposée dans un réservoir pour l'enlèvement de la latence. Ensuite, elle est épurée et nettoyée avec la pâte de rejets raffinés et finalement elle est épaissie.

Le système de blanchiment est nouveau. La pâte qui sort de l'étape d'épaississement aboutit dans une presse qui enlève de l'eau jusqu'à 45 % de solides. Après l'addition de H_2O_2 et d'autres produits chimiques auxiliaires dans un mélangeur, elle est déchargée dans la tour de blanchiment. Une deuxième presse effectue un nouvel épaississement jusqu'à 45-50 % avant le séchage par atomisation. La liqueur usagée qui est extraite dans cette étape est recyclée au système de blanchiment, ce qui diminue les besoins de H_2O_2 pour un niveau donné de blancheur. Cette usine fabrique du papier tissu.

Les caractéristiques du grade fluff sont présentées dans le tableau 2.7.

2.4.4 BCTMP à Millar Western Pulp Ltd (Alberta, Canada)

Cette usine utilise le procédé APMP (peroxyde alcalin) au lieu d'utiliser du sulfite (31 - 33). La clef de son procédé est de travailler avec plus de produits chimiques et moins d'action mécanique.

La production totale est de 210 000 tonnes de pâte par année comprenant deux lignes de fabrication de pâtes, les haut et bas degrés d'égouttage.

La première ligne (haut degré d'égouttage) produit des pâtes de grades tissu et fluff à partir de 100 % de résineux (épinette, pin gris). La deuxième ligne produit des pâtes de grade impression-écriture comprenant 75 à 100 % de feuillus (tremble).

À partir du dépôt, les copeaux sont dirigés au moyen d'un transporteur jusqu'à un système de classification par épaisseur. Les copeaux dont l'épaisseur dépasse 8 mm vont de nouveau au déchiquetage et les particules fines sont brûlées aux chaudières. Après un préchauffage atmosphérique à la vapeur, les copeaux sont lavés, essorés, vaporisés de nouveau et conduits à une vis d'alimentation de haute compression pour s'imprégner avant le raffinage.

L'imprégnation en plusieurs étapes, en combinaison avec les vis de haute compression, assure un traitement chimique approprié. Il existe sept raffineurs HYMAC HD60 pour les deux lignes de raffinage. Tous les raffineurs sont équipés de moteurs de 12000 HP. Tout d'abord, la pâte est transportée au système d'épuration HOOPER en deux stages (tamis) et, par la suite, au système d'hydrocyclones CELLECO .

La ligne I possède également un tamis de fines KAMYR travaillant à consistance moyenne pour extraire des fines, un système d'épaississement, un mélangeur de pâte, une vis d'alimentation et un lessiveur. Le but est d'accomplir le traitement chimique des fibres longues et rigides afin de produire des fibres plus flexibles, de meilleure qualité et à haut niveau d'indice d'égouttage (tous les équipements proviennent d'HYMAC). Les rejets sont traités chimiquement puis raffinés, alimentant ainsi les lignes I ou II dépendamment des besoins.

Suite aux étapes de tamisage et d'épuration, la pâte recueillie est stockée dans une tour. Le lavage de la pâte s'effectue grâce à une presse à vis MTUNE qui comporte une région de lavage et offre la possibilité d'ajouter de l'eau de dilution dans le milieu. Le lavage diminue les matières

extractibles et augmente la stabilité de la blancheur. Dans les deux lignes, il y a un total de dix presses.

Le blanchiment utilise un procédé conventionnel avec des presses de lavage après chaque étape de blanchiment. Les blancheurs obtenues sont de 80 % ISO pour la ligne II.

Puis, la pâte est épaissie à 50 % de consistance avec des rouleaux-jumeaux INGERSOLL-RAND et, par la suite, envoyée aux désintégrateurs à sec à disques SUNDS-DEFIBRATOR RP-42. Ces appareils fonctionnent comme de petits raffineurs avec une action de brossage pour améliorer la séparation.

Avant de passer au système de séchage par atomisation à deux étapes, la pâte est préchauffée légèrement. Ce système a un temps de rétention plus long à cause des températures plus basses qu'il utilise. Cette action a comme conséquences une plus grande facilité de défibrage et une faible réversion de la blancheur. La température d'opération des sècheurs dans la première étape est de 225 °C et de 160 °C dans la deuxième étape, avec un temps total de rétention de 60 secondes incluant le temps de refroidissement du cyclone avant le pressage. Ces températures assurent une perte maximale de blancheur de 0.5 % ISO. Le refroidissement de la pâte avant le pressage a pour effet une augmentation de la résistance aux changements pendant

le stockage conservant ainsi la qualité de départ. La pâte est séchée jusqu'à 75 % dans la première étape et présente une siccité de 87 % dans la deuxième étape.

Finalement, il y a trois presses SUNDS pour alimenter deux lignes d'emballage (ballots).

2.4.5 BCTMP fluff à Donohue Matane (Québec, Canada)

Cette usine offre une capacité de conception de 640 tonnes. La matière première comprend 100 % de copeaux provenant de scieries qui effectuent la première classification (34). Depuis les étapes de classification et lavage, les copeaux sont transportés jusqu'à un silo d'étuvage, puis envoyés aux réservoirs de vaporisation atmosphérique où ils restent environ 30 minutes.

Par la suite, les copeaux sont dirigés vers le lessiveur, où ils sont imprégnés avec 3-4 % de sulfite de sodium. Ils sont conduits aux deux raffineurs pressurisés (en parallèle) par des vis d'alimentation. Ils passent par une étape de lavage interétape et un deuxième raffinage également pressurisé. Lors du lavage, la pâte est débarrassée de la plupart de la liqueur résiduelle et des matières extractibles.

Les raffineurs secondaires se déchargent dans deux réservoirs séparés pour l'enlèvement de la latence.

Chacun des raffineurs HYMAC à disque simple mesure 64 pouces (163 cm) et les moteurs sont de 9000 kW.

Chaque ligne de pâte possède deux étapes primaires d'épuration. Pour assurer une plus grande qualité de pâte, une attention particulière est apportée à la réduction maximale de la quantité présente de bûchettes et de fines. La partie acceptée du tamisage est envoyée directement aux hydrocyclones. Les rejets du tamisage et des épurateurs vont au système de manipulation des rejets avec deux raffineurs de 9000 kW fonctionnant en parallèle, suivi d'une étape additionnelle de tamisage et d'épuration. La fraction acceptée est ajoutée aux lignes principales du procédé.

La résistance de la pâte est contrôlée par son fractionnement, le raffinage des fibres ainsi que la main, l'opacité et la rigidité.

Par la suite, les pâtes fractionnées de chaque ligne principale sont épaissies et alimentées aux tours de blanchiment avec H_2O_2 . Le traitement est fait à contre-courant,

en deux étapes et avec lavage interétape. La blancheur finale est de 80 % ISO.

La pâte blanchie contenue dans les réservoirs de stockage à haute consistance est amenée vers les unités de séchage par atomisation (2 étapes). Après le refroidissement, elle est comprimée avec des presses SUNDS DEFIBRATOR puis envoyée à la ligne d'emballage (ballots) où la pâte pressée est pesée avant le stockage et le transport.

2.5 ÉTUDES SUR LA MISE EN PÂTE DE BOULEAU

2.5.1 Études antérieures

Bien qu'il existe peu de références sur des pâtes fluff produites à partir de pâtes BCTMP de feuillus, les travaux existants sur la mise en pâte de bouleau pour la fabrication de papiers d'impression abondent.

Depuis 1981, au Centre de Recherche en Pâtes et Papiers de l'Université du Québec à Trois Rivières, une étude intitulée "Étude sur la valorisation des feuillus" (13) a donné origine à plusieurs autres, où le bouleau est un des bois le plus

étudié. Il se rencontre également dans les études européennes (35 - 38) .

Les recherches comprennent: la qualité des pâtes CMP et CTMP à partir de bouleau (39), les caractéristiques des pâtes CTMP composées de bouleau seulement (40 - 44) et en mélanges avec des essences résineuses ou d'autres essences feuillues (45-47), et les pâtes obtenues avec différentes conditions de mise en pâte (43, 46, 47) et leur réponse au blanchiment (48, 49) .

2.5.2 Résumé des conclusions

Compte tenu des résultats de la littérature consultée, le procédé le plus approprié pour la mise en pâte du bouleau blanc est le CTMP en milieu alcalin.

Par rapport aux produits chimiques, la combinaison de NaOH et Na₂SO₃ semble produire les meilleures pâtes. En général, les propriétés physiques sont modifiées par la quantité de soude tandis que le Na₂SO₃, est ajouté surtout pour protéger la blancheur .

Les résistances mécaniques des pâtes sont inférieures à celles des résineux mais aussi à celles du tremble, et pour cette raison, l'intérêt s'est déplacé vers le tremble dans le cas des produits d'impression.

En ce qui concerne le blanchiment, il semble que la méthode de mise en pâte est de grande importance. Par exemple, les meilleurs résultats ont été obtenus avec des procédés utilisant des pH alcalins. Avec deux étapes de blanchiment et une liqueur constituée par 3 % de H_2O_2 et 2 % de NaOH, la blancheur obtenue peut atteindre 85 % ISO en optimisant les conditions.

PATE FLUFF	PATE INITIALE
GRANDE CAPACITE D'ABSORPTION	HAUT INDICE D'EGOUTTAGE GRANDE QUANTITE DE FIBRES LONGUES HAUT VOLUME SPECIFIQUE FAIBLE QUANTITE DE REJETS GRANDE ABSORPTION DES FIBRES
BAS TEMPS D'ABSORPTION	BASSE QUANTITE D'EXTRACTIBLES
HAUTE BLANCHEUR	BASSE QUANTITE D'EXTRACTIBLES
FAIBLE PRODUCTION DE POUSSIERE PENDANT LE "FLUFFING"	FAIBLE DEGRE DE LIAISON INTERFIBRE BASSE QUANTITE DE FINES
BESOIN DU MAINTIEN DE L'INTEGRITE DU MATELAS FIBREUX	RESISTANCES MECANQUES MOYENNES
FAIBLE QUANTITE DE FIBRES COLLEES	BAS DEGRE DE LIAISON INTERFIBRE
FAIBLE CONSOMMATION D'ENERGIE PENDANT LE "FLUFFING"	BAS DEGRE DE LIAISON INTERFIBRE

TABLEAU 2.1: Caractéristiques de la pâte initiale et de la pâte fluff

Fibrotrachéides	76 % (12)	66,6 % (13)
Éléments des vaisseaux	11 % (12)	10,4 % (13)
Cellules de parenchyme	13 % (12)	10,4 % (13)

TABLEAU 2.2: Composition cellulaire du bois de bouleau blanc
(*Betula papyrifera* Marsh)

Longueur: L (mm)	1,5	(12)	
Diamètre: D (micron)	20	(12)	
L/D	70	(12)	
Grossièreté (mg/m)	13	(12)	
Épaisseur de parois (micron)	3,8	(12)	4,5 (13)
Densité (g/cm ³)	0,53	(12)	

TABLEAU 2.3: Dimensions fibreuses du bois de bouleau blanc
(*Betula papyrifera* Marsh)

Lignine*	22,6 (13)	18,5 (14)
Holocellulose	78,4 (13)	78,3 (14)
Pentosanes	22,1 (13)	24,1 (14)
Matières Extractibles (A/B)	2,6 (13)	3,4 (14)
Cendres*	0,33 (13)	0,33 (14)

* % (pourcentage) sur bois extrait avec alcool-benzène (A/B).

TABLEAU 2.4: Composition chimique du bois de bouleau blanc
(*Betula papyrifera* Marsh)

Indice d'égouttage (ml)	500-700
°Shopper Riegler (°SR)	15-25
Fraction R30 (%)	55-65
Fraction P200 (%)	12-15
Rejets Sommerville (%)	0,3- <1
Densité (kg/m ³)	260-340
Indice de traction (mN m/g)	28-27
Indice de déchirure (Nm m /g)	7-9
Blancheur (% ISO)	70-80
Matières Extractibles DCM (%)	0,15
pH	8,5
Absorption (g/g)	10-12
Temps d'absorption (sec)	5-7

TABLEAU 2.5: Standards de qualité internationaux de BCTMP
d'épinette (*Picea*) pour produits fluff

Nom de l'usine	Localisation	Matière première
Rockhammars Brok	Suède	Épinette
Skoghall Mill *	Bill\Suède	Épinette
Ostran Mill *	SCA\Suède	Épinette
Millar W. Pulp Ltd. *	Alberta\Can	Épinette\Pin
Quesnel River	Br.Col\Can	Épinette\Pin
Folla	Norway	Épinette
Modo\Iggesund	Suède	Épinette
Serlachius	Finlande	Épinette
Temlcell *	Qué\Can	Épinette
Vaggeryd Cell	Suède	Épinette
Donohue *	Qué\Can	Épinette

* Description dans la section 2.4.

TABLEAU 2.6: Liste des usines de fabrication de pâtes BCTMP
pour produits fluff.

Pâte de grade fluff	CTMP	BCTMP
Na ₂ SO ₃	1,8	1,8
Énergie spécifique (kwh/tonne)	1000	1000
CSF (ml)	680	650
Rejets (%)	<1,0	<1,0
Fibres longues (R30 %)	62,4	
Fines (P200 %)	16,0	
Densité (kg/m ³)	220	240
Indice de traction (Nm/g)	15,0	19,0
Indice de déchirure (mNm /g)	6,5	8,0
Blancheur (% ISO)	62	71
Matières Extractibles DCM (%)	0,3	0,2

TABLEAU 2.7: Caractéristiques du grade fluff de l'usine BCTMP
à Ostrand Mill (SCA, Suède)

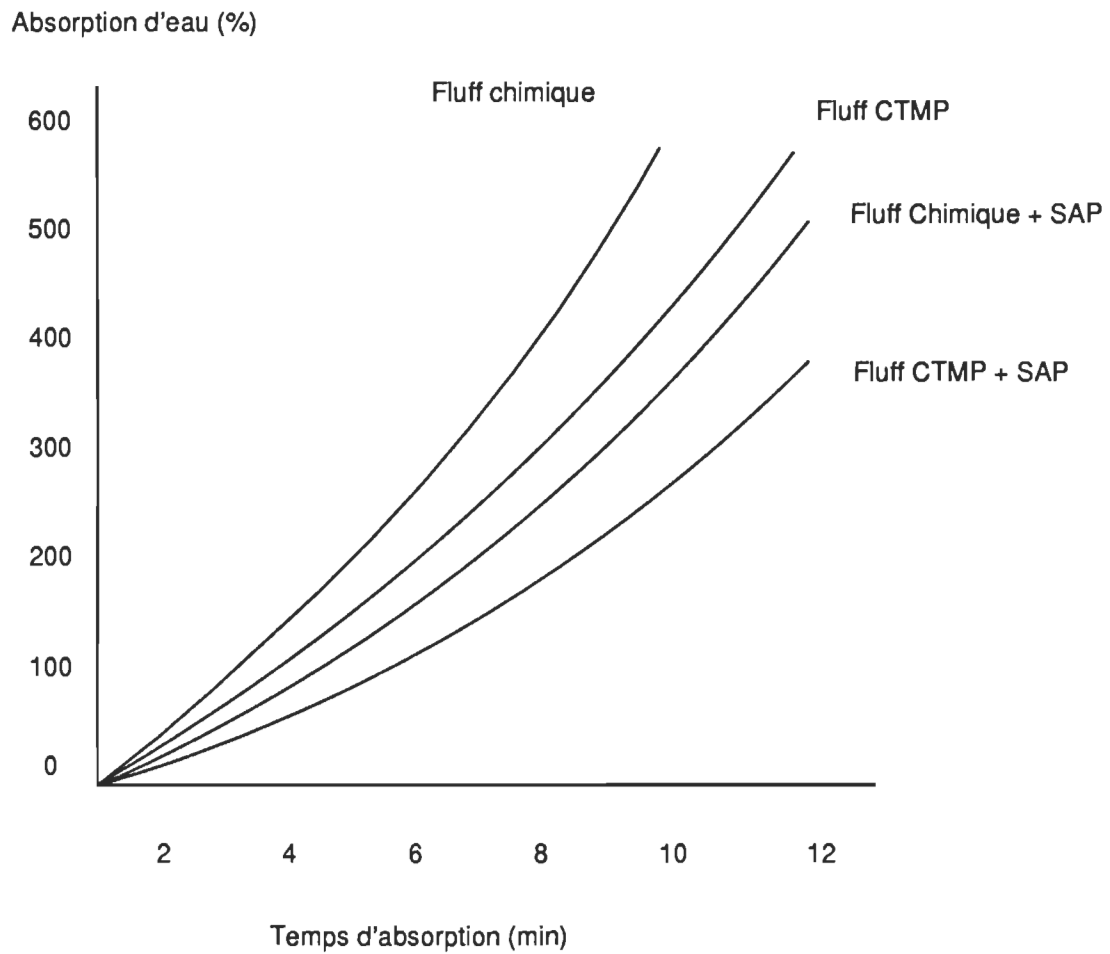


FIGURE 2.1: Absorption d'eau des pâtes sans et avec superabsorbants (SAP)

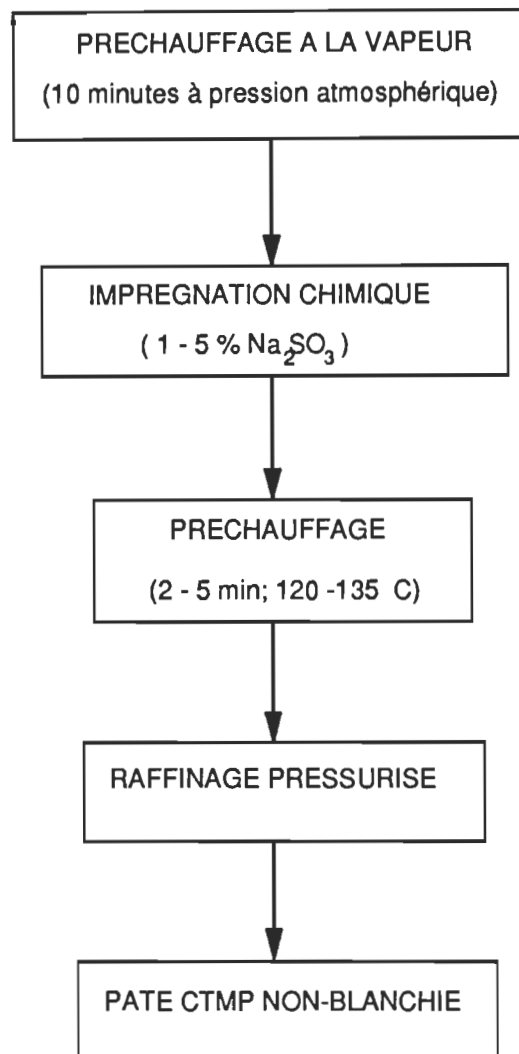


FIGURE 2.2: Conditions typiques de fabrication des pâtes CTMP pour produits absorbants

THÉORIE DE LA MISE EN PÂTE CTMP DES FEUILLUS

3.1 ASPECTS CHIMIQUES

3.1.1 Les mécanismes d'imprégnation

Pour introduire les aspects chimiques de la mise en pâte des bois de feuillus, il faut se rappeler que les mécanismes d'imprégnation s'avèrent d'une importance primordiale. Bref, l'imprégnation des copeaux avec des réactifs chimiques peut se produire de deux façons (50) :

- pénétration : dans ce cas, la liqueur est transportée à travers le système capillaire (lumens et vaisseaux) jusqu'au centre des copeaux;
- diffusion : phénomène produit lorsque le bois est saturé d'eau et que les réactifs chimiques (molécules et ions) diffusent à partir de la liqueur jusqu'au centre des copeaux,

à travers le système continu d'eau, à cause de la différence de concentrations.

La prévaporisation force la pénétration des réactifs chimiques dans les copeaux. Son effet principal est de remplacer l'air à l'intérieur des copeaux par des vapeurs saturées. Au moment d'ajouter la liqueur, la vapeur est condensée en générant un certain vide qui aide à l'imprégnation.

Une pénétration forcée peut aussi s'obtenir en appliquant la liqueur sous pression. L'imprégnation par diffusion est favorisée lorsque la concentration de produits chimiques et la température sont élevées. Une augmentation de 20 °C double la vitesse de diffusion.

En considération de ce qui précède, il ressort que la diffusion:

- se produit quand le bois est saturé d'eau,
- s'effectue à travers le grain,
- est fortement affectée par la composition de la liqueur,
- est augmentée par des conditions alcalines,
- varie selon la densité du bois
- n'est presque pas influencée par l'essence du bois.

3.1.2 Caractéristiques anatomiques des bois feuillus

Pour analyser n'importe quel procédé de mise en pâte des bois feuillus, il est très important de tenir compte des différences anatomiques entre les bois feuillus et les bois résineux, (voir Annexe 1). Elles affectent de façon définitive certaines caractéristiques à savoir, l'imprégnation, le rendement, etc.

Essentiellement, le bois de feuillus est plus complexe que le bois de résineux, puisqu'il existe dans le premier, des éléments différentiels pour accomplir les diverses fonctions de l'arbre : la conduction de liquide (éléments des vaisseaux) et le soutien (fibres libriformes). De plus, des éléments d'évolution intermédiaire (fibrotrachéides, trachéides vasculaires et juxtavasculaires) et un pourcentage élevé de cellules de stockage d'aliments (cellules de parenchyme) s'y trouvent.

Cet ensemble varié se présente comme une structure plutôt hétérogène dans laquelle le liquide absorbé par les racines est conduit vers le haut en empruntant les vaisseaux. Aussi, il utilise les rayons transversaux, pénètre plus lentement les éléments trachéaux et finalement diffuse dans les fibres.

3.1.3 Généralités sur la composition chimique des feuillus

D'une façon générale, la composition chimique du bois feuillu présente quelques différences par rapport aux bois résineux. Il en résulte une réponse différente aux prétraitements chimiques.

La cellulose ne présente pas de distinctions très marquées entre les essences, étant toujours un polymère linéaire de molécules de β -D-glucopyranose anhydre, avec un degré de polymérisation de 3000 à 10000 unités de glucose. Par conséquent, elle se présente sous la forme d'un système bien ordonné de nature cristalline, avec des régions amorphes. Les molécules forment des fibrilles élémentaires, microfibrilles et macrofibrilles, en se rattachant au moyen de liaisons hydrogène et forces de Van der Waals. La quantité de cellulose présente chez les résineux et chez les feuillus est semblable.

Les hémicelluloses des bois feuillus sont constitués notamment de xylanes. Ce sont des polyxyloses attachés entre eux de la même façon que les unités de glucose dans la cellulose β -D-xylose(1-4)-D-xylose(1-4) et dans la forme pyranosique. La chaîne, linéaire et planaire, se compare à celle de la cellulose. Les substitués dépendent du type de

bois. Chez les feuillus, il se trouvent sous la forme de glucuronoxylanes avec une grande quantité de groupements acétyles dans C_2 et C_3 . La proportion de xylanes à acétyles est de 1 : 0,5-0,6. L'acide glucuronique présent porte le nom de 4-O-méthyl- α -D-glucuronique. Le rapport entre les xylanes et les acides glucuroniques est de 10:1. Une petite fraction de glucomannanes (hétéropolymère de glucose et mannose, avec un rapport entre eux de 1,5-2 : 1) peut également se rencontrer. Dans tous les cas, la nature amorphe des hémicelluloses a comme conséquence une plus grande réactivité dans ces régions où vont pénétrer les agents de gonflement. Chez les feuillus, on retrouve 5 à 10 % plus d'hémicelluloses que chez les résineux.

La quantité de matières extractibles dans les bois feuillus est en général plus basse que dans les bois résineux et leur composition chimique est différente (51). Elles se composent principalement d'acides gras, d'esters et de matières insaponifiables. Les acides résiniques, étant les composants les plus importants des matières extractibles des bois résineux, n'existent pratiquement pas chez les feuillus. Cette dernière particularité importe beaucoup parce que les acides résiniques sont faciles à extraire au moyen d'une saponification en milieu alcalin. Au contraire, l'enlèvement des acides gras et insaponifiables demeure beaucoup plus difficile. La localisation diffère car la résine des bois de

conifères se situe dans les canaux résinifères et celle des bois feuillus se retrouve dans les cellules de parenchyme, plus inaccessibles. En conclusion, la fraction de fines reste la plus contaminée par les matières extractibles.

En règle générale, la quantité de lignine est 5 - 10 % plus basse chez les feuillus que chez les résineux. Quelques aspects de la composition chimique de la lignine sont importants pour comprendre sa réactivité. La lignine des bois feuillus est formée notamment par des unités syringylpropane et guayacylpropane, à l'inverse des bois résineux, dont la seule unité principale est le guayacylpropane.

Des recherches faites sur le *Betula verrucosa* (52) démontrent, par exemple, que dans ce bois la lamelle moyenne et la paroi primaire des fibres sont enrichies avec les unités guayacyle. Par contre, dans la paroi secondaire, il y a un rapport syringil/guayacil élevé. Les cellules de parenchyme sont très lignifiées, avec un taux d'unités syringiles élevé. D'autre part, la proportion des unités guayacile est supérieure dans les éléments de vaisseaux.

Une étude semblable sur *Picea mariana* (53) a démontré que la lignine de la paroi secondaire possède deux fois plus d'hydroxyles phénoliques libres que celle de la lamelle

moyenne. D'un autre côté, la lignine des bois feuillus (liquidambar) contient environ 67 % moins d'hydroxyles phénoliques que la lignine de *Picea* (54).

En plus d'être chimiquement différent, la disposition physique de la lignine est dissemblable. Chez les feuillus la concentration de lignine dans la paroi cellulaire est moindre que chez les résineux. Dans ces derniers, il se présente un réseau de lignine qui restreint le gonflement des carbohydrates de la paroi appelée "crosslinking" ou "liaisons croisées". Le modèle idéalisé de la distribution des composants dans la paroi cellulaire (55) est montré à la figure 3.1.

Compte tenu de ce qui précède, les différences remarquées deviennent un premier indice de justification pour la nécessité d'optimisation des conditions de mise en pâte propres aux bois feuillus.

3.1.4 Les réactions chimiques pendant le prétraitement avec NaOH

Les prétraitements chimiques des feuillus s'effectuent en particulier avec des alcalis, bisulfite, sulfite neutre où

sulfite alcalin. Les feuillus répondent d'une façon notamment dissemblable aux résineux face à ces traitements (49, 54-57).

Les alcalis réagissent avec les hémicelluloses de trois façons, à savoir:

- En produisant un gonflement.
- En produisant une déacétylation (pH 9-10); cette réaction a lieu en bas de 100 °C et est d'un intérêt particulier dans le cas des feuillus, à cause de l'abondance d'acétyles contenus dans les hémicelluloses. Les xylanes et glucomannanes sont gonflés et partiellement dissous. La déacétylation favorise le gonflement.
- En produisant un "peeling" (dépolymérisation monomère à monomère, pH 14); dans ce type de réaction, ayant lieu à 60-80 °C, les hémicelluloses sont gonflées et rendues gélatineuses puis se dégradent partiellement. Pendant qu'elles sont en partie dissoutes, il se produit des réactions de brunissement.

Dans les deux derniers cas, il se forme des composés acides (acide acétique et acide isosaccharinique) avec une consommation additionnelle d'alcali. Le degré de réaction peut

être contrôlé avec le taux d'alcali. Dans ces conditions de traitement, il n'y a pas de réaction évidente avec la lignine. Par contre les glucuronoxylanes des hémicelluloses sont mieux retenus dans la pâte que les glucomannanes.

Au fur et à mesure que l'alcali réagit avec les hémicelluloses, l'eau commence à entrer dans les régions moins emboîtées (rigides) de la paroi cellulaire, en produisant une séparation entre ses lamelles. Par conséquent, son épaisseur augmente à des niveaux sensiblement supérieurs à ceux d'une fibre saturée d'eau. Cet effet s'appelle "superswelling" (supergonflement). La fibrillation des lamelles S_1 et S_2 est ainsi facilitée par le ramollissement de la LM et de la paroi secondaire. La figure 3.2 présente un schéma du phénomène de gonflement.

Le mécanisme théorique global impliqué dans le "supergonflement" (60) est fondé sur l'hypothèse suivante: l'hydrolyse alcaline des groupements mentionnés plus haut, les hémicelluloses, donne lieu à la formation de groupements acides, plus ou moins dissociés, lesquels libèrent quelques ions de charge opposée, mobiles dans le sein des hémicelluloses. Il se crée une concentration ionique plus importante dans la paroi interne que dans l'externe

introduisant ainsi une quantité additionnelle d'eau par pression osmotique.

Le milieu alcalin peut éliminer quelques restrictions au gonflement par brisure des liaisons esters existant entre xylanes et xylanes-lignine.

3.1.5 Les réactions chimiques pendant le prétraitement avec Na_2SO_3

Pendant le prétraitement chimique avec Na_2SO_3 (50, 62) la lignine du bois est partiellement sulfonée donnant lieu à la formation d'un acide lignosulfonique solide, lequel reste attaché au bois traité.

Par exemple, des études rapportées sur le mécanisme chimique de la sulfonation de *Picea* à différents pH (50) ont démontré qu'à un pH 7, 1 % de soufre est incorporé à la lignine pendant les étapes d'imprégnation et chauffage. Les niveaux de sulfonation augmentent avec le temps jusqu'à une valeur maximale de 3 % sur lignine ou 0,78 % sur bois sec. Au même pH, la vitesse de sulfonation est directement proportionnelle à la concentration des réactifs et augmente de 60 % à chaque 10 °C de température jusqu'à un niveau où elle plafonne.

Il est probable que le mécanisme soit une addition des SO_3^- à la structure β -arylether avec un intermédiaire méthyl-quinonique (figure 3.3) (63). Le composé se forme lorsqu'il existe des groupements phénoliques libres dans la lignine. L'acide lignosulfonique est un acide fort et dissocié, même à l'état solide, donc, la sulfonation amène la formation de groupements ioniques. Ces ions sulfonates sont entourés d'ions de charge opposée (Na^+ de la liqueur), lesquels attirent par osmose de l'eau additionnelle à l'intérieur de la paroi fibreuse. La quantité est déterminée par la concentration des ions de charge opposée et la rigidité de la structure des fibres. La lignine native qui est de nature hydrophobique, devient plus hydrophilique. Elle absorbe l'eau, est gonflée et, par conséquent, est ramollie de façon irréversible.

Ce phénomène s'explique par le remplacement des groupements OH^- aliphatiques ou groupements éther (entourés par des liaisons hydrogène entre les chaînes de lignine) par des groupements SO_3^- solvatés, avec la brisure des liaisons croisées de la lignine. En même temps, un bas pourcentage de dissolution de la lignine et des hémicelluloses peut être observé.

La réaction de sulfonation et le gonflement affaiblissent la lamelle moyenne et favorisent la séparation des fibres

pendant le défibrage. L'introduction d'un taux de sulfonates, jusqu'à 1,2 % sur bois sec (procédés appelés "bas niveau de sulfonation"), a comme résultat la séparation presque complète des fibres par ramollissement de la lamelle moyenne. Un taux plus élevé, entre 1,2 et 2,5 % (procédés de "haut niveau de sulfonation"), rend les fibres plus flexibles et augmente la possibilité des liaisons entre elles (64).

En règle générale, il y a une distinction très marquée entre le degré de sulfonation des bois d'épinette et de bouleau, laquelle résulte de leurs différences au niveau de la composition chimique et de la distribution de la lignine dans la paroi. Cette particularité existe également entre tous les bois résineux et feuillus. Avec les mêmes conditions d'opération, le taux de sulfonation du bois d'épinette (*Picea*) est le triple de celui du bouleau (*Betula*).

En regardant la topochimie de la sulfonation (65), le taux de sulfonation dans la paroi cellulaire d'épinette est de 30 % plus élevé que celui de la lamelle moyenne avec des vitesses de sulfonation identiques.

Par contre, dans le cas du tremble (*Populus*) (54), la sulfonation commence dans les éléments de vaisseaux et dans les cellules de parenchyme. Elle continue dans les fibres puisque

l'accessibilité des éléments non fibreux est supérieure, bien que sa réactivité soit la même. Comparativement à la lamelle moyenne, le pourcentage de sulfonation dans la paroi des fibres est seulement 5 % plus élevé et le degré de sulfonation des parois des éléments de vaisseaux s'élève à 33 % .

De tous ces résultats, il ressort que la sulfonation se produit sélectivement sur les unités guayaciles et ce, à cause de l'existence d'hydroxyles phénoliques libres. Par ailleurs, les unités syringiles n'ont pas d'hydroxyles phénoliques libres, car elles sont toutes impliquées dans des liaisons éther.

D'un autre côté, la formation des carboxyles est favorisée par des pH et des températures élevées et peu affectée par la concentration totale de SO_3^- (66).

Conformément à ce qui précède, la sulfonation demeure une réaction critique dans le traitement chimique des feuillus. Bref, les étapes de la réaction pendant le traitement chimique avec sulfite sont (67):

- Une première étape de sulfonation rapide, avec la formation d'un intermédiaire méthyl-quinone dans les hydroxyles phénoliques libres. Cette réaction se produit à tous les

niveaux de pH. La vitesse de sulfonation est proportionnelle à la concentration de soufre.

- En milieu acide (pH 4), la sulfonation se poursuit indépendamment de la concentration de SO_3^- , avec la brisure des liaisons éther et la formation de l'ion carbonium avant la réaction d'addition nucléophile de l'anion SO_3^- . Dans le cas des résineux (*Picea*), les résistances physiques sont augmentées et l'énergie spécifique diminuée en milieu acide (68).

- L'acide lignosulfonique formé est un acide fort et dissocié. Les groupements chargés négativement attirent les molécules d'eau et s'hydratent. La lignine gonfle et peut être dissoute.

3.1.6 La combinaison des deux : $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{SO}_3$

Compte tenu de ce qui précède, les différences essentielles entre l'action chimique sulfonante et alcaline sont résumées dans le tableau 3.1 (69).

La sulfonation sous conditions alcalines est une combinaison des deux actions ayant comme conséquences la déacétylation et la carboxylation des hémicelluloses, et la

sulfonation de la lignine. La fibre est alors gonflée davantage, sans une perte marquée de sucre (polysaccharides).

La liqueur est formée par un mélange de Na_2SO_3 et NaOH avec un pH initial de 12-12,5. À la fin de la réaction, l'alcali est consommé et le pH descend à 7-8. Lorsque la réaction a lieu à des températures supérieures à 100 °C, l'action sulfonante est plus marquée (traitement approprié pour le bois de résineux). Tandis qu'avec la même liqueur, mais à une température inférieure le Na_2SO_3 réagira seulement comme agent protecteur de la blancheur, avec une faible sulfonation de la lamelle moyenne (traitement adéquat aux bois de feuillus).

Avec ce type de procédé, le brunissement de la pâte n'arrive pas au niveau de celui du traitement avec du NaOH seul. La blancheur finale dépend de la couleur originale du bois et de la façon dont les pigments sont dissous ou changent de couleur. Les pâtes répondent bien au traitement avec H_2O_2 .

3.1.7 L'importance de l'action du supergonflement

Les parois cellulaires des fibres du bois sont essentiellement non poreuses à l'état sec, mais capables d'absorber l'eau de façon spontanée en augmentant leur volume.

Cette augmentation est significative mais limitée. Le gonflement affaiblit les liaisons internes et rend flexible toute la structure fibreuse, facilitant la séparation des fibres et leur capacité ultérieure de liaison interfibres (70, 71).

De l'introduction du tissu déjà gonflé dans un milieu alcalin résulte une augmentation additionnelle de volume, ou supergonflement, en amplifiant les conséquences mentionnées précédemment. Cette action confirme la première étape de tous les procédés alcalins qui peuvent être décrits comme un double mécanisme: la contribution physico-chimique pour solvation à la pression de gonflement, et l'interaction chimique entre le réactif et les composantes de la paroi cellulaire (réseau polymérique).

Une conséquence possible du supergonflement, dans le cas des pâtes à très haut rendement, est la rigidité de la structure fibreuse. Si l'action chimique est insuffisante pour ramollir et dissoudre partiellement les composantes de la paroi, la structure rigide de lamelles axiales parallèles de cellulose interconnectées par des ramifications de lignine réagira, face à l'incorporation additionnelle d'eau, comme un réseau rigide restrictif. Cette structure très gonflée sera donc plus rigide que celle partiellement gonflée. La nature

incompressible de l'eau, qui remplit les pores jusqu'à l'obtention du volume maximal, génère un ensemble de rigidité en flexion très élevée.

Les lamelles cellulosiques fonctionnent comme de véritables réseaux de haute résistance à la traction (même dans la mise en pâte chimique) se constituant en la restriction mécanique principale au croisement périphérique de la fibre par supergonflement. L'augmentation de l'épaisseur de la paroi a lieu vers le lumen. Cet effet est encore plus marqué dans le cas des résineux à cause de leur taux élevé de lignine.

Conformément à l'étude de la littérature sur le sujet, les conditions appropriées pour obtenir un degré de supergonflement optimal sont : rapport de liqueur à bois et concentration de NaOH élevés et basses températures (30 °C). Cependant, des résultats acceptables ont été reportés en travaillant avec de basses concentrations de soude. Avec des températures plus élevées (80 °C), le niveau de supergonflement plafonne à la moitié de sa valeur maximale possible, la blancheur descend et la main diminue. Par ailleurs, la vitesse de la réaction augmente (figure 3.4).

3.1.8 Les effets du prétraitement chimique sur la blancheur

L'effet de brunissement est marqué à des températures supérieures à 60 °C, mais il peut être minimisé si les conditions d'opération du procédé sont optimisées (72). La blancheur est favorisée par le Na_2SO_3 et les agents complexants. La réaction à basses températures ne l'affecte pas mais augmente les temps requis. Dans le cas des charges alcalines au dessus de 2.5 %, le brunissement est notamment réduit en travaillant avec des températures inférieures à 60 °C. Dans ces cas, une quantité de Na_2SO_3 d'environ 2 % est ajoutée comme agent protecteur de la blancheur. Ce composé réduit les ions métalliques vers des formes inactives et empêche la formation des groupements chromophoriques de la lignine. Des résultats rapportés (73) indiquent 8 unités ISO d'accroissement de la blancheur en ajoutant 1 % de Na_2SO_3 dans une plage de 2 à 6 % de NaOH, mais cette valeur n'est pas proportionnellement améliorée avec l'augmentation du taux de Na_2SO_3 employé.

3.1.9 Conclusion sur les aspects chimiques

En considération de ce qui précède, il ressort que la meilleure façon de prétraiter chimiquement les bois feuillus

comprend:

- Une première étape avec NaOH et Na₂SO₃ à basse température: pour gonfler la paroi fibreuse et augmenter ainsi leur conformabilité et leur flexibilité sans perte de blancheur.
- Une deuxième étape de chauffage en haut de 100 °C afin d'intensifier la sulfonation de la lamelle moyenne: pour préserver la longueur des fibres et diminuer le taux de rejets.

3.2 ASPECTS MÉCANIQUES

3.2.1 L'action du raffineur

Dans le raffineur à disques, le matériel fibreux est soumis à une série d'efforts intermittents indéfinis, théoriquement de compression et de cisaillement. Ils sont produits par l'entrecroisement des barres radiales des plaques à une fréquence de $10^4 - 10^5$ cycles/sec (calculée sur la base de la vitesse de rotation des disques et de la géométrie des plaques). Ces forces varient en intensité produisant ainsi sur le matériel une fatigue irrégulière. Des quantités importantes

de vapeur sont produites causant une perte d'énergie due à la friction entre la plaque, la pâte et l'eau.

3.2.2 Les effets du défibrage et du raffinage

La différenciation des deux processus concernés dans la mise en pâte au raffineur semble difficile. L'objectif du défibrage est d'obtenir des éléments fibreux individuels tandis que celui du raffinage est de développer leurs propriétés papetières, mais ils sont inévitablement superposés.

Dans les deux cas, l'action du raffineur peut être décrite comme des impulsions répétitives appliquées sur les agrégats fibreux de nature viscoélastique. L'observation de l'évolution du matériel dans le raffineur indique que la circulation est tangentielle aux barres.

Pendant le défibrage, les efforts successifs produisent des failles dans les lamelles extérieures des fibres avec un minimum de coupe transversale. Cette action libère les fibres, mais à ce moment, elles ont déjà subi des transformations mécaniques dues à la fatigue. Par la suite, dans le raffinage, la séparation de fibres est complétée et les propriétés papetières sont développées.

Les propriétés physiques du matériel changent continuellement au cours des efforts cycliques. Les conséquences de l'action mécanique appliquée peuvent être définies comme: déformation viscoélastique, déformation plastique et génération de nouvelles surfaces.

L'énergie nécessaire pour accomplir la séparation des fibres est extrêmement faible par rapport à l'énergie utilisée pour les déformations de différents types, mais sa quantification est presque impossible.

Il existe deux théories principales sur l'importance de la déformation des fibres pendant le raffinage. D'une part (74), il a été suggéré que la chaleur générée durant le processus résulterait des déformations de type viscoélastique produites au cours du raffinage (lesquelles sont représentées par un rouleau d'hystérésis dans le diagramme effort-allongement). Ces déformations permettraient également la flexibilisation de la fibre.

D'autre part (75), certains auteurs ont une opinion contraire: seulement les déformations d'intensité maximale ou plastiques seraient utiles pour la flexibilisation et l'hystérèse représenterait uniquement des pertes d'énergie.

Les deux propriétés mécaniques principales, étudiées jusqu'à maintenant par différents chercheurs, sont le module de torsion (G) et la friction interne (A) à l'aide du pendule de torsion. Ces propriétés sont supposées refléter des changements structuraux du bois soumis à des déformations dynamiques dans des conditions ambiantes variées. L'opinion de différents auteurs coïncident de façon générale en ce qui concerne l'évolution des paramètres mentionnés.

3.2.3 Les effets du prétraitement thermique

L'application de hautes températures sur le bois humide, avant le raffinage, produit le ramollissement de la lignine dans la lamelle moyenne et facilite la séparation des fibres. La température à laquelle la lignine commence à ramollir est appelée "température de transition vitreuse" et dépend du taux d'humidité du matériel. Cette température qui coïncide avec le maximum de friction interne, se retrouve, pour la plupart des bois, entre 100 et 170 °C (76).

Lors de la préparation de la pâte mécanique de raffineur (RMP), le plan de fracture a lieu dans les lamelles internes des parois S_1 et S_2 . En élevant la température, ce plan se déplace vers la lamelle moyenne à cause de sa haute

concentration de lignine. Une fois la lamelle moyenne ramollie, la séparation s'effectue en laissant la surface des fibres recouvertes d'une couche lisse de lignine. Bien que la consommation d'énergie reliée à la coupure des fibres dans les procédés thermomécaniques est presque nulle, celle du raffinage est très élevée car elle est due à la difficulté d'enlever ce fourreau élastique. Cet effet est plus marqué lorsque la température augmente vers la limite supérieure, et la pâte obtenue ne peut être utilisée comme matière première papetière. Pour cette raison, les procédés usuels de mise en pâte TMP travaillent à une température maximum de 130 à 135 °C.

La plage des valeurs maximales de friction interne aux fréquences du raffinage ($10^4 - 10^5$ cycles/sec) se retrouve aux environs de 100-110 °C. Chaque décade d'augmentation de la fréquence cause une élévation de cette température de 8,5 °C.

3.2.4 La combinaison de l'action mécanique avec l'action chimique

Les traitements chimiques modifient la température de transition vitreuse de la lignine qui correspond à une viscoélasticité maximale. À l'aide de Na_2SO_3 , la sulfonation

déplace le pic vers des températures plus basses (77) dans le cas du bois d'épinette. Le pic correspondant au bois de bouleau sans traitement chimique est de 10 °C inférieur à celui du bois d'épinette. L'addition de 5-10 % de Na_2SO_3 n'apporte pas de modification, mais un prétraitement avec 5 g/l de NaOH produit une diminution de 10 °C. Le même effet est produit par une combinaison NaOH - Na_2SO_3 , 5:10, tel que montré à la figure 3.5.

3.2.5 L'effet des actions combinées sur les fibres

Avant le raffinage, les fibres rigides montrent une surface spécifique basse et, par conséquent, leur capacité de liaison s'appauvrit. Le but du raffinage est d'enlever les éléments restrictifs au gonflement de la paroi secondaire, en particulier la paroi P et la couche S_1 .

Deux changements observables au microscope s'effectuent sur la surface des fibres raffinées (78):

1 - "Scaling": l'action mécanique produit des écailles dans la paroi cellulaire. La fibre montre une surface sèche sans exposer la couche S_2 . Cet effet est observable au microscope électronique.

2 - "Skinning": le raffinage provoque l'arrachement de la couverture externe de la fibre (P et S_1) et laisse la couche S_2 exposée. L'action de *skinning* commence n'importe où le long de la fibre et se propage par enroulement vers les deux extrémités (rolling sleeve). Cet effet est visible au microscope optique.

Les traitements acides altèrent les composés de la paroi cellulaire en favorisant le *scaling*, avec la génération de fines non fibrillaires pendant le raffinage.

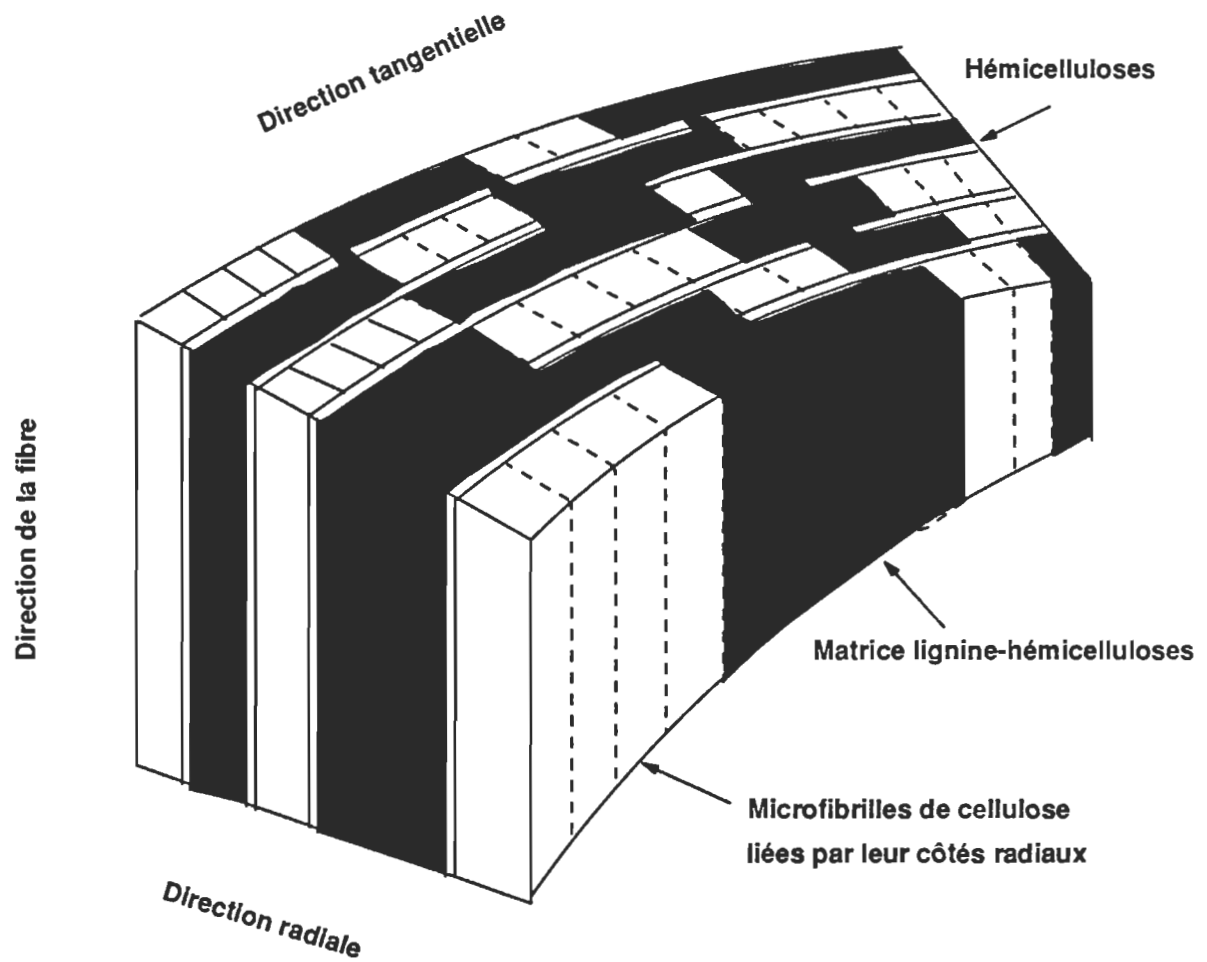
Par contre, les traitements alcalins accroissent le *skinning* en augmentant le gonflement et en diminuant l'énergie de raffinage.

Selon ce qui précède, le traitement de sulfonation en milieu alcalin aurait le double avantage de ramollir la lignine et de gonfler les hémicelluloses, en produisant le *skinning*.

Par contre, l'action acide laisse les fibres intactes, mais le développement de surface et leur capacité de gonflement est moindre.

SULFONATION	GONFLEMENT ALCALIN
RESINEUX	FEUILLUS
ACTION CHIMIQUE SUR LA LIGNINE PAS D'EXTRACTION DU MATERIEL BRISURE DES LIAISONS DANS LA LIGNINE	ACTION CHIMIQUE SUR DES HEMICELLULOSES PRESQUE PAS D'EXTRACTION DU MATERIEL BRISURE LIAISONS LIGNINE-HEMICELLULOSES
ACTIONS PHYSICOCHIMIQUES: LIGNINE PLUS HYDROPHILIQUE GONFLEMENT DE LA LM ET DES PAROIS	ACTION PHYSICOCHIMIQUE: FORTE HIDRATATION DES HEMICELLULOSES GONFLEMENT ADDITIONNEL DES PAROIS
PLAN DE FRACTURE: LM	PLAN DE FRACTURE: S2
IMPREGNATION LENTE CONDENSATION A T ELEVEE	IMPREGNATION FACILE
LEGERE FLEXIBILITE ACTION TRES LENTE A $T < 100\text{ }^{\circ}\text{C}$	FLEXIBILITE RESTREINTE ACTION PLUS MARQUEE A $T < 100\text{ }^{\circ}\text{C}$
PATES PLUS BLANCHES	GENERATION DES CHROMOPHORES
MIEUX A pH ACIDE	pH ALCALINS

TABLEAU 3.1: Différences entre l'action sulfonante et alcaline



**FIGURE 3.1: Modèle idéalisé de la distribution des composants
dans la paroi cellulaire (55)**

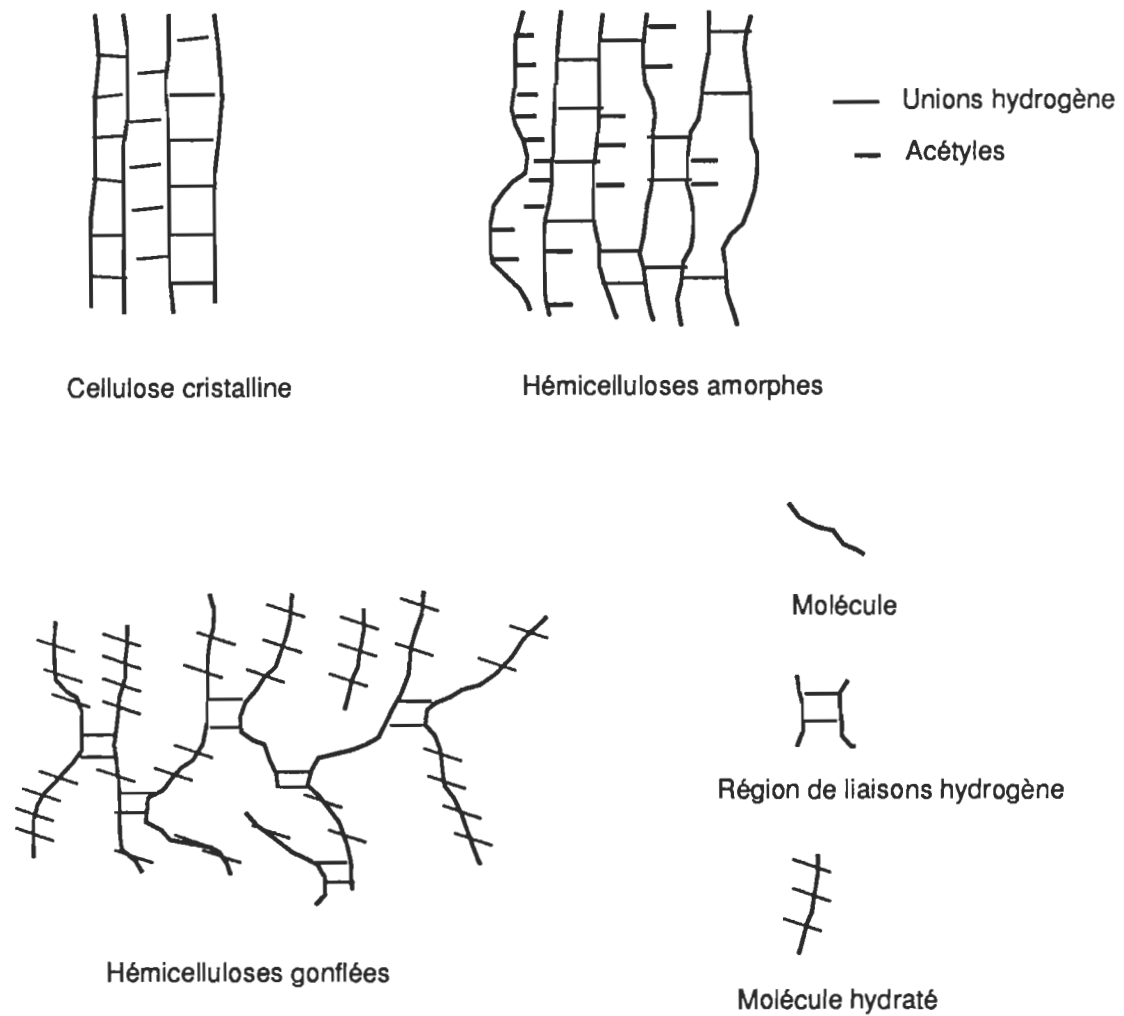


FIGURE 3.2: Schéma du phénomène de gonflement

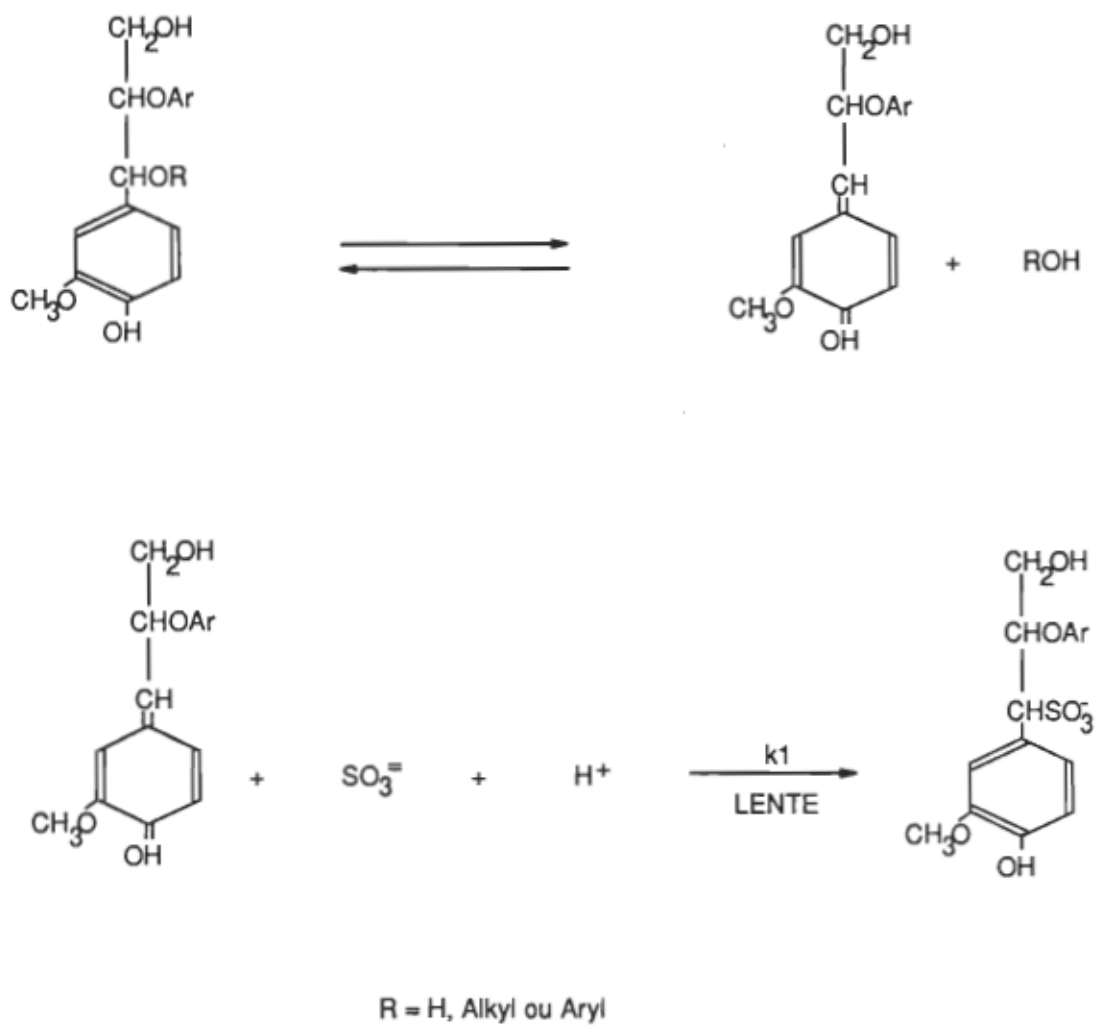


FIGURE 3.3: Mécanisme probable de sulfonation de la lignine à pH 7

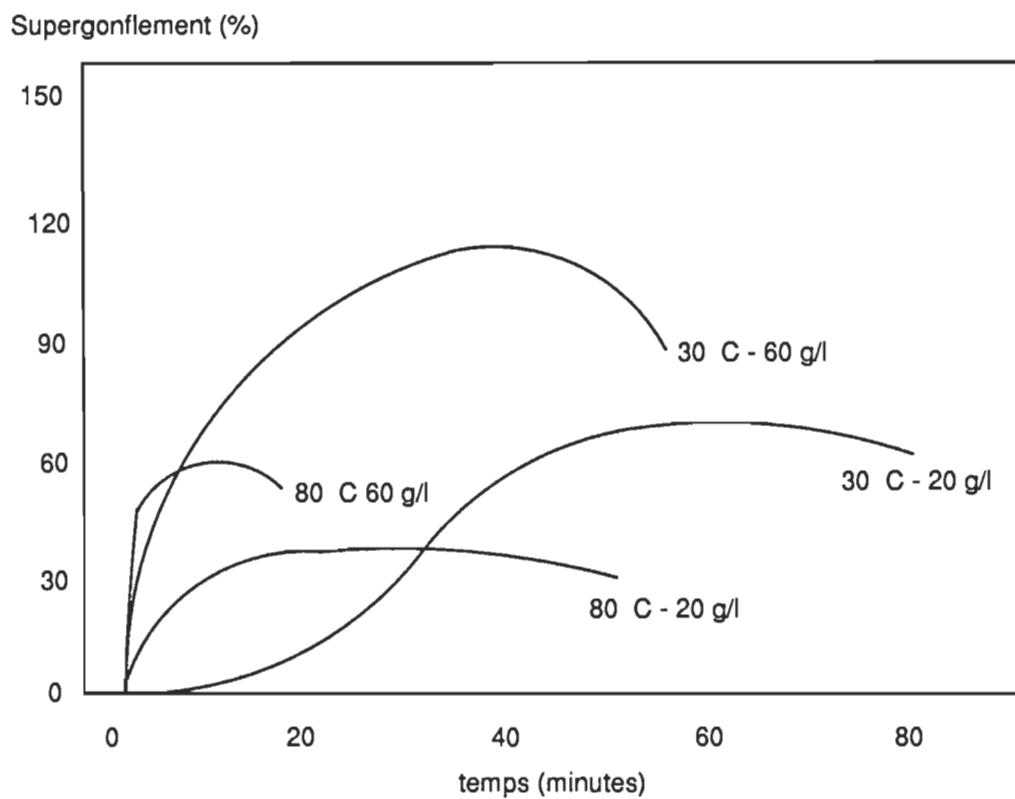


FIGURE 3.4: Gonflement de la paroi cellulaire de tremble (Populus)
avec NaOH

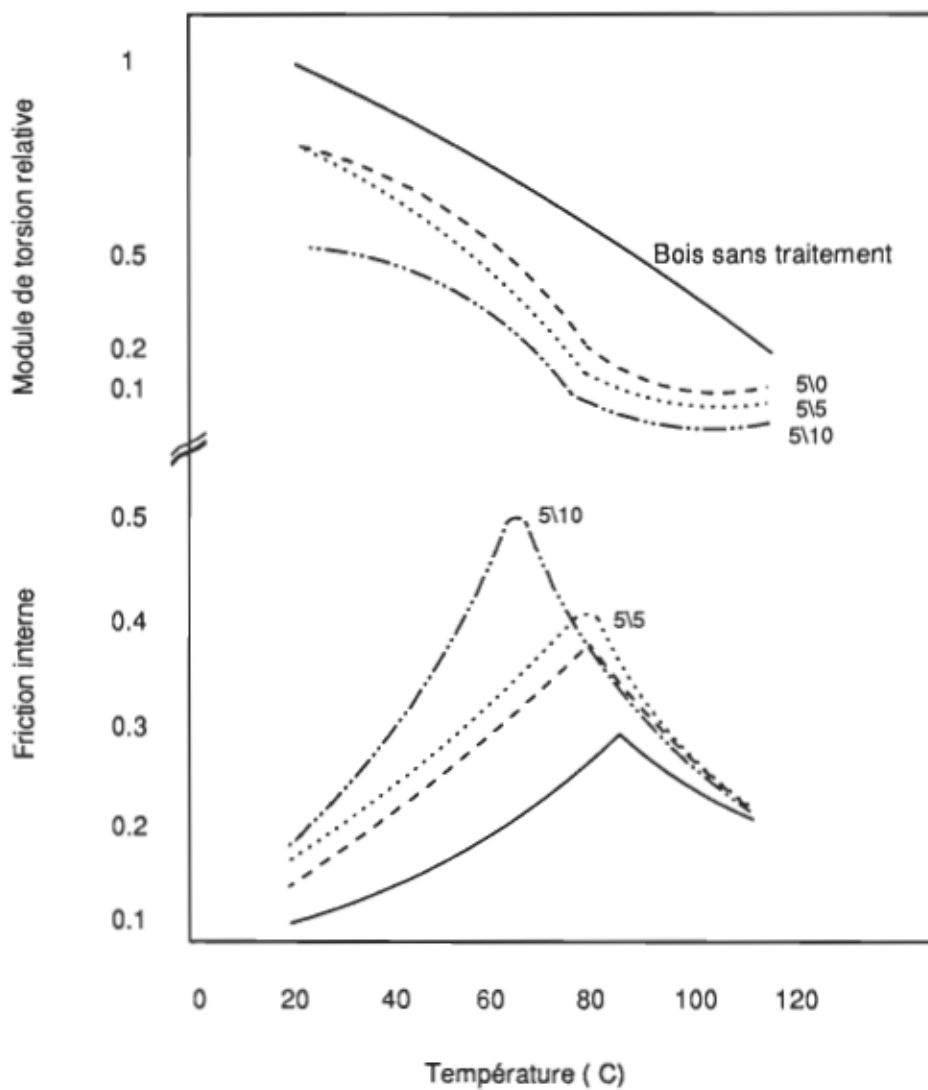


FIGURE 3.5: L'effet combiné du Na_2SO_3 et NaOH sur le bois de bouleau blanc

ESSAIS PRÉLIMINAIRES

4.1 INTRODUCTION

Tel que mentionné précédemment, les propriétés recherchées requièrent un ensemble de conditions difficiles à obtenir. Un procédé avec une forte action mécanique produira le volume spécifique désiré et une faible quantité de rejets mais avec une grande proportion de fines et des résistances très faibles. Par contre, un procédé utilisant une plus grande quantité de produits chimiques produira des pâtes plus résistantes et plus denses avec une faible proportion de fines et de matières extractibles.

Tout d'abord, il a été décidé de ne pas faire une optimisation des variables de mise en pâte CTMP classique, mais plutôt d'essayer différents scénarios, chacun justifié à partir d'une base théorique, selon la littérature étudiée. Par

conséquent, certains paramètres du procédé ont été fixés en laissant les autres comme variables.

Le préchauffage des copeaux à pression atmosphérique pendant 10 minutes permet d'atteindre une humidité homogène et une température initiale uniforme. Sauf pour le scénario # 2, cette étape est effectuée d'emblée.

Dans tous les cas, la concentration de NaOH, fixée à 1,5 % (base de matière sèche), permet de tenir compte du besoin de soude pour produire le gonflement des parois cellulaires afin d'augmenter leur capacité d'absorption. La proportion est suffisamment faible pour ne pas produire l'aplatissement des lumens d'où la chute du volume spécifique. Les alcalis sont aussi des réactifs appropriés pour dissoudre les matières extractibles du bois. L'objectif visé est de profiter au maximum d'une faible quantité de réactifs chimiques. Il a été décidé aussi d'incorporer du Na_2SO_3 comme agent protecteur de la blancheur, mais en supposant qu'une action de sulfonation, même faible, aidera le gonflement et ce, davantage à cause du ramollissement de la lignine. Le niveau de Na_2SO_3 a été fixé à 2,5 %.

Étant donné que l'action alcaline serait plus efficace à basse température et que la sulfonation par ailleurs devrait

être effectuée aux températures les plus élevées possibles, deux niveaux différentes de cet paramètre ont été choisis.

Le traitement mécanique en une seule étape assure le niveau d'indice d'égouttage désiré, soit entre 400 et 700 ml.

Pour cette série d'essais préliminaires le blanchiment des pâtes produites n'était pas prévue, sachant que ce traitement, de façon générale, augmente la qualité du produit final.

La description des procédés correspondant à chacun des scénarios est présenté à la section 4.2.4., (figure 4.1).

Le premier scénario (# 1) vise à obtenir une pâte de référence.

Le deuxième (# 2) rejoint l'expérience générale aboutissant à une plus grande capacité de gonflement des fibres de feuillus en milieu alcalin, et ce, à basse température. Cependant, à cause d'une plus faible vitesse de réaction dans ces conditions, un prétraitement de 5 heures permet la consommation totale de la soude (79). Le Na_2SO_3 , assurant la protection de la blancheur, n'est pas sensé apporter des problèmes de génération de chromophores à basse température.

Les conditions de mise en pâte des scénarios # 3 et # 4 sont basées d'abord sur l'hypothèse d'une augmentation de la vitesse de réaction, résultant de l'action de compression des copeaux précédant l'imprégnation. Par la suite, une action chimique efficace amène une diminution de la température de ramollissement de la lignine (de 120 - 130 °C jusqu'à 90 - 100 °C). L'idée d'essayer les raffinages atmosphériques et pressurisés après le même traitement a surgi lors de la vérification de ce dernier point et des effets sur les pâtes produites (80).

Finalement, les scénarios # 5 et # 6 vérifient les avantages possibles d'une deuxième compression du matériel prétraité chimiquement. Comme conséquence, une diminution du pourcentage final des matières extractibles est prévisible, due à un plus grand accès des réactifs aux cellules de parenchyme et à l'action mécanique de la deuxième compression. Cette compression fait sortir de l'intérieur des copeaux la liqueur contenant les matières extractibles dissoutes (81). Également, une diminution de l'énergie mécanique est prévisible à cause du déchiquetage produit avant le raffinage et du pourcentage supérieur de produits chimiques ajoutés. Un taux de soude plus élevé (deux injections de 1.5 %) est employé pour vérifier l'effet final et comparer avec les essais à 1.5 %. Le sixième

scénario (# 6) utilise seulement le Na_2SO_3 et ce, à titre de référence par rapport au scénario # 5.

Le niveau d'indice d'égouttage de 550 ml a été choisi comme référence pour les comparaisons entre pâtes.

4.2 TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

4.2.1 Préparation des copeaux

Les copeaux utilisés lors des expériences préliminaires ont été obtenus à partir du déchiquetage de rondins de bouleau blanc de 15 à 20 cm de diamètre. Ce bois, provenant de Sainte-Anne de la Pérade (Québec), a été écorcé et mis en copeaux à la scierie de l'école de foresterie de Duchesnay dans les semaines qui ont suivi la coupe.

Les copeaux ont d'abord été classifiés par épaisseur sur un classificateur Rader, acceptant les épaisseurs entre 2 mm et 6 mm, et par la suite ils ont été lavés par flottation. La teneur d'humidité des copeaux après le lavage était de 50 %.

4.2.2. Préparation des liqueurs

Pour le calcul des produits chimiques, la siccité des copeaux, avant et après la vis de compression, a été déterminée (51,5 % et 50,7 % respectivement), même que le débit de copeaux (1,0 kg sec/minute). La détermination des solides en suspension de la liqueur usée extraite par la vis permet de déterminer la perte de matériel pendant la compression (0,15 % bms). La liqueur a été préparée à partir de NaOH et Na₂SO₃ en poudre, selon les proportions prévues pour chaque scénario, soit 1,5 % NaOH sur bois sec et 2,5 % Na₂SO₃ dans le cas des scénarios #1, #2, #3, #4, #5 et 2,5 % Na₂SO₃ pour le scénario #6.

4.2.3 Préparation des pâtes

La production des pâtes CMP et CTMP de bouleau blanc s'effectue à l'aide de l'unité pilote Sunds Defibrator du Centre de Recherche en Pâtes et Papiers de l'Université du Québec à Trois-Rivières. Cette unité est constituée de trois principales parties : le système d'alimentation, le lessiveur et le raffineur (figure 4.2).

L'alimentation en continu du lessiveur se fait par un système de vis sans fin qui dirige les copeaux vers

l'imprégnateur. Cette vis conique permet aussi la compression des copeaux en proportion 2 : 1. Cette compression est importante pour faciliter l'absorption ultérieure des produits chimiques dans l'imprégnateur. Les deux vis verticales de l'imprégnateur amènent les copeaux vers le lessiveur où le temps de rétention (dans ce cas) est de cinq minutes. La température du lessiveur se règle à volonté en modifiant la pression de vapeur.

Par la suite, les copeaux sont amenés au raffineur de type CD300 ("disc and cone") à simple disque d'une capacité de production d'environ deux tonnes métriques de pâtes par jour. L'espacement entre les disques plats et coniques s'ajuste indépendamment les uns des autres. Le raffinage consiste en un seul stade et la pâte est ensuite séparée de la vapeur à sa sortie.

L'interpolation au niveau de l'indice d'égouttage désiré nécessite un nombre d'échantillons supérieurs à 3 avec différents CSF. La variation de CSF s'obtient en modifiant l'écart entre les plaques du raffineur. Les pâtes obtenues sont lavées et épaissies à l'aide d'une lessiveuse commerciale où le cylindre rotatif contient un sac en tissu de coton. Finalement, les pâtes sont gardées au réfrigérateur pendant toute la durée des essais.

4.2.4 Méthodologie expérimentale

Les essais préliminaires de même que les différentes conditions sont identifiés aux scénarios #1, #2, #3, #4, #5, et #6, tel qu'indiqué à la figure 4.2.

Les six procédés de mise en pâte peuvent se décrire comme suit:

#1) pâte de référence soit un CTMP standard: préchauffage des copeaux à la vapeur: 10 minutes; compression; imprégnation et chauffage de 5 minutes à 128 °C avec 1,5 % de soude et 2,5 % de sulfite de sodium; raffinage pressurisé en une étape.

#2) imprégnation avec avec 1,5 % de soude et 2,5 % de sulfite de sodium et un ratio de liqueur/bois de 5:1, à 50 °C durant 5 heures; compression; chauffage durant 5 minutes à 128 °C; raffinage pressurisé en une étape.

#3) préchauffage des copeaux à la vapeur: 10 minutes; compression; imprégnation de 30 minutes à 50 °C avec 1,5 % de soude et 2,5 % de sulfite de sodium; chauffage de 5 minutes à 95 °C; raffinage atmosphérique en une étape.

#4) préchauffage des copeaux à la vapeur: 10 minutes; compression; imprégnation de 30 minutes à 50 °C avec 1,5 % de soude et 2,5 % de sulfite de sodium; chauffage durant 5 minutes à 128 °C; raffinage pressurisé en une étape.

#5) préchauffage des copeaux à la vapeur durant 10 minutes; compression; imprégnation et chauffage à 50 °C durant 30 minutes avec 1,5 % de soude et 2,5 % de sulfite de sodium; compression; imprégnation et chauffage à 95 °C durant 5 minutes avec de la liqueur fraîche de la même composition; raffinage atmosphérique.

#6) préchauffage des copeaux à la vapeur durant 10 minutes; compression; imprégnation et chauffage à 50 °C durant 30 minutes avec 2.5 % de sulfite de sodium; compression; imprégnation et chauffage à 95 °C durant 5 minutes avec de la liqueur fraîche de la même composition; raffinage atmosphérique.

4.2.5 Techniques d'analyse

La consommation d'énergie électrique a été mesurée dans tous les cas. La latence des pâtes a été enlevée à l'aide d'une désintégration à l'eau chaude (environ 90 °C).

La plupart des essais physiques et chimiques ont été effectués selon les normes standards TAPPI en utilisant les appareils disponibles (tableau 4.1).

Autres déterminations réalisées:

Pourcentage de rejets avec appareil Pulmac.

Sulfonation et carboxylation de la pâte par conductimétrie (82).

Rétention de l'eau (WRV) : TAPPI UM 256.

Les études microscopiques ont été effectuées à partir de lamelles préparées selon les techniques usuelles en utilisant le colorant "Safranine".

Le microscope Zeiss III du Centre de Recherche en Pâtes et Papiers a permis leur observation et la prise de photographies.

4.3 RÉSULTATS ET DISCUSSION DES ESSAIS PRÉLIMINAIRES

Les valeurs des différentes propriétés mécaniques, optiques et chimiques obtenues sur les pâtes, à 550 ml CSF, sont présentées dans le tableau 4.2.

Les résultats de l'évolution de l'indice d'égouttage avec la consommation spécifique d'énergie pour les différents scénarios apparaissent dans la figure 4.3. Bien que les courbes semblent se rapprocher au début du raffinage, elles deviennent de plus en plus séparées au fur et à mesure que l'indice d'égouttage descend.

À la figure 4.4, on peut voir la consommation spécifique d'énergie pendant les essais, toujours à 550 ml d'indice d'égouttage. Il est évident que le scénario # 4 montre la consommation d'énergie la plus élevée. Il faut se rappeler que, selon les conditions de mise en pâte, une chute de la température de ramollissement de la lignine était prévisible. Le raffinage, à une température initiale de 128 °C, produit des fibres encapsulées par une couche de lignine ramollie. Ainsi, la déformation élastique des fibres et le nombre d'impacts non-effectifs pour le défibrage et raffinage augmentent de façon très marquée. L'observation microscopique de cette pâte permet de vérifier cette hypothèse (figure 4.5). Les fibres ont été séparées de façon propre, presque sans être coupées et très peu de fines sont présentes. Les parois ne montrent aucun degré de fibrillation. Par contre, la pâte # 3, préparée sous les mêmes conditions mais avec un raffinage atmosphérique, montre au microscope des caractéristiques très différentes (figure 4.6). Par exemple, les fibres sont fortement coupées et présentent

beaucoup de fibrillation, de fines et de petites bûchettes. Dans ce cas, la coupure des fibres cause, évidemment, une grande consommation d'énergie spécifique. Le scénario # 1, i.e. la pâte CTMP aux conditions classiques, a aussi une consommation d'énergie élevée. Tel que prévu, les scénarios # 2 et # 5 utilisent le moins d'énergie et ce, à cause du temps de traitement chimique plus marqué de ces pâtes.

La figure 4.7 indique le pourcentage de matières fines dans les diverses pâtes. La pâte # 1 se remarque par un pourcentage de fines situé bien en dehors des spécifications pour la fabrication des pâtes fluff (voir tableau 2.5). L'observation microscopique de la pâte # 1 met en évidence une très importante fibrillation des parois, qui est la source de fines (figure 4.8). À nouveau, les pâtes des scénarios # 2 et # 5 montrent des valeurs basses mais cette fois-ci, au niveau des matières fines.

La figure 4.9 permet de visualiser les pourcentages de matières extractibles DCM. La pâte # 1 possède la valeur supérieure, ceci étant dû aux conditions de mise en pâte. C'est le scénario le plus faible en produits chimiques et, par conséquent, les matières extractibles n'ont pas eu la possibilité d'être saponifiées. La quantité de matières extractibles la plus basse correspond à la pâte # 5, à cause de

son pourcentage de soude plus élevé (3%). Il est évident que la double compression influence de façon marquée le taux de matières extractibles. Dans le cas des pâtes # 2, # 3 et # 4, le pourcentage demeure presque le même, ce qui marque une limite apparente pour l'extraction avec ce niveau de soude.

Les figures 4.10 et 4.11 présentent la longueur de rupture pour les scénarios réalisés. Deux niveaux de résistances s'observent, l'un correspondant aux pâtes # 2 et # 5, et l'autre aux autres scénarios. Il va de soi que la pâte # 2 offre une qualité supérieure quant aux exigences de la pâte pour produits fluff. Un trempage à 50 °C pendant 5 heures montre des résultats différents par rapport à un traitement d'une demi-heure du matériel comprimé. L'observation microscopique de la pâte # 2 confirme la présence de fibres entières, avec un degré moyen de fibrillation mais aussi une conservation de leur rigidité. Les fines trouvées correspondent aux cellules de parenchyme (figure 4.12). Il est intéressant de noter qu'à bas niveaux d'indice d'égouttage, la pâte # 3, raffinée à pression atmosphérique, démontre un comportement semblable à celui de la pâte CTMP classique mais requérant une consommation d'énergie plus basse. L'indice d'éclatement et l'indice de déchirure présentent un comportement presque identique (figures 4.13 et 4.14 respectivement).

Le pourcentage de rejets apparaît aux figures 4.15 et 4.16. Le niveau de rejets très élevé de la pâte # 5 se démarque. La double compression et le double traitement chimique ont produit une granulométrie différente des autres et, par conséquent, un comportement différent dans le raffineur même à de faibles valeurs d'indice d'égouttage. La figure 4.17 présente l'observation microscopique de la pâte # 5. L'action de double compression est visible à cause du degré de fibrillation.

Le taux de fibres longues, représenté par la fraction retenue en 28 mailles (figure 4.18), met également en évidence aussi la haute quantité de rejets de la pâte # 5

Les deux paramètres les plus importants vis-à la capacité d'absorption, la rétention d'eau et la main, sont présentés dans les figures 4.19 et 4.20 respectivement. En premier lieu, le degré d'absorption d'eau mesuré par le WRV, est généralement très élevé par rapport aux pâtes CTMP. Tel que prévu, les pâtes # 2 et # 5 montrent les valeurs les plus élevées, ce que confirme le fort gonflement des parois. En ce qui concerne la main, bien que les pâtes # 2 et # 5 présentent les niveaux les plus bas, tous les résultats sont élevés et se situent à l'intérieur des spécifications pour la qualité désirée.

Finalement, le degré de sulfonation est montré à la figure 4.21. Le comportement des différents scénarios suit les tendances déjà mentionnées. Il semble exister une forte interaction entre le sulfite de sodium et le milieu alcalin, mise en évidence par l'écart entre les pâtes # 5 et # 6. L'observation microscopique de la pâte # 6 est montrée à la figure 4.22.

4.4 CONCLUSIONS SUR LES ESSAIS PRÉLIMINAIRES

- La pâte produite (# 1) avec le procédé CTMP classique est de qualité insuffisante pour nos besoins (niveau trop élevé de matières extractibles et de fines -P200-). De plus, elle requiert une consommation d'énergie importante.
- La pâte produite (# 3) avec une demi-heure de trempage du matériel comprimé et un raffinage atmosphérique n'est bonne que pour des indices d'égouttage beaucoup plus bas.
- La pâte produite (# 4) avec une demi-heure de trempage du matériel comprimé et un raffinage pressurisé possède quelques caractéristiques intéressantes. Cependant, il faudrait faire

une optimisation de la température de raffinage, à cause de sa consommation d'énergie très élevée.

- Le procédé (# 5) comprenant une double compression du matériel fibreux et une double addition de réactifs chimiques (soude) est recommandé pour l'obtention de pâtes plus résistantes.

- Le procédé (# 6) incluant une double compression du matériel fibreux et une double addition de réactifs chimiques (sulfite) n'est pas recommandé car il n'offre aucun avantage. Son comportement est moyen.

- Les procédés (# 5 et # 6) comprenant une double étape de compression montrent une grande capacité d'enlèvement des matières extractibles.

- La pâte produite (# 2), suite à un trempage des copeaux à 50 °C pendant 5 heures, est appropriée à nos besoins pour presque toutes les propriétés. Les pourcentages de matières extractibles et de rejets descendront davantage avec un traitement approprié de blanchiment.

- Suite à l'optimisation de certaines conditions de mise en pâte, l'obtention d'une pâte CTMP de bouleau blanc de caractéristiques acceptables pour être utilisée pour des produits fluff semble possible.

Essais	Normes
Indice d'égouttage	T227 OS-58
Classification Bauer Mac Nett	T233 OS-75
Confection des feuilles pour essais physiques	T205 OS-71
Confection des feuilles pour essais optiques	T218 OM-83
Conditions standards et atmosphère contrôlée	T402 OS-70
Épaisseur	T411 OS-76
Longueur de rupture	T494 OS-70
Indice d'éclatement "Mullen"	T403 OS-76
Indice de déchirure "Elmendorf"	T414 OS-65
Blancheur	CPPA E1
Matières extractibles dans DCM	204 OM-88

TABEAU 4.1 = Normes TAPPI et CPPA standards utilisées

PATES	1	2	3	4	5	6
Densité (g/cm ³)	0,227	0,256	0,227	0,217	0,263	0,256
Main (cm ³ /g)	4,5	3,8	4,4	4	3,7	3,9
WRV (%)	175	195	137	160	190	158
Rejets (%)	0,5	1,8	3	0,5	7	2,6
R28 (%)	20,5	23,8	22,6	15,2	31,1	22
P200 (%)	24,5	19,3	21,1	20	16	19,3
Longueur fibres (mm)	1,03	1,12	1,08	0,97	1,26	1,08
I.Eclatement (kPa m ² /g)	0,35	0,78	0,2	0,3	0,78	0,31
Longueur Rupture (km)	1,1	2	0,6	0,8	2	1,1
Allongement (%)	0,71	0,93	0,65	0,6	0,79	0,7
Energie rupture (g*cm)	2,9	7	1	1,5	5,9	3
I.Déchirure (Nm m ² /g)	2,3	4,2	1,4	2,3	5,8	3,1
Blancheur (%)	55,1	56,9	55,8	58,2	53,7	55,8
Extractibles DCM (%)	2,42	2,06	2,09	1,99	1,61	1,67
Sulfonates (mmol/kg)	20	32	15	15	32	19
Carboxilates (mmol/kg)	123	148	123	123	170	120
Ions totaux (mmol/kg)	153	180	138	138	202	139
Energie sp. (kwh/tmsa)	990	620	1000	1190	520	750

TABLEAU 4.2: Résultats des essais préliminaires à 550 ml
d'indice d'égouttage

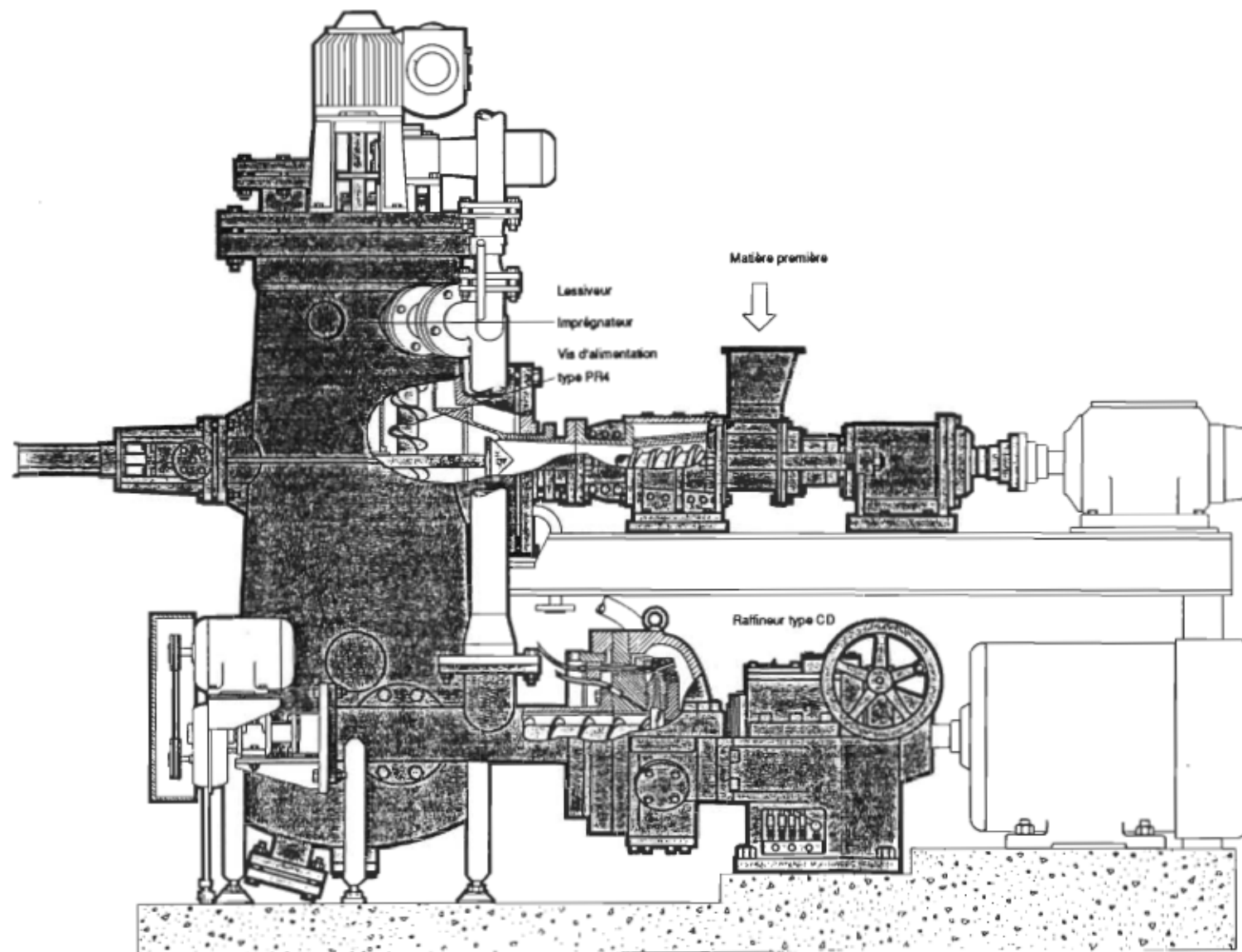


FIGURE 4.1: Usine pilote Sands Defibrator

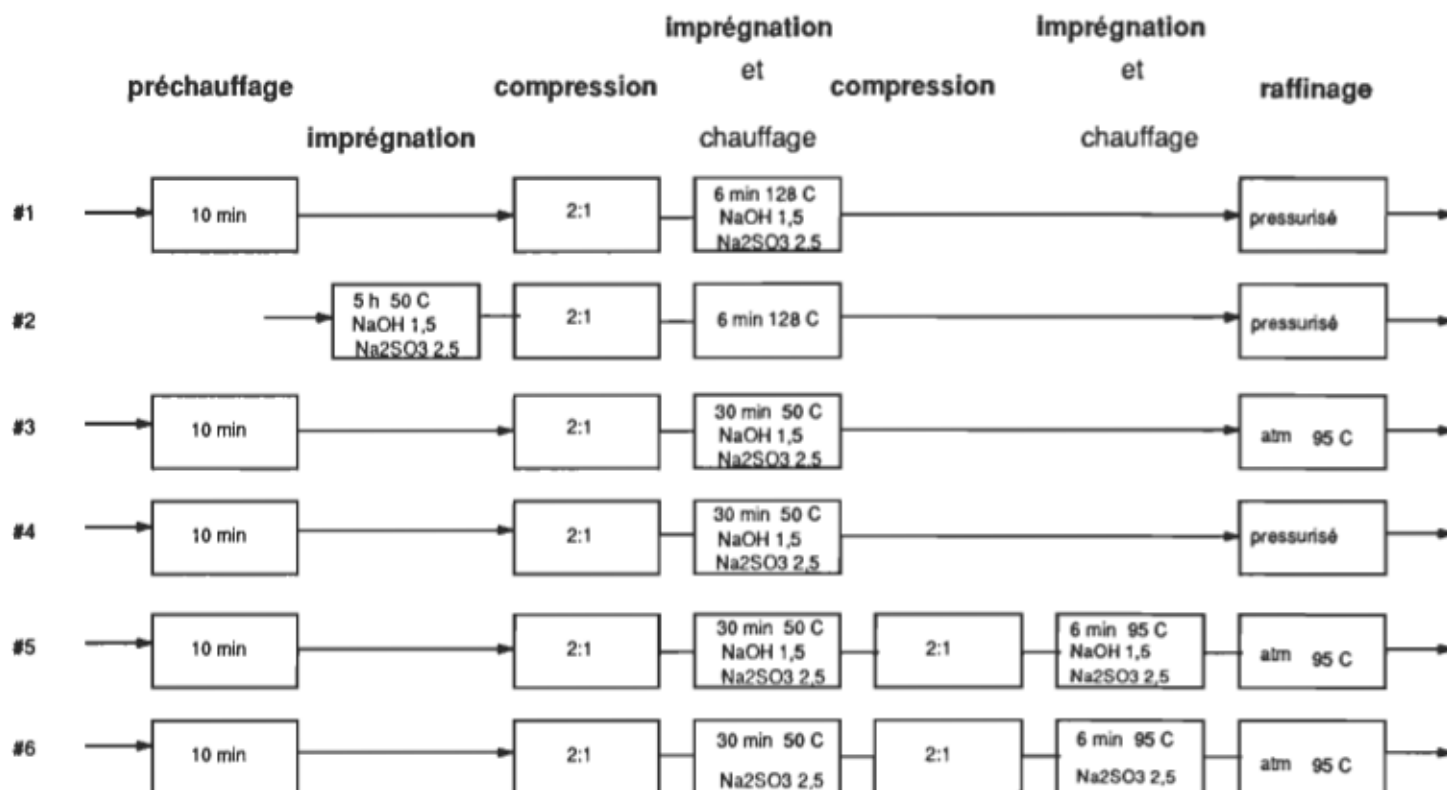


FIGURE 4.2: Scénarios des essais préliminaires

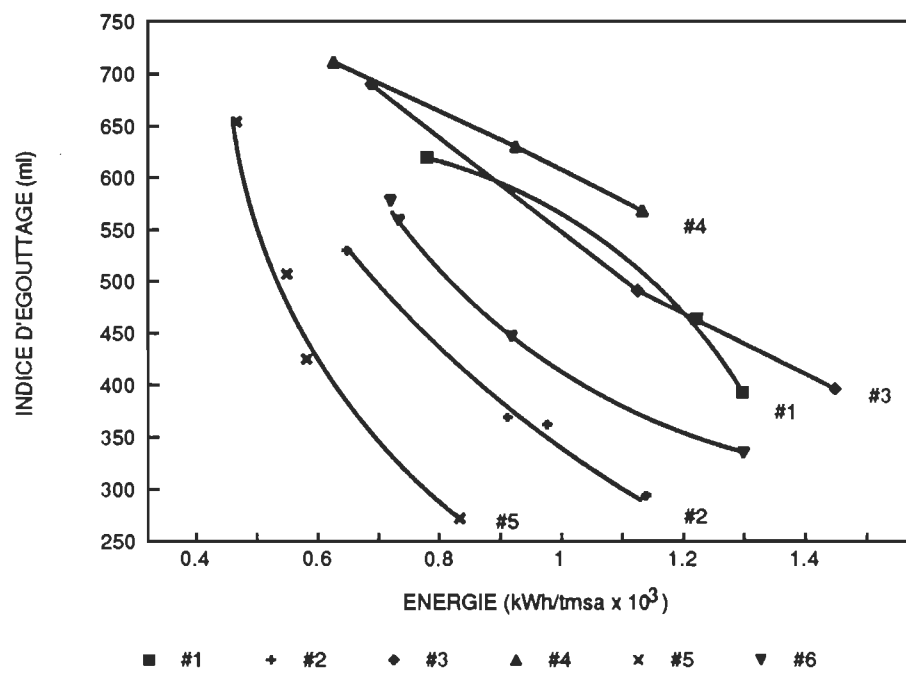


FIGURE 4.3: Evolution de l'indice d'égouttage avec
l'énergie spécifique

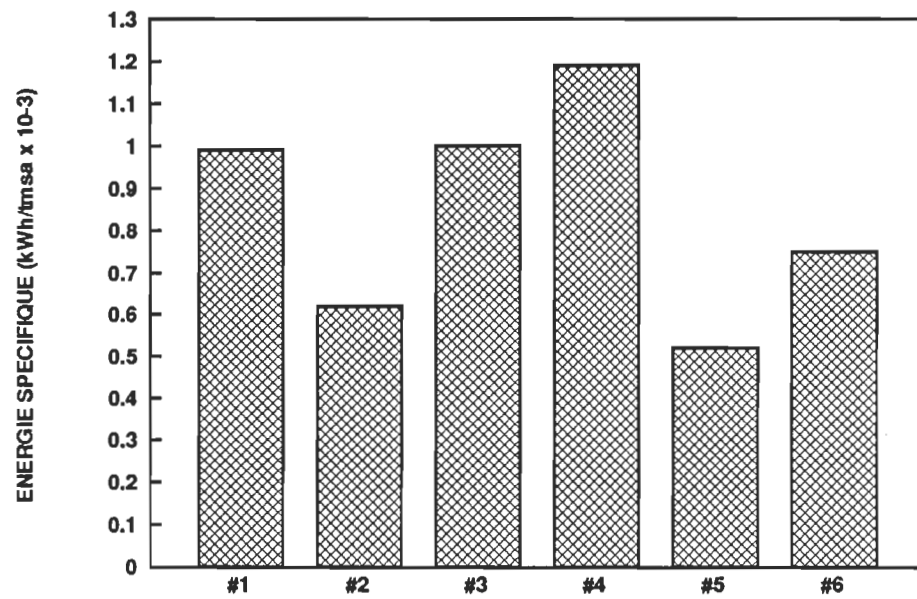
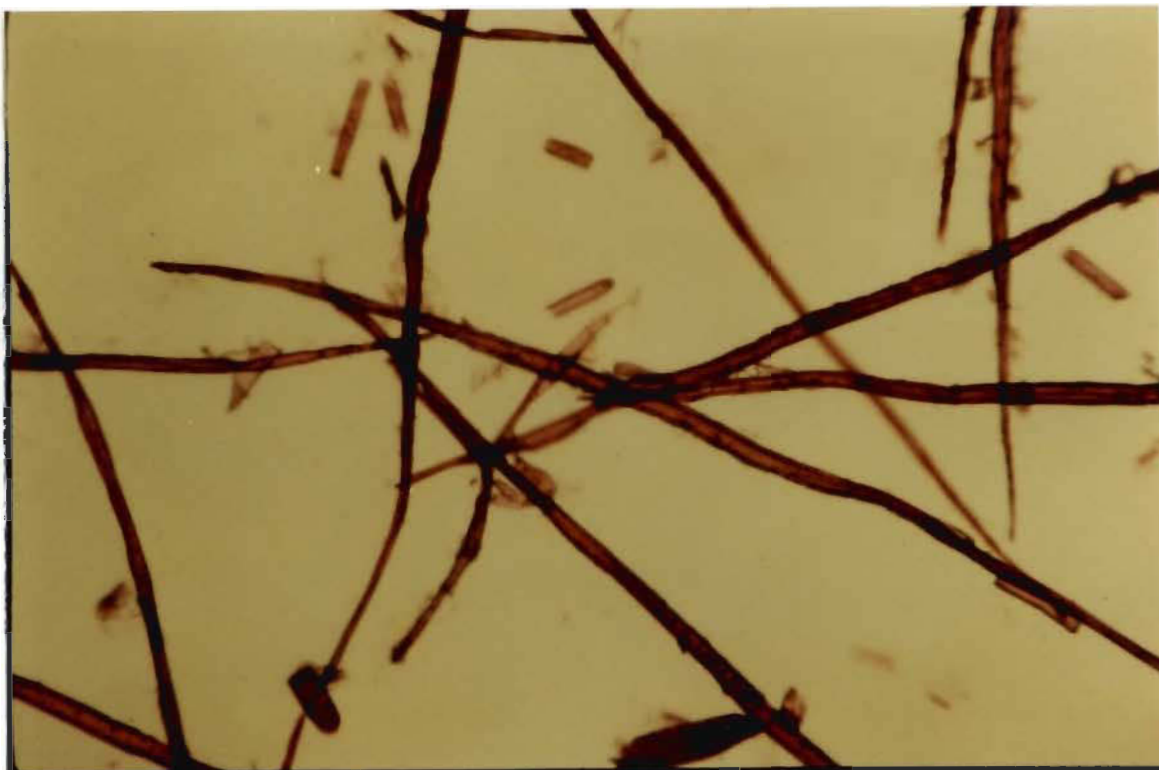


FIGURE 4.4: Consommation d'énergie spécifique à 550 ml d'indice d'égouttage



99



FIGURE 4.5: Observation microscopique de la pâte #4

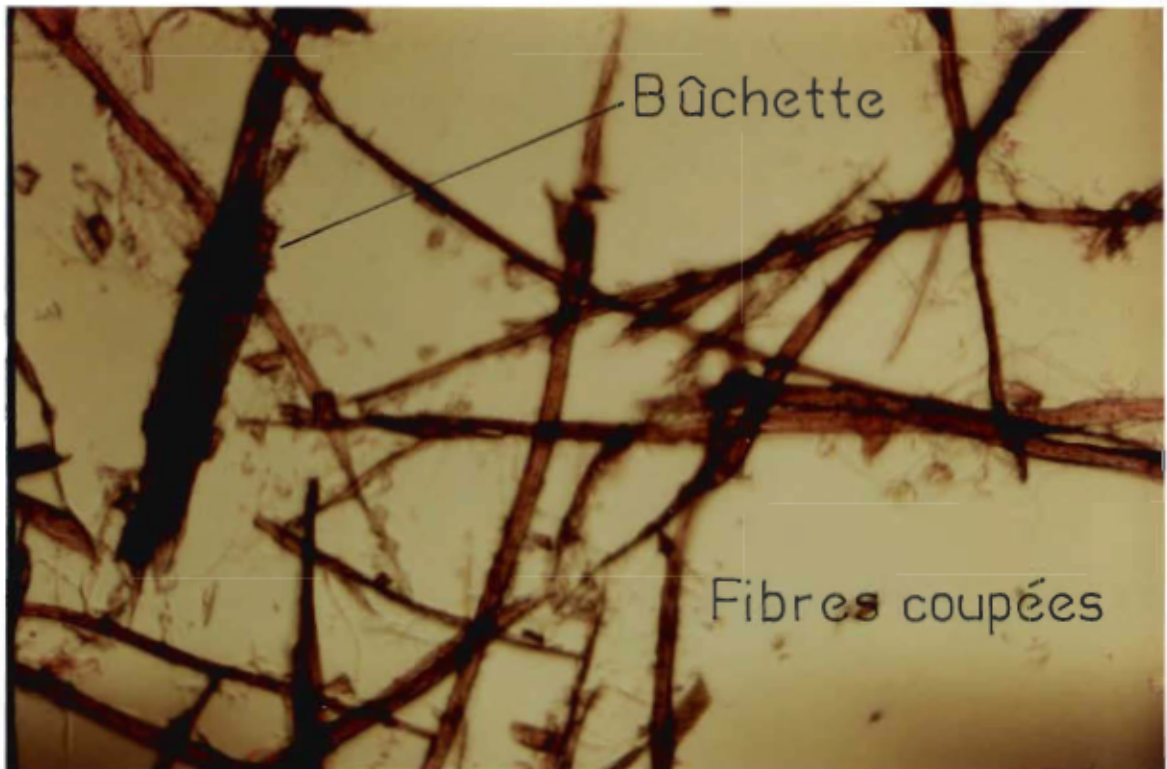
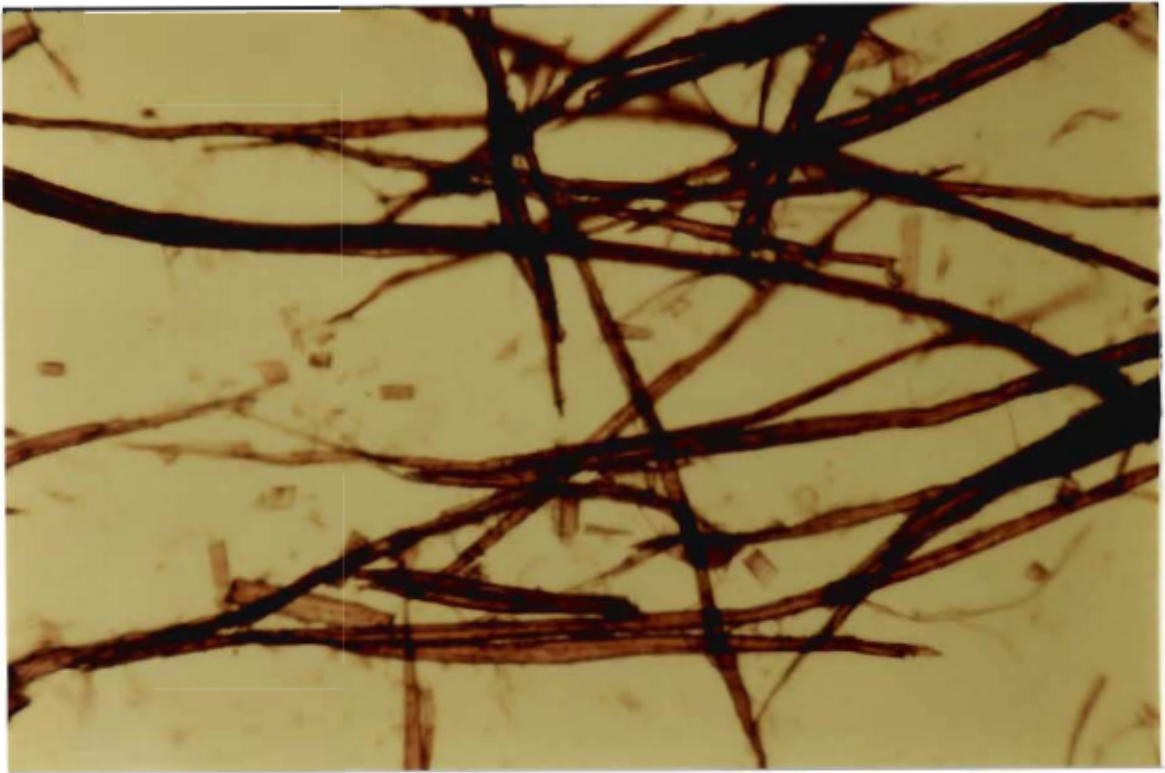


FIGURE 4.6: Observation microscopique de la pâte #3

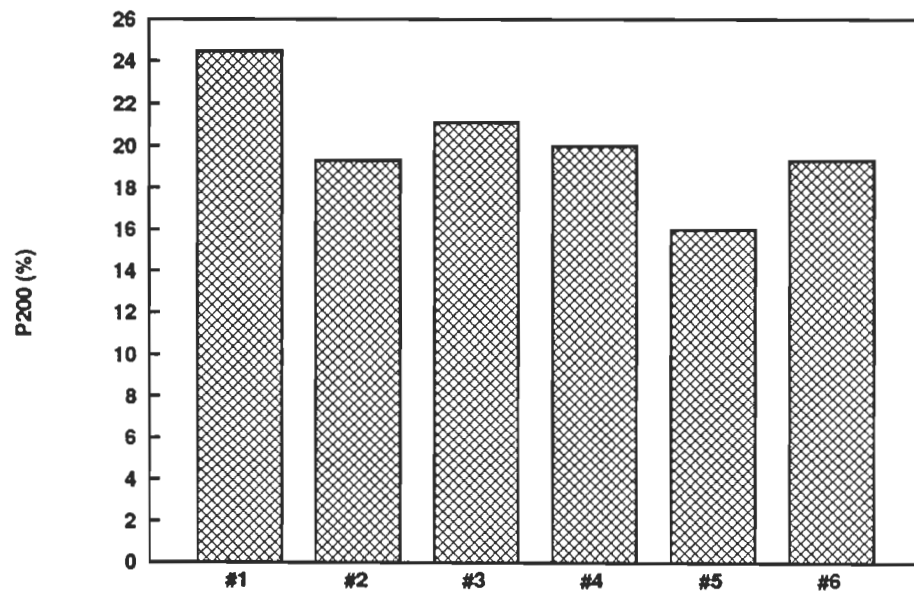


FIGURE 4.7: Pourcentage des matières fines à 550 ml
d'indice d'égouttage

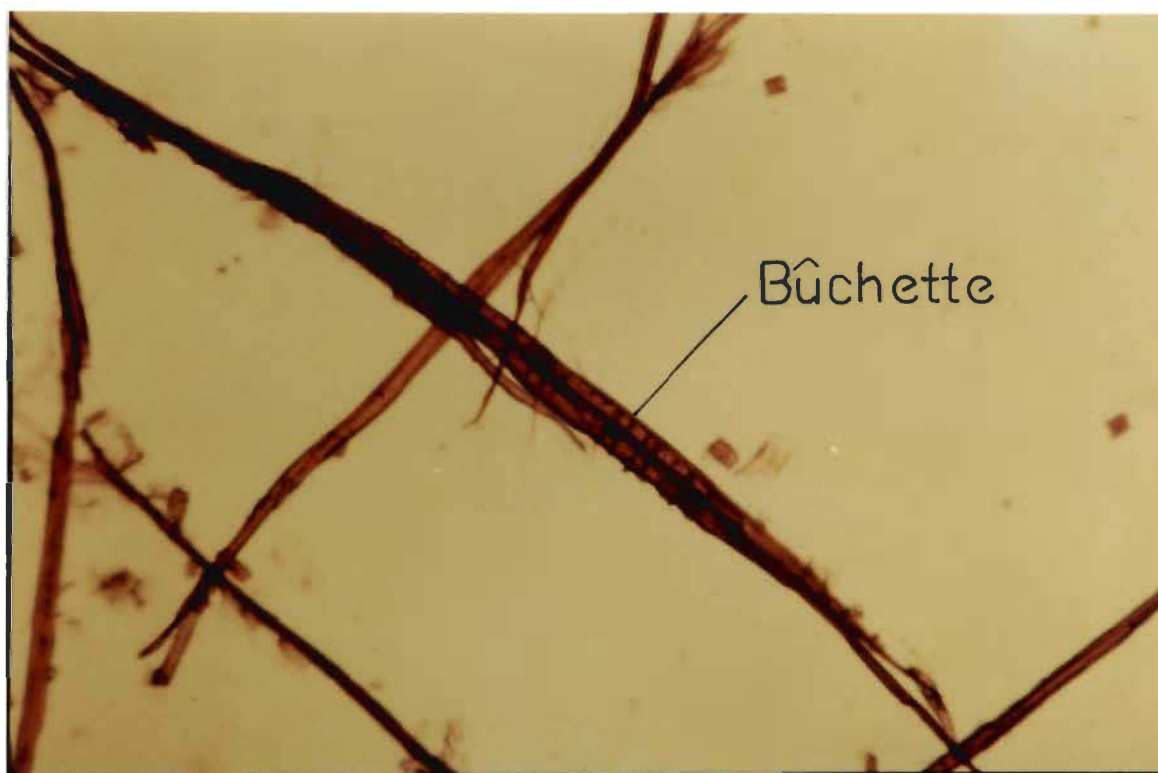
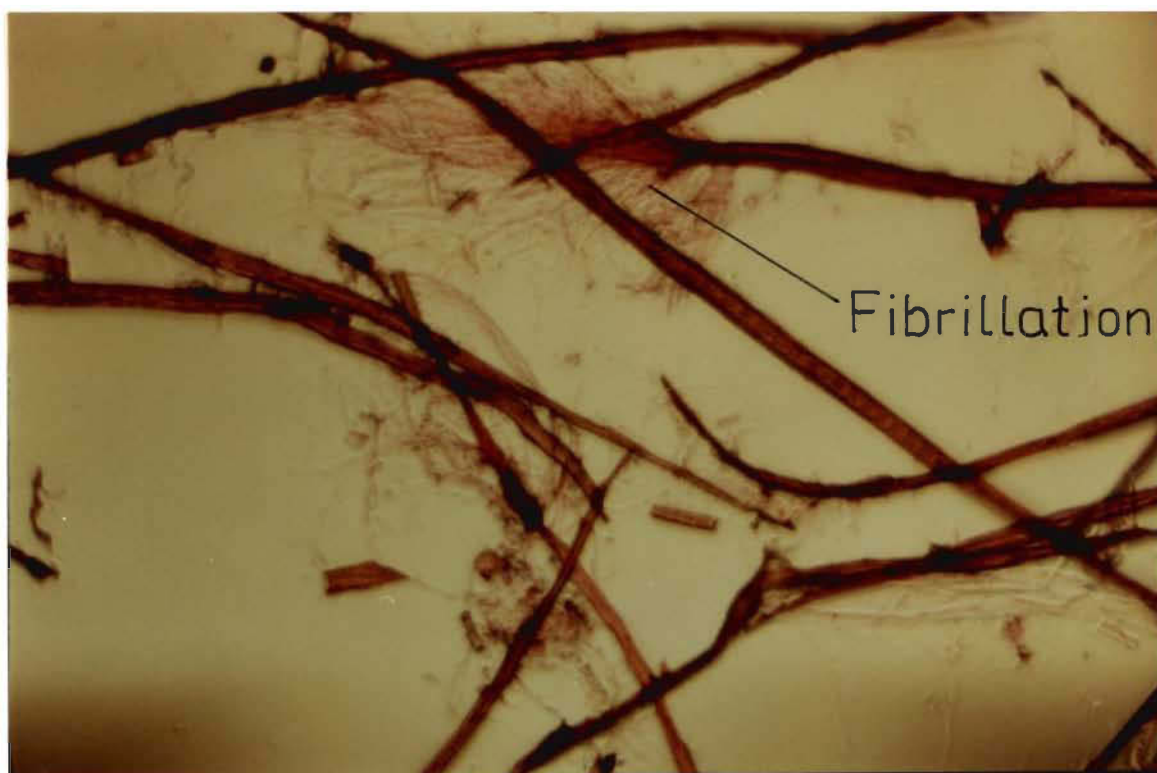


FIGURE 4.8: Observation microscopique de la pâte #1

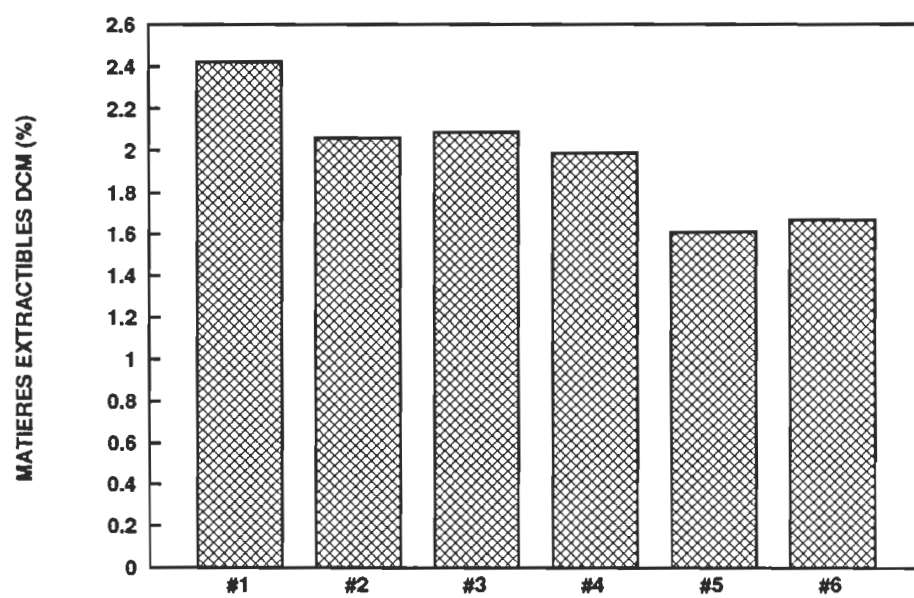


FIGURE 4.9: Taux de matières extractibles
des pâtes #1 à #6

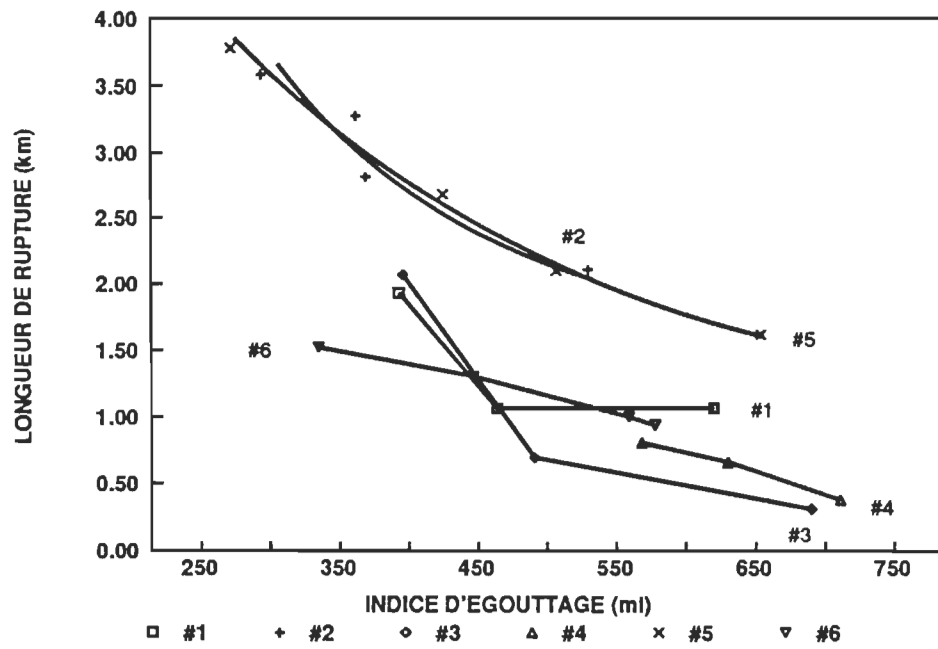


FIGURE 4.10: Evolution de la longueur de rupture avec l'indice d'égouttage

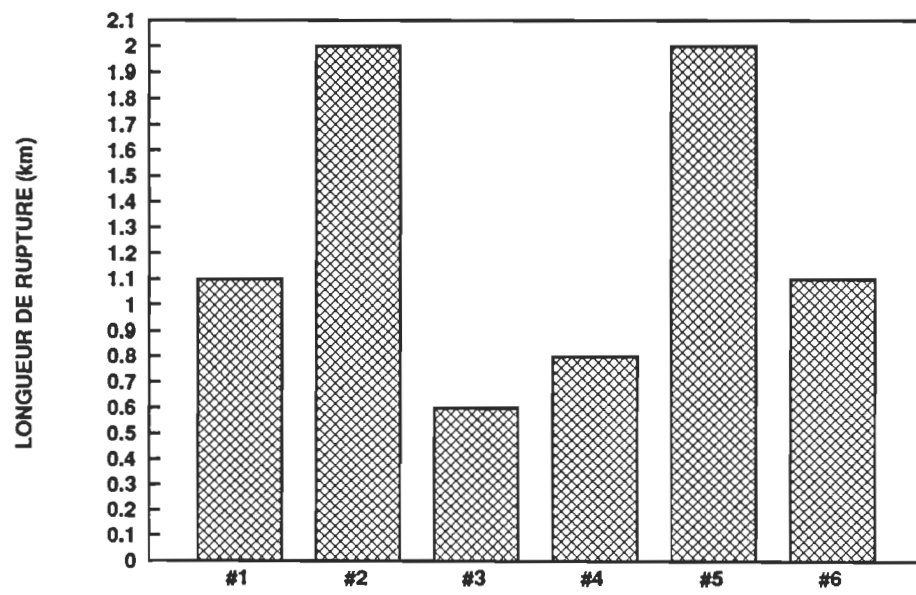


FIGURE 4.11: Longueur de rupture à 550 ml
d'indice d'égouttage

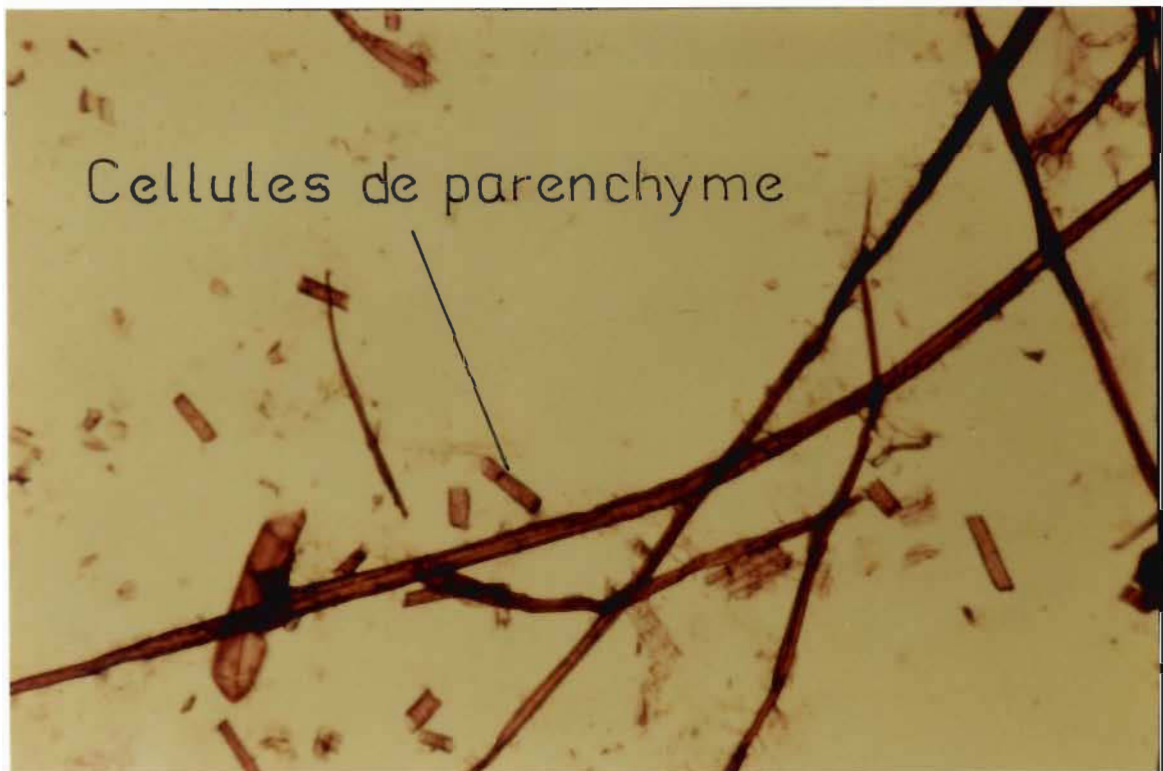
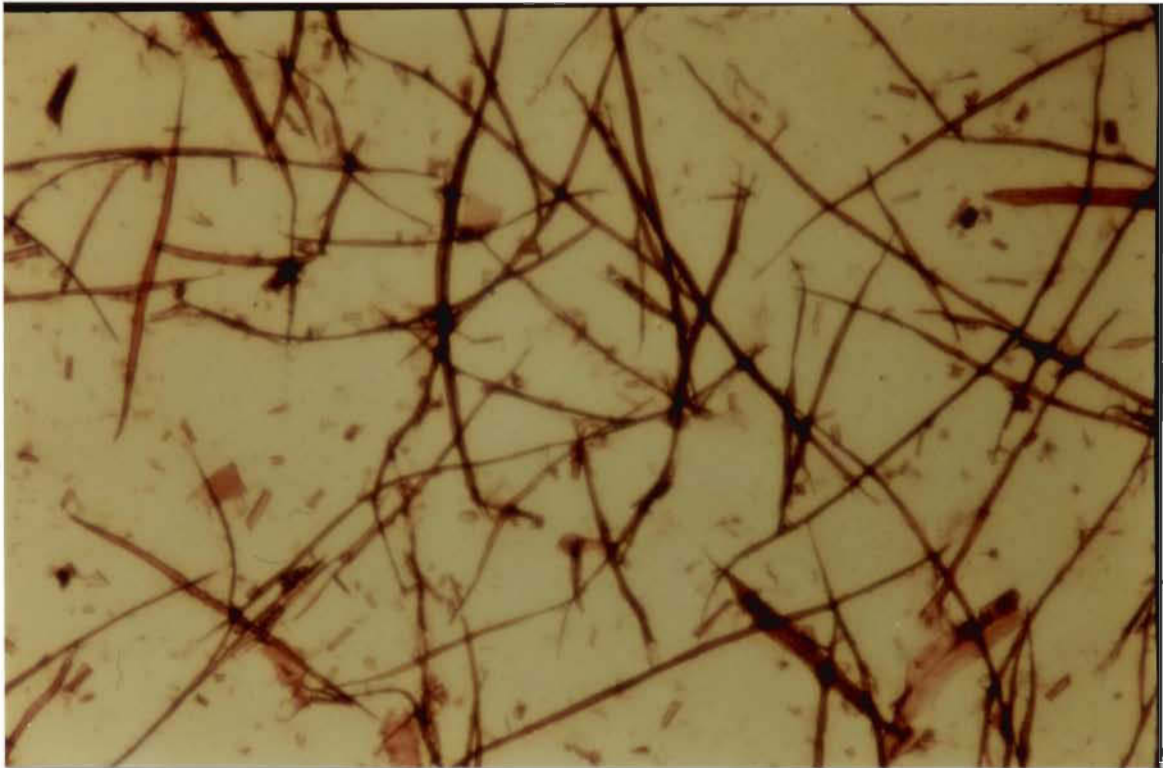


FIGURE 4.12: Observation microscopique de la pâte #2

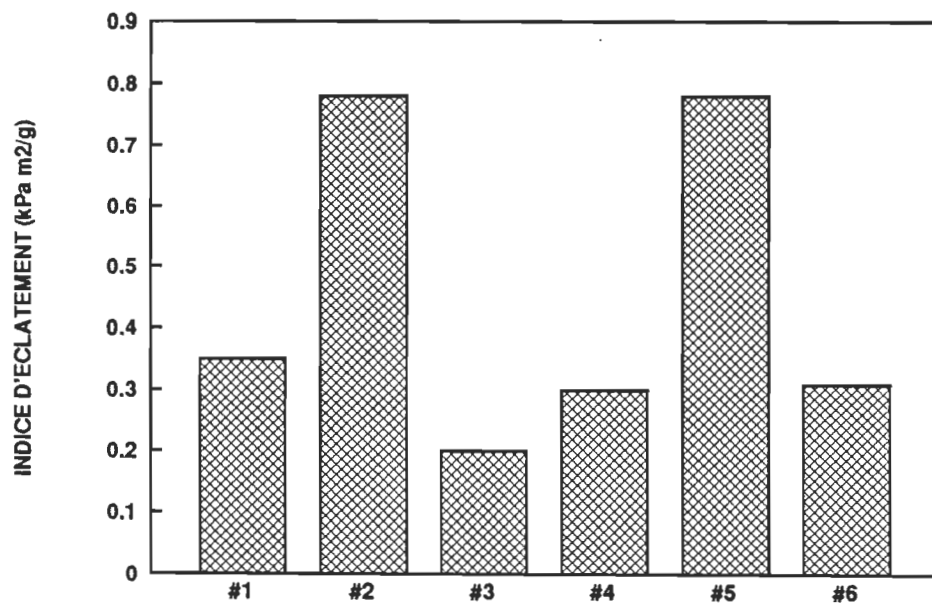


FIGURE 4.13: Indice d'éclatement à 550 ml d'indice d'égouttage

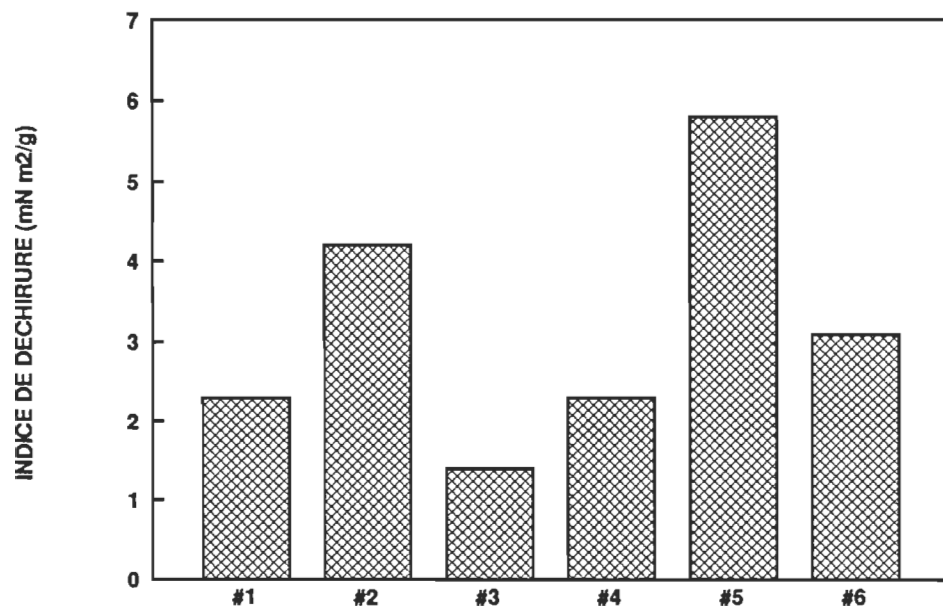


FIGURE 4.14: Indice de déchirure à 550 ml d'indice d'égouttage

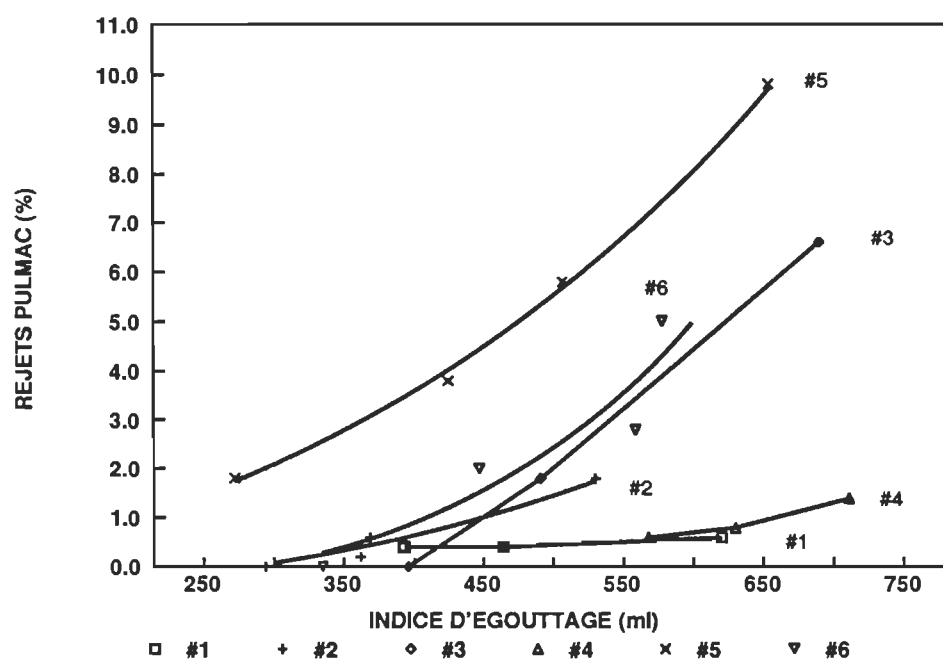


FIGURE 4.15: Evolution du taux de rejets avec l'indice d'égouttage

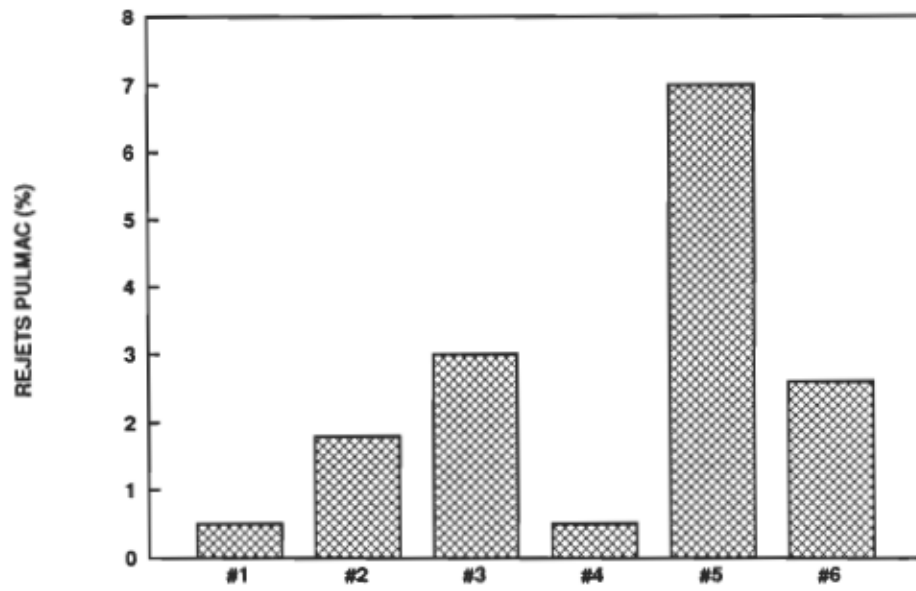


FIGURE 4.16: Taux de rejets à 550 ml d'indice d'égouttage

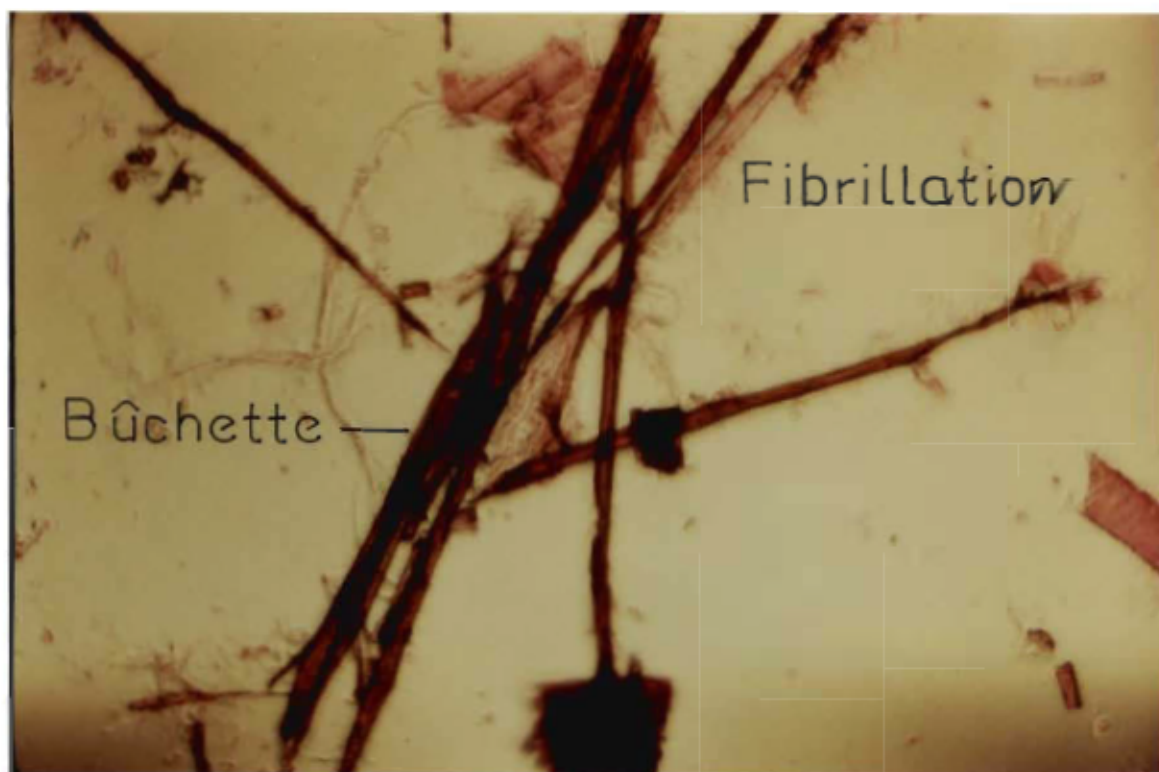


FIGURE 4.17: Observation microscopique de la pâte #5

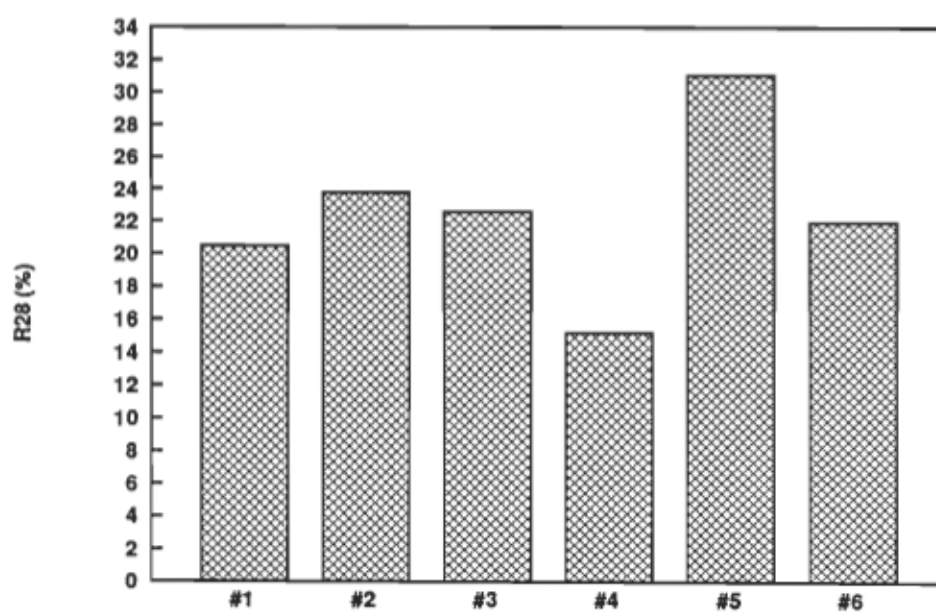


FIGURE 4-18: Taux de fibres longues (R28) à 550 ml
d'indice d'égouttage

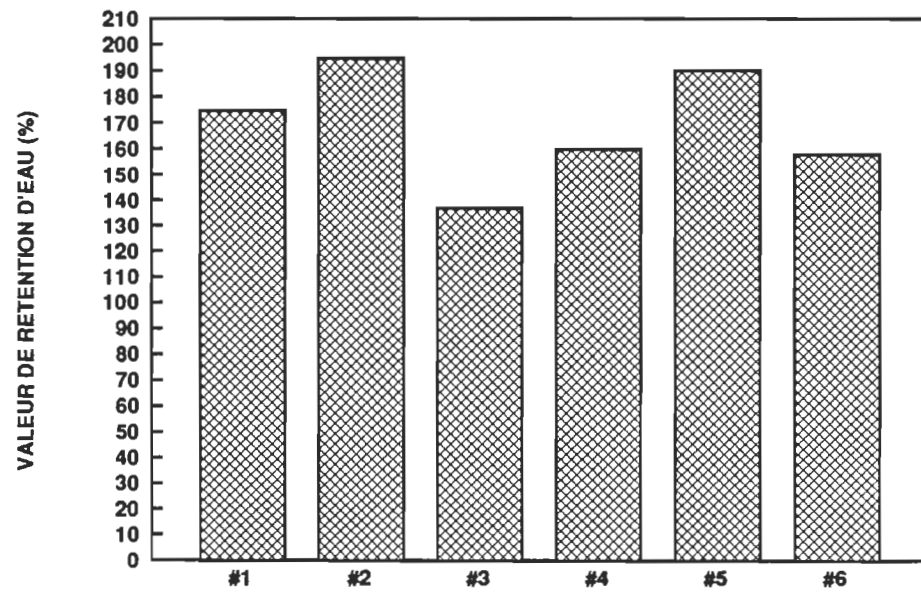


FIGURE 4.19: Valeur de rétention d'eau à 550 ml
d'indice d'égouttage

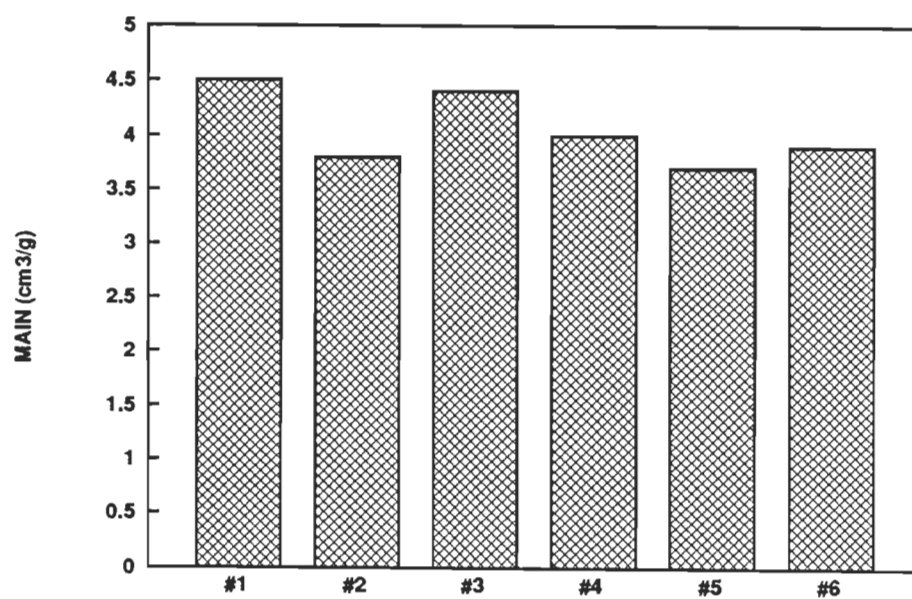


FIGURE 4.20: Main à 550 ml d'indice d'égouttage

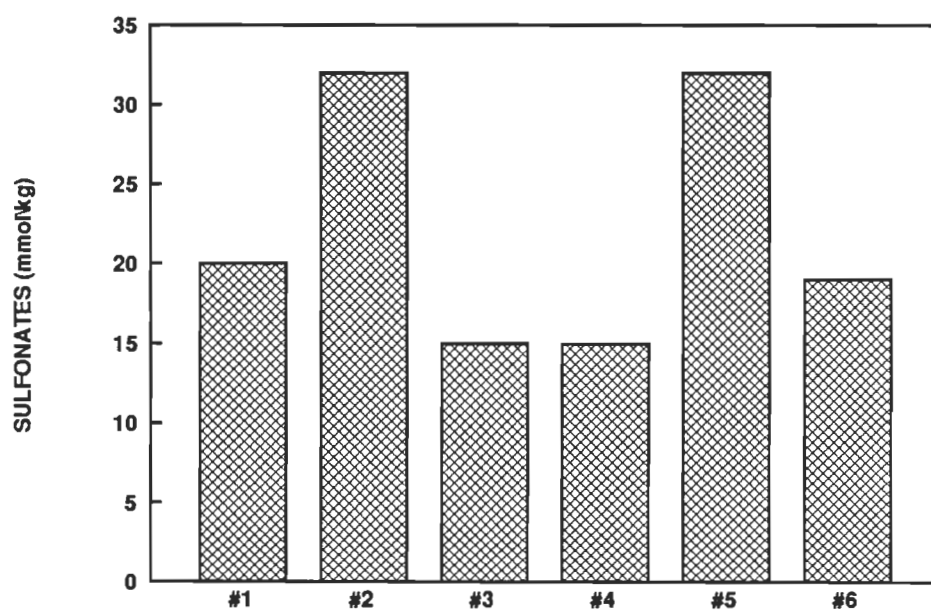


FIGURE 4.21: Degré de sulfonation des pâtes #1 à #6

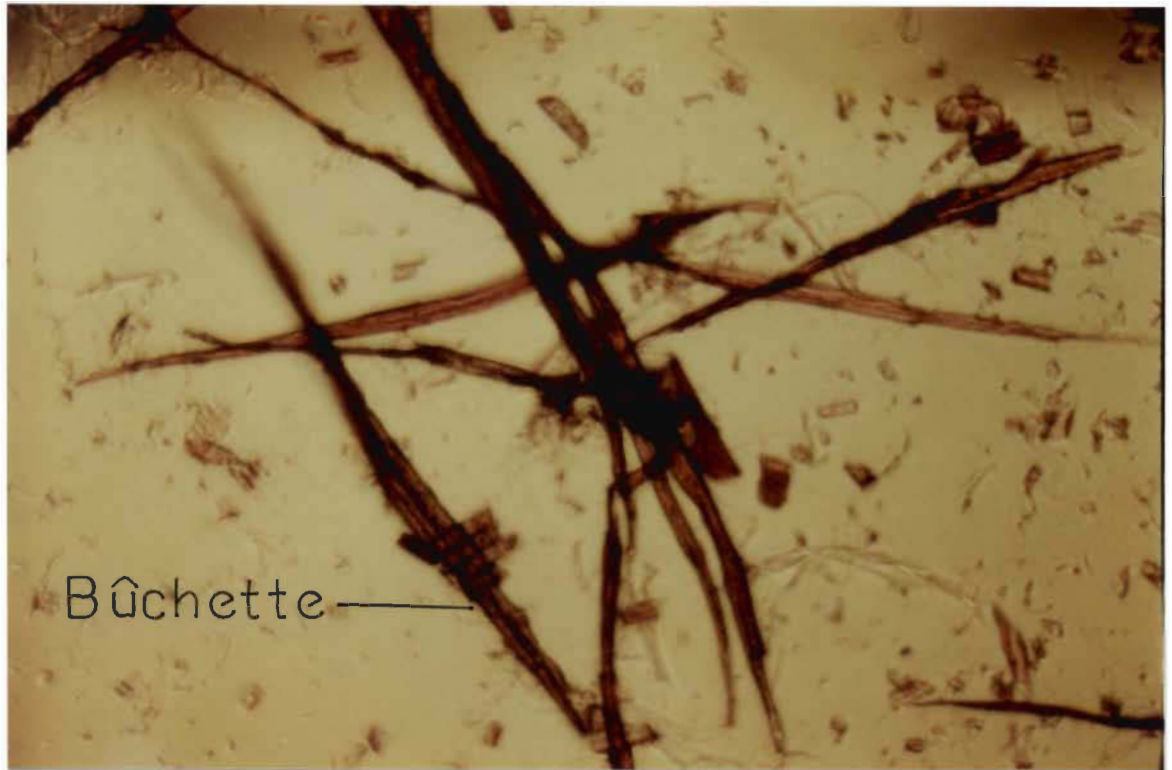


FIGURE 4.22: Observation microscopique de la pâte #6

ESSAIS DÉFINITIFS

5.1. INTRODUCTION

Les essais préliminaires ont été réalisés afin d'évaluer divers scénarios possibles pour obtenir les propriétés désirées d'une pâte destinée aux produits fluff. Il importe maintenant de procéder à des essais définitifs dans le but d'optimiser les variables de mise en pâte du scénario choisi, soit le "scénario # 2" (trempage des copeaux avec 1,5% d'hydroxyde de sodium et 2,5% de sulfite de sodium à 50 °C pendant 5 heures; chauffage à 128 °C pendant 5 minutes; raffinage pressurisé).

Suite aux résultats obtenus, la décision de travailler avec les variables du prétraitement, à savoir le temps et la température de trempage des copeaux, a été prise. Un design expérimental du type carré étoilé avec point central (2 variables et 5 niveaux) a semblé le plus approprié (ANNEXE 2).

Pour faire un choix au sujet des niveaux, les valeurs obtenues pour les différents paramètres étudiés antérieurement

ont été examinées soigneusement. Afin de connaître l'effet de la température, la limite inférieure est établie à 22 °C soit la température de la pièce. Le point déjà évalué (50 °C) a été considéré comme une bonne référence ou point central et, selon les calculs, avec une augmentation unitaire de 20 °C, la limite supérieure est fixée à 78 °C. Cela devrait permettre de connaître la réponse dans un large intervalle de températures.

Par rapport aux limites de temps, les résultats obtenus indiquent que pour 5 heures de trempage toute la soude est consommée. Par contre, une demi-heure s'avère insuffisante, tel que constaté par le développement des propriétés du scénario # 4 par rapport au scénario # 2. De plus, la demi-heure de trempage a été appliquée sur le matériel comprimé, ce qui résulte en un contact liqueur/bois amélioré. Dans le cas de copeaux entiers, le temps minimum semblait être 1,5 h. Le point central a été fixé entre ces limites, avec une augmentation unitaire de 1,2 heures.

La présente étude comporte trois sections: l'évaluation des pâtes obtenues avec trempage des copeaux par rapport à la pâte de référence (CTMP standard: scénario # 1 des essais préliminaires); la réponse des différents paramètres d'évaluation aux variables indépendantes choisies (temps et

température de trempage); l'analyse des causes probables des résultats obtenus.

5.2. TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

5.2.1 Préparation des copeaux

Les copeaux utilisés dans les expériences définitives proviennent également du bois de bouleau blanc de Ste-Anne de la Pérade. Environ 15 kg secs de copeaux ont été utilisés pour chaque essai.

Les détails sur l'écorçage, le déchiquetage, la classification et le lavage ont été décrits dans la section 4.2.1.

5.2.2 Préparation des liqueurs

La liqueur pour chaque essai a été préparée de façon simultanée, à partir de Na_2SO_3 et NaOH en poudre, dans une proportion respective de 2,5 % et 1,5 % , tous les deux sur base de matière sèche.

5.2.3 Préparation des pâtes

Le trempage des copeaux a été accompli dans des sacs en plastique maintenus dans un bain thermique chauffé à la vapeur directe, selon les temps et les températures prévus pour chaque essai. Pour assurer une température uniforme, la liqueur a été chauffée à la température choisie selon le cas, avant d'être ajoutée aux copeaux. Le ratio de liqueur/bois a été maintenu à 5:1 dans tous les cas. Par la suite, les copeaux ont été égouttés et introduits dans le système d'alimentation de l'usine pilote Sunds Defibrator décrit dans la section 4.2.3.

Le rapport entre les plaques de raffinage a été maintenu pendant tous les essais pour chaque niveau d'énergie appliqué (distance réelle: 1,0 - 0,7 - 0,6 mm respectivement). Trois échantillons de 1 minute (environ 0,8 kg de pâte), ont été pris pour chaque point du design.

Les pâtes obtenues ont été lavées et épaissies à l'aide d'une lessiveuse commerciale où le cylindre rotatif contient un sac en tissu de coton qui couvre la paroi. La pâte est déposée à l'intérieur du sac. Pendant que l'essoreuse tourne, de l'eau est ajoutée par quantité d'environ 5 litres. Ce cycle est répété jusqu'à ce que l'eau reste claire lors de son passage à

travers la pâte (3-4 fois). L'essorage se continue jusqu'à ce que l'eau cesse de s'égoutter.

Finalement, les pâtes sont gardées au réfrigérateur pendant toute la durée des essais, de la façon décrite dans la section 4.2.3.

5.2.4 Méthodologie expérimentale

Un design expérimental de type carré étoilé avec point central (2 variables et 5 niveaux) a été utilisé. Les explications correspondant au design sont décrites dans l'ANNEXE 3. Les niveaux des variables indépendantes sont exprimés dans la figure 5.1.

Le point central a été répété deux fois (soit 01 et 02 respectivement), mais l'analyse statistique fut accomplie sur le mélange des deux (01 - 02).

5.2.5 Techniques d'analyse

Toutes les techniques d'analyse ont été détaillées dans la section 4.2.5. La détermination du taux de matières

extractibles a été accomplie, d'abord, de façon identique à celle des essais préliminaires. Face au doute sur l'efficacité du lavage de la pâte à l'aide de l'essoreuse, les degrés de matières extractibles des pâtes ont été déterminés de nouveau sur les échantillons lavés de la manière suivante: la pâte diluée à 0,5 % et à la température de la pièce, a été agitée dans un désintégrateur standard pendant 5 minutes et filtrée par la suite sur papier filtre. Les résultats ont été évalués statistiquement à une signification de 95 %.

5.3 RÉSULTATS ET DISCUSSION DES ESSAIS DÉFINITIFS

5.3.1 Qualité des pâtes

Les valeurs des différentes propriétés mécaniques, optiques et chimiques obtenues sur les pâtes, à 550 ml d'indice d'égouttage, sont présentées au tableau 5.1.

Une première évaluation peut être obtenue à partir des graphiques comparatifs entre les pâtes. La figure 5.2 correspond à la consommation spécifique d'énergie pour l'obtention des différentes pâtes. D'une façon générale, celles obtenues aux températures les plus élevées montrent la valeur la plus basse, environ 700 kWh/Tmms.

Le niveau énergétique de la pâte CTMP standard est dépassé seulement par la pâte α b. Cette dernière présente un comportement anormal par rapport aux autres, qui ont une consommation énergétique généralement faible.

Les figures 5.3, 5.4 et 5.5 montrent les propriétés de résistance des pâtes soient: longueur de rupture, indice d'éclatement et indice de déchirure respectivement. Leur évolution est semblable, mais les pâtes obtenues à hautes températures ont les valeurs les plus élevées. La pâte CTMP standard présente une valeur d'indice de déchirure située entre celles des pâtes obtenues avec les niveaux extrêmes de température. Dans le cas des deux autres propriétés, son comportement s'approche des valeurs les plus faibles. La même tendance est mise en évidence par la rétention de l'eau (WRV), (figure 5.6).

A la figure 5.7, le pH de la liqueur après le trempage (pH final) donne une indicative de la consommation d'alcali. Dans ce cas, l'évolution est semblable à celle de l'énergie spécifique.

À noter que lors des essais définitifs, jamais le pH final de la liqueur n'est arrivé au niveau de celui du scénario # 2 des essais préliminaires (où tout l'alcali a été consommé). Ces

résultats du trempage font ressortir une différence entre les deux séries d'essais qui peuvent générer des résultats dissemblables au niveau des propriétés. Une cause possible est la difficulté d'accomplir une agitation standardisée avec les sacs en plastique dans le bain thermique. Dans un lessiveur industriel avec recirculation de la liqueur, le trempage étant plus uniforme, tout l'alcali serait sûrement consommé dans le temps maximum (5h).

La tendance est moins évidente dans les autres propriétés mesurées. Cependant, par rapport aux essais préliminaires, la pâte +alpha a (78°C - 198 min) ressemble le plus à celle obtenue avec le scénario # 2. La consommation d'énergie, le taux de matières fines (figure 5.8), la blancheur (figure 5.9) et la main (figure 5.10) sont d'une façon générale plus faibles que ceux de la pâte CTMP aux conditions classiques. Par ailleurs, la rétention de l'eau, le taux de rejets (figure 5.11) et la longueur de fibres (figure 5.12) sont plus élevés.

D'autre part, même si les conditions de trempage des pâtes # 1, -alpha a et -alpha b sont les plus faibles (températures entre 22 et 50 °C et temps entre 1.5 et 2 h), leurs résultats sont supérieurs à ceux d'un traitement de 30 minutes à 50 °C sur matériel comprimé (scénario #4 des essais préliminaires).

Le pourcentage des matières extractibles des pâtes obtenues à hautes températures est, en général, plus élevé que celui de la pâte CTMP standard (figure 5.13), dans le cas des pâtes lavées avec l'essoreuse. Lors du lavage au laboratoire, le taux de matières extractibles est diminué aux environs de 1 - 1,5 %. Au niveau industriel, où le lavage est très efficace, il est probable que les valeurs finales se rapprochent sûrement de l'intervalle mentionné précédemment.

Les niveaux différents de blancheur, longueur des fibres et taux de matières extractibles obtenus dans les essais définitifs révèlent qu'il existe une différence dans la qualité initiale des copeaux. Ils semblent provenir d'arbres plus vieux, dont la longueur des fibres et la présence de thylles sont plus élevées au détriment de la blancheur finale de la pâte. De plus, la présence d'écorce intérieure est mise en évidence dans l'observation microscopique des rejets. La faible quantité d'alcali appliquée n'a pas suffi pour détruire ces ensembles riches en matières extractibles. D'autre part, lors du lavage des copeaux par flottation, les matériaux lourds, (incluant une grande proportion de bois de coeur) ne sont pas incorporés aux copeaux lavés. Par conséquent, il est très difficile de retrouver une qualité finale reproductible entre les essais. Pour cette raison, quelques paramètres très affectés comme le taux de matières extractibles, sont

difficiles à comparer entre les essais préliminaires et les essais définitifs.

Les taux de sulfonation et carboxylation dépassent ceux de la pâte CTMP standard dans les cas de pâtes obtenues avec une haute température de trempage (figures 5.14 et 5.15 respectivement).

5.3.2 L'influence des variables en étude sur les paramètres évalués

Au début de l'étude statistique, la signification de l'ajustement des courbes de régression (lack-of-fit) a été vérifiée à partir de l'erreur pure entre les deux répétitions du point central. Par la suite, la signification de l'influence de chaque facteur fut étudiée au moyen de l'erreur totale avec les deux points centraux (01 et 02), dont le nombre d'essais est de 10, et avec le mélange des deux points centraux (01-02) pour un total de 9 essais. Les résultats obtenus ont été presque identiques, dont ceux du mélange montrant une faible augmentation des coefficients de corrélation.

Dans chaque cas, les équations de dépendance résultantes et les coefficients de corrélation sont présentés à l'ANNEXE 3.

Parmi les paramètres mesurés, la consommation spécifique d'énergie ne montre aucune dépendance des variables de trempage (ajustement non significatif).

Le même résultat est présent lors de l'évaluation de la longueur de fibres, de la fraction de matières fines (P200), de la fraction de fibres longues (R28), de la main, et du taux de rejets. Effectivement, tous les paramètres fibreux, ou ceux liés directement à eux, semblent dépendre d'autres variables en principe inconnues ou impossibles à manipuler. Tel est le cas du débit des copeaux au lessiveur ou au raffineur, de la consistance de raffinage, etc.

Par contre, les propriétés correspondant aux résistances mécaniques exhibent une dépendance marquée de la température de trempage. La longueur de rupture (figures 5.16 et 5.17), de même que l'allongement, l'énergie de rupture et l'indice d'éclatement (figures 5.18 et 5.19), augmente proportionnellement avec l'élévation de température. Cependant, bien que l'effet du temps ne soit pas significatif à 95 %, son facteur F est à la limite de la signification, et en ajoutant cet effet, les coefficients de corrélation sont significatifs jusqu'à 99 %.

Dans le cas de l'indice de déchirure, l'effet des deux variables devient évident (figures 5.20 et 5.21), mais la température a toujours une influence plus marquée.

L'absence ou la faible dépendance du temps pourrait amener à conclure que 1,5 h est le temps suffisant pour assurer l'imprégnation complète des copeaux avec la liqueur et pour accomplir les actions physico-chimiques et réactions chimiques impliquées. Pourtant, il existe une amélioration des propriétés aux temps les plus élevés.

La blancheur montre un comportement semblable à celui de la déchirure, avec ses valeurs plus hautes dans les conditions extrêmes (figures 5.22 et 5.23).

La valeur de rétention d'eau présente une forte variation avec la température et avec le coefficient de corrélation le plus élevé parmi tous les paramètres regardés.

Le pH final de la liqueur est la seule variable dépendante qui manifeste une variation curviligne avec le temps (figures 5.26 et 5.27). Ceci démontre une consommation partielle d'alcali dans le cas correspondant à de faibles temps et températures, augmentant continuellement avec cette dernière, mais avec une diminution aux environs de 4 heures de trempage.

Une explication possible à ce comportement est l'existence de deux types d'actions, soit les réactions de saponification des matières extractibles, soit les réactions impliquées dans le supergonflement (décrites à la section 3.1). Les figures correspondants à la valeur de rétention d'eau montrent que les réactions du supergonflement augmentent avec la température, et ce, sans influence du temps. La dissolution des matières extractibles semble alors produire la courbure dans le pH final. Il est possible que, vers 3 heures de traitement, la dissolution des matières extractibles soit accomplie, et l'alcali soit consommé uniquement par les réactions de supergonflement, donc, la pente de la courbe devient plus faible. La réversion qui commence après environ 4 h de traitement, est plus difficile à expliquer.

Le degré de sulfonation présente une faible dépendance de la température de trempage (figures 5.28 et 5.29), tandis que le degré de carboxylation n'est pas influencé par aucune des variables à l'étude.

5.3.3 L'analyse des corrélations entre les paramètres en étude

Selon les résultats de la section antérieure (ANNEXE 3, tableau A3.1), la température de trempage domine comme facteur

principal, générateur de l'évolution des différentes propriétés. Il faut maintenant analyser les raisons.

Les coefficients de corrélation entre les paramètres étudiés sont présentés à l'ANNEXE 3 (tableau A1.3). Même lorsqu'ils représentent des variables dépendantes, le degré de sulfonation, le degré de carboxylation, la rétention de l'eau et l'énergie spécifique ont été évalués comme causes possibles des autres réponses. Les différences trouvées entre le sulfite résiduel de la liqueur de trempage et le degré de sulfonation final des pâtes indiquent que, dans le cas de ce type de procédé, la sulfonation se produit en deux étapes. Une première pendant le trempage, laquelle augmente selon la température utilisée ($F = 9.35$; $F_c = 5.59$), puis est mesurée à partir des données du sulfite résiduel, et une deuxième, pendant le séjour des copeaux dans le lessiveur (à température élevée). En conséquence, la relation entre le degré de sulfonation final et la température de trempage est faible ($F = 5.71$; $F_c = 5.59$).

La méthode de détermination de cette variable a présenté des problèmes de reproductibilité. Par exemple, une déviation standard de 7, pour une moyenne de 25 sur 7 répétitions, donne un coefficient de variation égal à 28 %. Un tel résultat est inadmissible pour des essais de laboratoire chimique, où les coefficients de variation maximaux correspondent à 5 %. Même si

la source d'erreur peut être provoquée par les faibles degrés de sulfonation des pâtes, les plus grandes variations ont été obtenues sur la pâte αb , laquelle présente les valeurs de sulfonation les plus élevées. Cependant, les coefficients de corrélation obtenus sont en général significatifs à 99 %, indiquant que les moyennes sont correctes.

Par contre, la détermination du degré de carboxylation est beaucoup plus répétitive (coefficient de variation égal à 1,4 %), mais ce paramètre ne présente aucune corrélation avec les autres variables. Tandis que le SO_3^{--} résiduel montre une influence marquée sur les résistances physiques ($R = 0.85$), le degré de sulfonation final présente aussi une influence prépondérante sur la blancheur ($R = 0,95$) et le taux de rejets ($R = 0,96$). Ce dernier effet avait déjà été trouvé lors des essais préliminaires. En considérant que la lamelle moyenne du bouleau est la partie la plus sensible à la sulfonation, (ce qui provoque le ramollissement de cette partie du matériel fibreux), ceci peut indiquer une action de sulfonation non homogène sur les copeaux, avec des fibres qui sont séparées de plus en plus facilement, et d'autres qui restent collées ensemble. En accord avec les caractéristiques des rejets, la partie non sulfonée serait surtout le bois de coeur, difficile à imprégner.

Quant à la blancheur, toute possibilité de brunissement alcalin de la pâte à cause de la température (72) a été éliminée par la présence de sulfite dans la liqueur de trempage. Par contre, une élévation de la blancheur avec l'élévation température a été enregistrée à cause du niveau supérieur de sulfonation.

La dépendance très élevée du degré de rétention d'eau (WRV) par rapport à la température de trempage, indique que presque toute l'action de supergonflement est produite pendant le trempage. Ce comportement est anormal vis-à-vis ce qui est, en général, rapporté dans la bibliographie (56, 57, 69-71). Une explication possible est que ces valeurs correspondent au début du supergonflement, où la vitesse de réaction est le facteur prépondérant. Dans cet intervalle, les fibres sont flexibilisées et les résistances physiques sont améliorées. Lorsque le gonflement dépasse un certain niveau, la rigidité totale de l'ensemble "cellulose rigide - hémicelluloses gonflées - lignine rigide" se produit, avec la chute des propriétés. D'autre part, la rétention d'eau présente de fortes corrélations avec le pH final ($R = -0,95$) et le sulfite résiduel ($R = -0,91$) de la liqueur. Partant de ce fait, le gonflement augmente au fur et à mesure que les hémicelluloses sont gonflées (action alcaline), mais aussi pendant que la lignine devient de plus en plus hydrophylique. Ce

ramollissement de la lignine produit un relâchement du matériel favorisant la capacité d'absorption d'eau de l'ensemble, et aussi permettant une accessibilité plus élevée de la liqueur. Ainsi donc, le gonflement et la sulfonation évoluent ensemble durant le trempage.

Cependant, le WRV ne présente pas de corrélation avec le degré de sulfonation final, ce qui indique que l'action de gonflement s'arrête à la fin du trempage, tandis que la sulfonation augmente avec l'action de la température dans le lessiveur. Le milieu alcalin a évité la réversion du gonflement pendant le chauffage.

La rétention d'eau de même que le pH final de la liqueur présentent une influence prépondérante sur les résistances physiques (R supérieures à 0,9), et aussi sur la longueur des fibres ($R = 0,83$).

Les coefficients de corrélation très élevés entre l'énergie de rupture et la longueur de rupture, l'indice d'éclatement et l'indice de déchirure (R supérieur à 0.95) font penser que ce paramètre est un indicatif approprié de l'ensemble des résistances physiques.

Tandis que la fraction des fines ne présente une corrélation qu'avec la longueur de fibres ($R = -0.87$), la main et la consommation spécifique d'énergie ne montrent aucun rapport avec les autres variables.

D'autre part, le comportement du taux de matières extractibles est identique, mais il est fortement possible que ce soit une conséquence du système de lavage difficile à standardiser.

Les figures 5.30 à 5.34 mettent en évidence le comportement différent de la pâte αb par rapport aux autres. Dans ce cas, les conditions d'obtention sont les mêmes que pour le scénario # 2 des essais préliminaires (5 heures à 50 °C), mais les résultats ont été différents. Quelques paramètres, tels que la main, la fraction des fines et le taux de rejets sont identiques, les résistances physiques sont environ 40 % inférieures et la rétention d'eau et le degré de sulfonation sont également plus faibles mais de façon moins marquée. Par contre, la consommation spécifique d'énergie est presque le double.

Vu l'influence de la consommation d'alcali sur les variables étudiées, l'explication qui ressort est la différence entre le pH final du scénario # 2 (pH final = 7) et la pâte αb

(pH final = 9.5). Cette valeur élevée est la cause de la courbure de l'évolution du pH avec le temps (figures 5.26 et 5.27). Son degré de sulfonation très marqué est mis en évidence par ses hautes blancheurs et consommation spécifique d'énergie et aussi par son taux de rejets important.

Cette pâte montre une faible consommation d'alcali, mais un degré de sulfonation correspondant aux autres pâtes (selon la valeur de sulfite résiduel de la liqueur) pendant le trempage. Son comportement peut indiquer un problème expérimental lors de cette étape, dû sûrement à la différente agitation difficile à standardiser dans les sacs en plastique. Le degré de sulfonation a augmenté effectivement dans la deuxième étape, soit dans le lessiveur. Ici, deux variables sont possibles; la température de chauffage et le temps de rétention. Pendant que la première est facile à contrôler, la deuxième peut varier selon les différentes caractéristiques du matériel. Elles peuvent avoir une influence sur le débit des vis d'alimentation au lessiveur et au raffineur, modifiant par conséquent le degré de sulfonation des pâtes. Une confirmation de cette hypothèse est la production sèche qui est la plus faible pour la pâte +α b, soit environ 0,55 kg/min, tandis que pour les autres elle est de 0,7 - 0,9 kg/min.

Le degré de sulfonation élevé par rapport au degré de gonflement peut être l'origine de la consommation énergétique de cette pâte. La chute de la température de ramollissement de la lignine de la lamelle moyenne, produite par la sulfonation, serait le facteur prépondérant dans ce cas, où le gonflement des hémicelluloses n'est pas très élevé. La conséquence est identique à celle rapportée lors des essais préliminaires: fibres rigides difficiles à raffiner.

En ce qui concerne les niveaux des variables, la rétention d'eau est en général très élevée par rapport aux valeurs montrées dans la littérature. Par contre, le degré de sulfonation est très faible (15 - 20 mmol/kg, 0,12 - 0,16 % sur bois), environ la moitié des valeurs reportées comme "bas degré de sulfonation" pour les résineux (64). Néanmoins, l'influence de ce dernier paramètre est marquée, et le rapport gonflement/sulfonation doit être contrôlé pour obtenir des résultats optimaux.

5.3.4 La comparaison avec d'autres pâtes CTMP de bouleau blanc

Bien que les références bibliographiques sur les pâtes de bouleau blanc à haut indice d'égouttage soient inexistantes, une comparaison sera essayée.

Le tableau 5.2 montre les résultats des différentes propriétés des meilleures pâtes obtenues par le procédé "CTMP modifié" dans ce travail, et par le procédé classique provenant des références. Les différentes conditions de mise en pâte sont aussi présentées.

Même si les indices d'égouttage sont très différents, les pâtes trempées montrent en général une consommation spécifique d'énergie très inférieure aux autres. Une augmentation de ce paramètre avec le taux de Na_2SO_3 et une diminution avec le pourcentage de NaOH ajouté figurent parmi les conclusions des travaux choisis comme référence. Une consommation spécifique d'énergie faible est la conséquence du trempage à bas taux de soude, dans le cas de ces pâtes.

L'indice d'égouttage élevé et la basse charge chimique appliquée ont aussi comme conséquence une haute valeur de la main, ce qui est en même temps se reflète par les faibles résistances physiques de ces pâtes. Cependant, les propriétés sont semblables à ceux de la pâte obtenue avec 2% de soude et 3% de sulfite.

La comparaison devient très difficile dans le cas de la blancheur. La différente provenance du bois, l'âge des arbres et le pourcentage de bois de coeur qui reste dans les copeaux

influencent ce paramètre. Par ailleurs, les pâtes trempées montrent des valeurs en général supérieures aux autres, dues sûrement à la faible charge de soude appliquée.

5.4 CONCLUSIONS SUR LES ESSAIS DÉFINITIFS

Relativement au procédé de mise en pâte, il a été constaté que:

- La température de trempage des copeaux montre une influence prépondérante sur la plupart des propriétés finales des pâtes. L'intervalle le plus approprié est situé entre 70 et 80 °C.
- Le temps de trempage n'est pas une variable importante dans l'intervalle étudiée. Pourtant, avec des temps entre 3,5 et 4,5 heures, les meilleurs résultats ont été obtenus. Des valeurs plus élevées semblent produire des effets contraires à ceux désirés.
- Le système de mise en pâte en deux étapes peut être appelé "CTMP modifié", soit trempage avec 1,5% de NaOH et 2,5 % de Na_2SO_3 pendant 3,5 à 4,5 heures à 75-85 °C, et par la suite, compression et chauffage à 128 °C durant 5 minutes et raffinage

pressurisé. Il apparaît comme le meilleur scénario pour l'obtention de pâtes CTMP de bouleau blanc de bonne qualité.

- Le procédé en considération, montre la capacité de profiter au maximum des faibles concentrations de réactifs chimiques utilisées.

- Ces pâtes possèdent des propriétés physiques supérieures à la pâte CTMP aux conditions classiques: longueur de rupture et indice d'éclatement 30% plus élevés, indice de déchirure et capacité d'absorption d'eau entre 15 et 20 % améliorés, et haute capacité d'enlèvement des matières extractibles.

- Le procédé "CTMP modifié" présente aussi une consommation spécifique d'énergie jusqu'à 30 % inférieure à celle de la pâte CTMP standard.

- L'action alcaline est indispensable pour l'obtention de pâtes de qualité acceptable. Par ailleurs, le degré de sulfonation présente une influence marquée sur les propriétés physiques, en général positive. Pourtant, le rapport des actions supergonflement/sulfonation doit être soigneusement contrôlé pour l'obtention de résultats optimaux.

- Le degré de carboxylation et la quantité des ions totaux, selon la méthode de détermination utilisée, ne montrent aucune influence sur les propriétés à l'étude.

En ce qui concerne la qualité des pâtes CTMP de bouleau par rapport aux pâtes de référence non blanchies, provenant de bois résineux pour produits fluff, elles présentent:

- une consommation d'énergie spécifique 30 % inférieure,
- une quantité de matières fines 30 % supérieure,
- entre 9 et 50 % plus de rejets,
- un volume spécifique semblable,
- des taux de matières extractibles 20% supérieurs,
- des résistances physiques inférieures.

PATES	(1)	a	b	ab	-α a	+α a	-α b	+ α b	01	02	0102
T (°C)	30	70	30	70	22	78	50	50	50	50	50
t (min)	126	126	270	270	198	198	96	300	198	198	198
Densité (g/cm ³)	0,24	0,27	0,25	0,26	0,28	0,27	0,25	0,27	0,27	0,27	0,27
Main (cm ³ /g)	4,12	3,68	3,95	3,85	3,62	3,72	3,98	3,72	3,72	3,75	3,75
WRV (%)	173	198	177	202	168	202	178	183	192	182	185
Rejets (%)	0,75	1,2	0,6	1,6	0,72	1,1	0,8	1,8	0,95	1	1
R28%	28,5	33	24,5	29,2	22,5	28,8	25,5	27,5	27,2	28,5	28
P200 (%)	15,6	15,5	19	19,3	21	20,3	20	19,8	22	18,7	20
Longueur fibres (mm)	1,19	1,26	1,11	1,19	1,07	1,17	1,12	1,16	1,13	1,18	1,15
I.Eclatement (kPa m ² /g)	0,29	0,49	0,35	0,46	0,35	0,55	0,39	0,49	0,52	0,41	0,46
L.Rupture (km)	0,85	1,33	0,94	1,27	0,94	1,38	1,05	1,23	1,38	1,21	1,15
Allongement (%)	0,7	0,68	0,68	0,76	0,57	0,77	0,71	0,72	0,82	0,73	0,7
Energie rupture (g/cm)	2,18	3,3	2,4	3,6	2,0	4,0	2,3	3,3	4,2	3,2	3,1
I.Déchirure (Nm m ² /g)	1,9	2,64	2,18	2,75	1,81	2,65	1,9	2,49	2,66	2,56	2,6
Blancheur (%)	49,2	51,3	48,8	54,5	49,2	51,8	48,3	54,7	50,1	50,4	50,0
Extractibles DCM (%)	1,08	1,41	1,01	1,00	1,47	1,28	1,26	1,07	1,21	1,39	1,30
Sulfite résiduel (%)	11,5	9,6	10,4	9,6	11,6	9,6	11,2	10,4	12,4	11,2	11,8
pH final	11	9,6	10,1	8,5	10,8	8,3	10,6	9,5	9,6	9,2	9,4
Sulfonates (mmol/kg)	14,3	18,9	14,6	21,7	14,3	20,6	17,5	25,1	8,6	19,9	15,3
Carboxilates (mmol/kg)	121,3	118,9	123,8	131,6	124,1	140,1	123,8	129,8	124,5	119,1	118,9
Ions totaux (mmol/kg)	135,6	137,8	138,4	153,3	138,4	160,7	141,3	154,9	133,1	139,0	134,2
Energie sp. (kwh/tnmsa)	830	720	910	680	920	810	920	1220	830	780	804

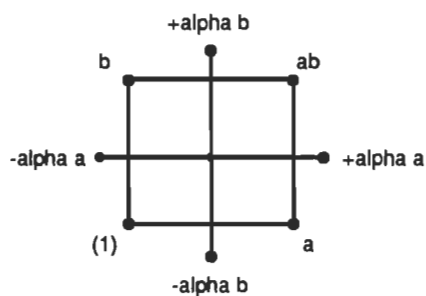
TABLEAU 5.1: Résultats des essais définitifs à 550 ml d'indice d'égouttage

PÂTES	0102	ab	+α a	+α b	(42)	(42)	(45)	(45)
NaOH (%)	1,5	1,5	1,5	1,5	2,0	2,0	5,0	5,0
Na ₂ SO ₃ (%)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,0	3,0	5,0	5,0
Indice d'égouttage (ml)	700	694	655	700	229	310	300	60
Densité (g/cm ³)	0,22	0,24	0,24	0,23	0,29	0,27	0,45	0,81
Main (cm ³ /g)	4,46	4,17	4,08	4,3	3,43	3,64	2,2	1,23
I.Eclatement (kPa m ² /g)	0,23	0,32	0,35	0,26	0,92	0,41	2,67	5,28
L.Rupture (km)	0,58	0,79	1,02	0,82	2,13	1,77	5,22	9,01
I.Déchirure (Nm m ² /g)	1,83	2,19	2,41	1,8	4,48	2,61	8,4	5,10
Blancheur (%ISO)	46,9	53	49,9	50,7	45,5	60,8	46,2	37,2
Energie sp. (kJ/kg)	2,89	2,45	2,91	4,40	6,10	6,60	4,50	9,00

(42), (45): Pâtes CTMP des références bibliographiques correspondantes

TABLEAU 5.2: Comparaison entre pâtes CTMP de bouleau blanc

DESIGN EXPERIMENTAL
CARRE ETOILE AVEC POINT CENTRAL



NIVEAUX DES VARIABLES:

		-alpha	-1	0	+1	+alpha	
(A)	Ti	=	22	30	50	70	78 (°C)
(B)	ti	=	1,5	2,5	3,25	4,5	5 (h)

**FIGURE 5.1: Niveaux des variables indépendantes
utilisées dans les essais définitifs**

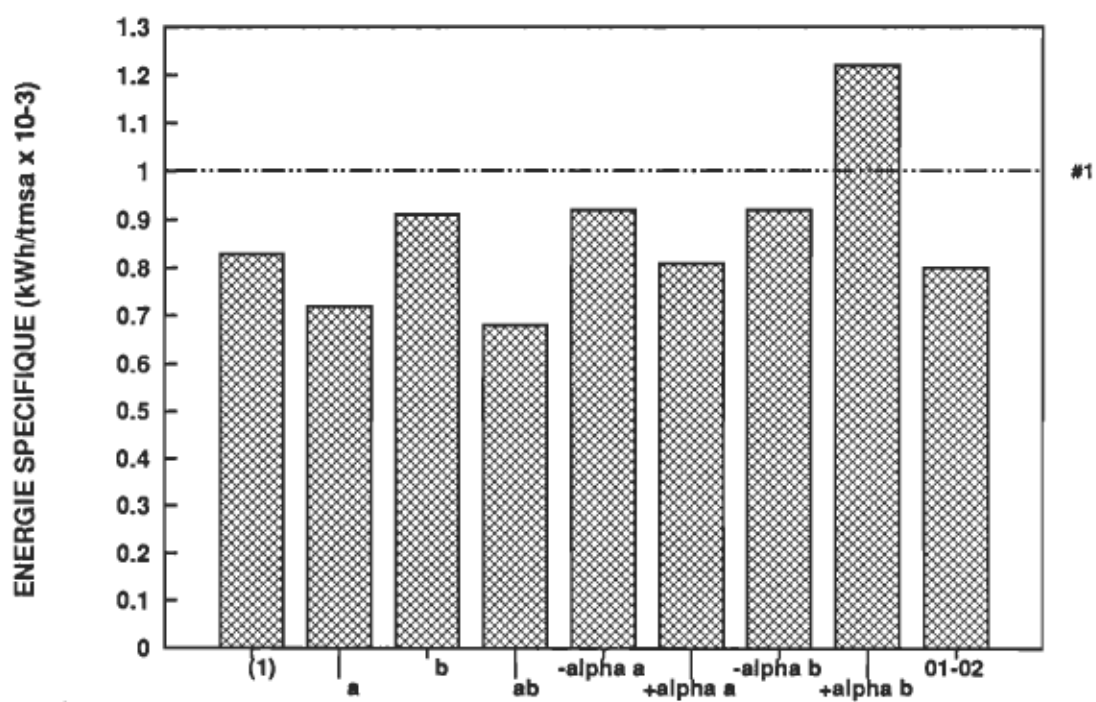


FIGURE 5.2: Consommation d'énergie spécifique à 550 ml d'indice d'égouttage

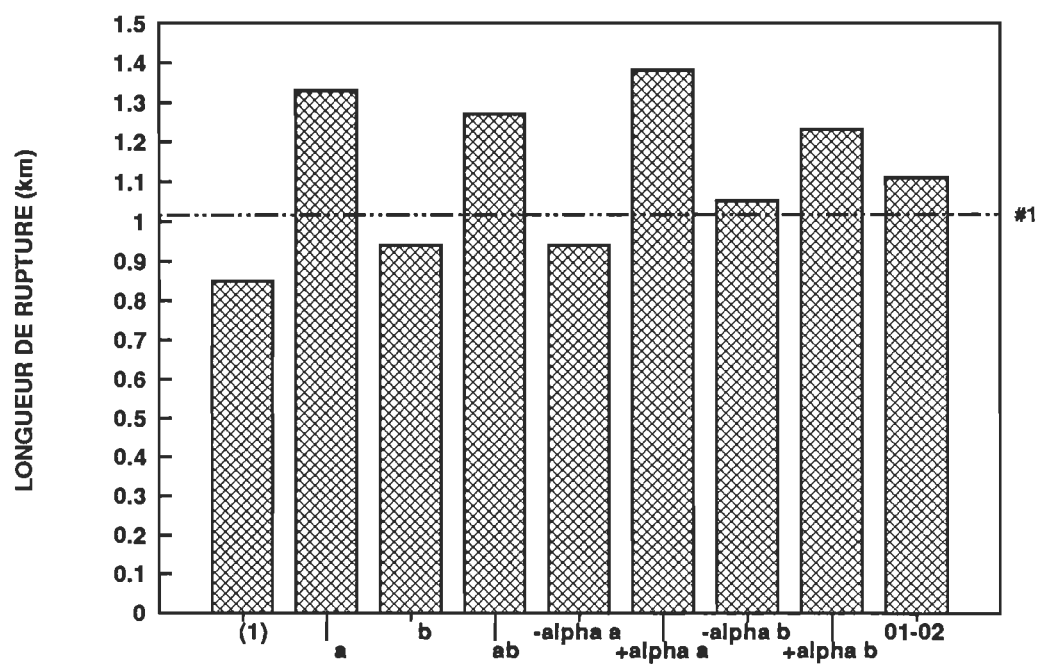


FIGURE 5.3: Longueur de rupture à 550 ml d'indice d'égouttage

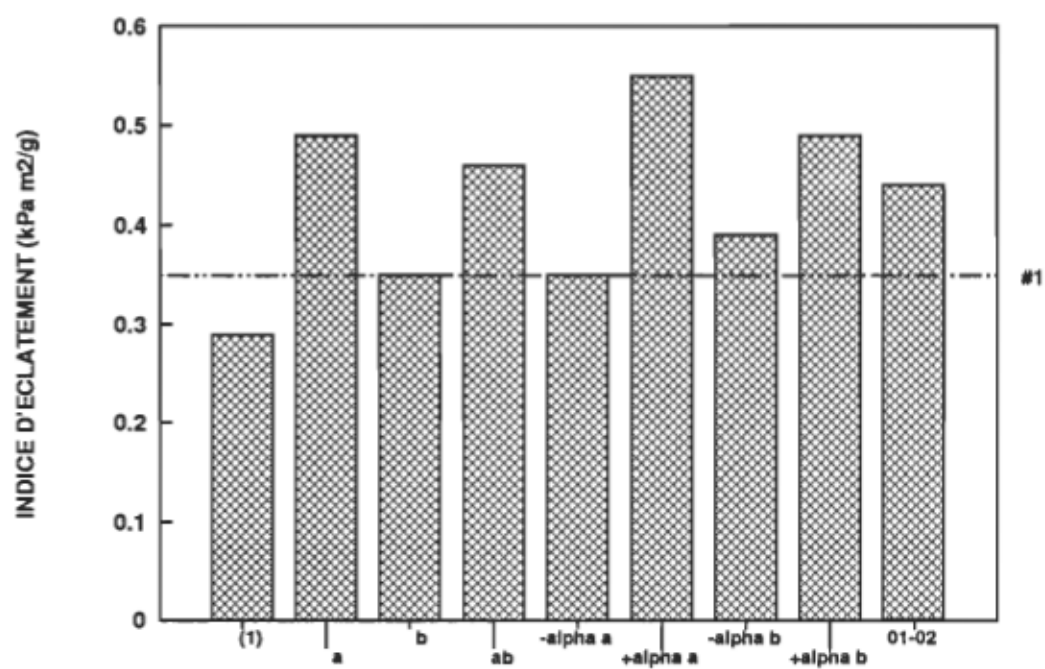


FIGURE 5.4: Indice d'éclatement à 550 ml d'Indice d'égouttage

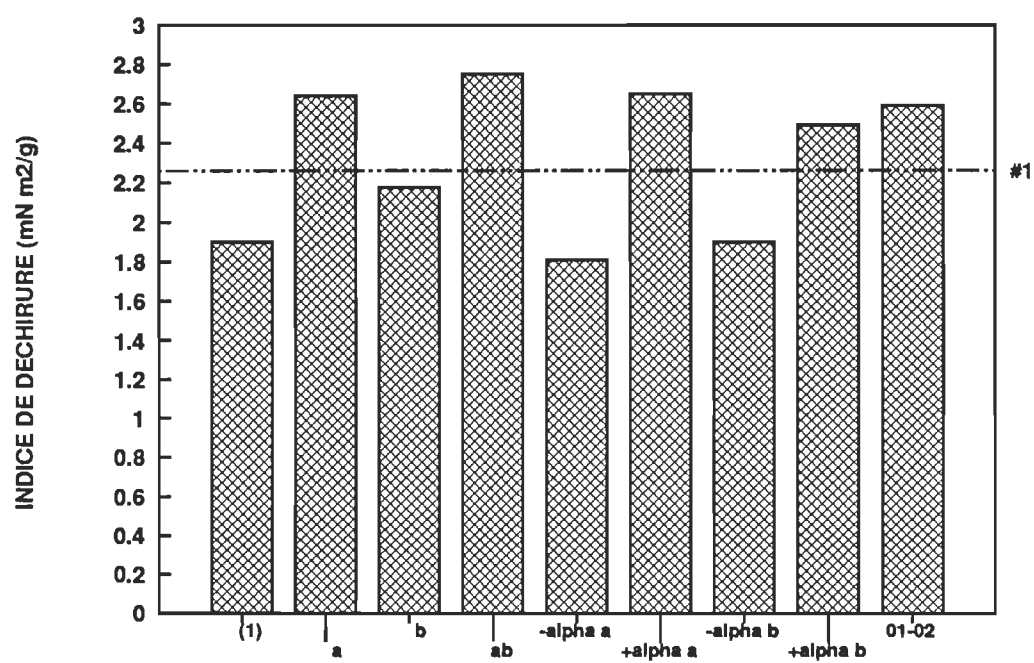


FIGURE 5.5: Indice de déchirure à 550 ml d'indice d'égouttage

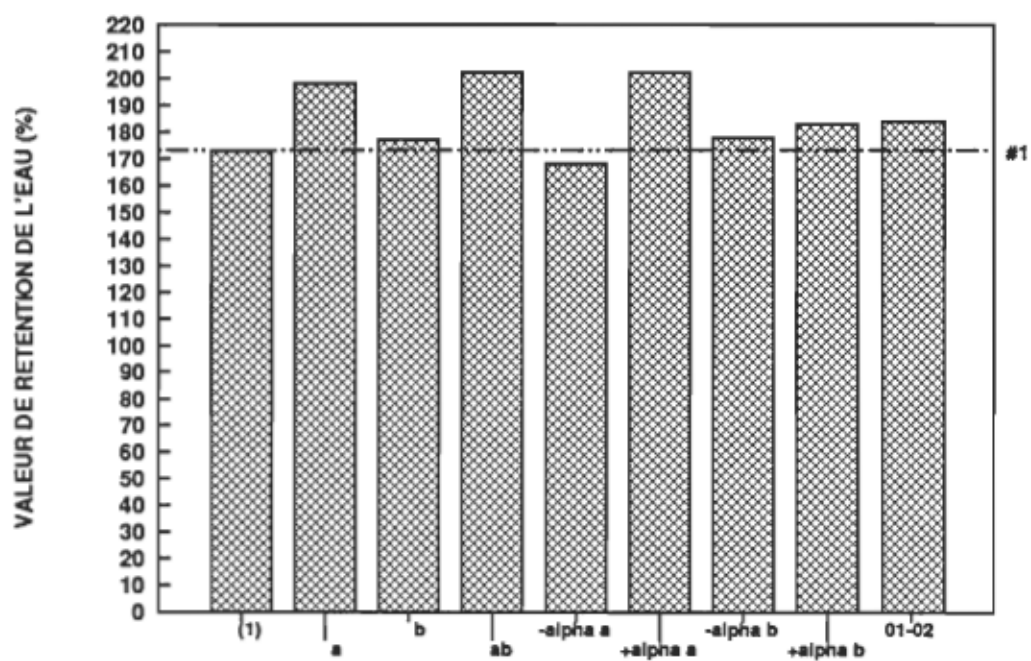


FIGURE 5.6: Valeur de rétention d'eau à 550 ml d'indice d'égouttage

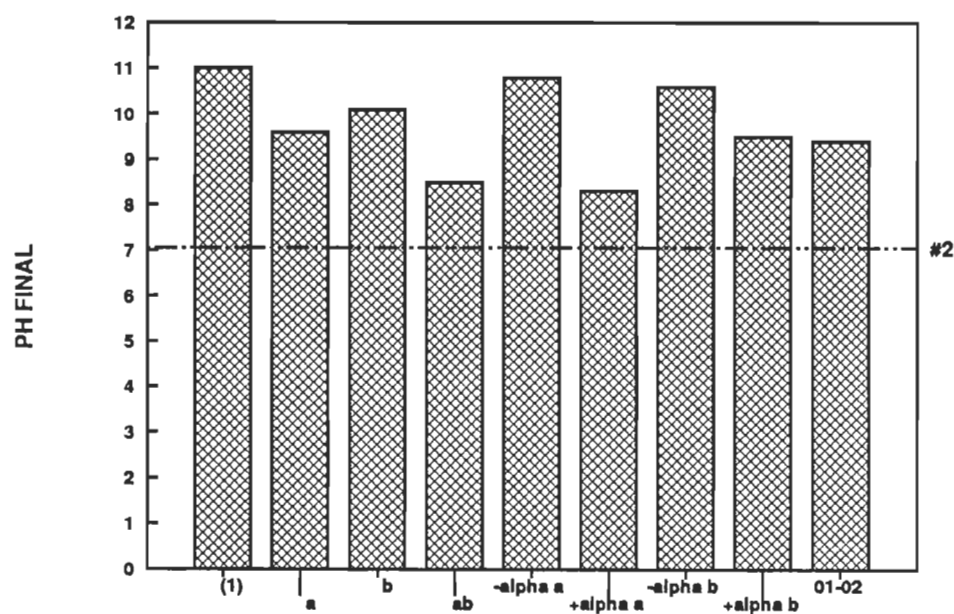
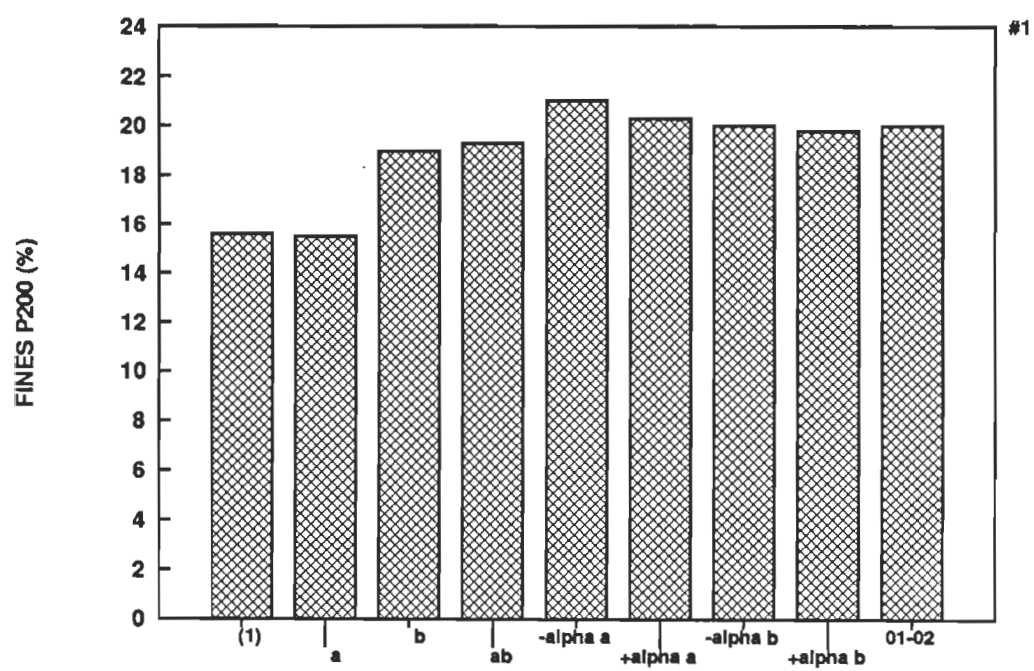


FIGURE 5.7: Consommation d'alcali (pH final) des différents traitements



**FIGURE 5-8: Taux des matériels fins des pâtes à 550 ml
d'Indice d'égouttage**

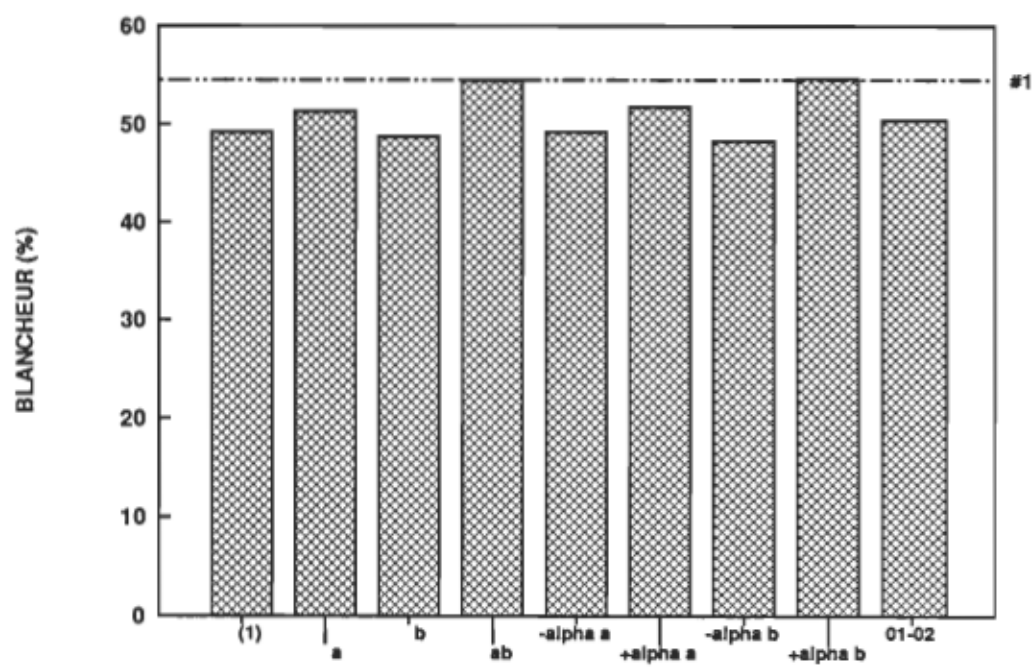


FIGURE 5.9: Blancheur des pâtes non blanchies à 550 ml d'indice d'égouttage

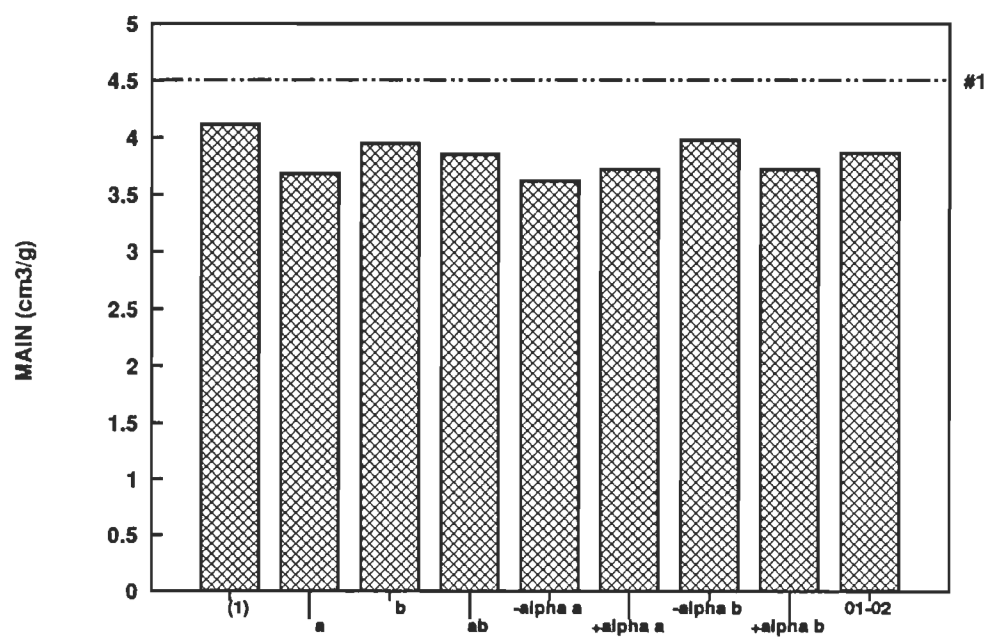


FIGURE 5.10: Main des pâtes à 550 ml d'indice d'égouttage

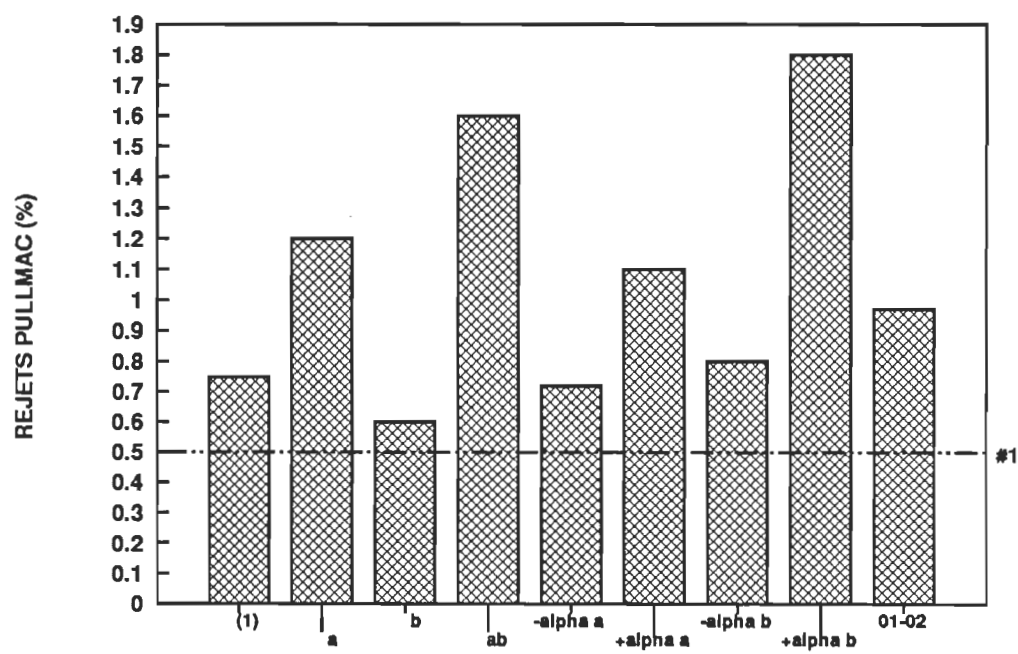
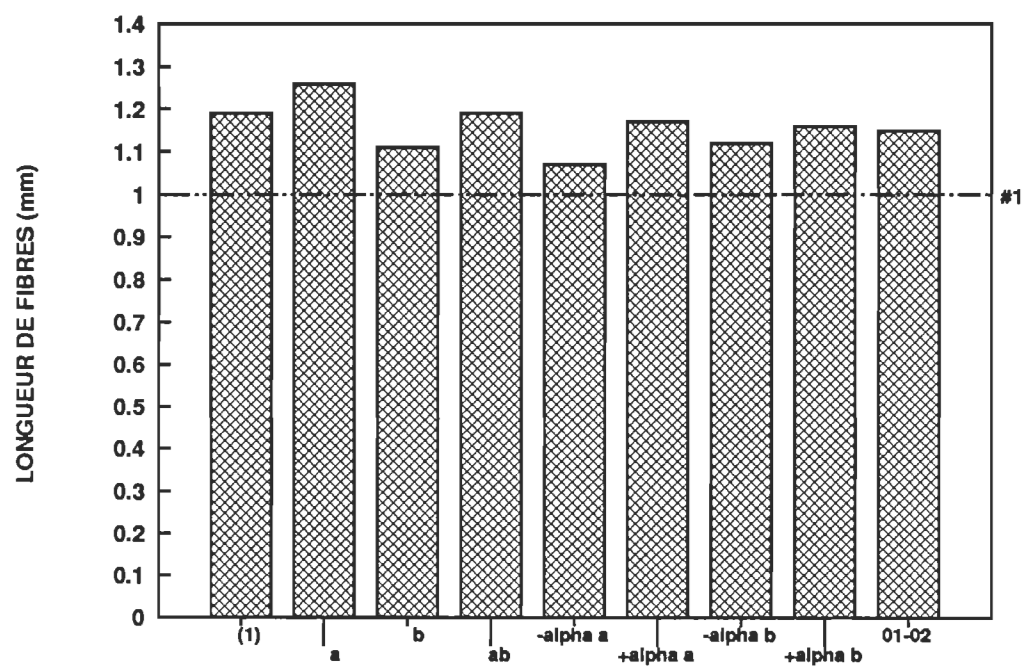


FIGURE 5.11: Taux de rejets des pâtes à 550 ml d'indice d'égouttage



**FIGURE 5.12: Longueur de fibres des pâtes à 550 ml
d'indice d'égouttage**

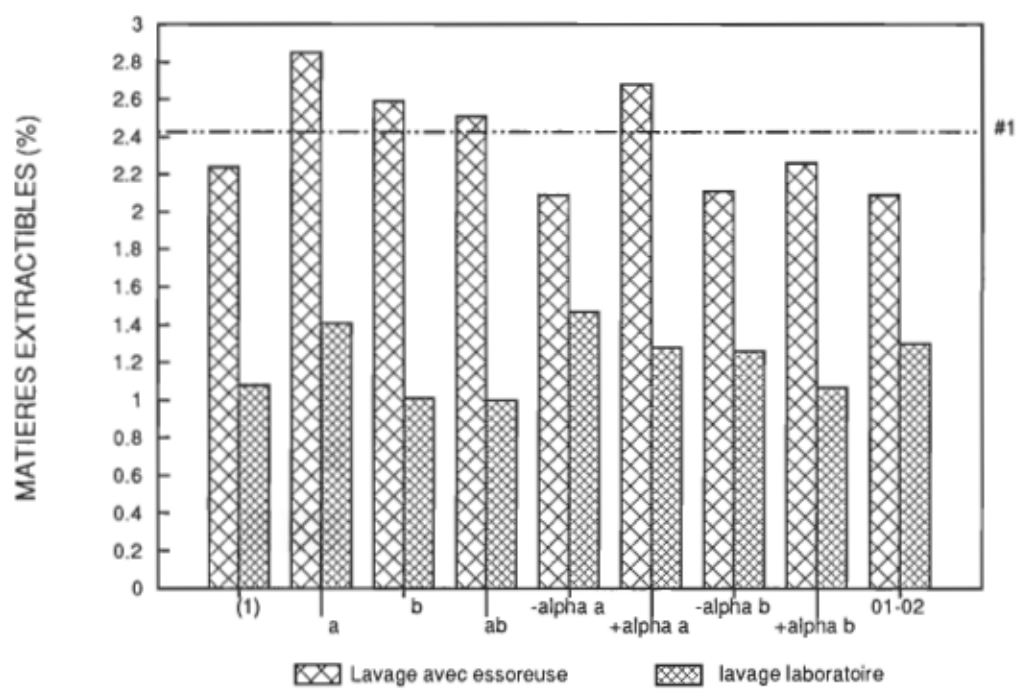


FIGURE 5.13: Matières extractibles des pâtes obtenues

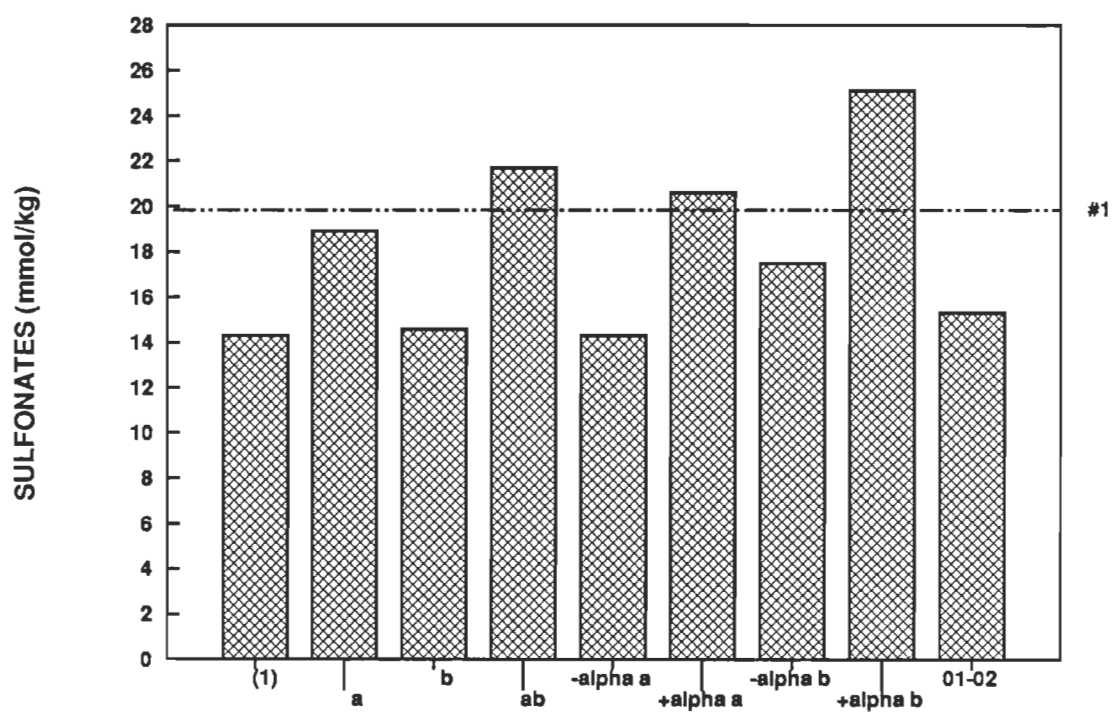


FIGURE 5.14: Degré de sulfonation des pâtes obtenues

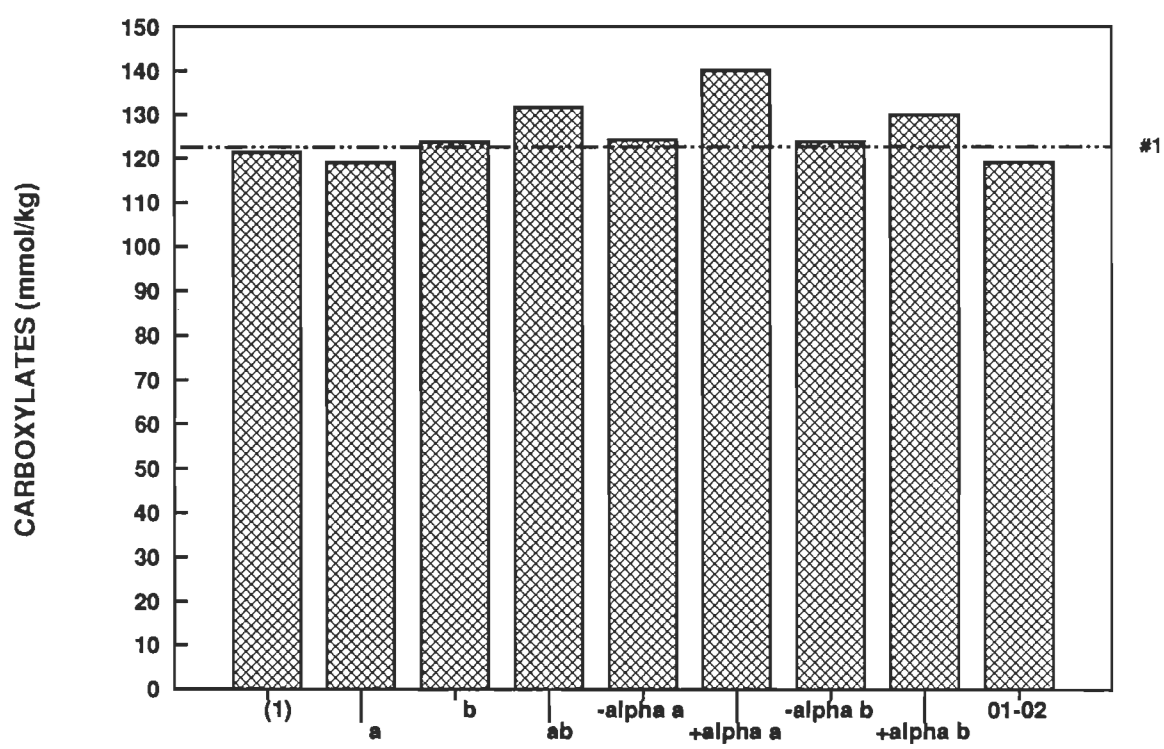


FIGURE 5.15: Degré de carboxylation des pâtes obtenues

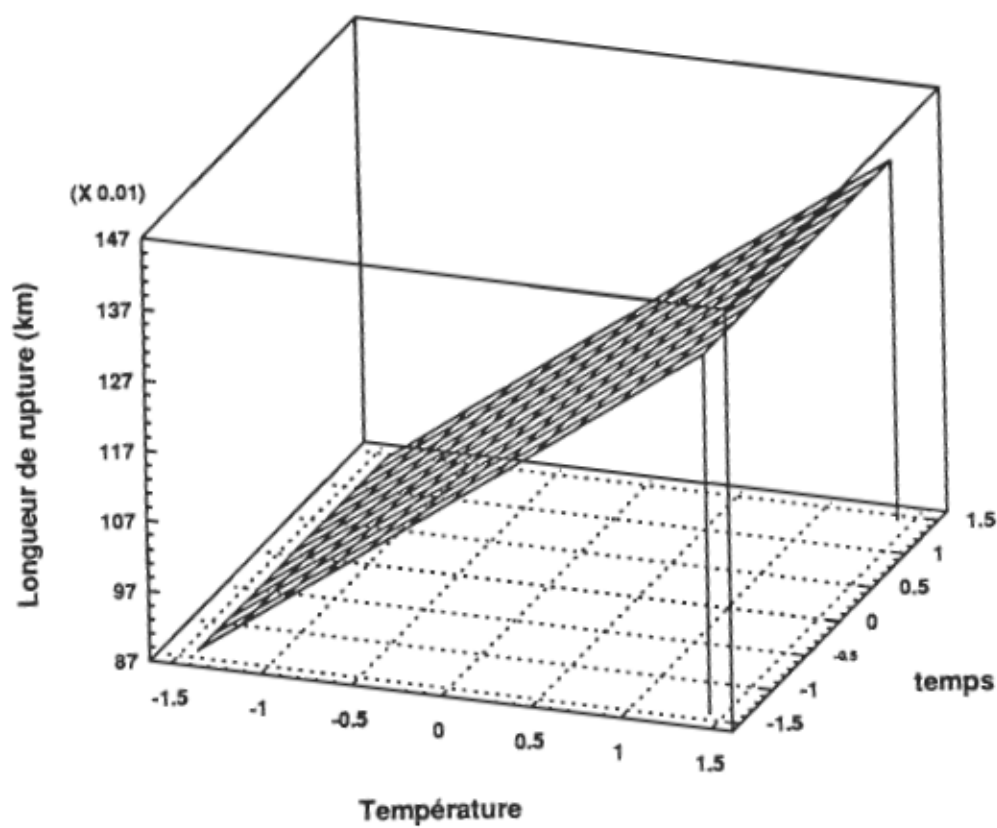


FIGURE 5.16: Surface de réponse de la longueur de rupture

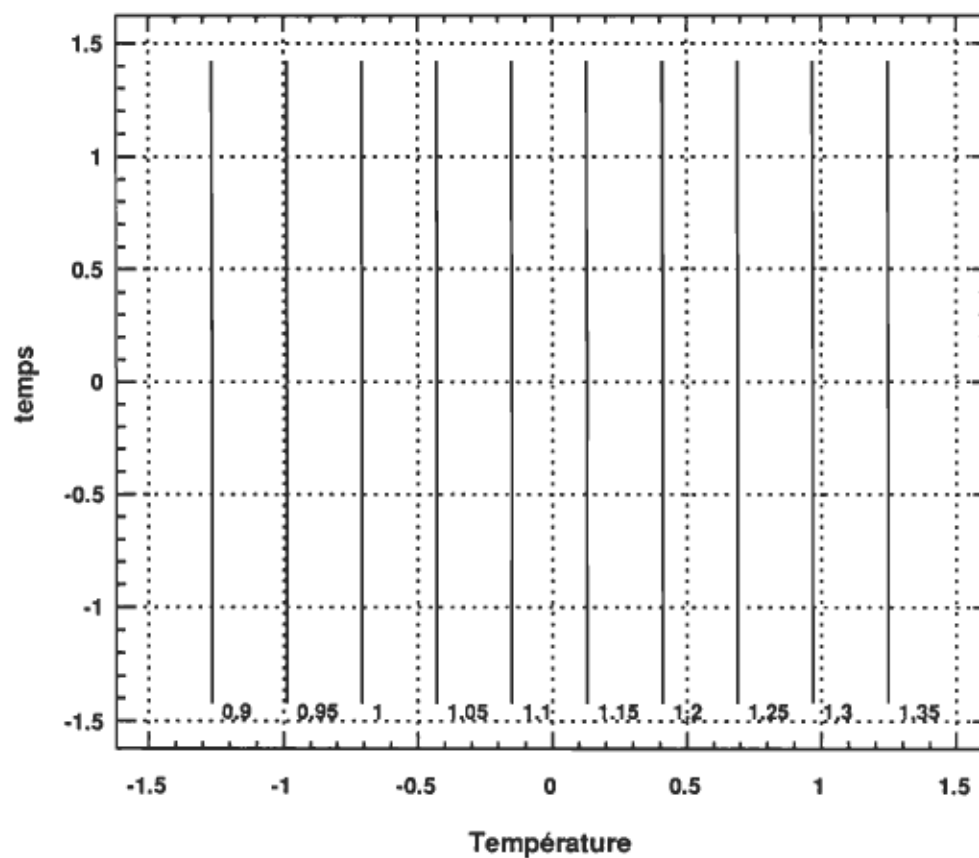


FIGURE 5.17: Diagramme de contour de la longueur de rupture

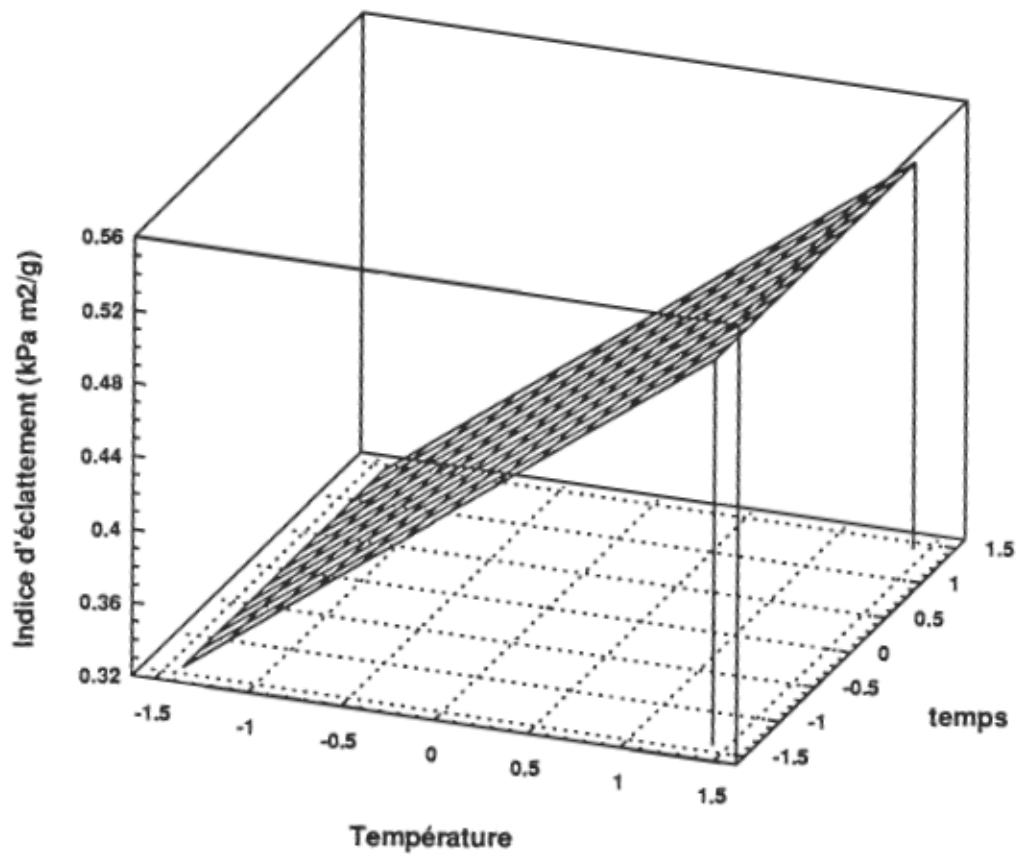


FIGURE 5.18: Surface de réponse de l'indice d'éclatement

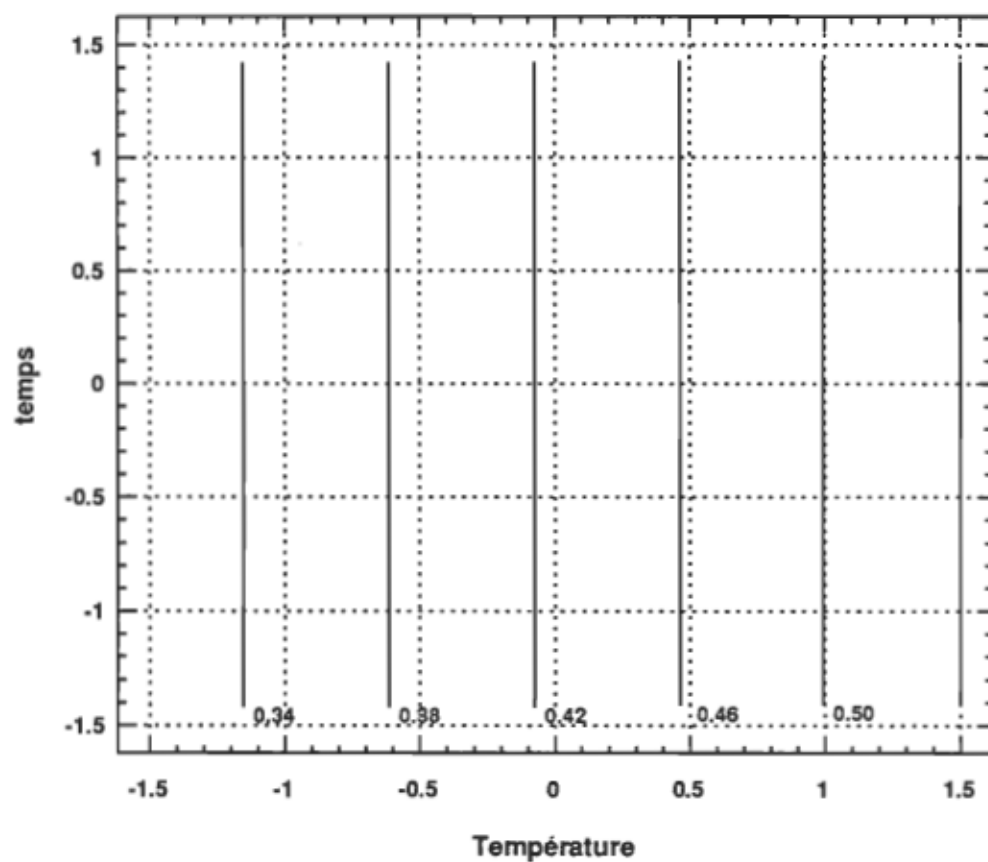


FIGURE 5.19: Diagramme de contour de l'indice d'éclatement

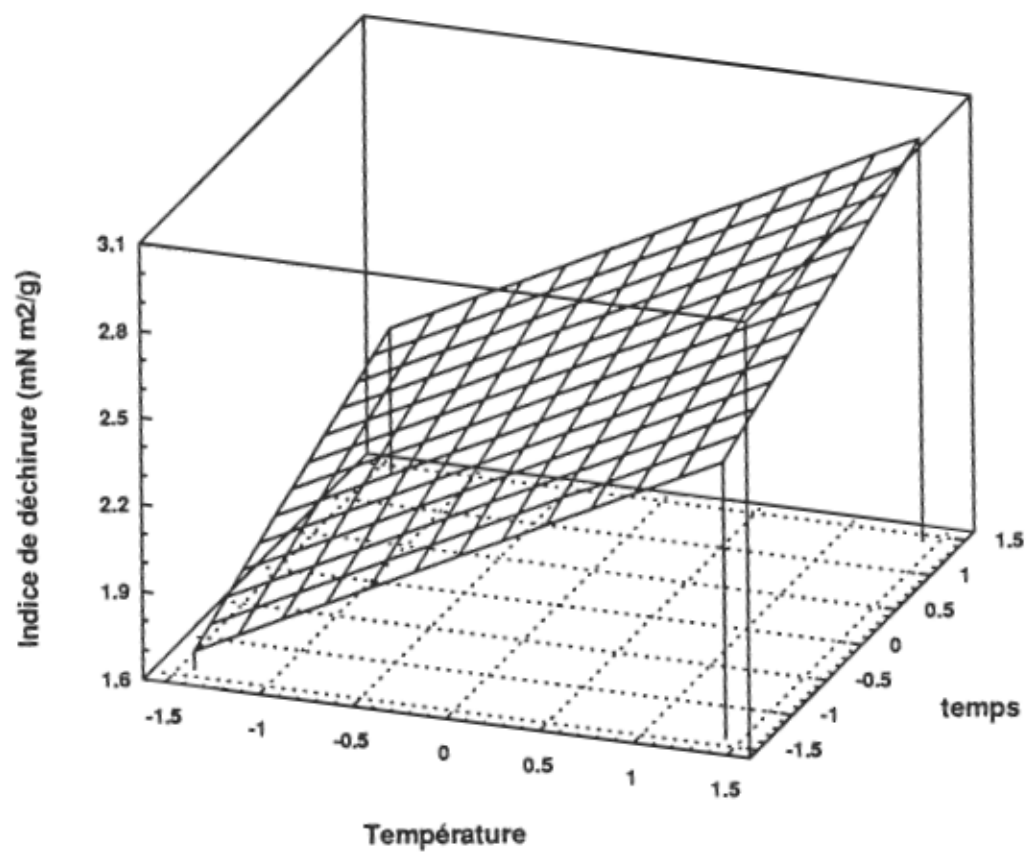


FIGURE 5.20: Surface de réponse de l'indice de déchirure

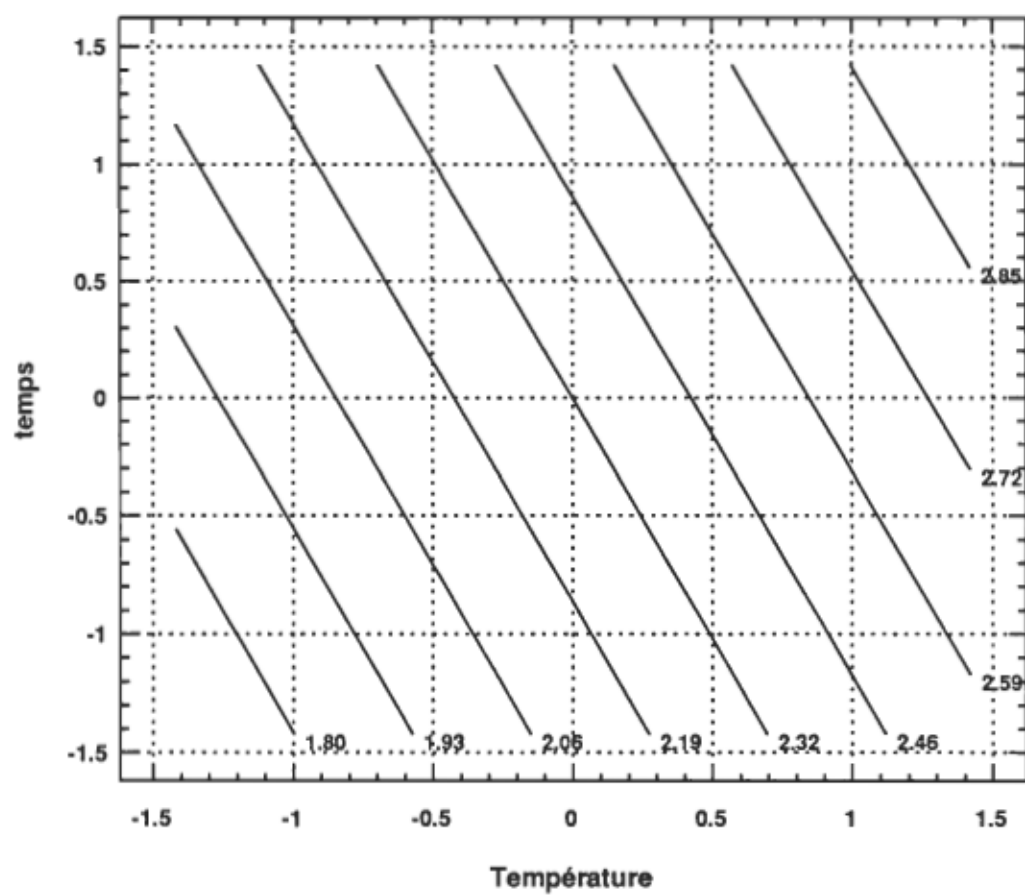


FIGURE 5.21: Diagramme de contour de l'indice de déchirure

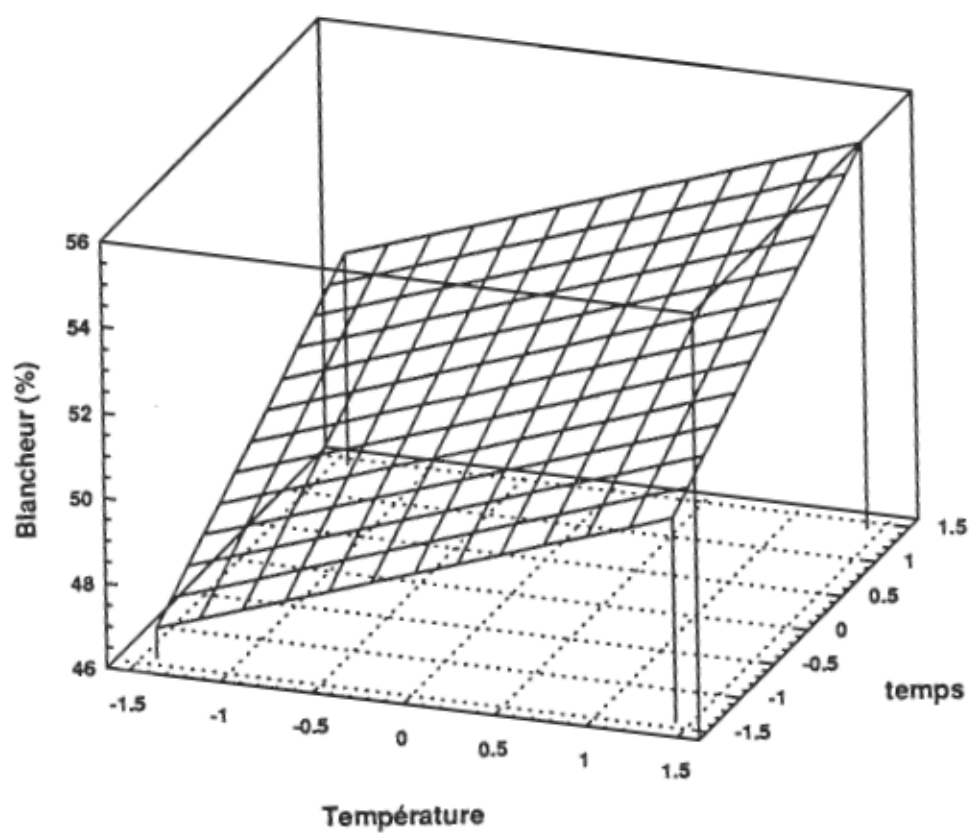


FIGURE 5.22: Surface de réponse de la blancheur

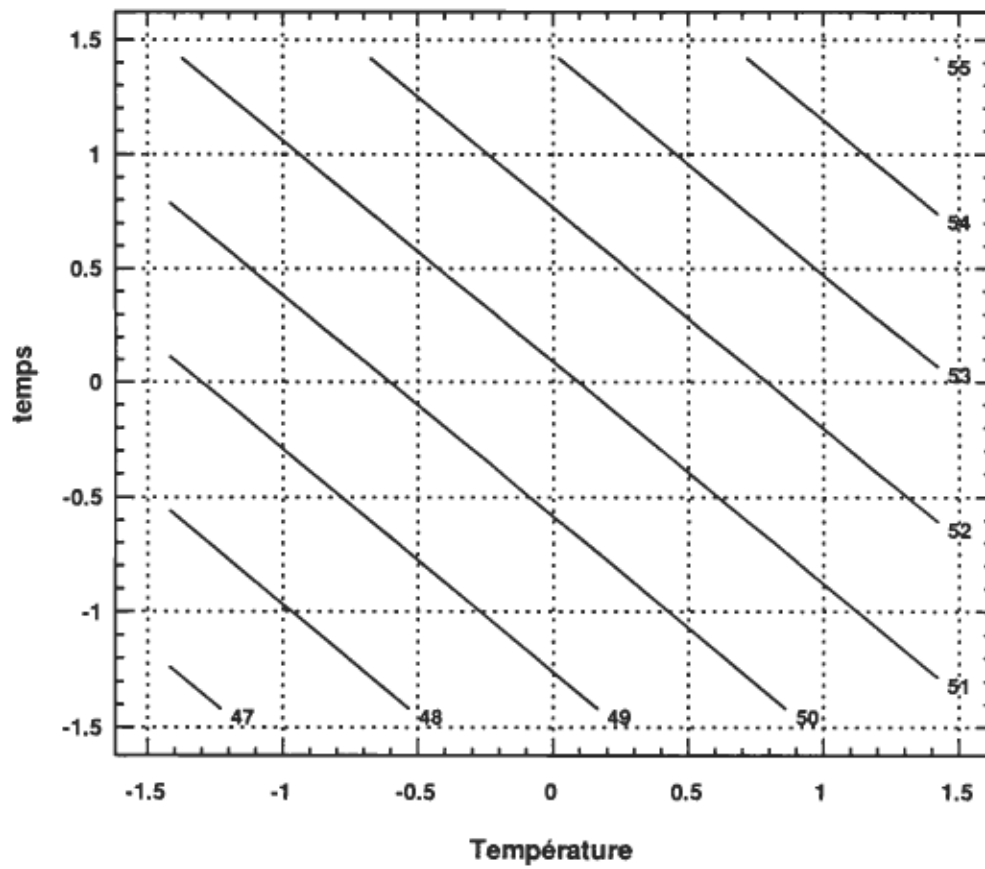


FIGURE 5.23: Diagramme de contour de la blancheur

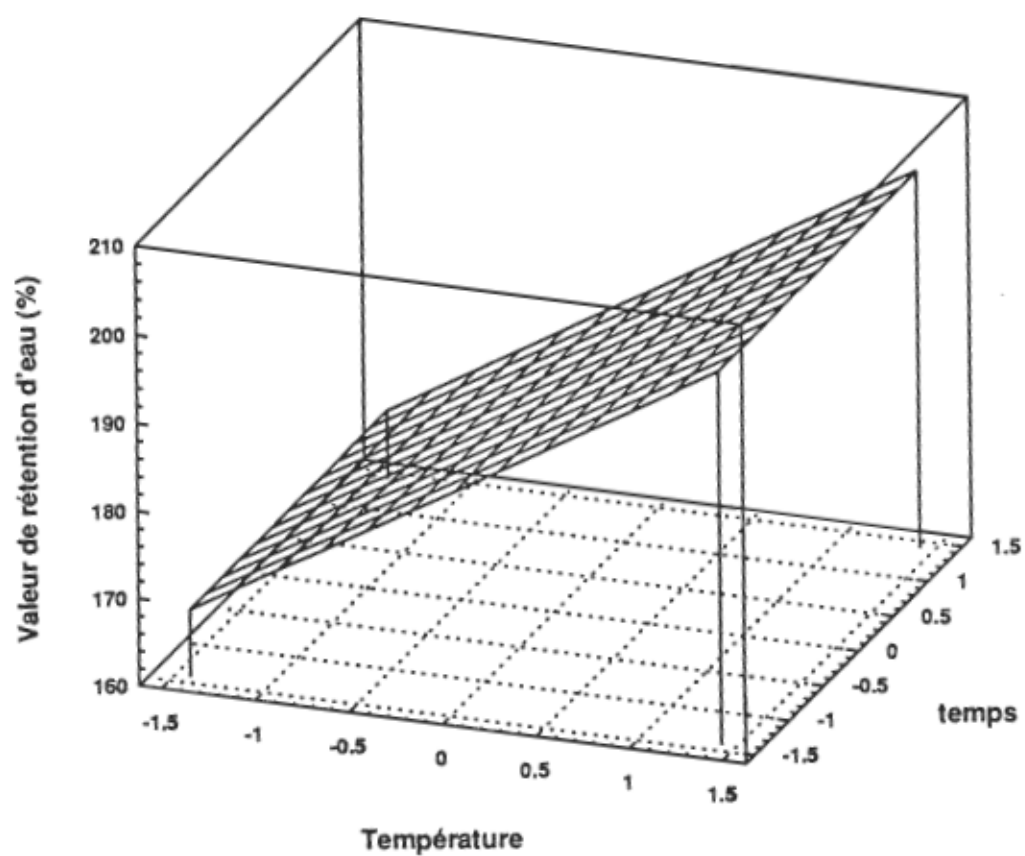


FIGURE 5.24: Surface de réponse de la valeur de rétention d'eau

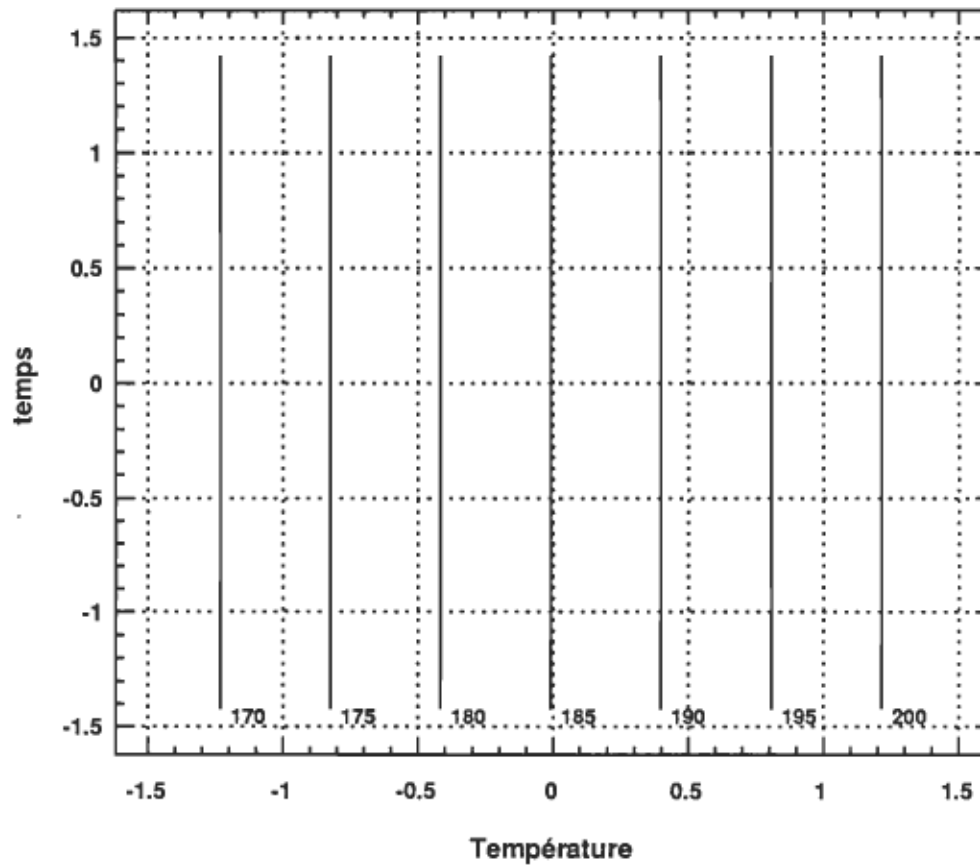


FIGURE 5.25: Diagramme de contour de la valeur de rétention d'eau

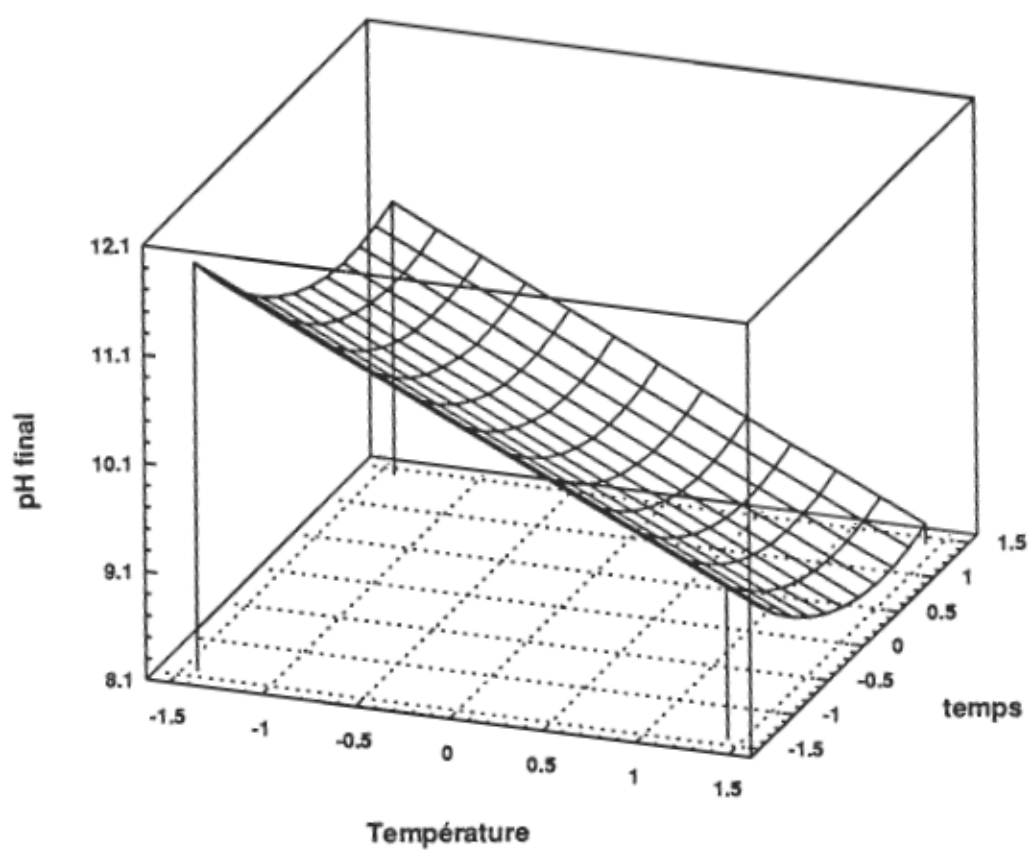


FIGURE 5.26: Surface de réponse de l'alcalinité finale de la liqueur

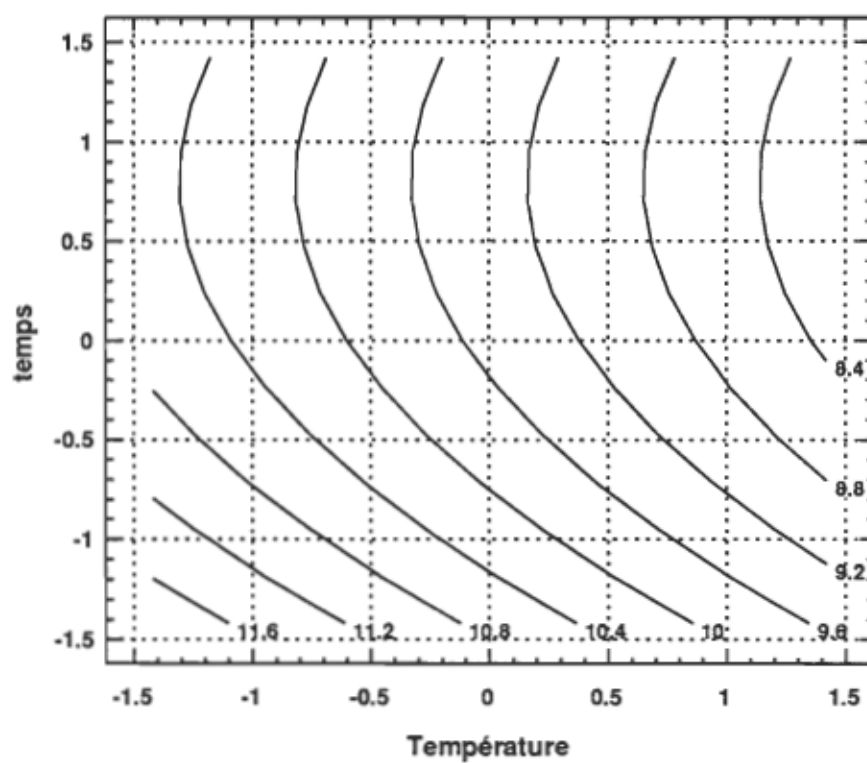


FIGURE 5.27: Diagramme de contour de l'alcalinité finale de la liqueur

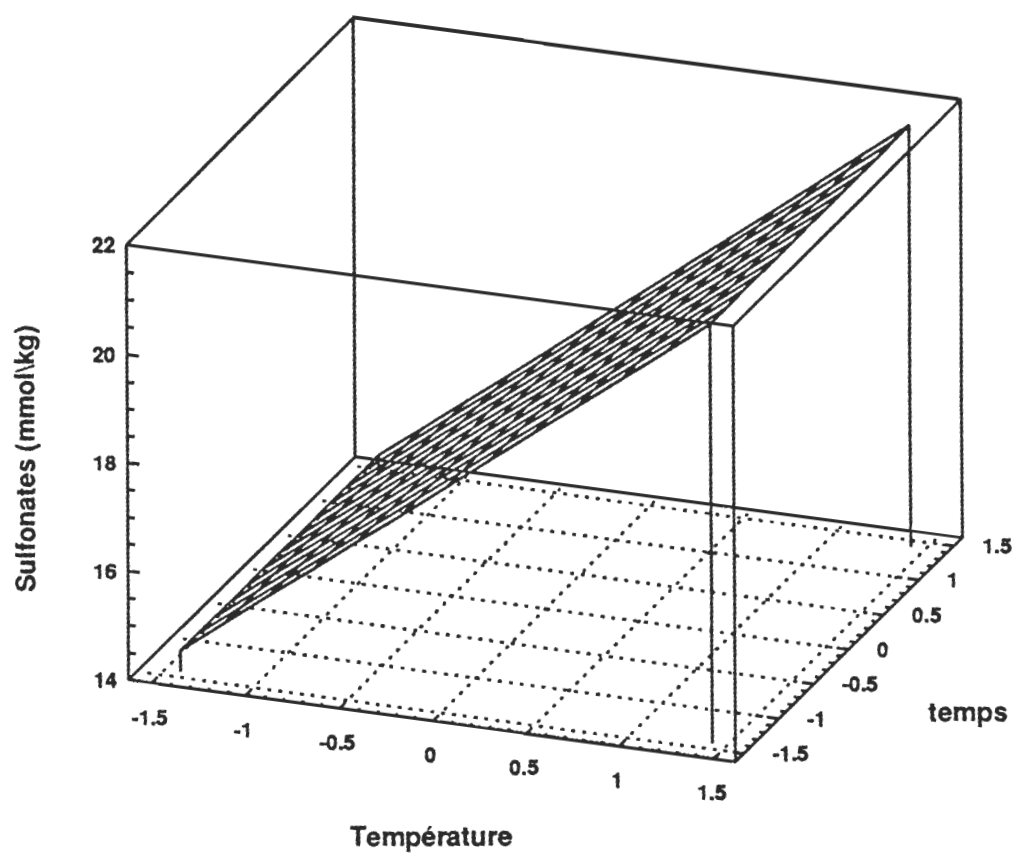


FIGURE 5.28: Surface de réponse du degré de sulfonation

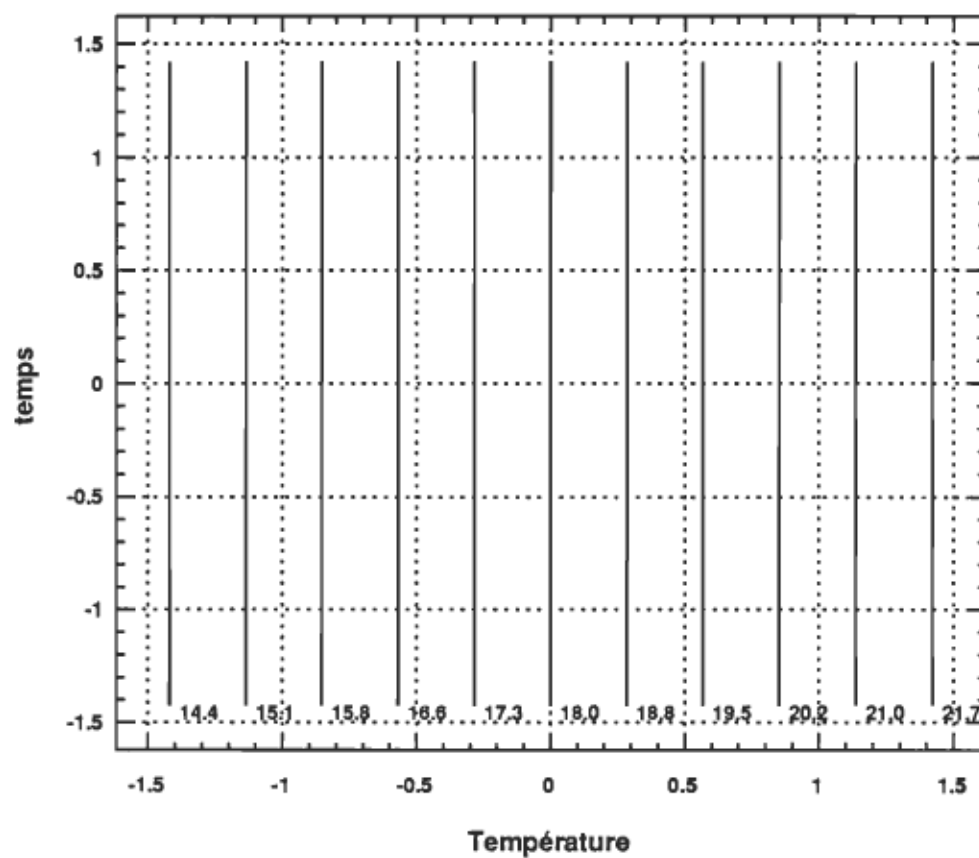


FIGURE 5.29: Diagramme de contour du degré de sulfonation

FIGURE 5.30: Corrélation entre variables dépendantes à l'étude:
degré de sulfonation, rétention d'eau, sulfite résiduel et pH final

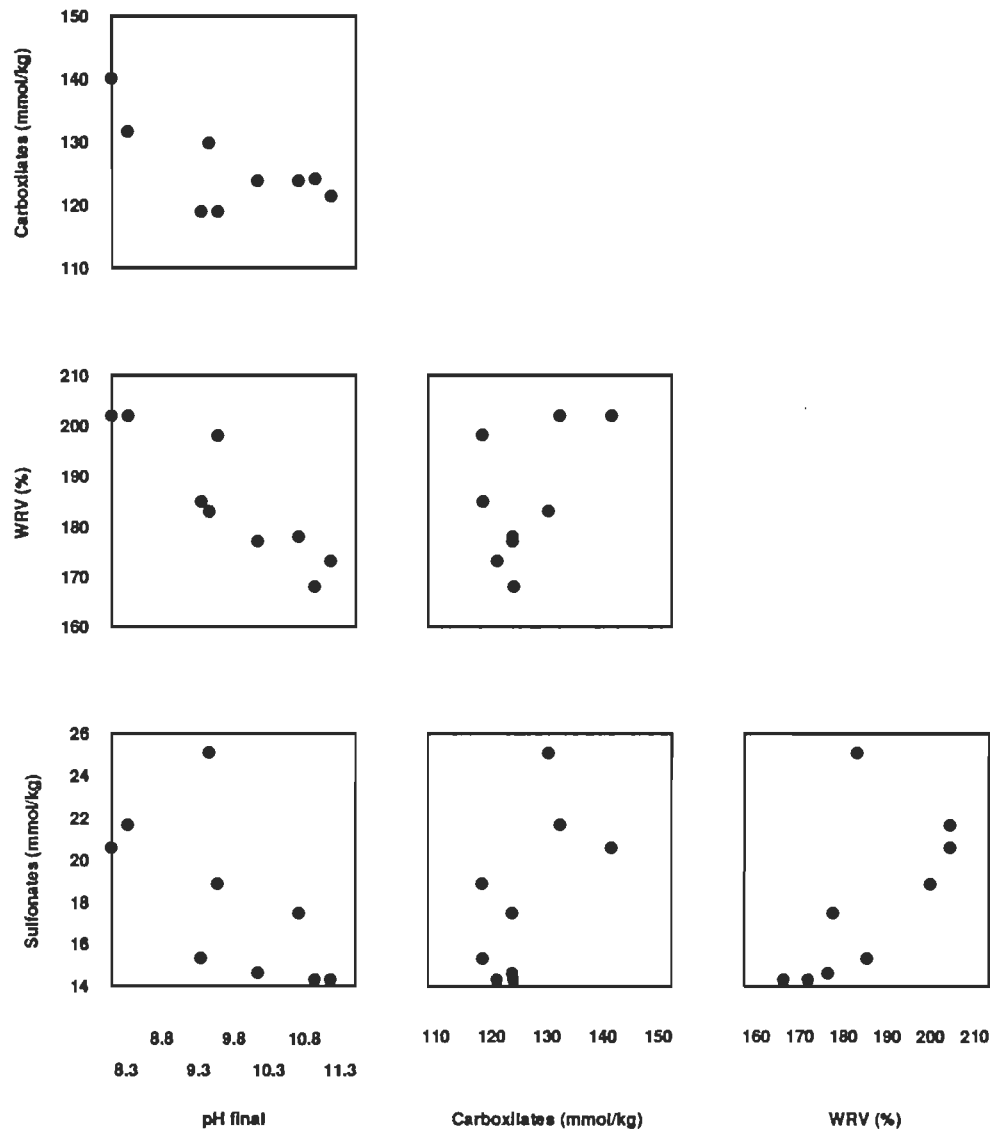


FIGURE 5.31: Corrélation entre variables à l'étude:
 degré de carboxylation et de sulfonation, pH final
 et rétention d'eau

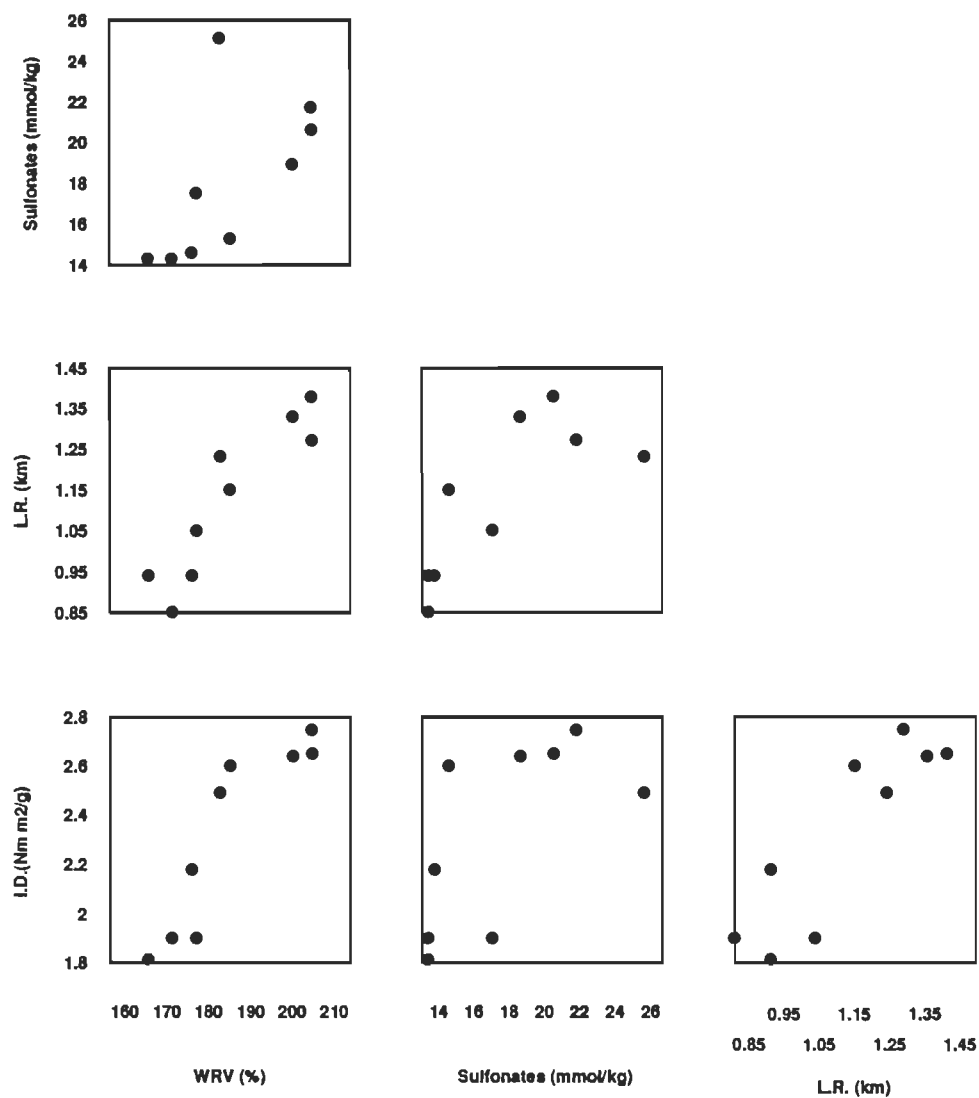


FIGURE 5.32: Corrélation entre variables dépendantes:

longueur de rupture, indice de déchirure, degré de sulfonation
et rétention de l'eau

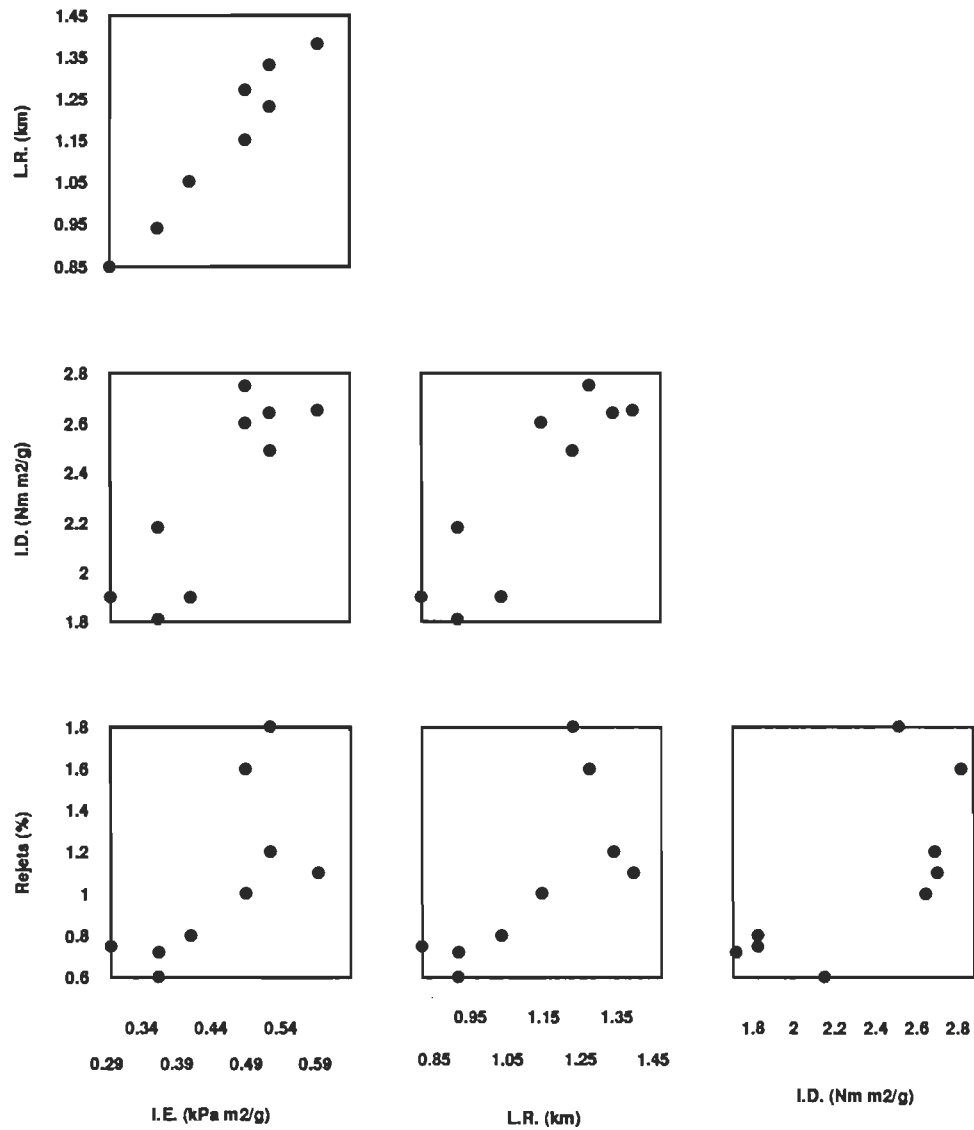
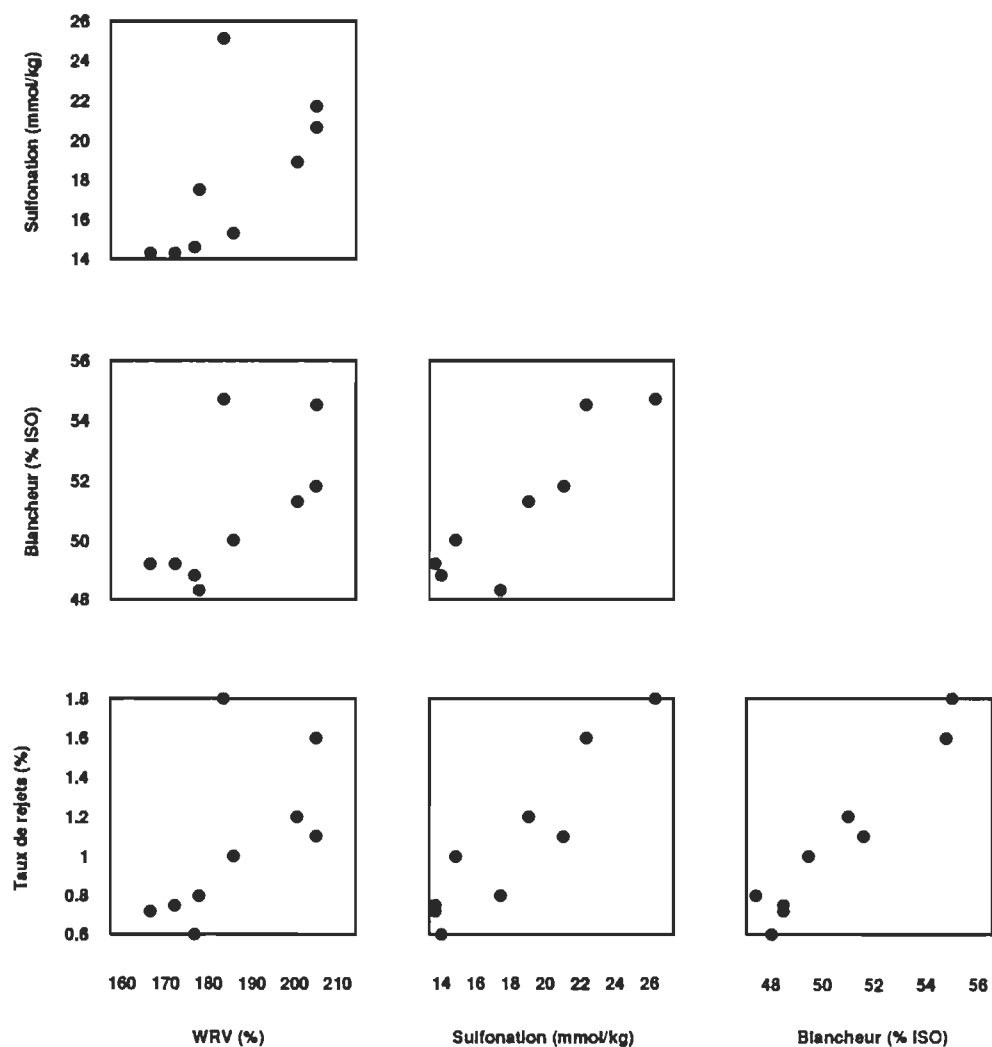


FIGURE 5.33: Corrélation entre variables dépendantes :

longueur de rupture, indice de déchirure, taux de réjets
et indice d'éclatement



**FIGURE 5.34: Corrélation entre variables dépendantes:
taux de rejets, blancheur, degré de sulfonation et
rétention de l'eau**

OBTENTION ET CARACTÉRISTIQUES DES PÂTES BLANCHIES

6.1 INTRODUCTION

L'objectif du blanchiment des pâtes à très haut rendement est de décolorer la lignine sans la dissoudre.

La méthode la plus utilisée pour l'obtention de blancheurs élevées est la méthode oxydante qui utilise H_2O_2 . Ce composé réagit avec les groupements chromophores de la lignine et plus spécifiquement avec les quinones et les carbonyles.

La représentation graphique des coordonnées de couleur L^* , a^* et b^* (CIE Lab) est illustrée à la figure 6.1. L'axe vertical L^* représente la luminosité qui varie du noir au blanc, l'axe horizontal a^* le déplacement du vert au rouge, et enfin l'axe horizontal b^* le déplacement du bleu au jaune. En général, le blanchiment au peroxyde permet d'augmenter la luminosité. En même temps, il intensifie la teinte verte (a^*

diminue) et il est efficace pour atténuer la teinte jaune des pâtes.

Compte tenu des résultats obtenus lors des essais définitifs, il a été décidé d'accomplir le blanchiment sur les pâtes qui semblaient les plus appropriées pour parvenir à la qualité recherchée.

Les conditions de trempage les plus sévères ont produit des pâtes possédant les meilleures propriétés. Donc, le blanchiment au peroxyde d'hydrogène a été appliqué sur les pâtes α , αb et le point central.

Les conditions de blanchiment ont été choisies en accord avec les résultats obtenus récemment au CRPP en travaillant avec des pâtes CTMP provenant de la même matière première fibreuse.

Un premier essai sur la pâte ayant la blancheur la plus basse (αb) a été effectué afin de vérifier les conditions expérimentales, lesquelles étaient appropriées.

Afin de vérifier les propriétés concernant les pâtes fluff sur une pâte de qualité moyenne, des essais ont été effectués sur un mélange des quatre pâtes blanchies.

6.2 TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

6.2.1 Préparation des pâtes

Préalablement à chaque blanchiment, les pâtes ont été traitées avec un agent chélatant (DTPA) pour éliminer l'influence des métaux sur la réaction de blanchiment. Ce prétraitement a été effectué dans les conditions montrées au tableau 6.1.

Suite à ce traitement, les pâtes ont été épaissies à la consistance désirée pour le blanchiment. De l'eau déminéralisée a été utilisée pour le prétraitement de la pâte, la préparation des solutions de blanchiment ainsi que pour la fabrication des feuilles standards de 3 grammes pour les essais optiques.

Le mélange des pâtes pour des essais correspondants aux pâtes fluff a été préparé en diluant environ 50 g de chacune dans un mélangeur. Par la suite, la pâte a été essorée selon la méthodologie décrite dans le chapitre 4. Finalement elle a été séchée et désintégrée à sec.

6.2.3 Méthodologie expérimentale

Le tableau 6.2 décrit les conditions expérimentales de chaque stade de blanchiment. La liqueur de blanchiment est, par la suite, mélangée à un échantillon de 100 grammes secs de chaque pâte dans un réacteur en acier inoxydable. Chaque pâte est bien triturée afin d'obtenir un mélange homogène et est pressée pour mesurer le pH de la liqueur extraite, laquelle est remélangée à nouveau avec la pâte.

Les réacteurs sont couverts avec du polyéthylène transparent afin de surveiller la réaction, et immergés dans un bain thermostaté pour la durée de la réaction.

Après les premières 60 minutes, les pâtes ont été mélangées à nouveau afin d'homogénéiser la distribution des réactifs et la température. À la fin du temps de réaction, un échantillon de liqueur est prélevé pour déterminer le pH final et le peroxyde résiduel.

D'autre part, la pâte est diluée à une consistance de 1 %, puis neutralisée à un pH de 5,5 avec le métabisulfite de sodium. La neutralisation a pour but de décomposer le peroxyde

résiduel et de stabiliser la blancheur. Finalement, les pâtes sont filtrées et gardées dans des sacs de polyéthylène noir.

Les formettes de pâte destinées aux essais optiques (TAPPIst 218) ont été préparées après l'obtention des pâtes blanchies.

6.2.4 Techniques d'analyse

La solution de peroxyde d'hydrogène et le peroxyde résiduel ont été dosés selon la norme CPPA J16.

Les techniques utilisées lors de la réalisation des essais physiques, mécaniques et optiques ont été décrites à la section 4.2.5.

Les essais correspondants aux pâtes fluff incluent:

- Bouffant et propriétés d'absorption: SCAN-C33: 80
- Résistance du matelas fibreux à sec: PFI-method, 1981

6.3 RÉSULTATS ET DISCUSSION SUR LES PÂTES BCTMP

6.3.1 Qualité des pâtes

Les résultats du pH de la liqueur, obtenus avant et après le blanchiment, et ceux du peroxyde résiduel sont présentés dans le tableau 6.3.

Les conditions finales ont été bien choisies: le pH s'est maintenu alcalin et il est resté suffisamment de H_2O_2 résiduel pour ne pas avoir d'effets de brunissement non désirés.

Les propriétés optiques sont les caractéristiques les plus modifiées. Elles ont été mesurées sur des formettes de 3 grammes pour essais optiques et aussi sur les formettes de 1,2 grammes pour essais physiques afin de vérifier la diminution possible en utilisant l'eau du robinet. Les résultats sont présentés au tableau 6.4.

La blancheur obtenue se retrouve toujours dans l'intervalle désirée (entre 75 et 80 % ISO), même quand elle est mesurée sur des formettes préparées avec l'eau du robinet, où il se produit une chute maximale de 2 %.

Les paramètres L^* , a^* , et b^* ont été aussi modifiés considérablement par le traitement. Cependant, même si le b^* a subi, dans tous les cas, un affaiblissement d'environ 50%, il demeure toujours élevé par rapport aux pâtes kraft blanchies avec des composés chlorés. Bien que le problème de couleur jaune des pâtes BCTMP d'épinette pour produits fluff soit bien connu, les valeurs du b^* ne sont pas reportées dans la littérature.

La présence d'écorce, identifiée dans les pâtes non blanchies, est mise en évidence après le blanchiment.

Les résultats des propriétés mesurées sur les pâtes avant et après le blanchiment, sont montrés au tableau 6.5.

La qualité des pâtes BCTMP de bouleau blanc (procédé avec trempage) par rapport aux pâtes BCTMP d'épinette (procédé classique) est présentée aux figures 6.1 à 6.6.

Comme une diminution de l'indice d'égouttage était prévisible, le premier point du raffinage aux environs de 700 CSF avait été choisi pour s'assurer de demeurer dans l'intervalle d'indice d'égouttage correspondant aux pâtes fluff (500 à 700 ml CSF). Contrairement à ce que était attendu, les

pâtes ont subi une modification très faible de cette propriété (entre 1 et 3 %), restant aux environs de 650 ml CSF.

Le même comportement a été observé pour la main, qui n'a pas changée après le blanchiment. La valeur de rétention d'eau et le taux de rejets, ne varient pas significativement.

Par contre, les propriétés mécaniques sont en général améliorées avec le traitement au peroxyde. L'indice d'éclatement et l'indice de déchirure des pâtes blanchies est environ 30 % plus élevé. La longueur de rupture présente une variation entre 9 et 37 %, étant les valeurs les plus faibles les plus modifiées. L'allongement et l'énergie de rupture n'ont pas subi un changement significatif.

Le taux de matières extractibles dans le DCM est en général faible. Même si le traitement alcalin de blanchiment au peroxyde a réussi à enlever 50% de la résine présente dans la pâte, le pourcentage final dépasse celui des pâtes BCTMP d'épinette (< 0,1%). Ce qui reste est sûrement composé de matériel insaponifiable (15).

Il faut considérer que toutes les propriétés sont améliorées avec le raffinage, et ces pâtes se retrouvent sur la limite supérieure de l'intervalle 500 à 700 ml d'indice

d'égouttage. Comme l'absence de changement du degré de raffinage après le traitement de blanchiment a été vérifiée, les pâtes à 550 ml CSF peuvent être blanchies et l'écart entre les pâtes d'épinette et ceux de bouleau sera diminué.

6.3.1 La comparaison avec d'autres pâtes BCTMP de bouleau blanc

Le tableau 6.6 présente la comparaison entre les pâtes de bouleau blanc blanchies obtenues par le procédé "CTMP modifié" et une pâte BCTMP (procédé conventionnel) de la même essence (46). Cette dernière a été choisie comme référence, car elle a été préparée dans la même usine pilote et a été blanchie avec des conditions identiques aux pâtes de ce travail. Malheureusement, il existe une grande différence entre leurs indices d'égouttage et la charge chimique appliquée lors de la mise en pâte.

Sans aucun doute, la pâte de référence présente des résistances physiques supérieures, dues aux facteurs mentionnés précédemment. Le matériel fibreux qui forme les pâtes trempées est composé de fibres entières de très bas degré de fibrillation. Par ailleurs, elles possèdent une faible quantité de matériel fin. Bref, leur composition fibreuse va à

l'encontre de l'obtention de résistances physiques élevées. D'autre part, celle-ci est une condition essentielle pour les pâtes pour produits fluff.

Par contre, dans le cas des pâtes trempées, la blancheur est en général supérieure à celle des pâtes de référence. Dans ce cas, la faible quantité de soude appliquée est le facteur qui a permis d'obtenir une blancheur plus élevée.

6.3.1 Les pâtes fluff BCTMP de bouleau blanc

Les résultats de l'évaluation des pâtes fluff sont présentés au tableau 6.7, de même que les valeurs de référence (pâte Rayfloc JLD produite par Rayonnier, Canada).

Les caractéristiques des pâtes fluff de bouleau blanc peuvent, d'une certaine façon, être comparées à celles des matériaux superabsorbants; capacité d'absorption élevée, main faible, haut temps d'absorption et basses résistances.

La capacité d'absorption se montre identique à celle de la pâte de référence, même si la main est plus faible. Un produit plus compact pourrait alors être obtenu avec la même rétention, ce qui peut être considéré comme un point positif.

Tel que prévu, le temps d'absorption est très élevée, étant surement la conséquence du haut taux de matières extractibles (3). Même si les pâtes de bouleau blanc obtenues par le procédé proposé dans cette étude possèdent une faible quantité de matières extractibles, elle est notamment supérieure à celle des standards (tableau 2.7). Il est certain que toutes les matières extractibles dissoutes ont été enlevées de la pâte utilisée, car elles ont été lavées davantage au moment de faire la mélange. Fort probablement, ce qui reste est composé de matériels insaponifiables. Il faudra étudier la façon de les enlever.

La faible résistance du matelas fibreux est un résultat attribuable à la nature des bois feuillus. Cette caractéristique, de même que le temps d'absorption, rendent impossible la fabrication des produits fluff en utilisant le bouleau blanc comme matière première unique. Pourtant, le degré de remplacement des pâtes kraft avec des pâtes BCTMP de bouleau peut être étudié. Le coût de production de cette pâte étant beaucoup moins onéreux, la combinaison se montre intéressante. Dans une telle situation, il serait bien de considerer les différentes combinaisons pour le défibrage à sec (défibrage du mélange des deux pâtes, pâte kraft avant la BCTMP, etc.), car ce dernier aspect s'est montré très important pour la qualité du produit final (21).

6.4 CONCLUSIONS SUR LES PATES BCTMP

En ce qui concerne les pâtes de bouleau blanc blanchies, obtenues à partir du procédé "CTMP modifié", les conclusions suivantes peuvent être exprimées:

- Le procédé de blanchiment dans une étape, avec 4% de H_2O_2 , est approprié pour atteindre et dépasser la blancheur de référence.
- La couleur jaune, caractéristique des pâtes BCTMP, a été diminuée jusqu'à 50 % de sa valeur initiale (mesurée par le facteur b^*), mais elle reste encore élevée. Cependant, les pâtes possèdent une apparence légèrement verdâtre, ce qui est confirmé par les valeurs négatives du facteur a^* .
- L'indice d'égouttage, la main et la valeur de rétention de l'eau n'ont pas présenté des modifications significatives après le procédé de blanchiment.
- Les propriétés physiques sont améliorées par le blanchiment au peroxyde.
- Le blanchiment a réussi à enlever environ 50% des matières extractibles résiduelles dans les pâtes. Cependant, la quantité

finale dépasse celle des pâtes de référence. Il faudra vérifier leur influence sur le temps d'absorption des pâtes car leur composition est différente des résines résiduelles pour le cas des pâtes de résineux.

- La présence d'écorce est très néfaste sur la blancheur. Le taux de rejets mesuré est inacceptable pour les produits fluff. De plus, le niveau de rejets n'a pas subi une modification significative après le blanchiment. Un système de nettoyage efficace doit alors être installé avant le blanchiment pour diminuer la consommation des produits chimiques, et améliorer la qualité de la pâte.

- Vu que l'intervalle possible d'obtention des pâtes destinées aux produits fluff se trouve entre 500 et 700 ml d'indice d'égouttage, et qu'il n'est pas modifié suite au blanchiment, il est recommandé de travailler avec des pâtes non blanchies d'environ 550 ml CSF. A ce niveau, les propriétés physiques sont améliorées, de même que la capacité de rétention d'eau.

Concentration DTPA	0,4 %
Temps	15 minutes
Consistance	3 %
Température	60 °C

TABLEAU 6.1: Conditions de prétraitement des pâtes avec
DTPA

Charge de peroxyde (%)	4
Charge de sulfate de Magnésium (%)	0,05
Charge de silicate de Sodium (%)	3
Charge de DTPA (%)	0,4
Charge d'hydroxyde de Sodium (%)	3
Consistance (%)	12
Temps (minutes)	120
Température (°C)	70

TABLEAU 6.2: Conditions expérimentales de blanchiment.

PÂTES	0102 _b	ab _b	+αa _b	+αb _b
pH initial	11,76	11,75	11,9	11,75
pH final	8,62	8,68	8,61	8,51
H ₂ O ₂ résiduel (g/l)	1,46	1,52	1,42	1,42
Consommation (%)	73	72	74	74

TABLEAU 6.3: Résultats de l'évaluation de la liqueur de blanchiment.

PÂTES	0102	0102 _b	ab	ab _b	+αa	+αa _b	+αb	+αb _b
Blancheur (%ISO) (1)	46,9	75,5	53	78,8	49,9	77,1	50,7	78,7
(2)		76,9		80,4		79,1		80,5
L* (1)	83,0	94,94	85,7	95,6	83,9	95,1	84,2	95,5
(2)		95,5		95,9		95,8		96,1
a* (1)	3,5	-2,3	3,09	-2,1	3,53	-2,1	3,82	-2,1
(2)		-2,41		-2,1		-2,2		-2,2
b* (1)	15,8	9,8	13,9	8,3	13,9	8,8	13,6	8,3
(2)		9,7		7,5		8,4		7,9

b: Pâtes blanchies

(1) formettes TAPPIst 205

(2) formettes TAPPIst 218

TABLEAU 6.4: Blancheur des pâtes mesurée sur formettes
pour essais physiques (1) et optiques (2)

PÂTES	0102	0102 _b	ab	ab _b	+α a	+α a _b	+α b	+α b _b
Indice d'égouttage (ml)	700	695	694	685	655	645	700	677
Densité (g/cm ³)	0,22	0,22	0,24	0,24	0,24	0,24	0,23	0,23
Main (cm ³ /g)	4,46	4,39	4,17	4,14	4,08	4,15	4,30	4,34
WRV (%)	177	173	176	178	191	191	165	177
Rejets (%)	5,1	4,0	5,4	5,1	3,0	3,0	5,0	5,0
I.Eclatement (kPa m ² /g)	0,23	0,36	0,32	0,44	0,35	0,5	0,26	0,36
L.Rupture (km)	0,58	0,92	0,79	1,10	1,02	1,12	0,82	0,96
Allongement (%)	0,81	0,69	0,65	0,74	0,67	0,64	0,70	0,70
Énergie rupture (g/cm)	2	2	2	3	3	3	2	2
I.Déchirure (Nm m ² /g)	1,83	2,76	2,19	2,74	2,41	3,71	1,80	2,42
Extractifs DCM (%)	2,09	0,43	2,51	0,29	2,68	0,26	2,11	0,33

b: Pâtes blanchies

TABLEAU 6.5: Propriétés mesurées sur les pâtes avant et après le blanchiment

PÂTES	0102 _b	ab _b	+α a _b	+α b _b	(46)
NaOH (%)	1,5	1,5	1,5	1,5	2,5
Na ₂ SO ₃ (%)	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
Indice d'égouttage (ml)	695	685	645	677	192
Densité (g/cm ³)	0,22	0,24	0,24	0,23	---
Main (cm ³ /g)	4,39	4,14	4,15	4,34	---
I.Eclatement (kPa m ² /g)	0,36	0,44	0,50	0,36	1,69
L.Rupture (km)	0,92	1,10	1,12	0,96	4,02
I.Déchirure (Nm m ² /g)	2,76	2,74	3,71	2,42	7,71
Blancheur (%ISO)	76,9	80,4	79,1	80,5	77,7

b: Pâtes blanchies

(46) Pâte BCTMP de la référence bibliographique correspondante

TABLEAU 6.6: Comparaison entre pâtes BCTMP de bouleau blanc

Propriétés d'absorption (poids de 0,3 kg)	BCTMP bouleau	Rayfloc JLD
Hauteur (mm)	26,41	34,54
Temps d'absorption (s)	56,99	3,59
Capacité (g/g)	10,65	11,54
Main (cm ³ /g)	17,29	22,61
Résistance du matelas sec (N)	2,31	6,61
Résistance du matelas humide (N)	1,94	4,95
Propriétés d'absorption (poids de 5 kg)		
Hauteur (mm)	8,37	13,27
Temps d'absorption (s)	22,22	1,85
Capacité (g/g)	5,17	5,12
Main (cm ³ /g)	5,48	8,68

TABLEAU 6.7: Propriétés des pâtes fluff de bouleau blanc et de référence (pâte commerciale Rayfloc JLD de Rayonnier)

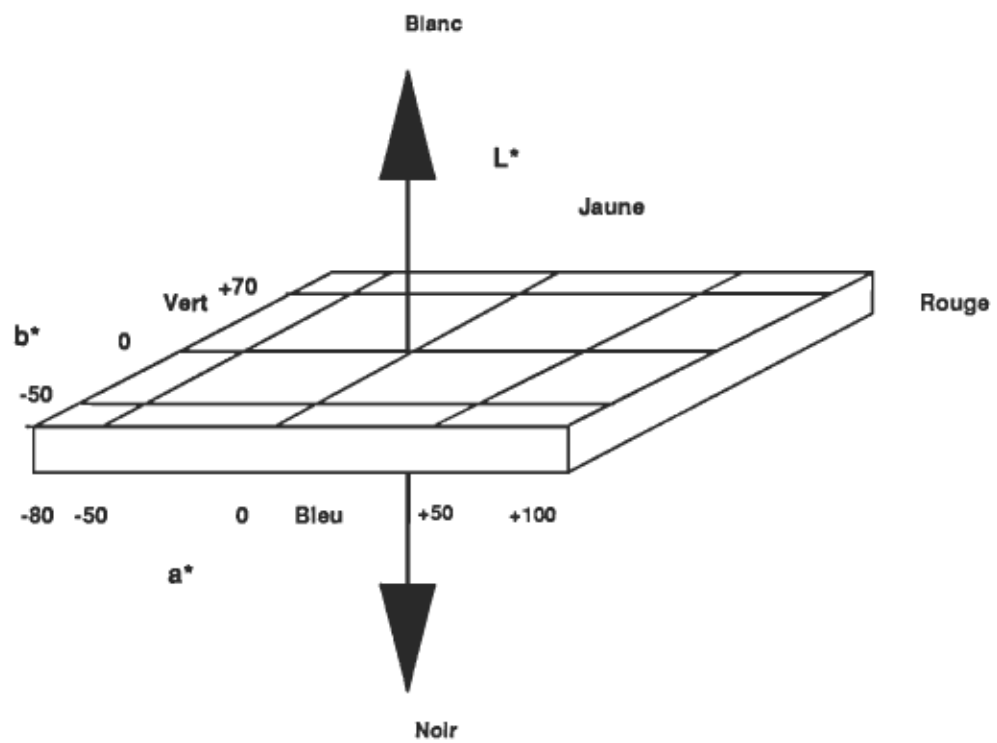


FIGURE 6.1: Coordonnées de couleur L^* , a^* , b^*

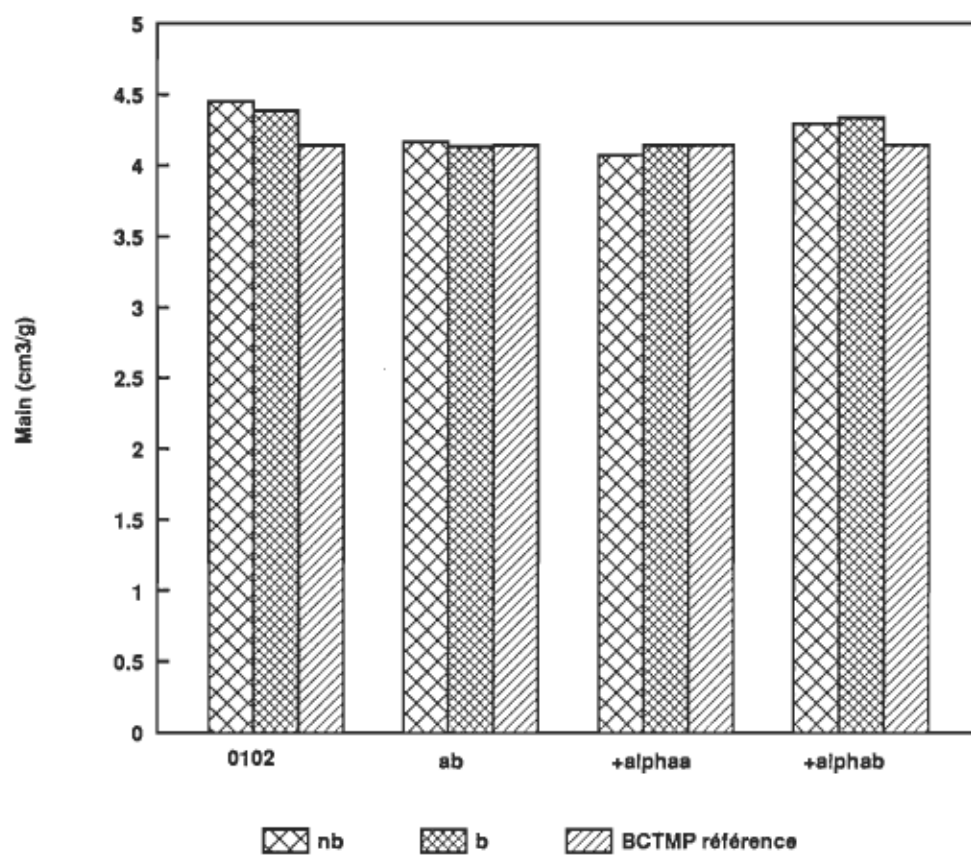


FIGURE 6.2: Comparaison entre la main des pâtes blanchies (b), non blanchies (nb) et de référence (BCTMP d'épinette)

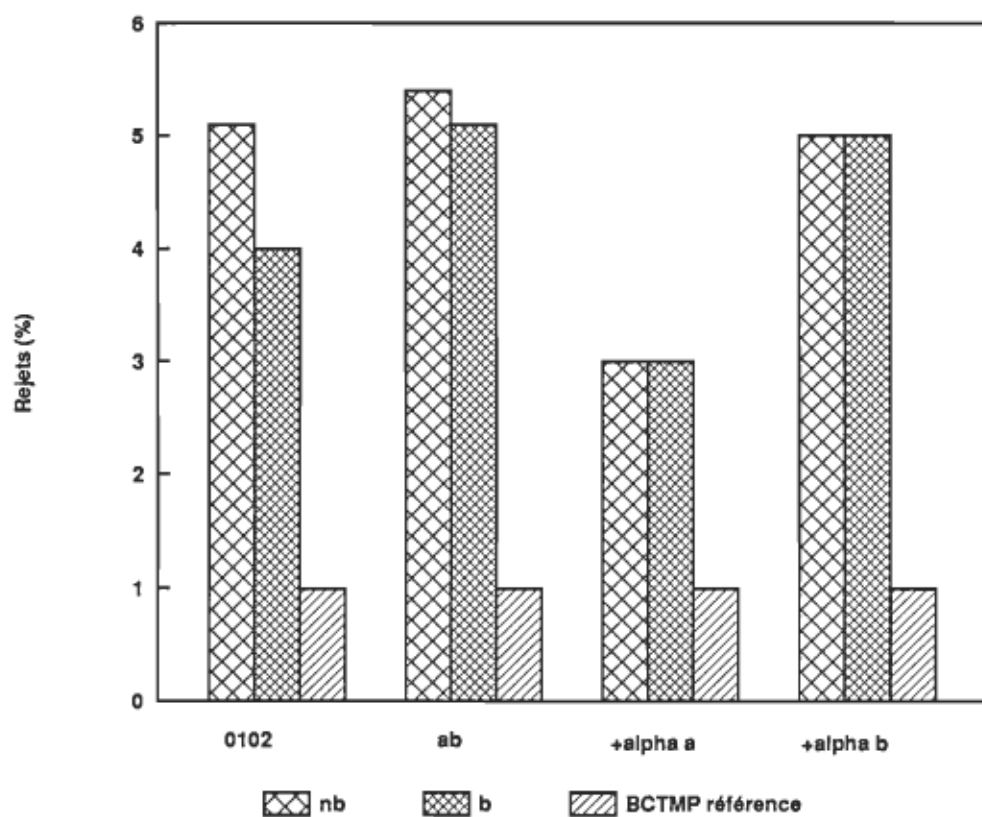


FIGURE 6.3: Taux de rejets des pâtes blanchies (b), non blanchies (nb) et de référence (BCTMP d'épinette)

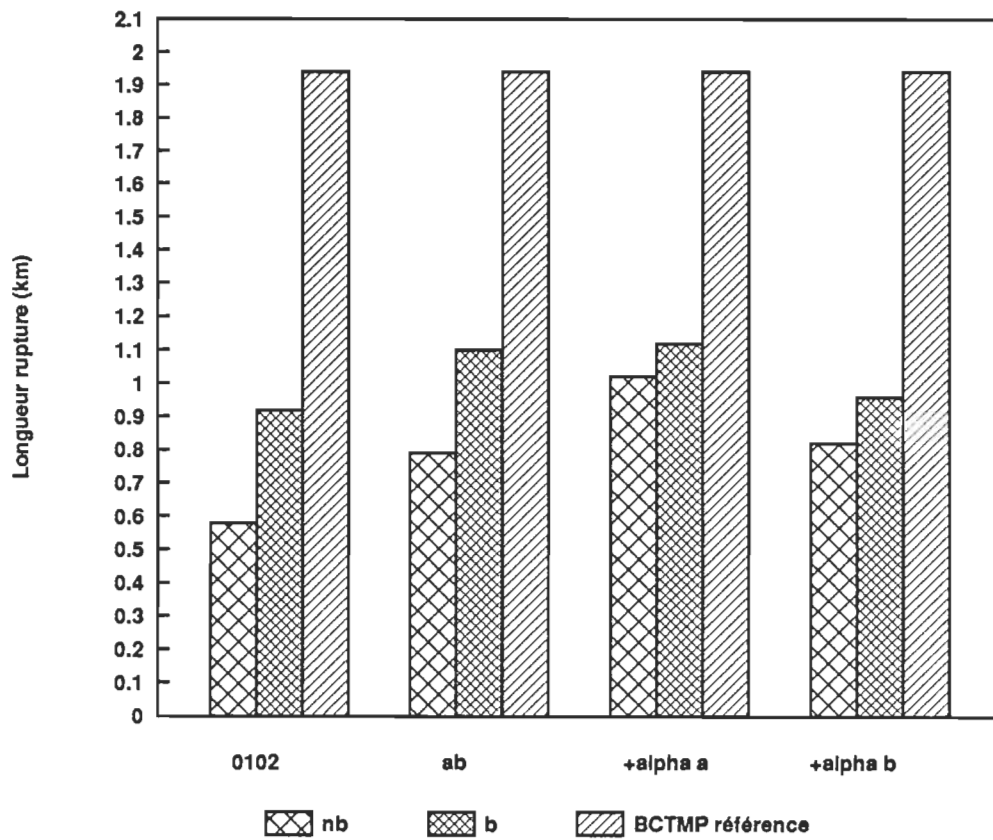


FIGURE 6.4: Longueur de rupture des pâtes blanchies (b), non blanchies (nb) et de référence (BCTMP d'épinette)

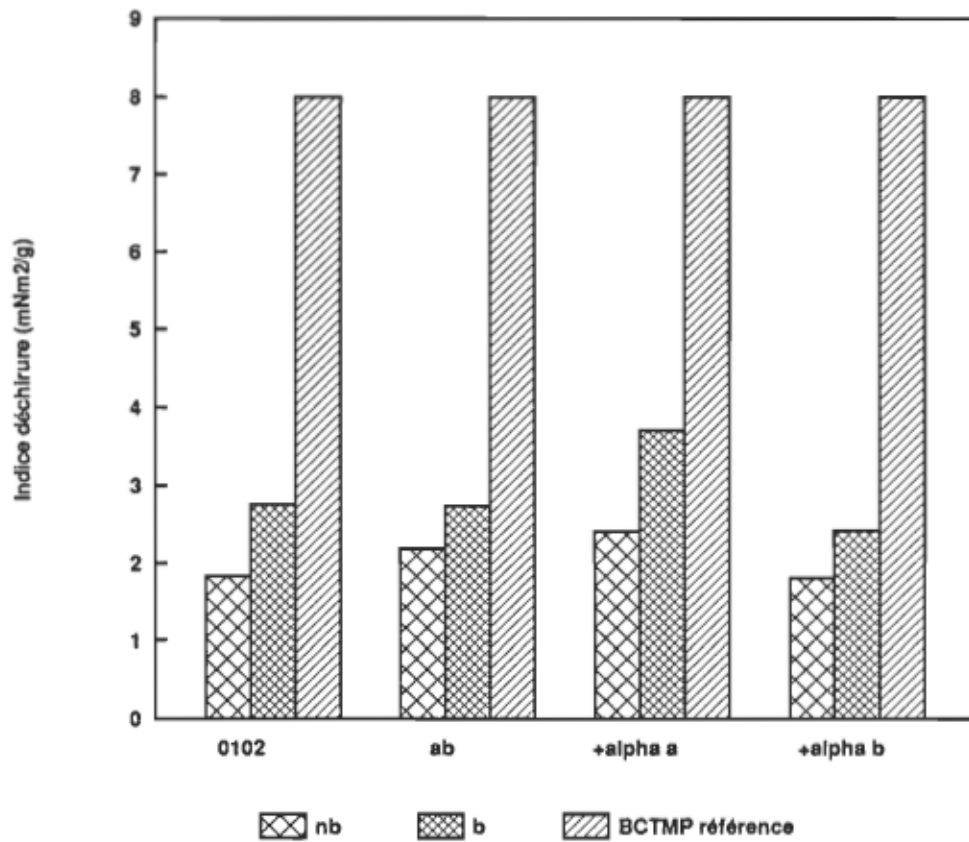
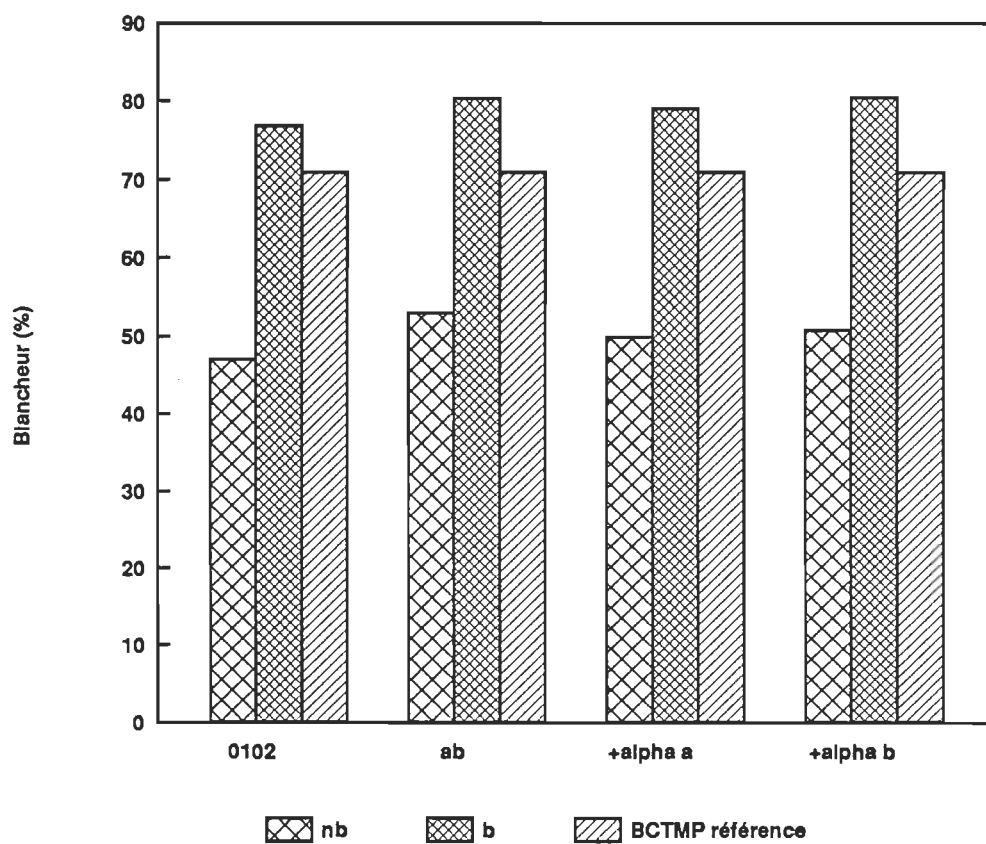


FIGURE 6.5: Indice de déchirure des pâtes blanchies (b), non blanchies (nb) et de référence (BCTMP d'épinette)



**FIGURE 6.6: Blancheur des pâtes blanchies (b), non blanchies (nb)
et de référence (BCTMP d'épinette)**

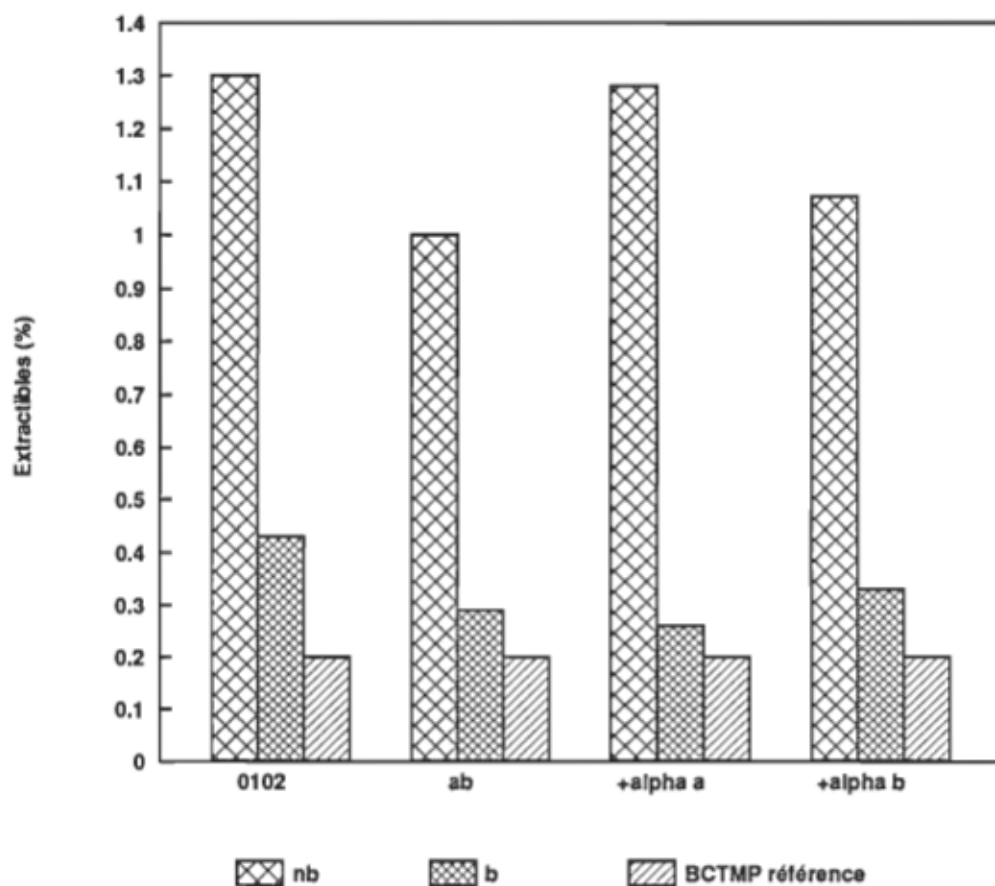


FIGURE 6.7: Matières extractibles des pâtes blanchies (b), non blanchies (nb) et de référence (BCTMP d'épinette)

CONCLUSIONS

Face à la difficulté d'obtenir l'ensemble requis de propriétés physiques, chimiques et de composition fibreuse pour des pâtes fluff, il a été décidé d'abord de ne pas faire une optimisation des variables de mise en pâte CTMP classique, mais plutôt d'essayer différents scénarios. Les essais préliminaires ont été réalisés afin d'évaluer divers scénarios possibles pour obtenir les propriétés désirées d'une pâte destinée aux produits fluff. L'objectif visé a été de profiter au maximum d'une faible quantité de réactifs chimiques.

La première conclusion de cette partie a été que la pâte produite avec le procédé CTMP classique était de qualité insuffisante pour nos besoins, et que sa consommation spécifique d'énergie était très élevée. Ensuite, les procédés comprenant une double étape de compression ont montré une grande capacité d'enlèvement des matières extractibles. D'autre part, le degré de fibrillation des pâtes était élevé, et elles

sont plus appropriées, plutôt, pour l'obtention de pâtes résistantes.

Finalement, la pâte produite suite à un trempage des copeaux à 50 °C pendant 5 heures, s'est montrée appropriée à nos besoins pour presque toutes les propriétés. À la suite de ces constatations, il a été proposé d'accomplir l'optimisation de certaines conditions de mise en pâte du procédé CTMP avec trempage.

Les essais définitifs ont été réalisés dans le but d'optimiser les variables de mise en pâte du procédé CTMP avec trempage. D'après les résultats obtenus, la décision de travailler avec les variables du prétraitement, à savoir le temps et la température de trempage des copeaux, a été prise.

Relativement au procédé de mise en pâte, il a été constaté que le système de mise en pâte en deux étapes (lequel peut être appelé "CTMP modifié"), soit trempage avec 1,5% de NaOH et 2,5 % de Na₂SO₃ pendant 3,5 à 4,5 heures à 75-85 °C, et par la suite, compression et chauffage à 128 °C durant 5 minutes et raffinage pressurisé, est apparu comme le meilleur scénario pour l'obtention de pâtes CTMP de bouleau blanc de bonne qualité.

Le procédé en considération, permet de profiter au maximum des faibles concentrations de réactifs chimiques utilisées.

Ces pâtes possédaient des propriétés physiques supérieures à la pâte CTMP aux conditions classiques: longueur de rupture et indice d'éclatement 30% plus élevés, indice de déchirure et capacité d'absorption d'eau entre 15 et 20 % améliorés, et haute capacité d'enlèvement des matières extractibles. Le procédé "CTMP modifié" présentait aussi une consommation spécifique d'énergie jusqu'à 30 % inférieure à celle de la pâte CTMP standard.

En ce qui concerne la qualité des pâtes CTMP de bouleau par rapport aux pâtes de référence non blanchies, provenant de bois résineux pour produits fluff, elles présentaient: une consommation spécifique d'énergie 30 % inférieure, une quantité de matières fines 30 % supérieure, entre 9 et 50 % plus de rejets, un volume spécifique semblable, des taux de matières extractibles 20% supérieurs, et des résistances physiques inférieures.

Compte tenu des résultats obtenus lors des essais définitifs, il a été décidé d'accomplir le blanchiment sur les pâtes qui semblaient les plus appropriées pour parvenir à la qualité recherchée.

En ce qui concerne les pâtes de bouleau blanc blanchies, obtenues à partir du procédé "CTMP modifié", des conclusions sont exprimées. Une pâte BCTMP de bouleau blanc avec une blancheur supérieure aux valeurs de référence (75% ISO) peut être obtenue par l'utilisation d'un procédé de blanchiment dans une étape, avec 4% de H_2O_2 . Cependant, la couleur jaune, caractéristique des pâtes BCTMP, demeure prononcée. La quantité finale de matières extractibles, même si elle reste basse, dépasse celle des pâtes de référence.

En ce qui concerne les propriétés spécifiques des pâtes pour produits fluff, les résultats indiquent que la capacité d'absorption est élevée, mais la résistance du matelas fibreux est faible, et le temps d'absorption demeure très éloigné des valeurs acceptables.

Le seul facteur sur lequel on peut agir est le taux de matières extractibles. Il faudra étudier la manière la plus économique de les enlever, et ce, à l'aide d'un procédé simple.

En dernière analyse, il ressort que l'obtention d'une pâte BCTMP de bouleau blanc de caractéristiques acceptables pour être utilisée en mélanges pour des produits fluff semble possible. Auparavant, une méthode d'extraction des matériels non désirables de la pâte doit être trouvée.

Comme recommandations pour des travaux futurs sur l'optimisation du procédé de mise en pâte, il faudrait essayer d'utiliser d'un réacteur avec circulation de la liqueur, et vérifier les paramètres chimiques (pH final de la liqueur et degrés de sulfonation et de rétention de l'eau). Il est recommandé de travailler avec des pâtes non blanchies d'environ 550 ml CSF. A ce niveau, les propriétés physiques sont améliorées, de même que la capacité de rétention d'eau. Aussi, un système de nettoyage efficace devra être installé avant le blanchiment pour diminuer la consommation des produits chimiques, et améliorer la qualité de la pâte. En même temps, le taux résiduel de matières extractibles dans la pâte devra être vérifié.

En ce qui concerne l'utilisation de la pâte de bouleau pour produits fluff, la possibilité de remplacement de la pâte BCTMP d'épinette peut être regardée en étudiant le comportement des différents mélanges des deux pâtes. D'autre part, la combinaison BCTMP de bouleau - matériaux super-absorbants pourrait être aussi envisagée. Il faudrait également vérifier le comportement de pâtes de bouleau obtenues par ce procédé, à 300 ml d'indice d'égouttage, en examinant la possibilité de fabrication de papier tissu, de façon à compléter ainsi l'ensemble des produits absorbants. La performance du procédé pour d'autres grades de papier pourrait aussi être considérée.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. Anonyme, " Tartas, Février 88: Sortie de la millionième tonne de fluff ", Revue ATIP, vol. 42, n°5, pp. 223-225, Mai 1988.
2. Garceau, J.J., " Pâtes mécaniques et chimicomécaniques ", A.C.P.P., pp.228, 1989.
3. Quimby, G.R., Parham,R.A., Carter,G.F., Wretne, A.A.
" Fluff quality of high brightness market pulps " TAPPI, vol. 64, n° 3, pp.77-80 , March 1981.
4. Anonyme, Pulp and Paper Fact Book. North American. Miller Freeman Publications Inc. 1992.
5. Svahn, C., " Fluff pulp - What future in disposable diapers ? " Pulp and Paper I Market Pulp 5. 5th International Pulp Symposium. Preprints. 1987.

6. Thoren, A., " Fluff goes a long way ", Svensk Papperstidning, n°7, pp.6-8, 1986.
7. Williams, K.R., " Effect of pulp and SAP characteristics on absorption in hygienic disposables ", 1990 Nonwovens Conference, TAPPI Proceedings, pp.133-147, 1990.
8. Dewsbury, M.E., " Market opportunities with superabsorbent fibers ", TAPPI Journal, vol. 74, n°2, pp.146-148, 1991.
9. Beaudoin, M.F., " Les arbres remarquables du jardin botanique de Montréal ", Editions du Trécarré, 1990.
10. Valade, J.L., " La valorisation des feuillus au Québec ", Forêt et Papier, pp.13-15, mai/juin 1980.
11. Panchin, A.J., de Zeenw, C., Brown, H.P. "Textbook of wood technology - Vol I - Structure, identification, uses and properties of the commercial woods of the United States", 3rd ed. Mc Graw Hill, Inc., 1980.

12. Koran, Z., "Les caractéristiques papetières des bois feuillus", Forêt et Papier, pp.16-20, mars/avril 1981.
13. " Étude sur la valorisation des feuillus ", Rapport présenté au MERQ par le CRPP de l'UQTR, oct. 1981.
14. Law, K.N., Lapointe, M., Valade J.L., "Chemithermomechanical pulping of mixtures of different species of hardwoods ", TAPPI Journal, vol. 69, n° 7, pp.80-83, 1986.
15. " Wood Extractives ", W.E.Hillis Editor, New York; Academic Press, pp. 332, 334-337, 359, 433, 454, 1962.
16. Ebeling, K., " Developmental tendencies in the manufacture of paper pulps by the CMP & CTMP process" Zellstoff und Papier, vol. 35, n° 6, pp.206-211, Nov./Dec. 1986.
17. Anonyme, " IMPC 89 indicates chemical pulp pressed by its mechanical cousin ", Pulp and Paper Canada, vol. 90, n° 9, pp.29, 1989.

18. Doucet, C., " Le développement des pâtes chimicothermomécaniques; leurs caractéristiques et leur utilisation", ATIP, vol. 43, n° 7, pp.321-328, août/septembre 1989.
19. Renmam, S., " CTMP in sanitary products ", Pulp and Paper Canada, vol. 89, n° 11, pp.64-66, 1988.
20. Norberg, K., " The pulp battle about the diaper", Swedish Pulp and Paper Journal, n° 2, pp.58-60, 1986.
21. Jousimaa, T., " Using CTMP fluff pulps in nonwoven products ", Paper Technol. Ind., vol. 29, n° 1, pp.14-19, February 1988.
22. Jousimaa, T., " Fluff pulps, their characteristics and applications " Absorbency '89, vol. 1, Paper #7, pp.1-10, 1989.
23. Athinen, L., " CTMP fluff pulp for hygiene absorbent products ", Edana's 1989 Nonwovens Symposium, Report 4, pp.312-316, 1989.

24. Springer, A.A., Pires, E.C., " The effect of fibrous fines on tissue properties ", TAPPI journal, vol. 71, n° 2, pp.99, 1988.
25. Paris, U., " Quality characteristics and possible uses of CTMP ", Zellstoff und Papier, vol. 36, n° 5, pp.164-168, Sep./Oct. 1987.
26. Shishoo, R.L., "Analysis of structure/absorbency relationships in absorbent products", Absorbency '89: Nonwovens, vol. 1, pp.1-24, 1989.
27. Attack, D., " Mechanical pulping. Some highlights of the second 75 years ", Pulp and Paper Canada vol. 90, n° 10, pp.T366, 1989.
28. Jackson, M., Akerlund, G., " Chemithermomechanical pulp production and end-uses in Scandinavia ", TAPPI journal vol. 68, n° 2, pp.64, 1985.
29. Sharman, P.M., " BCTMP growth, demand to continue worldwide during future decades ", BCTMP Pulp and Paper (USA), Special Report, pp.S2-S3, July, 1989.

30. Dottori, F.A. " Tailoring CTMP pulp for paper making needs ", PPI Market pulp 5 - 5th International Pulp Symposium Preprints, pp.1-9, May, 1987.
31. Rodden, G., " Millar Western's new mill greets the world with confidence ", Pulp and Paper Canada, vol. 89, n° 10, pp.27-34, 1988.
32. Stevenson, S., " Alkaline peroxide pulp is a success story for Millar Western Pulp Ltd. ", Pulp and Paper Canada, vol. 91, n° 5, pp.19-21, 1990.
33. Patrich, K.L., " Millar Western launches plans for second BCTMP mill in Saskatchewan ", Pulp and Paper, vol. 64, n° 5, pp.75-78, 1990.
34. García, D.A., " Donohue Matane bleached CTMP mill to focus marketing on Europe, U.S. ", Pulp and Paper, vol.63 n° 10, pp.136-138, Oct. 1989.
35. Petit-Conil, M., Lombarbo, G., de Choudens, C., "Fabrication des pâtes thermomécaniques (TMP) et chimico-thermomécaniques (CTMP). Deuxième partie:

Étude d'essences de bois feuillus françaises ",
Document CTP n° 1504 - Grenoble, 27 août 1990.

36. Giertz, H.W., " Basic wood raw material properties and their significance in mechanical pulping ", International mechanical pulping conference, vol. 5, pp.37-51, Helsinki, 1977.
37. Bohmer, E., " How to make an optimal chemical-mechanical hardwood pulp ", Investigación y técnica del papel, n° 75, tomo XX, pp.63-88, 1983.
38. Eriksen, J.T., Fritzvold, B., " Utilisation of european hardwood resources for production of printing papers " EUCEPA Conference 19th , vol. 1, n° 13, pp.1-22, 1980.
39. Valade, J.L., Law, K.N.. " Some properties of white birch ultra-high yields pulps ", Cellulose Chemistry and Technology, n° 22, pp.525-529, Sept./Oct. 1988.
40. Rioux, P., Law, K.N., Lapointe, M., Valade, J.L., "Production et utilisation de pâte chimico -

thermomécanique de bouleau blanc ", Journal des pâtes et Papiers, pp.46, mai 1986.

41. Law, K.N., Marchildon, L., Lapointe, M., Valade, J.L., " Pâtes chimico -thermomécaniques. Production à partir de bouleau blanc ", ATIP, vol. 38, n° 9, pp.488, 1984.
42. Law, K.N., Rioux, P., Lapointe, M., Valade, J.L. " Chemithermomechanical pulping of white birch for newsprint ", Can. J. Forest Res., vol. 14, pp.488-492, 1984.
43. Koran, Z.; Lo, S.N.; Valade, J.L., "Strength properties of birch and aspen sulphite pulps in the yield range of 77 - 94 % ", Pulp and Paper Canada, vol. 85, n° 2, pp.T33-T35, 1984.
44. Lo, S.N., Law, K.N., Koran, Z., Valade, J.L., "Very high yield pulps from Aspen and Birch ", AIChE Symposium Series 80, n° 232, pp.34-39, 1984.
45. Proulx, R., Valade, J.L., Law, K.N., " Les caractéristiques d' un raffinage en mélanges de

sapin/épinette et de bouleau blanc ", Les papetières du Québec vol. 1, n° 6, pp.24-31, 1990.

46. Daneault, C. "Pâtes chimico-thermomécaniques d'essence à croissance rapide dans les papiers fins", Rapport présenté au MERQ par le CRPP de l'UQTR, juin, 1990.
47. Nault, G., Lo, S.N., Valade, J.L., " Very high - yield sulphite pulp from a mixture of aspen and birch", 68th Annual Meet., Tech. Sec., CPPA, Preprints, Book A: 179, Jan., 1982.
48. Blackburn, J., Chen, R., Kokta, B.V., Valade, J.L., " Bleaching of sulphite chemi-mechanical pulps from mixtures of hardwoods ", Pulp and Paper Canada, vol. 84, n° 10, pp.T234-T238, 1983.
49. Chen, R.L., Kokta, B.V., Valade, J.L., " Bleaching of very-high-yield sulphite pulps from hardwoods", Pulp and Paper Canada, vol. 85, n° 12, pp.131, 1984.
50. Giertz, H.W., " Pulpado termomecánico y quimitemomecánico aplicado a papeles de impresión "

Seminario - 22 Congreso ATIPCA - Buenos Aires,
Diciembre 1986.

51. Field, J.H., " Pulp parameters affecting product performance ", TAPPI, vol. 65, n° 7, pp.93-97, July 1982.
52. Hardell, H.L., Leary, G.J., Stoll, M., Westermak, V., " Variations in lignin structure in defined morphological parts of birch ", Svenks Papperstidning n° 3, pp.71-74, 1980.
53. Hardell, H.L., Leary, G.J., Stoll, M., Westermak, V., " Variations in lignin structure in defined morphological parts of spruce", Svenks Papperstidning n° 2, pp.44-49, 1980.
54. Beatson, R.P., " The topochemistry of aspen sulfonation " Holzforschung 40, Suppl. 11-15, 1986.
55. Kerr, A.J., Goring, D.A.I., Cell. Chem. Technol. 9, pp.563-573, 1975.

56. Janson, J., Mannstrom, B., " Principles of chemical pretreatment in the manufacture of CMP and CTMP from harwood ", Pulp and Paper Canada, vol. 82, n° 4, pp. T111-T116, 1981.
57. Prusas, Z.C., Roueke, M.J., Uhrig, L.O., " Variables in chemithermomechanical pulping of northern hardwoods", TAPPI Journal, vol. 70, n° 10, pp.91-95, 1987.
58. Jackson, M., " High yield pulp from Canadian hardwoods " Nordic Pulp and Paper Research Journal, pp.40-45, Special issue, 1988.
59. Tarkow, H., Feist, W.C., " The superswollen state of wood ", TAPPI, vol. 65, n° 2, pp.80, 1968.
60. Katz, S., Liebergott, N., Scallan, A.M., " A mechanism for the alkali strengthening of mechanical pulps ", TAPPI, vol. 64, n° 7, pp.97-100, 1981.
61. Beatson, R.P., Heitner, C., Atack, D., " Factors affecting the sulfonation of spruce ", Journal of Pulp and Paper Science, vol. 10, n° 1, pp.J13, 1984.

62. Choudens, C.de, Angelier, R., " Improvement of kinetics of the sulfonation and bleaching reactions in the manufacture of bleached chemimechanical pulps", 4th Int.Symp. Wood and Pulping Chem., vol. 1, pp.37, Paris, 1987.
63. Atack, D., " Current status of ultra-high-yield pulping ", Int. Symp.Wood and Pulping Chem., vol. 1, pp.1, Paris, 1987.
64. Beatson, R.P., Gancet, C., Heitner. C.," The topochemistry of black spruce sulfonation ", TAPPI Journal, vol. 67, n° 3, pp.82-85, 1984.
65. Beatson, R., Heitner, C., Rivest, M., Atack, D., " Sulphite treatment of aspen - Factors affecting the formation of carboxilate and sulphonate groups ", Paperi ja Puu, n° 11, pp.702-708, 1985.
66. Gellerstedt, G., Gustafsson, K., " Reactions of lignin in chemimechanical pulping ", 4th Int. Symp. Wood and Pulping Chem., vol. 1, pp.15-19, Paris, 1987.

67. Argyropoulos, D.S., Heitner, H., " ULtra-high-yield-pulping. Part VII : The effect of pH during impregnation on the quality of lightly sulphonated CTMP ", Journal of Pulp and Paper Science, vol. 17, n° 5, pp. J137-J143, 1991.
68. Lossada, A.L., " Pulpado de ultra alto rendimiento (UHYP). Parte II: Aspectos básicos específicos ". Seminario, ECYP, UNaM, Misiones, Junio 1991.
69. Maximino, M.G., Lossada, A.A., Mina, L.R., Adell, A.M., " Studies on alkaline swelling in hardwood ", Cellulose Chem. Technol., n° 22, pp.513-524, 1988.
70. Maximino, M.G., Mina, L.R., Adell, A.M., " Studies on alkaline swelling in hardwood. II. Swelling reversal by pH variation ", Cellulose Chem. Technol., n° 22, pp.607-612, 1988.
71. Zanuttini, Z., Christensen, P.K., " Effects of the alkali charge in bagasse chemimechanical pulping ", TAPPI Proceedings, pp.691-701, Pulping Conference 1989.

72. Bengtsson, G., Simonson, R., " Chemimechanical pulping of birch wood chips. Part 4 - Effets of combined sodium hydroxyle and sodium sulphite additions ", Nordic Pulp and Paper Journal, n° 1, pp.16-21, 1990.
73. Hoggglund, H., Sohlin, U., Tistad, G., " Physical properties of wood in relation to chip refining " TAPPI, vol. 59, n° 6, pp.144, 1976.
74. Samen, N.B., Fellers, C., " The fundamentals of energy consumption during viscoelastic and plastic deformation of wood ", Pulp and Paper Canada Transactions. TR93, Dec., 1982.
75. Irvine, G.M., " The significance of the glass transition of lignin in thermomechanical pulping ", Wood Science and Technology, n° 19, pp.139, 1985.
76. Vickstrom, B., Nelson, P., " Mechanical properties of chemically treated wood and CMP ", TAPPI, vol. 63, n° 3, pp.87-91, 1980.

77. Law. K.N., Lo, S.N., Valade, J.L., " Beating behavior of sulphite-mechanical hardwood pulps ", Pulp and Paper Canada, vol. 86, n° 1, pp.70, T27, 1985.
78. Higgins, H.G., Puri, V., Garland, C., " The effect of chemical pretreatments in chip refining ", APPITA, vol. 32, n° 3, pp.187-200, November, 1978.
79. Higgins, H.G., Garland, C.P., Puri, V., "Thermomechanical and chemithermomechanical pulps from eucalyptus and other hardwoods ", APPITA, vol.30, n° 5, pp.415-423, March, 1977.
80. Puri, V.P., Higgins, H.G., " Possibilities for reduction of energy requirements during chip refining ", APPITA, vol. 37, n° 6, pp.496-501, May, 1984.
81. Katz, S., Beatson, R.P., Scallan, A.M., "The determination of strong weak acidic groups in sulfite pulps ", Svensk Papperstidning n° 6, pp.R48, 1984.

82. Barker, T.B. " Quality by experimental design ",
Marcel Dekker Inc., 1985.

ANNEXE I

A1.1 LA STRUCTURE DU BOIS

Parmi les bois utilisés industriellement, il existe une première distinction très marquée: les conifères ou résineux et les feuillus.

Bien que leurs compositions cellulaires et leur structure anatomique divergent, l'ensemble paraît similaire dans la coupe transversale d'un arbre (figure A1.1).

L'écorce constitue tous les tissus à l'extérieur du cambium. Elle se compose de l'écorce intérieure vivante et de l'écorce extérieure qui est morte.

Le bois se subdivise en bois d'aubier et en bois de coeur. Il est composé notamment d'éléments cellulaires placés longitudinalement. Ces éléments possèdent la fonction principale de donner une résistance à l'arbre et de conduire

les liquides de la racine aux feuilles. Il existe aussi des cellules orientées transversalement qui forment les rayons, dont la fonction se résume au stockage d'aliments. L'aubier est en général de couleur pâle, ses éléments de soutien et de conduction de liquides sont morts, mais ses cellules de stockage sont vivantes. Par contre, le bois de coeur est souvent coloré à cause de la présence des matières extractibles ou résines qui remplissent la structure capillaire. Les cercles annuels ou anneaux de croissance représentent le développement de l'arbre pendant une année.

A1.2 LA STRUCTURE MACROSCOPIQUE

En observant la coupe transversale du bois avec une loupe (10x), les différences entre les bois de résineux et les bois de feuillus deviennent évidentes.

Le trait caractéristique du bois de feuillus est la présence des pores ou des vaisseaux visibles comme de petites ouvertures arrondies à l'intérieur d'un cercle annuel. On classe les bois selon leur porosité en trois types différents soient; les bois à zone poreuse où les pores de printemps, plus gros que ceux du bois d'été, sont disposés en forme d'anneaux, le bois à pores diffus où les pores sont dispersés uniformément

à travers les anneaux de croissance et leur diamètre est uniforme et le troisième type est un intermédiaire entre les deux . Par ailleurs, le bois résineux est plus homogène. Environ 90 % du tissu est formé par un seul type de cellules. Dans plusieurs essences, des canaux résinifères sont présents, lesquels transportent et entreposent la résine dans l'arbre (figure A1.2).

A1.3 LA STRUCTURE MICROSCOPIQUE

En regardant les lamelles au microscope, les traits de chaque type de bois deviennent plus évidents et les différentes cellules sont visibles.

A1.4 LES ELEMENTS CELLULAIRES

La composition cellulaire du bois résineux est: environ 90 % de trachéides longitudinales, 5 % de cellules de parenchyme (longitudinales ou transversales), cellules épithéliales (lorsqu'il existe des canaux intercellulaires de résine) et dans certaines essences, des trachéides transversales.

Les trachéides longitudinales forment les éléments principaux. Éléments cellulaires de forme tubulaire allongée,

dont la fonction est de conduire les liquides et de fournir la résistance à l'arbre. En général, d'une largeur de 30 à 50 microns, leur longueur dépasse 3 mm .

Les cellules de parenchyme ont une forme prismatique typique. Il est impossible de faire une distinction dans la pâte entre les différents types soient: le parenchyme longitudinal, transversal ou les cellules épithéliales (figure A1.3) .

Trois principales variétés de cellules constituent le bois de feuillus: les parenchymes, les éléments de vaisseaux et les fibres. Leur composition cellulaire varie d'une essence à l'autre.

Les éléments de vaisseaux, réunis bout à bout, représentent une structure en forme de tuyau de longueur indéterminée appelée "vaisseau". Les extrémités de ces éléments s'appellent "cloison perforée" et constituent un trait distinctif des différentes essences. Généralement moins longs que les fibres, leur fonction est la conduction de liquide. Dans le bois de coeur les vaisseaux sont en général obstrués par des thylles, qui peuvent être définies comme l'excroissance d'une cellule de parenchyme à travers les orifices de communication entre cellules (ponctuations) jusqu'à l'intérieur

des vaisseaux. Cette obstruction empêche complètement la conduction des liquides dans cette partie du bois (figure A1.4).

Les cellules de parenchyme s'apparentent à celles des bois résineux.

Les fibres se décrivent comme des cellules longues, étroites, semblables aux trachéides des conifères mais plus petites. Leur longueur varie entre 1 et 2 mm et leur diamètre entre 10 et 50 microns. Les fibres peuvent être classées en fibres libriformes et fibres trachéides. Il existe aussi, dans plusieurs essences, des éléments de forme irrégulière appelés trachéides vasculaires et trachéides juxtavasculaires (figure A1.5).

A1.5 LA STRUCTURE DE LA PAROI CELLULAIRE

Les éléments cellulaires sont soudés entre eux par la lamelle moyenne (LM). Elle se compose principalement de lignine de nature amorphe et confère une grande rigidité au bois.

La fibre est formée de trois parois dont une primaire (P), collée à la lamelle moyenne, une secondaire (S) qui comprend

presque la totalité de l'épaisseur de la fibre et enfin une tertiaire (T) recouvrant la partie intérieure face au lumen (figure A1.6).

La paroi P est de nature amorphe, formée de couches entrecroisées de lignine, pectines et hémicelluloses.

La paroi secondaire constituant la principale partie de la fibre comprend trois parois distinctes : S_1 , S_2 et S_3 . La paroi secondaire externe S_1 est mince et les microfibrilles cellulosiques y sont enroulées en spirales parallèles de sens opposés dont l'angle d'inclinaison par rapport à l'axe est élevé. D'autre part, la paroi secondaire interne S_2 est beaucoup plus large et ainsi la rigidité de la fibre dépend de son épaisseur. Dans cette paroi, les fibrilles cellulosiques sont disposées en hélices parallèles de faible angle. Dans les cellules de parenchyme, il existe aussi une paroi intérieure S_3 .

Enfin, la paroi T est située du côté du lumen et sa composition comprend des substances pectiques en grandes proportions, lui donnant ainsi un aspect souple.

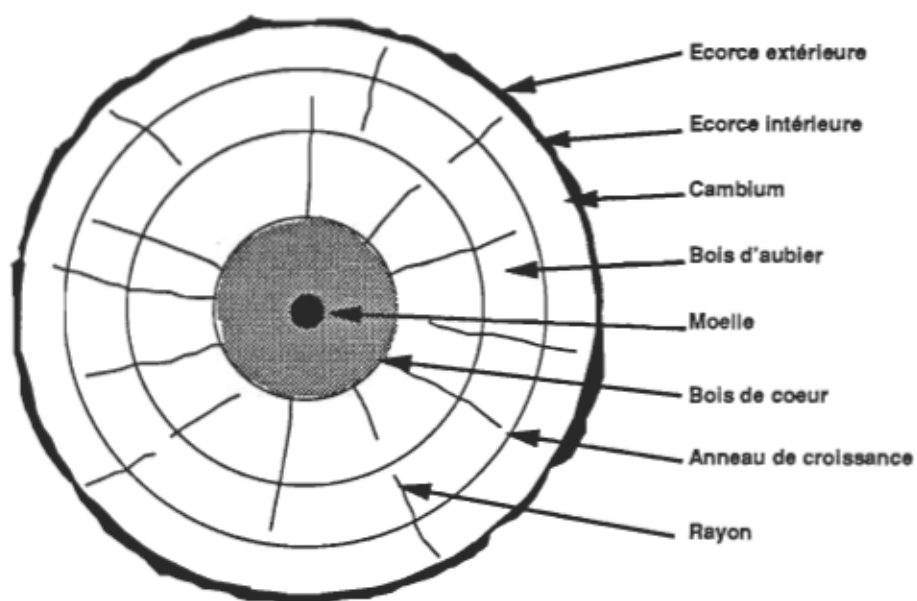
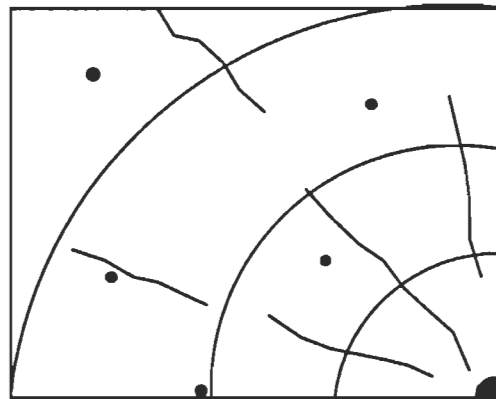
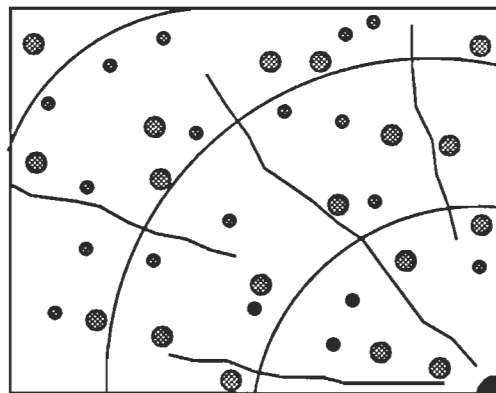


FIGURE A1.1: Coupe transversale d'un arbre



BOIS RESINEUX



BOIS FEUILLUS

FIGURE A1.2: La structure macroscopique des bois résineux et feuillus

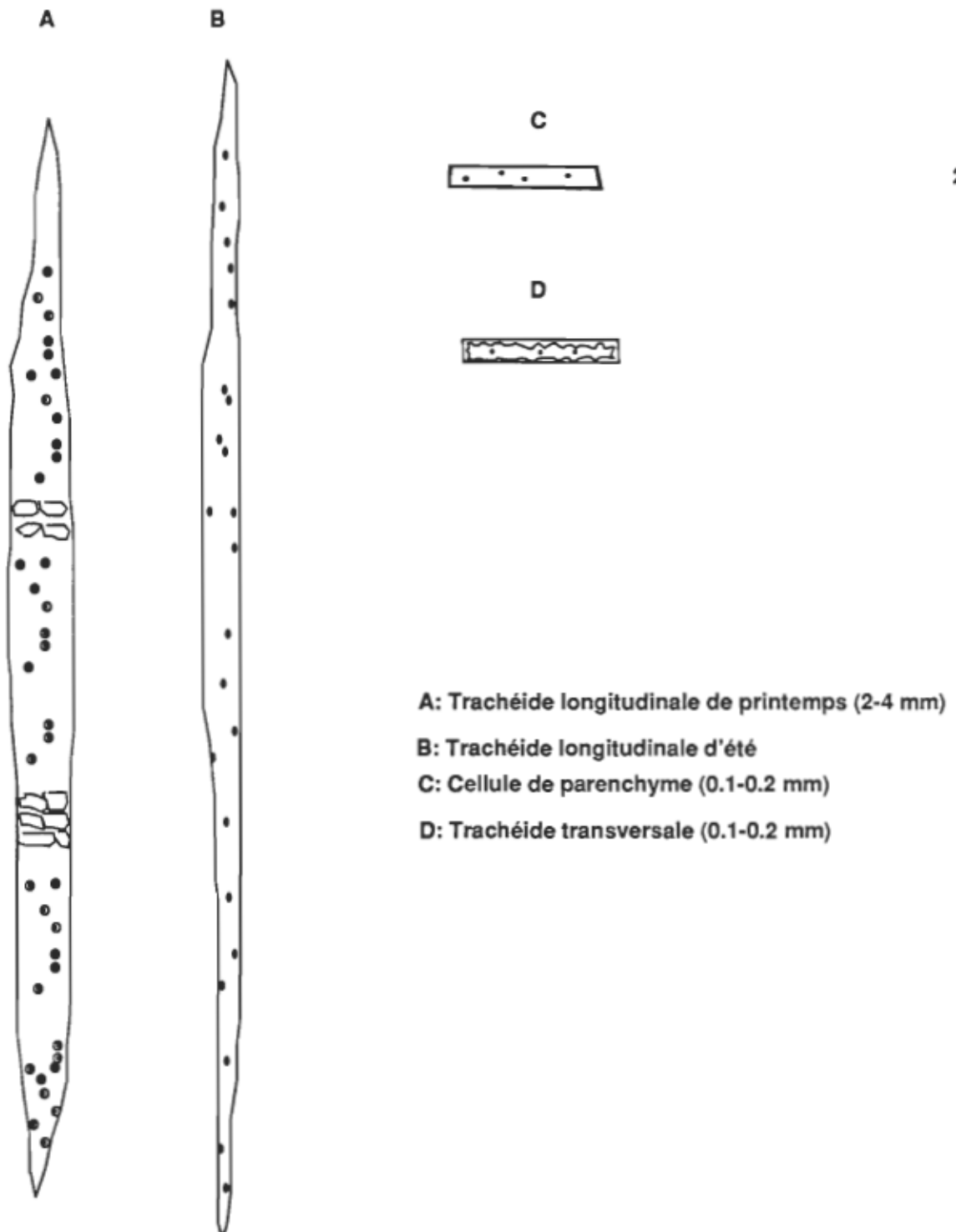
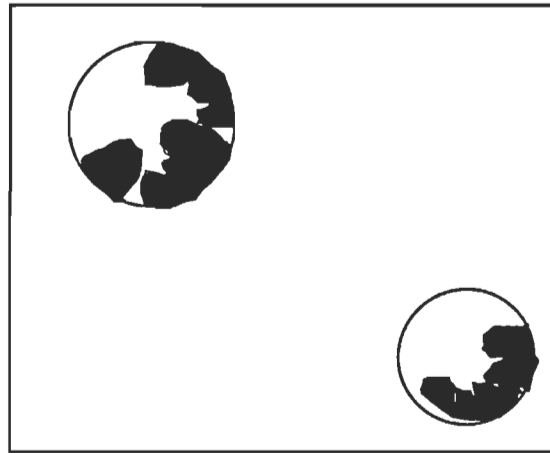
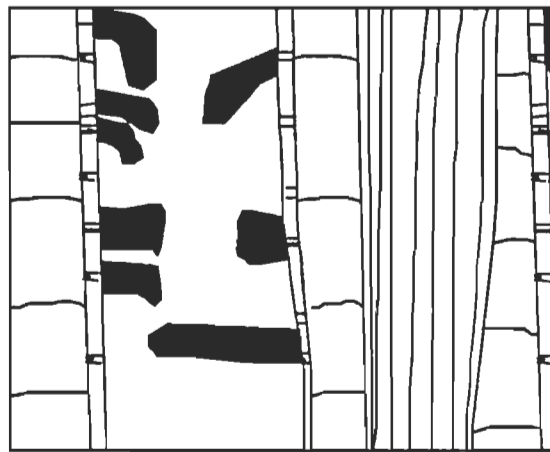


FIGURE A1.3: Éléments cellulaires des bois résineux (Pinus)
(longueur entre parenthèses)

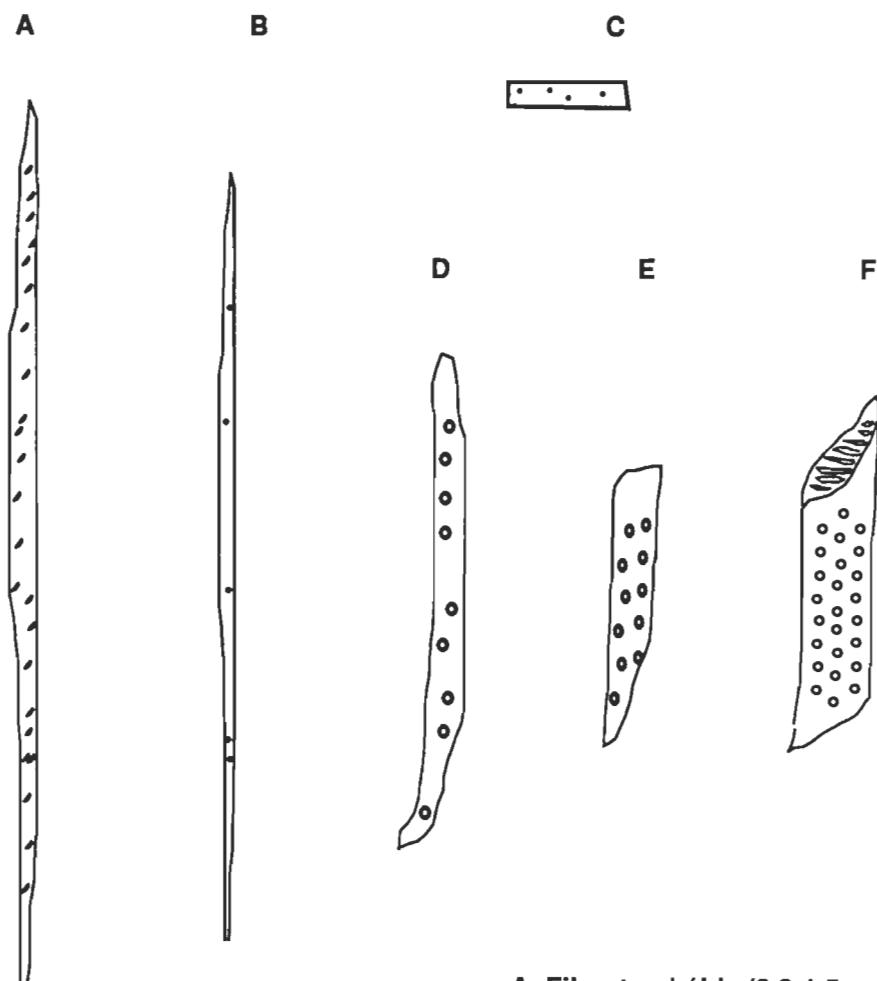


Coupe transversale



Coupe radiale

**FIGURE A1.4: Présence de thylls dans les vaisseaux de bois
de coeur des essences feuillues**



A: Fibre trachéide (0.8-1.5 mm)

B: Fibre libriforme

C: Cellule de parenchyme (0.1-0.2 mm)

D: Trachéide juxtavasculaire (0.5-1.0 mm)

E: Trachéide vasculaire (0.3-1 mm)

F: Élément de vaisseaux (0.3-1 mm)

FIGURE A1.5: Eléments cellulaires des bois feuillus
(longueur entre parenthèses)

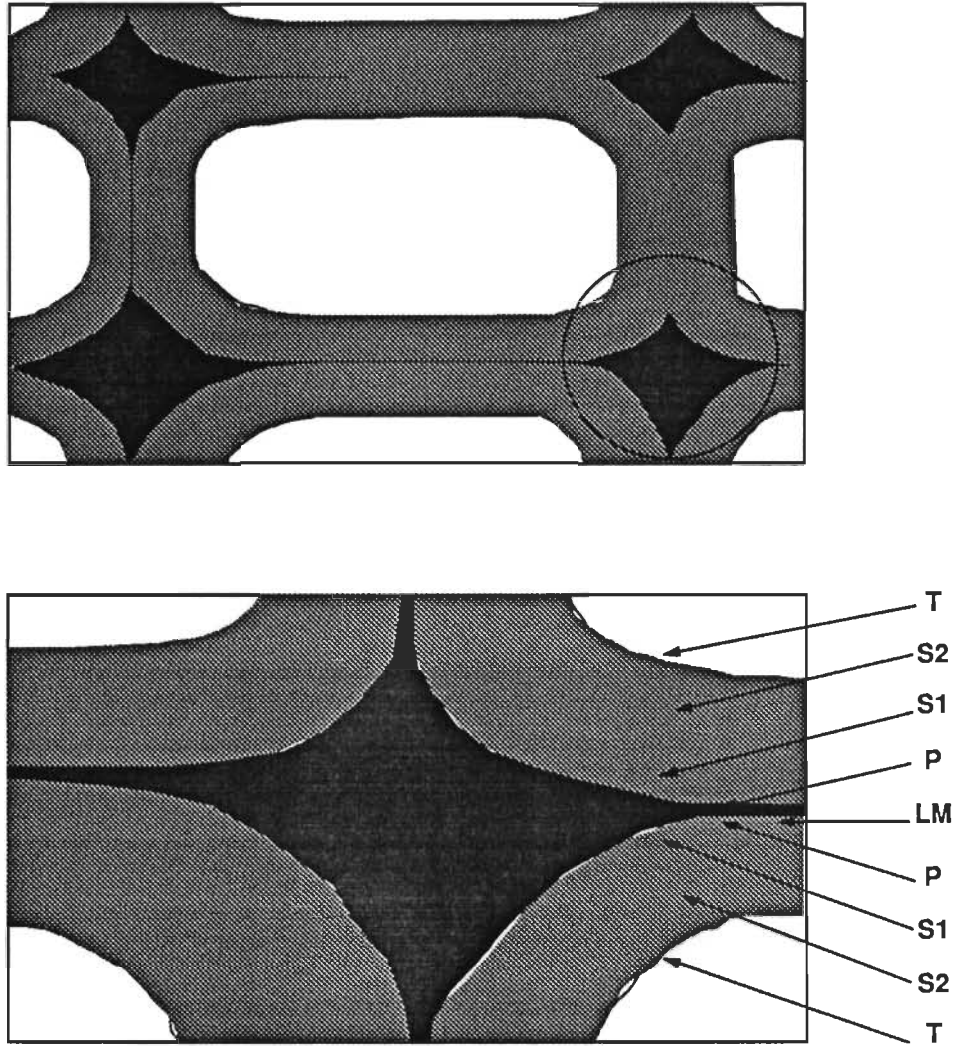


FIGURE A1.6: La structure microscopique de la paroi cellulaire

ANNEXE 2

A2.1 LE DESIGN EXPERIMENTAL

Dans une étude complète de l'effet de la variation de certains facteurs manipulés (variables indépendantes) sur un paramètre mesuré (variable dépendante), faire varier un facteur à la fois en gardant les autres constants ne suffit pas pour conclure efficacement. La combinaison de différents niveaux des facteurs en cause doit être examinée pour déterminer l'effet de chacun et leurs interactions possibles (82).

Dans un plan factoriel général, l'expérimentateur choisit un nombre fixe de niveaux pour chaque variable et ensuite effectue des expériences avec toutes les combinaisons possibles. S'il y a I_1 niveaux pour la première variable, I_2 niveaux pour la deuxième ... I_k niveaux pour la $k^{\text{ième}}$, l'arrangement des $I_1 \times I_2 \times \dots \times I_k$ essais est appelé plan factoriel $I_1 \times I_2 \times \dots \times I_k$. Les plans expérimentaux pour étudier k variables en n observations avec chaque facteur à deux niveaux sont appelés plans factoriels à deux niveaux. Dans de

tels plans, les observations ne sont pas analysées séparément mais comme une unité ou entité expérimentale pour produire des énoncés indépendants des effets de chaque facteur sous étude.

D'autre part, un plan factoriel à trois niveaux permet d'investiguer une relation non-linéaire. En général, un polynôme d'un degré moins élevé que le nombre de niveaux du facteur peut être déterminé. Pour un plan à trois niveaux, il peut s'investiguer une relation quadratique.

Un plan à trois niveaux pour deux facteurs est noté 3^2 . Pour un tel plan, il y a 9 combinaisons et la perte de 1 degré de liberté (dL) pour trouver la moyenne. Il reste donc 8 dL pour estimer les effets comme l'indique le tableau A2.1.

La figure A2.1 montre la forme géométrique d'un plan 3^2 et le même plan ayant subi une rotation de 45 degrés. Il en résulte un plan composite central (carré étoilé avec point central) formé de : un point central, un plan factoriel 2^2 et deux points extrêmes pour chaque facteur, représentés par des étoiles. La notation des niveaux bas et élevé du plan 2^2 est respectivement de -1 et +1, le point central étant à zéro et les étoiles se situant à des distances α du centre. Il y a en fait cinq niveaux pour chaque facteur (figure A2.2).

Mesure	dL utilisés	forme mathématique
2 effets principaux (linéaires)	2	X_1, X_2
2 effets quadratiques	2	X_1^2, X_2^2
interaction linéaire	1	X_1X_2
interactions linéaires/quadratiques	2	$X_1X_2^2, X_1^2X_2$
interaction quadratique	1	$X_1^2X_2^2$
total	8	

TABLEAU A2.1: Effets et interactions dans un plan 3^2

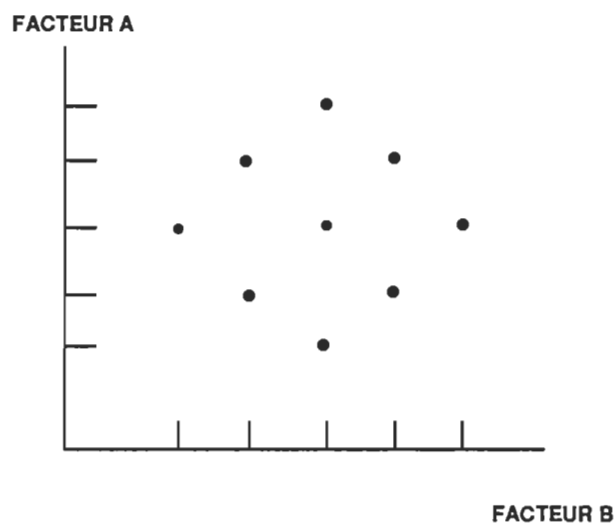
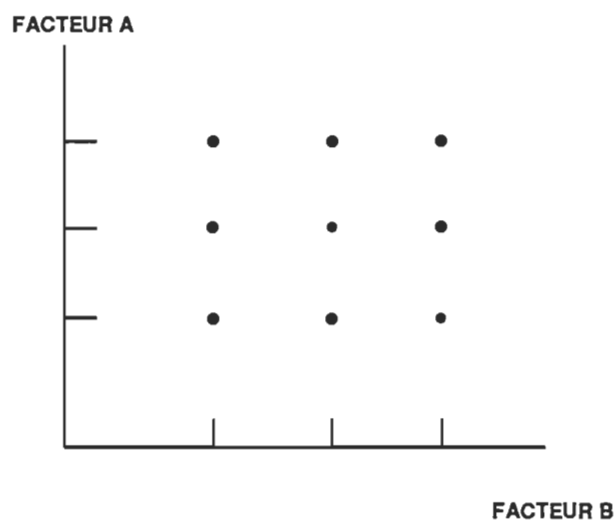


FIGURE A2.1: Forme géométrique d'un plan 3^2

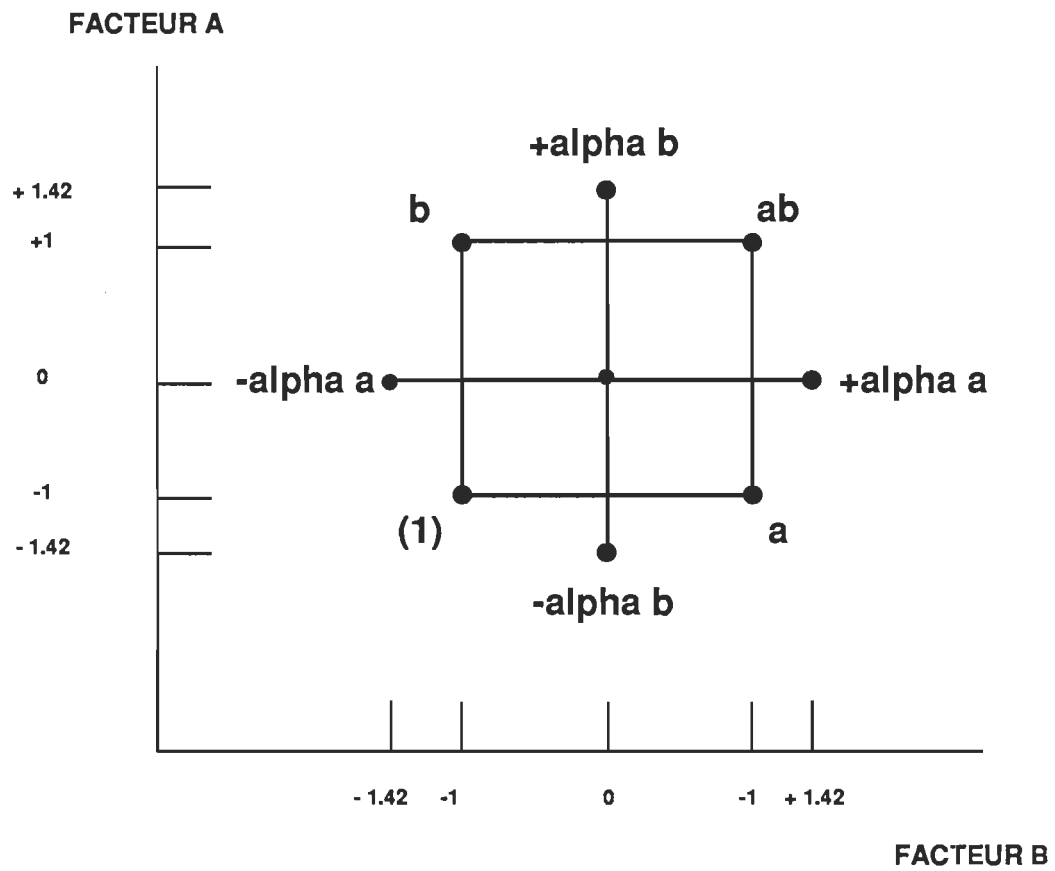


FIGURE A2.2: Plan composite central pour deux facteurs

ANNEXE 3

RÉSULTATS DE L'ÉTUDE STATISTIQUE

Les coefficients de corrélation obtenus (R) et les critiques (Rc) pour chaque équation de régression, de même que les facteurs F correspondant aux variables indépendantes pour les différents paramètres en étude, sont présentés au tableau A3.1.

Les coefficients des équations obtenues pour chacun des paramètres sont présentés au tableau A3.2. Les équations sont valides pour les variables indépendantes exprimées de façon orthogonale (-1, 0, 1, etc.).

La matrice de coefficients de corrélation entre les variables dépendantes est montrée au tableau A3.3. Ceux qui n'apparaissent pas au tableau ne montrent aucune corrélation avec les autres.

Propriété	R	RC	F _{température}	F _{temps}	F _{temps2}
Main	ns	-	ns	ns	ns
WRV	0,96	0,666	89,22	ns	ns
Rejets	ns	-	ns	ns	ns
R 28	ns	-	ns	ns	ns
P 200	ns	-	ns	ns	ns
Longueur fibres	ns	-	ns	ns	ns
Indice éclatement	0,88	0,666	23,14	ns	ns
Longueur rupture	0,94	0,666	54,42	ns	ns
Allongement	0,74	0,666	8,57	ns	ns
Énergie rupture	0,99	0,795	180,5	14,67	ns
Indice déchirure	0,99	0,795	27,78	6,67	ns
Blancheur	0,86	0,795	8,16	8,71	ns
Extractibles DCM	ns	-	ns	ns	ns
Sulfonates	0,67	0,666	5,71	ns	ns
Carboxilates	ns	-	ns	ns	ns
pH final	0,99	0,874	307,21	90,93	21,63
Énergie spécifique	ns	-	ns	ns	ns
SO ₃ ⁻ résiduel	0,76	0,666	9,35	ns	ns

Tableau A3.1 = Paramètres statistiques des équations de régression.

Propriétés	C	a	b	c
WRV	185,1	12,3	–	–
Indice éclatement	0,43	0,07	–	–
Longueur rupture	1,13	0,18	–	–
Allongement	0,70	0,04	–	–
Énergie rupture	2,95	0,64	0,18	–
Indice déchirure	2,32	0,31	0,15	–
Blancheur	50,9	1,4	1,5	–
pH final	9,5	–0,82	–0,44	0,28
SO ₃ [–] résiduel	10,6	–0,69	–	–
Sulfonates	18,0	2,6	–	–

$$X = C + a X_T + b X_t + c X_t^2$$

Tableau A3.2 = Équations de régression des paramètres à l'étude
en fonction des variables indépendantes
exprimées de façon orthogonale.

	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	(10)	(11)	(12)	(13)
(1)	1	-	-0,75	-0,91	0,91	0,72	0,94	0,83	0,90	-	-	0,68	-
(2)	-	1	-	-	0,76	-	0,76	0,74	-	0,90	0,93	-	-
(3)	-0,83	-	1	0,723	-0,75	-	-0,74	-	-0,69	-	-	-	-
(4)	-0,91	-	0,72	1	-	0,71	-0,95	-	-	0,88	0,93	-	-
(5)	0,91	0,76	-0,75	-0,88	1	-	0,96	0,97	0,88	0,71	0,71	-	-
(6)	0,72	-	-	0,71	-	1	0,78	-	-	-	-	-	-
(7)	0,94	0,76	-0,74	0,95	0,96	0,78	1	0,94	0,91	0,73	0,71	-	-
(8)	0,83	0,74	-	-0,87	0,97	-	0,94	1	0,86	0,67	0,68	-	-
(9)	0,90	-	-0,69	-0,72	0,88	-	0,91	0,86	1	0,74	0,71	-	-
(10)	-	0,90	-	0,88	0,71	-	0,73	0,68	0,74	1	0,97	-	-
(11)	-	0,93	-	0,93	0,71	-	0,71	0,68	0,71	0,97	1	-	-
(12)	0,68	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-
(13)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-0,75	1

TABLEAU A3.3: Matrice des coefficients de corrélation (R) entre variables dépendantes

- (1) Rétention de l'eau (WRV)
- (2) Degré de sulfonation
- (3) Sulfite résiduel
- (4) pH final
- (5) Longueur de rupture
- (6) Allongement
- (7) Énergie de rupture
- (8) Indice d'éclatement
- (9) Indice de déchirure
- (10) Blancheur
- (11) Taux de rejets
- (12) Longueur de fibres
- (13) Fraction P200

Tableau A3.3 (continuation) = Codes correspondants à la matrice
des coefficients de corrélation