

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

THÈSE PRÉSENTÉE À

L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS RIVIÈRES

comme exigence partielle du

DOCTORAT EN GÉNIE PAPETIER

par

HECTOR ENRIQUE GONZALES MORA

**"ÉTUDE DES EFFETS DE LA FORCE DE CISAILLEMENT AU COURS DU
RAFFINAGE PFI SUR LES PROPRIÉTÉS D'UNE PÂTE À HAUT
RENDEMENT DE PIN GRIS"**

Directeur : Dr. JACQUES L. VALADE

Codirecteur : Dr. KWEI - NAM LAW

Juin 2002

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 veux exprimer ma gratitude à mes directeurs de recherche le Professeur Jacques L. Valade et le Dr. Ken N. Law pour leur appui constant durant toutes ces années.

Je veux également remercier les membres du Centre de recherche en pâtes et papiers, professeurs, professionnels, techniciens et secrétaires pour leur aide lors de la réalisation de ce travail. J'exprime également ma gratitude à l'Organisation des États Américains (OEA) et au Conseil National de Recherche en Sciences et Génie du Canada (CRSNG) pour leur soutien financier.

Je remercie aussi mon employeur, l'Université Nationale Agraire-La Molina (UNALM), Pérou, qui m'a permis de séjourner à Trois-Rivières.

Je remercie tous mes amis pour leur soutien et leur encouragement, plus spécifiquement : Marcia, Graciela, Wei, Fred et Pierre.

Et je ne peux terminer sans remercier, bien sûr, mon épouse Esmeralda qui m'a accompagné durant toute cette période et mes filles Margot et Victoria lesquelles sont nées en même temps que la thèse démarrait.

RÉSUMÉ¹

Le principal objectif de ce travail est d'évaluer le comportement de trois variables de raffinage au cours du 2^e stade dans une pile raffineuse PFI. Les trois variables à évaluer sont: l'écart entre les rotors, la vitesse différentielle entre les rotors et la consistance de la pâte à haut rendement, SCMP, de pin gris (*Pinus banksiana* Lamb.). Cette étude comporte l'évaluation des effets des variables sur les fibres, à paroi épaisse, de la pâte SCMP de pin gris. L'étude comporte également la description des modifications sur la paroi des fibres observées après le raffinage et l'évaluation d'une relation entre les effets sur les fibres étudiées et les variables de raffinage utilisées.

Dans la présente étude, les fibres de pin gris ont été obtenues par un procédé SCMP. Le rendement moyen du prétraitement chimique au sulfite est de 90 %. Au 1^{er} stade de raffinage, les copeaux de 2 à 4 mm d'épaisseur, traités, sont raffinés par un raffineur *Sunds Defibrator* CD300. L'indice d'égouttage de la pâte est de 730 mL, la surface spécifique des fibres est de 0,6 m²/g et l'énergie spécifique lors du 1^{er} stade de raffinage est de 1,4 GJ/t. Les efforts appliqués ont été suffisants pour la séparation des fibres du 1^{er} stade de raffinage de la pâte SCMP. Les photographies prises à l'aide d'un microscope électronique à balayage (SEM) montrent les fibres, fraction R28, avec une surface externe régulière.

Au 2^e stade de raffinage, une pile raffineuse PFI a été utilisée de façon à en contrôler ses paramètres d'opération. L'étude comporte l'utilisation d'un plan expérimental factoriel 3³ pour l'application des variables de raffinage. Les valeurs d'opération sont: (a) consistance de 10, 20 et 30 %; (b) écart de 0, 0,1 et 0,2 mm; (c) vitesse différentielle de 0, 5,7 et 11,5 m/s. Certaines conditions ont été adaptées pour l'application de la théorie du facteur afin de caractériser et de comparer la pile PFI avec les autres raffineurs. L'incorporation d'un moteur à vitesse variable permet une modification de la variable vitesse du rotor interne. Suite au raffinage dans la pile PFI, on a évalué les caractéristiques des fibres et les propriétés des pâtes étudiées.

Au cours du raffinage dans la pile PFI, la vitesse différentielle a une influence importante sur la puissance du moteur et donc sur la consommation d'énergie. Quand la vitesse différentielle augmente, ces effets entraînent l'augmentation de la consommation d'énergie et aussi la diminution de la courbe d'efficacité de la puissance d'un raffineur. Les paramètres du nombre et de l'intensité des impacts appliqués au cours du raffinage, obtenus dans la présente étude, sont comparables à ceux qu'on retrouve dans la bibliographie. Ce cas a pour base le modèle de Tam Doo et Kerekes [83].

La plupart des caractéristiques des fibres des pâtes étudiées sont affectées par les variables vitesse différentielle entre les rotors et consistance de la pâte, suite au raffinage dans la pile PFI. L'influence de l'écart est cependant peu importante. L'indice d'égouttage des pâtes étudiées diminue lorsque la vitesse différentielle entre les rotors augmente ou la consistance de la pâte diminue. Les valeurs de l'indice d'égouttage des pâtes étudiées sont aussi influencées par la présence de fines et par le nombre d'impacts. Pour le cas des bûchettes, une vitesse élevée et une faible consistance s'accompagnent d'une faible quantité de bûchettes de la pâte raffinée après le 2^e stade. Les proportions des bûchettes diminuent rapidement à partir de l'application de plus de 100 impacts/fibre. Le pourcentage des bûchettes est inférieur à 0,5 % quand le nombre d'impacts est supérieur à 400 impacts/fibre. L'élévation de la vitesse entraîne la réduction de la fraction de fibres longues –facteur L– autant que l'élévation de la consistance est favorable au maintien de cette fraction. Les pourcentages du facteur L sont inférieurs à 80 % quand le nombre total d'impacts est supérieur à 400. La variable consistance a une influence significative sur toutes les valeurs des fractions Bauer McNett. L'influence de la consistance est proportionnelle pour la fraction R14 et inversement proportionnelle pour les autres fractions: R28, R48, R100 et R200. En ce qui concerne la vitesse différentielle, elle agit de façon inversement proportionnelle sur la valeur de la fraction R14 mais de façon proportionnelle sur les valeurs des autres fractions, sauf pour la fraction R28. L'effet de la consistance est proportionnel sur les variations de la longueur moyenne de la fibre (Lf-PE) de la pâte entière, mais celui de la vitesse est inversement proportionnel. Pour les valeurs de longueur de fibre de la pâte entière, les nombreux impacts produits à une vitesse différentielle élevée provoquent une

réduction de la longueur de fibre. Les coefficients de l'équation de régression des valeurs de fines FQA sont les mêmes que les coefficients de la longueur de fibre de la pâte entière, mais avec un signe contraire. Sous l'effet de la réduction de la longueur, se forment des éléments qui, ultérieurement, s'intègrent à la fraction de fines.

Il n'y a aucune influence significative des variables étudiées sur la variation des valeurs de la surface spécifique BET des fibres de la fraction R28 des pâtes étudiées. Les valeurs de la surface spécifique BET des mêmes fibres après le 2^e stade sont cependant plus élevées que celles de la pâte du 1^{er} stade. Les valeurs de la masse linéique de la fraction R28 sont influencées significativement et inversement proportionnelle aux variations de la vitesse différentielle. L'influence de la consistance est combinée à la vitesse différentielle. Cet effet sur la masse linéique est semblable à celui de la vitesse différentielle. Un modèle est présenté pour caractériser la variation de la masse linéique des fibres de la fraction R28 des pâtes étudiées. Les valeurs des paramètres de l'équation du modèle sont importantes en ce qui concerne l'intensité et le nombre d'impacts, l'énergie appliquée sur chaque fibre et les forces de cisaillement et de friction. Ces forces sont les plus importantes pour les diminutions de la masse linéique des fibres de la fraction R28 des pâtes étudiées. Dans le cas des valeurs de rétention de l'eau (VRE), il y a une influence significative, inversement proportionnelle, de la consistance de la pâte et, proportionnelle, de la vitesse différentielle. Les valeurs de l'indice de courbure de la pâte entière (I_c -PE) sont affectées par la consistance et par la vitesse différentielle. Les valeurs de I_c -PE sont cependant faibles: entre 0,03 à 0,05. Les fibres n'atteignent pas les valeurs d'indice de courbure des pâtes TMP ou RMP. Les images de la microscopie SEM et Ultimage montrent des zones de détachement, de fibrillation et fibres tortueuses sur la surface externe des fibres, fraction R28, des pâtes après le 2^e stade raffinage.

Des associations importantes ont été démontrées entre les caractéristiques des fibres et les propriétés des feuilles des pâtes étudiées, les pâtes SCMP de pin gris. Ces associations sont plus importantes pour les propriétés physiques que pour les propriétés optiques. Les variables de notre étude qui ont une influence remarquable sur les propriétés sont la consistance de la pâte et la vitesse différentielle au cours du 2^e stade de

raffinage. L'augmentation de la vitesse différentielle et la diminution de la consistance de la pâte entraînent de façon significative la réduction du volume spécifique et l'élévation du coefficient de diffusion de lumière de la feuille. Les valeurs de l'indice de déchirure sont affectées par les effets et interactions des mêmes variables qui affectent la longueur moyenne des fibres des pâtes étudiées. La résistance à la tension a été considérée comme la plus remarquable des propriétés des feuilles des pâtes étudiées. L'augmentation de la vitesse différentielle entre les rotors entraîne de façon significative l'élévation de la résistance à la tension des feuilles. La force de cisaillement, entraînée par la vitesse différentielle, provoque un effet important de fibrillation qui favorise la résistance à la tension. Les résultats de la présente étude indiquent que les propriétés physiques des pâtes étudiées sont plus élevées, apparemment, que celles des pâtes à haut rendement normalement utilisées pour la fabrication du papier journal. Les pâtes étudiées montrent aussi des valeurs de résistances à la déchirure et à la tension plus élevées que celles des pâtes TMP et CTMP de l'épinette, mais elles sont cependant semblables à celles d'une pâte SCMP d'épinette. Les valeurs des mêmes propriétés des pâtes étudiées sont également proches des valeurs d'une pâte kraft.

¹ Mots clés: raffinage, énergie de raffinage, efforts de cisaillement, pâtes mécaniques, *Pinus banksiana*, pâtes à haut rendement, procédé SCMP, pile raffineuse PFI, surface spécifique BET, microscopie SEM, Ultime, analyseur FQA, indice de courbure, indice de faux plis, propriétés physiques.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	i
RÉSUMÉ.....	ii
TABLE DES MATIÈRES.....	vi
LISTE DES TABLEAUX.....	xii
LISTE DES FIGURES.....	xiv
LISTE DES ABRÉVIATIONS.....	xix
LISTE DE SYMBOLES.....	xxii
CHAPITRE I : INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE II MISE EN PÂTE À HAUT RENDEMENT	5
2.1 Les pâtes à haut rendement.....	5
2.2 Classification des pâtes mécaniques.....	7
2.2.1 Pâtes purement mécaniques.....	7
2.2.2 Pâtes avec traitement chimique.....	9
2.2.2.1 Pâtes de faible sulfonation	9
2.2.2.2 Pâtes chimico-mécaniques (CMP)	9
2.2.2.2.1 Pâtes chimiquement modifiées.....	9
2.2.2.2.2 Pâtes à haute sulfonation	10
2.2.2.2.3 Autres procédés chimico-mécaniques.....	10
2.3 Pâte mécanique de meule (SGW)	11
2.4 Pâte mécanique de raffineur (RMP).....	13
2.5 Pâte chimico-mécanique de raffineur (CRMP).....	14
2.6 Pâte thermomécanique (TMP).....	14
2.7 Pâte chimiothermomécanique (CTMP).....	16
2.8 Le procédé OPCO.....	17
2.9 Pâte mécanique au peroxyde alcalin (APMP).....	18
2.10 Pâte chimico-mécaniques (CMP).....	18

2.11 Le procédé chimico-mécanique au sulfite (SCMP)	21
2.12 Pâte à très haut rendement au bisulfite (VHYS).....	22
2.13 Pâte chimico-mécanique non sulfuré (NSCMP).....	23
2.14 Pâte mécanique d'explosion (<i>Steam Exploded Mechanical Pulp</i> , SEMP).....	23
2.15 La production des pâtes au Canada : les pâtes mécaniques	24
CHAPITRE III THÉORIE DU RAFFINAGE.....	27
3.1 Définition des termes : battage et raffinage.....	27
3.2 Théories du battage et du raffinage	29
3.2.1 Premières théories sur le raffinage.....	29
3.2.2 Théories de raffinage des pâtes mécaniques.....	31
3.2.3 Théories de raffinage des pâtes chimiques.....	36
3.3 Types de raffineurs.....	40
3.4 Raffinage des copeaux.....	44
3.4.1 Raffinage à pression atmosphérique.....	45
3.4.2 Raffinage sous pression.....	46
3.4.3 Effet du prétraitement chimique.....	48
3.5 Raffinage des rejets.....	51
3.6 Raffinage des pâtes mécaniques.....	52
3.7 Raffinage des pâtes chimiques.....	55
3.8 Raffinage à consistance élevée.....	57
3.9 Raffinage à faible consistance	60
3.10 Raffineurs de laboratoire.....	62
3.10.1 La pile raffineuse PFI	64
CHAPITRE IV: LE PIN GRIS.....	71
4.1 Le pin gris : généralités.....	71
4.2 Le pin gris dans l'industrie des pâtes et papiers.....	73
4.2.1 Le bois de pin gris aux procédés chimiques.....	74
4.2.2 Le bois de pin gris dans les procédés mécaniques.....	74

4.2.2.1 Pâtes TMP de pin gris.....	76
4.2.2.2 Les pâtes CMP et CTMP de pin gris.....	77
CHAPITRE V ÉNONCÉ DU PROBLÈME ET OBJECTIFS.....	80
5.1 Énoncé du problème.....	80
5.2 Objectifs de la recherche.....	83
5.3 Justification des objectifs	83
5.3.1 Étude des variables du raffinage de la pile PFI.....	83
5.3.2 Utilisation de la pâte SCMP de pin gris: effet du raffinage PFI.....	85
5.3.3 Approche de modélisation des effets sur les fibres en fonction des variables de raffinage.....	87
CHAPITRE VI: MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE.....	88
6.1 Collecte des copeaux.....	88
6.2 Traitement chimique au sulfite dans un lessiveur.....	88
6.3 Premier stade de raffinage des copeaux : séparation des fibres.....	90
6.4 Deuxième stade de raffinage.....	92
6.4.1 Conditions d'utilisation de la pile raffineuse PFI.....	94
6.4.2 Plan expérimental avec la pile raffineuse PFI.....	94
6.4.2.1 Détermination des niveaux des variables.....	94
6.4.3 L'énergie spécifique de raffinage.....	98
6.4.4 Paramètres de l'action mécanique du raffinage et du facteur C	99
6.5 Évaluation des pâtes.....	101
6.5.1 Plan expérimental des évaluations.....	101
6.5.2 Détermination des bûchettes.....	102
6.5.3 Caractérisation des fibres.....	103
6.5.3.1 Classification de fibres.....	103
6.5.3.2 Valeur de rétention de l'eau.....	103
6.5.3.3 Analyse FQA.....	104
6.5.3.3.1 Longueur de fibre.....	104

6.5.3.3.2	Indice de courbure (<i>curl index</i>) de la fibre.....	105
6.5.3.3.3	Indice de faux plis (<i>kink index</i>)de la fibre.....	105
6.5.3.3.4	Masse linéique des fibres (grosseur de fibre).....	106
6.5.3.3.5	Fraction de fines	107
6.5.3.4	Évaluation de la surface spécifique des fibres.....	107
6.5.3.5	Microscopie des fibres.....	109
6.5.3.5.1	Microscopie à transmission.....	109
6.5.3.5.2	Microscopie SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>)	109
6.5.4	Caractérisation chimique des pâtes.....	110
6.5.5	Évaluation physique des feuilles.....	111
6.5.5.1	Élaboration de feuilles pour les essais physiques.....	111
6.5.5.2	Conditionnement des feuilles	111
6.5.5.3	Propriétés optiques des feuilles	111
6.5.5.4	Évaluation des propriétés physiques.....	111
6.6	Analyse statistique des données.....	112
CHAPITRE VII RÉSULTATS ET DISCUSSION : PÂTE DU 1 ^E STADE.....		114
7.	Caractérisation de la pâte du 1 ^{er} stade de raffinage.....	114
7.1	Caractérisation des fibres.....	114
7.2	Caractérisation chimique de la pâte.....	124
7.3	Conclusions de ce chapitre.....	128
CHAPITRE VIII: RÉSULTATS ET DISCUSSION. 2 ^E STADE DU RAFFINAGE PFI (ÉNERGIE DE RAFFINAGE ET CARACTÉRISATION DES PÂTES).....		130
8.1	Évaluation de l'énergie de raffinage.....	130
8.1.1	Courbes de la puissance du raffinage.....	130
8.1.2	Courbes de l'énergie du raffinage.....	133
8.2	Paramètres d'action du raffinage.....	137
8.3	Caractérisation des pâtes raffinées.....	141

8.3.1	Indice d'égouttage.....	142
8.3.1.1	Relation entre l'indice d'égouttage et les valeurs de N et I....	146
8.3.2	Bûchettes.....	149
8.3.3	Caractérisation des fibres.....	153
8.3.3.1	Classification Bauer McNett de fibres.....	153
8.3.3.1.1	Facteur L.....	153
8.3.3.2	Longueur de fibre.....	162
8.3.3.3	Fines.....	166
8.3.4	Surface spécifique des fibres (Analyse BET)	171
8.3.5	Masse linéique	174
8.3.6	Valeur de rétention d'eau	179
8.3.7	Courbure (<i>curl index</i>) et faux plis (<i>kink index</i>) des fibres	184
8.3.7.1	Indice de courbure	185
8.3.7.2	Indice de faux plis	188
8.3.8	Microscopie des fibres	189
8.3.8.1	Microscopie électronique à balayage (SEM)	189
8.3.8.1.1	Images des fibres raffinées à la Vd de 0 m/s	189
8.3.8.1.2	Images des fibres raffinées à la Vd de 5,7 m/s	192
8.3.8.1.3	Images des fibres raffinées à la Vd de 11 m/s	194
8.3.8.2	Microscopie à transmission: Analyse d'images (Ultimage)..	197
8.3.9	Caractérisation chimique des pâtes raffinées	200
8.3.9.1	Nombre Hypo	201
8.3.9.2	Matières solubles en hydroxyde de sodium.....	201
8.4	Conclusions de ce chapitre	202

CHAPITRE IX : RÉSULTATS ET DISCUSSION. PÂTE DU 2^E STADE

(ÉVALUATION DES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES FEUILLES	203
9.1 Coefficient de diffusion de la lumière	205
9.2 Volume spécifique	208
9.3 Caractéristiques physiques: Résistance à la déchirure	211

9.4 Résistance à la tension	214
9.5 Conclusions de ce chapitre	223
 CHAPITRE X: CONCLUSIONS	 225
 BIBLIOGRAPHIE	 231
 ANNEXES	
A Paramètres de la géométrie de raffinage dans la pile PFI.....	245
B Représentation graphique du calcul de l'indice de courbure.....	249
C Information de la consommation d'énergie dans la pile raffineuse PFI.....	250
D Valeurs de l'énergie et l'efficacité du moteur de la pile raffineuse PFI.....	253
E Données utilisées pour le calcul du facteur C dans la pile raffineuse PFI...	256
F Résultats des caractéristiques des fibres des pâtes raffinées.....	259
G Sélection des variables lors de l'évaluation statistique.....	262
H Surface de réponse de deux fractions Bauer McNett.....	263
I Résultats de la mesure de la surface spécifique des fibres (méthode BET)	264
J Résultats de l'évaluation du gondolage et du vrillage des fibres.....	265
K Résultats des analyses chimiques des pâtes étudiées.....	267
L Résultats des essais physiques des feuilles des pâtes étudiées.....	268
M Article publié dans APPITA.....	270
N Article présenté au IX Congrès latino-américain de cellulose et papiers ...	277

LISTE DES TABLEAUX

2.1	Propriétés de deux types de pâtes mécaniques de <i>Picea</i> sp.....	12
2.2	Propriétés des pâtes CTMP du bois de <i>Picea</i> sp.....	17
2.3	Conditions du prétraitement chimique des procédés CMP.....	19
2.4	Caractéristiques des pâtes TMP, CTMP et CMP d'épinette.....	20
2.5	Propriétés des pâtes pour la fabrication du papier journal.....	22
3.1	Caractéristiques du procédé TMP à 3 niveaux d'énergie par impact. Énergie spécifique de raffinage: 1 ^{er} stade 4 GJ/t, et 2 ^e stade 10 GJ/t...	48
3.2	Caractéristiques de quelques raffineurs de laboratoire.....	63
4.1	Propriétés mécaniques du bois de trois espèces.....	72
4.2	Composition chimique du bois de trois espèces.....	72
4.3	Dimensions de fibres du bois de trois espèces.....	73
4.4	Caractéristiques relatives aux pâtes à haut rendement de pin gris et d'épinette noire.....	79
6.1	Conditions du prétraitement dans le lessiveur du procédé SCMP.....	89
6.2	Paramètres de fonctionnement dans le raffineur Sunds Defibrator CD-300	91
6.3	Plan expérimental factoriel complet de trois variables à trois niveaux (3 ³).....	95
6.4	Valeurs de trois niveaux de vitesse dans la pile raffineuse PFI.....	96
6.5	Plan expérimental carré latin de trois variables à trois niveaux (3 ³)...	102
7.1	Caractérisation de la pâte du 1 ^{er} stade de raffinage.....	115
7.2	Caractérisation chimique de la pâte du 1 ^{er} stade de raffinage.....	125
8.1	Valeurs du facteur C , du nombre d'impacts (N), de l'intensité du raffinage (I) et l'énergie par fibre (E_f) des pâtes étudiées.....	139

8.2	Coefficients de régression entre la vitesse différentielle et la consistance de la pâte sur les valeurs de N et I.....	141
8.3	Valeurs moyennes de e (énergie spécifique par impact) des pâtes étudiées.....	156
8.4	Coefficients de régression reliant les valeurs des fractions Bauer McNett et les valeurs codées des variables étudiées.....	159
8.5	Matrice des coefficients de corrélation (r) entre les valeurs des fractions Bauer McNett et celles de l'indice d'égouttage.....	161
8.6	Coefficients de corrélation simple entre la quantité de fines et certaines caractéristiques des fibres des pâtes étudiées.....	170
8.7	Coefficients de régression entre six (6) variables liées à l'énergie de raffinage des pâtes étudiées.....	176
8.8	Coefficients de régression (r) de six (6) variables liées à l'énergie de raffinage et les valeurs de la masse linéique, fraction Bauer McNett R28 des pâtes étudiées.....	177
8.9	Coefficients de régression (r) de six (6) variables liées à l'énergie de raffinage et les valeurs de rétention d'eau de la pâte entière (VRE-PE) des pâtes étudiées.....	183
9.1	Coefficients de régression (r) entre les caractéristiques des fibres et les propriétés des feuilles des pâtes étudiées.....	205

LISTE DES FIGURES

2.1	Classification des pâtes mécaniques.....	8
3.1	Effets de fibrillation et de coupure des fibres selon les valeurs N et I.	39
3.2	Schéma de conversion des copeaux au procédé mécanique.....	44
3.3	Mécanisme du développement des fibres pendant le raffinage.....	53
3.4	Schéma de la pile raffineuse PFI de laboratoire : coupe verticale.....	65
3.5	Éléments de la pile raffineuse PFI de laboratoire.....	66
6.1	Variation de la température en fonction du temps pendant le prétraitement chimique au sulfite du bois de pin gris.....	90
6.2	Schéma du 2 ^e stade de raffinage et caractérisation de la pâte.....	93
6.3	Représentation graphique de la vitesse différentielle entre les deux rotors de la pile PFI. V_i : vitesse du rotor interne; V_o : vitesse du rotor externe. BB' : limites de la zone de raffinage.....	98
7.1	Résultats de la classification Bauer McNett.....	116
7.2	Variation du facteur L en fonction du nombre d'impacts (N) et l'intensité du raffinage (I), pour 5 types de pâtes d'épinette noire et celle de cette étude, obtenues à la fin du 1 ^{er} stade avec un raffineur Sunds Defibrator CD300.....	117
7.3	Représentation graphique de la longueur de fibre du pin gris, pondérée par la longueur, dans les fractions R14, R28 et R48, dans la pâte entière obtenue à la fin du 1 ^{er} stade de raffinage.....	119
7.4	Histogramme des fibres des fractions R28 et R48 et de la pâte entière obtenue à la fin du 1 ^{er} stade de raffinage.....	119
7.5	Valeurs de VRE de trois fractions Bauer McNett et de la pâte entière obtenues à la fin du 1 ^{er} stade de raffinage.....	121
7.6	Images SEM des fibres de la fraction R28 de la pâte SCMP de pin gris obtenue à la fin du 1 ^{er} stade de raffinage.....	122
7.7	Images SEM des fibres de la fraction R28 de la pâte SCMP de pin gris obtenues à la fin du 1 ^{er} stade de raffinage.....	123

7.8	Variation de trois composants chimiques dans le bois et dans la pâte du 1 ^{er} stade de raffinage, de pin gris (base=100 % du bois).....	128
8.1	Courbes des variations des valeurs moyennes de la puissance au cours du raffinage PFI.....	131
8.2	Courbes d'efficacité de la puissance, valeurs moyennes en consistance, du moteur du rotor interne de la pile PFI.....	133
8.3	Surface de réponse de l'énergie nette de raffinage (Wh) en fonction de la vitesse différentielle et la consistance, des pâtes étudiées.....	136
8.4	Surface de réponse de l'énergie spécifique de raffinage (GJ/t) en fonction de la vitesse différentielle et la consistance, des pâtes étudiées.....	136
8.5	Représentation des valeurs du nombre d'impacts –N– et de l'intensité du raffinage –I– obtenues pour les pâtes raffinées dans la pile PFI. <u>Cas 1</u> : limites inférieures de I et limites supérieures de N. <u>Cas 2</u> : limites supérieures de I et limites inférieures de N.....	140
8.6	Surface de réponse de l'indice d'égouttage en fonction des trois variables en étude: (A) en fonction de la vitesse et de la consistance; (B) en fonction de la vitesse et de l'écart.....	144
8.7	Distribution des valeurs de l'indice d'égouttage en fonction de la force de cisaillement pour les pâtes étudiées.....	145
8.8	Variation de l'indice d'égouttage en fonction : (A) du nombre d'impacts; (B) de l'intensité par impact.....	147
8.9	Surface de réponse des bûchettes en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.....	150
8.10	Distribution de valeurs des bûchettes en fonction des valeurs du nombre d'impacts (N).....	151
8.11	Distribution de valeurs des bûchettes en fonction des valeurs de l'énergie par fibre (Ef).....	152
8.12	Surface de réponse du facteur L en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.....	155
8.13	Variation des valeurs du facteur L en fonction du nombre d'impacts.	155

8.14	Valeurs moyennes du facteur L et du nombre d'impacts pour les pâtes étudiées en comparaison avec une pâte TMP.....	157
8.15	Surface réponse des valeurs de 2 fractions Bauer McNett en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance: (A) de la fraction R14; (B) de la fraction R28.....	160
8.16	Distribution des valeurs des fractions R28, R48 et des valeurs de l'ensemble R100+R200 en fonction des valeurs de la fraction R14...	162
8.17	Surface de réponse des valeurs de la longueur de fibre pondérée en longueur: (A) de la pâte entière; (B) de la fraction R28.....	164
8.18	Variation de la longueur de fibre de la pâte entière, pondérée en longueur, en fonction de l'énergie de raffinage (J/fibre).....	166
8.19	Surface de réponse des valeurs de fines FQA en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.....	168
8.20	Variation des valeurs des fines FQA en fonction de l'énergie de raffinage.....	168
8.21	Variation des valeurs des fines FQA et fines de la fraction Bauer McNett P200 en fonction de l'indice d'égouttage.....	169
8.22	Variations des valeurs moyennes de la surface spécifique (BET) en fonction des variables étudiées dans la pile raffineuse PFI: (A) la vitesse différentielle; (B) la consistance ; (C) l'écart entre les rotors..	172
8.23	Surface de réponse de ML-R28 en fonction de la consistance de la pâte et de la vitesse différentielle dans la pile raffineuse PFI.....	174
8.24	Représentation des valeurs de la masse linéique, fraction R28, en fonction des valeurs du coefficient de friction.....	178
8.25	Surface de réponse des valeurs de rétention d'eau, de la pâte entière, en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.....	179
8.26	Surface de réponse des valeurs de rétention d'eau, fraction R14, en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.....	182
8.27	Surface de réponse des valeurs de l'indice de courbure. pour la pâte entière, en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.....	185

8.28	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 0 m/s, consistance 10%.....	190
8.29	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 0 m/s, consistance 20%.....	191
8.30	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 0 m/s, consistance 30%.....	191
8.31	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 5,7 m/s, consistance 10%.....	192
8.32	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 5,7 m/s, consistance 20 %.....	193
8.33	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 5,7 m/s, consistance 30 %.....	194
8.34	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 11 m/s, consistance 10 %.....	196
8.35	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 11 m/s, consistance 20 %.....	196
8.36	Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2 ^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 11 m/s, consistance 30 %.....	197
8.37	Image Ultimage des fibres, fraction R28, de la pâte du 1 ^{er} stade.....	198
8.38	Image Ultimage des fibres, fraction R28, de la pâte raffinée à la vitesse différentielle de 0 m/s.	198
8.39	Image Ultimage des fibres, fraction R28, de la pâte raffinée à la vitesse différentielle de 5,7 m/s.	199

8.40	Image Ultime des fibres, fraction R28, de la pâte raffinée à la vitesse différentielle de 11 m/s.	199
9.1	Variation des valeurs du coefficient de diffusion de la lumière en fonction du pourcentage des bûchettes des pâtes étudiées.....	206
9.2	Variations du volume spécifique en fonction des bûchettes des pâtes étudiées.	209
9.3	Variations de la densité en fonction de la fraction de fines des pâtes étudiées.	210
9.4	Variations de l'indice de déchirure en fonction de la longueur de fibre, pondérée en longueur, des pâte étudiées.	212
9.5	Surface de réponse des valeurs de l'indice de tension en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance des pâtes étudiées.....	214
9.6	Variations des valeurs de l'indice de tension avec les valeurs du facteur L des pâtes étudiées.....	216
9.7	Représentation de l'association linéaire entre les valeurs de l'indice de tension et celles de: (A) le coefficient de diffusion de la lumière; (B) l'indice de déchirure; (C) l'indice d'éclatement.....	220
9.8	Représentation de l'association linéaire entre les valeurs de l'indice de tension et celles de: (A) l'allongement; (B) l'absorption de l'énergie par tension; (C) le module de Young.....	221
9.9	Comparaison des valeurs de la densité des feuilles des pâtes SCMP de cette étude par rapport à celles des pâtes à haut rendement de l'épinette.	222
9.10	Comparaison des valeurs de l'indice de déchirure (ID) des feuilles des pâtes SCMP de cette étude par rapport à celles des pâtes à haut rendement de l'épinette.....	222
9.11	Comparaison des valeurs de l'indice de tension (IT) des feuilles des pâtes SCMP de cette étude par rapport à celles des pâtes à haut rendement de l'épinette.....	223

LISTE DES ABRÉVIATIONS

A%	Allongement par tension
ACPP	Association canadienne des pâtes et papiers
ANOVA	Analyse de variance
ATPPC	Section technique de l'Association canadienne des pâtes et papiers
B	Blancheur
BCTMP	Pâte chimicothermomécanique blanchie
BET	Méthode de <i>Brunauer, Emmett et Teller</i>
bP	Fraction de bûchettes
bps	Base poids sec
C	Consistance de la pâte
CÉGEP	Collège d'enseignement général et professionnel
cf	Coefficient de friction
CMP	Pâte chimico-mécanique
Co.	Company
Conf.	Conférence
CPPA	Canadian Pulp and Paper Association
CRPP	Centre de recherche de pâtes et papiers de l'Université du Québec à Trois-Rivières
CSF	Méthode de mesure de l'égouttage (Canadian Standard Freeness)
CTMP	Pâte chimicothermomécanique
CV	Cheval-vapeur
D	Densité
DBO	Demande biochimique d'oxygène
DCM	Dichloro-méthane
DL	Degré de liberté
E	Écart entre les rotors
éd.	Édition

Ef	Énergie spécifique appliquée sur la fibre
Éq.	Équation
Es	Énergie spécifique
f	Fraction de fines
Fc	Force de cisaillement
fL	Facteur L
FQA	Fiber quality analyzer
I	Intensité par chaque impact de raffinage
Ic	Indice de courbure
ID	Indice à la déchirure
Iec	Indice d'éclatement
Ieg	Indice d'égouttage
Ik	Indice de faux plis
Int.	International
IT	Indice de tension
J.	Journal
Lf	Longueur de fibre
LM	Lamelle mitoyenne
LWC	Papier couché à faible grammage (Light Weighted Coated)
min.	Minute
ML	Masse linéique
MY	Module de Young
N	Nombre d'impacts
Op	Opacité de la feuille
OPCO	Pâte du procédé OPCO (<i>Ontario Paper Co.</i>)
P	Puissance nette au raffineur
p.	Page
P200	Fraction de fibres qui traversent le tamis de 200 mailles
PE	Pâte entière
PFI	Dénomination d'une pile raffineuse de laboratoire

po.	Pouces
pp.	Pages
Proc.	Proceedings
Pub.	Publication
r	Coefficient de corrélation
R100	Fraction de fibres retenue par le tamis de 100 mailles
R14	Fraction de fibres retenue par le tamis de 14 mailles
R ²	Coefficient de détermination
R200	Fraction de fibres retenue par le tamis de 200 mailles
R28	Fraction de fibres retenue par le tamis de 28 mailles
R ² aj.	Coefficient R ² ajusté
R48	Fraction de fibres retenue par le tamis de 48 mailles
RMP	Pâte mécanique de raffineur
rpm	Révolutions par minute
s	Coefficient de diffusion de lumière
Sci.	Science
SCMP	Procédé chimico-mécanique au sulfite
sec.	Section
SEM	Microscopie électronique à balayage (Scanner Electronic Microscopy)
SGW	Pâte mécanique de meule
TAPPI	Technical Association of Pulp and Paper Industry
TEA	Absorption d'énergie par tension
TMP	Pâte thermomécanique
V	Vitesse différentielle
v.	Version
Vd	Vitesse différentielle entre les éléments d'un raffineur
vol.	Volume
VRE	Valeur de rétention d'eau
Vs	Volume spécifique

LISTE DE SYMBOLES

C	Facteur que exprime la déformation cyclique d'une fibre
μ	Viscosité
ClO ₂	Dioxyde de chlore
cp	Centipoise
<i>e</i>	Énergie spécifique par impact
GJ	Gigajoule
H%	Pourcentage d'humidité
kPa	Kilopascals
kW	Kilowatts
L	Facteur de longueur de fibre
m/s	Mètre par seconde
mL	Millilitre
Na ₂ SO ₃	Sulfite de sodium
NaOH	Hydroxyde de sodium
p	Niveau de probabilité
Pa	Pascal
r %	Rendement de cuisson
S ₁ , S ₂	Couches secondaires de la paroi cellulaire
t	Tonne
Wh	Watts heure

CHAPITRE I: INTRODUCTION

Une des caractéristiques actuelle de l'industrie de pâtes et papiers au Canada est l'augmentation de la production et de l'utilisation des pâtes mécaniques. Ces pâtes sont employées pour la fabrication de différents types de papier dont le papier journal est le plus important [1]. L'installation de nouvelles usines de pâtes mécaniques a été favorisée par des avantages techniques et économiques. Ces nouvelles usines utilisent les procédés de raffinage TMP et CTMP et l'utilisation des pâtes produites permet de réduire et dans certains cas d'éliminer l'utilisation des pâtes chimiques [2]. Cependant, un désavantage important des pâtes raffinées est la haute demande d'énergie nécessaire à leur fabrication.

L'industrie de pâtes et papiers est encore très dépendante des ressources forestières. Ces ressources représentent près de 78 % du total de fibres papetières utilisées au Canada [1]. L'autre partie correspond aux fibres provenant des fibres recyclables. Dans l'industrie des pâtes, près des deux tiers (66%) du bois consommé, sous forme de fibres vierges, est relié aux résidus de scieries. Le groupe des espèces forestières le plus utilisé est celui des conifères, qui représentent les trois quarts du volume de la récolte [1]. Les espèces de bois les plus utilisées pour l'industrie papetière sont le sapin baumier (*Abies balsamea*), l'épinette noire (*Picea mariana*), et le pin (*Pinus* sp.) [3]. Ce sont les deux premières espèces qui sont les préférées de l'industrie à cause de la qualité de la pâte et de leur abondance relative. L'épinette représente un tiers du volume de la récolte totale de toutes les essences au Canada [3]. Cependant, une exploitation intense pourrait conduire à l'épuisement du volume marchand de l'épinette et le sapin en faisant varier la courbe de leurs populations vers une jeune forêt [1]. Les plans d'exploitation forestière de l'industrie papetière devraient donc tenir en compte l'utilisation rationnelle de la forêt. On devrait aussi augmenter l'utilisation du bois d'autres espèces de conifères, tel le pin gris (*Pinus banksiana*).

Au Canada, les essences les plus utilisées dans les procédés de fabrication de pâtes mécaniques, sont toujours l'épinette noire et le sapin baumier, en raison du fait qu'elles sont facilement utilisables aux raffineurs. Par contre, d'autres espèces, dont le pin gris, présentent des difficultés de raffinage. Dans l'industrie des pâtes, sauf en ce qui concerne le procédé kraft, le bois de pin gris n'est pas très apprécié. On n'utilise pas ce bois seul mais en faible pourcentage dans un mélange, à cause, entre autres, de ses matières extractibles qui créent des problèmes de dépôts de résines. De plus, dans les cas des procédés de raffinage, la paroi cellulaire épaisse de ses fibres et, par conséquent, la valeur élevée de sa masse linéique entraînent une augmentation de l'énergie de raffinage nécessaire, plus élevée que celle requise par l'épinette. Dans le cas des pâtes TMP, à un même indice d'égouttage, le pin gris nécessite une énergie plus élevée (par rapport à l'épinette noire) [4].

La mise en pâte mécanique de raffineur s'effectue normalement en deux stades. Au cours du 1^{er} stade, les fibres sont séparées principalement sous forme de fibres longues et de bûchettes. En ce qui concerne à la consommation de l'énergie au 1^{er} stade, une réduction s'obtient par l'application contrôlée d'une haute température et d'une pression élevée. De plus, on peut effectuer un prétraitement chimique qui ramollit la lignine et donc en facilite ainsi la séparation des fibres. La sulfonation des copeaux permet d'obtenir une pâte de bonne résistance physique et un rendement de mise en pâte élevé. Le rendement des pâtes chimico-mécaniques au sulfite atteint de 88 à 95 % [5].

Pendant le 2^e stade, les fibres sont raffinées et amenées à un indice d'égouttage donné selon le type de papier. Au cours de ce dernier stade, la consommation de l'énergie de raffinage est importante. Elle dépendra des caractéristiques des fibres, des caractéristiques du raffineur et de ses paramètres de contrôle. L'évaluation de ces paramètres lors du raffinage a été le sujet de diverses études menées en vue de déterminer le comportement idéal des efforts qui agissent sur les fibres. Comme paramètres de contrôle importants du raffineur, on mentionne la vitesse de rotation des disques et l'écart entre eux, la consistance de la pâte et l'énergie spécifique.

L'application de ces paramètres se traduit en efforts sur les fibres, dont un des plus importants est l'effort de cisaillement. Certains modèles d'équations ont été utilisés pour caractériser le comportement des pâtes face aux efforts de raffinage. Ces équations contribuent au fonctionnement et au contrôle du raffineur et permettent d'optimiser les efforts sur les fibres et à la consommation de l'énergie de raffinage.

En se basant sur ce qui précède, une étude sur le comportement d'une pâte mécanique de pin gris, au cours du 2^e stade de raffinage et l'évaluation des modifications de ses fibres devient intéressante. Cette étude a permis l'évaluation des paramètres de contrôle du 2^e stade de raffinage conduisant à la modification des dimensions des fibres de pin gris. Dans la présente étude, les fibres de pin gris ont été obtenues par un procédé chimico-mécanique au sulfite (CMP au sulfite). Ce procédé ne possède pas tous les avantages des autres techniques commerciales de mise en pâte mécaniques (TMP ou CTMP). Cependant, le procédé CMP au sulfite permet l'obtention d'une pâte à haut rendement par sulfonation et avec un ramollissement de la lamelle mitoyenne ce qui facilite la séparation des fibres au 1^{er} stade de raffinage, en utilisant un raffineur à disques. Au 2^e stade de raffinage, la pile raffineuse PFI a été utilisée en raison du contrôle de ses paramètres d'opération. Dans ce travail, on a étudié les effets de l'effort de cisaillement, en modifiant la vitesse du rotor interne, l'écart entre les rotors de la pile raffineuse PFI et la consistance de la pâte CMP au sulfite de pin gris.

Les résultats obtenus de cette étude contribuent de façon significative à l'information existante, particulièrement des effets des paramètres du 2^e stade de raffinage sur les propriétés des pâtes. On ajoute aussi de l'information qui vise la réduction des effets négatifs de la paroi cellulaire épaisse des fibres de pin gris. Les résultats de ce travail permettent également de mieux comprendre le comportement de l'essence étudiée face aux paramètres de raffinage et donc de rendre possible une meilleure utilisation de cette matière première dans l'industrie papetière. Finalement, on évalue le comportement de la pile raffineuse PFI de laboratoire au cours de son utilisation pour caractériser les pâtes mécaniques à rendement élevé obtenues par raffinage.

Le chapitre 2 présentera l'information bibliographique concernant les différents procédés de mise en pâte à haut rendement, dont le procédé SCMP dans cette étude.

CHAPITRE II

MISE EN PÂTE À HAUT RENDEMENT

2.1 Les pâtes à haut rendement

La pâte mécanique de meule a été mise au point, vers 1843, par *Keller* [6]. Il a produit de la pâte mécanique au moyen d'un défibreur manuel et obtenu des fibres par broyage du bois. Cependant, la production industrielle de la pâte mécanique de défibreur a commencé à partir de 1856 [6]. La pâte de meule a été rapidement acceptée pour la fabrication du papier d'impression. Maintenant, le nom de pâte mécanique est un terme générique appliqué à un groupe de pâtes, nommées pâtes à haut rendement, soit un rendement supérieur à 85 %. La mise en pâte à haut rendement conserve, dans la mesure du possible, la teneur des différents composants chimiques du bois; dont la lignine à des niveaux élevés. Les caractéristiques communes des pâtes mécaniques sont leur haute teneur en lignine et une distribution en fibres de diverses longueurs et formes. Ces caractéristiques de la pâte lui donnent certaines propriétés particulières: fibres courtes et rigides [7].

En 1950, l'apparition des raffineurs à disques il rendait possible la fabrication des pâtes mécaniques avec des copeaux provenant de résidus de scierie. Les pâtes obtenues avaient des caractéristiques supérieures à celles des pâtes de meule, sauf l'opacité [8]. Il y a eu également l'introduction de nouvelles conditions en ce qui concerne l'application des procédés de mise en pâte mécanique: (i) prétraitement d'étuvage et/ou prétraitements chimiques des copeaux; (ii) traitements interstades ou traitement de copeaux partiellement raffinés; (iii) variation des paramètres : température, période d'application et niveaux de charge des réactifs chimiques. Les réactifs chimiques préférés, pour les procédés qui utilisent le bois des conifères, sont le sulfite et le bisulfite de sodium [9].

L'utilisation du sulfite permet de produire une gamme de pâtes ayant des caractéristiques intermédiaires entre celles d'une pâte mécanique et celles d'une pâte chimique. Les usages des pâtes à haut rendement au sulfite, sont nombreux. Elles peuvent être utilisées maintenant comme composante principale du papier journal [10]. Au cours des années 70, les usines de mise en pâte au sulfite traditionnelles ont fait des changements dont les plus importants sont l'amélioration de la technique de mise en pâte et la réduction de la pollution [10]. Comme résultats, le rendement en pâte a été augmenté de façon telle que le niveau de la demande biologique d'oxygène (DBO) de la liqueur résiduelle soit égal ou inférieur à celui exigée par les règlements gouvernementaux de cette époque [11].

Au début de leur production, l'acceptation des pâtes à haut rendement dans le marché papetier a été partielle car elles concurrençaient de différentes manières les pâtes chimiques. Cependant, durant ces dernières années, le marché papetier a été dominé par les pâtes mécaniques qui ont augmenté leur résistance de façon suffisante pour la formation du papier [12]. On prévoit qu'à l'avenir, il y aura une augmentation de la quantité de pâte à haut rendement utilisée pour la fabrication de divers produits papetiers en remplacement des pâtes chimiques [10]. Les facteurs qui ont motivé le changement de consommation vers les pâtes à haut rendement sont: (i) l'augmentation des coûts des matières fibreuses; (ii) une conscience environnementale plus présente en ce qui concerne les politiques de planification des nouvelles usines de pâtes; (iii) la technologie des pâtes à haut rendement est arrivée à un niveau suffisant pour rassurer le marché [10].

Durant le procédé de production des pâtes à haut rendement, la consommation d'énergie est très forte par rapport à celle des procédés chimiques. Une partie de l'énergie de raffinage se transforme en chaleur qui est récupérée comme vapeur utilisable dans le système du procédé ou ailleurs en usine. De nouveaux développements en efficacité énergétique et en récupération de la chaleur sont toutefois essentiels pour l'économie des procédés de mise en pâte à haut rendement [10]. La recherche actuelle vise à réduire la consommation d'énergie dans les procédés de fabrication et à améliorer la qualité et

l'uniformité de la production des pâtes mécaniques afin de les rendre plus aptes à l'utilisation dans différents types de papiers [13].

2.2 Classification des pâtes mécaniques

La classification des procédés destinés à produire des pâtes mécaniques fait référence à une grande variété de descriptions et de noms enregistrés. En ce sens, une liste alphabétique a été établie pour identifier les différents procédés, surtout ceux de raffinage. Cette liste des pâtes dites d'alphabet comprend toute la famille des pâtes mécaniques y compris les procédés de meule et de raffinage, avec ou sans prétraitement. Les comités de pâtes mécaniques appartenant à la TAPPI et à l'ATPPC ont approuvé une classification des pâtes mécaniques [14]. Une classification des pâtes mécaniques est montrée à la figure 2.1 [15]. Cette liste de procédés a été prise comme base pour la classification suivante.

2.2.1 Pâtes purement mécaniques

On utilise seulement l'énergie mécanique et dans certains cas, le prétraitement à la vapeur, pour la séparation des fibres. Les pâtes obtenues ont un rendement entre 93 et 96 % et un indice d'égouttage de 50 à 200 mL CSF. Ces pâtes s'utilisent surtout pour fabriquer principalement, le papier journal. Ce groupe comprend les types de pâtes suivantes :

Pâte SGW (*Stone Groundwood*) ou pâte mécanique de meule : on utilise une meule pour le défibrage des billes de bois. Une variation est la pâte TGW (*Thermo Groundwood*) ou pâte thermo de meule. Elle est analogue au procédé SGW mais la température dans la zone de défibrage est près de 100°C.

Pâte PGW (*Pressurised Groundwood*) ou pâte de meule pressurisée : les billes de bois sont défibrées dans un milieu pressurisé.

Pâte RMP (*Refiner Mechanical Pulp*) ou pâte mécanique de raffineur: les copeaux, sans prétraitement, sont raffinés à pression atmosphérique.

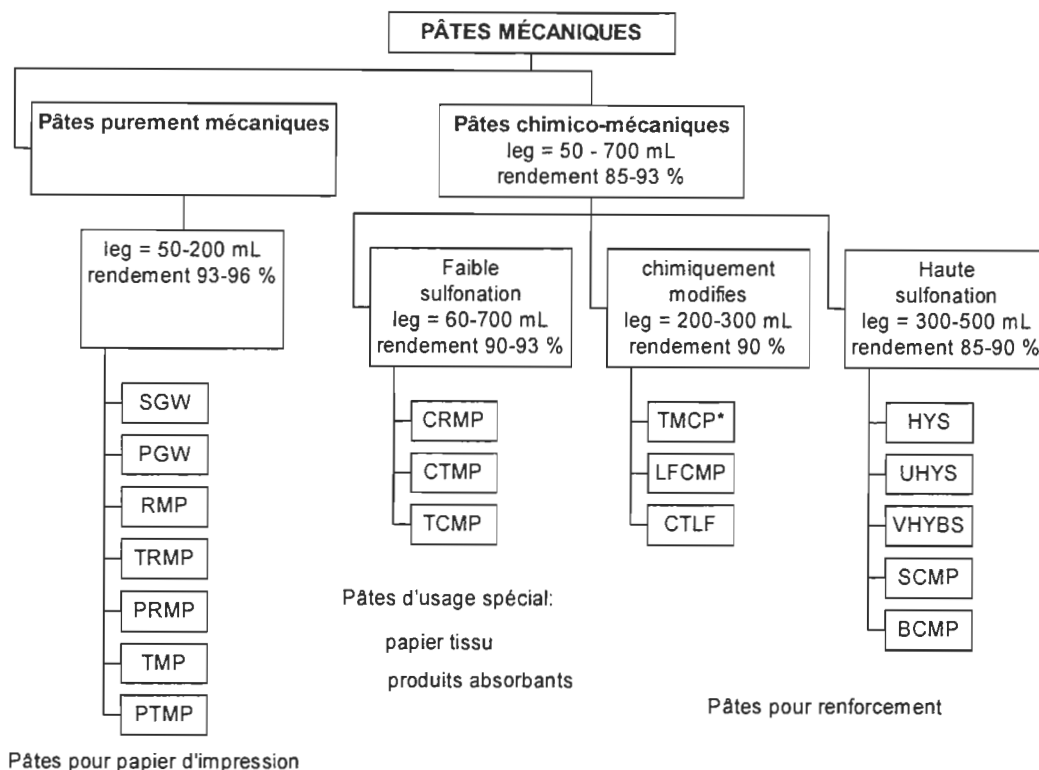


FIGURE 2.1 : Classification des pâtes mécaniques [15]. * Procédé OPCO.

- Pâte TRMP (*Thermorefiner Mechanical Pulp*) ou pâte thermomécanique de raffineur: les copeaux sont étuvés au-dessus de 100°C et le raffinage s'effectue à la pression atmosphérique.
- Pâte PRMP (*Pressure RMP*) : les copeaux ne sont pas prétraités mais les deux stades de raffinage s'effectuent à haute pression.
- Pâte TMP (*Thermomechanical Pulp*) ou pâte thermomécanique : les copeaux sont étuvés puis soumis à un raffinage primaire pressurisé à une température située entre 100°C et celle de la transition vitreuse de la lignine (140°C), et suivi d'un 2^e raffinage atmosphérique.

- Pâte PTMP (*Tandem TMP*) : procédé analogue au procédé TMP. Les deux stades de raffinage se font à haute pression [15].

2.2.2 Pâtes avec prétraitement chimique

Afin de ramollir la structure du bois, on utilise un prétraitement chimique, principalement la sulfonation, avant le défibrage ou le raffinage. La sulfonation permet la production des pâtes ayant des résistances physiques supérieures à celles des pâtes purement mécaniques. La sulfonation ramollit la lignine du bois, sans la solubiliser dans la liqueur de cuisson. Le rendement des pâtes mécaniques avec traitement chimique est généralement supérieur à 90 % [16].

2.2.2.1 Pâtes de faible sulfonation

- Pâte CRMP (*Chemirefinermechanical Pulp*) ou pâte chimico-mécanique de raffineur : les copeaux sont prétraités avec des réactifs chimiques à basse température (< 100°C) puis on effectue un ou deux stades de raffinage atmosphérique.
- Pâte CTMP (*Chemithermomechanical Pulp*) ou pâte chimico-thermomécanique : des réactifs chimiques sont ajoutés avant ou durant l'étuvage des copeaux. Le 1^e stade de raffinage est conduit au-dessus de 100°C, suivi d'un 2^e stade de raffinage atmosphérique.
- Pâte TCMP (*Thermochemimechanical Pulp*) : procédé analogue à CTMP. Les deux stades de raffinage s'effectuent à pression atmosphérique ou à une pression supérieure [15].

2.2.2.2 Pâtes chimico-mécaniques (CMP)

2.2.2.2.1 Pâtes chimiquement modifiées

- Pâte TMCP (*Thermomechanicalchemi Pulp*) ou pâte thermomécanique chimique : les copeaux sont premièrement raffinés sous pression. On effectue ensuite un traitement

chimique des fibres avant le 2^e raffinage. Ce procédé correspond à la méthode OPCO brevetée par *Ontario Paper Co.*

- Pâte LFCMP (*Long Fiber Chemimechanical Pulp*) ou pâte chimico-mécanique de fibres longues : il y a un traitement chimique des fibres longues rejetées ou des fibres acceptées. Ce procédé est analogue au précédent.
- Pâte CTLF (*Chemically Treated Long Fiber*) : procédé analogue au précédent [15].

2.2.2.2.2 Pâtes à haute sulfonation

- Pâte HYS (*High-yield Sulfite*) ou pâte à haut rendement au sulfite: les copeaux sont cuits dans un lessiveur pour une période courte en utilisant une liqueur au sulfite acide. Ensuite on effectue un raffinage à pression atmosphérique. Le rendement des pâtes HYS, de 70 à 75 %, est plus élevé que celui des pâtes au sulfite traditionnelles.
- Pâte UHYS (*Ultra-high-yield Sulfite*) : c'est le procédé HYS conventionnel, mais avec un rendement supérieur à 80 %.
- Pâte VHYBS (*Very-high-yield Bisulfite*) ou pâte à très haut rendement au bisulfite : les copeaux sont traités avec une liqueur bisulfitique. Le rendement est supérieur à 85 %.
- Pâte SCMP (*Sulfonated Chemimechanical Pulp*) ou pâte chimico-mécanique au sulfite : les copeaux sont traités avec une charge suffisante de sulfite de sodium afin de maintenir un rendement d'environ 90 %. Le procédé a été breveté par CIP Inc.
- Pâte BCMP (*Bisulfite Chemimechanical Pulp*) : procédé analogue à VHYBS [15].

2.2.2.2.3 Autres procédés chimico-mécaniques

- Pâte C-PGW (*Chemipressurized Groundwood*) : avant le défibrage, les billes de bois sont traitées chimiquement avant le défibrage [17].
- Pâte NSCMP (*Non-sulfur Chemimechanical Pulp*) ou pâte chimico-mécanique non-sulfurée : on utilise des réactifs non sulfurés pendant le prétraitement des copeaux [13].

- Pâte SEMP (*Steam-exploded Mechanical Pulp*) ou pâte mécanique d'explosion : on applique un prétraitement chimique, suivi d'un traitement à haute pression et d'un soufflage avec une force explosive [10].

2.3 Pâte mécanique de meule (SGW)

Durant le procédé SGW, la pâte est obtenue en broyant les billots de bois contre une meule rotative avec une surface de grains abrasifs laquelle est rincée de façon continue par des douches à l'eau blanche. Les fibres de la surface du bois sont cycliquement soumises aux efforts de la meule, action qui se développe à travers une couche mince d'eau lubrifiante à l'interface bois-meule. Chaque fibre est soumise aux efforts de cisaillement et de compression au moment du contact avec les grains soulevés au dessus de l'interface (grains actifs). L'énergie qui est transmise de la meule au bois produit des déformations proportionnelles à la fréquence et à l'intensité de la friction interne. Ces dernières entraînent la fatigue des fibres et élèvent la température en amollissant le bois [18].

Durant la défibration, les fibres sont séparées en un mélange de fibres longues, fines (composants désirables), de particules, de fragments de fibres et bûchettes (composants non désirables). Ces derniers composants s'éliminent par tamisage ou par épuration (centrifugal cleaning). Dans le cas du défibrage des bois à faible densité tel celui du sapin et de l'épinette, une partie des fibres demeurent entières après avoir été séparées du bois mais elles se rompent lorsqu'elles traversent la zone de défibrage. Dans le cas du bois à densité élevée, tel celui du pin, les fibres possèdent des parois cellulaires plus épaisses et moins flexibles et ne peuvent donc pas être facilement pliées et se fractionnent en plusieurs parties durant l'arrachement [18].

À cause des fibres courtes et rigides, les pâtes SGW fournissent une faible résistance au papier. On les utilise donc comme partie d'un mélange comportant des pâtes chimiques. Cependant les propriétés optiques et celles d'impression des pâtes SGW les rendent

idéales pour les papiers bouffants qui nécessitent une bonne opacité et une bonne aptitude à l'impression, tels que le papier journal, les papiers d'impression de faible coût et les papiers LWC [10].

Un autre avantage du procédé SGW est la faible valeur de l'énergie de défibrage, relativement à celle des autres procédés mécaniques. La consommation de l'énergie du procédé SGW varie entre 3 à 6 GJ/t [8]. Dans le procédé SGW, la meule a un diamètre variant entre 1,3 et 2,0 m pour défibrer des billes de bois de 1,2 m de longueur. La puissance du moteur du défibreux varie entre 110 à 5300 kW et la vitesse périphérique de la meule se situe entre 10 et 33 m/s [19].

Avec l'incorporation d'un système de défibration sous pression, on obtient la pâte de meule pressurisée (PGW) qui constitue une modification du système traditionnel. La pression dans la zone de défibrage est maintenue, avec de l'air ou de la vapeur, entre 200 et 310 kPa. La pression élevée dans la zone de défibrage empêche l'ébullition de l'eau dans la couche de l'interface, ce qui permet un meilleur défibrage et une coupure peu importante des fibres. La pâte PGW a une résistance supérieure à celle de la pâte SGW [8]. Des propriétés des pâtes mécaniques SGW et PGW sont montrées au tableau 2.1.

TABLEAU 2.1: Propriétés de deux types de pâtes mécaniques de *Picea* sp. [8]

Propriété		Type de pâte	
		SGW	PGW
Indice d'égouttage (Ieg)	mL	98	92
Énergie spécifique	GJ/t	5,5	5,8
Classification Bauer McNett :	fraction R28	15	28
	fraction P200	32	30
Volume massique	cm ³ /g	2,5	2,6
Indice de tension	N-m/g	31	36
Indice à la déchirure	mN-m ² /g	3,8	4,9
Coefficient de diffusion de la lumière	m ² /kg	65	65

Au cours des dernières années, il y a eu une diminution des investissements dans la production de pâte de meule. Cependant des modifications aux procédés de meule, telle que l'automatisation du système, a été appliquée afin de stabiliser la qualité de la pâte [20]. Cet avantage combiné aux excellentes propriétés optiques et à la relative faible demande d'énergie et à la décharge minimale d'effluents permet de prédire un avenir favorable à la production des pâtes de meule au cours des prochaines années [21].

2.4 Pâte mécanique de raffineur (RMP)

Le raffineur à disques a été rapidement accepté pour la production commerciale des pâtes de bois pour les raisons suivantes: (i) la possibilité d'utilisation des résidus de scierie au lieu de billes de bois ; (ii) l'obtention d'une pâte de résistance accrue; (iii) l'automatisation accrue du processus de fabrication et (iv) d'une réduction des coûts de main-d'œuvre. En 1960, le procédé RMP a été la première méthode de production commerciale de pâte à haut rendement avec la réduction mécanique des copeaux de bois en pâte dans un raffineur à disques. Le procédé comprend d'habitude deux stades de raffinage atmosphérique, avec des consistances de fibres de 16 à 25 %. Durant le raffinage les copeaux traversent l'espace entre la surface des deux disques. La pâte RMP possède plus de fibres longues, une meilleure résistance mécanique mais, par contre, une qualité inférieure aux propriétés optiques que celles des pâtes de meule. La pâte RMP est également plus maigre et a un indice de bouffant (*bulk*) plus élevé que celui de la pâte de meule [17].

Au 1^{er} stade de raffinage du procédé RMP, le volume de matière première à utiliser nécessite un écart assez grand des disques des raffineurs. Au 2^e stade, l'écart est réduit en raison de la diminution de la taille du matériel fibreux. Pendant le raffinage, la lignine subit un ramollissement par compression et décompression, ainsi que par l'effet des frottements bois-bois et métal-bois qui s'exercent entre les disques. Dans le raffineur, les copeaux sont défaits en fragments plus petits et enfin en fibres qui se dévident et tournoient après le raffinage [22]. La production de pâte RMP requiert une énergie

spécifique moyenne de 6 GJ/t de pâte [17]. Le 1^{er} stade de raffinage consomme deux fois plus d'énergie que le 2^e stade. L'opération de raffinage transforme une importante quantité de l'énergie électrique utilisée en vapeur. [17].

2.5 Pâte chimico-mécanique de raffineur (CRMP)

La fabrication de la pâte CRMP comprend deux étapes importantes : le prétraitement chimique suivi des stades de raffinage atmosphérique. Les réactifs chimiques des prétraitements sont NaOH, les combinaisons NaOH/sulfite ou NaOH/H₂O₂. L'utilisation de la soude seule est généralement réservée aux bois feuillus denses. Les copeaux sont prétraités avec 6 % de NaOH à 30°C pendant 2 heures puis subissent deux stades de raffinage. Après le raffinage, les pâtes obtenues ont une meilleure résistance à l'éclatement et à la déchirure mais l'opacité est plus basse que celle de la pâte SGW. Le prétraitement NaOH/sulfite favorise le ramollissement des essences feuillues ce qui favorise la séparation des fibres et leur raffinage [23].

2.6 Pâte thermomécanique (TMP)

Le procédé TMP constitue une amélioration importante par rapport au procédé RMP. Les copeaux suivent un prétraitement d'étuvage à la vapeur, au-dessus de 100°C, puis sont défibrés au raffineur à disques sous pression. Un 2^e stade de raffinage est réalisé à la pression atmosphérique ou sous pression. D'abord, les copeaux lavés sont passés par l'étuvage pendant une période de 2 à 5 minutes, à une pression relative de 207 kPa. Les copeaux traités subissent le 1^{er} stade de raffinage pressurisé qui opère à la même pression d'étuvage et à une consistance de pâte de 25 à 30 %. La matière raffinée est soufflée à un séparateur de type cyclone où la vapeur est séparée. De l'eau est ajoutée pour tremper les fibres chaudes et en même temps réduire la consistance, de 20 à 25 % pour le 2^e stade de raffinage atmosphérique [10]. La pâte TMP est également traitée dans une cuve de rétention afin d'éliminer l'état de latence [22].

L'étuvage sert à ramollir la lignine du bois ce qui facilite la séparation fibrillaire. Lorsque le raffinage s'effectue à des températures entre 120 et 130°C, la lignine se ramollit suffisamment pour permettre une bonne séparation des fibres avec des ruptures dans les couches extérieures de la paroi secondaire. À des températures supérieures à 140°C, les fibres se détachent facilement mais elles sont enrobées de lignine: la lamelle mitoyenne [17]. Il est important que les fibres soient raffinées jusqu'à un haut degré de flexibilité et une grande surface fibrillaire, ce qui permet une meilleure capacité de liaison. Les paramètres tels que la longueur de fibres, leur flexibilité et leur surface spécifique sont influencés par le prétraitement thermique ainsi que par les forces mécaniques s'exerçant dans le raffineur [24]. La pâte TMP contient plus de fibres longues –la fraction R28 est supérieure à 30%– et les fractions de fines et de bûchettes sont relativement faibles. Les fibres des pâtes TMP sont moins endommagées que celles des pâtes SGW ou RMP. Le papier fabriqué avec la pâte TMP a donc un bon bouffant et une meilleure résistance, particulièrement la résistance à la déchirure, que la pâte SGW. Un désavantage des pâtes TMP est son opacité, inférieure à celle de la pâte SGW et aussi de la pâte RMP [8].

Les caractéristiques des pâtes TMP permettent le remplacement des pâtes mécaniques traditionnelles et aussi partiellement des pâtes de renforcement pour certains types de papier tels que le papier journal, papier support couché, papier tissu. Plusieurs usines fabriquent le papier journal avec 100 % de pâte TMP de conifères. En Amérique du Nord, les pâtes TMP ont connu un essor en raison de la demande élevée de papier journal ce qui nécessite environ les deux tiers de ces pâtes. Une autre raison importante de l'utilisation des pâtes TMP est la diminution substantielle des problèmes d'effluents. Cependant, le bas indice d'égouttage des pâtes TMP, pour le papier journal, entraîne une consommation moyenne élevée d'énergie de raffinage pour sa fabrication : de 7 à 8 GJ/t. Moins d'un tiers de l'énergie est utilisée pour séparer les fibres et l'autre partie sert à développer la fibrillation [8]. Dans les usines de pâtes TMP, la consommation d'énergie peut être réduite par l'utilisation de techniques qui permettent une récupération de

l'énergie électrique employée, sous forme de vapeur propre à utiliser dans la sécherie des usines papetières [12].

2.7 Pâte chimicothermomécanique (CTMP)

Le passage du procédé TMP au procédé CTMP, durant la fin des années 70, a conduit à un autre développement important des pâtes mécaniques. Un tel changement entraîne l'utilisation de produits chimiques durant l'étape qui précède le raffinage [9]. Pour le procédé CTMP, on peut utiliser les prétraitements chimiques suivants: (i) l'oxydation avec le ClO_2 , l'ozone ou l'acide peracétique ; (ii) l'utilisation du sulfite de sodium et NaOH à haute température. Le prétraitement chimique ramollit la lignine et permet une séparation moins dommageable des fibres du bois, ce qui donne une pâte avec une fraction importante de fibres longues et flexibles et une petite fraction de bûchettes par rapport à la pâte TMP. La grande flexibilité des fibres contribue à une meilleure conformabilité des fibres dans la feuille de papier et produit de bonnes propriétés de liaison [23]. Avec les bois de conifères, le prétraitement chimique le plus utilisé est la sulfonation. Dans ce cas, la lignine devient plus hydrophile, ce qui améliore l'hydratation et le gonflement et les fibres sont donc plus flexibles [10]. D'autres avantages de la sulfonation sont le degré plus élevé de blancheur de la pâte et son rendement élevé [12].

Suite au traitement chimique, les copeaux sont raffinés au 1^{er} stade sous pression et au 2^e stade, à la pression atmosphérique [13]. Lorsque les pâtes CTMP sont blanchies, elles se comparent aux pâtes chimiques pour leur résistance à la déchirure. Toutefois, les désavantages de la pâte CTMP blanchie sont leur faible opacité, la réversion de la blancheur et la demande élevée en énergie de raffinage [9]. La production des pâtes BCTMP entraîne une consommation d'énergie élevée, plus de 7 GJ/t, ce qui représente environ 20 % de leur coût de production. [25]. Au tableau 2.2 sont montrées les propriétés des pâtes TMP et CTMP.

TABLEAU 2.2: Propriétés des pâtes CTMP du bois de *Picea* sp. [10]

Type de pâte		TMP	CTMP	CTMP
Charge de sulfite	% bps	-	1,7	4,6
Indice d'égouttage	mL	100	100	100
Énergie spécifique	GJ/t	7,1	7,7	8,3
Volume massique	cm ³ /g	2,5	2,3	2,2
Indice de tension	N.m/g	4,2	5,2	5,35
Indice de déchirure	mN-m ² /g	8,6	8,4	8,2
Coefficient diffusion de lumière	m ² /kg	43,5	40	38
Blancheur	%	53	56	57

Les pâtes CTMP sont fabriquées, à différents indices d'égouttage, selon leurs usages: (i) avec un indice d'égouttage élevé, entre 350 à 550 mL, pâtes à utiliser dans les produits absorbants, le papier tissu et les cartons ; (ii) avec un bas indice d'égouttage, entre 50 à 200 mL, pâtes à utiliser pour différents types de papiers d'écriture et d'impression. D'ailleurs, le succès du contrôle de la réversion de la couleur et de la stabilité du haut niveau de blancheur de la pâte CTMP permettra d'augmenter l'utilisation de ces pâtes [26].

2.8 Le procédé OPCO

Ce procédé est essentiellement le même que le procédé TMP sauf qu'il y a un traitement chimique au sulfite, appliqué entre les stades, après le 2^e stade de raffinage ou comme post-traitement des rejets. Les propriétés mécaniques de la pâte OPCO sont améliorées par le traitement chimique. Le degré élevé d'allongement humide de la pâte, caractéristique importante pour la formation du papier, constitue un avantage notable. Les conditions de sulfonation pour la pâte semi-raffinée sont les suivantes: (i) charge de Na₂SO₃ entre 7 à 10 %; (ii) consistance de la pâte supérieure à 10 %; (iii) température entre 130 et 180 °C; (iv) temps de traitement de 15 à 120 minutes [10].

Dans le procédé OPCO, le 1^{er} stade de raffinage donne aux fibres la courbure (*curl*) qui deviendra permanente et stable par le traitement chimique. Par l'action mécanique du raffinage, la séparation fibrillaire a lieu entre les couches S₁-S₂. Les fibres de la pâte sont

donc hautement vrillées, courbées et fibrillées par rapport à la pâte de copeaux prétraités. L'application du sulfite provoque aussi l'augmentation de la flexibilité, donc une meilleure consolidation de la feuille et de la capacité de liaison entre les fibres. D'autres caractéristiques du procédé OPCO sont: (i) rendement de la pâte d'environ 90 %; (ii) valeur moyenne de DBO_5 de 56 kg/t [10]; (iii) consommation d'énergie plus faible que celle de la pâte TMP. Le traitement entre les stades du procédé OPCO permet une économie importante d'énergie spécifique. L'énergie consommée est de 20 à 30 % plus basse que celle utilisée durant un procédé TMP [27].

2.9 Pâte mécanique au peroxyde alcalin (APMP)

Ce procédé non-sulfuré peut produire des pâtes complètement blanchies, équivalentes aux pâtes CTMP blanchies (BCTMP). Dans le procédé APMP, les copeaux sont d'abord déchiquetés puis soumis à un traitement au H_2O_2 et NaOH en deux ou trois stades d'imprégnation avec la liqueur. Après chaque imprégnation, il y a un traitement de chauffage avec 30 minutes de rétention. On n'utilise que le DTPA au 1^{er} stade. Au 2^e stade, la liqueur est composée de NaOH et de H_2O_2 . C'est la liqueur du 2^e stade qui produit l'effet de blanchiment de la pâte [28]. Les copeaux traités sont raffinés, à la pression atmosphérique, à haute consistance. La consommation d'énergie se situe entre 1,4 et 1,8 GJ/t pour le 2^e stade de raffinage et la consommation totale se situe entre 2,9 à 4,3 GJ/t. Après le raffinage, la pâte est amenée à une cuve de latence puis est soumise au tamisage et à l'épaississement. Le plus grand avantage du procédé APMP est que la pâte n'exige pas d'étape de blanchiment à la suite du raffinage. L'efficacité du procédé a été également démontrée tant pour les résineux que pour les feuillus [29].

2.10 Pâte chimico-mécaniques (CMP)

Les procédés CMP nécessitent l'application d'un prétraitement chimique de la matière fibreuse avant le traitement mécanique. Dans les années 50, la méthode à la soude froide a été le premier procédé à haut rendement avec application d'un prétraitement chimique sur les copeaux. Cette pâte contenait des fibres rigides et une grande quantité de

bûchettes et on l'utilisait pour la fabrication de carton ondulé. Par ailleurs, l'utilisation du sulfite de sodium à haute température améliorerait les propriétés de la pâte à haut rendement: blancheur et résistance supérieures à celles de la pâte à la soude froide [30].

Les pâtes CMP requièrent une cuisson des copeaux, avec l'addition d'un pourcentage élevé de réactifs chimiques appliqués à haute température, avant le raffinage à pression atmosphérique [23]. En raison des conditions chimiques du procédé, le rendement de la pâte CMP, de 80 à 90 %, est plus bas que celui de la pâte CTMP. Les indices d'égouttage de la pâte CMP se situent entre 280 à 400 mL CSF, pour le papier journal. D'autres indices d'égouttage de la pâte sont proposés selon le type de produit à fabriquer : (i) inférieur à 100 mL CSF, pour les papiers d'écriture et d'impression; (ii) environ 300 mL CSF, pour le carton de faible qualité [12].

Le prétraitement chimique utilisé le plus souvent pour les procédés CMP est la sulfonation. Le prétraitement est effectué à un pH entre 4 et 9, avec des cuissons en phase liquide ou en phase vapeur. Le degré de sulfonation de la lignine des pâtes CMP, de 1,6 à 2 % base poids sec (bps), est plus élevé que celui des pâtes CTMP, situé entre 0,3 et 0,6 % (bps) [26]. Les conditions d'application du procédé CMP sont montrées au tableau 2.3 [31].

TABLEAU 2.3 Conditions du prétraitement chimique des procédés CMP [31].

Condition		Type du bois	
		Conifères	Feuillus
Charge de réactif	% Na ₂ SO ₃	12 – 20	10 – 15
Température d'application	°C	140 – 170	130 – 160
Temps à haute température	min.	10 – 60	10 – 60
Rendement	%	87 – 91	80 – 88

À cause de la sulfonation, la pâte produite a une proportion élevée de fibres longues avec une surface très lignifiée. Une sulfonation élevée rend, toutefois, les fibres très hydrophiles, ce qui favorise les liaisons interfibrillaires. En général, les pâtes CMP ont

une bonne résistance mécanique. Elles sont utilisées, en remplacement partiel ou total des pâtes chimiques, comme pâtes de renforcement. La faible opacité des pâtes CMP de conifères limite la proportion utilisable, de 35 à 40 %, comme composant du papier journal [10].

TABLEAU 2.4: Caractéristiques des pâtes TMP, CTMP et CMP d'épinette [11, 12]

Caractéristiques	TMP ²	CTMP ²	Pâtes CMP			
			HYS ²	VHYS ²	SCMP ¹	OPCO ²
Indice d'égouttage mL CSF	100	100	600	300	300-500	265
Charge sulfite * % (bps)	-	1,7	14	9	12-14	10
Énergie spécifique GJ/t	7,2	7,7	2,9	2,2	4,7-5,8	4,3
Rendement %	94-96	92	70	87	88-90	90
DBO₅ kg/t	20	25	160	50	35-45	45
Bûchettes %	0,8	0,3	1	0,3		0,2
Bouffant cm ³ /g	2,5	2,3	1,6	2,3	2-2,3	2,1
Indice de tension N.m/g	41	57	98	61	59-64	59
Indice de déchirure mNm ² /g	8	8	8,5	9	9-11	8
Blancheur % ISO	55-56	62-63	52	58	49-55	58
Opacité % TAPPI	95-96	93-94	80	89	88-90	90

Source : ¹ [11], ² [12]; * sulfite ou bisulfite

Les procédés CMP comprennent 4 groupes, classés selon le type de réactifs chimiques ou le rendement en pâte : (i) pâte chimico-mécanique au sulfite de sodium (SCMP); (ii) pâte chimico-mécanique au bisulfite de sodium (BCMP); (iii) pâte CMP à haut rendement au sulfite (HYS); (iv) pâte CMP à très haut rendement au bisulfite (VHYS). La pâte OPCO est comprise dans le groupe des pâtes CMP à cause de leur niveau de sulfonation [10]. Les caractéristiques de quelques types de pâtes CMP et des pâtes TMP et CTMP d'épinette sont montrées au tableau 2.4.

2.11 Le procédé chimico-mécanique au sulfite (SCMP)

Dans le procédé SCMP, d'abord, les copeaux sont lavés et prétraités par une cuisson de 20 à 60 minutes avec une solution de Na_2SO_3 , d'environ 12 % (bps), à une température de 130 à 160 °C. La liqueur a une concentration de Na_2SO_3 de 50 à 180 g/L et un pH entre 7,5 à 8. Les copeaux traités sont pressés à 50 % de solides et la liqueur séparée et filtrée est mélangée avec une nouvelle liqueur. La réutilisation de réactifs du procédé SCMP permet une forte réduction de la décharge de DBO_5 , entre 35 à 45 kg/t, plus faible par rapport aux valeurs trouvées pour la pâte chimique au sulfite, soit de 250 kg/t. Le rendement de cuisson varie entre 89 à 92 %, selon l'espèce de bois utilisée. Les copeaux cuits sont raffinés, d'habitude en deux stades, à pression atmosphérique. À la fin du processus, l'indice d'égouttage de la pâte se situe entre 300 et 500 CSF [11].

Un haut degré de sulfonation affaiblit les copeaux et favorise la séparation des fibres, ce qui entraîne une baisse de l'énergie spécifique de raffinage. La consommation d'énergie de raffinage se situe entre 5 à 5,4 GJ/t. L'efficacité de séparation des fibres du procédé SCMP est parfois moins bonne mais elle est toutefois meilleure que celle que l'on obtient avec les procédés TMP et CTMP [13]. La pâte SCMP a été utilisée en remplacement partiel ou total de la pâte chimique pour la fabrication de papier journal. Les propriétés des pâtes SCMP sont analogues à celles des pâtes mécaniques, en ce qui concerne les propriétés optiques. Cependant, la longueur de fibre, les propriétés d'égouttage (freeness) et les propriétés de résistance de la pâte sont plus proches de celles des pâtes chimiques [11]. Une comparaison entre les propriétés des pâtes SCMP et celles d'autres pâtes utilisées pour la fabrication du papier journal sont montrées au tableau 2.5.

La cuisson en phase vapeur est une innovation dans le procédé SCMP. En phase vapeur, différemment du procédé en phase liquide, les copeaux sont imprégnés avant la cuisson où on l'obtient un bon niveau et une distribution uniforme de sulfonation [9]. Cependant l'imprégnation des copeaux demande une plus importante charge de réactifs, soit de 15 à

20 % de sulfite. La charge peut baisser à 12 % si on utilise une pression d'environ 2600 kPa pendant la période d'imprégnation [32].

TABLEAU 2.5: Propriétés des pâtes pour la fabrication du papier journal [11].

Propriétés	Type de pâte					
	SGW	RMP	TMP	SCMP	SKP	HYPB
Rendement %	95	95	94	92	43	65
Indice d'égouttage mL CSF	90	100	150	350	550	550
Indice de tension N.m/g	31	34	39	59	79	93
Indice d'éclatement kPa-m ² /g	1,3	1,5	1,7	3,4	6,0	6,0
Indice de déchirure mN-m ² /g	5	6	8	9	14	7
Bouffant kg/m ³	2,5	3	2,5	2,1	1,5	1,6
Blancheur (<i>Elrepho</i>) %	59	58	56	56	70	50
Fibres longues (≥ R48) %	40	45	55	72	80	80
Fines (<R100) %	50	38	35	19	8	20

SKP (SBK): pâte kraft semi-blanchie ; HYPB: pâte de haut rendement au bisulfite.

2.12 Pâte à très haut rendement au bisulfite (VHYS)

Dans ce procédé, les copeaux minces sont d'abord lavés et déchiquetés puis soumis à un prétraitement chimique avec liqueur au bisulfite, pH entre 5,5-5,7. Ce prétraitement est appliqué en deux étapes successives dans des lessiveurs inclinés, modèle Messing-Durkee. Les deux niveaux de température du prétraitement sont: au 1^{er} niveau, zone d'imprégnation de 100 à 120°C, au 2^e niveau, zone de cuisson à 130 °C. Le temps total de rétention est de 70 à 80 minutes. Quand le degré de sulfonation atteint 1,2 % (bps) la lignine se ramollit ce qui facilite la séparation des fibres au cours du raffinage. Les copeaux traités subissent deux stades de raffinage atmosphérique à une consistance plus élevée que 20 %. Entre les stades, il y a un lavage de la pâte semi-raffinée. L'indice d'égouttage final de la pâte est d'environ 500 mL CSF [10].

Le rendement du procédé VHYS est supérieur à 85 %. Les fibres de la pâte VHYS sont rigides à cause de leur haut rendement, avec une teneur relativement élevée en lignine, et donc peu fibrillées et d'une faible compressibilité. Cependant, la capacité de liaison de cette pâte est suffisante pour fabriquer un bon papier journal. La pâte VHYS a été utilisée pour la fabrication de papier journal en remplacement de la pâte au sulfite conventionnelle. Un autre avantage du procédé VHYS est la faible quantité d'énergie spécifique utilisée soit moins de la moitié de celle du procédé TMP [11].

2.13 Pâte chimicomécanique non sulfuré (NSCMP)

Le procédé NSCMP utilise un traitement d'imprégnation des copeaux suivi d'une cuisson en phase vapeur avant le raffinage. Le réactif chimique est une solution faible de alcanamine. La catalyse est obtenue sous l'effet de l'hydroxyde d'ammonium et celui-ci peut être réutilisé plusieurs fois pendant l'imprégnation. L'étuvage avant à l'imprégnation améliore la qualité de la pâte. Le temps de cuisson, pour une bonne pénétration des réactifs, est de 12 minutes. Le raffinage peut s'effectuer à la pression atmosphérique, à une pression plus élevée ou à une combinaison des deux types de pression. Pour arriver à un indice d'égouttage moyen de 365 CSF, la consommation d'énergie est de 0,8 GJ/t, valeur plus basse que celles des autres procédés mécaniques. Le rendement en pâte est de 90 à 92 % et la DBO de 50 kg/t. La pâte obtenue contient une faible quantité de bûchettes et présente de bonnes propriétés de résistance [13].

2.14 Pâte mécanique d'explosion (*Steam Exploded Mechanical Pulp, SEMP*)

Dans le procédé SEMP, les copeaux sont d'abord traités chimiquement avec une solution de sulfite de sodium de 0,5 à 15 % (bps) et de soude, de 0,1 à 7,5 % (bps) à une température variant entre 40 et 60 °C. Par la suite, les copeaux sont soumis à une haute pression de vapeur dans un réacteur pour une courte période d'application. Ensuite, ils sont soufflés en ouvrant les vannes. Avec force, la matière première passe de

la pression du réacteur à celle de l'atmosphère. La température de cuisson se situe entre 130 et 220 °C, ce qui équivaut à une pression entre 0,5 à 2,5 MPa, pour une période variant de 10 secondes à 30 minutes. Suite à l'évacuation, les copeaux déchiquetés sont raffinés à la pression atmosphérique. Avec le bois de tremble, le rendement en pâte du procédé SEMP est d'environ 90 %. La pâte contient un haut pourcentage de fibres longues et présente un bon potentiel de liaison, ce qui permet d'obtenir une tension et une résistance à la déchirure satisfaisantes, semblables à celles de la pâte CTMP. Par contre, le degré de blancheur de la pâte est faible à cause de la haute température de cuisson.[10].

2.15 La production des pâtes au Canada : les pâtes mécaniques

L'industrie des pâtes et papiers du Canada, est une des plus importantes au monde. Elle se caractérise par sa grande capacité de production de pâte du bois: environ 28,5 millions de tonnes pour l'année 2001 [33]. Aussi, ce secteur de production a un haut taux d'opération, 94 % [34], un bon niveau technologique, ainsi qu'un fort volume d'exportation [3]. Le Canada est le principal exportateur de pâte de bois, avec 25 % du marché international; les exportations canadiennes sont dirigées vers plus de 50 pays dont principalement les États-Unis (33 % des exportations totales), l'Asie (30 %) et l'Europe (25 %) [35]. Au Canada, la pâte de bois commerciale destinée à la fabrication du papier détient environ 28 % de la capacité de production mondiale [2]. Près des deux tiers de la pâte de bois produite au Canada ne quitte jamais l'usine où elle a été produite. Ces pâtes avec d'autres matières premières servent pour la production de papiers et cartons. Le reste de la pâte canadienne produite est séchée, emballée et expédiée aux usines affiliées ou exportée comme pâte commerciale [36]. Parmi les provinces, c'est le Québec qui a la plus grande capacité de production de pâtes et papiers du Canada avec 32 %. La deuxième province est la Colombie-Britannique avec 26 % de la capacité totale de pâtes et papiers [1].

Au Canada, la production de pâtes mécaniques représente une partie importante de la production : plus de 11,2 millions de tonnes par an soit environ de 44,2 % de la production nationale [37]. La capacité de production estimée des pâtes mécaniques est environ 13,2 millions de tonnes [3]. Au Canada, les pâtes mécaniques sont principalement utilisées dans la fabrication du papier journal. La pâte mécanique représente une moyenne de 80% de la composition fibreuse du papier journal [36]. Dans le passé, les pâtes mécaniques n'étaient utilisées que pour la fabrication du papier journal. L'avènement des procédés de fabrication de pâtes à haut rendement a permis d'étendre le marché de ces pâtes pour la fabrication de différents types de papier. Le développement de la mise en pâte à haut rendement a eu des répercussions importantes sur l'industrie papetière au Canada. Une grande partie de la production de papier journal comporte des pâtes à haut rendement qui sont utilisées aussi dans d'autres produits tels que les papiers d'écriture et d'impression, plusieurs produits hygiéniques, le papier mousseline, etc. [10].

Actuellement, les usines canadiennes de papier journal abandonnent des lignes de production de la pâte mécanique de meule et de la pâte au sulfite traditionnelle. Elles sont remplacées par la pâte TMP, la pâte CTMP et aussi par les fibres recyclées [38]. La fermeture des usines au sulfite est aussi en raison des restrictions environnementales [10].

Les usines canadiennes de fabrication de pâtes sont encore de beaucoup dépendantes de la fibre vierge. Les copeaux et les résidus de scierie apportent 69 % de la fibre vierge utilisée par l'industrie des pâtes. L'autre partie de fibres vierges est apportée par le bois rond [3]. Le total de fibres vierges consommées aux usines de pâtes et papiers du Canada, pour l'année 1998, a été d'environ 107 millions m³ [3]. Les principales espèces récoltées pour l'industrie papetière canadienne sont les conifères dont l'épinette et le sapin sont les espèces les plus importantes. Cependant, plusieurs usines utilisent les peupliers et le bouleau [1]. Au Canada, il a également une demande importante des fibres recyclées. La récupération de ce type de fibre a eu, au Canada, depuis 1975, une

augmentation significative: de 487 mille tonnes, pour l'année 1975, à plus de 2,5 millions de tonnes, pour l'année 1998. Au cours de ces années, le taux de récupération a augmenté de 16,3 % à 42,9 % [3].

La production des pâtes mécaniques ou de haut rendement comprend aussi les pâtes CMP. Cinq usines canadiennes ont utilisé les procédés CMP jusqu'à 2001. Trois usines utilisent le procédé au sulfite à haut rendement (HYS): une usine à Ville-de-la-Baie, une autre usine à Grand Mère [39] et l'autre à Kenora [40]. Une usine, à Thunder Bay, utilise le procédé SCMP. Une usine, à Baie Comeau, utilise le procédé OPCO. Dans les quatre cas, la pâte produite est utilisée pour la fabrication de papier journal. Une autre usine, Chandler, en Gaspésie utilisait le procédé BCMP [39].

Actuellement, les usines qui emploient les procédés de mise en pâte à haut rendement utilisent principalement le raffineur à disques. Dans le prochain chapitre seront présentées les différentes théories qui traitent du raffinage des pâtes ainsi que les raffineurs utilisés soit dans l'industrie soit au laboratoire.

CHAPITRE III

THÉORIE DU RAFFINAGE

3.1 Définition des termes: battage et raffinage

Le battage a été associé dès le début à la fabrication du papier. L'opération impliquait le broyage de l'écorce de mûrier ou des chiffons de coton dont les fibres préparées s'utilisaient dans la fabrication du papier à la main. Au cours de ces années, à cause de l'augmentation de la demande, la fabrication du papier devient de plus en plus mécanisée et s'effectue à l'aide de batteuses telles que la pile hollandaise [41] et la machine *Kollergang* [42]. Cette dernière consiste en un rouleau cylindrique ayant des barres sur sa surface. Le rouleau tourne près d'une platine qui a aussi des barres. La suspension fibreuse s'écoule perpendiculairement aux barres. L'intensité de battage est contrôlée par la distance entre le rotor et la platine [43].

Le battage (*beating*) est un traitement mécanique des fibres de pâtes chimiques en suspension, d'une consistance inférieure à 10 %. Ce procédé s'effectue toujours en discontinu ou en lot (*batch*) [44]. Le battage désigne aussi le raffinage de la pâte dans des machines telles que les raffineurs de laboratoire *Valley*, *Jokro*, *Lampen* et PFI. Dans ces cas, l'opération de battage est caractérisée par un temps de séjour prolongé de la pâte dans l'appareil [45]. À l'échelle industrielle, la pile hollandaise est encore utilisée dans quelques papeteries, en particulier, pour certains types de fibres difficiles à raffiner tels que le jute, le chanvre, le lin et le coton [41].

Le terme raffinage (*refining*) date de 1856 et origine de l'utilisation des raffineurs à disques qui étaient utilisés pour la fabrication de farine et l'extraction d'huile de semences. En 1928, le raffineur à disques, conçu par *Sutherland*, a été utilisé pour la première fois dans une usine papetière pour la préparation de pâte en continu, pour le traitement des pâtes semi-chimiques et pour le raffinage des rejets en provenance du tamisage des pâtes de meule. *Textor* et *Eberhardt*, ont conçu, en 1948, un processus de

raffinage et en 1956, la mise au point d'un raffineur à disques pour la production de pâte mécanique [6]. Ce développement a été qualifié, dans l'industrie papetière, comme l'innovation la plus importante depuis l'introduction de la pâte mécanique de meule. Dans les années 60, se sont installés en Amérique du Nord, les premiers raffineurs à disques pour la production commerciale de pâte à partir du bois. Le procédé utilisé fut le RMP [6]. Aux premiers essais, on a utilisé le bois d'essences résineuses [46].

Avec le raffinage, l'utilisation de la matière première est plus diversifiée. Il est possible d'utiliser le bois sous forme de résidus de scieries, d'arbres tordus, de branches de feuillus, préalablement transformés en copeaux et des résidus agricoles. Le principal avantage du raffineur à disques est la production d'une pâte plus résistante, avec des fibres moins endommagées et un raccourcissement des fibres plus limité que celui obtenu par le procédé mécanique de meule [22].

Le processus de raffinage combine deux actions importantes sur le bois : la séparation des fibres et le développement des caractéristiques papetières des fibres. Pour compléter ces actions, au niveau industriel, les pâtes mécaniques sont fabriquées par la combinaison d'un prétraitement, chimique ou thermique, et d'un traitement mécanique de raffinage. Les conditions du prétraitement et des étapes de raffinage s'appliquent en différentes combinaisons, selon les caractéristiques à obtenir. Cependant le terme pâte mécanique de raffineur est utilisé de façon générique pour désigner la pâte obtenue principalement dans un raffineur à disques. Le raffinage des pâtes semi-chimiques, des pâtes chimico-mécaniques et des pâtes mécaniques est effectué à une consistance élevée pouvant atteindre 40%. Quand le raffinage est utilisé à basse consistance pour le traitement mécanique des pâtes chimiques, les effets du traitement sont semblables. Les termes battage et raffinage sont alors considérés comme synonymes [44].

En 1952, les pâtes au sulfite commençaient à être remplacées par les pâtes kraft semi-blanchies. À ce moment-là, les raffineurs utilisés étaient de deux formes : à disques et coniques. Le terme raffinage désigne l'action du raffineur pour le traitement mécanique des pâtes dans un milieu aqueux et en continu, ce qui permet de développer les

propriétés papetières de leur fibres [42]. Dans le raffinage, la suspension de pâte s'écoule parallèlement aux barres. Par rapport au battage, toutefois le raffinage de la pâte exige une vitesse d'opération et une quantité d'énergie plus élevées, ce qui permet d'obtenir rapidement les valeurs désirées d'indice d'égouttage de la pâte. On utilise à la fois des forces mécaniques et hydrauliques pour modifier les caractéristiques des fibres. Bien que le raffinage de la pâte et le raffinage des copeaux soient deux opérations distinctes, ils peuvent avoir des implications importantes dans la pratique [41]. Comme conséquence du raffinage, la coupe des fibres, la fibrillation interne et l'hydratation sont des phénomènes reconnues et faciles à prouver [45].

3.2 Théories du battage et du raffinage

3.2.1 Premières théories sur le raffinage

En 1887, *Jagenberg* a proposé une théorie d'évaluation du battage, en développant une formule d'écrasement. L'auteur a démontré qu'avec les paramètres de force et l'aire du battage, la force de battage est en relation avec la longueur du bord de la barre [47]. En 1920, *Cross-Bevan* a mentionné que le battage provoque une transformation des couches à la surface des fibres, représentées par les hydrates de carbone. Ces couches, de nature gélatineuse, agissent comme des adhésifs qui se collent entre eux. Cette théorie expliquait, à cette époque, la résistance mécanique du papier [48]. En 1922, *Smith* a proposé qu'au moment où passe la pâte, les fibres sont retenues sur le bord des barres du rotor, puis sont frottées contre les barres. L'auteur a postulé la théorie du fibrage qui évaluait l'intensité de battage et caractérisait l'opération et la proportion de fibres coupées [47]. La théorie de fibrage est pionnière en l'utilisation de la valeur de la charge spécifique d'arête ("Specific Edge Load"). Un indicateur de la théorie de fibrage est la pression de battage représenté par l'équation [49]:

$$P = [F_b / (L_b \times \frac{1}{2} \times l_f)] \quad (\text{N/m}^2) \quad \text{Éq. 3.1}$$

P : pression de battage; F_b : poids d'une barre du rotor; L_b : longueur du bord d'une barre; l_f : longueur moyenne des fibres.

En 1957, *Emerton*, a proposé que les flexions mécaniques du battage ou raffinage provoquent la fibrillation externe de la fibre qui est la séparation et puis la perte des fibrilles de la surface des fibres. Cet effet rend plus flexible les fibres et leur donne une plus grande capacité de liaison. Pendant le raffinage, les couches externes de la fibre sont perturbées et une partie en est éliminée, ce qui permet l'entrée d'eau. Cet effet provoque le gonflement des fibres et une plastification de la cellulose, laquelle facilite la modification de ses propriétés. Comme conséquence du raffinage, se développe une délamination coaxiale au milieu de la paroi secondaire. Cette délamination a été observée plutôt dans les pâtes chimiques que dans les pâtes mécaniques. Le déplacement coaxial se produit à cause des interstices dans la matrice lignine-hémicellulose solubilisée pendant la cuisson, en laissant des espaces libres. Des forces engendrées par les effets osmotiques et la pression de gonflement aident probablement à la séparation mécanique des lamelles. Ces effets sont liés à la présence des hémicelluloses résiduelles [44].

Selon la théorie d'amas, de *Page* [50], les fibres, sous la forme d'amas, sont retenues à leur passage entre les barres du raffineur. Les amas se désintègrent successivement au fur et à mesure qu'ils traversent les barres. Dans la zone de raffinage, les facteurs qui affectent les forces mécaniques sont la friction, fibre—métal ou fibre—fibre, et la forme du bord des barres. Les forces sont transmises à la phase solide de toutes les fibres quand elles traversent l'espace entre les barres. Les forces hydrodynamiques, dans la phase liquide, sont négligeables mais elles contrôlent la position des fibres entre les barres. Cependant, *Atack* [44] propose que les fibres reçoivent les efforts de cisaillement et de compression, au travers d'un film d'eau. L'effort est transmis par les mouvements de pulsation de l'eau qui entoure les fibres [50]. Pendant le raffinage, les fibres supportent une force perpendiculaire à la barre ainsi qu'une force frictionnelle de cisaillement à

deux composants frictionnelles: une force transversale et une longitudinale. Une valeur maximale de pression, à conditions optimales de raffinage, est de 35 kg/cm² [44].

3.2.2 Théories de raffinage des pâtes mécaniques

Dans les procédés de mise en pâte mécanique du bois, les copeaux sont fendus dans le sens du grain, au cours des étapes bien définies dans un raffineur à disques. D'abord, les copeaux subissent la réduction de leur taille à la suite d'une fracture au long du grain lorsqu'ils entrent dans l'œil du raffineur. Cette réduction s'effectue dans la partie centrale du stator [51]. Tout de suite, les copeaux se divisent en fragments, semblables à des allumettes, qui changent rapidement et se divisent encore en éléments de plus en plus petits, en même temps qu'ils se déplacent vers la périphérie où se produisent les bûchettes et finalement les fibres [51]. La fragmentation du bois se produit en raison de sa nature viscoélastique et de la variation de ses propriétés physiques, tels le module de torsion et la friction interne qui dépendent de la température et de la fréquence. La friction interne doit être haute pour faciliter l'absorption de l'énergie et produire des fibres flexibles. Les forces de friction dépendent de la vitesse, de l'énergie spécifique et des coefficients de friction entre les matériaux soumis au raffinage [52].

Au cours du raffinage, les fibres du bois absorbent l'énergie pendant leur compression et leur relaxation. L'énergie appliquée provoque la dissociation des couches qui forment la paroi secondaire en produisant donc des fibres flexibles. Les forces de compression provoquent aussi l'écrasement du lumen des fibres et des autres forces en jeu entraînent la courbure (curl) de la fibre écrasée. À cause des efforts appliqués, les liaisons entre la lamelle moyenne et la paroi secondaire de la fibre s'affaiblissent ou se brisent. La lamelle peut se détacher pour former les fines ou elle se divise dans le sens de sa longueur pour former les fibrilles, ce qui augmente la surface de liaison disponible entre les fibres. La matière ligneuse convenant le mieux, pour le raffinage, est celle qui a une faible densité, contient des fibres longues avec une paroi fibrillaire mince et un lumen de

grand diamètre. L'action du raffinage est semblable si on utilise soit des copeaux, soit de la pâte semi-chimique ou soit de la pâte chimique [23].

Durant le raffinage des copeaux, la plupart des fragments s'immobilisent sur les plaques du raffineur, et de façon intermittente, s'y agglomèrent à différents endroits puis se déplacent vers la périphérie des plaques. Les fibres immobilisées sur l'une des plaques du raffineur sont frappées par les barres de l'autre plaque [53]. Le mode d'application des efforts dans le processus de raffinage ressemble à celui du défibrage. Pendant la séparation des fibres, la lignine subit un ramollissement causé par les efforts de compression et de décompression, ainsi que par le frottement bois-bois et métal-bois qui s'exerce entre les disques, dans le milieu aqueux. Ces efforts répétés provoqués par les barres sur les fibres, entraînent le bris des liaisons de la lamelle avec la paroi secondaire [51]. Il en résulte donc une production de fibres flexibles en rapport avec les propriétés viscoélastiques des fibres. D'ailleurs, en raison des conditions de raffinage, les fibres manifestent des effets de courbure, gondolage, ondulation, de faux plis et de vrillage. Ces effets résultent de l'introduction de contraintes dans la masse de lignine présente dans la structure des fibres. Cependant, ils sont éliminés seulement par le chauffage des fibres à une température supérieure à celle du ramollissement de la lignine [17].

Pendant le raffinage, la fragmentation des copeaux, dans le sens du grain, augmente en proportion géométrique le nombre de nouvelles surfaces. On estime que la quantité de fibres coupées à chaque étape augmente aussi rapidement que les nouvelles surfaces. L'effet de coupure est contrôlé par les conditions de raffinage mais malgré leur contrôle, un haut pourcentage des fibres sont coupées dans un système de raffinage non pressurisé. Le nombre de fibres coupées diminue avec la température à l'entrée du raffineur et également avec l'augmentation de la consistance [54].

Une théorie d'écoulement de la pâte dans un raffineur tient compte de l'interaction entre la pâte et les barres des disques du raffineur. Selon cette théorie, le nombre d'impacts

des barres du raffineur dépend : (i) du temps que prend le matériel pour traverser toute la zone de raffinage; (ii) de l'espacement et de la taille des barres; (iii) de la vitesse de rotation des disques du raffineur. À une certaine quantité d'énergie spécifique appliquée, la force de chaque impact dépend de la fréquence des impacts donc du temps de séjour de la pâte qui influe de façon importante sur la qualité finale de la pâte. L'énergie spécifique, moyenne, pour chaque impact de barre (e) est obtenue par la relation entre l'énergie totale appliquée et le nombre total d'impacts des barres. Le temps de séjour (τ) est obtenu par intégration entre deux points du rayon du disque [55] :

$$\tau = \int_{r_1}^{r_2} \frac{1}{v} dr \quad \text{Éq. 3.2}$$

Et l'équation de la vitesse de la pâte dans le raffineur est:

$$\frac{dv}{dr} = \underbrace{(r\omega^2/v)}_{\text{termes : force centrifuge}} - \underbrace{\{a^*(\mu_r/\mu_t)^*[(E c_{(r)} / \omega^*(r_2^2 - r_1^2))]\}}_{\text{force de friction}} + \underbrace{1/2 b C_f \varphi_{(r)} U_{(r)}^2 Ap_{(r)} (c_{(r)} / v)}_{\text{terme de la vapeur}}$$

Éq. 3.3

v: vitesse radiale de la pâte en r; ω : vitesse angulaire; E : énergie spécifique appliquée; $c_{(r)}$: consistance au point r; μ_r et μ_t : coefficients de friction, radial et tangentiel, entre la pâte et les disques; C_f : coefficient de friction de la vapeur sur la pâte en r; φ : densité de la vapeur en r; U : vitesse radiale de la vapeur en r; Ap : surface spécifique aérodynamique de la pâte en r; a, b : constantes.

Selon l'équation de vitesse, sans tenir compte de l'effet de la vapeur, le temps de séjour de la pâte dans un raffineur de copeaux dépend principalement de l'énergie spécifique et de la consistance. Cette dernière affecte le temps de séjour car elle détermine la force centrifuge qui entraîne la pâte en agissant sur la masse de celle-ci [55].

Dans un raffineur, les paramètres les plus importants d'opération sont la vitesse de rotation des disques et l'écartement entre les plaques des disques. À cause de la vitesse, les fibres traversent les barres de façon tangentielle, se déplacent au long de ces dernières et s'orientent dans la direction du moindre effort dû au mouvement de rotation [42]. Comme conséquence de la force centrifuge générée, les fibres sont contraintes entre les surfaces des barres en même temps que se produit une séparation des phases solide et

fluide [55]. La force centrifuge est contrôlée par la masse humide de la pâte et par la vitesse du raffineur. Des pâtes de haute qualité sont produites dans les raffineurs à haute vitesse. Dans ce type de raffineur, les fibres forment une couche mince où elles sont successivement soumises aux efforts de raffinage [56].

L'écartement entre les disques influe beaucoup sur la longueur des fibres donc sur les propriétés de la pâte. Le contenu en fibres longues diminue rapidement quand la séparation entre les disques est inférieure à 0,2 mm [56]. La réduction de l'écart entre les disques augmente la vitesse de la pâte et de la vapeur produite dans la zone de raffinage [55]. Dans le raffineur, la charge est appliquée par la réduction de l'écart entre les disques, en créant une pression sur les fibres. Par l'effort appliqué, les fibres sont comprimées jusqu'à l'aplatissement total ou partiel du lumen mais l'effet est réversible quand la charge est enlevée. Les fibres sont également soumises aux efforts de flexion et d'allongement appliqués sur leur longueur quand elles sont entraînées à travers de la zone de raffinage [42]. Si on compare les dimensions de l'écartement entre les disques de 0,1 à 0,3 mm, et celui du diamètre de la fibre, 20 à 40 μm , il est très probable que le raffinage s'effectue sur les amas de plusieurs couches de fibres plutôt que sur une seule fibre [51]. Dans un raffineur commercial, les valeurs de pression associées au mouvement des disques sont variables et la pression la plus haute est de 600 kPa. La dimension d'un pulse de pression est probablement déterminée par l'épaisseur et la compressibilité de l'agglomération fibreuse [53].

La qualité de la pâte raffinée est également contrôlée par le débit d'alimentation et la consistance de la pâte, par le type et la géométrie des disques, les types de barres et leur distribution [42]. Quand la force centrifuge dans le raffineur augmente en même temps qu'elle se transmet vers la périphérie, la consistance de la pâte a tendance à augmenter près de la zone centrale, alors qu'elle diminue près de la zone des barres fines [57]. À cause de la différence de friction dans les fibres et dans l'eau les entourant dans le cas de basse consistance la phase aqueuse tend à s'écouler rapidement à travers le raffineur, en laissant les fibres à l'arrière, ce qui favorise leur floculation [58]. Des mesures ont

démontré que 58 à 60 % des fibres qui sortent du raffineur à disques ne sont pas traitées, probablement parce que les barres de raffineur agissent seulement sur une partie des fibres [59]. La proportion élevée d'amas qui traversent la zone où les barres se superposent donne lieu à une turbulence à l'intérieur du raffineur qui entraîne une distribution hétérogène de l'énergie sans produire les effets désirés sur une certaine quantité de fibres [60].

Afin d'obtenir de meilleurs résultats de raffinage, il existe deux autres variables disponibles pour changer la capacité d'absorption d'énergie des fibres pendant le raffinage : (a) la température et (b) l'utilisation de réactifs chimiques. Ces facteurs sont appliqués soit comme un prétraitement d'étuvage, soit pendant le raffinage sur des copeaux pressurisés (TMP) ou sur des copeaux traités chimiquement (CTMP ou CMP). L'augmentation de la température et l'application de réactifs chimiques, réduisent l'effort interne de la paroi de la fibre, ce qui permet de leur appliquer une compression plus élevée dans des conditions moins rigoureuses [42].

Un modèle a été établi pour expliquer la relation entre les caractéristiques des fibres et la demande d'énergie: l'indice d'égoûtage de la pâte a une relation de type exponentiel avec l'énergie spécifique de raffinage. De plus, le même indice dépend aussi de la masse linéique des fibres et de la quantité de fines produite (fraction P200). La production de fines est proportionnelle à l'énergie spécifique mais elle est indépendante de la matière première. Une diminution de la masse linéique des fibres n'entraîne pas nécessairement une réduction significative de la longueur de la fibre. Pour une pâte RMP, obtenue d'un mélange de conifères, le modèle est représenté par l'équation suivante [61]:

$$ML = (1 - k \times E) ML_i = (1 - P_{200}) ML_i \quad \text{Éq.3.4}$$

ML : masse linéique; ML_i : masse linéique initiale; E : énergie spécifique totale; P200: fraction Bauer qui passe le tamis 200; k : constante.

Selon le type de fibres, les effets du raffinage sont différents. À une valeur constante d'indice d'égouttage, l'énergie spécifique requise par les fibres courtes et à paroi épaisse est plus élevée que celle requise par les fibres longues et minces. Les fibres de bois de printemps, de faible masse linéique, absorbent facilement l'énergie de raffinage, en donnant comme résultat une grande flexibilité et un degré élevé de fibrillation. Les fibres d'été, par contre, de masse linéique plus importante sont plus rigides et absorbent une grande quantité d'énergie spécifique de raffinage, pour le même indice d'égouttage. Cependant, la rigidité de leurs fibres reste la même malgré que la proportion de fibres d'été change. Une importante proportion de fibres d'été entraîne l'augmentation de la résistance à la filtration de la pâte et l'affaiblissement de leurs propriétés de résistance. Avec une pâte TMP, pour une réduction de la proportion de fibres d'été de 10 à 4 %, l'indice de tension augmente en 100 % [62].

Au raffineur, les paramètres d'opération suivants ont un grand effet sur les propriétés des pâtes mécaniques: énergie spécifique, puissance d'entrée, vitesse des disques, consistance de la pâte à la sortie et séparation des disques. Le degré de réduction en taille des particules, la réduction de la longueur moyenne des fibres et l'augmentation de leur surface spécifique dépendent de l'énergie spécifique. Avec une quantité importante d'énergie, l'indice d'égouttage de la pâte, la teneur en bûchettes et la masse volumique diminuent, alors que le coefficient de dispersion de la lumière, l'opacité et l'indice de tension augmentent. L'indice de déchirure peut augmenter ou diminuer, ce qui dépend du taux de raccourcissement et de l'augmentation de la surface spécifique des fibres pendant le raffinage. Ces effets sont communs à tous les procédés de mise en pâtes mécaniques [56].

3.2.3 Théories de raffinage des pâtes chimiques

Dans le raffinage des pâtes chimiques, l'énergie se transmet par l'action du martelage des barres du raffineur sur les fibres humides. Ces fibres ont la forme d'amas qui se forment et se dispersent de façon continue pendant le raffinage. Les amas subissent un traitement rigoureux quand ils traversent les barres du raffineur. La sévérité du

traitement dépend des caractéristiques des barres du raffineur, de l'écart entre les disques et de l'énergie appliquée. Ce traitement provoque une contrainte sur les fibres. D'autre part, une grande partie des amas s'écoulent entre les rainures, sans subir aucun effort mécanique ce qui explique la faible efficacité de certains types de raffineurs [60].

Les fibres des pâtes chimiques subissent l'effet de deux grands types d'efforts de raffinage: (a) les forces de cisaillement, provoquées par le frottement, la torsion et les tensions entre les barres et/ou rainures du raffineur; (b) les contraintes, de tension ou de compression, provoquées par la flexion, le laminage, la torsion, l'écrasement, la traction et le frottement sur les amas de fibres placés entre les barres du raffineur. Pendant le raffinage des pâtes chimiques, l'organisation structurale de la paroi cellulaire de la fibre aboutit à un resserrement des couches les plus externes et à une contraction au niveau des sections transversales de la fibre. À cause des efforts, se produit l'élimination de la paroi primaire des fibres individuelles. L'élimination partielle de la paroi primaire, perméable mais de faible gonflement, permet la séparation de la couche S_1 et l'exposition de la paroi secondaire [41]. La concentration des efforts dans la paroi provoque la séparation de la couche S_2 qui est détachée sous forme d'une ou de plusieurs couches concentriques [63]. La création de nouvelles surfaces lors de la fibrillation est suivie de l'absorption de l'eau donc l'hydratation des fibres. L'eau active la rupture des liaisons hydrogène, plutôt que les liaisons covalentes, de type cellulose-cellulose qui sont remplacées par des liaisons cellulose-eau en donnant un effet plastifiant aux fibres [45]. L'hydratation des fibres provoque le gonflement et la souplesse des fibres [41].

La théorie SEL (*Specific Edge Load*), développée par *Wultsch* et *Flucher*, est la théorie la plus utilisée pour caractériser le raffinage des pâtes chimiques. Selon la théorie SEL, l'énergie appliquée aux bords des barres est plus critique que celle appliquée sur leur largeur. On suppose que toute l'énergie est transférée aux fibres au moment où les barres sont en contact. L'action de raffinage est la conséquence de la déformation provoquée par l'impact se produisant entre les barres opposées au moment où elles se touchent. L'action d'impact est directement relié à la vitesse de coupure des fibres. Néanmoins,

cette théorie ne prend pas en considération certains paramètres tels que les dimensions des barres du raffineur [64]. La théorie SEL est représentée par une relation entre la puissance du raffineur et la vitesse de ses disques, selon l'équation suivante [65]:

$$\text{SEL} = \frac{\text{Puissance net}}{(V_w/60) * Z_r Z_s * L} \quad (\text{W-sec/m}) \quad \text{Éq. 3.5}$$

V_w : vitesse angulaire, rpm; Z_r : nombre de barres du rotor, Z_s : nombre de barres du stator; L : longueur du bord d'une barre, m; W : watts.

Des valeurs élevées de SEL sont nécessaires pour l'obtention d'un effet de coupure des fibres. Des valeurs faibles de SEL sont plutôt nécessaires pour un effet important de fibrillation des fibres. Pour le raffinage de pâtes au sulfite, on applique une valeur faible de SEL à cause de la fragilité de la paroi cellulaire de leurs fibres. Au contraire, les pâtes kraft tolèrent des valeurs élevées de SEL. Quand la valeur SEL diminue, l'efficacité de transmission de l'énergie aux fibres diminue également [64]. Dans le raffinage de différentes espèces ligneuses, les fibres de conifères demandent des valeurs élevées de SEL, de 1,5 à 3,0 W-s/m, alors que les fibres de feuillus demandent des valeurs faibles, de 0,5 à 1,0 W-s/m [64]. Une variation de la formule SEL est représentée par la charge spécifique à la surface (SSL) qui lie la valeur SEL à l'aire des barres ($\text{SSL} = \text{SEL}/\text{largeur barre}$) ce qui permet d'estimer l'intensité d'impact sur les fibres pendant le raffinage [65].

Les résultats de l'action mécanique de raffinage peuvent être décrits par deux facteurs importants: par le nombre d'impacts appliqués par unité de masse de pâte (N) et par l'intensité de chaque impact (I). Au cours du raffinage, une valeur élevée de N et une valeur faible de I entraîne vers une fibrillation des fibres. Au contraire, une faible valeur de N et une valeur élevée de I entraîne la coupure des fibres. Également, la combinaison des facteurs N et I entraîne l'évaluation de l'énergie spécifique par unité de masse (E) représentée dans l'équation suivante :

$$E = N \times I \quad [3.6]$$

E : énergie/masse; N : nombre d'impacts/masse; I : énergie/impact.

Une représentation graphique des effets des valeurs N et I, à valeurs constantes de E, est montrée dans la figure 3.1* [66].

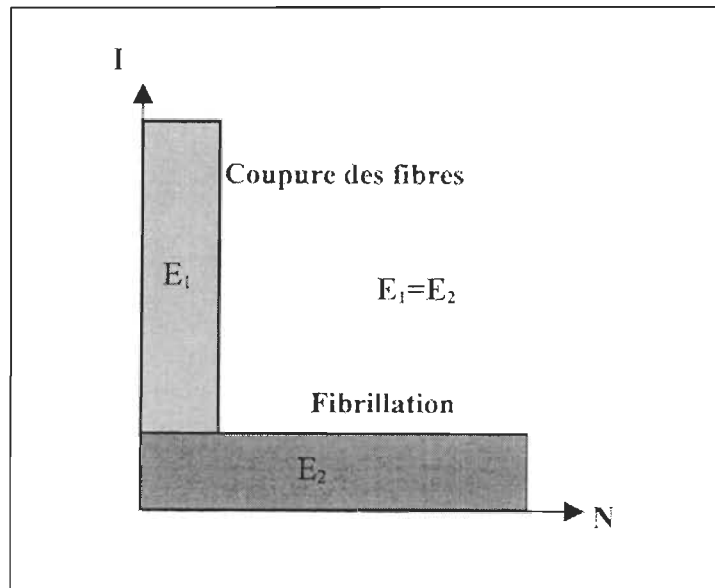


FIGURE 3.1: Effets de fibrillation et de coupure des fibres selon les valeurs N et I.

Un troisième facteur, le facteur \mathcal{C} , tient compte d'autres variables du raffinage des pâtes chimiques. L'équation du facteur \mathcal{C} comporte les valeurs de la puissance d'entrée du raffineur, du débit et de la consistance de la pâte ainsi que des caractéristiques des fibres et des dimensions des barres. Le facteur \mathcal{C} exprime la déformation cyclique d'une fibre au moment de la rencontre entre barres, où il existe des contacts fibre-barre [66]. Le facteur \mathcal{C} s'utilise pour caractériser le raffineur à disques et le raffineur conique, de type industriel, avec des barres égales et avec un écart faible entre eux. Également, le facteur \mathcal{C} peut être appliqué avec des raffineurs de laboratoire. Le facteur \mathcal{C} pour un raffineur à disques est calculé selon la formule suivante [59] :

$$\mathbb{C} = \frac{8 \pi^2 G D}{(L + D)} * \frac{\rho C_f l}{w} * n^3 * (1 + 2 \tan \Phi) * \omega * \frac{(R_e^3 - R_i^3)}{3} \quad (\text{sec}^{-1}) \quad \text{Éq. 3.7}$$

G et D, largeur et profondeur de rainure (m) respectivement; L, longueur du bord d'une barre; ρ densité de pâte 1000 kg/m³; C_f consistance de pâte (fraction); l longueur de fibre pondérée par le poids (m); w masse linéique de fibres (kg/m); n nombre de barres par unité de longueur d'arc (m⁻¹); ω vitesse angulaire (rev./s); (Φ) angle de barre du rayon; R_i et R_e : rayons, intérieur et extérieur, de la zone de raffinage (m).

La relation entre les valeurs de N, I et E avec la valeur du facteur \mathbb{C} est établie dans les équations suivantes [66]:

$$E = N * I = \frac{\mathbb{C}}{F} * \frac{P}{\mathbb{C}} \quad \text{Éq. 3.8}$$

P : puissance nette au raffineur; F : débit de masse qui traverse le raffineur

À partir de la valeur \mathbb{C} , on calcule les valeurs de l'intensité de raffinage, I. Dans le cas des raffineurs à disques, une valeur pour la rupture d'une réseau de fibres est 10⁻⁹ J/impact-fibre [59]. Pour les raffineurs de laboratoire, les valeurs de I se situent entre 10⁻⁷ et 10⁻⁶ J/impact/fibre. Ces dernières valeurs correspondent à une pile raffineuse PFI [67].

3.3 Types de raffineurs

L'accroissement de la production des pâtes mécaniques raffinées a entraîné la conception de raffineurs de différents modèles, dimensions et configurations. Les disques des modèles communs de raffineurs varient entre 127 à 178 cm de diamètre [22]. La puissance installée au moteur atteint des valeurs très élevées, jusqu'à 20000 kW, selon le type et la capacité du raffineur. La vitesse de rotation des moteurs varie généralement de 1200 à 2400 rev./min [51]. Il existe trois classes de raffineurs, selon les

types de disques. Dans le 1^{er} groupe, le raffineur est muni de deux disques (rotors) qui tournent en sens inverse. Dans le 2^e groupe, le raffineur est muni d'un disque fixe (stator) et un rotor. Un 3^e groupe, variation du 2^e groupe, correspond à un raffineur muni d'un rotor placé entre deux stators [22].

Le raffineur à deux rotors : les deux disques sont installés sur un arbre de transmission à porte-à-faux qui est actionné par un moteur tournant à 1200 rév/min. Entre les disques, la vitesse différentielle est 2400 rév/min. Les copeaux sont dirigés, sous pression, jusqu'à l'espace entre les disques, par un distributeur à double vis sans fin, coaxial. Des régulateurs de vitesse linéaire règlent l'écartement entre les disques [22]. La puissance maximale installée est de 15000 kW [23].

Le raffineur à un stator (raffineur à disque simple) : le rotor tourne à 1800 rév/min. L'admission des copeaux aussi est coaxiale, du côté du stator. Les caractéristiques des pâtes obtenues sont plus sensibles aux modifications de fonctionnement du raffineur. L'écart entre les disques est réglé au moyen d'un dispositif hydraulique ou d'un moteur à engrenage [22]. Le modèle CD-70 résulte d'une modification du raffineur à disques simple, avec deux zones de raffinage. Les copeaux arrivent à une zone de raffinage plate, classique, pour ensuite traverser une zone conique inclinée à 75 degrés par rapport à l'axe vertical. Le disque plat a un diamètre de 147 cm mais la surface active de raffinage est équivalente à 178 cm. Avec le raffineur CD-70, la pression dans la zone conique ralentit la vitesse de sortie de la pâte et favorisant une production supérieure à celle du raffineur à disques simple. La puissance installée est entre 16000 à 20000 kW [23].

Le raffineur à deux stators : le rotor placé entre les deux stators, est muni des barres sur ses deux faces; il y a donc deux chambres de raffinage. Ce modèle spécial permet un équilibre des forces qui agissent sur le rotor. L'alimentation en matériel s'effectuant de chaque côté permet d'utiliser une charge plus élevée dans le raffineur. La position et la charge dans les deux chambres sont réglées par action hydraulique [22]. Le raffineur à

deux stators est composé de disques de 152 cm et équipé d'un moteur de 16000 kW. La vitesse de fonctionnement est supérieure à 1200 rpm [23].

Les installations de raffinage permettent un, deux ou trois stades de raffinage en série. Cependant l'utilisation de 2 stades est l'option la plus généralisée parce qu'elle utilise moins d'énergie pour chaque raffineur, contrairement à l'opération à un seul stade. Il n'y a pas de différence dans la consommation de l'énergie spécifique, pour une qualité de pâte donnée, qu'il y ait un ou deux stades de raffinage. Les installations modernes de raffinage permettent d'appliquer 7 GJ/t en un seul stade. Les nouveaux modèles de raffineurs sont conçus aussi pour faciliter leur chargement ainsi que l'évacuation de la vapeur, notamment au deuxième stade. Dans le cas du raffinage à trois stades, la pâte est obtenue à faible indice d'égouttage et est utilisée pour les papiers spéciaux [51].

La géométrie des disques du raffineur est très importante, mais il n'existe pas un modèle unique pour tous les types du bois. Les disques de raffinage sont constitués d'un certain nombre de barres soudées et de canaux ou rainures au rotor et au stator. Les barres des disques servent à appliquer une pression sur les fibres, alors que les canaux sont les lieux où se déplacent les fibres, les fines, l'eau et la vapeur, vers la périphérie. Dans les rainures, également les fibres s'étendent une autre fois, reprennent de l'expansion puis circulent vers la zone de raffinage [23].

Généralement, les disques de raffinage se divisent en trois sections différentes:

- a) la zone interne du disque, avec des barres broyeuses et grosses, nécessaires pour la désintégration des copeaux;
- b) la zone de raffinage, section au milieu du disque, est la principale zone de raffinage;
- c) la zone de barres fines, située à la périphérie des disques, est constituée de barres fines.

Les grosses barres servent à déchiqueter les copeaux pour les transformer en petites particules et à guider le changement de direction, radiale et tangentielle, du matériel qui entre dans le raffineur [51]. La vitesse moyenne de déplacement est de 1,2 m/s. Cette section facilite aussi l'évacuation de la vapeur produite entre les plaques. Cependant dans le 2^e stade de raffinage, la section de grosses barres a peu d'importance et peut être absente des plaques [68]. La zone de raffinage des disques a des fonctions très importantes. C'est dans cette zone que s'appliquent les forces de frottement sur le matériel fibreux. Les fibres sont progressivement compressées au sens de leur longueur et l'augmentation de l'intensité du raffinage explique le développement des propriétés des fibres [42]. Dans la zone de barres fines s'effectue la majeure partie de la fibrillation. Le degré de fibrillation dépend principalement de la quantité d'énergie appliquée et du débit du matériel qui passe à travers la section [51]. Dans cette zone, les fibres se déplacent par les rainures et par les barres à une vitesse moyenne de 3,5 m/s [68]. Les disques de raffinage comportent aussi de barres transversales ou écluses. Ces barres permettent le retour des fibres dans la zone de raffinage et la réduction de la quantité de bûchettes. Cependant, la présence des écluses réduit l'aire disponible pour l'évacuation de l'eau ou de la vapeur donc le temps de séjour des fibres augmente dans le plan de raffinage [42].

La distribution des barres et des rainures dans les disques a un effet important sur le mode de déplacement des fibres et des fluides pendant le raffinage. Les modèles de disques sont conçus en vue de maximiser le taux de déplacement de la vapeur, sans produire d'effet contraire sur les forces appliquées sur les fibres. De plus, la surface du disque est effilé en périphérie afin de créer une diminution graduelle de l'écart au fur et à mesure que progresse le raffinage des fibres vers la périphérie. Toutes ces conditions impliquent la nécessité d'utiliser un modèle différent de disque pour chaque procédé. Par exemple, un modèle de disque utilisé pour le procédé RMP ne convient pas pour le procédé TMP et vice-versa. Également, le type de disques pour un procédé CMP ne

s'utilise pas pour un procédé TMP à cause de la faible pression spécifique à appliquer sur les fibres de la pâte TMP qui ont un différent comportement durant le raffinage. [23].

3.4 Raffinage des copeaux

Le processus de raffinage des copeaux se déroule normalement en deux stades. Au cours du raffinage, les fibres ne reçoivent pas un traitement égal étant donné que l'action mécanique cause un arrachement et un défibrage désordonné qui entraînent la fragmentation des éléments fibreux. Durant le 1^{er} stade de séparation des fibres, les copeaux sont réduits successivement en gros paquets de fibres ou de bûchettes puis en fibres longues, des fines et des rejets (voir la figure 3.2).

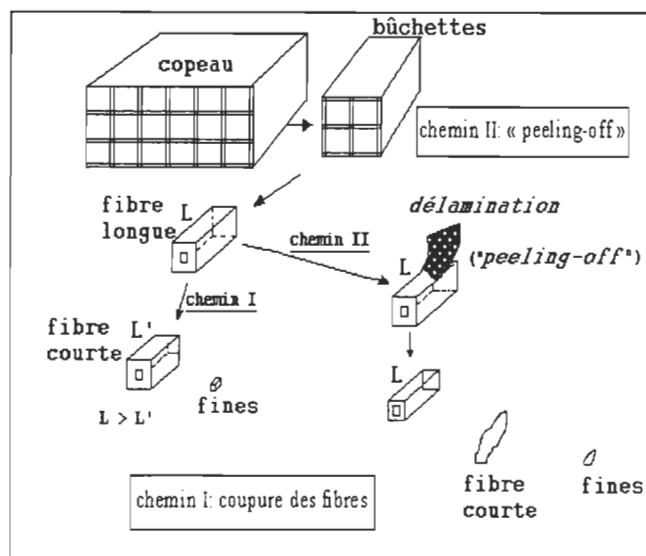


FIGURE 3.2: Schéma de conversion des copeaux par un procédé mécanique [69].

Pendant le 2^e stade, se constituent les propriétés des fibres séparées et se forment des fibres courtes et une autre quantité des fines. La distribution de l'énergie est très importante pour les propriétés de la pâte. La quantité d'énergie appliquée au 1^{er} stade a une grande influence sur la qualité de la pâte même si la demande d'énergie est plus faible que celle du 2^e stade. La plupart de l'énergie est dépensée au 2^e stade de raffinage pour le développement des caractéristiques papetières des fibres. Cependant, les effets des deux stades de raffinage des copeaux ne sont pas totalement différents et ils peuvent

se présenter ensemble dans le raffineur. À la fin du procédé, on retrouve quatre fractions importantes dans la pâte, selon la grosseur ou la taille des éléments: fibres longues, fibres courtes, fines et paquets de fibres ou bûchettes [69].

La façon dont les fibres se sont séparées est déterminée par la condition de la lignine à l'instant précédent la fracture. L'état initial de la lignine des copeaux est changé soit par les conditions de pression du raffinage soit pour les caractéristiques du prétraitement chimique. Quand la lignine est ramollie, la rigidité des copeaux et la force de rupture sont réduites. Cependant, il est difficile de mesurer exactement l'énergie nécessaire pour la séparation des fibres lors de la transition de copeau à bûchettes et à fibres individuelles [70].

Une estimation du point de séparation des fibres s'effectue au moyen de l'indice d'égouttage. La séparation des fibres à partir des copeaux se produit à une valeur approximative de 700 mL CSF. Le raffinage industriel des copeaux s'effectue sous deux conditions différentes de pression et, dans certains procédés, avec un prétraitement chimique [70].

Les deux types de raffinage selon les conditions de pression sont: (i) le raffinage à pression atmosphérique quand la pression d'entrée du matériel est celle de l'atmosphère; (ii) le raffinage sous pression quand le matériel est chargé à une pression plus élevée que celle de l'atmosphère [22].

3.4.1 Raffinage à pression atmosphérique

Pour ce raffinage, avant d'entrer au raffineur, les copeaux sont soumis à une pression mécanique élevée, dans une visse conique. La consistance d'entrée varie entre 16 à 25 %. Dans le raffineur, les copeaux entrent par le centre des disques, traversent l'espace entre eux et sortent par la périphérie, sous l'action des forces centrifuges. Les copeaux,

au moment de traverser les disques, sont obligés de passer par les zones des barres et des rainures, donc à subir le processus de raffinage [22].

Pendant le raffinage à pression atmosphérique, il y a trois phases de changement de la forme et de la structure du copeau jusqu'à la fibre, phases qui coïncident avec les sections des disques de raffinage [22]:

- a) dans la 1^{ère} section, le broyage des copeaux qui sont réduits en fragments de la grosseur d'une allumette;
- b) dans la 2^{ème} section, le défibrage au cours duquel les efforts agissent sur les fibres qui se séparent en éléments individuels;
- c) dans la 3^{ème} section, la fibrillation, pour le développement des propriétés papetières des fibres.

Selon les conditions dans lesquelles s'effectue le raffinage, les phases de la transformation des copeaux vers la pâte se recouvrent et peuvent se dérouler en un ou plusieurs stades de raffinage. Dans le cas le plus simple, le broyage, la séparation des fibres et l'obtention des propriétés ont lieu en un seul stade de raffinage. Cependant, on effectue généralement le raffinage atmosphérique en 2 stades: au 1^{er}, on broie et on défibre les copeaux dans le raffineur; au 2^e, on les fibrille dans un autre raffineur [22].

3.4.2 Raffinage sous pression

Ce traitement s'appuie sur le même principe que le raffinage à pression atmosphérique. Dans le traitement sous pression toutefois, les copeaux subissent un étuvage préalable à leur raffinage. L'étuvage des copeaux est un prétraitement à la vapeur appliqué durant quelques minutes, dans un réservoir d'étuvage horizontal ou vertical. À cause de la température d'étuvage, entre 120 à 130°C, la lignine est ramollit et la résistance des fibres à la compression diminue, ce qui permet la réduction de la rigidité des copeaux et

facilite leur passage dans la 1^{ère} zone des disques du raffineur. Ces effets favorisent la séparation des fibres avec un endommagement minime. Comme conséquence de l'étuvage, la pâte contient une fraction importante de fibres longues et une plus faible fraction de bûchettes [22].

Dans la zone de raffinage, une température haute entraîne le changement des propriétés mécaniques des copeaux, leur rigidité diminue mais il y a une diminution de la friction interne. Également, la haute température entraîne principalement la séparation des fibres au niveau de la lamelle mitoyenne de la fibre. C'est la raison pour laquelle, après le raffinage, les fibres entières sont couvertes encore par la lignine [71]. Une étude a démontré qu'à 110°C, il y a un maximum de friction interne des copeaux quand ceux-ci sont soumis à des fréquences de raffinage de 1 à 20 Hz. Quand la température de raffinage est moins élevée que celle d'étuvage, la séparation des fibres s'effectue principalement dans le sens longitudinal de la couche S_1 de la paroi secondaire, par conséquent, la surface des fibres est plus cellulosique [72]. Il est préférable donc de faire le raffinage des copeaux à une température plus basse que celle de la température d'étuvage. La pression de raffinage est semblable à celle de l'étuvage, et la consistance est plus élevée que 20 % [22].

De la chaleur et de la vapeur sont également générées lors du raffinage. Le système de raffinage pressurisé permet le contrôle sur le taux de décharge de la pâte et le temps de séjour à la température maximale. Aussi le système facilite la récupération de la vapeur. Bien que le raffinage sous pression possède comme avantage l'économie de vapeur, on en dépense plus dans un système de blanchiment pour compenser la blancheur plus faible obtenue par ce procédé [42].

Les variations au procédé TMP permettent une régulation de l'énergie appliquée aux stades de raffinage. Durant le 1^{er} stade pressurisé, s'applique une faible énergie par impact, environ $2,5 \times 10^{-4}$ GJ/t et un haut nombre d'impacts. Si on applique une haute énergie par impact, plus de 5×10^{-4} GJ/t, des dommages sont causés aux fibres. Au 2^e

stade, à pression atmosphérique, s'appliquent des faibles valeurs d'énergie par impact et de nombre élevé d'impacts de raffinage. Dans cette étude, au 1^{er} stade, l'énergie par impact affecte la qualité de la pâte seulement quand son niveau excède une valeur maximale [73]. Sur le tableau 3.1, on présente les effets sur la pâte TMP, d'épinette noire, obtenues à trois valeurs d'énergie par impact.

TABLEAU 3.1: Caractéristiques du procédé TMP à 3 niveaux d'énergie par impact. Énergie spécifique de raffinage: 1^e stade 4 GJ/t, et 2^e stade 10 GJ/t [73].

Caractéristiques		Niveau 1	Niveau 2	Niveau 3
1 ^{er} stade : consistance	(%)	22	17	12
Temps de séjour	(s)	5,3	2,6	1,5
Nombre d'impacts	(x 1000)	58	41	26
Énergie par impact	(GJ/t x 10 ⁻⁴)	2,6	3,6	5,3
2 ^e stade: temps de séjour	(s)	2,0	1,8	1,7
Nombre d'impacts	(x 1000)	40	36	32
Énergie par impact	(GJ/t x 10 ⁻⁴)	2,4	2,7	3,1
Indice d'égouttage CSF	(mL)	179	154	113
Indice de tension	(N-m/g)	43	46	48
Indice au déchirure	(mN.m ² /g)	10,0	10,3	9,4

En modifiant les valeurs des paramètres, dans un procédé TMP, on peut obtenir une réduction importante de l'énergie totale de raffinage. Les dommages des fibres diminuent avec l'augmentation de la vitesse de rotation des disques et l'application d'une faible énergie spécifique lors du 1^e stade. Ces deux conditions entraînent une faible énergie par impact [73].

3.4.3 Effet du prétraitement chimique

L'application de réactifs chimiques, pour le prétraitement des procédés chimico-mécaniques, dépend de la structure du bois et des caractéristiques désirées des pâtes. La

soude caustique est un des réactifs les plus utilisés parce que sa pénétration est rapide et uniforme. Cependant, le traitement alcalin est restreint aux essences feuillues. Les bois de conifères ont une concentration élevée de lignine dans la paroi cellulaire, par comparaison avec les bois de feuillus, ce qui limite son gonflement en milieu alcalin. Les propriétés des pâtes mécaniques sont aussi modifiées par des traitements d'oxydation avec le dioxyde de chlore, l'acide peracétique, l'ozone et par traitement de sulfonation. Au cours d'un traitement chimique, la structure du bois est ouverte et la lignine, qui est hydrophobe, devient de plus en plus hydrophile. L'application conventionnelle des traitements chimiques est préalable au raffinage. Cependant, le traitement chimique est également effectué au cours du raffinage, et ultérieurement sur la pâte raffinée, enfin, comme traitement d'une fraction spécifique des fibres tamisées de la pâte. Après le raffinage, les fibres présentent une meilleure flexibilité, ce qui contribue à améliorer la consolidation de la feuille, mais aux dépens de l'opacité. [74].

Le meilleur prétraitement chimique pour les conifères est la sulfonation. Dans ce traitement, on imprègne le matériel ligneux avec une solution de sulfite. La quantité du réactif est entre 1 à 20 % (bps), selon le procédé employé [74]. La sulfonation s'effectue sur les copeaux, sur la pâte raffinée ou semi-raffinée ou encore sur les rejets des pâtes mécaniques soit en phase liquide soit en phase vapeur [5]. Un degré de sulfonation de 1 à 2 % améliore la résistance de la pâte [75]. Pendant la sulfonation, le sulfite diffuse à l'intérieur de la paroi cellulaire des fibres. La sulfonation est favorisée par le déchiquetage, le préchauffage des copeaux, la pression, la température, la concentration du sulfite, le nombre de sites réactifs disponibles et le temps de réaction [5].

Les résultats du prétraitement chimique dépendent aussi de la morphologie de la fibre. La séparation des fibres pendant le raffinage commence dans la lamelle mitoyenne puis un effet partiel de détachement (*peeling-off*) se produit entre cette couche et la paroi secondaire. En ce qui concerne les conifères, les fibres de printemps sont séparées selon des mécanismes de division du long de l'axe fibrillaire et de coupure transversales sur la paroi des fibres alors que les fibres d'été sont séparées au niveau de la couche S_1 . Quand il s'agit du traitement de sulfonation, la coupure des fibres de printemps est réduite et les

fractures se présentent dans la lamelle mitoyenne et dans la couche S_1 . Les résultats obtenus démontrent que le traitement au sulfite agit principalement sur les fibres de printemps. Son effet le plus important est la préservation de la longueur moyenne des fibres [71]. À une valeur d'énergie spécifique constante, l'indice d'égouttage de la pâte sulfonée est plus élevé car ce traitement chimique protège la longueur des fibres et la quantité de fines est faible. En résumé, la sulfonation du bois améliore la résistance de la pâte, réduit le taux de débris et de bûchettes et augmente la densité de la feuille [5].

Les réactions de sulfonation se produisent surtout au niveau des groupes β -aryl éther de la lignine des fibres. L'introduction des groupes sulfoniques brise le réseau ramifié de la lignine et le rend hydrophile, en améliorant la flexibilité des fibres [5]. En raison de la concentration élevée de la lignine, le contenu des acides sulfoniques dans la lamelle est plus important que celui trouvé dans la paroi secondaire. La sulfonation affaiblit notablement la résistance de la paroi des fibres donc la compressibilité des fibres augmente, ce qui permet la réduction de l'écart entre les disques du raffineur [76]. À un pH initial de la liqueur entre 4 et 9,8, il y a un affaiblissement de la lamelle mitoyenne plus prononcé que celui de la paroi secondaire [77]. Avec le procédé CMP, sur l'épinette noire, le prétraitement chimique entraîne une compressibilité élevée du matelas de pâte et un amincissement des fibres au moment où elles traversent la zone de raffinage. Le prétraitement, cependant, n'influe pas sur le coefficient de friction entre les fibres et les disques [76].

Les copeaux sulfonés demandent un type de disques à barres plus larges et à rainures plus étroites. L'augmentation de la surface utile des disques permet l'utilisation d'une énergie élevée et la réduction de la valeur de pression spécifique sur les fibres. Une énergie élevée de raffinage, jusqu'à 12,6 GJ/t, peut être appliquée au cours d'un seul stade [42]. Les pâtes sulfonées à très haut rendement ont une consommation d'énergie de raffinage différente de celles des autres pâtes. Leur énergie spécifique est normalement plus basse que celle de la pâte non traitée, pour une même valeur de résistance [5].

3.5 Raffinage des rejets

Les pâtes mécaniques contiennent une proportion de fibres inacceptable, sous forme de bûchettes et de débris, qui provoque l'affaiblissement de la résistance et des problèmes de peluchage (*linting*) du papier. L'élimination des matières indésirables de la pâte s'effectue au moyen d'un système de traitements secondaires visant à améliorer la qualité de la pâte. Le système comprend: (a) le tamisage; (b) l'épuration; (c) le raffinage des rejets de tamisage. Ce système permet la récupération de la fraction fibreuse, impropre à la fabrication du papier, et sa conversion en fibres individuelles prêtes pour la fabrication. Les rejets des pâtes mécaniques sont différents selon le procédé. Les rejets des pâtes de meule sont hétérogènes alors que ceux des pâtes mécaniques obtenues en raffineurs à disques sont relativement uniformes. La quantité de rejets obtenus dépend du type du bois et de sa qualité, ainsi que des conditions de fabrication dans l'usine de pâte. Ces rejets peuvent constituer dans certains cas 35 à 40 % de la production [78].

Par le tamisage, on sépare les fibres selon leur longueur, leur largeur et leur flexibilité. Par l'épuration, on sépare le matériel en fonction de la surface spécifique, du volume et de la densité des particules. Les premiers rejets, en provenance des tamis à larges perforations, sont formés des bûchettes qui sont réduits en petites particules, convenant au raffinage [78]. Les rejets obtenus par tamisage contiennent surtout des fibres de la fraction R14, des fibres longues mal développées, un peu de fines de bonne qualité, et des débris probablement plus longs que les rejets des épurateurs [79]. Ces rejets sont épaissis et à nouveau passés dans un raffineur à disques où les fibres rigides, non fibrillées, sont traitées jusqu'à un certain degré de fibrillation où les particules fibreuses grossières sont réduites à des éléments plus petits. Les rejets raffinés retournent aux étapes du tamisage et de l'épuration. Les rejets obtenus de l'épuration présentent plus de fibres courtes et de fines de basse qualité. Leur raffinage requiert plus d'énergie spécifique que celle demandée par les rejets de tamisage, pour une certaine qualité du papier [78].

Le raffinage de rejets s'effectue à la pression atmosphérique. Cependant, les nouveaux systèmes utilisent le raffinage sous pression afin de récupérer de la vapeur. Le raffinage de rejets utilise, de plus en plus, deux stades, ce qui permet une application d'énergie de raffinage plus élevée, avec un écart plus grand des disques afin de faciliter l'évacuation de la vapeur [80]. Le raffinage de rejets s'effectue à consistance élevée (entre 20 à 30 %) ce qui permet la réduction du taux de bûchettes et favorise la fibrillation des fibres longues et l'augmentation de la résistance de la pâte. La demande d'énergie de raffinage est de 4,3 à 5 GJ/t [81]. Un traitement chimique appliqué aux rejets, de tamisage ou d'épuration, améliore la flexibilité et la compressibilité des fibres, ce qui favorise la résistance de la feuille humide et la résistance de tension du papier. Les techniques actuelles permettent la production, à partir de rejets, de pâtes ayant une résistance aussi élevées que celle de la pâte TMP [80].

3.6 Raffinage des pâtes mécaniques

Les pâtes à haut rendement ont besoin d'une haute énergie de raffinage afin de développer les fibres. Le terme développement des fibres s'applique aux changements de leurs caractéristiques intrinsèques ayant une grande importance pour les propriétés papetières de la pâte. Les caractéristiques intrinsèques des fibres sont: la longueur, la masse linéique, la largeur, la flexibilité, l'épaisseur de la paroi et le degré d'effondrement du lumen. Le raffinage, en ce qui a trait au développement des fibres, est la seule façon d'augmenter le potentiel de liaison des pâtes mécaniques. Le développement des fibres entraîne une fibrillation externe qui augmente la surface spécifique des fibres. Le mécanisme de développement des fibres commence avec la rupture des bûchettes, le détachement (*peeling-off*) qui implique l'élimination de la paroi primaire et de la couche S_1 de la paroi secondaire puis l'exposition de la couche S_2 . À cause du détachement il y a réduction de la masse linéique des fibres mais pas nécessairement diminution de leur longueur moyenne [69].

À partir du 2^e stade de raffinage, la masse linéique des fibres mécaniques est réduite à une faible valeur, analogue à celle des fibres de la pâte kraft, quand le niveau d'énergie

spécifique est très élevé. Durant le 2^e stade de raffinage des pâtes mécaniques, la masse linéique des fibres diminue avec l'augmentation de l'énergie spécifique. À une valeur constante de l'énergie, la masse linéique des fibres diminue par un traitement de raffinage à haute intensité qui est influencée par la vitesse des disques. Pour une même valeur de masse linéique, les fibres des pâtes TMP et RMP, raffinées à 1800 rpm, demandent une énergie inférieure de 25 % à celle demandée à 1200 rpm. La coupure des fibres des pâtes mécaniques se produit en général pendant le 1^{er} stade de raffinage. Pendant le 2^e stade, les fibres deviennent plus minces et l'effet de coupure est minimal. La présence de fibres courtes et de fines est cependant considérée comme un effet de la délamination. Lorsque les conditions de développement des fibres des pâtes RMP et TMP sont satisfaisantes, la valeur de la fraction de fibres longues (facteur L) se situe entre 45 à 55 % [69]. Voir la figure 3.3.

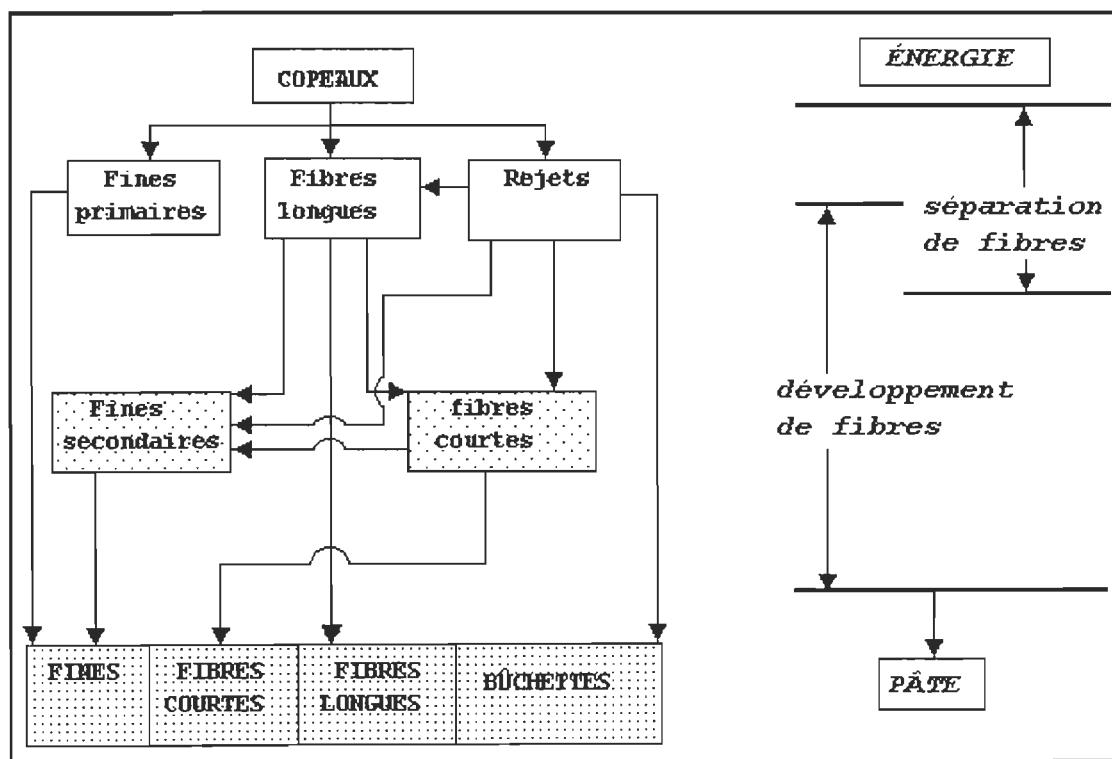


FIGURE 3.3: Mécanisme du développement des fibres pendant le raffinage [69].

Si les variables de raffinage, utilisées dans l'équation d'écoulement de la pâte, sont ajustées aux mêmes valeurs d'énergie spécifique (E), du nombre d'impacts (N) et de l'énergie par impact (I), alors la qualité de la pâte mécanique, du 2^e stade, sera indépendante du nombre de stades de raffinage. Si la valeur E reste constante, si N augmente et si I diminue, on obtient une pâte de bonne résistance. Cependant si la valeur I augmente, du fait de la vitesse élevée de raffinage, les taux de raccourcissement des fibres et de formation de fines augmentent, ce qui entraînent une diminution rapide de l'indice d'égouttage des pâtes mécaniques [82]. En conclusion, l'application d'une haute intensité de raffinage provoque la diminution de la teneur en bûchettes, la diminution de la fraction de fibres longues, la diminution de la masse linéique, l'augmentation de la flexibilité, l'augmentation de la délamination, la diminution de l'épaisseur et l'effondrement de la fibre sur elle-même [69].

La flexibilité des fibres augmente quand la masse linéique est faible et quand l'énergie spécifique de raffinage s'élève jusqu'à atteindre une valeur à partir de laquelle la flexibilité reste stable. La flexibilité élevée des fibres de la pâte TMP, par comparaison avec celle de la pâte RMP, est due à la diminution du module d'élasticité causée par la température élevée du traitement d'étuvage [69]. L'énergie nécessaire pour augmenter la flexibilité des fibres de pâtes mécaniques est d'environ 0,001 GJ/t. Cependant, l'énergie nécessaire pour le raffinage des pâtes mécaniques est parfois près de 7 GJ/t. Cette différence entre les deux valeurs indique qu'une faible quantité d'énergie est utilisée pour flexibiliser les fibres. Une quantité d'énergie plus élevée est dépensée pour les autres modifications des fibres telles que la coupure ou la fibrillation [83].

Au 2^e stade du raffinage d'une pâte TMP, les fibres forment des amas qui changent de forme, se déplacent tangentiellement sur la surface des disques et sont affectés quand ils traversent la zone de contact entre les barres du rotor. Quelques amas enfin restent coincés sur les bords des barres [84].

3.7 Raffinage des pâtes chimiques

Pour le raffinage des pâtes chimiques, on utilise trois types de raffineurs: le raffineur cylindrique (pile raffineuse), le raffineur conique et le raffineur à disques. Le raffineur cylindrique correspond à un appareil pour le battage et les deux autres types de raffineurs traitent la pâte en continu. Cependant, ces raffineurs ont le même effet principal sur les fibres des pâtes chimiques. Les différences dépendent des caractéristiques des raffineurs [43].

Les raffineurs à disques pour les pâtes chimiques sont les mêmes appareils que ceux qui sont utilisés pour le raffinage des pâtes mécaniques : leurs disques avec des barres fines donnent les meilleurs résultats de raffinage. Le traitement de la pâte s'effectue soit en série soit en parallèle. Les raffineurs coniques sont de deux modèles: les raffineurs à petit angle (*Jordan*) et les raffineurs à grand angle (*Clafin*). Leurs barres métalliques s'orientent dans le sens de la longueur, et sont placées en forme de cône sur le rotor. Les raffineurs à disques sont de développement plus récent et ils possèdent plus d'avantages. On peut y utiliser une pâte de consistance élevée. Ils ont une charge et une vitesse de rotation élevées, permettent la régulation facile de l'écart entre les disques et leur entretien est peu fréquent [41]. Selon les conditions de fonctionnement, la consommation d'énergie de raffinage des pâtes chimiques de conifères varie entre 0,3 à 0,4 GJ/t [64].

Pendant le raffinage, l'action des barres du raffineur est transmise aux fibres, à travers un film d'eau liée, et l'effort mécanique résulte d'un contact barre-fibre ou fibre-fibre. Les barres se recouvrent d'amas de fibres qui se forment par une action de compression-expulsion de l'eau. L'effort de compression est transmis à chaque fibre lors du passage entre les barres et à chaque passage, les fibres retrouvent leur volume initial en raison de leur élasticité. La succession de ces cycles compression – détente, comme une pulsation de pression, est la base de l'action de raffinage; la fréquence de ces cycles varie entre 1 000 à 20 000 fois par seconde [45].

Les effets du raffinage sur les fibres des pâtes chimiques sont classés en effets primaires et en effets secondaires. Les effets primaires sont liés aux différences entre fibres avant et après le traitement. Les effets les plus importants sont : la fibrillation interne, la fibrillation externe, la formation des fines et le raccourcissement des fibres. Les effets secondaires comprennent les changements qui influent sur les propriétés optiques, physiques et mécaniques de la feuille [48]. La fibrillation interne correspond à une délamination coaxiale de la paroi secondaire. Comme conséquence de la fibrillation interne, les fibres augmentent leur point de saturation. L'ampleur de la fibrillation interne est mesurée par l'imbibition par l'eau de la paroi de la fibre en fonction du temps de raffinage [48]. La fibrillation externe correspond à une délamination dans la structure interne de la paroi de la fibre. La fibrillation externe est produite par l'effort de cisaillement. La fibrillation externe peut être mesurée par l'indice d'égouttage ou par la surface spécifique de la fraction de fibre longue [50].

Les fines se forment comme conséquence du raccourcissement des fibres et à cause de l'abrasion produite entre elles ou contre les barres du raffineur. Normalement, les fines des pâtes chimiques correspondent à des fragments des couches P_1 et S_1 de la paroi fibrillaire, mais on trouve également des fragments de la couche S_2 , après un long temps de raffinage. Pour la pâte kraft, la couche S_1 reste intacte après un raffinage intense, alors que pour la pâte au sulfite, les couches S_1 et S_2 sont faciles à détacher, à cause de la dégradation des fibres produite par la cuisson acide [50].

Les autres effets du raffinage sur les fibres des pâtes chimiques sont les suivants: la formation de boucles, de nœuds, de plis et de micro-compressions dans la paroi cellulaire. La dissolution et l'entraînement du matériel colloïdal vers l'extérieur et la redistribution des hémicelluloses sont aussi des effets du raffinage [50]. La courbure de la fibre est mesurée par l'indice de boucle qui est un facteur de forme de la fibre. L'indice de boucle des fibres a une relation directe avec l'allongement de la feuille humide mais une relation inverse avec l'indice de tension du papier [50].

3.8 Raffinage à consistance élevée

La consistance est une variable importante dans le raffinage des pâtes mécaniques car elle détermine la qualité de la pâte obtenue, à une valeur constante d'énergie spécifique. Dans l'équation d'écoulement de la pâte dans le raffineur, la force centrifuge est proportionnelle à la masse humide de la pâte ou inversement proportionnelle à la consistance. La masse d'eau du milieu agit comme un agent d'expulsion du matériel, en augmentant la force de déplacement de la pâte vers l'extérieur. Quand la consistance augmente, la force de déplacement s'affaiblit et le temps de séjour des fibres augmente. Par conséquent, le nombre d'impacts de barres augmente, et, à une valeur constante d'énergie spécifique, la quantité d'énergie par impact diminue. La faible énergie d'impact, lors du raffinage à consistance élevée, explique la valeur élevée de la longueur de la fibre et la diminution de la fraction de fines. Ces effets entraînent une résistance importante à la déchirure, un indice d'égouttage élevé mais aussi la diminution de la résistance à la tension et du coefficient de dispersion de la lumière. Cependant, l'augmentation de la consistance de raffinage, donc la diminution de la force centrifuge, engendre une instabilité dans le raffineur. Dans les petits raffineurs, on a trouvé une consistance maximale de 17 %, à la vitesse de 1200 rpm. L'utilisation de disques de grand diamètre entraîne l'équilibre entre les forces de friction et la force centrifuge. La pressurisation du système augmente la vitesse de la vapeur et la vitesse de la pâte et entraîne aussi l'équilibre des forces [55]. Ces raisons expliquent l'utilisation des consistances élevées avec des raffineurs de grand diamètre et avec des procédés de raffinage à haute pression.

Une fraction maximale de fibres non cassées s'obtient par l'augmentation de la consistance de raffinage. Au 1^{er} stade de raffinage, l'augmentation de la consistance provoque l'élévation de la température dans le milieu de raffinage, ce qui permet d'obtenir une fraction importante de fibres entières. La consistance élevée réduit la consommation de l'énergie de raffinage [54].

La consistance élevée de raffinage augmente les interactions fibre–fibre ce qui favorise l’obtention d’une faible fraction de fibres coupées, l’augmentation de la souplesse et un degré élevé de fibrillation des fibres [51]. Un effet favorable de la consistance élevée, à un indice d’égouttage constant, est la diminution de la consommation d’énergie. Également, à une valeur constante d’énergie spécifique, il a une grande efficacité d’utilisation de la puissance disponible dans le raffineur. Dans certaines variantes du procédé TMP, la consistance utilisée au 1^{er} stade de raffinage, sous pression, est de 35 à 40 %. Au 2^e stade, à la pression atmosphérique, la consistance est de 18 à 25 %. Cependant, la consistance peut atteindre, au 1^e stade, des valeurs de 45 à 50 %, et, au 2^e stade, des valeurs de 40 à 45 %. Dans la pratique, une consistance élevée de raffinage provoque une difficulté d’alimentation du raffineur. La grande quantité de vapeur produite en raison de la consistance élevée de raffinage, empêche le libre déplacement de la pâte dans le raffineur [22].

Le contrôle de la consistance dans le raffineur aide à réguler l’intensité des forces appliquées et à contrôler l’efficacité de l’énergie de raffinage. La présence d’une grande masse de vapeur aide à la compression de la fibre malgré la quantité limitée d’eau dans le milieu. La variation de la consistance s’utilise pour le contrôle de la température et de la pression entre les disques lesquelles influent sur le degré de compression de la fibre [42]. À une consistance élevée de raffinage des pâtes mécaniques, se produit un fractionnement de la pâte dû aux vitesses relatives de la vapeur et de la pâte qui traversent les éléments du disque. Pour ces raisons, dans le raffinage à consistance élevée, l’eau, par force centrifuge, est séparée de la pâte, ce qui conduit à une accumulation des fines dans les rainures et des fibres longues et des bûchettes sur les barres, particulièrement à une consistance de 20-30%. Ces effets limitent le maintien d’une consistance élevée homogène qui est importante pour maintenir un haut coefficient de friction entre les fibres. L’accumulation des fines, entourées d’une importante quantité d’eau, entraîne une faible consistance dans les rainures [85].

L'état de latence est introduit par le raffinage à consistance élevée des pâtes mécaniques. La latence se développe à cause des contraintes s'exerçant sur des fibres compactées, ramollies par la haute température du milieu. Ces fibres se refroidissent rapidement au moment où la pâte est déchargée à l'extérieur du raffineur, dans les conditions atmosphériques. Les contraintes des fibres se manifestent alors sous forme de gondolage, de plis, de vrillage et d'agglomération de fibres et de fines au moment de la décharge. Le degré de latence des fibres est lié à la quantité d'énergie de raffinage appliquée. La latence se développe graduellement à partir du moment où les fibres absorbent l'énergie dans leur mouvement entre les barres dans la zone de raffinage. L'élimination de la latence permet le développement des propriétés papetières des pâtes mécaniques. Cette action s'obtient par l'application de forces de cisaillement afin de provoquer un haut frottement entre les fibres. Ces forces s'appliquent à faible consistance et à haute température [85].

Le raffinage des pâtes chimiques à consistance élevée, entre 15 à 40 %, permet également d'obtenir des bonnes propriétés de résistance dont la résistance à la déchirure. Ce type de raffinage entraîne aussi des interactions fibre-fibre avec des contraintes faibles sur les fibres individuelles. On obtient également une longueur moyenne élevée des fibres et une réduction de la quantité de fines [44]. Le raffinage des pâtes chimiques, à consistance élevée, entraînent la diminution de l'indice d'égouttage. Au cours du raffinage à consistance élevée et énergie spécifique constante, le nombre d'impacts augmente mais l'énergie par impact diminue. Ce raffinage à consistance élevée, doux, améliore le développement des propriétés des fibres, lesquelles, en l'absence de raccourcissement et de formation de fines, donnent un bas indice d'égouttage. Comme résultat, les fibres convenablement raffinées possèdent une haute résistance à la tension mais un faible coefficient de diffusion de la lumière [82].

Les autres caractéristiques des fibres de pâtes chimiques raffinées à consistance élevée, sont le gondolage, le vrillage et la formation de faux plis. Ces caractéristiques sont en relation avec la compression axiale des fibres et leurs valeurs augmentent avec la

consistance de raffinage et la haute température dans le raffineur. Cependant, les caractéristiques disparaissent presque complètement si la pâte raffinée à consistance élevée, est diluée jusqu'à une faible consistance, 1,5 %. L'élimination de la latence des pâtes chimiques est différente de celle de l'état de latence qui se développe dans les pâtes mécaniques raffinées à consistance élevée. En ce qui a trait aux pâtes chimiques, probablement, les frottements fibre–fibre à faible consistance impliquent des efforts de tension sur les fibres pliées. Les caractéristiques de pliage et gondolage sont considérées comme importantes pour le stade de feuille humide de la fabrication du papier et aussi sur l'extensibilité du papier d'emballage [44].

Il y a une remarquable analogie entre les manières par lesquelles les propriétés des pâtes chimiques et des pâtes mécaniques sont améliorées par le raffinage à consistance élevée, par comparaison avec le raffinage à faible consistance. Le raffinage à consistance élevée des pâtes mécaniques et celui des pâtes chimiques ont le même résultat sur la longueur moyenne des fibres et sur la production de fines. Cependant, le raffinage de pâtes mécaniques nécessite une quantité d'énergie plus importante que celle requise par les pâtes chimiques. Pour le raffinage des pâtes mécaniques, une grande partie de l'énergie se dissipe sous forme de vapeur dans la zone de raffinage [44].

3.9 Raffinage à faible consistance

Au cours du raffinage des pâtes mécaniques, à faible consistance, la force centrifuge et la vitesse de déplacement de la pâte augmentent en raison d'une importante masse humide. Par conséquent, le temps de séjour des fibres diminue, le nombre d'impacts qu'elles reçoivent diminue également, mais leur énergie par impact augmente. Également, le nombre d'impacts par seconde augmente mais à un taux plus faible que celui obtenu par l'augmentation de la vitesse de rotation des disques [73]. Le raffinage à faible consistance provoque le raccourcissement des fibres, à cause des contacts accrus fibre–barre dans le raffineur au lieu d'une séparation ou fibrillation des fibres [22].

Pendant le raffinage des pâtes chimiques à faible consistance, entre 2 à 6 %, les fibres forment des amas qui se brisent de façon continue à cause des efforts de cisaillement appliqués dans la zone de raffinage. Le diamètre des amas est grande, de 1 à 5 mm, en comparaison de l'écart entre les disques, de 0,05 à 0,15 mm. Cependant le grand espace des rainures permet le déplacement des amas par cette zone plutôt que par la zone entre les barres [86]. Des forces de grande amplitude sont appliquées sur les amas de fibres seulement dans l'espace étroit que constitue l'écart entre les barres. Pour un faible rapport écart entre les disques/diamètre des amas (E/D), l'effort de cisaillement est maximal, mais il dépend des espaces vides entre les fibres. Une étude démontre que l'effort de cisaillement augmente graduellement quand la relation E/D diminue. Pour une consistance de 6 à 7%, à une valeur E/D égale à 0,075, l'effort de cisaillement est nul. Cependant, à la valeur E/D égale à 0,025, l'effort de cisaillement est 10 N. À une consistance de 3 à 4% , quand E/D est égale à 0,035, l'effort est nul. Cependant, à la valeur E/D égale à 0,025, l'effort sur un amas est 5 N [87].

Au cours du raffinage à faible consistance, seulement une petite quantité de l'énergie appliquée, entre 0,1% à 3 %, est dépensée en efforts de tension sur les fibres. L'autre partie d'énergie est dépensée dans d'autres types d'effort et probablement, une grande partie est dissipée comme friction avec de l'eau. Ces conditions d'application de l'énergie entraînent un raffinage hétérogène de la pâte. Une partie des fibres ne montre aucun changement dans leur structure, en même temps que l'autre fraction des fibres change complètement de forme à cause des conditions rigoureuses de raffinage à faible consistance [87]. La consommation de l'énergie de raffinage, à faible consistance, est forte à cause de l'inefficacité d'application des efforts sur les fibres au moment où elles passent à travers la zone entre les barres du raffineur. L'énergie du raffinage est également dépensée dans le maintien d'une turbulence et comme énergie de pompage. Le raffineur normalement agit comme une pompe inefficace quand on utilise une consistance faible [86].

Dans la pratique, le raffinage des pâtes chimiques, à faible consistance, est mené à une faible énergie spécifique. Cette condition entraîne un raccourcissement minime des fibres malgré une énergie par impact élevée. Cependant le développement des fibres et la diminution de l'indice d'égouttage s'effectuent plus lentement dans le raffinage à faible consistance que ceux qui s'obtiennent à consistance élevée. Le raffinage des pâtes chimiques de conifères s'effectue à faible consistance, environ 4 %, afin que les fibres soient coupées doucement et que se développent les fibres rigides. Avec les pâtes de feuillus, la consistance appliquée est de 5-6 %, ce qui empêche une réduction de la longueur des fibres et favorise le contact fibre-fibre, donc la fibrillation [64]. Le raffinage à faible consistance est également utilisé pour le traitement des fibres recyclées. Lors d'une étude de raffinage de pâte désencrée, l'utilisation d'une faible consistance et l'application d'une énergie spécifique entre 0,25 à 0,37 GJ/t, a entraîné l'augmentation de la résistance à la tension. L'effet sur la dispersion de la lumière a été minimal [88].

3.10 Raffineurs de laboratoire

La raison principale du raffinage de laboratoire est l'évaluation des différents types de pâtes. Au laboratoire, l'utilisation des méthodes et de normes d'évaluation permet la comparaison entre deux pâtes raffinées. Généralement, le raffinage de laboratoire s'effectue soit pour obtenir une résistance maximale, soit à une valeur d'indice d'égouttage donné, soit pour obtenir des propriétés papetières particulières, soit pour simuler des conditions de raffinage industriel. Les deux premiers cas s'utilisent pour les travaux de recherche ou pour faire état de la qualité de la pâte [89]. La méthode de simulation du raffinage industriel est parfois utilisée pour fournir une base d'information sur la conduite du procédé quand les sources d'approvisionnement en pâte sont variables [90]. Cependant, la plupart des techniques de raffinage en laboratoire ont une action plus sélective que les raffineurs industriels et les résultats obtenus au laboratoire sont difficiles à reproduire en usine. Les raffineurs de laboratoire doivent être dotés de certaines qualités pour pouvoir fournir une bonne caractérisation des pâtes. Les

propriétés principales sont: (i) la reproductibilité des résultats à une valeur fixe d'énergie; (ii) la possibilité d'exercer une action variée sur les fibres et un équilibre entre les effets de raccourcissement, de frottement et d'écrasement, comparables à ceux des raffineurs industriels; (iii) la capacité de fonctionner dans les mêmes conditions que les raffineurs industriels; (iv) l'insensibilité aux petites variations d'opération [89].

TABLEAU 3.2 Caractéristiques de quelques raffineurs de laboratoire [89, 91].

Nom	v (L)	m (g)	C (%)	Design du stator	Design du rotor	Type de charge ou force
Abbe-Ball	2,1	90	4,3	Cylindre lisse	Sphère lisse	Force centrifuge
Pile Valley	2,1	90	1,57	Platine dans récipient ovale	Cylindre	Levier et poids sur platine
Waring-Blendor	0,8	12,5	1,57		Hélice	Agitation
Kollergang	3	90	3	Section en « V » annulaire	3 roues avec des rainures	Poids des roues
PFI	0,225	11-45	10	Cylindre lisse (rotor externe)	Cylindre avec des barres	Levier et poids sur rotor
Lampen	0,8	24	3	Sphère lisse	Boule lisse	Force centrifuge
Jokro	0,265	16	6	Cylindre rainuré	Cylindre avec des barres	Levier et poids sur rotor
Escher-Wyss	125	500	4	Carcasse conique avec des barres	Rotor conique avec des barres	Servomoteur

v : capacité en volume; m : capacité en masse de fibres; C : consistance.

Au laboratoire, on utilise des modèles de différents de raffineurs pour le raffinage des copeaux et pour le raffinage des pâtes. Les raffineurs de laboratoire pour les pâtes sont classés par le type d'effet sur la matière fibreuse. Des appareils tels que le raffineur *Jokro*, la pile *Pulmac-Kady* ou la pile PFI, agissent avec une importante force de friction au cours du raffinage. Un autre appareil, le moulin *Abbe-Ball*, agit par tapotement et frottement. Enfin, l'appareil *Kollergang* agit par écrasement, par coupure et frottement de la pâte. Les raffineurs de laboratoire sont classés aussi selon le type de barres ou d'élément de raffinage. La pile *Valley* a des barres fixées sur un cylindre qui tourne perpendiculairement au déplacement de la pâte. Le raffineur *Lampen* utilise une boule comme élément actif de raffinage [89]. D'autres raffineurs de laboratoire sont des reproductions en miniature des raffineurs industriels. Le raffineur *Bauer* est un raffineur

à disques miniature et le raffineur *Escher-Wyss* est un raffineur conique miniature [90]. Dans le tableau 3.2 sont présentées les caractéristiques de 8 raffineurs de laboratoire.

3.10.1 La pile raffineuse PFI

La pile raffineuse PFI est utilisée pour déterminer le comportement au raffinage des pâtes chimiques de feuillus ou de résineux. La pile raffineuse PFI, conçue en 1960 par l'Institut norvégien des pâtes et papiers, est communément utilisée pour des évaluations de laboratoire permettant de prédire le comportement de la pâte à papier à l'usine. Les pâtes commerciales sont habituellement fournies avec de l'information sur leurs caractéristiques physiques, obtenue par le raffinage d'échantillons de la pâte dans la pile PFI. Ces caractéristiques physiques sont reliées aux valeurs respectives de leur indice d'égouttage [92].

La pile raffineuse PFI fonctionne habituellement sous conditions normalisées. Ces conditions sont présentées dans la norme ACPP C7, et les normes analogues SCAN C24:67, TAPPI T248, ISO 5264/2 et APPITA P209.

Les éléments de raffinage de la pile raffineuse PFI sont: (i) un rotor externe ou récipient, de 250 mm de diamètre interne; (ii) un rotor interne, de 200 mm de diamètre, comportant 33 barres en position verticale, chacune ayant 50 mm de hauteur et 5 mm de largeur. Dans les conditions de la norme ACPP, le raffineur fonctionne à une vitesse de rotation de 1440 rpm pour le rotor interne et de 720 rpm pour le rotor externe, l'un et l'autre tournant dans la même direction. Le système de rotation comprend deux moteurs de 1,5 CV et 0,5 CV pour les rotors interne et externe, respectivement [93]. La masse de l'échantillon de la pâte à raffiner est 24 g selon la norme ACPP. Cependant, la pile PFI peut travailler avec des quantités de pâte de 11 à 45 g [94].

La quantité de pâte utilisée est placée sur la paroi interne du rotor externe. Au cours du raffinage, la pâte reste coincée à cause des forces centrifuges provoquées par la rotation

du rotor externe. Au début du raffinage avec la pile PFI, on applique une pression totale de 17 kg donc une pression spécifique de 6,8 kg/cm², au point de contact entre les rotors. Le raffinage de la pâte dans la pile raffineuse PFI se produit par l'action du mouvement et de la pression des barres du rotor interne sur la pâte coincée dans le rotor externe. Les barres soumettent les fibres à une déformation cyclique. La différence de vitesse entre les rotors et la surface rugueuse de la pâte influent sur l'action de raffinage. La force de cisaillement dans la zone de raffinage, de la pile PFI, est engendrée, produite par la vitesse différentielle linéaire qui est de 5,6 m/s dans les conditions normalisées [93]. Un schéma de la pile raffineuse PFI ainsi que celui de la disposition des rotors sont présentés dans les figures 3.4 et 3.5.

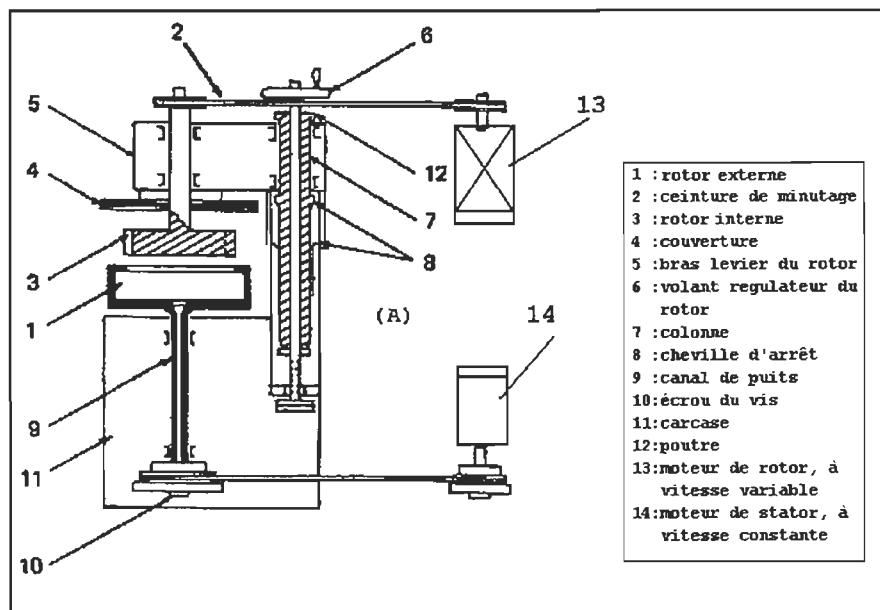


FIGURE 3.4: Schéma de la pile raffineuse PFI de laboratoire : coupe verticale [93].

La valeur de consistance du raffinage PFI est de 10 % dans les conditions fixées selon les normes. Cependant, à des valeurs de consistance entre 8 à 12 %, les résultats des évaluations, semble-t-il, ne montrent pas de grandes différences. Un avantage particulier de la pile PFI, est que cette dernière permet d'utiliser des valeurs élevées de consistance

de la pâte à raffiner. Des valeurs de consistance entre 3,3 à 20 % ont été utilisées lors d'une étude de pâtes chimiques [94].

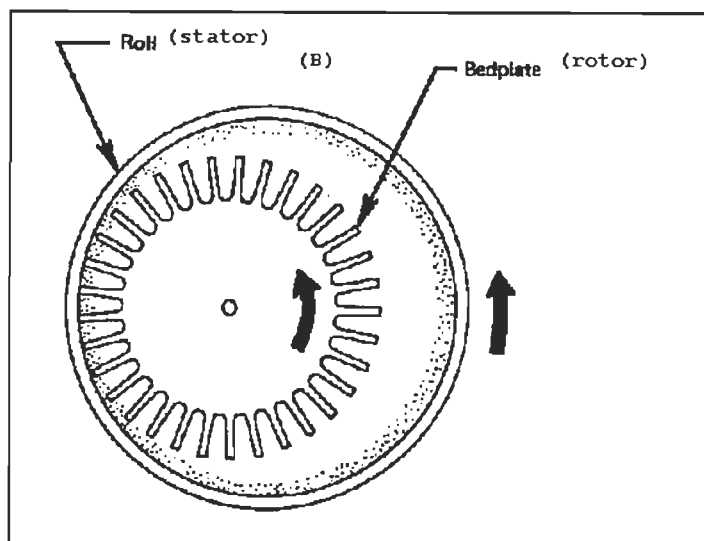


FIGURE 3.5: Éléments de la pile raffineuse PFI de laboratoire [93]

Au cours du raffinage PFI à 10 % de consistance, une partie des fibres se comportent comme des fibres agglomérées ou comme des amas. Dans ces conditions, seule une faible quantité de pâte reste coincée entre les rotors. Les fibres sont directement soumises aux efforts de cisaillement et de compression. Par ailleurs, les amas de fibres se défont en fonction du temps du raffinage PFI, et les fibres individuelles s'orientent dans la direction du mouvement des barres. Une étude de raffinage a déterminé que les fibres longues forment des amas plus grands que ceux des fibres courtes. Enfin, la stabilité des amas de fibres diminue avec le rendement de la pâte. Toutefois, les fibres des pâtes TMP et CTMP forment facilement des amas à cause du degré de fibrillation des fibres de ces pâtes. Quand la consistance de la pâte, dans la pile PFI, s'élève à une valeur de 20 %, le comportement des fibres est différent. Dans ce cas, l'agglomération n'est pas évidente et la capacité de déplacement des fibres est réduite quand elles traversent la zone du petit écart entre les rotors. Il est probable que les efforts de raffinage s'appliquent au réseau de fibres plutôt qu'aux fibres individuelles [95].

La pile raffineuse PFI a un comportement différent de celui d'autres raffineurs de laboratoire. L'action de raffinage de la pile raffineuse PFI est considérée comme élevée par comparaison à celle du raffineur à boule *Lampén* [89]. Cependant, l'action de la pile PFI est considérée comme faible en comparaison de celle qu'on obtient avec la pile *Pulmac-Kady*, qui fournit un effort de cisaillement très élevé pendant le raffinage [96]. Les actions de la pile PFI et du raffineur *Kollergang* sont semblables quand on réduit la pression de raffinage de ce dernier. La pression de raffinage dans la pile PFI équivaut à un dixième partie de celle qui est appliquée dans un raffineur industriel. Enfin, les efforts appliqués pendant le traitement de la pâte, dans la pile raffineuse PFI, sont faibles et ne représentent pas les efforts élevés appliqués dans les raffineurs industriels. [89].

Quatre variables d'opération de la pile PFI sont considérées comme importantes au cours du raffinage. Ces variables sont la consistance de la pâte, la charge au raffineur, l'écart entre les rotors et la vitesse relative. Les effets des variables de raffinage de la pile PFI ont été étudiées avec des pâtes kraft. Les résultats obtenus, pour les pâtes d'eucalyptus, indiquent que les propriétés de résistance sont fortement influencées par les variables de fonctionnement de la pile PFI. Le taux de raffinage augmente directement avec la vitesse différentielle entre les rotors. Les propriétés de résistance augmentent également avec les valeurs de consistance. Une combinaison de vitesse et consistance élevées sont favorables au taux de raffinage donc au développement des propriétés de résistance. En ce qui concerne l'écart entre les rotors, quand cette valeur augmente, le taux de raffinage dans la pile PFI diminue. Le taux de raffinage indique le nombre nécessaire de révolutions du rotor interne pour arriver à une valeur fixée de l'indice d'égouttage [94]. Dans une autre étude, on a évalué les effets des variables du raffinage PFI avec deux types de fibres: une fibre courte et une fibre longue. Les conclusions de cette étude indiquent que les effets de raffinage dans la pile PFI sont provoqués par la rapidité d'application des forces sur les fibres. L'effet sur les fibres est maximal quand les forces s'appliquent avec efficacité. Les conditions optimales s'obtiennent quand la consistance est égale ou supérieure à 10% et lorsqu'on applique la charge maximale à une vitesse

différentielle aussi maximale. Enfin, l'efficacité de la pile PFI augmente lorsqu'on diminue l'écart entre les rotors [97].

Normalement, la pile PFI est utilisée pour l'évaluation des pâtes chimiques et des pâtes semi-chimiques. Cependant, elle peut également être utilisée pour l'évaluation de pâtes mécaniques à haut rendement. Pour un 2^e stade de raffinage d'une pâte à la soude d'eucalyptus, l'utilisation de la pile raffineuse PFI permet le développement d'une résistance élevée. Il est probable que la pile PFI provoque moins de dommages sur les fibres et par conséquent la production de fines est faible. Pour le même niveau de résistance, cependant, l'énergie spécifique dépensée dans la pile PFI est supérieure à celle dépensée dans un raffineur à disques *Bauer* de laboratoire. Dans le cas des pâtes TMP et CTMP de *Pinus radiata*, la pile PFI développe une faible résistance à la tension. Une conclusion tirée de cette étude est que la pile raffineuse PFI n'est pas un bon appareil à utiliser comme raffineur secondaire des pâtes TMP et CTMP de fibres longues. Cependant, la pile PFI est extrêmement efficace pour l'évaluation d'une pâte à la soude de fibre courte [98]. Des résultats similaires ont été obtenus avec la pâte TMP d'épinette. Lorsqu'on utilise une faible pression linéaire de raffinage dans la pile PFI – 1,8 kg/cm – l'effet sur le développement des propriétés de résistance est minimal. Cependant lorsque la pression est à la valeur fixée par la norme 3,4 kg/cm, les propriétés de résistance se détériorent. Le 2^e stade de raffinage de pâtes mécaniques dans la pile PFI augmente probablement les dommages occasionnés aux fibres et diminue leur longueur. Ces résultats ont été comparés à ceux obtenus avec d'autres raffineurs tels que le raffineur *Bauer* ou l'appareil *Waring-Blendor* [99].

À cause de sa géométrie et des conditions de fonctionnement de la pile PFI, son utilisation ne peut pas être caractérisée de la même façon que celle du raffineur conique ou du raffineur à disques. La pile raffineuse PFI est un appareil unique. Cependant certaines conditions doivent être adoptées afin de caractériser et de comparer la pile PFI avec les autres raffineurs. Une étude de caractérisation de la pile PFI par le facteur *C* a permis d'établir des comparaisons avec les autres raffineurs. Au cours de cette étude, on

a défini la zone de raffinage et les variables du raffinage PFI qui interviennent pour le calcul du facteur \mathbb{C} [67]. Une formule simplifiée pour l'obtention du facteur \mathbb{C} , selon les conditions d'opération fournies par la norme, est présentée ci-dessous :

$$\mathbb{C} = 1,44 / (L_f * ML) \quad (s^{-1}) \quad \text{Éq. 3.9}$$

Donc, le calcul de l'énergie par impact (I) est :

$$I = (P * L_f * ML) / 1,44 \quad (J/\text{impact} - \text{fibre}) \quad \text{Éq. 3.10}$$

L_f : longueur de fibre (mm); ML : masse linéique de la fibre (mg/m); P : puissance nette de la pile PFI (W).

Le concept de facteur \mathbb{C} s'applique lors de l'étude de raffinage PFI d'une pâte kraft. On a démontré que la pile raffineuse PFI produit un nombre d'impacts plus élevés que le raffineur conique et le raffineur à disques. À une valeur constante d'énergie spécifique, le nombre d'impacts produits par la pile PFI est entre 40 à 400 fois plus élevés que celui d'un raffineur conique ou d'un raffineur à disques. L'énergie par impact ne représente que 1 à 15 % de celle utilisée par les autres raffineurs [67].

La valeur I nécessaire pour briser le réseau de fibres, dans les conditions de la norme du raffinage de la pile PFI, est estimée à 10^{-8} J/impact-fibre. La valeur minimale de cette énergie est 10^{-9} J/impact-fibre. La valeur maximale I pour la rupture de la fibre est 10^{-5} J/impact-fibre. Quand I dépasse cette valeur, les fibres peuvent se casser ce qui entraîne une diminution de la longueur moyenne de la fibre. Par conséquent, dans les conditions imposées par la norme, l'action de raffinage de la pile PFI sur la longueur de fibre d'une pâte chimique, est moins importante que celle du raffineur conique ou celle du raffineur à disques. D'ailleurs, pour obtenir les mêmes valeurs de résistance, l'énergie spécifique dépensée par la pile PFI est plus élevée que celle d'un raffineur conique ou d'un raffineur à disques [59].

L'essence à étudier pour la présente recherche, avec la pile raffineuse PFI, est le pin gris. La description de cette essence ainsi que son utilisation dans l'industrie des pâtes et papiers sont présentées au prochain chapitre.

CHAPITRE IV

LE PIN GRIS

4.1 Le pin gris : généralités

Le pin gris (*Pinus banksiana*) est un pin dur typique de la forêt boréale qui a une grande aire de répartition au Canada [100]. On le retrouve depuis la Nouvelle-Écosse jusqu'au nord de l'Alberta [101]. Le pin gris est l'arbre emblématique des Territoires du Nord-Ouest [35]. L'aire de distribution du pin gris s'étend aussi vers la région des Grands Lacs aux États-Unis [102]. Le volume du bois de pin gris est le 3^e plus important au Canada, après les épinettes et le sapin [103]. Il se comporte comme une importante espèce de régénération, pionnier dans la 1^{ère} étape de succession, surtout aux endroits qui ont souffert de l'exploitation forestière et des feux de forêt [104]. Le pin gris s'adapte à une zone de rusticité la plus rigoureuse où peu de plantes se sont adaptées [105]. Cet arbre est aussi d'une grande tolérance aux conditions difficiles de sols [102]. Sous des conditions de croissance favorables, le pin gris atteint entre 21 et 24 m de hauteur et entre 30 et 38 cm de diamètre [104]. Des études sylvicoles sur le pin gris ont mis en évidence sa rapide croissance initiale, moyenne de 6 m³/ha/année, ce qui lui donne une bonne capacité de reboisement [106]. On trouve le pin gris en peuplement pur ou en mélange avec d'autres essences comme l'épinette noire, l'épinette blanche, le sapin baumier, le bouleau à papier, le peuplier faux tremble, le peuplier baumier, le pin rouge et le mélèze laricin. On trouve aussi le pin gris en mélange avec le pin tordu (*P. contorta*) et dans leur aire de croissance, beaucoup d'arbres ont des caractéristiques hybrides [100]. Le pin gris, avec le pin tordu, représente 12 % du bois marchand de tout le Canada [103].

Le bois de pin gris est utilisé dans la construction générale, pour la production de traverses de chemin de fer et de poteaux. Jusqu'à un certain point, ce bois est utilisé dans l'industrie des pâtes. Le bois de pin gris est modérément dur et lourd et la texture est

plutôt irrégulière. Le duramen du pin gris est brun pâle et l'aubier est presque blanc. En ce qui concerne les propriétés mécaniques du bois, le pin gris est classé dans une catégorie moyenne. [101]. Certaines propriétés mécaniques du bois de pin gris, d'épinette et de sapin sont montrées au tableau 4.1.

TABLEAU 4.1: Propriétés mécaniques du bois de trois espèces [101]

Propriété (analyse sur le bois vert)	Pin gris	Épinette	Sapin
Densité relative	0,42	0,41	0,34
Module de rupture (MPa)	43	41	37
Module d'élasticité (MPa)	8100	9100	7800
Résistance au cisaillement (MPa)	5,7	5,5	4,7

Le bois de pin gris se sèche facilement. Dans des conditions qui favorisent la pourriture du bois, la résistance du pin gris est faible [101]. L'information sur la composition chimique du bois de pin gris, d'épinette et de sapin, est montrée au tableau 4.2. Selon cette information, la teneur de lignine du bois de pin gris est semblable à celles de l'épinette et du sapin. En ce qui concerne la cellulose, la teneur moyenne dans le pin gris est moins élevée que celles des deux autres essences. En ce qui a trait aux matières extractibles, le bois de pin gris contient des quantités de produits solubles dans les solvants organiques, plus élevées que celles de l'épinette et du sapin.

TABLEAU 4.2: Composition chimique du bois de trois espèces

Composant chimique	Pin gris ^a [107]	Pin gris [108]	Épinette noire [108]	Sapin baumier [108]
Cellulose (%)	41	43 – 48 ^b	47 – 52 ^b	49 ^b
Hémicelluloses (%)	30	30 ^a	26,7 ^a	27 ^a
Holocellulose (%)	71	62 – 68	72	70
Lignine (%)	29	27 – 30	27 – 28	28 – 31
Extractibles en alcool-benzène (%)	3,7	3,7 – 4,2	2,2	1,1 - 4,3
Extractibles d'éther éthylique (%)	2,3	2,3 – 4,3	1,0	0,2 - 1,8
Extractibles à l'eau chaude (%)	2,9	2,9 – 3,1	2,1-2,4	3,6 – 3,7
Solubles en NaOH (%)	11,2	11 – 16	12	13
Cendres (%)	0,3	0,2 – 0,3	0,3 – 0,4	0,2 - 0,5

^a analyse sur composition brute [107]; ^b α -cellulose

Les caractéristiques chimiques du pin gris, qui le différencient de l'épinette, sont la solubilité plus élevée dans l'alcool-benzène et dans l'éther et aussi le contenu faible en cendres. Une étude a démontré que le bois de cœur du pin gris contient des matières extractibles non résiniques : stilbènes (pinosylvine et éther monométhyle de pinosylvine) et flavonoïdes (pinocembrine et pinobanksine) [109].

Les valeurs des dimensions de fibres de trois espèces sont montrées au tableau 4.3. En ce qui concerne à la longueur des fibres du pin gris et celles de l'épinette noire et du sapin, les valeurs moyennes sont égales. Cependant, en ce qui concerne la largeur de fibre, c'est l'épinette qui a la valeur la plus faible. La paroi cellulaire des fibres du bois de pin gris est relativement épaisse [108], plus élevée que celle de l'épinette et du sapin. En ce qui concerne la masse linéique des fibres, la valeur moyenne la plus élevée est celle du pin gris.

TABLEAU 4.3: Dimensions de fibres du bois de 3 espèces

DIMENSION	Pin gris	Épinette	Sapin
Longueur moyenne de fibres ^a (mm)	3,5	3,5	3,5
Diamètre de fibre ^a (µm)	28-40	25-30	30-40
Facteur du poids de la fibre (kraft écrue) ^a	0,9	0,9	0,85
Épaisseur de la paroi (bois de printemps) ^d (µm)	2,5-2,9	2,2	2,0 ^e
Masse linéique des fibres de pâtes mécaniques ^b (mg/m)	0,30-0,40	0,29	0,31
Masse linéique fibres de pâte SGW ^{b, c} (mg/m)	0,39	0,35	0,29-0,32
Masse linéique fibres de pâte RMP ^{b, c} (mg/m)	0,21-0,26	0,16-0,17	0,21-0,26

^a [108]; ^b [110]; ^c mesure sur les fibres de la fraction Bauer R28; ^d [111]; ^e [112]

4.2 Le pin gris dans l'industrie des pâtes et papiers

Au Canada, le bois de pin gris est utilisé comme matière première dans l'industrie de la pâte à papier [100]. Le bois est facilement transformé dans le procédé chimique kraft [108]. Cependant, la diminution de la disponibilité des espèces, traditionnelles dans l'industrie papetière, comme l'épinette et le sapin, ainsi que la nécessité d'utiliser d'autres espèces ont commencé à contraindre l'utilisation du pin gris dans les usines de

pâtes [4]. L'industrie des pâtes et papiers se vout donc forcée d'utiliser des quantités de plus en plus importantes de pin gris. Il est donc inévitable que le pin gris devienne une source d'approvisionnement dans les usines de pâtes [113]. Dans les années soixante-dix, une étude a confirmé qu'un tiers des usines de pâte au Canada utilisaient déjà 10 % ou plus du bois de pin gris comme matière fibreuse. Cependant, l'utilisation de ce bois dans les usines a été involontaire étant donné que le pin gris se retrouve en mélange avec autres espèces papetières plus importantes dont l'épinette et le sapin. Les problèmes du pin gris envisagés par les papetiers sont déjà connus. Les propriétés de la pâte de pin gris sont inférieures lorsque comparées à celles de l'épinette et du sapin : faible en résistance et faible en blancheur. De plus, l'utilisation du pin gris occasionne des problèmes de formation de poix dans l'usine [114].

4.2.1 Le bois de pin gris aux procédés chimiques

Le bois de pin gris dans les procédés chimiques est facilement réduit en pâte et une quantité importante de ce bois y est utilisé. La pâte kraft de pin gris a une résistance variable mais assez proche de la résistance moyenne des autres pâtes kraft commerciales. Le rendement de pâte est également moyen. La pâte kraft de pin gris est utilisée pour la fabrication de papier d'emballage, de papier d'impression et de panneaux de fibres. Cette pâte de pin gris est régulièrement mélangée avec de la pâte de meule et autres pâtes pour une vaste gamme de produits. Par ailleurs, dans les procédés au sulfite, la présence de résines dans le bois de pin gris pose le problème d'un dépôt de poix sur la machine à papier. Cependant le procédé *Magnefite* donne une pâte de bonne qualité de même que le procédé chimique au sulfite à deux étapes [108].

4.2.2 Le bois de pin gris dans les procédés mécaniques

Les papetiers utilisent principalement les bois de résineux, particulièrement l'épinette et le sapin, pour la production de pâtes mécaniques. Le pin est sous-exploité au Québec à cause de ses caractéristiques particulières. L'utilisation du bois de pin entraîne les

problèmes de dépôts de résine. Aussi, les industriels tentent-ils d'en utiliser le moins possible. De plus, le bois du pin requiert plus d'énergie que celui de l'épinette pour produire des pâtes de même indice d'égouttage [51]. Cette information est confirmée par d'autres auteurs. Cette espèce génère une quantité importante de poix durant la fabrication du papier et utilise une énergie de raffinage de 40 à 50 % plus élevée que celle requise par l'épinette [108].

Les fibres de pin gris ont une paroi cellulaire épaisse et une rigidité accrue. Elles ont besoin d'une plus grande quantité d'énergie de raffinage pour obtenir le même niveau d'aplatissement des fibres que l'épinette [4]. Ce surplus d'énergie de raffinage est utilisée pour augmenter la fibrillation et la flexibilité des fibres du pin gris [111]. Cette énergie supplémentaire influe négativement la longueur moyenne des fibres tout en réduisant la résistance de la pâte [4].

Le bois de pin gris a un duramen très foncé et ses fibres possèdent un contenu en matières extractibles élevé. La présence de ces matières affecte aussi la blancheur et le potentiel de blanchiment de la pâte. Une étude a démontré que l'enlèvement des matières extractibles, du duramen de pin gris, améliore la réflexion de la lumière, dans l'étendue du spectre visible, donc l'augmentation de la blancheur de la pâte [115]. Une autre étude a suggéré que les stilbènes réagissent avec la lignine empêchant la sulfonation et la délignification ultérieure. Il est donc nécessaire pour l'utilisation du pin gris dans la fabrication du papier de trouver un traitement initial qui empêche la lignine de devenir insoluble pour la formation des complexes lignophénoliques [109]. Il est évident qu'il soit difficile d'utiliser avec satisfaction le bois de pin gris comme seule espèce dans les usines qui fabriquent les pâtes de raffinage.

Divers traitements chimiques ou biologiques sont appliqués aux copeaux et même aux pâtes. Ces traitements sont utilisés, en premier lieu, pour réduire la quantité de poix de la pâte de pin gris. Par exemple, l'utilisation du réactif sulfite-anthraquinone influe sur la réduction des matières extractibles dans la pâte [116]. L'élévation du pH de cuisson est

également favorable à la réduction des résines dans la pâte [117]. Également, l'utilisation du sulfite dans le lessiveur de prétraitement permet la sulfonation et la saponification des résines. Les lavages interstades sont aussi recommandés afin de réduire la quantité des matières extractibles [4]. Dans les traitements biologiques, l'utilisation de moisissures semble promise à un avenir intéressant en ce qui a trait à l'utilisation du pin gris pour la fabrication de pâtes mécaniques. La production commerciale de souches de moisissures permet une dégradation de la lignine des copeaux. Elle sera un facteur déterminant pour l'utilisation à grande échelle du pin gris dans l'avenir des procédés de mise en pâte mécanique [118].

4.2.2.1 Pâtes TMP de pin gris

La pâte TMP de pin gris est inférieure en qualité à celle de l'épinette noire. Le pin gris nécessite un surplus d'énergie d'environ 25 à 50 % pour atteindre le même indice d'égouttage que la pâte d'épinette noire. Ces résultats sont expliqués par l'épaisseur de la paroi cellulaire et la masse linéique plus élevées des fibres de pin gris [51]. À cause de la faible force de cisaillement entraînée par le prétraitement d'étuvage, le bois de pin gris est défibré facilement à l'interface de la paroi primaire et de la lamelle mitoyenne. Après le premier stade de raffinage, les pâtes TMP de pin gris sont composées de fibres plus rigides. Elles sont moins endommagées que celles de l'épinette noire, et donnent une pâte à indice d'égouttage plus élevé, avec une forte proportion de lignine à la surface des fibres. L'énergie du 2^e stade, nécessaire à la pâte TMP de pin gris pour atteindre une valeur fixée d'indice d'égouttage sert de plus à la fibrillation, à couper les fibres. Cet effet de coupure augmente donc la fraction de fines dans la pâte TMP de pin gris [111].

Dans le procédé TMP de pin gris, la qualité de la pâte est inversement proportionnelle aux conditions d'étuvage. La température élevée et le long temps d'étuvage augmentent l'énergie totale de raffinage, pour une valeur donnée d'indice d'égouttage. Les fibres obtenues à haute température d'étuvage sont plus longues et ont une résistance plus faible que celles obtenues à basse température d'étuvage. Ces effets sont provoqués par

le bas module de torsion et la diminution de la friction interne due à l'humectage des copeaux qui s'élève par effet de la température élevée de l'étuvage. La lignine de la lamelle mitoyenne du bois de pin gris est amollie en produisant une fibre facilement séparée et longue, mais non fibrillée, après le 1^{er} stade de raffinage. En raison de ces caractéristiques, on recommande de raffiner les copeaux de pin gris traités à des températures modérées d'étuvage. Dans ces conditions, on produit une grande quantité de fines, mais les fibres, soumises aux forces de compression et de cisaillement, deviennent plus fibrillées et plus flexibles. Ces effets sont hautement désirables à cause des caractéristiques initiales des fibres de pin gris. Les fines produites pendant le raffinage pourraient également améliorer la résistance ainsi que le coefficient de dispersion de la pâte TMP de pin gris [109].

4.2.2.2 Les pâtes CMP et CTMP de pin gris

Pendant le prétraitement chimique des copeaux de pin gris, certains paramètres d'application des produits chimiques agissent de façon favorable, comme le pH alcalin et l'utilisation de l'antraquinone. L'efficacité des réactions augmente avec l'alcalinité de la liqueur, mais elle s'accompagne d'une baisse du rendement de la pâte. Des valeurs de pH situés entre 7 à 8 sont considérés comme une échelle habituelle de pH pour renforcer la qualité de la pâte CMP de pin gris pour le papier journal [119]. Dans le procédé OPCO, l'effet combiné du sulfite et de l'antraquinone, pendant l'étape inter-stade de sulfonation réduit la quantité de résines. Cet effet fait baisser la quantité de poix dans la pâte OPCO de pin gris donc l'amélioration de la blancheur de la pâte. Également, la pâte obtenue a un faible potentiel propension au peluchage (*linting*) sur le papier[4].

La sulfonation des copeaux de pin gris augmente avec la charge de sulfite, jusqu'à un maximum de 10 % (bps), ainsi qu'avec le temps de rétention. En général, le degré de sulfonation des copeaux réduit leur module d'élasticité. La sulfonation facilite donc le raffinage, en donnant comme résultats des fibres de meilleure flexibilité et de bonne compressibilité. Comme résultat, on obtient une fibre longue de fibrillation élevée, ce

qui favorise les propriétés de résistance de la pâte de pin gris [120]. Pour une même valeur d'indice d'égouttage, la pâte CTMP présente des caractéristiques plus avantageuses que la pâte TMP [4]. Dans le procédé CTMP appliqué au pin gris, avec un prétraitement chimique à 2 % de sulfite, l'énergie est plus élevée de 15 % par rapport à celle demandée à 10% de sulfite. Cependant, le prétraitement de sulfonation et le raffinage ultérieur, sont insuffisants pour élever la résistance de la pâte du pin gris au même niveau que celui de l'épinette. Le raffinage nécessite une plus grande consommation d'énergie que celle de l'épinette noire, afin d'améliorer les propriétés de résistance. Cependant, on peut obtenir une résistance élevée de la pâte à haut rendement de pin gris, par le changement des conditions du prétraitement chimique. Avec les conditions de cuisson du procédé SCMP, les copeaux de pin gris sont traités avec une charge de 16 à 20 % de sulfite, pendant 30 à 45 minutes à 160°C. Comme résultat, le rendement du traitement diminue par effet de la cuisson, mais la résistance de la pâte est améliorée considérablement. Également, la demande en énergie de raffinage est inférieure à celle du procédé CTMP. Pour le pin gris, le choix d'un procédé chimico-mécanique dépend de la qualité désirée du produit final et d'autres facteurs à considérer dans l'usine de pâte, tels que les facteurs économiques et énergétiques [120]. En conclusion, les propriétés de la pâte raffinée de pin gris s'améliorent grâce à l'effet du prétraitement chimique appliqué au cours des procédés chimico-mécaniques.

À cause de la grande consommation d'énergie des pâtes TMP et CTMP de pin gris, il est préférable d'appliquer cette énergie à divers stades et à haute consistance de raffinage. Les valeurs optimales des conditions de raffinage permettent de préserver la longueur moyenne des fibres de la pâte de pin gris. On recommande un 2^e stade de raffinage sous pression, assurant ainsi une qualité finale constante de la pâte et la récupération de la chaleur, afin de baisser les coûts de production. De plus, à cause de la grande quantité de résines de pin gris, on recommande fortement le lavage entre les stades de raffinage [4].

Des caractéristiques papetières des pâtes de pin gris obtenues par différents procédés à haut rendement sont montrées au tableau 4.4. Des valeurs des caractéristiques des pâtes à haut rendement de l'épinette sont aussi présentées.

TABLEAU 4.4: Caractéristiques relatives aux pâtes à haut rendement de pin gris et d'épinette noire.

Procédé (espèce)	HSO ₃ mmol/kg	Propriété						
		Es	Ieg	IT	Iec	ID	s	Lf
		GJ/t	mL	N.m/g	kPa-m ² /g	mNm ² /g	m ² /kg	mm
Pin gris								
CTMP ^b	30	12,1	150	33	2,1	10,0	51	1,25
CTMP ^a	50	10,9	150	37	1,9	9,5	47	1,16
TMP ^b	-	10,7	150	31	1,9	9,0	56	1,06
TMP ^a	-	10,0	150	24	1,6	7,8	56	1,02
RMP ^d	-	8,8	150	20	1,25	7,5	58	
SCMP ^c	185-200*	4,9-6,7	350	41	1.6	11		
OPCO ^a	50	8,5	150	37	2,1	8,1	48	1,05
Épinette noire								
CTMP ^b	30	9,3	150	49	2,8	8,8	50	1,35
TMP ^a	-	9,1	150	38	2,6	9,6	57	1.23
TMP ^b	-	8,5	150	35	2,1	11,5	58	1,27

Es énergie spécifique; Ieg indice d'égouttage; IT indice de tension; IE indice d'éclatement; ID indice de déchirure; s coefficient de diffusion de lumière; Lf longueur moyenne de la fibre . Auteurs : ^a [4]; ^b [120]; ^c [11]; ^d [113]; (*) : valeurs estimées (11)

À partir de l'information bibliographique recueillie concernant les procédés de mise en pâte à haut rendement, le raffinage et le pin gris, dans le chapitre suivant vont être décrits l'énoncé du problème et les objectifs de cette étude.

CHAPITRE V

ÉNONCÉ DU PROBLÈME ET OBJECTIFS

5.1 Énoncé du problème

Les pâtes mécaniques de raffineur, obtenues à partir du bois, ont des avantages par rapport aux autres types de pâtes tels que la pâte mécanique de meule ou les pâtes semi-chimiques. Ces avantages permettent aux pâtes de raffineur d'avoir de multiples usages dans la fabrication des papiers et des cartons. Les procédés de mise en pâte de raffineur comportent généralement soit un prétraitement d'étuvage soit un prétraitement chimique, destiné à affaiblir la structure du bois, en facilitant la séparation des fibres pendant le 1^e stade de raffinage. Le développement des fibres s'obtient principalement au 2^e stade de raffinage. Au cours de ce stade, le degré de modification des fibres et les propriétés des pâtes raffinées dépendent de l'amplitude des efforts appliqués lors du raffinage. Ces efforts sont liés aux paramètres de l'action mécanique du raffinage, tels que le nombre d'impacts, l'intensité de raffinage et l'énergie spécifique de raffinage. Les types d'efforts appliqués au cours du raffinage sont variés; les plus importants sont l'effort de cisaillement et l'effort de compression.

Les valeurs des paramètres de l'action mécanique du raffinage sont également proportionnelles aux valeurs des variables du raffineur tels que l'écartement et la vitesse de rotation des disques. Ces deux variables, nommées **les variables actives**, ont une influence importante sur les effets du raffinage. Une autre variable telle que la consistance de la pâte influe également sur le raffinage des pâtes. La consistance est une **variable de contrôle** qui agit comme une variable active à cause de sa relation avec la masse d'eau de la pâte, donc avec la force centrifuge dans le raffineur. La vitesse, l'écartement et la consistance sont des variables importantes dans l'équation d'écoulement de la pâte dans le raffineur. Ces trois variables influent sur le temps de séjour de la pâte dans le raffineur, donc sur les paramètres de l'action mécanique du

raffinage. À un indice d'égouttage constant, les propriétés papetières d'une pâte mécanique et la consommation de l'énergie de raffinage dépendent des variables actives et de la consistance de raffinage.

Le comportement des fibres, au cours du raffinage, dépend de leurs caractéristiques intrinsèques: longueur, diamètre, masse linéique, épaisseur de la paroi, nature et répartition de leurs composants chimiques. Les paramètres du fonctionnement du raffineur et la qualité des pâtes raffinées dépendent donc des caractéristiques de la matière fibreuse utilisée. Le raffinage de pâtes mécaniques entraîne des effets sur les fibres dont les plus importants sont la coupure des fibres, la fibrillation et l'exposition de la couche S_2 . En ce qui concerne les fibres à paroi épaisse, lorsqu'elles passent entre les barres des disques du raffineur, elles réagissent avec une tension interne élevée contraire aux efforts appliqués. L'application d'une contrainte importante est nécessaire afin de vaincre la réaction de ces fibres. Cette contrainte s'obtient par une augmentation de l'énergie spécifique. Toutefois, la contrainte pour les fibres à paroi mince s'obtient à faible consommation d'énergie de raffinage. À un indice d'égouttage constant, les fibres à paroi épaisse demandent une énergie spécifique de raffinage plus élevée –entre 10 et 25 %– que celle demandée par les fibres à paroi mince.

Dans l'industrie des pâtes mécaniques de raffineur, l'utilisation des bois comportant une proportion élevée de fibres à paroi mince entraîne des avantages et a un effet positif sur l'économie du procédé et sur la qualité de la pâte. C'est une raison importante pour l'utilisation des bois de l'épinette noire et du sapin baumier dans l'industrie de pâtes mécaniques de raffineur au Canada. Le pin gris est une espèce forestière abondante au Canada. Toutefois, il y a une restriction à l'utilisation du bois de pin gris dans les usines de pâtes mécaniques. La paroi épaisse des fibres est une caractéristique de ce bois qui entraîne des problèmes pendant le processus de raffinage.

Deux types de pâtes mécaniques de raffineur, TMP et CTMP, présentent des avantages par rapport aux autres pâtes du même groupe. Ces avantages ont favorisé l'expansion d'usines de fabrication de pâtes TMP et CTMP, partout dans le monde. D'autres pâtes mécaniques de raffineur, telles que les pâtes OPCO ou SCMP, sont également de bonne qualité, mais leur procédé de fabrication présente des désavantages économiques et environnementaux ce qui en limite la production à l'échelle industrielle. Toutefois, dans la présente recherche, l'utilisation d'une pâte SCMP est désirable. Les fibres de ce type de pâte, de bois de pin gris, ont été obtenues à la fin du 1^{er} stade de raffinage avec une faible quantité d'énergie spécifique. Ces fibres séparées ont subi des modifications minimales. Cet état des fibres est favorable aux objectifs de cette étude.

Des études montrent que les effets des variables actives du raffinage, sur les fibres à paroi épaisse, des pâtes mécaniques, sont importantes. Une telle étude des variables de raffinage sur le bois de pin gris semble donc opportune dans le cadre du présent travail: en particulier, l'étude de l'influence des variables actives et de la consistance sur les fibres, déjà séparées, au cours du 2^e stade de raffinage. Les effets de raffinage sur les fibres sont également analysés.

La pile raffineuse PFI a été utilisée pour le 2^e stade de raffinage. L'utilisation de la pile PFI permet une vérification relativement aisée des valeurs de variables : l'écart entre les rotors et la consistance de raffinage. De plus, l'incorporation d'un moteur à vitesse variable permet une modification et une vérification faciles de la variable vitesse du rotor interne. Selon sa conception initiale, la pile raffineuse PFI s'utilise pour l'évaluation des pâtes chimiques et des pâtes semi-chimiques. Dans la présente étude, la pile PFI est utilisée comme 2^e stade du raffinage d'une pâte à haut rendement. Selon les publications consultées, il n'y a pas ou peu de similitude entre une pile de laboratoire PFI et un raffineur industriel. La géométrie des barres de la pile PFI ainsi que le mode discontinu du raffinage PFI constituent deux différences notoires entre ce raffineur et le raffineur industriel. Cependant, la mise en application des concepts intensité de

raffinage, nombre d'impacts et facteur C permettent d'établir une comparaison des effets du raffinage dans la pile PFI et dans les autres raffineurs. Certaines conditions ont été employées pour l'application de la théorie du facteur C afin de caractériser et de comparer la pile PFI avec les autres raffineurs.

5.2 Objectifs de la recherche

Les objectifs principaux de ce travail sont :

- a. Évaluer le comportement de trois variables de raffinage au cours du 2^e stade dans une pile raffineuse PFI. Les trois variables à évaluer sont : l'écart entre les rotors, la vitesse de rotation du rotor interne et la consistance de la pâte.
- b. Étudier les effets du raffinage PFI sur les fibres, à paroi épaisse, d'une pâte à haut rendement de pin gris (*Pinus banksiana* Lamb.). Décrire les modifications sur la paroi des fibres observées après le raffinage.
- c. Évaluer la relation entre les effets sur les fibres étudiées et les variables de raffinage utilisées.

5.3 Justification des objectifs

5.3.1 Étude des variables du raffinage de la pile PFI

Selon des recherches antérieures, l'écart entre les disques d'un raffineur, la vitesse de rotation des disques et la consistance de la pâte ont une influence importante sur les effets du raffinage. L'écart et la vitesse sont dites variables actives du raffinage. La

consistance de la pâte est une variable de contrôle, mais elle exerce également des effets importants sur les fibres [49]. La vitesse de rotation des disques est exprimée par une vitesse différentielle entre les disques. Il existe une relation directe entre cette vitesse et la force de cisaillement. Cette relation est démontrée dans une équation obtenue pour le raffineur de laboratoire *Voith*. L'équation a été obtenue par analogie avec la théorie de lubrification de *Raimondi* et *Boyd* [121]. Le principe de l'équation de la viscosité, d'*Otswald de Waele* [122] est utilisée comme modèle pour calculer la force de cisaillement appliquée aux fibres placées sur les barres du rotor d'un raffineur [86]:

$$F_c = \mu \times [(v_2 - v_1)/E] \quad (\text{N/m}^2) \quad \text{Éq. 5.1}$$

F_c : force de cisaillement sur la fibre; μ : viscosité de l'eau (N.s/m^2); $(v_2 - v_1)$: vitesse différentielle entre les disques (m/s); E : écart entre les disques (m).

Dans l'équation, la valeur de la force de cisaillement est reliée directement à la vitesse différentielle, mais elle est inversement proportionnelle à l'écart entre les disques. L'augmentation de la puissance nette s'obtient par l'élévation de la charge dans le raffineur en même temps qu'est réduit l'écart entre les disques. La valeur maximale de la pression de raffinage s'atteint quand l'écart entre le rotor et le stator est minimal.

En ce qui concerne la consistance, ses effets pendant le raffinage sont démontrés théoriquement par sa relation avec la masse d'eau dans la pâte et, donc avec la force centrifuge dans le raffineur. La consistance est également une des variables qui joue un rôle important dans l'équation d'écoulement de la pâte dans le raffineur [55]. Les autres variables à l'étude sont aussi impliquées dans l'équation d'écoulement. L'équation d'écoulement sert au calcul du temps de résidence de la pâte dans la zone de raffinage, ce qui influe sur les paramètres d'action mécanique du raffinage. Les paramètres tels que le nombre d'impacts et l'énergie par impact affectent directement le degré de fibrillation et la coupure des fibres au cours du raffinage [66].

L'avantage principal de l'utilisation d'une pile raffineuse PFI est le contrôle relativement aisé de deux variables : l'écart entre les rotors et la consistance de la pâte. Selon les caractéristiques de fonctionnement de la pile PFI, fixées par la norme, la vitesse de rotation des deux rotors est constante. Toutefois, l'incorporation d'un moteur à vitesse variable rend possible la modification de la vitesse du rotor interne, et donc, de la vitesse différentielle. Cette modification s'obtient par l'utilisation d'un moteur à vitesse variable de 2 CV, remplaçant le moteur d'origine de 1 CV. Dans ces conditions, l'effort de cisaillement peut être augmenté au point de devenir l'effort le plus important appliqué au cours du raffinage PFI. Pour évaluer la force de cisaillement, l'équation 5.1 peut s'appliquer à plusieurs types de raffineurs dont la pile raffineuse PFI.

La pile raffineuse est utilisée habituellement pour l'évaluation des pâtes chimiques. Cependant, son utilisation pour l'évaluation des pâtes mécaniques au 2^e stade de raffinage n'a pas été étudiée suffisamment. L'utilisation de la pile PFI présente des problèmes lorsqu'on raffine certains types de pâtes mécaniques de conifères [98, 99]. Cependant, le raffinage d'une pâte mécanique de conifère avec un degré élevé de sulfonation rend possible l'utilisation de la pile PFI. Par ailleurs, la pile raffineuse PFI, avec une géométrie de barres qui leur est propre, est un type de raffineur qui ne présente pas les caractéristiques d'un raffineur industriel. Cependant, la caractérisation de la pile PFI au moyen des paramètres d'action mécanique de raffinage rend possible une étude comparative. Les valeurs de l'intensité de raffinage et le nombre total d'impacts de la pile PFI peuvent être comparées avec ceux d'un raffineur industriel.

5.3.2 Utilisation de la pâte SCMP de pin gris : effets du raffinage PFI

Le procédé SCMP est un procédé à haut rendement où le degré de sulfonation de la lignine de la pâte est élevé [11]. Les fibres de la pâte SCMP du pin gris, de la fin du 1^{er} stade, conviennent particulièrement à notre étude en raison des propriétés morphologiques de ses fibres. Le prétraitement chimique que comporte le procédé

affaiblit la lamelle mitoyenne et facilite la séparation des fibres au cours du 1^{er} stade du raffinage. Cette affirmation, relative, est vérifiée quand l'indice d'égouttage de la pâte SCMP est égal ou supérieur à 700 ml CSF. L'état de ces fibres s'exprime aussi par les valeurs élevées de la fraction *Bauer McNett* R14 et du facteur L. On suppose que la plupart des fibres, obtenues à la fin du 1^{er} stade n'ont subi que des modifications minimales dans leur forme et leur structure. Pendant le 2^e stade de raffinage, les fibres de pin gris, à paroi épaisse, seront développées par l'action des efforts de raffinage appliqués. Étant donné que la pâte SCMP appartient au groupe des pâtes mécaniques à haut rendement de raffineur, les résultats tirés de cette étude serviront de référence pour l'évaluation des autres types de pâtes mécaniques de pin gris, en utilisant la pile PFI comme 2^e stade de raffinage.

La modification des variables de raffinage de la pile PFI, entraîne une modification de la structure et les dimensions des fibres du pin gris. Les principaux effets qu'on attend sur les fibres étudiées sont les suivants :

- La variation de la vitesse différentielle entre les rotors de la pile PFI, produit une modification de la force de cisaillement appliquée sur les fibres. En raison de l'application d'une force de cisaillement, les dimensions des fibres et la structure de leur paroi seront modifiées. Une force de cisaillement élevée entraînera la réduction de la longueur moyenne des fibres, la réduction de la masse linéique et l'augmentation de la quantité de fines. Cette force élevée entraînera également une augmentation du degré de fibrillation des fibres et donc l'obtention d'une pâte avec des propriétés de résistance élevées.
- La diminution de l'écart entre les rotors de la pile PFI donnera des résultats similaires à ceux obtenus par augmentation de la vitesse entre les rotors.

- La modification de la consistance entraînera aussi des modifications importantes des caractéristiques des fibres raffinées dans la pile PFI. L'utilisation d'une consistance élevée de la pâte dans la pile favorisera les contacts fibre–fibre plutôt que les contacts fibre–barre. Par conséquent, à une consistance élevée de raffinage, l'effet de fibrillation sera plus important que l'effet de coupure des fibres. Au contraire, l'effet de coupure sera plus important lorsqu'on utilise une faible consistance de raffinage.
- Les interactions entre les variables du raffinage PFI produiront également des effets sur les fibres.

5.3.3 Approche de modélisation des effets sur les fibres en fonction des variables de raffinage.

Les résultats obtenus sur les fibres de la pâte SCMP de pin gris seront décrits en fonction des variables de raffinage étudiées. Une évaluation statistique permettra la validation des relations entre les effets du raffinage et les variables de la pile PFI. La confirmation de ces relations permettra d'établir une approche de modélisation des effets sur les fibres étudiées en fonction des variables de raffinage utilisées. Aucune modélisation n'a encore été effectuée pour caractériser le raffinage, dans une pile PFI, d'une pâte à haut rendement du bois de pin gris. Les résultats de cette étude et la modélisation serviront pour l'étude des autres type de pâtes mécaniques visant à l'utilisation de la pile raffineuse PFI pour le 2^e stade de raffinage.

La description de la méthodologie expérimentale choisie pour cette recherche, en fonction des objectifs, fera l'objet du chapitre suivant.

CHAPITRE VI

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

6.1 Collecte des copeaux

Les copeaux de pin gris, utilisés pour la présente étude ont été recueillis en mai 1997, à la scierie Crête, St-Séverin, province de Québec, Canada. Les copeaux ont été emballés dans des sacs de plastique et immédiatement envoyés au Centre de recherche en pâtes et papiers de l'Université du Québec à Trois-Rivières (CRPP-UQTR).

Les copeaux recueillis sont passés dans un classeur à disques du type *Rader* modèle 2215, avec sélection de la fraction de 2 à 4 mm d'épaisseur, pour l'étude. Cette dimension se comporte comme une variable critique des copeaux à cause de la faible vitesse de pénétration de la liqueur, dans la direction transversale, dans les traitements au sulfite à un pH entre 4,3 et 9,7 [123]. Du total de 161 kg de copeaux classés, à 45 % d'humidité, on a obtenu 49 kg de la fraction de 2 à 4 mm d'épaisseur. La valeur de l'humidité des copeaux classés –H %– s'obtient par l'application de la formule suivante :

$$H \% = [(Ph - Ps) / Ph] * 100 \quad \text{Éq. 6.1}$$

Ph : poids humide de l'échantillon (50g); Ps : poids de l'échantillon, séché dans un four à 105°C, jusqu'à poids constant.

6.2 Traitement chimique au sulfite dans un lessiveur

Les copeaux de pin gris ont subi le prétraitement chimique qui comporte le procédé SCMP, dans un lessiveur de laboratoire (*M/K System*) avec une pompe de recirculation

de la liqueur et un échangeur de chaleur externe. Les conditions de cuisson dans le lessiveur sont présentées au tableau 6.1. On a soumis tous les échantillons de copeaux aux mêmes conditions de cuisson. La courbe de variation de la température en fonction du temps de séjour est montrée dans la figure 6.1.

TABLEAU 6.1: Conditions du prétraitement , dans le lessiveur, du procédé SCMP

Conditions du prétraitement dans le lessiveur	Valeurs dans cette étude	Étendue des valeurs [11]
Concentration du sulfite dans la liqueur (g/L)	50	50 – 80
Rapport volume liqueur/poids de bois	6/1	
Température maximale de cuisson (°C)	160	130 – 160
Temps de séjour à température maximale (min.)	45	20 – 60
Masse du bois* –base poids sec– (g)	700	
Nombre total de cuissons effectuées	24	

(*) la masse du bois inclut 50 g destinés au calcul du rendement de la cuisson.

Des conditions de cuisson déterminent la solubilisation et l'importance de la perte des composants du bois. Le prétraitement chimique influe sur le rendement de cuisson : les valeurs espérées sont entre 85 à 92 %. L'autre résultat espéré du traitement est le haut degré de sulfonation de la lignine [11].

Le rendement de chaque cuisson –r %– a été déterminé sur un échantillon de copeaux de 50 g –base poids sec– introduit dans un petit panier dans le centre du lessiveur. Après la cuisson, l'échantillon est désintégré dans un mélangeur et lavé par filtrage. Ensuite, l'échantillon est placé dans un four à 105°C, jusqu'à l'obtention d'un poids sec –ps– constant. La formule appliquée pour le rendement est :

$$r \% = (ps / 50) * 100 \quad \text{Éq. 6.2}$$

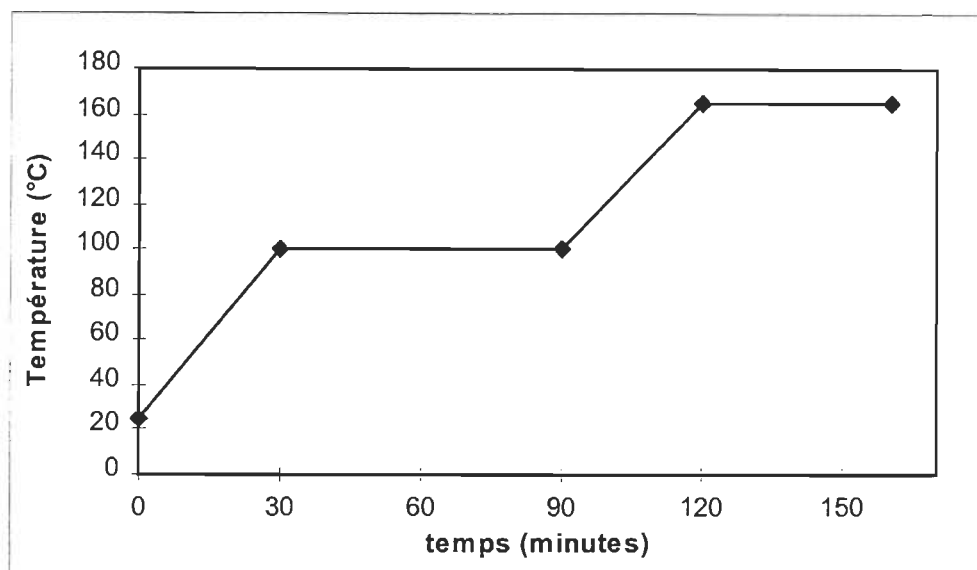


FIGURE 6.1: Variation de la température en fonction du temps pendant le prétraitement chimique au sulfite du bois de pin gris.

Le rendement de cuisson moyen est de 82 %. Ce rendement élevé du prétraitement chimique indique que les conditions de cuisson des copeaux ont été satisfaisantes. Le prétraitement donne une sulfonation élevée de la lignine : 208 mmol de sulfonates par kg de pâte. Après chaque cuisson, les copeaux traités ont été lavés à l'eau chaude suivie de l'eau froide et puis mis dans un sac de plastique. On a fait un mélange homogène de tous les copeaux des 24 cuissons, et on les a acheminés vers l'étape suivante, le 1^{er} stade de raffinage.

6.3 Premier stade de raffinage des copeaux : séparation des fibres

Le mélange de copeaux passe le 1^{er} stade de raffinage, sous pression atmosphérique, dans l'espace séparant les disques d'un raffineur de modèle *Sunds Defibrator* CD300, installé au CRPP-UQTR. Les disques utilisés sont du type R3809, pour le rotor, et R3801 pour le stator. Chaque disque, de 300 mm de diamètre, a une zone de barres

grosses, de 50 mm de largeur, et une zone de raffinage, de 40 mm de largeur. Le dessin des barres et rainures dans la zone de raffinage des disques plats est le même pour les disques coniques : largeur de barre 1,5 mm, profondeur de rainure 2,0 mm et espace entre barres 2,0 mm. Le 1^{er} stade de raffinage s'est fait sous pression atmosphérique. Les premiers essais de raffinage ont permis d'établir, pour ce 1^{er} stade, la valeur de l'écart entre les disques et de la consistance à la sortie du raffineur, permettant d'obtenir un indice d'égouttage de la pâte se situant entre 700 à 750 ml CSF. Les conditions du raffinage sont présentées dans le tableau 6.2.

Au cours du 1^{er} stade de raffinage, on a pris quatre échantillons à la sortie du raffineur, afin de déterminer la consistance, le taux de production et l'indice d'égouttage de la pâte, ainsi que la consommation d'énergie spécifique. Le temps entre chaque prélèvement d'échantillon est de 5 minutes. D'abord, chaque échantillon, correspondant à une minute de production au raffineur, est désintégrée à l'eau chaude, selon la norme ACPP C.8P (méthode *Domtar*). La consistance est mesurée selon la norme ACPP D.16, puis l'indice d'égouttage, est déterminé selon la norme ACPP C.1.

TABLEAU 6.2: Paramètres de fonctionnement dans le raffineur Sunds Defibrator CD-300

Paramètre	Unité	Valeur
Écart entre les disques plats du raffineur	mm	0,6
Écart entre les disques coniques du raffineur	mm	0,6
Consistance à la sortie du raffineur	%	12 – 13
Consistance moyenne dans la zone de raffinage *	%	14
Puissance nette au moteur du raffineur	kW	14 – 16
Énergie par 1 minute d'échantillonnage	kWh	0,23 – 0,27
Taux de production moyen (base poids sec)	kg/min.	0,65
Énergie spécifique du 1 ^{er} stade de raffinage	GJ/t	1,31 – 1,45
Nombre d'impacts des disques plats* (N)	s ⁻¹	1043
Nombre d'impacts des disques coniques* (N')	s ⁻¹	659
Intensité du raffinage des disques plats* (I)	(GJ/t/impact)	8,63 x 10 ⁻⁴
Intensité du raffinage des disques coniques* (I')	(GJ/t/impact)	7,26 x 10 ⁻⁴
Indice d'égouttage CSF	mL	725-735

*Valeurs estimées selon la méthode du calcul d'intensité au raffineur *Sunds Defibrator CD-300* [124]

Au moment de prélever chaque échantillon à la sortie du raffineur, on a enregistré les valeurs de puissance du raffineur. Puis, selon l'information de la feuille d'enregistrement de consommation de l'énergie, on fait les calculs suivants :

$$\text{Puissance nette} \quad P_n = P_{ac} - P_{sc} \quad (\text{kW}) \quad \text{Éq. 6.3}$$

$$\text{Énergie, par min.} \quad e = P_n * (1/60) \quad (\text{kWh}) \quad \text{Éq. 6.4}$$

$$\text{Énergie spécifique} \quad e_{sp} = (e / pp_s) * (3,6 * 10^{-3}) \quad (\text{GJ/t}) \quad \text{Éq. 6.5}$$

P_n : puissance nette; P_{ac} : puissance avec charge; P_{sc} : puissance sans charge; e : énergie de raffinage; e_{sp} : énergie spécifique; pp_s : production de pâte, base sèche, par 1 minute

L'indice d'égouttage moyen de la pâte fut de 730 ml CSF. Cette valeur est supérieure à celle qui indique une séparation des fibres après le 1^{er} stade de raffinage [70]. La fraction, *Bauer McNett*, de fibres longues (facteur L) de la pâte du 1^{er} stade représente 91,1 % et la valeur des bûchettes *Pulmac* (0,006 po.) est 6 %. La valeur moyenne de l'énergie spécifique correspondant au 1^{er} stade de raffinage est 1,38 GJ/t (383 kWh/t) . Cette valeur représente moins du tiers de l'énergie spécifique totale demandée par une pâte SCMP d'épinette, tableau 2.4.

Après le 1^{er} stade de raffinage, la pâte est lavée, mise dans des sacs de plastique et conservée au froid afin d'éviter des réactions postérieures. Le poids de la pâte humide est d'environ 43 kg et la valeur de siccité de la pâte humide est 22%. Les conditions de mesure de la siccité de la pâte sont déterminées par la norme TAPPI T 210 cm-86.

6.4 Deuxième stade de raffinage

Le 2^e stade du raffinage de la pâte SCMP s'effectue dans une pile raffineuse PFI. Les variables de raffinage choisies sont : la consistance de la pâte, l'écart minimal entre les

barres du rotor interne et la paroi interne du rotor externe, et la vitesse de rotation du rotor interne. L'importance de ces variables est décrite aux points 5.1 et 5.3, du chapitre précédent. Un schéma du traitement de la pâte au raffineur et des analyses effectuées sur les pâtes est présenté dans la figure 6.2.

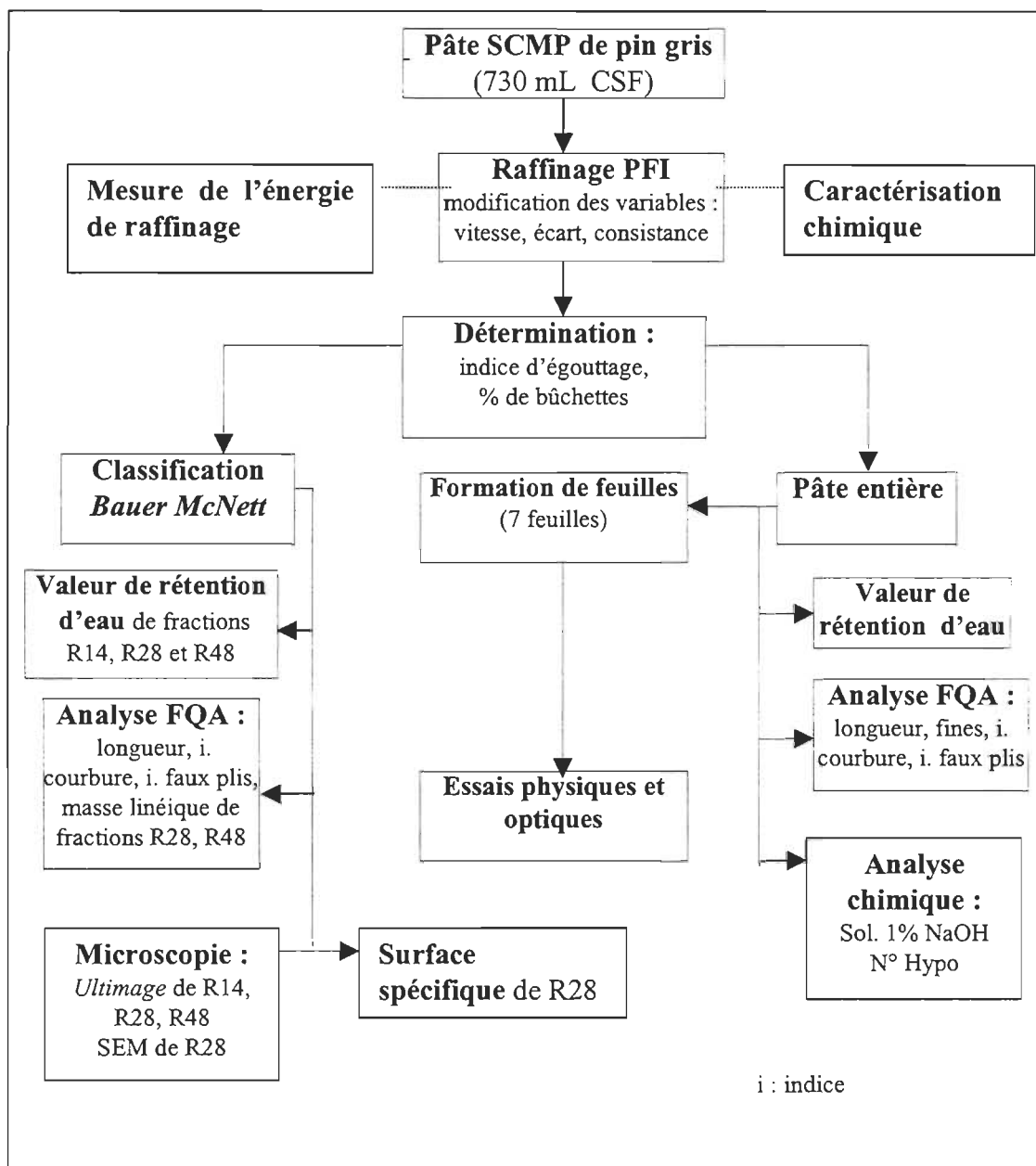


FIGURE 6.2 : Schéma du 2^e stade de raffinage et caractérisation de la pâte

6.4.1 Conditions d'utilisation de la pile raffineuse PFI

Les conditions de travail dans la pile raffineuse PFI, constantes au cours de cette étude, sont celles de la norme ACPP C.7 :

- Masse de pâte à raffiner (base poids sec) 24 g
- Vitesse de rotation du rotor externe 720 rpm
- Pression sur la barre du rotor interne 3,4 kg/cm

Des essais préliminaires de raffinage, effectués dans les conditions de la norme ACPP C.7, indiquent que le nombre total moyen de révolutions au rotor interne est 25 000. Cette valeur a été fixée afin d'obtenir un indice d'égouttage probable entre 400 et 500 ml CSF.

6.4.2 Plan expérimental avec la pile raffineuse PFI

L'étude comporte l'utilisation d'un plan d'essais pour l'application des variables de raffinage de la pile PFI. La méthode choisie est le plan factoriel complet (*Full Factorial Design*) à trois niveaux et à trois variables ou matrice 3³. Les valeurs des variables et leurs niveaux sont présentés dans le tableau 6.3. Même si elle demande un grand nombre d'essais, cette méthode permet d'évaluer tous les effets linéaires et quadratiques des variables étudiées, ainsi que toutes les interactions entre ces variables [125].

6.4.2.1 Détermination des niveaux des variables

Pour la présente étude, les valeurs d'opération pour les trois variables à l'étude sont :

- consistance de la pâte : 10, 20 et 30 %
- écart* entre les rotors : 0, 0,1 et 0,2 mm
- vitesse de rotation du rotor interne 900, 1440 et 2000 rpm

(* distance, nominale, mesurée en position initiale entre les rotors dans la pile PFI sans charge. Le nombre total de révolutions du rotor interne est 25000.

TABLEAU 6.3: Plan expérimental factoriel complet de trois variables à trois niveaux (3³)

Opération		Facteurs : valeurs réelles			Valeurs codées : effets			Valeurs codées : interactions					
		C	E	V	C	E	V	CC	CE	CV	EE	EV	VV
		1	v1-100	10	0	0	-1	-1	-1	+1	+1	+1	+1
2	v1-200	20	0	0	0	-1	-1	0	0	0	+1	+1	+1
3	v1-300	30	0	0	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	+1	+1
4	v1-101	10	0,1	0	-1	0	-1	+1	0	+1	0	0	+1
5	v1-201	20	0,1	0	0	0	-1	0	0	0	0	0	+1
6	v1-301	30	0,1	0	+1	0	-1	+1	0	-1	0	0	+1
7	v1-102	10	0,2	0	-1	+1	-1	+1	-1	+1	+1	-1	+1
8	v1-202	20	0,2	0	0	+1	-1	0	0	0	+1	-1	+1
9	v1-302	30	0,2	0	+1	+1	-1	+1	+1	-1	+1	-1	+1
10	v2-100	10	0	5,7	-1	-1	0	+1	+1	0	+1	0	0
11	v2-200	20	0	5,7	0	-1	0	0	0	0	+1	0	0
12	v2-300	30	0	5,7	+1	-1	0	+1	-1	0	+1	0	0
13	v2-101	10	0,1	5,7	-1	0	0	+1	0	0	0	0	0
14	v2-201	20	0,1	5,7	0	0	0	0	0	0	0	0	0
15	v2-301	30	0,1	5,7	+1	0	0	+1	0	0	0	0	0
16	v2-102	10	0,2	5,7	-1	+1	0	+1	-1	0	+1	0	0
17	v2-202	20	0,2	5,7	0	+1	0	0	0	0	+1	0	0
18	v2-302	30	0,2	5,7	+1	+1	0	+1	+1	0	+1	0	0
19	v3-100	10	0	11,5	-1	-1	+1	+1	+1	-1	+1	-1	+1
20	v3-200	20	0	11,5	0	-1	+1	0	0	0	+1	-1	+1
21	v3-300	30	0	11,5	+1	-1	+1	+1	-1	+1	+1	-1	+1
22	v3-101	10	0,1	11,5	-1	0	+1	+1	0	-1	0	0	+1
23	v3-201	20	0,1	11,5	0	0	+1	0	0	0	0	0	+1
24	v3-301	30	0,1	11,5	+1	0	+1	+1	0	+1	0	0	+1
25	v3-102	10	0,2	11,5	-1	+1	+1	+1	-1	-1	+1	+1	+1
26	v3-202	20	0,2	11,5	0	+1	+1	0	0	0	+1	+1	+1
27	v3-302	30	0,2	11,5	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1

C : consistance (%); E : écart entre les rotors (mm); V : vitesse différentielle entre les rotors (m/s).

Les valeurs des variables sont choisies avec un niveau plus supérieur ou inférieur à celles normalement utilisées. En ce qui concerne la consistance de la pâte, outre de la valeur de la norme, les valeurs élevées de consistance, 20 et 30 %, correspondent à celles recommandées pour le raffinage des pâtes mécaniques. Dans l'industrie, la consistance au 2^e stade de raffinage, à la pression atmosphérique, est de 18 à 25 % [22]. Cependant, cette variable peut atteindre une valeur de 40 %.

Les valeurs expérimentales de l'écart entre les rotors qui ont été choisies sont des valeurs inférieures à celles de la norme. Les valeurs indiquées dans la norme sont également étudiées. La réduction de l'écart devrait entraîner une augmentation de la force de cisaillement, selon l'équation de Hietanen [86]. Bien que la pression sur les barres du rotor soit maintenue constante pendant les expériences de raffinage, la réduction de l'écart devrait également entraîner une élévation de la contrainte sur les fibres.

L'augmentation de la vitesse différentielle entre les éléments d'un raffineur (Vd) entraîne également une augmentation de la force de cisaillement pendant le raffinage. Les variations de Vd dans la pile raffineuse PFI s'obtiennent par l'élévation de la vitesse de rotation du rotor interne, en laissant constante la vitesse du rotor externe. D'après le plan expérimental, on étudie, non seulement la vitesse du rotor interne proposée par la norme mais aussi une vitesse plus faible et une autre plus élevée. Le choix de ces vitesses permet d'étudier des valeurs extrêmes par rapport à la vitesse différentielle disponible dans la pile raffineuse. Les valeurs des vitesses de rotation des rotors et leur vitesse différentielle, sont montrées au tableau 6.4.

TABLEAU 6.4: Valeurs de trois niveaux de vitesse dans la pile raffineuse PFI

Vitesse de rotation du rotor		Vitesse linéaire du rotor interne ^a	Vitesse linéaire du rotor externe ^b	Vitesse différentielle ^c
r. interne	r. externe	(m/s)	(m/s)	(m/s)
900 rpm	720 rpm	9,4	9,4	0
1440 rpm	720 rpm	15,1	9,4	5,7
2000 rpm	720 rpm	20,9	9,4	11,5

^a diamètre du rotor interne: 0,2 m ; ^b diamètre interne du rotor externe: 0,25 m; ^c vitesse différentielle, nominale, entre les rotors quand la distance entre eux est minimale.

Théoriquement, quand la vitesse du rotor interne est de 900 rpm, la vitesse différentielle nominale, entre les deux rotors, est nulle. À une vitesse supérieure à 2000 rpm, avec la

pile PFI, la valeur V_d a l'inconvénient d'être proche d'une valeur pouvant provoquer un échauffement élevé du moteur du rotor interne de la pile PFI.

Selon la géométrie des barres du rotor interne de la pile PFI, les valeurs de la vitesse différentielle sont représentées graphiquement sous la forme d'une courbe de distribution normale, dans la zone de raffinage de la pile. Cette distribution est une conséquence de la différence de vitesse entre les rotors. De plus, dans la même zone de raffinage, chaque intervalle de distance entre les rotors entraîne une force de cisaillement (F_c) différente pour chaque intervalle. Ces valeurs sont représentées aussi par une courbe de distribution normale. Les valeurs de F_c sont calculées selon l'équation de Hietanen, pour un milieu aqueux dont la viscosité est égale à 1 cp. Les différentes F_c appliquées en milieu aqueux ont un effet équivalent à celui des efforts de raffinage appliqués sur la pâte. La force de cisaillement commence à s'exercer au moment où la pâte est compressée entre les rotors, c'est-à-dire au début de la zone de raffinage. Cette zone est définie par l'épaisseur de la pâte qui, elle-même, dépend de la consistance. La courbe de distribution de la force de cisaillement atteint une valeur maximale lorsqu'elle se déploie près de la zone d'écart minimal entre les rotors. Une représentation graphique de la vitesse différentielle, résultante de la différence de vitesse entre les deux rotors de la pile PFI est montrée dans la figure 6.3. Les paramètres de la géométrie de la zone de raffinage de la pile raffineuse sont montrés à l'annexe A. Les figures des courbes de distribution de la vitesse différentielle et de la force de cisaillement dans la zone de raffinage de la pile PFI sont montrées dans la même annexe.

L'application, dans cette étude, de l'équation de Hietanen pour le raffinage, suppose que la suspension de pâte se comporte comme un fluide newtonien. Cependant, les valeurs de la force de cisaillement présentent une influence d'autres facteurs tels que les variations de la viscosité relative au cours du raffinage. La viscosité est probablement, affectée par une réduction de la longueur moyenne des fibres [121]. Une variation de la température dans la zone de raffinage affecte également les valeurs de viscosité du

milieu de raffinage. L'augmentation de la vitesse différentielle provoque une élévation des forces de friction donc une augmentation de la température dans la zone de raffinage. La viscosité n'a pas pu être mesurée dans la présente étude. L'utilisation de la pile PFI a l'inconvénient de ne pas permettre la prise d'échantillons lorsque le raffinage se déroule.

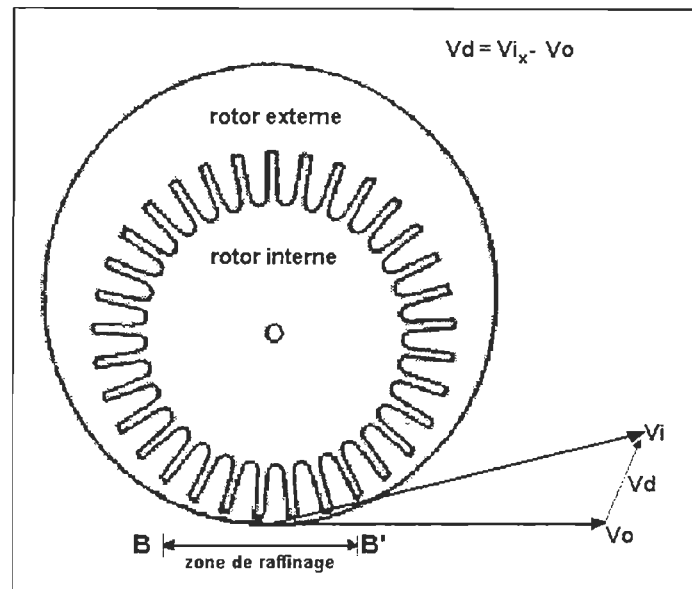


FIGURE 6.3: Représentation graphique de la vitesse différentielle entre les deux rotors de la pile PFI. V_i : vitesse du rotor interne; V_o : vitesse du rotor externe. BB' : limites de la zone de raffinage [83].

6.4.3 L'énergie spécifique de raffinage

La consommation d'énergie a été mesurée durant le raffinage des pâtes dans la pile PFI. Pour chaque condition de raffinage, l'énergie a été mesurée à l'aide d'un énergimètre *Hioki* modèle 3161, installé sur la ligne qui fournit l'électricité à la pile raffineuse PFI. L'appareil donne directement la valeur de consommation en watt heure (Wh). On a mesuré la consommation d'énergie toutes les minutes pendant le raffinage. Avec les valeurs enregistrées, on a construit une courbe consommation d'énergie/temps de raffinage. À la fin de chaque raffinage PFI, on a enregistré la valeur de consommation totale d'énergie, avec la pâte (e_1). On a également déterminé la consommation d'énergie

dans le raffineur vide, sans la pâte (e_2). L'énergie spécifique s'estime par la relation entre la demande nette d'énergie ($e_1 - e_2$) et la masse de pâte raffinée. La valeur de l'énergie spécifique de raffinage est obtenue en utilisant la formule suivante :

$$E_s = \frac{(e_1 - e_2)}{1000} \times \frac{1}{(ms \times 10^{-6})} \times (3,6 \times 10^{-3}) \quad (\text{GJ/t}) \quad \text{Éq. 6.6}$$

E_s : énergie spécifique (GJ); e_1 : consommation d'énergie dans le raffineur, avec la pâte (Wh); e_2 : consommation d'énergie au raffineur, sans pâte (Wh); ms : masse sèche de pâte au raffineur PFI (24 g).

La courbe de la consommation de l'énergie en fonction du temps de chaque raffinage permet d'évaluer le comportement de ces paramètres en fonction des différents niveaux des variables du raffinage dans la pile PFI. Les valeurs de l'énergie spécifique du raffinage sont également utilisées pour le calcul des valeurs des paramètres de l'action mécanique du raffinage PFI.

6.4.4 Paramètres de l'action mécanique du raffinage et du facteur \mathbf{C}

Le raffinage dans la pile PFI est caractérisé par les paramètres d'action mécanique de raffinage. Ces paramètres sont :

- l'intensité de raffinage ou énergie par impact sur les fibres (I)
- le nombre total d'impacts sur les fibres (N).

La mesure de l'action mécanique du raffinage conjointement avec celle de l'énergie spécifique du raffinage, donnent une certaine idée des déformations imposées par les barres du raffineur. L'incorporation d'un 3^e paramètre, le facteur \mathbf{C} permet aux résultats de cette action de les relier aux caractéristiques des fibres, dont la longueur de fibre et la masse linéique des fibres. Le facteur \mathbf{C} a été défini par *Kerekes* qui l'utilise pour caractériser les raffineurs industriels tels que le raffineur à disques et le raffineur conique

[66]. Par ailleurs, *Welch* et *Kerekes* ont caractérisé aussi la pile raffineuse PFI en utilisant les paramètres d'action mécanique du raffinage et le facteur \mathbb{C} [67]. La formule générale du calcul du facteur \mathbb{C} , pour la pile raffineuse PFI est la suivante [67]:

$$\text{Facteur } \mathbb{C} = \frac{f_i * m_p * \text{rpm}}{60 * l_f * w} * 10^6 \quad (\text{s}^{-1}) \quad \text{Éq. 6.7}$$

f_i : fréquence d'impacts (pulsations/s); m_p : masse de pâte dans la pile (24 g) ; rpm : nombre de révolutions/minute du rotor interne; l_f : longueur de fibre (mm); w : masse linéique de fibre (mg/m)

La fréquence d'impacts – f_i – est calculée selon la formule proposée par *Tam-Doo* et *Kerekes* [83] :

$$f_i = V_d * (1/eb) * L_a * \pi * D_e * (60/\text{rpm}) \quad \text{Éq. 6.8}$$

V_d : vitesse différentielle entre les rotors (m/s); eb : espace entre barres (m); L_a : longueur d'arc de la zone de raffinage (m); D_e : diamètre du rotor externe (m)

Le nombre total d'impacts (N) dans la pile PFI est calculé par la formule suivante [67]:

$$N = \left[\frac{n_1 * n_2}{\pi * D_i} \right] * V_d * r_i * \frac{l_f^2}{(l_f + ep)} \quad \text{Éq. 6.9}$$

n_1 : nombre de barres du rotor interne (33) ; n_2 : nombre de barres du rotor externe (1); r_i : nombre total de révolutions au rotor interne (25000); ep : épaisseur de pâte (mm); D_i : diamètre du rotor interne (m).

Enfin, selon la relation entre N et I ($I = \text{Énergie} / N$), la formule générale pour le calcul de l'intensité du raffinage, dans la pile PFI, est [67]:

$$I = \frac{P_n * w * (l_f + ep)}{m_p * \left[\frac{n_1 * n_2}{2 * \pi * R_i} \right] * \frac{r_i}{t} * l} * 10^{-6} \quad \text{Éq. 6.10}$$

P_n : puissance nette du raffinage (W); t : temps du raffinage (sec.)

Dans cette étude, les valeurs considérées : longueur de fibre et masse linéique, sont celles qui correspondent aux fractions R28 des pâtes étudiées.

6.5 Évaluation des pâtes

Après le raffinage dans la pile PFI, la pâte est traitée dans un désintégrateur standard, tel qu'indiqué dans la norme ACPP C.9P. Cependant, une variation de cette norme est effectuée, en utilisant de l'eau chaude, entre 90° et 95°C. La désintégration de la pâte à l'eau chaude relaxe les fibres et réduit leur état de latence (TAPPI T 262). L'état de latence, acquis pendant le raffinage des pâtes mécaniques, surtout à consistance élevée, est provoqué par l'endurcissement (setting) de la lignine des fibres [126]. L'élimination de la latence dépend de trois facteurs de désintégration : la température, les forces de friction entre fibres et le temps de traitement. L'état de latence des fibres peut entraîner des erreurs dans les résultats de l'évaluation des caractéristiques de la pâte raffinée.

La consistance de la pâte raffinée est déterminée selon la norme ACPP D.16 et l'indice d'égouttage selon la norme ACPP C.1. Enfin, la pâte est mise dans un récipient de plastique, et gardée au froid.

6.5.1 Plan expérimental des évaluations

La plupart des évaluations des pâtes ont été effectuées selon la matrice 3³ du plan expérimental factoriel complet (voir tableau 6.3). Ce plan expérimental est utilisé pour les évaluations des caractéristiques de fibres et les évaluations physiques des feuilles.

Pour d'autres analyses, la méthode choisie, pour l'évaluation des résultats, est le plan expérimental carré latin (*Latin Square Design*) [127]. Dans le cas de la mesure de la

surface spécifique, le choix du plan carré latin a été influencé par des considérations économiques. La matrice du plan expérimental carré latin a été également utilisée pour l'évaluation des caractéristiques chimiques des pâtes raffinées : le numéro Hypo et la solubilité à la NaOH. À la différence du plan factoriel complet, le plan carré latin ne vise qu'à l'évaluation des effets linéaires des variables étudiées. Cette méthode, de trois niveaux pour trois variables, comporte une baisse du nombre d'évaluations (voir tableau 6.5).

TABLEAU 6.5: Plan expérimental carré latin de trois variables à trois niveaux (3³)

Valeurs codées (pâtes évaluées)		Consistance		
		-1	0	+1
Vitesse	-1	-1 (v1-100)	0 (v1-201)	+1 (v1-302)
	0	0 (v2-200)	+1 (v2-301)	-1 (v2-102)
	+1	+1 (v3-300)	-1 (v3-101)	0 (v3-202)

6.5.2 Détermination des bûchettes

La quantité de bûchettes obtenue, à la fin du raffinage des pâtes étudiées, a été déterminée en utilisant la méthode *Pulmac*. La quantité de bûchettes a été également déterminée pour la pâte obtenue à la fin du 1^e stade. On a utilisé un appareil *Pulmac* modèle *Master Screen* avec un tamis ayant une ouverture de 0,15 mm (0,006 pouces) [128]. La méthode *Pulmac* utilise comme référence la norme pratique TAPPI T-274 [129].

6.5.3 Caractérisation des fibres

6.5.3.1 Classification de fibres

Les fibres des pâtes raffinées sont classées en cinq fractions, selon la norme TAPPI T 233 à l'aide d'un classeur *Bauer McNett* avec les tamis de 14 mailles, 28 mailles, 48 mailles, 100 mailles et le dernier tamis de 200 mailles. Les résultats de la classification s'expriment comme le pourcentage retenu par chaque tamis, plus la valeur correspondant aux fibres qui traversent le dernier tamis (fraction P200). Un paramètre, nommé le facteur L, est calculé à partir des valeurs des fractions *Bauer McNett*. La formule du facteur L, obtenue par *Forgacs* [130], est la suivante :

$$\text{facteur L} = \text{fraction R14} + \text{fraction R28} + \text{fraction R48} \quad \text{Éq. 6.11}$$

Selon *Forgacs*, le facteur L a une forte corrélation avec la longueur moyenne pondérée des fibres, ce qui justifie l'usage de ce facteur pour caractériser les fibres des pâtes mécaniques. L'auteur a obtenu des coefficients de corrélation multiple plus élevés que 0,9 en modèles d'équation logarithmique avec une erreur de 5% [130].

6.5.3.2 Valeur de rétention de l'eau

On a utilisé la méthode TAPPI UM 256 (*Water Retention Value*), ou méthode de la valeur de rétention d'eau – VRE – qui est utilisée normalement pour caractériser l'égouttage des pâtes sur la machine à papier. La base de l'égouttage des pâtes est l'affinité des fibres pour l'eau [131]. La méthode de VRE représente une manière simple et précise pour la détermination de cette affinité des fibres de la pâte [132]. D'ailleurs, une étude comparative démontre que les valeurs de VRE et celles de l'indice d'égouttage (*Ieg*) sont indépendantes l'une de l'autre. Toutefois, les effets d'un raffineur, sur les pâtes, peuvent être exprimés par un rapport entre les valeurs VRE et *Ieg* [132]. Dans la

présente étude, la méthode VRE est utilisée pour évaluer l'affinité de l'eau avec les fibres des pâtes étudiées. La méthode a été appliquée sur toutes les pâtes étudiées : sur les fibres non classées et sur les fibres des fractions R14, R28 et R48 obtenues dans le classeur Bauer McNett.

6.5.3.3 Analyse FQA

La méthode pour l'évaluation des fibres FQA –*Fiber Quality Analyzer*– est utilisée pour déterminer la moyenne pondérée de la longueur des fibres de la pâte entière, de la fraction R28 et de la fraction R48. L'unité optique de mesure de l'analyseur FQA est une cellule de flux cytométrique. L'utilisation de cette cellule, dans l'analyseur, permet l'évaluation de plusieurs caractéristiques d'une population de particules – fibres – qui s'écoulent dans un courant d'eau. La mesure des caractéristiques est faite sur chaque particule de la population à l'étude [133]. L'application de cette technique d'analyse permet, sur un même échantillon de fibres, l'évaluation de la longueur, de l'indice de faux plis, de l'indice de courbure, de la masse linéique et de la fraction de fines.

6.5.3.3.1 Longueur de fibre

On a évalué la longueur moyenne des fibres, pondérée en longueur, de la pâte entière et des fractions *Bauer McNett* R28 et R48. La formule de la longueur moyenne des fibres pondérée en longueur (L_f) est :

$$L_f = \frac{\sum (n_i \times l_{fi}^2)}{\sum (n_i \times l_{fi})} \quad \text{Éq. 6.12}$$

n : nombre totale de fibres mesurées dans la classe i ; l_{fi} : longueur moyenne de fibre de la classe i de l'histogramme. ($i = 1, 2, \dots, m$).

6.5.3.3.2 Indice de courbure (curl index) de la fibre

L'analyseur FQA calcule un facteur de courbure des fibres, exprimé par une formule arithmétique de l'indice de courbure –Ic– [134] :

$$Ic = (L_r / ld) - 1 \quad \text{Éq. 6.13}$$

L_r : longueur réelle d'une fibre courbée; ld : ligne droite entre les extrêmes (projection) d'une fibre

Et l'indice de courbure pondéré en longueur (Ic') s'obtient par la formule suivante :

$$Ic' = \frac{\sum (Ic_i * l_{fi})}{\sum l_{fi}} \quad \text{Éq. 6.14}$$

Ic_i : indice de courbure moyenne de la classe i de l'histogramme

Une représentation graphique du calcul de l'indice courbure est montrée dans l'annexe B.

6.5.3.3.3 Indice de faux plis (kink index) de la fibre

L'analyseur FQA donne aussi l'information sur les faux plis ou vrillage des fibres. Les plis sont des changements de direction de l'axe principale de la fibre, exprimé par l'indice de faux plis –Ik– selon la formule de *Kibblewhite* [134]. La valeur Ik s'obtient par la relation pondérée entre le nombre total de vrillages et la longueur totale des fibres mesurées. La formule de calcul d' Ik est la suivante :

$$Ik = \frac{2N_{(21-45)} + 3N_{(46-90)} + 4N_{(91-180)}}{L_{Tr}} \quad \text{Éq. 6.15}$$

$N_{(x-y)}$: nombre de faux plis compris dans un rang d'angles de vrillage dès la valeur x degrés à la valeur y degrés; L_{Tr} : somme de la longueur arithmétique de toutes les fibres mesurées.

L'analyseur FQA donne aussi une information sur l'angle moyen de vrillage par millimètre de fibre (°/mm) et le nombre de plis qu'il y a par mm de fibre (nombre de faux plis/mm).

Même pour l'indice de courbure et pour l'indice de faux plis des fibres, leurs calculs, par l'analyseur FQA, ne considèrent que les fibres avec une longueur arithmétique plus grande que 0,5 mm. Ces évaluations sont faites pour la pâte entière, pour la fraction R28 et pour la fraction R48.

6.5.3.3.4 Masse linéique des fibres

Cette caractéristique a été déterminée pour les fractions R28 et R48 obtenues avec le classeur *Bauer McNett*. D'abord, on prépare une suspension de fibres d'une concentration, très faible, d'environ 0,005 g/L. La concentration de la suspension doit être connue. Ensuite, on prélève un volume de suspension comprenant entre 1 et 2 mg de fibres, afin d'effectuer l'analyse dans l'appareil FQA. La masse linéique est calculée selon la formule :

$$ML = \frac{m_f}{L_{Tf}} * 1000 \quad (\text{mg/m}) \quad \text{Éq. 6.16}$$

ML : masse linéique de la fibre ; m_f : masse de fibres –base poids sec– de l'échantillon prélevé d'une suspension de fibres; L_{Tf} :somme de la longueur de toutes les fibres mesurées

Dans les équations 6.15 et 6.16, la somme de la longueur de toutes les fibres mesurées s'obtient aussi par l'égalité suivante :

$$L_{Tf} = l_a * Nf \quad \text{Éq. 6.17}$$

l_a : longueur arithmétique moyenne de la fibre; Nf : nombre total de fibres mesurées.

6.5.3.3.5 Fraction de fines

Avec l'analyseur FQA, on obtient le pourcentage de fines pondéré en longueur, de la pâte entière. Le calcul suppose que la masse linéique est constante pour toute la population de fines mesurées. Cette population ne comprend que des fibres avec une longueur égale ou plus petite à 0,2 mm. La formule de calcul de la fraction de fines (f-FQA) est :

$$f\text{-FQA (\%)} = \frac{\sum (n'_i * l'_{fi})}{L_{Tf}} * 100 \quad \text{Éq. 6.18}$$

n'_i et l'_{fi} : valeurs respectives du nombre de fines et de la longueur moyenne de fines qui appartient à la classe i de l'histogramme. La population de fines en étude ne comporte que des éléments entre 0 à 0,2 mm de longueur.

6.5.3.4 Évaluation de la surface spécifique des fibres

La surface spécifique fibrillaire est une caractéristique qui dépend de la structure et de l'état de la paroi des fibres. À la suite du raffinage des pâtes cellulosiques, la paroi des fibres est modifiée. Cette modification entraîne donc un changement de la surface spécifique de la fibre. Cette surface de la fibre correspond, en théorie, à une aire qui a une capacité de libre échange en matière d'adsorption. Elle peut être mesurée indirectement par l'adsorption d'un gaz. La méthode d'adsorption de l'azote est utilisée le plus souvent pour évaluer la surface des solides qui sont perméables et poreux [135]. Cette méthode d'adsorption a été utilisée pour mesurer la surface spécifique des fibres des pâtes raffinées. La méthode s'appuie sur le modèle des isothermes d'adsorption, définie par l'équation de *Brunauer, Emmett et Teller*, BET. L'équation BET qui utilise l'azote à l'état gazeux est la suivante [135] :

$$\frac{p}{v_{ad}(p_o - p)} = \left[\frac{(c - 1)}{v_m * c} * \frac{p}{p_o} \right] + \frac{1}{v_m * c} \quad \text{Éq. 6.19}$$

p : pression partielle de l'azote; P_o : pression de saturation de l'azote à la température de l'azote liquide utilisé; v_{ad} : volume total d'azote adsorbé; v_m : volume d'azote adsorbé par une seule couche; c : constante.

L'analyse de la surface spécifique a été appliquée aux fibres de la fraction Bauer McNett R28 des pâtes étudiées. Les échantillons ont été préparés à partir d'une suspension de pâte d'environ 0,5 %. D'abord, une couche épaisse de fibres est formée à partir d'un volume de suspension équivalente à une quantité de 1 g de pâte (base poids sec). La pâte est versée dans un entonnoir qui comporte un papier à filtre (*Micropore*) de 3,5 cm de diamètre. Lorsqu'on verse la pâte, les fibres sont retenues sur le papier à filtre qui laisse couler l'eau de la suspension. Ensuite, la couche de fibres est placée entre 2 morceaux d'une toile métallique de 140 mailles. L'ensemble toile/couche/toile est alors immédiatement rincée quatre (4) fois avec 15 mL de méthanol à chaque rinçage. La couche de fibres, a été séchée à l'air, environ 2 heures. L'échantillon préparé a été mis dans un petit sac de plastique qui est finalement scellé.

Les échantillons, correspondant à 9 pâtes raffinées et à la pâte du 1^{er} stade, ont été envoyés à l'Institut de l'Hydrogène de l'UQTR afin d'effectuer l'analyse de surface spécifique BET. Pour cette analyse, un appareil Autosorb-1, modèle AS1-MP, de *Quantachrome*, a été utilisé. Cet appareil, qui fonctionne sur le principe de l'adsorption d'un gaz d'azote et son expansion à basse pression, permet la détermination de la surface spécifique [136].

6.5.3.5 Microscopie des fibres

6.5.3.5.1 Microscopie à transmission

Un microscope à transmission a été utilisé pour évaluer les effets du raffinage sur les fibres des pâtes étudiées. Les lames, pour l'observation au microscope, ont été préparées à partir d'une suspension de fibres correspondant, dans chaque cas, aux fractions Bauer McNett R14, R28 et R48 de toutes les pâtes étudiées. D'abord, on a teint une petite quantité des fibres humides avec une solution de safranine. Les fibres teintes sont ensuite lavées avec de l'eau pour enlever le safranine résiduel et diluées à environ 0,005 g/L. Un volume approximatif de 0,5 ml de la suspension est placé sur une lame standard pour l'observation microscopique. Les lames avec les fibres sont séchées au four à 100°C. Après le séchage, les lames sont gardées dans une boîte jusqu'à l'observation au microscope.

Un logiciel pour analyse d'images, *Ultimage* version 2.1, a été utilisé pour l'étude au microscope. L'utilisation du logiciel permet l'obtention d'une figure tridimensionnelle, sur l'écran d'un ordinateur, à partir de l'échelle de gris de l'image des fibres regardées au microscope [137].

6.5.3.5.2 Microscopie SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Un microscope électronique à balayage –SEM– a été également utilisé pour l'observation des fibres. La microscopie SEM contribue, dans cette étude, à une caractérisation des fibres de type qualitatif. Les fibres ainsi évaluées appartiennent à la fraction R28 des pâtes raffinées. La préparation des échantillons est effectuée selon la description donnée au point 5.5.3.4, en ce qui a trait à l'analyse de surface spécifique. Les couches de fibres pour la microscopie SEM sont préparées à partir d'un volume équivalent à une quantité moyenne de 0,05 g de fibres.

Les couches de fibres préparées ont été envoyées au *Centre for Analytical Services, Instrument Laboratory of Lakehead University*, en Ontario. Dans ce laboratoire les évaluations ont été faites à l'aide d'un microscope SEM à balayage conventionnel.

6.5.4 Caractérisation chimique des pâtes

Des analyses chimiques ont été effectuées afin de caractériser la pâte SCMP de pin gris, obtenue à la fin du 1^{er} stade. Les données suivantes sont recueillies :

- (a) Taux de sulfonation, par conductivité, selon la méthode de Katz [138].
- (b) Lignine acide-insoluble ou lignine *Klason*, selon la norme TAPPI T 222.
- (c) Holocellulose, selon la méthode de *Jayme* [139].
- (d) Matières extractibles au dichloro-méthane, selon la norme TAPPI T 204
- (e) Nombre Hypo, selon la norme TAPPI T 253
- (f) Solubilité dans l'hydroxyde de sodium 1 %, selon la norme TAPPI T 212

Les modifications des fibres produites au cours du raffinage sont des modifications physiques plutôt que chimiques. L'effet des facteurs en jeu dans le milieu de raffinage produit un changement chimique [140]. Afin de vérifier l'état chimique des fibres après le raffinage, on a effectué 2 analyses chimiques sur les pâtes obtenues. Les analyses du nombre Hypo et de solubilité dans l'hydroxyde de sodium sont effectuées sur la pâte du 1^{er} stade de raffinage et sur les pâtes après le raffinage PFI. En accord avec le nombre de variables du plan expérimental carré latin, neuf pâtes ont été évaluées afin de vérifier les effets linéaires des variables du raffinage.

6.5.5 Évaluation physique des feuilles

6.5.5.1 Élaboration de feuilles pour les essais physiques

Sept formettes ont été faites selon la norme ACPP C.4. La recirculation des eaux blanches pendant la formation de chaque formette est effectuée pour que les pertes en fines de la pâte soient peu importantes.

6.5.5.2 Conditionnement des feuilles

Il est effectué pour les essais physiques, dans une atmosphère de référence, selon la norme ACPP A.4, à une température de $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ et à une humidité relative de $50\% \pm 2\%$.

6.5.5.3 Propriétés optiques des feuilles

Les évaluations de la blancheur et de l'opacité ont été faites selon les normes ACPP E.1 et E2 respectivement. Les coefficients de diffusion de la lumière $-s-$ et d'absorption de la lumière $-k-$ s'obtiennent à partir de l'équation de *Kubelka-Munk*, simplifiée [141].

6.5.5.4 Évaluation des propriétés physiques

L'épaisseur et la densité des formettes sont mesurées selon la norme ACPP D.4. Ensuite, les formettes pour les essais sont préparées et découpées selon la norme ACPP D.12. La mesure de la résistance à la tension est effectuée selon la norme ACPP D.6 ; celle de la résistance à l'éclatement, selon ACPP D.8 ; celle de la résistance à la déchirure, selon ACPP D.9.

6.6 Analyse statistique des données

L'évaluation des données, selon le plan expérimental 3^3 , est effectuée à l'aide des logiciels « STATGRAPHICS Plus » v. 3.0, « STATISTICA » v. 2.0 et « EXCEL » v. 6.0, L'analyse de variance (ANOVA) permet de déterminer les variables et les interactions qui ont un effet significatif à 95 % de niveau de confiance [125, 127]. Le modèle représentatif de l'équation générale pour le plan expérimental complet de trois variables et trois niveaux -3^3- est :

$$Y = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_4 X_1^2 + \beta_5 X_1 X_2 + \beta_6 X_1 X_3 + \beta_7 X_2^2 + \beta_8 X_2 X_3 + \beta_9 X_3 + \epsilon \quad \text{Éq. 6.20}$$

Y : réponse; β_0, \dots, β_9 : constantes de l'équation générale; X_1, \dots, X_3 : variables; ϵ : erreur

Le modèle antérieur appliqué à l'évaluation des résultats de la présente étude est le suivant :

$$Y = k_0 + k_1 C + k_2 E + k_3 V + k_4 C^2 + k_5 CE + k_6 CV + k_7 E^2 + k_8 EV + k_9 V^2 \quad \text{Éq. 6.21}$$

k_0 : constante générale; k_1, \dots, k_9 : coefficients de régression; C : consistance; E : écart; V : vitesse

Pour l'analyse statistique, on tient compte seulement des coefficients des variables ou des interactions, significatives. Ces coefficients sont associés, l'un ou l'autre, à une variable ou à une interaction qui a eu une influence significative sur une réponse, à 95 % de niveau de confiance. Les coefficients de détermination des équations sont ajustés – R^2_{aj} – selon le nombre de termes dans le modèle [125].

Le modèle représentatif de l'équation générale pour le plan expérimental carré latin de trois variables et trois niveaux -3^3- est :

$$Y = \delta_0 + \delta_1 X_1 + \delta_2 X_2 + \delta_3 X_3 + \epsilon \quad \text{Éq. 6.22}$$

Y : réponse; $\delta_0, \dots, \delta_3$: constantes de l'équation générale; X_1, \dots, X_3 : variables; ϵ : erreur

Le modèle de l'équation générale pour le plan expérimental carré latin ne présente que des effets linéaires. En conséquence, le modèle de l'équation est le suivant:

$$Y = m_0 + m_1 C + m_2 E + m_3 V \quad \text{Éq. 6.23}$$

m_0 : constante générale; m_1, \dots, m_3 : coefficients de régression; C : consistance; E : écart; V : vitesse

Seuls les coefficients des variables significatives sont considérées. Ces coefficients sont également associés, l'un ou l'autre, à une variable qui a eu une influence significative sur une réponse, à 95 % de niveau confiance [125].

Le prochain chapitre portera sur la discussion des résultats obtenus concernant la caractérisation de la pâte après le 1^{er} stade de raffinage.

CHAPITRE VII

RÉSULTATS ET DISCUSSION : PÂTE DU 1^{ER} STADE

La discussion des résultats de cette étude comprend trois parties constituant trois chapitres. Dans le présent chapitre, on discute les résultats correspondant à la caractérisation de la pâte de pin gris obtenue à la fin du 1^{er} stade de raffinage avec le raffineur *Sunds Defibrator* CD300. Le chapitre VIII comporte la discussion des résultats des bûchettes de la caractérisation des pâtes raffinées après le 2^e stade de raffinage dans la pile raffineuse PFI. Enfin, dans le chapitre IX sont discutés les résultats des évaluations des propriétés physiques des feuilles.

7. CARACTÉRISATION DE LA PÂTE DU 1^{ER} STADE DE RAFFINAGE

7.1 Caractérisation des fibres

Les conditions du raffinage définies pour le 1^{er} stade dans le raffineur *Sunds Defibrator* CD300, ont permis l'obtention d'une pâte de pin gris avec une haute proportion de fibres longues. Cet état de la pâte est vérifié par les résultats de l'évaluation de ses caractéristiques. D'abord, tel qu'on l'observe dans le tableau 7.1, la valeur de l'indice d'égouttage CSF de la pâte (730 mL) obtenue à la fin de ce stade, est relativement élevée. Cette valeur est supérieure à celle qui est considérée comme une valeur de référence pour la séparation de fibres. Autour de cette valeur (700 mL), les copeaux perdent leur structure ligneuse et la pâte est composée principalement de bûchettes, fibres longues, fibres coupées et fragments [70]. Dans cette étude, la pâte du 1^{er} stade est constituée par de bûchettes, de fibres longues, de fibres courtes et de fines. La fraction de bûchettes, (appareil *Pulmac* : tamis à fentes de 0,15 mm) est de 6 %. Pour une même espèce de bois, la quantité de bûchettes d'une pâte mécanique dépend du prétraitement utilisée, de l'énergie spécifique, de l'intensité par impact et du nombre d'impacts. Un

prétraitement de sulfonation affaiblit les copeaux, ce qui favorise la réduction de l'énergie spécifique et du taux de bûchettes. Le prétraitement est également favorable au maintien de l'indice d'égouttage et de la longueur de la fibre [114].

TABLEAU 7.1: Caractérisation de la pâte du 1^{er} stade de raffinage

Caractéristiques de la pâte	Valeur
Indice d'égouttage CSF	730 mL
Fraction de bûchettes : méthode <i>Pulmac</i> (tamis 0.15 mm)	6 %
Fraction de fibres longues : Facteur L = R14+R28+R48	91 %
Longueur moyenne de fibre, pondérée par la longueur	2,73 mm
Fraction de fines FQA ^a (< 0,2 mm)	3,7 %
Masse linéique de fibres ^b	0,36 mg/m
Valeur de rétention d'eau (g eau/ 100g pâte)	175
Surface spécifique de fibres ^b : méthode BET	0,6 m ² /g
Groupes sulfoniques (mmol/kg pâte)	208 ^c
Énergie spécifique du raffinage	1,38 GJ/t

^a : valeur pondérée en longueur; ^b : mesure sur la fraction R28. ^c : Cette valeur équivaut à 2 %, exprimée en base par rapport à la matière sèche.

Les valeurs des fractions de la classification Bauer McNett sont représentées dans la figure 7.1. On observe que la pâte du 1^{er} stade de raffinage comporte une quantité importante de fibres appartenant à la fraction R14, par rapport aux autres fractions. En ce qui concerne le facteur L, la valeur de 91 % représente une partie importante de la fraction fibreuse obtenue à la fin du 1^{er} stade. Le facteur L exprime la valeur de l'ensemble des fibres longues calculée à partir des valeurs des fractions R14, R28 et R48 [130]. La fraction de fibres longues de cette étude est élevée par rapport aux valeurs du facteur L de pâtes obtenues par d'autres procédés à la fin du 1^{er} stade. Le facteur L est fortement influencé par le prétraitement et le degré de sulfonation des copeaux. Lors d'une autre étude, les pâtes obtenues à la fin du 1^{er} stade, par les procédés TMP et CMP, de *Pinus radiata*, ont des valeurs du facteur L respectives de 68 % et 87 % [70]. Le facteur L est également influencé par le nombre d'impacts (N) et l'intensité du raffinage

(I). Dans la figure 7.2 des valeurs du facteur L sont représentées en fonction de N et I, pour la pâte de pin gris de la présente étude et pour cinq pâtes d'épinette noire obtenues à très haut rendement, avec le même raffineur [124].

Les pâtes d'épinette utilisées pour la comparaison sont celles qui ont un indice d'égouttage supérieur à 730 ml et une énergie spécifique de raffinage entre 1,0 à 2,4 GJ/t. On observe dans la figure 7.2, qu'un facteur L élevé est obtenu pour la pâte de cette étude, avec une faible valeur de I mais une valeur moyenne de N. La combinaison des valeurs de N et I appliquées dans cette étude influe sur la composition en fibres de la pâte du 1^{er} stade. Au cours du raffinage du 1^{er} stade, la valeur moyennement élevée de N et la valeur faible de I entraîne une fibrillation ou une séparation des fibres plutôt que la coupure des fibres [66].

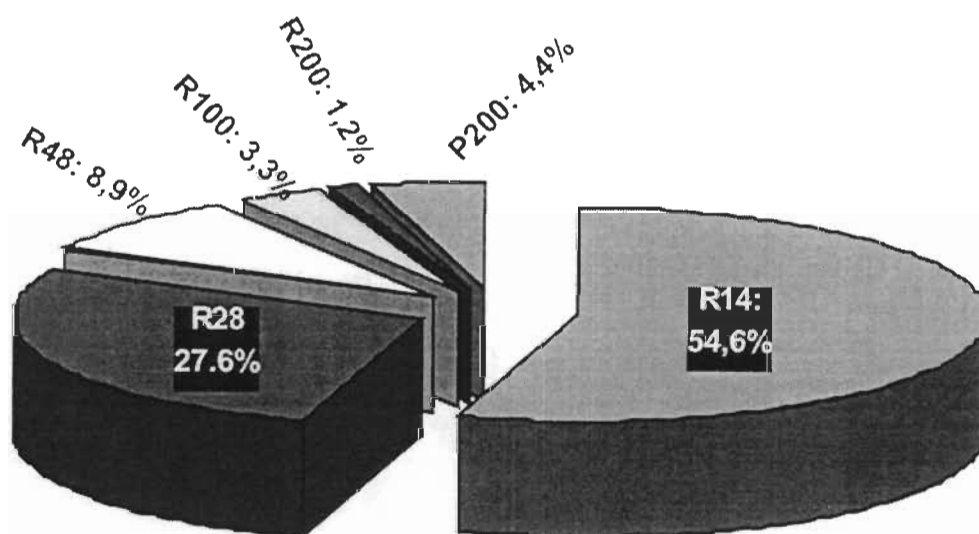


FIGURE 7.1: Résultats de la classification Bauer McNett.

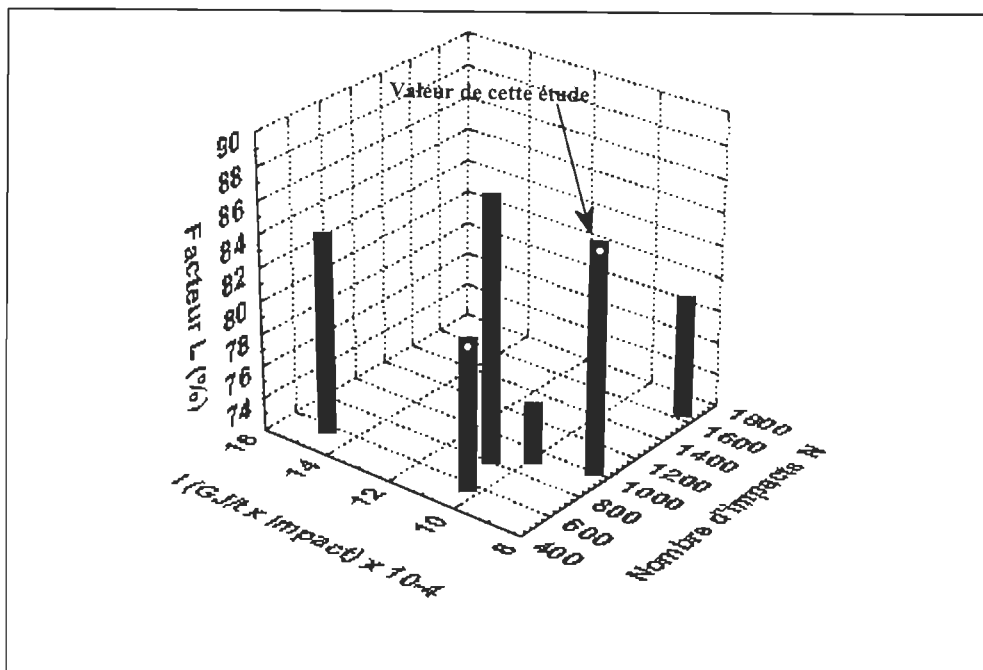


FIGURE 7.2: Variation du facteur L en fonction du nombre d'impacts (N) et l'intensité du raffinage (I), pour 5 types de pâtes d'épinette noire [124] et celle de cette étude, obtenues à la fin du 1^{er} stade avec un raffineur Sunds Defibrator CD300.

La classification de fibres vise à déterminer leur distribution par longueur dans la pâte. Cependant, un classeur ne sépare pas les fibres strictement selon leur longueur. D'autres caractéristiques des fibres agissent sur la masse retenue sur un tamis : la flexibilité et le niveau de fibrillation des fibres [126]. La mesure de la longueur des fibres des fractions donne une gamme de référence des valeurs observables dans la fraction de fibres longues : elles sont comprises entre 1,8 et 3,1 mm. Les valeurs de la longueur moyenne de fibre, pondérée par la longueur, sont représentées graphiquement dans la figure 7.3. La longueur des fibres longues de la pâte du 1^{er} stade est plus faible que celle des fibres du bois de l'espèce étudiée. Cette différence s'explique par le raccourcissement des fibres qui se produit au cours du 1^{er} stade de raffinage. Cette différence entre les valeurs est aussi due aux méthodes distinctes utilisées pour la mesure de la longueur. Dans la pâte de notre étude, il existe également un certain nombre de fibres avec une longueur

supérieure à 3,5 mm. Dans la figure 7.4, sont montrées les histogrammes de longueur de fibres correspondant à deux fractions Bauer McNett et à celle de la pâte entière étudiée. La fraction R14 n'est pas comprise à cause des difficultés présentées au cours de l'évaluation de cette fraction avec l'appareil FQA.

Au moyen de l'analyseur FQA, la valeur, pondérée par la longueur, de la fraction de fines de la pâte entière du 1^{er} stade s'élève à 3,7%. Dans l'analyse FQA, les fines considérées sont des éléments de longueur inférieure à 0,2 mm. Cependant, les fines sont définies aussi comme la matière fibreuse qui traverse une toile de 200 mailles d'un classeur Bauer McNett: elles constituent la fraction P200 [142].

La valeur de la fraction P200 de la pâte du 1^{er} stade est de 4,4 %. Cette valeur est différente de celle de la fraction de fines FQA. Pour l'évaluation de la fraction P200, s'utilise la toile à 200 mailles dont la dimension de chaque ouverture mesure 0,075 mm. Cependant, les fines ne sont pas nécessairement de la dimension des mailles. Les éléments fibreux passant à travers une toile à 200 mailles peuvent avoir une longueur plus élevée que celle de la maille. Selon l'étude de *Tasman*, la valeur moyenne des fibres retenues avec une toile de 200 mailles est approximativement 0,5 mm [126]. La méthode Bauer McNett est une classification avec une grille de séparation. Elle dépend des propriétés des fibres tels que la longueur, la flexibilité, de la fibrillation et de l'appareil lui-même. Au cours de la classification Bauer McNett, les éléments fibreux traversent une toile avec une ouverture plus petite que la longueur de l'élément. Il est probable que la position des éléments et les forces produites par agitation dans le milieu aqueux influent sur la quantité de fibres qui traverse une toile au cours de la classification. D'autre part, la méthode FQA est une mesure optique qui dépend principalement de la longueur des fibres.

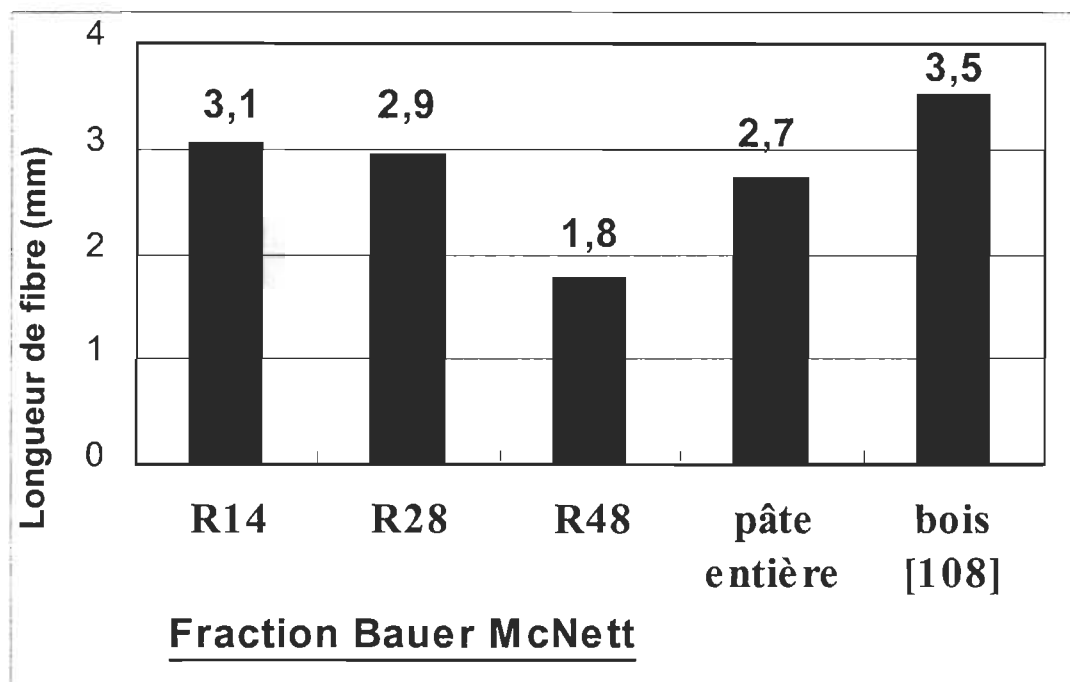


FIGURE 7.3: Représentation graphique de la longueur de fibre du pin gris, pondérée par la longueur, dans les fractions R14, R28 et R48, dans la pâte entière obtenue à la fin du 1^{er} stade de raffinage.

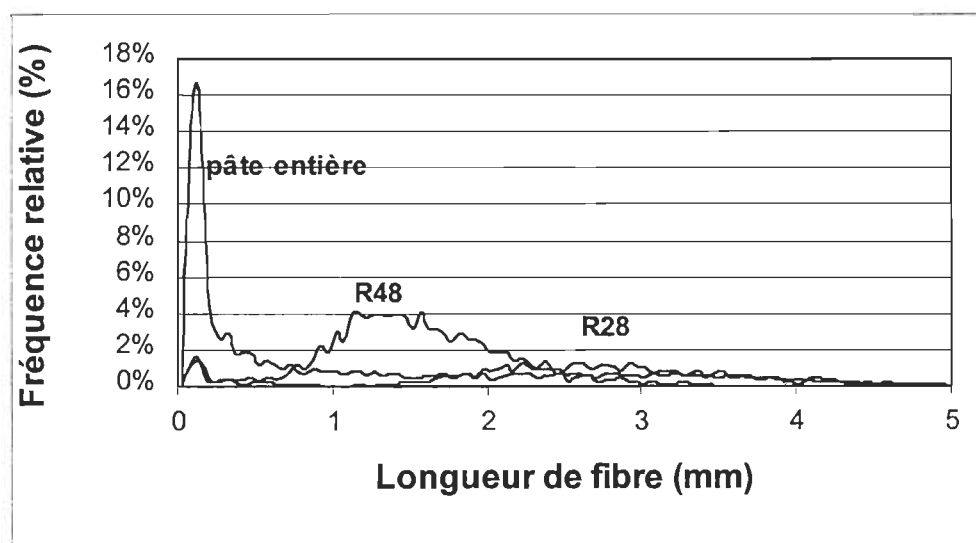


FIGURE 7.4: Histogramme des fibres des fractions R28 et R48 et de la pâte entière obtenue à la fin du 1^{er} stade de raffinage.

La masse linéique des fibres de la fraction R28 de la pâte du 1^{er} stade, obtenue à 89% de rendement, est de 0,36 mg/m. Cette valeur est comprise dans la gamme de valeurs de la masse linéique de pâtes mécaniques du bois de pin gris, rapportées par d'autres auteurs, qui s'étendent de 0,30 à 0,40 mg/m [110]; voir tableau 4.3. La masse linéique de la fibre est proportionnelle au rendement quand le bois est transformé en pâte. La masse linéique est proportionnelle au facteur du poids de la fibre. Ce facteur est aussi proportionnel à la quantité de lignine et d'hémicelluloses laissées sur les fibres après l'obtention de la pâte [143]. La masse linéique dépend de la différence entre l'aire de la section transversale et l'aire du lumen de la fibre. La masse linéique est aussi influencée le diamètre de la fibre, l'épaisseur et la densité de la paroi [143]. Selon le résultat de notre étude, les fibres du pin gris n'ont subi que des faibles modifications de leur paroi cellulaire au cours du 1^{er} stade de raffinage. L'énergie de raffinage appliquée au cours du 1^{er} stade est dépensée plutôt pour la séparation des fibres que pour la fibrillation ou la coupure des fibres.

La valeur de rétention de l'eau (VRE) de la pâte entière s'élève à 175 %. Cette valeur donne une idée de la quantité d'eau retenue par la pâte du 1^{er} stade, après une centrifugation. La valeur de VRE des pâtes mécaniques surestime cependant la quantité d'eau dans la paroi de la fibre due à la difficulté d'éliminer l'eau interstitielle de ces fibres. La valeur de VRE est attribuée principalement à la quantité de fines de la pâte [144]. Dans le cas des pâtes chimiques non raffinées, les valeurs de VRE varient entre 120 à 200 %, selon la qualité de la pâte [91]. Dans notre étude, les fibres du 1^{er} stade de raffinage, séparées et arrachées, ont probablement de certaines surfaces des couches internes. La sulfonation de la fibre, résultant du prétraitement chimique, favorise également l'hydratation des fibres. Les fibres de la pâte de cette étude ont un taux élevé de sulfonation : 208 mmol/kg. L'introduction des groupes sulfoniques brise le réseau de la lignine et le rend hydrophile [5]. La présence de zones hydrophiles et la sulfonation entraînent une rétention d'eau importante dans les fibres, malgré l'indice d'égouttage élevé de la pâte. Les résultats d'une autre étude démontrent que le degré de sulfonation a un effet sur les caractéristiques de rétention d'eau des pâtes mécaniques de l'épinette [145]. Cependant, il n'est pas clair que les propriétés des fibres règlent les valeurs de

VRE. Cette méthode d'analyse est donc plutôt considérée empirique [146]. Dans la figure 7.5 sont présentées les valeurs de VRE mesurées pour trois fractions de la pâte du 1^{er} stade. À l'observation des valeurs VRE de 4 types de fibres, on constate qu'apparemment il n'y a pas de différence entre VRE de la fraction R14 et celle de la fraction R28. La pâte entière montre cependant une valeur légèrement plus élevée que celles des deux fractions précédentes. La composition en fibres diversifiée incluant les fines influe apparemment sur les valeurs de VRE. Afin de démontrer l'influence de la longueur des éléments fibreux, l'analyse de VRE a été faite pour la fraction R48 de la pâte du 1^{er} stade de raffinage. Le résultat obtenu démontre que les fibres de la fraction R48 ont une capacité de rétention d'eau supérieure à celle des fibres des fractions R14 et R28. La présence d'éléments petits dont les fines a un effet sur les valeurs de VRE. Ce type d'éléments possède une surface spécifique élevée, ce qui influe sur les propriétés d'égouttage [142] et donc sur la capacité de rétention d'eau de la pâte.

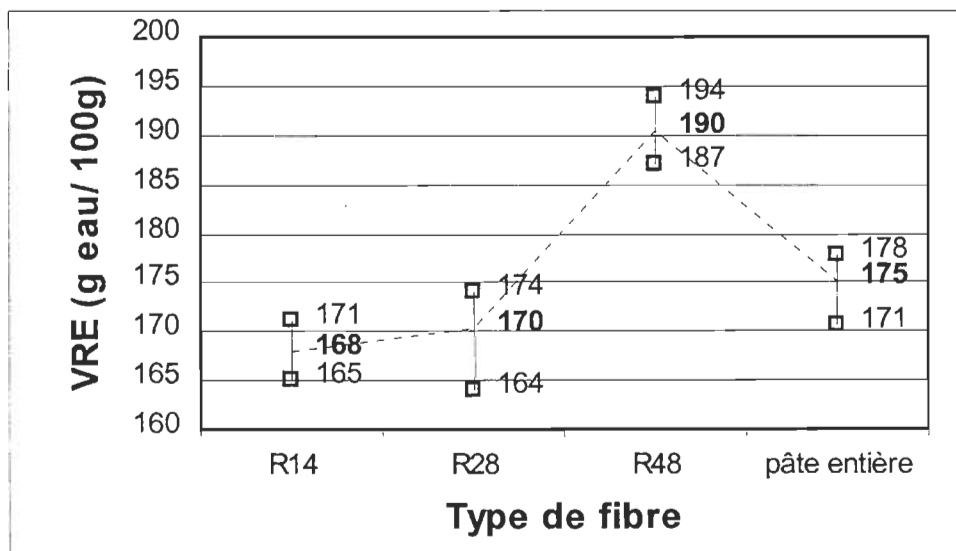


FIGURE 7.5: Valeurs de VRE de trois fractions Bauer McNett et de la pâte entière obtenues à la fin du 1^{er} stade de raffinage.

Les photographies prises avec l'aide d'un microscope électronique à balayage (images SEM) des figures 7.6 et 7.7, permettent de vérifier l'état des fibres, fraction R28, de la

pâte obtenue à la fin du 1^{er} stade de raffinage. L'image A de la figure 7.6 montre les fibres avec une surface externe régulière, ce qui indique que la séparation des fibres se développe dans le sens de la lamelle mitoyenne entre les fibres. L'image B, agrandissement de l'image A, montre une fibre avec une surface régulière dans son ensemble. Les images A et B de la figure 7.7 montrent les mêmes caractéristiques que les images précédentes.

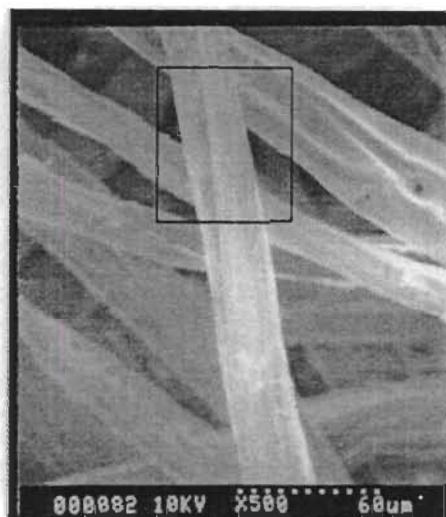


image A (500 X)

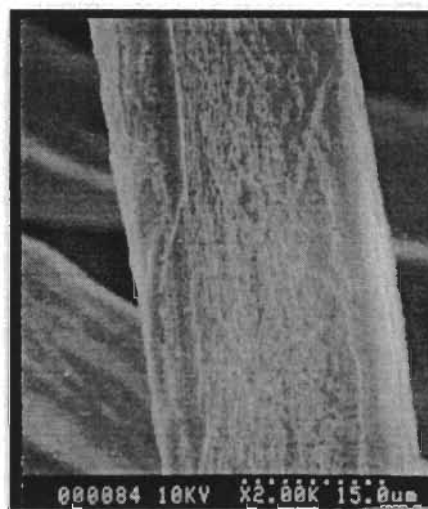


image B (2000 X)

FIGURE 7.6: Images SEM des fibres de la fraction R28 de la pâte SCMP de pin gris obtenue à la fin du 1^{er} stade de raffinage.

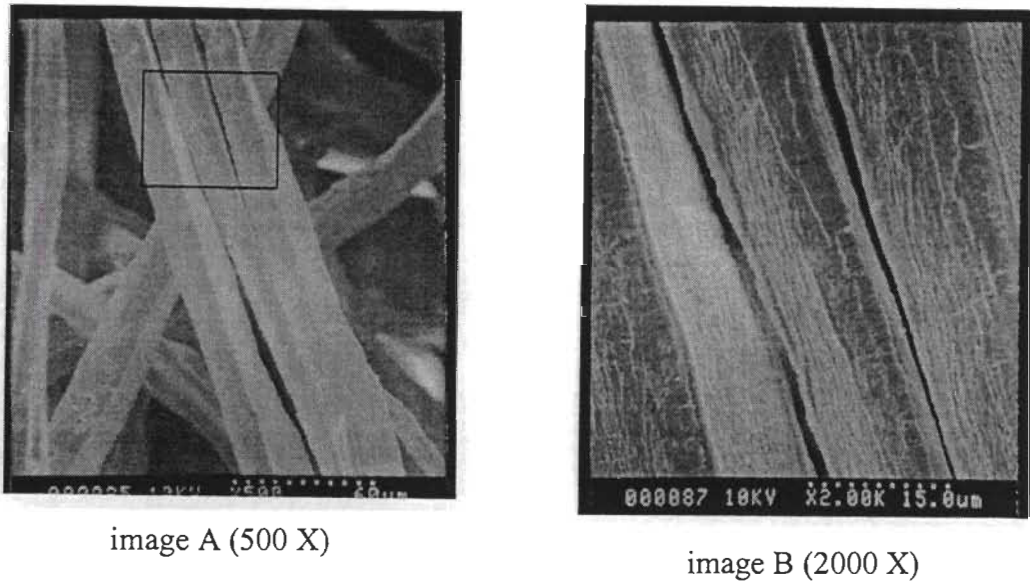


FIGURE 7.7: Images SEM des fibres de la fraction R28 de la pâte SCMP de pin gris obtenue à la fin du 1^{er} stade de raffinage.

La valeur de la surface spécifique des fibres, $0,6 \text{ m}^2/\text{g}$, a été obtenue au moyen de la méthode BET. Cette méthode est la plus répandue pour évaluer la capacité d'adsorption des gaz d'une couche superficielle [147] ou pour mesurer la surface totale des fibres [148]. Cependant, l'utilisation de l'azote comme gaz d'adsorption rend moins précise l'évaluation, à valeurs faibles, de la surface spécifique de la fibre [147]. Pour une pâte TMP, la surface spécifique mesurée avec l'azote, est de $0,9 \text{ m}^2/\text{g}$ et celle mesurée avec le krypton est de $1,5 \text{ m}^2/\text{g}$.

Dans l'analyse de surface spécifique par la méthode BET, plusieurs chercheurs utilisent l'azote lorsque la surface spécifique est supérieure à $5 \text{ m}^2/\text{g}$ [149]. *Forgacs* [126] a obtenu une relation inverse entre les valeurs de la surface spécifique et l'indice d'égouttage avec des pâtes mécaniques de différentes espèces du bois. De ces résultats, on observe que des valeurs de surface spécifique inférieures à $2 \text{ m}^2/\text{g}$ correspondent à des pâtes qui ont des indices d'égouttage supérieurs à 700 mL CSF . Étant donné des

conditions de raffinage au 1^{er} stade, les fibres de la fraction R28 de la pâte obtenue présentent une faible surface spécifique. Cette valeur de la surface spécifique peut s'expliquer lorsqu'on examine, dans les figures 7.6 et 7.7, les images A, des fibres du 1^{er} stade (500X) et leurs grossissements sur les images B. Les images A montrent des fibres avec une surface lisse. Ces fibres ne montrent pas une fibrillation visible donc la surface spécifique est faible.

Les paramètres de raffinage, N et I reliés à l'expression de l'énergie de raffinage, ont été utilisés à des valeurs conduisant principalement à une séparation des fibres. La valeur élevée de l'indice d'égouttage a une relation avec la faible valeur de la surface spécifique de la pâte du 1^{er} stade. La présence d'une quantité élevée de lignine dans les pâtes mécaniques empêche la flexibilité de leurs fibres. Le seul moyen d'augmenter le potentiel d'adhésion fibrillaire de ces pâtes consiste donc à créer une fibrillation externe afin d'augmenter leur surface spécifique. La présence des fines contribue aussi à augmenter la surface spécifique de la pâte [142].

La valeur de l'énergie spécifique du 1^{er} stade de raffinage (1,38 GJ/t), utilisée dans cette étude, ne représente que 23 % de la valeur de l'énergie spécifique totale utilisée dans une autre étude, pour une pâte SCMP de pin gris [119]; voir à ce sujet le tableau 3.3. La valeur de l'énergie spécifique du 1^{er} stade utilisée dans cette étude ne représente que 27 % de l'énergie spécifique totale requise pour une pâte SCMP d'épinette [11]; voir le tableau 2.4. Le degré de sulfonation a évidemment influé sur la faible valeur de l'énergie spécifique utilisée dans cette partie de notre étude.

7.2 Caractérisation chimique de la pâte

Le tableau 7.2 montre les résultats de la caractérisation chimique de la pâte SCMP de pin gris obtenus à la fin du 1^{er} stade de raffinage.

TABLEAU 7.2: Caractérisation chimique de la pâte du 1^{er} stade de raffinage

Caractéristique chimique	Valeur dans la pâte	Valeur dans le bois (tab. 4.2)
Holocellulose ^a	71 %	71 %
Lignine ^a (méthode <i>Klason</i>)	21 %	28 %- 29 %
Nombre <i>Hypo</i>	27	-
Matières extractibles en dichloro-méthane (DCM)	0,2 %	0,9 %- 3,3 % ^b
Solubilité dans l'hydroxyde de sodium 1%	7,6 %	16 %
Groupes carboxyles	120 mmol/kg	-

^a base matière sèche sans matières extractibles; ^b valeurs respectives pour l'aubier et le cœur du bois [150].

Selon nos analyses, la valeur de la fraction d'holocellulose indique que la fraction des carbohydrates est toujours importante dans la pâte obtenue à la fin du 1^{er} stade de raffinage. La valeur du pourcentage d'holocellulose dans la pâte, après la cuisson, reste la même que celle du bois. La fraction d'holocellulose d'une matière fibreuse comporte deux composants importants : la cellulose et les hémicelluloses [139]. Au cours du prétraitement chimique, la fraction de l'holocellulose, surtout la partie correspondant aux hémicelluloses, est oxydée sous l'effet des conditions appliquées ce qui favorise la formation de groupes carboxyles dans la pâte. Les groupes carboxyles existent en grand nombre dans les molécules d'hémicelluloses : ils confèrent aux pâtes la propriété d'échanger des ions avec des liquides [151]. Le contenu en groupes carboxyles de la cellulose est faible à l'état naissant. Le traitement chimique subséquent de la matière cellulosique conduit aussi à l'oxydation de ce composant, donc à la formation d'une certaine quantité de groupes carboxyles [152]. Dans notre étude, la présence des groupes carboxyles, 120 mmol/kg, est favorisée par les conditions du prétraitement chimique, c'est-à-dire, la quantité de réactifs, la température et le temps de cuisson dans le lessiveur. La teneur en groupes sulfonates est au moins deux fois plus élevée que la teneur en groupes carboxyles qui se forment durant la cuisson au sulfite d'une pâte à très

haut rendement [153]. Dans une autre étude, les valeurs des groupes carboxyles se situent entre 89 et 99 mmol/kg, pour des pâtes TMP, entre 103 et 110 mmol/kg pour des pâtes CTMP et entre 118 et 142 mmol/kg pour des pâtes CMP. Ces trois types de pâtes sont fabriqués à partir du bois de l'épinette noire [145].

La teneur en matières solubles dans l'hydroxyde de sodium représente la teneur en carbohydrates de faible poids moléculaire. Ils comportent principalement des hémicelluloses et de la cellulose dégradée dans la pâte [154]. La soude, très diluée, dissout une partie de la lignine et des fractions à chaînes courtes de l'holocellulose. La solubilité dans la soude diluée est toutefois considérée comme un indice de dégradation de la pâte à la fin de la cuisson [155]. Dans notre étude, la teneur en matières solubles dans l'hydroxyde de sodium est plus faible dans la pâte (7,6 %) que dans le bois (16 %). Les conditions du prétraitement chimique provoquent la solubilisation d'une partie des carbohydrates à faible poids moléculaire donc la quantité dans la pâte est réduite après la cuisson.

La quantité de lignine de la pâte de pin gris du 1^{er} stade, 21 %, est moins élevée que celle du bois de la même espèce, 29 %. Cette différence est due au prétraitement chimique de la pâte. Dans certaines conditions de cuisson, il y a addition de groupements sulfoniques ce qui permet à une partie de la lignine de devenir soluble. Cette addition est due soit à un déplacement des groupements hydroxyles présents au départ soit à un clivage de la liaison carbone-oxygène-carbone [107]. Dans la méthode d'analyse *Klason*, la lignine obtenue ne comporte que la lignine insoluble en milieu acide. L'autre partie de la lignine, lignine acido-soluble, n'a pas été évaluée dans cette étude. La teneur en lignine acido-soluble peut cependant atteindre une valeur de 5 % lorsque le rendement de la pâte diminue après la cuisson [156]. Dans notre étude, la lignine *Klason* de la pâte, obtenue à la fin du 1^{er} stade de raffinage, représente une fraction importante de la lignine, ce qui est caractéristique des pâtes obtenues à un rendement élevé. Des pâtes chimico-mécaniques de pin gris à rendement entre 85 et 90 % comportent des valeurs de lignine *Klason* entre 22 à 24 % [156]. La teneur de lignine dans la pâte est également évaluée

indirectement par la méthode du nombre Hypo. La détermination de ce paramètre est aussi une mesure du degré de délignification de tout type de pâte [157]. Cependant, le nombre Hypo convient particulièrement aux pâtes fabriquées par cuisson à très haut rendement [158].

Le solvant utilisé pour l'analyse des matières extractibles, le dichloro-méthane, solubilise la fraction des cires, matières grasses et résines [159]. Ces matières sont la cause de la formation de poix sur le papier. Pour les bois de pin, les matières extractibles, dont les résines, sont présentes dans toute la masse de bois [155]. Dans notre étude, sous l'effet du prétraitement chimique, la fraction de matières extractibles se solubilise dans le milieu de réaction de la cuisson et une partie importante des résines est éliminée lors du lavage de la pâte. La présence de ces matières, solubles en dichloro-méthane, est donc très faible : 0,2 %. Ce résultat confirme les résultats d'un autre auteur [155] montrant que la quantité des résines dans la pâte devient faible après la cuisson. Des résultats obtenus dans une autre étude confirment que les matières extractibles, solubles en dichloro-méthane, sont dissoutes par effet du prétraitement au sulfite d'une pâte à très haut rendement. Les teneurs de ces matières solubles en dichloro-méthane, sont respectivement de 0,71 et 0,97 % pour les copeaux d'aubier et de cœur du bois de pin gris. Après le prétraitement au sulfite, les valeurs respectives sont de 0,16 et 0,33 % [153].

Par ailleurs, la présence de la lignine et des matières extractibles dans la pâte affectent la valeur de la surface spécifique des fibres. Principalement, les matières extractibles produisent une surface lisse qui réagit avec la structure hydrocarbonée [147]. Cette caractéristique de la pâte pourrait influencer sur les effets de raffinage dans la pile PFI. Une représentation graphique de la variation des principaux composants dans la matière fibreuse étudiée est présentée dans la figure 7.8. À partir d'une valeur donnée du bois (100%) les valeurs calculées de l'holocellulose et de la lignine restent toujours à des niveaux élevés après la cuisson: la partie dissoute est donc relativement faible. La fraction des matières extractibles dans la pâte, soluble dans un solvant organique, est

cependant peu importante et la partie dissoute, après la cuisson, relativement importante. Les valeurs choisies correspondent à ceux des pourcentages théoriques des composants dans le bois, à ceux du rendement de cuisson et des pourcentages des composants dans la pâte obtenues dans notre étude. On attribue par hypothèse à la fraction de la lignine soluble [156] un pourcentage de 5 %.

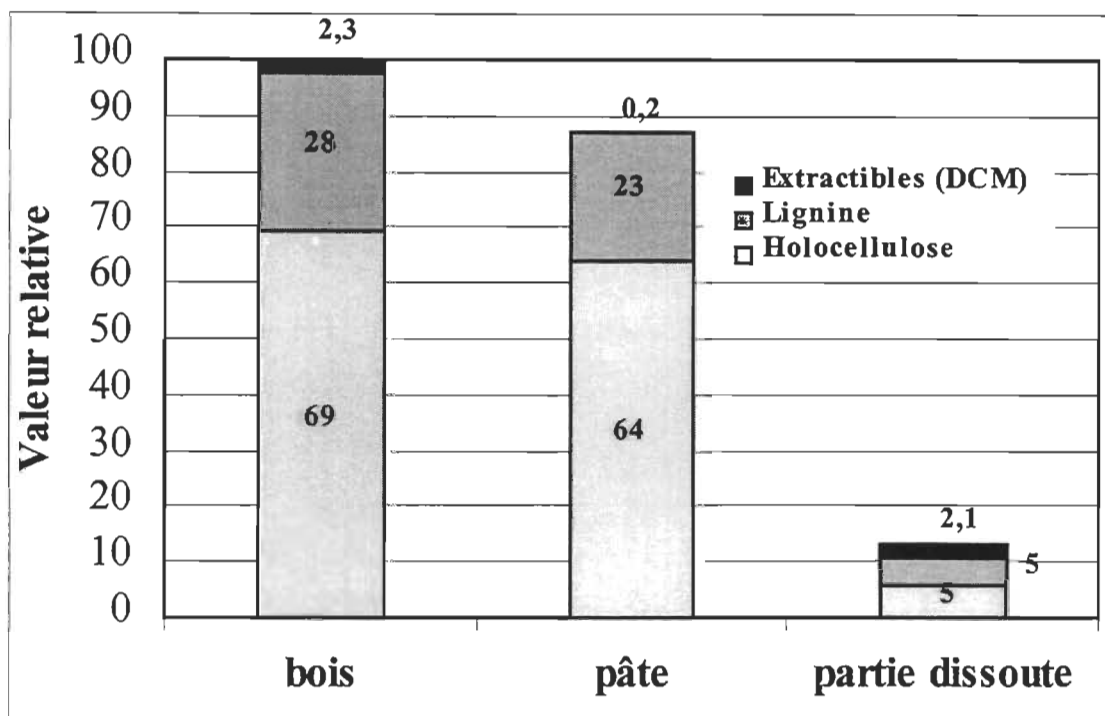


FIGURE 7.8: Variation de trois composants chimiques dans le bois et dans la pâte du 1^{er} stade de raffinage, de pin gris (base=100 % du bois).

7.3 CONCLUSIONS DE CE CHAPITRE

D'après les résultats de ce chapitre, les efforts appliqués ont été suffisants pour la séparation des fibres du 1^{er} stade de raffinage de la pâte SCMP. La plupart des fibres n'ont pas subi de modifications physiques sur la paroi fibrillaire. La pâte obtenue, d'un degré de sulfonation important, a subi aussi la dissolution d'une partie de ses composants et le rendement est dans la fourchette du rendement moyen d'une pâte à haut

rendement. Les fibres de cette pâte servent à notre étude visant à l'application des efforts dans le 2^e stade de raffinage dans la pile PFI. Dans le chapitre suivant les caractéristiques des pâtes raffinées sont présentées et discutées.

CHAPITRE VIII

RÉSULTATS ET DISCUSSION : 2^e STADE DU RAFFINAGE PFI (ÉNERGIE DE RAFFINAGE ET CARACTÉRISATION DES PÂTES)

8.1 Évaluation de l'énergie de raffinage

Les valeurs lues à l'énergimètre de la puissance et de l'énergie, sont produites par le moteur du rotor interne de la pile PFI. Ces valeurs sont présentées dans l'annexe C. Les diverses valeurs du nombre de révolutions du rotor interne ont été également lues au cours du raffinage. Ces valeurs montrent une variation linéaire lorsque le raffinage s'applique sur la pâte.

8.1.1 Courbes de la puissance au cours du raffinage

Les courbes des valeurs de la puissance pour les trois valeurs de vitesse du rotor interne sont représentées dans la figure 8.1. Les différentes valeurs de la puissance utilisée à chaque raffinage pour la pile PFI, se trouvent dans l'annexe C. Dans la figure 8.1-A, on observe qu'à 900 rpm, les valeurs de la puissance tendent à baisser lorsque le temps de raffinage augmente. Pour les 3 valeurs de consistance étudiées, la puissance, à 900 rpm, varie peu au cours du raffinage. De plus, la courbe de la puissance, à 30% de consistance, montre une fluctuation irrégulière au cours du raffinage. Cette fluctuation est une conséquence de la surface rugueuse, à une consistance élevée, de la pâte placée dans la pile PFI. Dans la section B de la figure 8.1, à des valeurs de vitesses élevées (1440 et 2000 rpm), la puissance diminue également au cours du raffinage. Kerekes [67] lors d'une étude avec une pâte chimique, obtient aussi une courbe décroissante de la puissance au cours de son raffinage dans une pile PFI. Selon cet auteur [67], cette courbe de puissance est typique d'un raffinage PFI. La pâte à raffiner a besoin d'une puissance élevée au début du raffinage afin de vaincre la résistance du réseau des fibres.

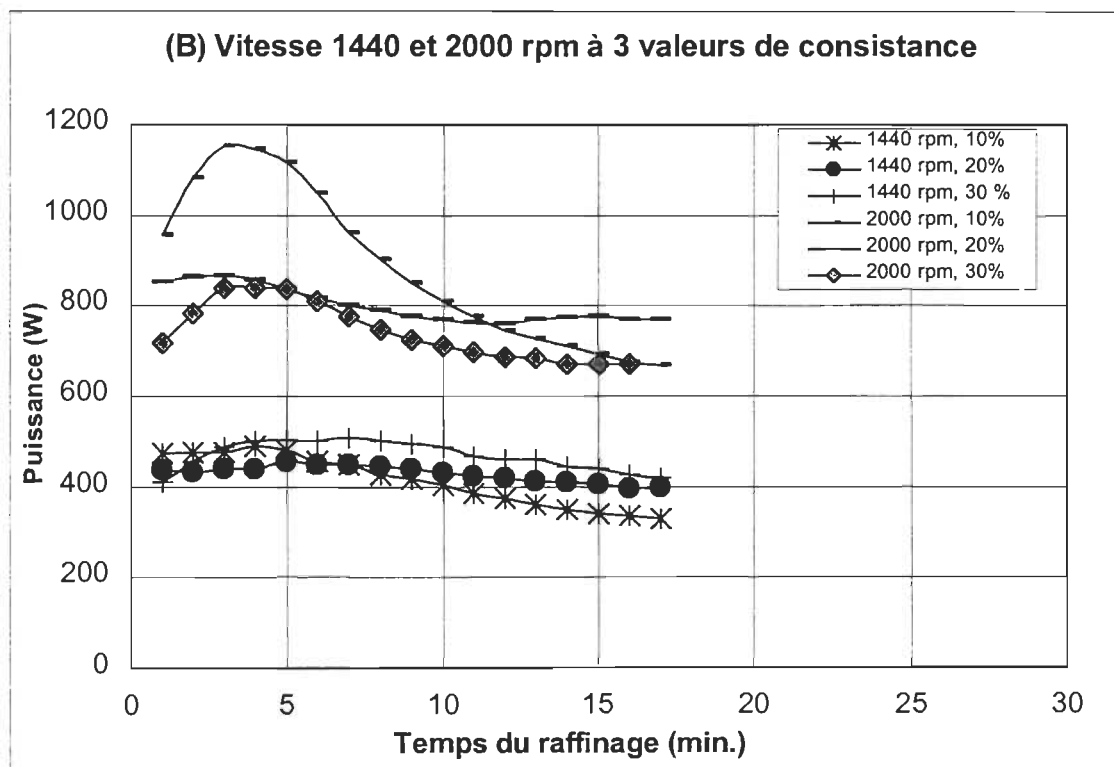
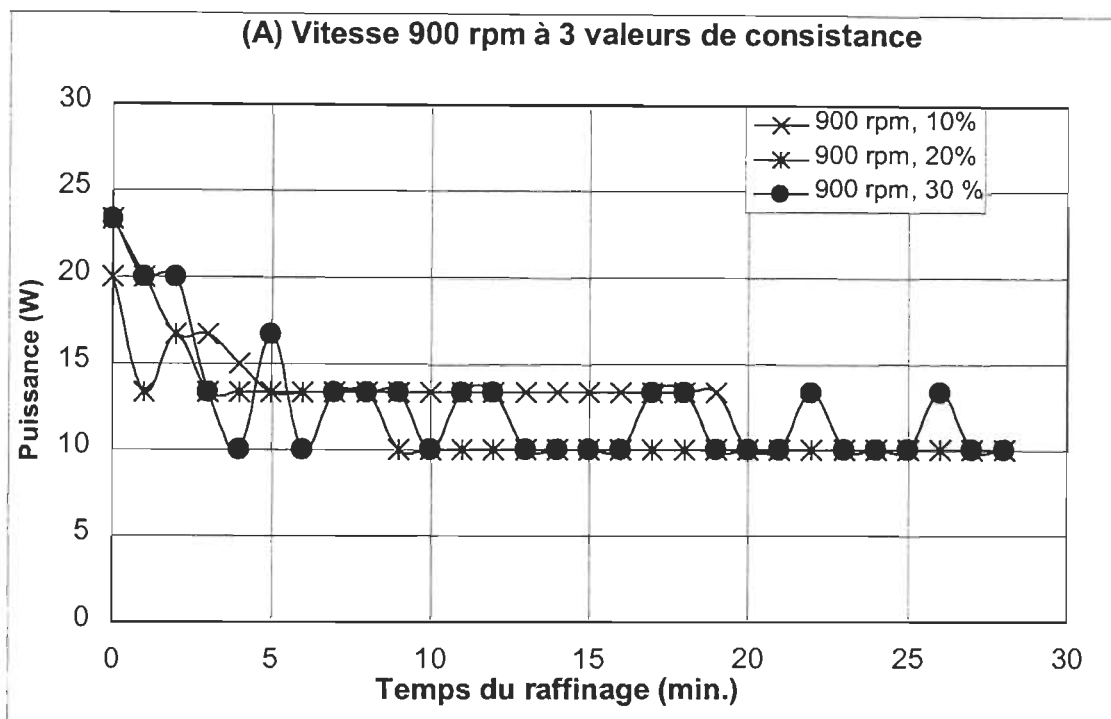


FIGURE 8.1: Courbes des variations des valeurs moyennes de la puissance au cours du raffinage PFI.

La puissance demandée diminue au fur et à mesure qu'augmente la flexibilité des fibres [67]. Dans une autre étude, Radoslavova [121] explique que la puissance diminue à cause de la réduction de la viscosité apparente de la pâte au cours du raffinage à cause de l'augmentation de température. La consistance de la pâte a apparemment une influence sur les valeurs de puissance utilisée pendant le raffinage dans la pile PFI. Cette influence est plus importante à une faible consistance. À cette consistance, la masse de l'eau est plus élevée qu'à une haute consistance. Pour cette étude, l'application d'une formule de calcul de la consommation de la puissance dans un milieu centrifuge [160], établit une relation proportionnelle entre la masse de la concentration et la vitesse du rotor avec la puissance de transport de la pâte dans le raffineur.

Dans la figure 8.1-B, on observe que les valeurs de la puissance du moteur sont les plus élevées à la consistance de 10 % et à la vitesse de 2000 rpm. Les valeurs dans la même courbe sont également plus élevées au début du raffinage. La puissance élevée au début du raffinage est probablement nécessaire pour initier le déplacement et l'homogénéisation de la masse de pâte. En ce qui concerne l'écart entre les rotors, il n'y a pas eu apparemment d'influence de cette variable sur les valeurs de la puissance obtenues dans cette étude. Les courbes des valeurs moyennes de puissance pour les 3 valeurs de vitesse et pour les 3 valeurs d'écart entre les rotors sont présentées dans l'annexe C. La puissance nette¹ est dépensée, une partie pour le raffinage, une autre pour la génération des forces de centrifugation, une autre pour le déplacement de la pâte et une autre pour d'autres effets telle que l'augmentation de la température. Ces effets entraînent l'augmentation de la consommation d'énergie et aussi la diminution de la courbe d'efficacité² de la puissance d'un raffineur quand la vitesse des disques du raffineur augmente [43]. Les valeurs calculées de l'efficacité pour le moteur du rotor interne sont présentées dans la présente étude (voir annexe D).

¹ Puissance nette = puissance totale – puissance à vide

² Efficacité d'un moteur: mesure de capacité d'un moteur à changer l'énergie électrique d'entrée (EE) en énergie mécanique de sortie (EM). Pertes = EE – EM

On observe dans la figure 8.2 que les valeurs de l'efficacité du moteur diminuent avec l'augmentation de la vitesse différentielle entre les rotors de la pile PFI, de même façon que dans un raffineur industriel. Cette perte d'efficacité, dans le raffineur industriel, est expliquée par la formation de turbulence dans le milieu du raffinage [43]. Aux valeurs élevées de vitesse différentielle dans la pile PFI, l'efficacité du moteur diminue en-dessous de 30 %, pour les trois valeurs de consistance.

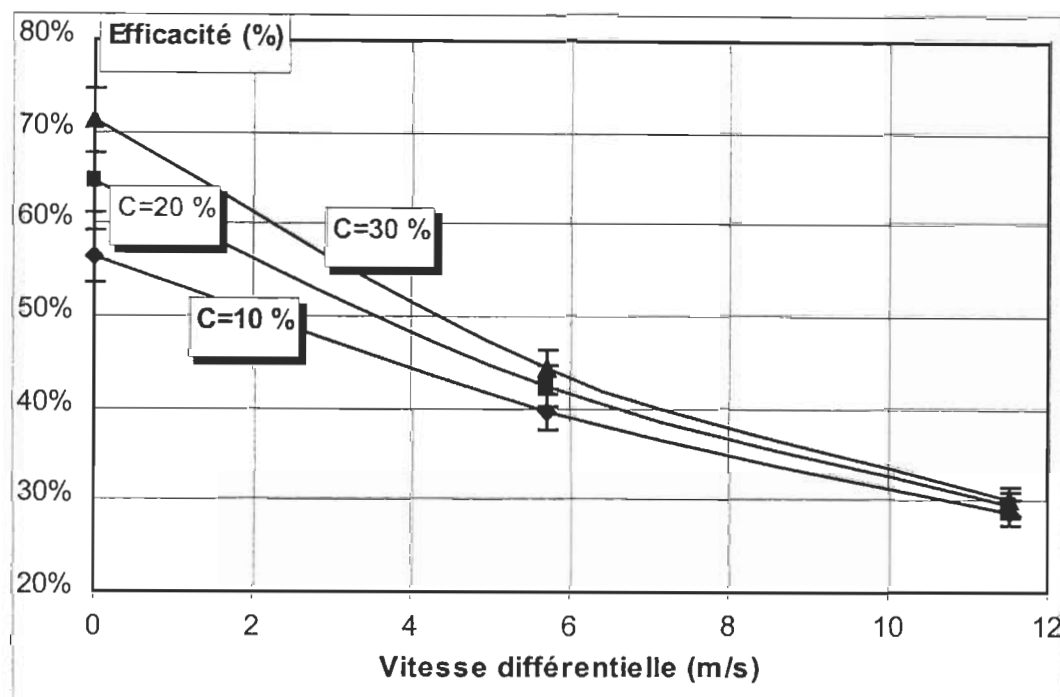


FIGURE 8.2: Courbes d'efficacité de la puissance, valeurs moyennes en consistance, du moteur du rotor interne de la pile PFI.

8.1.2 Courbes d'énergie de raffinage

Tel qu'on observe dans la figure 8.3, représentant la surface de réponse, l'énergie nette du raffinage augmente avec les valeurs de la vitesse différentielle entre les rotors de la pile PFI. Les valeurs de l'énergie nette de raffinage sont présentées dans l'annexe D. Selon l'analyse de variance des valeurs de l'énergie nette du raffinage, on détermine qu'il y a une influence significative de la variable vitesse différentielle. L'équation de

régression entre les valeurs codées de ces 2 variables indépendantes et les valeurs réelles de l'énergie de raffinage est :

$$\text{Énergie nette (Wh)} = 124 + (69,7 \times \text{Vitesse}) - (15,1 \times \text{Consistance} \times \text{Vitesse}) - (18,7 \times \text{Vitesse}^2)$$

Éq. 8.1

Cette équation a un facteur de corrélation R^2_{adj} de 96 %. On observe dans l'équation que la vitesse différentielle a une influence, la plus importante, sur la consommation d'énergie au cours du raffinage dans la pile PFI. Il existe évidemment une relation directe entre les valeurs de la puissance du moteur et les valeurs de l'énergie de raffinage. Une partie de l'énergie de raffinage, dépensée pour l'effet de l'augmentation de la vitesse différentielle, est utilisée pour d'autres effets différents de ceux produits pour raffiner les fibres.

La consistance de la pâte a également une influence négative sur la consommation de l'énergie : cette variable agit en interaction avec la vitesse différentielle entre les rotors. L'importance de cette interaction est cependant plus petite que celle de la vitesse différentielle. Dans cette étude, à faible vitesse, l'élévation de la consistance entraîne une augmentation faible de l'énergie nette de raffinage. Il y a apparemment une influence de la surface rugueuse de la pâte à consistance élevée ce qui est favorable à la consommation de l'énergie. Cependant, dans une zone de valeurs de vitesse élevées, l'énergie nette diminue quand la consistance augmente. Dans ce cas, il y a une influence de la masse totale, la pâte plus l'eau, qui est élevée à faible consistance. Par conséquent, les valeurs de l'énergie dépensée pour le transport de la pâte sont plus élevées lorsque la vitesse différentielle entre les rotors augmente. Dans l'annexe D, se trouvent les valeurs calculées de la puissance utilisée pour la centrifugation et pour le transport de la pâte au cours du raffinage PFI.

Les résultats d'une étude [161] démontrent que la quantité d'énergie utilisée dans la pile raffineuse PFI augmente avec l'élévation de la consistance de la pâte et aussi celle de la charge appliquée, pour deux types de pâtes: à fibre courte et à fibre longue. L'utilisation de la pâte à fibres longues entraîne cependant une modification de la linéarité de la courbe d'énergie lorsqu'on arrive à des niveaux élevés de raffinage. Le même auteur [161] mentionne qu'il est difficile de déterminer si ces modifications sont une conséquence de l'élévation de la température ou des changements de consistance produits par effet du séjour prolongé de la pâte dans le raffineur. D'ailleurs, selon l'équation d'écoulement de la pâte, dans un raffineur à disques, la force centrifuge est inversement proportionnelle à la consistance de la pâte [55] donc l'énergie de raffinage utilisée par centrifugation est faible à une consistance élevée. La surface de réponse de l'énergie spécifique du raffinage, présentée dans la figure 8.4, est semblable à celle de l'énergie nette de raffinage. Les explications concernant l'énergie spécifique sont donc les mêmes que celles concernant l'énergie nette. L'équation qui représente les variations de l'énergie spécifique en fonction de la vitesse et de la consistance est la suivante:

$$\text{Énergie spécifique (GJ/t)} = 18,5 + (10,5 \times \text{Vitesse}) - (2,28 \times \text{Consistance} \times \text{Vitesse}) - (2,8 \times \text{Vitesse}^2)$$

Éq. 8.2

Le coefficient de régression ajusté de l'équation est de 96 %. On remarque cependant que les valeurs de l'énergie spécifique de raffinage utilisée pour une pâte dans une pile PFI sont assez élevées en comparaison des valeurs de l'énergie spécifique habituellement dépensée au cours du raffinage industriel des pâtes mécaniques. Des quantités d'énergie variant de 5 à 12 GJ/t sont utilisées pour le raffinage des pâtes à haut rendement de pin gris; voir tableau 3.4. Dans la présente étude, pour le 2^e stade de raffinage, l'énergie spécifique varie entre 3 et 32 GJ/t. Le niveau d'énergie spécifique dépend du nombre total de révolutions appliquées dans la pile PFI : 25000. Cette valeur a été déterminée afin d'obtenir une pâte avec un indice d'égouttage entre 400 et 500 mL CSF.

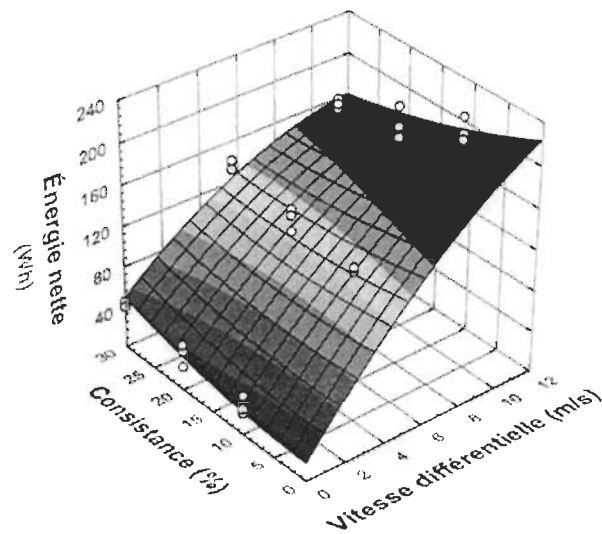


FIGURE 8.3: Surface de réponse de l'énergie nette de raffinage (Wh) en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance, des pâtes étudiées.

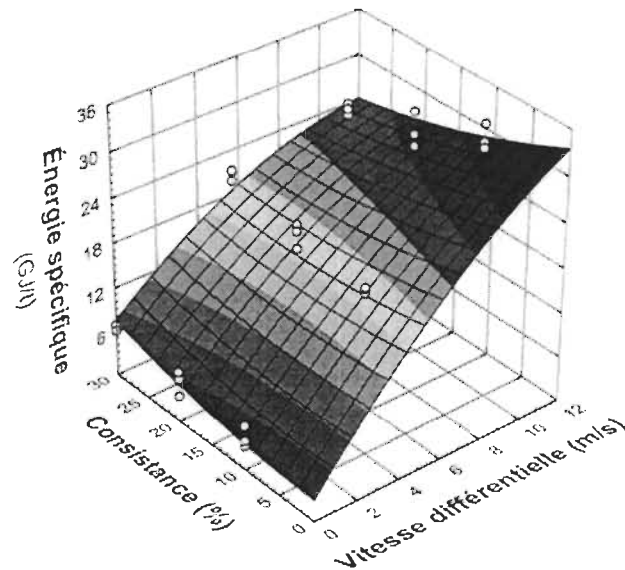


FIGURE 8.4: Surface de réponse de l'énergie spécifique de raffinage (GJ/t) en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance, des pâtes étudiées.

À valeurs comparables d'énergie spécifique, la pile PFI ne confère à la pâte qu'une faible résistance. Ce résultat est expliqué par une faible intensité de raffinage de la pile PFI : sa valeur I est de 6 à 60 fois plus faible que celle appliquée dans le raffineur Escher Wyss [67]. Les résultats d'une étude de raffinage dans une pile PFI, démontrent la faiblesse des effets obtenus sur une pâte à fibres longues [161].

En conclusion, les valeurs de la puissance et de l'énergie de raffinage sont des données de référence importantes pour l'évaluation du développement du raffinage : la mesure de la puissance de raffinage a plus d'avantages que la mesure des autres paramètres d'évaluation tels que le temps du raffinage ou l'indice d'égouttage [161].

8.2 Paramètres d'action du raffinage

Dans certains raffineurs de laboratoire, tels que la pile PFI, les valeurs de l'énergie spécifique sont cependant excessivement élevées. Cependant, comme cela a été expliqué dans la section 3.2.3, l'utilisation des paramètres de l'intensité, du nombre d'impacts et du facteur C décrivent mieux l'action mécanique du raffinage. Les valeurs des paramètres de l'action mécanique de raffinage ont été obtenues selon la théorie du facteur C , de Kerekes [66] appliquée par Welch [67] pour la pile raffineuse PFI. Les valeurs des paramètres de l'action mécanique du raffinage pour la pile PFI permettent une meilleure caractérisation des pâtes raffinées au moyen de différents raffineurs [59].

Dans la présente étude, les valeurs utilisées dans les calculs du facteur C , de l'intensité de raffinage et du nombre d'impacts sont présentées dans le tableau 8.1. Les valeurs du facteur C ont été calculées selon la formule proposée par Welch [67]. En ce qui concerne le nombre d'impacts (N) et l'intensité du raffinage (I), les valeurs respectives ont été calculées pour les deux cas proposés : pour une grande zone de raffinage (cas 1) et pour une petite zone de raffinage (cas 2). Les valeurs comprises dans chacun de ces deux cas correspondent aux limites dans lesquelles la pile raffineuse PFI produit un effet de

raffinage [67]. Dans le même tableau, comme référence, sont montrées les valeurs de N et I , nécessaires pour vaincre la réaction du réseau de fibres et pour produire la rupture d'une fibre longue d'une pâte kraft [59]. Dans la présente étude, les effets de raffinage obtenus sont analysés en fonction des paramètres N et I qui expriment l'action mécanique de raffinage. Les données utilisées pour le calcul des paramètres N et I sont présentées dans l'annexe E.

Dans cette étude, les valeurs du nombre d'impacts $-N-$ sont les plus faibles à la plus basse vitesse étudiée : 900 rpm. À la vitesse maximale, on obtient un nombre d'impacts assez élevé. L'intensité du raffinage $-I-$ a cependant un comportement contraire à celui du nombre d'impacts: la valeur maximale de I se présente à 900 rpm et la valeur minimale à 2000 rpm. Dans les deux cas, il existe évidemment une influence importante de la vitesse différentielle entre les rotors et de la consistance de la pâte. À une faible vitesse différentielle de raffinage, l'énergie utilisée est concentrée sur un petit nombre d'impacts : la valeur de l'intensité de raffinage est donc élevée. Au contraire, à une vitesse différentielle élevée, l'énergie utilisée est élevée mais aussi le nombre d'impacts. En conséquence, la valeur de l'intensité de raffinage est faible.

La distribution des valeurs N et I obtenues dans cette étude est montrée dans la figure 8.5.

TABLEAU 8.1: Valeurs du facteur C, du nombre d'impacts (N), de l'intensité du raffinage (I) et l'énergie par fibre (Ef) des pâtes étudiées

CODE	Facteur C (s ⁻¹)	Nombre d'impacts N (impacts)		Intensité de raffinage -I- (J/impact-fibre)		Énergie par fibre -Ef- (J/fibre)
	x 10 ⁶	Cas 1	Cas 2	Cas 1	Cas 2	
V1-100	7,73	428	25	5,8 E-06	9,97 E-05	2,50E-03
V1-200	2,29	164	25	3,64 E-05	2,41 E-04	5,97E-03
V1-300	1,27	92	19	6,91 E-05	3,28 E-04	6,32E-03
V1-101	6,90	428	24	8,01 E-06	1,40 E-04	3,43E-03
V1-201	2,19	164	26	2,25 E-05	1,45 E-04	3,69E-03
V1-301	1,13	92	22	8,73 E-05	3,69 E-04	7,99E-03
V1-102	7,03	428	25	1,2 E-05	2,08 E-04	5,12E-03
V1-202	2,37	164	25	4,1 E-05	2,70 E-04	6,65E-03
V1-302	1,14	92	21	7,72 E-05	3,34 E-04	7,07E-03
V2-100	1750	63701	5249	1,93 E-07	2,35 E-06	1,23E-02
V2-200	1140	44441	9391	3,47 E-07	1,64 E-06	1,54E-02
V2-300	973	36133	11640	4,29 E-07	1,33 E-06	1,55E-02
V2-101	1630	63701	6189	2,14 E-07	2,20 E-06	1,36E-02
V2-201	1240	44441	9337	2,71 E-07	1,29 E-06	1,20E-02
V2-301	1030	36133	11946	3,87 E-07	1,17 E-06	1,40E-02
V2-102	1670	63701	5600	2,09 E-07	2,38 E-06	1,33E-02
V2-202	1290	44441	9284	2,72 E-07	1,30 E-06	1,21E-02
V2-302	971	36133	11519	4,32 E-07	1,35 E-06	1,56E-02
V3-100	4270	92730	9666	1,83 E-07	1,75 E-06	1,70E-02
V3-200	2490	64631	20330	2,79 E-07	8,88 E-07	1,81E-02
V3-300	2290	52529	23751	2,9 E-07	6,42 E-07	1,53E-02
V3-101	3550	92730	11096	2,29 E-07	1,92 E-06	2,13E-02
V3-201	2780	64631	19565	2,38 E-07	7,86 E-07	1,54E-02
V3-301	2160	52529	23381	2,92 E-07	6,57 E-07	1,54E-02
V3-102	3000	92730	13383	2,55 E-07	1,77 E-06	2,36E-02
V3-202	2600	64631	19130	2,85 E-07	9,64 E-07	1,84E-02
V3-302	2120	52529	24493	3,04 E-07	6,53 E-07	1,60E-02
Minimale	1,13	92	19	1,83 E-07	6,42 E-07	2,50E-03
Maximale	4270	92730	24493	8,73 E-05	3,69 E-04	2,36E-02
Rupture du réseau de fibres ^a ^b (valeur minimale)				N=1	1 E-09	1 E-09
Flexibiliser la fibre ^b (valeur minimale)				N=50000	1,5 E-07	7,5 E-03
Valeur maximale pour casser la fibre ^b				N=1	1 E-05	1 E-05
Frottement sévère de la fibre ^b				N=8	0,8 E-05	6,4 E-05

^a valeur à 3% de consistance; ^b valeurs pour une pâte kraft de fibre longue. Source [59].

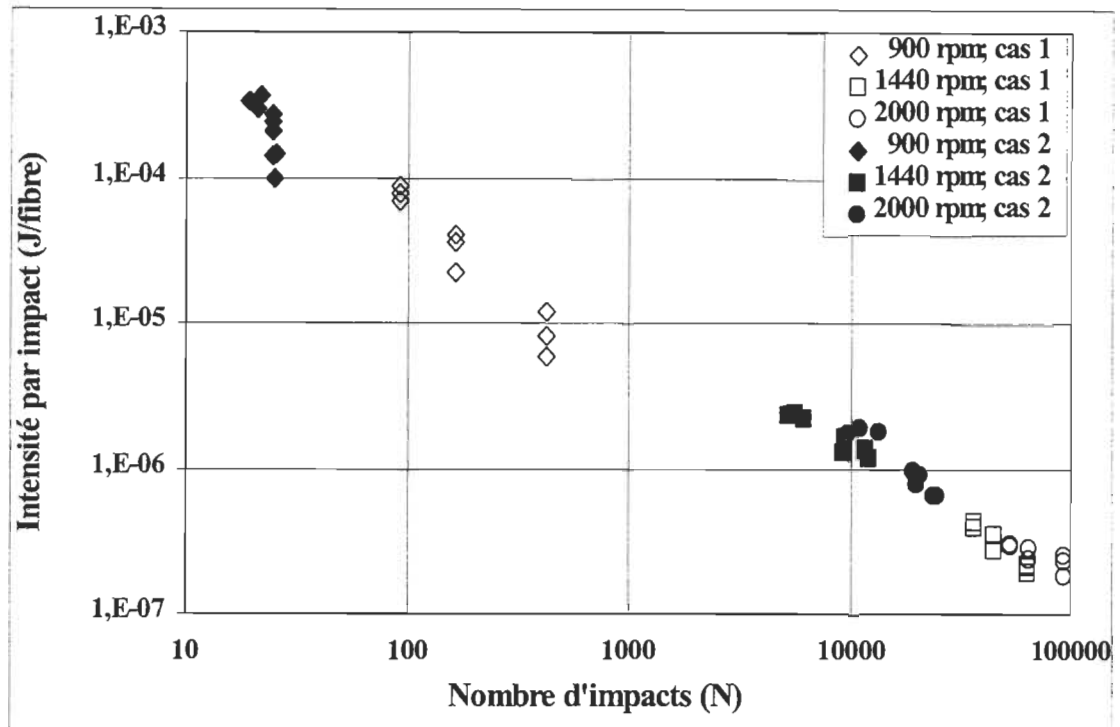


FIGURE 8.5: Représentation des valeurs du nombre d'impacts $-N-$ et de l'intensité du raffinage $-I-$ obtenues pour les pâtes raffinées dans la pile PFI. Cas 1 : limites inférieures de I et limites supérieures de N . Cas 2 : limites supérieures de I et limites inférieures de N .

Pour une meilleure visualisation, les valeurs de N et I sont représentées sur une échelle logarithmique. La représentation des valeurs de N et I , à l'échelle normale, est analogue à celle proposée par Kerekes [66]. Lorsque les valeurs de N sont élevées, le raffinage produit un effet important de fibrillation. À des valeurs élevées de I , le raffinage produit un effet important de coupure de fibres. Toutefois, il n'y a pas une définition exacte des zones de coupure ou de fibrillation dans cette figure. Ces effets seront cependant évalués avec les résultats de la caractérisation des fibres. Au moyen de l'analyse de variance, on peut constater que les variables vitesse différentielle et consistance de la pâte ont une influence significative (95%) sur les valeurs de N et I . Les facteurs de corrélation des équations proposées sont élevés étant donné que les valeurs des variables consistance et vitesse interviennent dans les calculs de N et I . Il y a également une influence significative de l'interaction entre les variables vitesse et consistance. Cependant, il n'y a

aucun effet de la variable écart entre les rotors sur les valeurs de N et I. Dans le tableau 8.2 sont présentées les valeurs des coefficients de régression entre les valeurs codées de la vitesse différentielle et de la consistance sur les valeurs du nombre d'impacts, N, et de l'intensité de raffinage, I. Les valeurs des coefficients de régression de la vitesse et de la consistance, par rapport à la constante de l'équation, démontrent l'importance de ces variables.

TABLEAU 8.2: Coefficients de régression entre la vitesse différentielle et la consistance de la pâte sur les valeurs de N et I.

Variable	Coefficients de régression ^a			
	N (cas 1)	N (cas 2)	I (cas 1)	I (cas 2)
Constante	45076	9676	3,06 E-07	1,68 E-06
Vitesse différentielle (V)	+ 34868	+ 9147	- 1,98 E-05	- 11,8 E-05
Consistance de pâte (C)	- 11351	+ 3082	+ 1,16 E-05	+ 3,20 E-05
V et C	- 9966	+ 3129	- 1,73 E-05	- 4,89 E-05
V ²	- 12996	–	+ 1,98 E-05	+11,7 E-05
C ²	+ 4524	- 896	–	–
R ² ajusté	99 %	99 %	88 %	92 %

^a valeurs obtenues au moyen de l'analyse de variance (ANOVA) . Intervalle de confiance 95%.

8.3 Caractérisation des pâtes raffinées

Les valeurs qui correspondent à la caractérisation des pâtes raffinées et à la caractérisation des fibres sont présentées dans l'annexe F. Dans cette partie du travail, les variables étudiées servent à l'explication des résultats obtenus. Cependant, seules les variables qui ont une influence significative s'utilisent pour les explications des résultats. La sélection des variables est faite au moyen de l'analyse de variance (ANOVA), à partir de l'application du logiciel Stat-plus. Cette sélection des variables est expliquée dans l'annexe G. Les paramètres de l'action mécanique de raffinage sont également utilisés pour l'explication des résultats les plus importants qui caractérisent les pâtes et concernent les rejets, la longueur de fibres, la fraction de fines et la masse linéique.

8.3.1 Indice d'égouttage

Dans cette étude, la mesure de l'indice d'égouttage des pâtes SCMP de pin gris, raffinées dans la pile PFI, a été une mesure de contrôle plutôt qu'un résultat précis caractérisant la pâte raffinée. L'information bibliographique indique que l'indice d'égouttage seul n'est pas une mesure de caractérisation des pâtes et il peut conduire à une fausse interprétation de leurs caractéristiques [126]. L'indice d'égouttage est cependant dépendant de la distribution de la longueur de fibre et au développement de la surface spécifique des fibres. Toutefois, des pâtes obtenues par différents procédés à un même indice d'égouttage peuvent avoir des propriétés différentes [162]. Dans cette étude, les valeurs de l'indice d'égouttage des pâtes raffinées de 2^e stade changent selon les différentes conditions appliquées pour chaque raffinage dans la pile PFI. Au moyen de l'analyse de variance, on a démontré que les trois variables à l'étude ont une influence significative sur les valeurs de l'indice d'égouttage. L'interaction entre la consistance et l'écart entre les rotors a également une influence sur l'indice d'égouttage.

La variation des valeurs de l'indice d'égouttage (I_{eg}) en fonction des valeurs codées des 3 variables est représentée par l'équation suivante:

$$I_{eg} \text{ (mL)} = 461 + (47 \times \text{Consistance}) + (31 \times \text{Écart}) - (176 \times \text{Vitesse}) - (37 \times \text{Consistance} \times \text{Écart}) + (61 \times \text{Vitesse}^2)$$

Éq. 8.3

L'équation a un coefficient de détermination R^2 ajusté de 93 %. Selon les coefficients de régression de l'équation, l'effet le plus important est celui de la vitesse différentielle. Les représentations pour la forme de surface de réponse, des valeurs de l'indice d'égouttage en fonction des valeurs des variables de raffinage sont présentées dans la figure 8.6. À titre de comparaison, deux surfaces de réponse résultant de la combinaison de la vitesse et les deux autres variables sont montrées dans cette figure.

Dans la section A de la figure 8.6, on observe que l'indice d'égouttage diminue lorsque la vitesse différentielle entre les rotors augmente ou que la consistance de la pâte diminue. La diminution des valeurs de l'indice d'égouttage est cependant plus importante quand augmente la vitesse différentielle. Dans la section B de la figure, les valeurs de l'indice d'égouttage diminuent quand l'écart entre les rotors est plus faible. Cet effet est cependant peu important en comparaison de celui produit par la vitesse. L'indice d'égouttage diminue lorsqu'on augmente les forces appliquées au cours du raffinage. Les forces produites, dont la force de cisaillement, dans la pile raffineuse, augmentent comme conséquence de l'augmentation de la vitesse différentielle (V_d). Les valeurs de la force de cisaillement (F_c) ont une relation directe avec les valeurs de V_d mais une relation inverse avec les valeurs de l'écart entre les rotors, comme le démontre l'équation de Hietanen et Ebeling [86]. L'indice d'égouttage des pâtes étudiées semble donc diminuer avec l'augmentation des valeurs des forces de cisaillement appliquées pendant le raffinage. Les valeurs de l'indice d'égouttage des pâtes à haut rendement sont aussi fortement influencées par la présence de fines. Ces fines résultent du détachement et de la coupure des fibres produits au cours du raffinage [56]. La distribution des valeurs de l'indice d'égouttage en fonction de la force de cisaillement est présentée dans la figure 8.7. Ces valeurs de la force de cisaillement sont obtenues à partir de l'énergie nette du raffinage (voir annexe D).

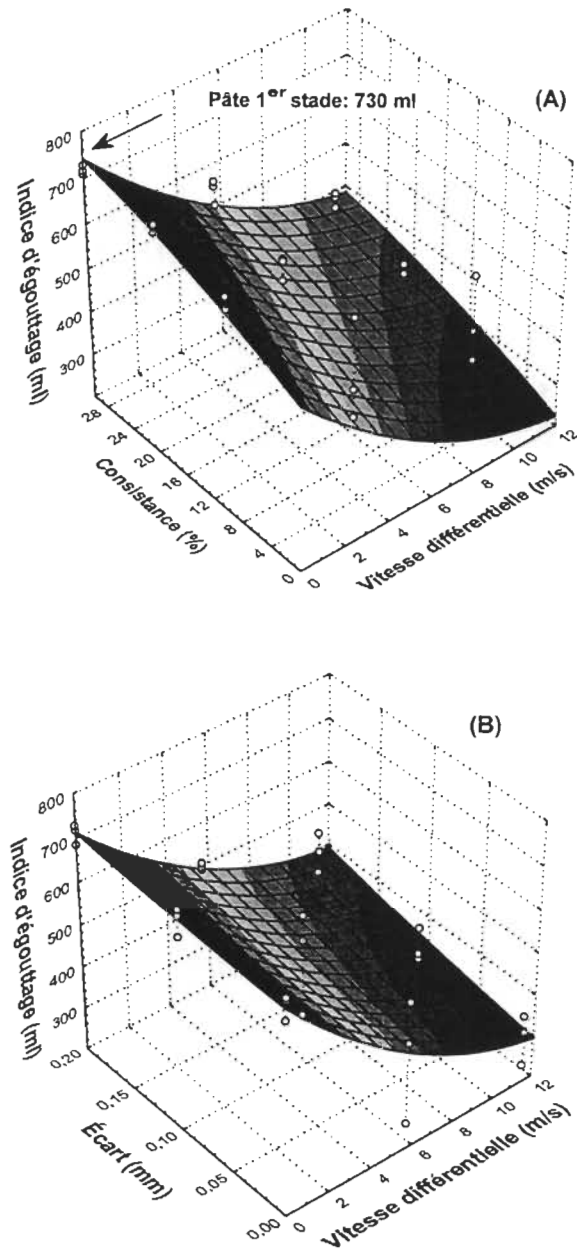


FIGURE 8.6 Surface de réponse de l'indice d'égouttage en fonction des trois variables en étude: (A) en fonction de la vitesse et de la consistance; (B) en fonction de la vitesse et de l'écart.

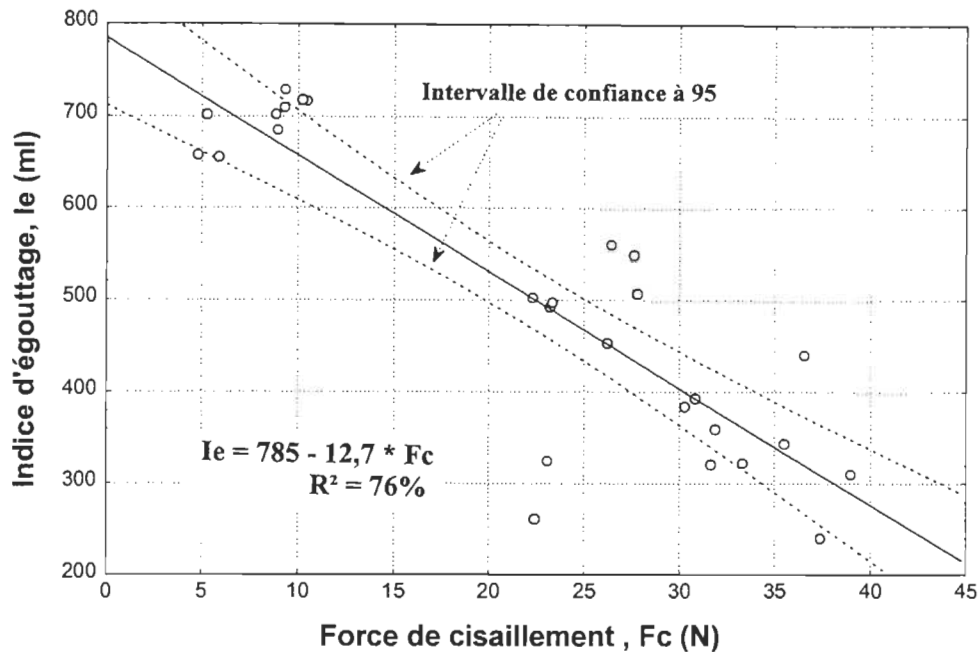


FIGURE 8.7: Distribution des valeurs de l'indice d'égouttage en fonction de la force de cisaillement pour les pâtes étudiées.

L'écart entre les rotors a une influence sur les valeurs de l'indice d'égouttage. La diminution de l'écart entre les rotors entraîne une augmentation des valeurs de Fc. Dans cette étude, les valeurs de l'indice d'égouttage diminuent en fonction de l'écart à une faible consistance (10%). L'effet de l'écart est cependant peu important à une consistance élevée. Durant le raffinage, la faible consistance de la pâte favorise les contacts fibre-barre qui augmentent quand l'écart entre les rotors est réduit dans la pile PFI.

Le nombre de contacts fibre-barre peut être représenté par le nombre d'impacts imposé par les barres du rotor interne de la pile PFI sur la pâte. Un impact correspond à la déformation cyclique d'une fibre imposée par une barre d'un raffineur. Les contacts fibre-fibre ne sont pas considérées lors de cette analyse [59].

8.3.1.1 Relation entre l'indice d'égouttage et les valeurs de N et I

Le nombre de contacts fibre-barre est représenté par le nombre d'impacts (N) et l'intensité par impact (I) s'exprime en J/impact-fibre [67]. Pour cette étude, dans la figure 8.8, les valeurs de l'indice d'égouttage sont représentées en fonction des valeurs de N et I, soit pour une grande zone de raffinage (cas 1) soit pour une petite zone de raffinage (cas 2). On observe dans la figure que les valeurs de l'indice d'égouttage diminuent quand les valeurs de N sont élevées, tant pour le cas 1 que pour le cas 2. L'indice d'égouttage reste cependant élevé à une faible valeur de N, malgré la valeur élevée, dans la figure, de l'intensité de chaque impact.

C'est à une faible vitesse du rotor interne (900 rpm) et à une consistance élevée (30%) que s'obtient une valeur faible de N: 92 impacts (cas 1); voir le tableau 8.1. Cette valeur indique que l'effet de raffinage est faible sur la pâte ayant un indice d'égouttage élevé: de 710 à 729 mL. Au contraire, aux valeurs les plus élevées du nombre d'impacts s'obtiennent les valeurs plus faibles de l'indice d'égouttage. Ces valeurs correspondent au raffinage à une vitesse du rotor interne de 2000 rpm et à une consistance de la pâte 10 %: le nombre d'impacts est de 92730 (cas 1).

Un analyse de régression multiple reliant les valeurs de l'indice d'égouttage et celles des paramètres de l'action mécanique de raffinage a démontré qu'il y a une influence significative du nombre d'impacts. Toutefois, l'intensité du raffinage n'a pas eu d'influence sur les valeurs d'indice d'égouttage. La régression reliant l'indice d'égouttage (I_{eg}) et le nombre d'impacts est représentée par l'équation suivante :

$$\mathbf{I_{eg} (mL)} = 696 - (0,004 \times N_1) - (0,004 \times N_2) \quad \text{Éq. 8.4}$$

N₁ : nombre d'impacts dans une grande zone de raffinage (cas 1); N₂ : nombre d'impacts dans une petite zone de raffinage (cas 2).

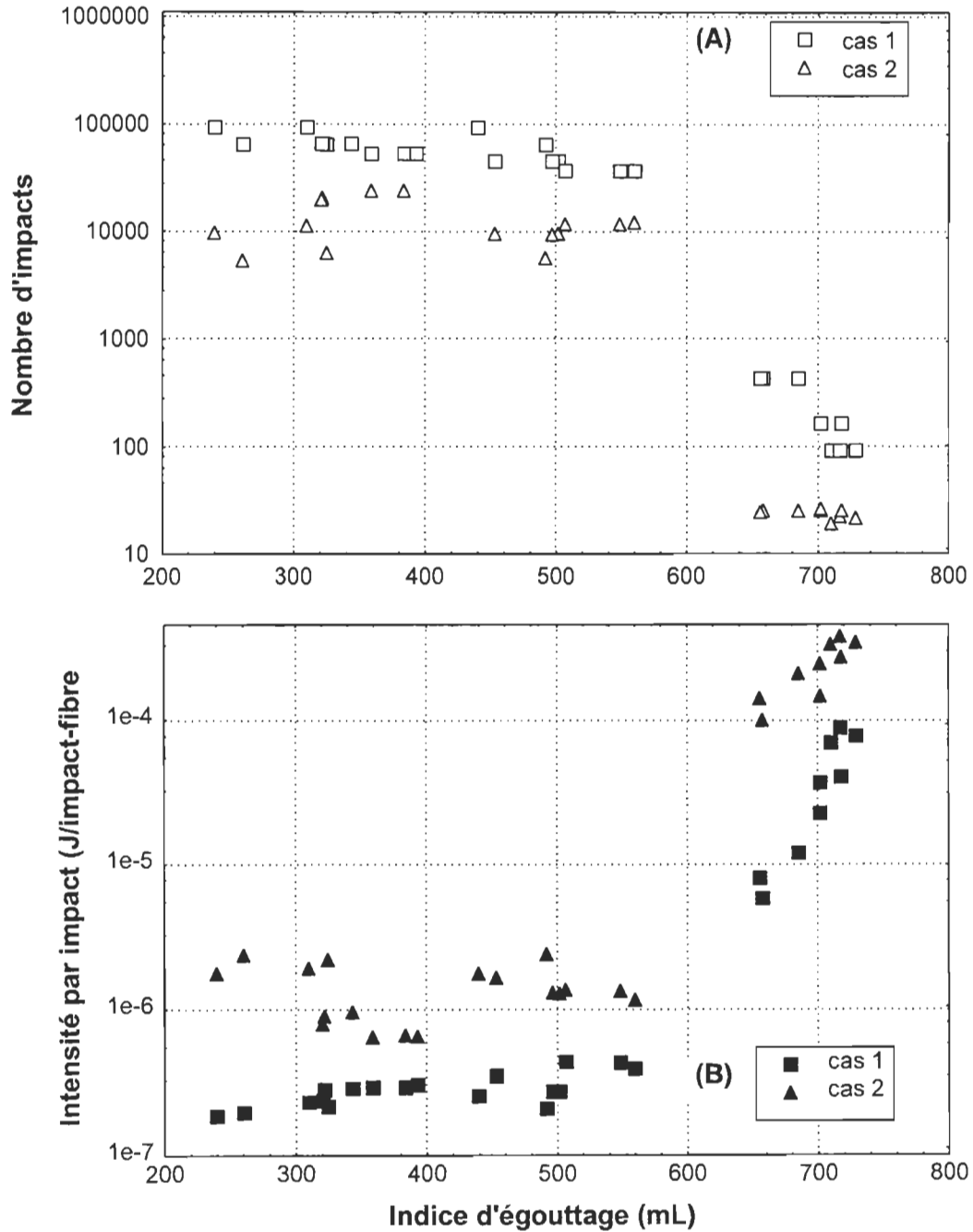


FIGURE 8.8: Variation de l'indice d'égouttage en fonction: (A) du nombre d'impacts; (B) de l'intensité par impact.

Le coefficient de détermination pour l'équation de régression multiple est de 86 %; l'intervalle de confiance est de 95%. De plus, l'influence des valeurs de N_1 sur l'indice d'égouttage est hautement significative (99%) en comparaison aux valeurs N_2 dont l'influence est significative à 95%. Une autre analyse de régression polynomiale confirme que les valeurs N_1 ont un coefficient de corrélation important avec les valeurs d'indice d'égouttage. Une équation polynomiale de degré 2 est proposée entre les valeurs N_1 et l'indice d'égouttage (I_{eg}) :

$$\mathbf{I_{eg} (mL)} = 705 - (0,007135 \times N_1) + [(3,065 \text{ E}^{-08}) \times N_1^2] \quad \text{Éq. 8.5}$$

Le coefficient de détermination de l'équation, R^2 ajusté, est 87 % et le niveau de confiance de 95%. Le but de cette analyse statistique a été de démontrer quelles valeurs des paramètres du raffinage, celle du cas 1 ou celle du cas 2, conviennent le mieux pour la discussions des résultats dans les sections suivantes. Dans le cas 2, pour l'analyse de régression polynomiale, il y a eu une association significative entre les valeurs N_2 et l'indice d'égouttage; cependant le coefficient de corrélation est plus faible, 64%.

Étant donné l'importance du nombre et de l'intensité des impacts appliqués au cours du raffinage, les paramètres correspondant au cas 1 sont choisis pour la discussion des résultats dans les prochains chapitres de cette étude. Pour cette étude, c'est avec les conditions du cas 1, grande zone de raffinage, que se calculent les valeurs maximales du nombre total d'impacts pour chaque condition de raffinage. Les valeurs de l'intensité du raffinage, dans le cas 1, obtenues dans la présente étude, sont comparables à celles qu'on retrouve dans la référence bibliographique [59]; voir tableau 8.1. Le cas 1 correspond à une grande zone de raffinage, zone proposée par Welch [67] et ayant pour base le modèle de Tam Doo et Kerekes [83]. Selon ce modèle, le raffinage se développe à partir d'une position dans laquelle l'épaisseur de la pâte est égale à la distance minimale obtenue entre les rotors; c'est-à-dire à l'instant où les barres touchent les fibres. Les calculs dans ce modèle utilisent aussi les valeurs des variables sélectionnées pour cette étude : la consistance de la pâte, la vitesse différentielle et l'écart entre les rotors.

8.3.2 Bûchettes

Dans cette étude, la fraction nommée bûchettes est composée d'éléments comportant des fibres encore liées entre elles par des liaisons naturelles. Ces liaisons ont été affaiblies par le prétraitement chimique. Dans cette étude, la quantité de bûchettes obtenue à la fin du 1^{er} stade est de 6 %. Les bûchettes proviennent d'une pâte à degré élevé de sulfonation : 2 %. Ces bûchettes n'ont pas été séparés de la pâte du 1^{er} stade qui contient donc ces bûchettes pour le 2^e stade de raffinage. La quantité de ces bûchettes a été réduite à la fin de ce stade de raffinage dans la pile PFI. L'énergie appliquée au cours de ce stade dissocie la plupart de ces bûchettes déjà affaiblis dans leur structure. La bûchette (*shive*) pour les pâtes mécaniques est défini comme un paquet de fibres encore unies entre elles. Ces bûchettes ont une épaisseur ou une largeur voisine de 0,08 mm [163]. Dans cette étude, le pourcentage des bûchettes des pâtes du 2^e stade de raffinage est déterminé au moyen de l'utilisation du tamis à fentes de 0,15 mm (0,006") dans l'appareil « MasterScreen », comme il est indiqué dans la norme pratique TAPPI T274.

Les résultats de la détermination des bûchettes du 2^e stade sont présentés dans l'annexe F. Le résultat de l'ANOVA nous indique qu'il y a une influence significative des variables vitesse différentielle et consistance de la pâte sur les valeurs des bûchettes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage dans la pile PFI. Les valeurs de ces bûchettes, en fonction des valeurs codées de ces 2 variables, sont représentées par l'équation suivante:

$$\text{Bûchettes (\%)} = 0,23 + (0,71 \times \text{Consistance}) - (1,03 \times \text{Vitesse}) - (1,03 \times \text{Consistance} \times \text{Vitesse}) + (1,05 \times \text{Vitesse}^2)$$

Eq. 8.6

L'équation a un coefficient de détermination R^2 ajusté égal à 82 %. La représentation de la surface réponse entre les bûchettes en fonction de la vitesse différentielle et de la

consistance de la pâte est montrée dans la figure 8.9. L'augmentation de la vitesse diminue la quantité de bûchettes de la pâte raffinée après le 2^e stade. À l'inverse de la vitesse élevée, la consistance élevée de la pâte s'accompagne d'une quantité élevée de bûchettes. Une vitesse élevée et une faible consistance s'accompagnent donc d'une faible quantité de bûchettes.

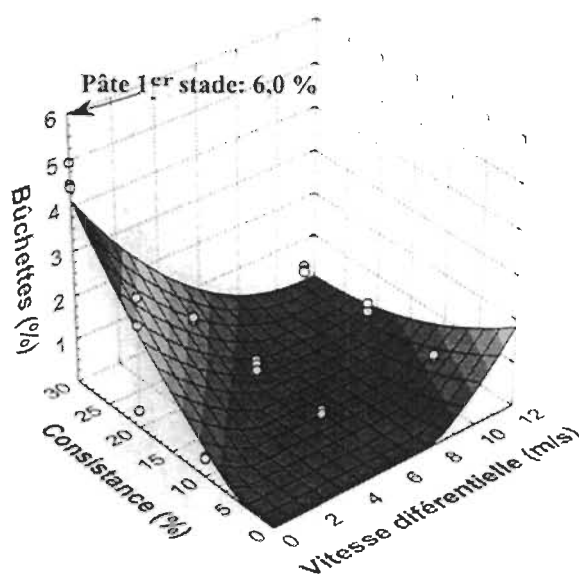


FIGURE 8.9: Surface de réponse des bûchettes en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance

L'effet de ces deux variables sur la quantité de bûchettes semble s'expliquer par leur influence sur le nombre d'impacts. L'augmentation du nombre d'impacts, produite par l'élévation de la vitesse, explique la diminution des bûchettes du 2^e stade de raffinage. Toutefois, à une vitesse différentielle assez élevée, 11,5 m/s, les valeurs des bûchettes sont légèrement plus élevées que celles obtenues à la vitesse de 5,7 m/s, ce qui serait dû à la diminution de l'efficacité du moteur à vitesse différentielle élevée. Dans les 2 niveaux de vitesse étudiées, les valeurs des bûchettes sont en dessous de 0,5 %. En ce qui concerne à la consistance, la quantité des bûchettes à une haute consistance est plus élevée que celle obtenue à une faible consistance. Cette différence est expliquée par le grand nombre d'impacts obtenu à faible consistance de la pâte. Une représentation

graphique des valeurs des bûchettes à la fin du 2^e stade en fonction du nombre d'impacts et de l'intensité de raffinage, est montrée dans la figure 8.10.

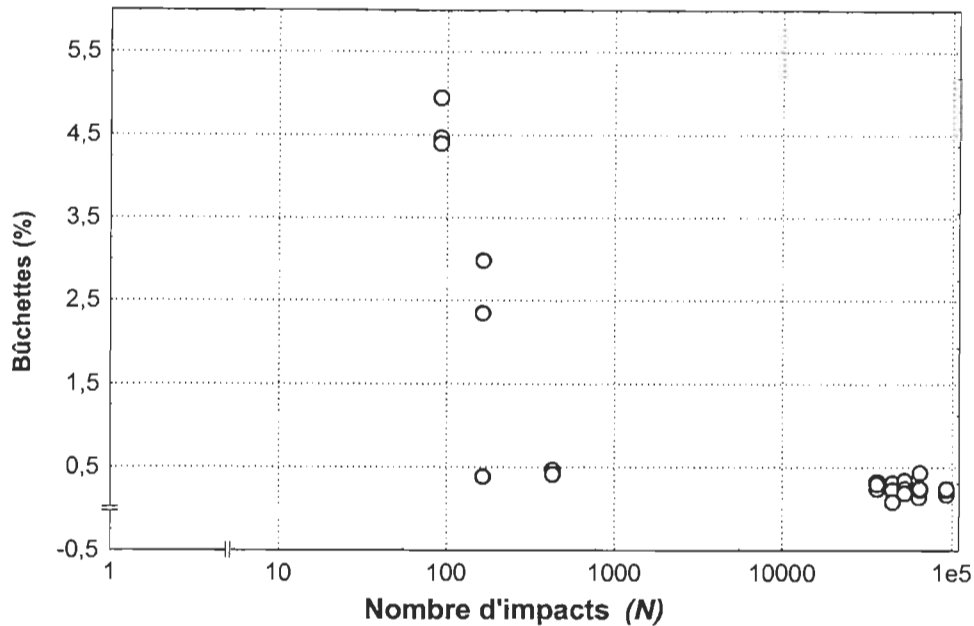


FIGURE 8.10: Distribution de valeurs des bûchettes en fonction des valeurs du nombre d'impacts (N)

On observe dans la figure que les valeurs des bûchettes sont faibles lorsque le nombre d'impacts est élevé. On observe que les valeurs des bûchettes diminuent rapidement à partir de l'application de plus de 100 impacts. La valeur des bûchettes est inférieure à 0,5 % quand la valeur N est supérieure à 400 impacts. Cependant, on observe aussi que la quantité de bûchettes reste importante pour un petit nombre d'impacts.

L'influence de l'intensité de raffinage (I) n'est pas démontrée avec les bûchettes et dans le présent travail, bien qu'une analyse de régression ait démontrée l'existence d'une corrélation élevée avec les valeurs des bûchettes de la pâte après le 2^e stade de raffinage dans la pile PFI. Cependant la relation entre ces deux groupes de valeurs, pourcentages des bûchettes et I, est positive, ce qui n'est pas en accord avec les résultats des autres travaux sur le sujet [59]. Une intensité de raffinage élevée devrait réduire la quantité des

bûchettes après le raffinage. Dans la bibliographie consultée, il n'y a pas de référence concernant une valeur de I nécessaire pour défaire les bûchettes des pâtes mécaniques. On suppose, pour la présente étude, que les valeurs de I utilisées, entre $1,8E^{-07}$ et $8,7E^{-05}$ J/impact-fibre, ont été suffisamment élevées pour défaire les bûchettes. La présente étude a déjà montré que la quantité des bûchettes des pâtes raffinées est affectée par le nombre d'impacts (N); cette variable sert au calcul de l'énergie spécifique appliquée à chaque fibre (E_f). La valeur E_f , exprimée en J/fibre, résulte du produit du nombre d'impacts par l'intensité de raffinage: ($E_f = N \times I$). Une autre représentation des valeurs des bûchettes est montrée dans la figure 8.11. Dans la figure est représentée la distribution des valeurs des bûchettes en fonction de l'énergie appliquée par fibre (E_f). On observe aussi, une distribution irrégulière des valeurs élevées de bûchettes, supérieures à 0,5 %, pour une valeur d'énergie inférieure à 0,008 J/fibre. Toutefois, à des valeurs d'énergie supérieures à 0,012 J/fibre, les valeurs des bûchettes se situent au dessous de 0,5 %.

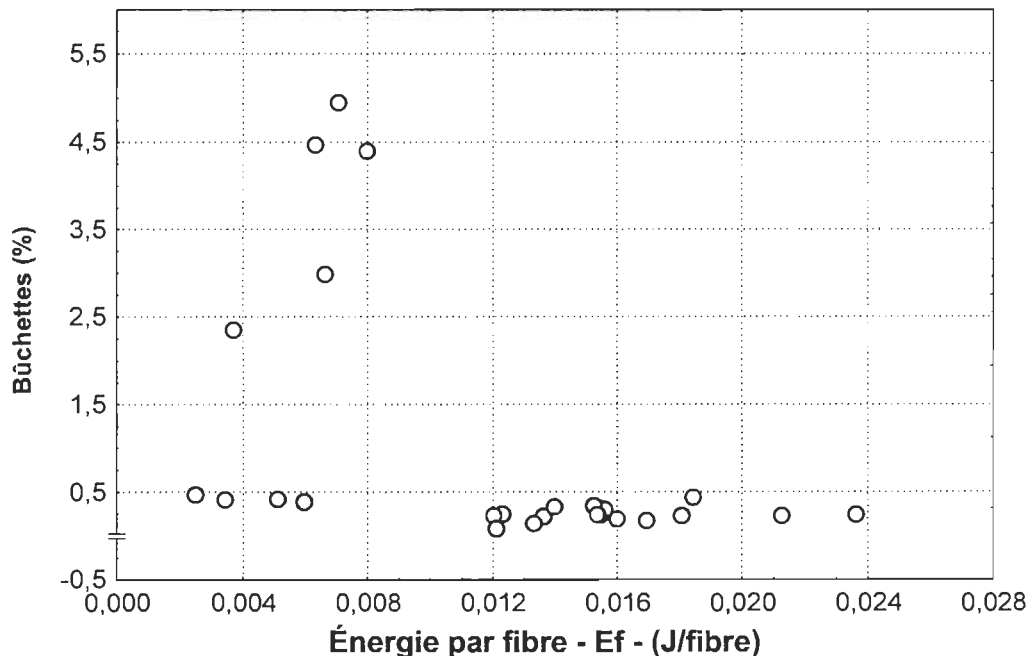


FIGURE 8.11: Distribution de valeurs des bûchettes en fonction des valeurs de l'énergie par fibre (E_f)

8.3.3 Caractérisation des fibres

8.3.3.1 Classification Bauer McNett de fibres

Les résultats de la classification Bauer McNett des fibres des pâtes sont utilisés pour évaluer la longueur pondérée des fibres, comme cela est indiqué dans la norme TAPPI T 233. Toutefois, un classeur ne sépare pas seulement les fibres selon leur longueur. D'autres facteurs affectent aussi les résultats de la classification, tels que la masse linéique des fibres [164], leur flexibilité et leur degré de fibrillation [126]. Certains résultats montrent que les pâtes mécaniques, à faible indice de déchirure, peuvent être caractérisées à partir de la fraction R28. Cependant, à un indice élevé de déchirure, d'autres facteurs affectent les résultats tels que la flexibilité et la surface spécifique de la fibre [126]. Clark [164] avait dit que dans l'avenir, la longueur de fibre serait mesurée par des appareils de grande précision tels que les instruments électroniques. Dans cette étude, le classeur Bauer McNett est utilisée principalement pour la séparation de fibres en différentes fractions.

Les résultats de la classification Bauer McNett des pâtes étudiées sont présentés dans l'annexe F. En ce qui concerne la longueur de fibre, elle est mesurée au moyen de l'appareil FQA (Fiber Quality Analyzer, Optest Equipment), ce qui sera discutée dans la section suivante. Les valeurs du facteur L [130], somme des fractions R14, R28 et R48 (voir équation 6.11), sont également montrées dans l'annexe F.

8.3.3.1.1 Facteur L

Au moyen de l'analyse de variance –ANOVA– les variables consistance et vitesse différentielle ont une influence significative sur les valeurs du facteur L. La variation des valeurs du facteur L en fonction des valeurs codées de la consistance et de la vitesse différentielle est représentée par l'équation suivante :

$$\text{Facteur L (\%)} = 75,7 + (4,0 \times \text{Consistance}) - (4,2 \times \text{Vitesse}) - (2,9 \times \text{Consistance} \times \text{Vitesse}) + (4,6 \times \text{Vitesse}^2)$$

Éq. 8.7

Le coefficient de détermination de l'équation, R^2 ajusté, est de 75 % (intervalle de confiance de 95%). En regard des coefficients respectifs, les effets de la vitesse différentielle et de la consistance ont une importance semblable sur la variation des valeurs du facteur L. Comme il a déjà été mentionné, l'élévation de la vitesse entraîne la réduction de la fraction de fibres longues –facteur L– autant que l'élévation de la consistance est favorable au maintien d'une valeur élevée du facteur L. L'augmentation du nombre d'impacts entraînée soit par une vitesse élevée soit par une faible consistance, semble être une cause importante de la diminution des valeurs du facteur L.

Il y a également un effet de l'interaction entre la vitesse et la consistance. Ces deux variables agissent de façon contraire sur les valeurs du facteur L. La représentation graphique, comme surface de réponse, des rapports entre les valeurs du facteur L et celles de la vitesse et de la consistance, est présentée dans la figure 8.12. Dans cette figure, on observe que l'effet du terme quadratique est favorable au maintien d'une valeur élevée du facteur L surtout à une vitesse élevée. La perte d'efficacité de puissance est apparemment une cause de l'effet du terme quadratique. Toutefois, cet effet devrait être démontré à des vitesses différentielles plus élevées que la vitesse maximale utilisée dans cette étude : 11,5 m/s. Dans la figure 8.13 est représentée la distribution des valeurs du facteur L en fonction du nombre d'impacts (échelle logarithmique). On observe dans la figure, que les valeurs du facteur L sont inférieures à 80 % quand le nombre total d'impacts est supérieur à 400.

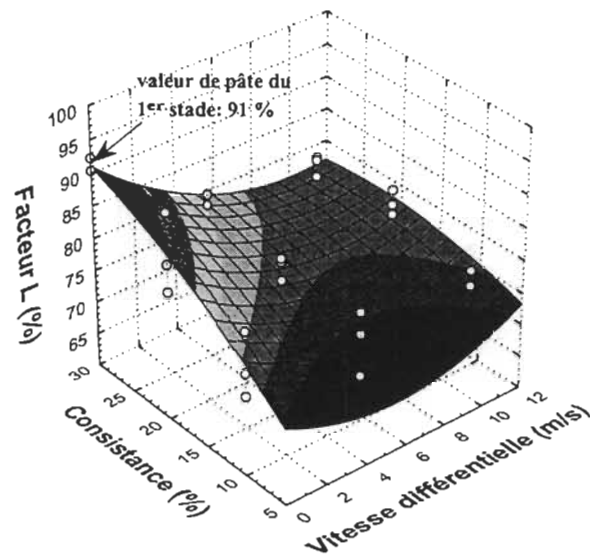


FIGURE 8.12: Surface de réponse du facteur L en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance

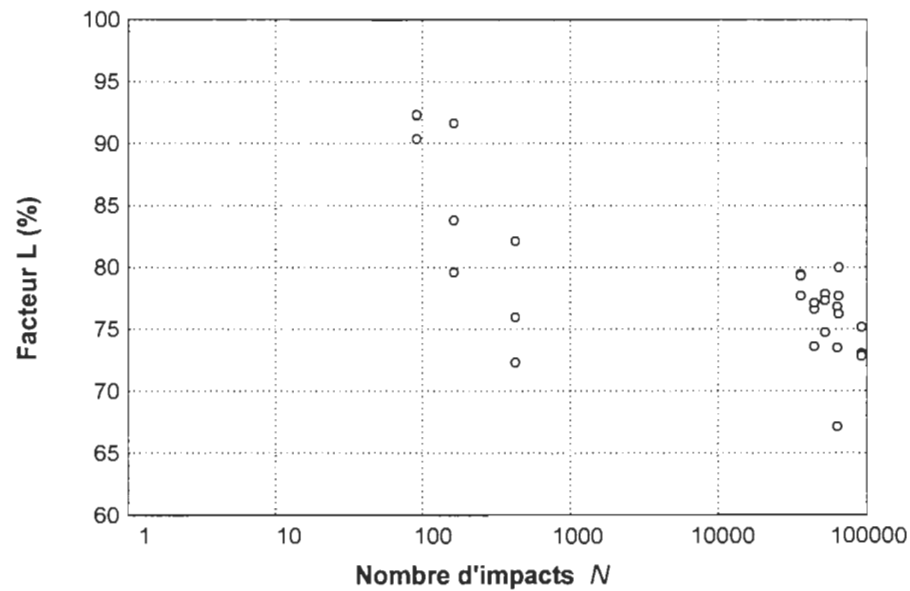


FIGURE 8.13: Variation des valeurs du facteur L en fonction du nombre d'impacts.

Les valeurs du facteur L des pâtes mécaniques diminuent normalement quand les valeurs de l'énergie spécifique de raffinage et les valeurs de l'énergie par impact (e) sont élevées [165]; $e = \text{énergie spécifique}/N$. Dans cette étude, la variation des valeurs de e en fonction des valeurs de la consistance et de la vitesse sont présentées dans le tableau 8.3. On observe que les valeurs moyennes du facteur L sont élevées malgré des valeurs de e également élevées. À la vitesse nominale 0 et à la consistance de 30 %, la valeur moyenne du facteur L est la même que celle de la pâte du 1^{er} stade, malgré les valeurs assez élevées de e . Ce résultat indique que l'application d'une vitesse faible de raffinage a peu d'effet sur la valeur du facteur L. À des vitesses élevées, supérieures à 5,7 m/s, les valeurs de e sont semblables à celles obtenues dans un raffineur à disques. Cependant, dans le cadre de cette étude, il n'y a pas eu d'effet inversement proportionnel de la valeur e sur les valeurs du facteur L tel qu'il est observé. Selon une étude avec une pâte TMP [73], les valeurs du facteur L diminuent avec l'augmentation des valeurs de e utilisées pour le 2^e stade du raffinage de la pâte. Un autre auteur [82] explique que l'augmentation des valeurs de e produit un raccourcissement de la fibre.

TABLEAU 8.3: Valeurs moyennes de e (énergie spécifique par impact) des pâtes étudiées.

Vd nominale (m/s)	Consistance (%)	Énergie spécifique e (GJ/t) x 10 ⁻⁴	Indice d'égouttage moyenne (mL)	Facteur L moyenne (%)
Pâte du 1 ^{er} stade →		0	730	91
0	10	99	667	77
0	20	322	707	85
0	30	688	719	91
5,7	10	2,7	359	73
5,7	20	4,1	484	73
5,7	30	5,7	539	76
11,5	10	3,2	330	74
11,5	20	3,9	329	74
11,5	30	4,4	379	78
Pâte TMP*	20	2,6	260	65
Pâte TMP*	20	2,7	130	60

Vd : vitesse différentielle. * pâte de conifère : indice d'égouttage du 1^e stade 724 mL [73].

Les résultats, dans cette partie de notre étude, confirment que l'énergie spécifique par impact ne représente pas une valeur fiable pour caractériser le facteur L des pâtes étudiées, raffinées dans la pile PFI. Les valeurs du facteur L ont une meilleure corrélation avec le nombre d'impacts. Dans la figure 8.14 sont représentées les valeurs moyennes du facteur L et du nombre d'impacts pour chaque consistance aux 3 valeurs de vitesse étudiées. La valeur du facteur L varie de façon inverse à celle du nombre d'impacts: on observe aussi que la valeur du facteur L est élevée quand le nombre d'impacts N est faible; quand la valeur de N s'élève, la valeur du facteur L diminue. Cette diminution est cependant faible si on compare ces valeurs avec les résultats obtenus dans une autre étude [73]. Dans la même figure, on observe que, pour la pâte TMP d'une autre étude, de faibles valeurs de N permettent d'obtenir un facteur L entre 60 et 65 %. Ces valeurs sont celles du 2^e stade du raffinage, dans un raffineur à disques, d'une pâte obtenue à partir d'un mélange des copeaux d'épinette et de sapin [73].

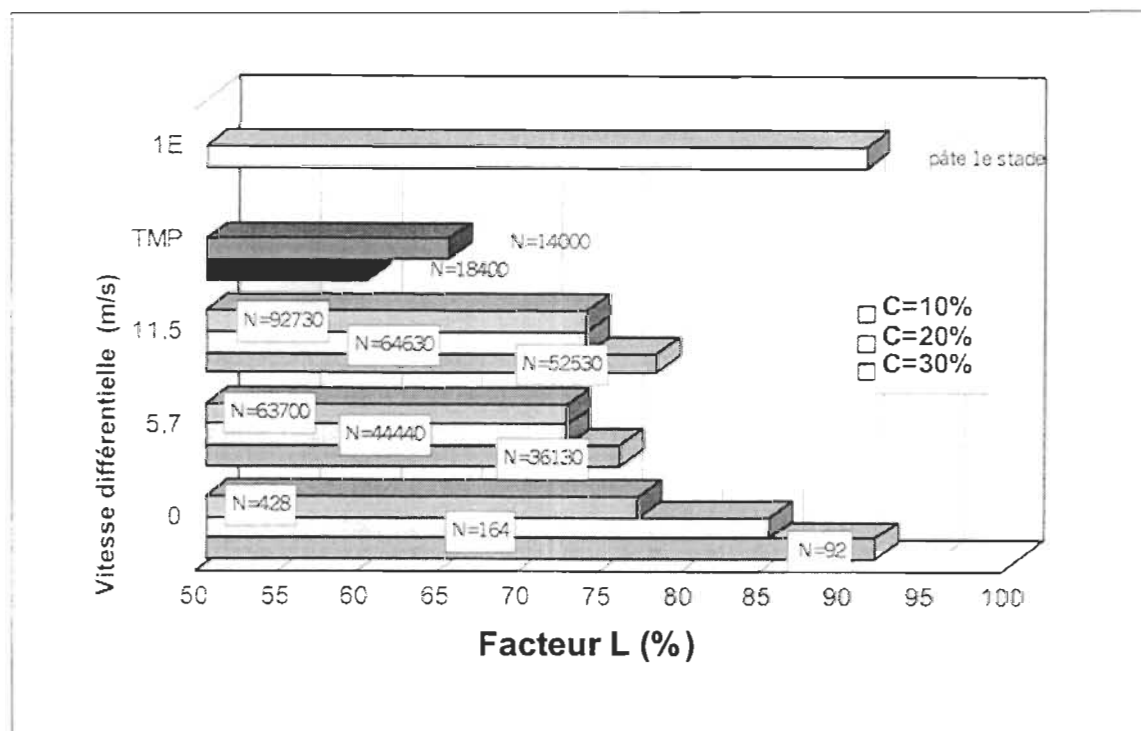


FIGURE 8.14: Valeurs moyennes du facteur L et du nombre d'impacts pour les pâtes étudiées en comparaison avec une pâte TMP [73].

Les résultats de cette étude confirment ceux obtenus par Welch [67] qui démontre que l'énergie du raffinage dans la pile PFI est faible par rapport à celle des autres raffineurs. Les effets des impacts sur les fibres n'ont pas été étudiés spécifiquement pour les pâtes mécaniques de pin gris. Toutefois, en regard des résultats de cette étude, un nombre élevé d'impacts favorise le raccourcissement des fibres de la pâte SCMP de pin gris et donc la diminution de leur indice d'égouttage. Ces effets sont différents de ceux qui se produisent sur les fibres des pâtes chimiques. Une étude a démontré que l'application expérimentale d'impacts n'affecte pas la production des fines et l'indice d'égouttage d'une pâte kraft de pin du sud [166].

L'espèce utilisée dans cette étude joue également un rôle. La pâte SCMP de l'espèce utilisée, le pin gris, a besoin d'un nombre d'impacts élevé pour réduire la valeur de la fraction de fibres longues. La paroi épaisse des fibres de cette espèce a une influence importante sur ces résultats. Avant que l'énergie de raffinage provoque un raccourcissement des fibres, celles-ci sont soumises à d'autres effets dont la flexion et le détachement de la paroi. Une autre étude [61] avec une pâte RMP, montre que la flexibilité des fibres augmente avec l'application d'une énergie de raffinage élevée. L'auteur explique que la fibre à paroi épaisse est moins flexible à cause de la valeur élevée de son moment d'inertie. Les auteurs de cette étude concluent qu'à un indice d'égouttage constant, l'énergie utilisée pour le raffinage est plus élevée pour les fibres courtes à paroi épaisse que pour les fibres longues à paroi mince.

Selon les valeurs des fractions de la classification Bauer McNett utilisées pour le calcul du facteur L, la fraction des fibres longues comporte des éléments fibreux d'une longueur moyenne située entre $1,23 \pm 0,03$ mm et $3,05 \pm 0,28$ mm. Ces valeurs interpolées obtenues par Tasman [167] servent cependant de référence pour la présente étude étant donné qu'elles ont été obtenues à partir de l'évaluation de différents types de pâtes. Dans cette étude, les valeurs de la fraction de fibres retenue par le tamis à 14 mailles ont un comportement semblable à celui des valeurs du facteur L. Au moyen de l'analyse de variance, on a déterminé que les variables vitesse différentielle et consistance de la pâte

ont une influence significative sur les valeurs de la fraction R14 des pâtes étudiées. Ce résultat s'explique du fait que cette fraction R14 représente une partie importante des valeurs du facteur L. Les variables de raffinage étudiées ont également une influence significative sur les valeurs des autres fractions : R28, R48, R100 et R200. Dans le tableau 8.4, sont montrés les coefficients de régression reliant les valeurs des fractions de la classification Bauer McNett et les valeurs codées des variables. Les valeurs qui correspondent à la fraction P200 seront présentées dans la section relative à la discussion des fines dans la pâte.

TABLEAU 8.4: Coefficients de régression* reliant les valeurs des fractions Bauer McNett et les valeurs codées des variables étudiées.

Variable	Fraction Bauer McNett				
	R14	R28	R48	R100	R200
Constante	34	29.5	13.9	7.6	3.2
C	13.3	-4.4	-4.9	-3.3	-0.80
E				-0.44	-0.37
V	-4.4		1.0	1.2	0.87
C ²	-7.9		4.7	2.5	0.67
CE	-3.5		1.6	0.68	0.44
CV		-1.8	-1.6		
V ²	6.7		-1.6	-1.9	-0.97
R² ajusté	87 %	62 %	88 %	96 %	90 %

C : consistance de la pâte; E : écart entre les rotors; V : vitesse différentielle. (*) Valeurs significatives à 95% d'intervalle de confiance.

La variable de consistance a une influence significative sur toutes les valeurs des fractions Bauer McNett. Le coefficient de régression pour la consistance est positif pour la fraction R14 et négatifs pour les autres fractions. En ce qui concerne la vitesse différentielle, elle agit de façon inversement proportionnelle sur la valeur de la fraction R14 mais de façon proportionnelle sur les valeurs des autres fractions, sauf pour la fraction R28. Comme il a été déjà expliqué pour le facteur L, une consistance faible et une vitesse élevée entraînent de nombreux contacts fibre-barre, ce qui favorise la diminution des valeurs de la fraction R14. La représentation de la surface de réponse des fractions R14 et R28 en fonction de la vitesse et de la consistance est montrée dans la figure 8.15.

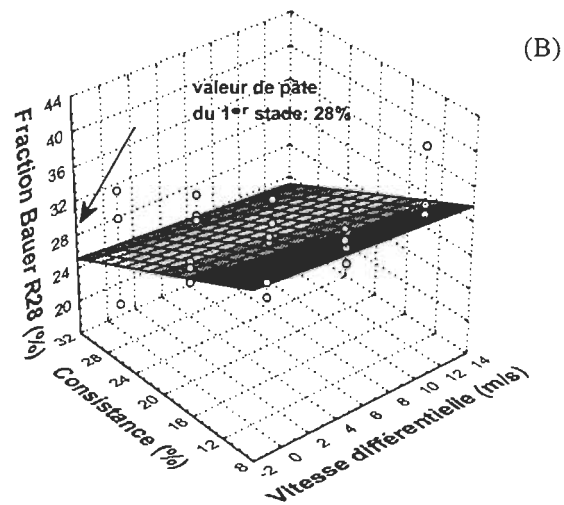
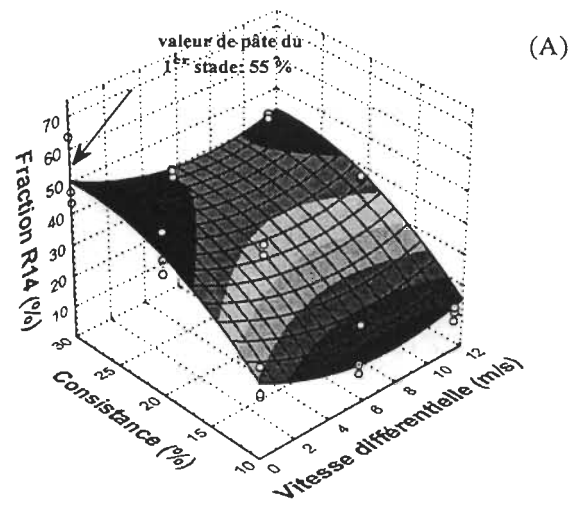


FIGURE 8.15: Surface de réponse des valeurs de 2 fractions Bauer McNett en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance: (A) de la fraction R14; (B) de la fraction R28

Les représentations de la surface de réponse pour les deux autres fractions sont présentées dans l'annexe H. La relation entre les valeurs de la fraction R14 et les valeurs des autres fractions est indiquée par leurs valeurs de corrélation. Ces valeurs sont montrées dans le tableau 8.5.

TABLEAU 8.5: Matrice des coefficients de corrélation (r) entre les valeurs des fractions Bauer McNett et celles de l'indice d'égouttage.

	Ie	Fraction Bauer McNett					R100 + R200	Facteur L (fL)
		R14	R28	R48	R100	R200		
Ie		0,49*	ns	-0,38*	-0,55*	-0,80*	-0,63*	0,70*
R14	0,49*		-0,79*	-0,91*	-0,95*	-0,81*	-0,93*	0,78*
R28	ns	-0,79*		0,78*	0,67*	0,41*	-0,62*	-0,30
R48	-0,38*	-0,91*	0,78*		0,91*	0,72*	-0,88*	-0,54*
R100	-0,55*	-0,95*	0,67*	0,91*		0,87*	0,99*	-0,76*
R200	-0,80*	-0,81*	0,41*	0,72*	0,87*		0,93*	-0,81*
R100+R200	-0,63*	-0,93*	-0,62*	-0,88*	0,99*	0,93*		-0,72*
fL	0,70*	0,78*	ns	-0,54*	-0,76*	-0,81*	-0,80*	

(*) valeurs significatives à 95% d'intervalle de confiance. (n.s) valeur non significative. Ie : indice d'égouttage.

Les valeurs de l'indice d'égouttage ont un coefficient de corrélation élevé avec les valeurs des fractions Bauer McNett: R100 et R200. Les facteurs de corrélation sont également significatifs avec les autres fractions de la classification Bauer McNett. En ce qui concerne les valeurs de la fraction R14, les facteurs de corrélation sont significatifs avec les autres fractions Bauer McNett: sous l'effet du raffinage diminuent les valeurs de la masse fibreuse provenant de la fraction R14 et donne lieu à l'augmentation des valeurs de la masse des autres fractions Bauer McNett. La distribution des valeurs des fractions R28, R48 et l'ensemble des valeurs R100+R200, en fonction des valeurs de la fraction R14, est présentée dans la figure 8.16. On observe qu'au fur et à mesure que les valeurs de la fraction R14 diminuent, les valeurs des autres fractions augmentent. La diminution de la fraction R14 favorise l'augmentation de la fraction R28 plus que celle des autres fractions.

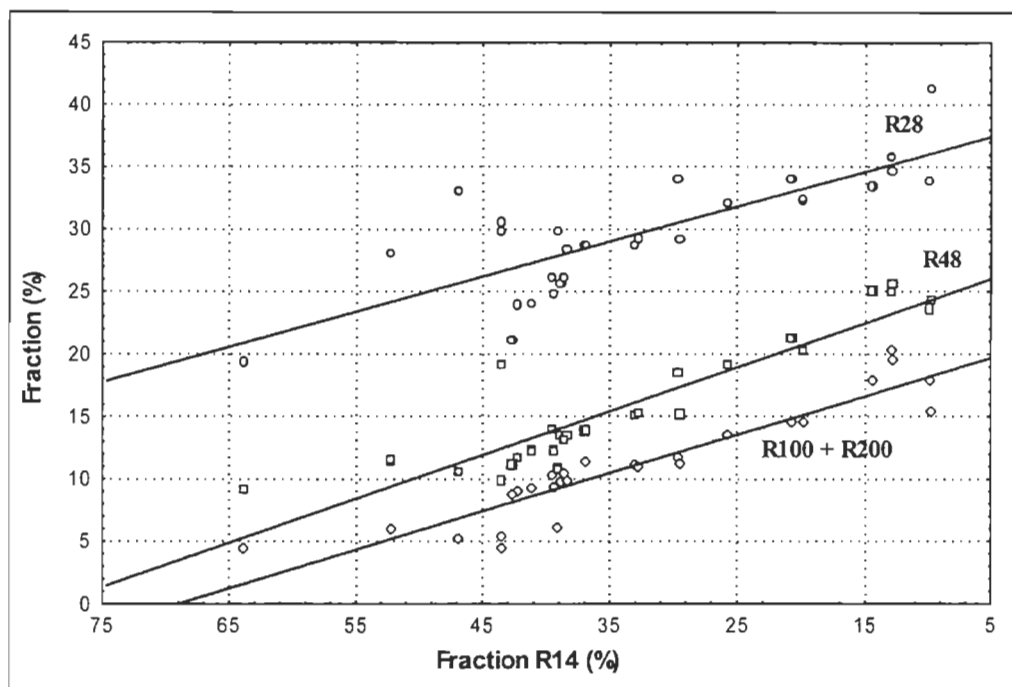


FIGURE 8.16: Distribution des valeurs des fractions R28, R48 et des valeurs de l'ensemble R100+R200 en fonction des valeurs de la fraction R14.

La diminution de la fraction R14 est due, probablement, aux effets du raccourcissement et du détachement des fibres rigides qui appartiennent à cette fraction. Ces effets sont plus importants à une consistance faible et entraînent une augmentation progressive des fractions contenant des éléments fibreux de plus petite taille. Le raccourcissement des fibres se produit progressivement pour toutes les fractions au fur et à mesure qu'augmente l'énergie de raffinage.

8.3.3.2 Longueur de fibre

Les valeurs de la longueur moyenne, pondérée en longueur, des pâtes étudiées, ont été choisies pour la présente étude: ces valeurs sont présentées dans l'annexe F. Cette dimension, moyenne, des fibres a été évaluée au moyen de l'analyse statistique. Selon cette analyse, les variables consistance de la pâte et vitesse différentielle ont une

influence importante sur les variations des valeurs de la longueur de fibre de la pâte entière (Lf-PE). La variation des valeurs de la longueur de fibre de la pâte entière en fonction des valeurs codées de la consistance et de la vitesse différentielle est représentée par l'équation suivante :

$$\mathbf{Lf-PE (mm)} = 2,34 + (0,32 \times \text{Consistance}) - (0,16 \times \text{Vitesse}) - (0,22 \times \text{Consistance}^2) - (0,08 \times \text{Consistance} \times \text{Écart}) + (0,23 \times \text{Vitesse}^2)$$

Éq. 8.8

Le coefficient de détermination R^2 ajusté de l'équation est 95 %. Selon les coefficients de l'équation, l'effet de la consistance est le plus important sur les variations de la longueur de la fibre. La variation des valeurs Lf-PE en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance est représentée dans la section A de la figure 8.17. D'après l'équation 8.8, il y a également une influence de type quadratique de la consistance et de la vitesse, ce qui explique la forme de la surface de réponse, montrée dans la section A de la figure 8.17. À une valeur de consistance supérieure à 30%, la longueur de fibre diminue probablement sous l'effet d'une faible quantité d'eau présente dans le milieu de raffinage. Le terme quadratique de la vitesse indique que la coupure des fibres est probablement moins sensible à partir d'une certaine valeur de la vitesse.

En ce qui concerne les valeurs de longueur de fibre, pondérées en longueur, de la fraction R28 (1-R28), l'analyse statistique montre qu'il y a une influence significative des variables consistance et vitesse, ce qui est représenté dans la section B de la figure 8.17. La variation des valeurs de la longueur de fibre de la fraction R28 (Lf-R28) en fonction des valeurs codées de la consistance et de la vitesse différentielle est représentée par l'équation suivante :

$$\mathbf{Lf-R28 (mm)} = 2,73 + (0,11 \times \text{Consistance}) - (0,08 \times \text{Vitesse}) - (0,09 \times \text{Consistance}^2) + (0,23 \times \text{Vitesse}^2)$$

Éq. 8.9

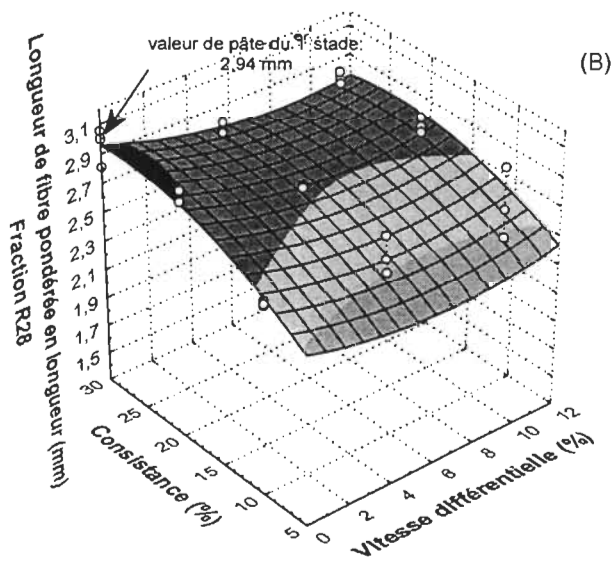
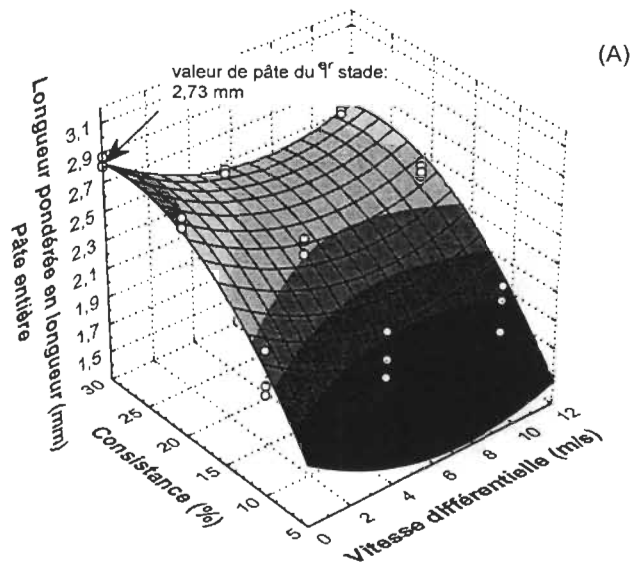


FIGURE 8.17: Surface de réponse des valeurs de la longueur de fibre pondérée en longueur: (A) de la pâte entière; (B) de la fraction R28

L'équation 8.9 a cependant un coefficient R^2 ajusté faible: 59 %. D'autres facteurs, différents de la consistance et de la vitesse, influent apparemment sur les valeurs de la longueur de fibre de la fraction R28.

Les nombreux contacts fibre—barre, produits à une faible consistance de raffinage, provoquent la réduction de la longueur de la fibre. Les efforts transmis par ce type de contact agissent apparemment sur la paroi cellulaire en produisant un effet de coupure modifiant la longueur de la fibre. L'état rigide de la paroi des fibres, dû à la lamelle moyenne et la lignine, de la pâte étudiée ne favorise pas le maintien de la longueur. Dans le cas d'une consistance élevée de raffinage, les contacts sont principalement du type fibre—fibre. Ces contacts, apparemment de plus faible intensité que les contacts barre—fibre, ne provoquent pas une coupure importante des fibres. La vitesse différentielle a également une influence sur les variations de la longueur de la fibre de la pâte entière. Les nombreux impacts produits à une vitesse différentielle élevée provoquent une réduction de la longueur de fibre. D'ailleurs, l'effet du nombre d'impacts sur la longueur de fibre de la pâte entière est semblable à celui produit sur les valeurs du facteur L. Dans la figure 8.18, est montrée la variation des valeurs de la longueur de la fibre de la pâte entière, en fonction de l'énergie appliquée sur chaque fibre au cours du raffinage.

L'influence seule de la variable écart entre les rotors de la pile PFI sur la longueur de fibre n'est pas significative selon l'analyse de variance. Uniquement pour les valeurs de longueur de fibre de la pâte entière, s'observe un faible effet de l'écart entre les rotors, en combinaison avec la consistance de la pâte. La pression appliquée au rotor interne dans la pile PFI n'est probablement pas suffisante pour provoquer un effet de coupure, important sur les fibres des pâtes étudiées. Par conséquent, la réduction de l'écart n'entraîne aucun effet de raffinage significatif sur les fibres de pin gris à paroi épaisse. La pression standard fixée par la norme ACPP C7 convient plutôt pour les pâtes chimiques ou semi—chimiques.

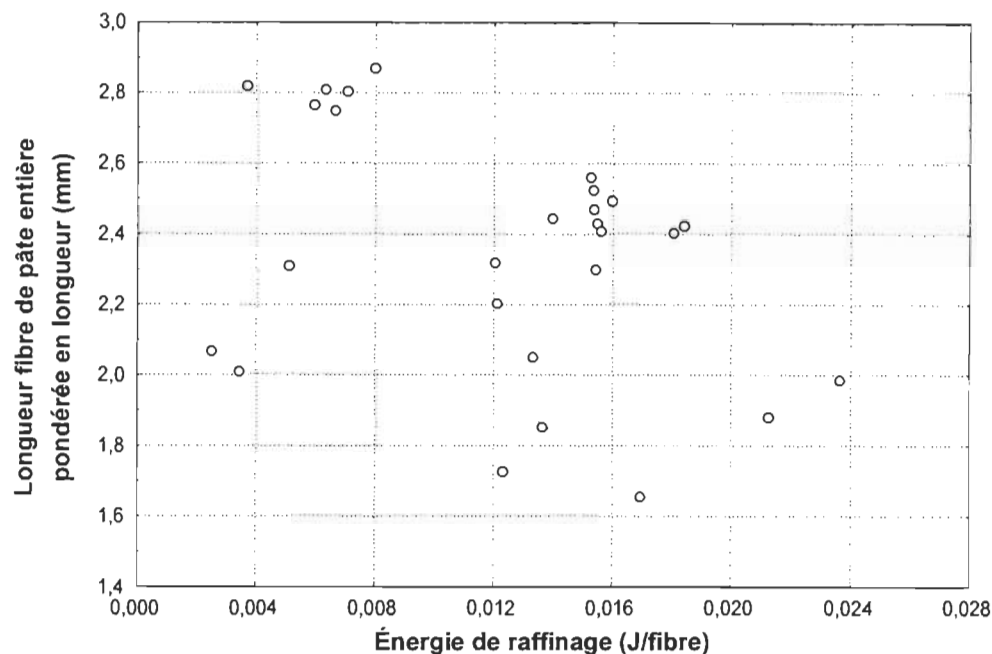


FIGURE 8.18: Variation de la longueur de fibre de la pâte entière, pondérée en longueur, en fonction de l'énergie de raffinage (J/fibre).

Dans un raffineur industriel, le raffinage des pâtes mécaniques à faible consistance entraîne la diminution du temps de séjour des fibres dans la zone de raffinage. Selon l'équation d'écoulement de la pâte dans le raffineur, une faible consistance et un temps court de séjour des fibres dans le raffineur entraînent la diminution du nombre d'impacts. Ces impacts représentent des contacts entre les fibres et les barres de rotor du raffineur. Les contacts fibre—barre sont favorables au raccourcissement des fibres. Dans le cas contraire, une consistance élevée de raffinage entraîne une faible fréquence des impacts et aussi l'augmentation des contacts fibre—fibre. Ces deux facteurs favorisent l'obtention d'une fraction importante de fibres non coupées [73].

8.3.3.3 Fines

Les valeurs des fines de la pâte —éléments fibreux de taille inférieure à 0,2 mm— s'expriment de deux façons: comme fraction P200 de la classification Bauer McNett et

comme fraction fine de la classification FQA. Les valeurs de ces types de fines sont présentées dans l'annexe F. L'évaluation statistique indique que les valeurs des fines FQA sont influencées significativement par les variables consistance de la pâte et vitesse différentielle entre les rotors. La variation des valeurs des fines FQA en fonction des valeurs codées des variables consistance de la pâte et vitesse différentielle est représentée par l'équation suivante:

$$\begin{aligned} \text{fines FQA (\%)} = & 4,12 - (0,43 \times \text{Consistance}) + (0,60 \times \text{Vitesse}) + (0,44 \times \text{Consistance}^2) \\ & + (0,44 \times \text{Consistance} \times \text{Écart}) - (0,86 \times \text{Vitesse}^2) \end{aligned}$$

Éq. 8.10

Le coefficient de détermination de l'équation est de 85% (niveau de signification 95%). La surface de réponse des variations des valeurs de fines FQA en fonction de la consistance et de la vitesse est représentée dans la figure 8.19. Dans la même figure, on observe qu'une valeur de consistance supérieure à 30% est semble-t-il, favorable à la formation de fines dans la pâte. La quantité de fines devient, cependant, faible à partir d'une certaine valeur de la vitesse. Les éléments qui composent la fraction des fines d'une pâte mécanique résultent de la coupure des fibres ou d'un détachement d'éléments provenant de la paroi de la fibre. Le raffinage à faible consistance entraîne l'augmentation des contacts fibre-barre, ce qui favorise la formation des fines. Dans le cas de la vitesse différentielle entre les rotors, une valeur élevée entraîne aussi un nombre d'impacts élevé. La variation des valeurs des fines FQA en fonction de l'énergie de raffinage est représentée dans la figure 8.20. L'énergie de raffinage indique la quantité d'énergie appliquée sur chaque fibre au cours du raffinage. On observe qu'il y a une tendance à une augmentation de la quantité des fines en fonction de l'énergie. Il y a également une influence de type quadratique des mêmes variables sur les fines. L'analyse statistique indique qu'il y a aussi une influence significative de l'effet de 2 facteurs ensemble, de la consistance de la pâte et l'écart entre les rotors. L'effet conjugué d'une faible consistance et d'un écart faible, semble-t-il, est favorable à la formation des fines.

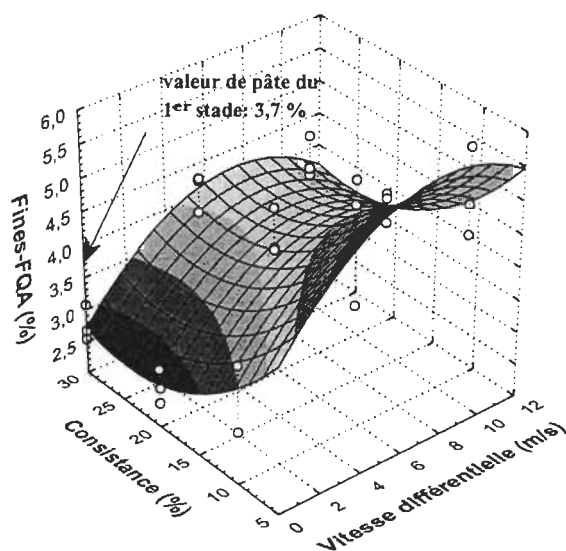


FIGURE 8.19: Surface de réponse des valeurs de fines FQA en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.

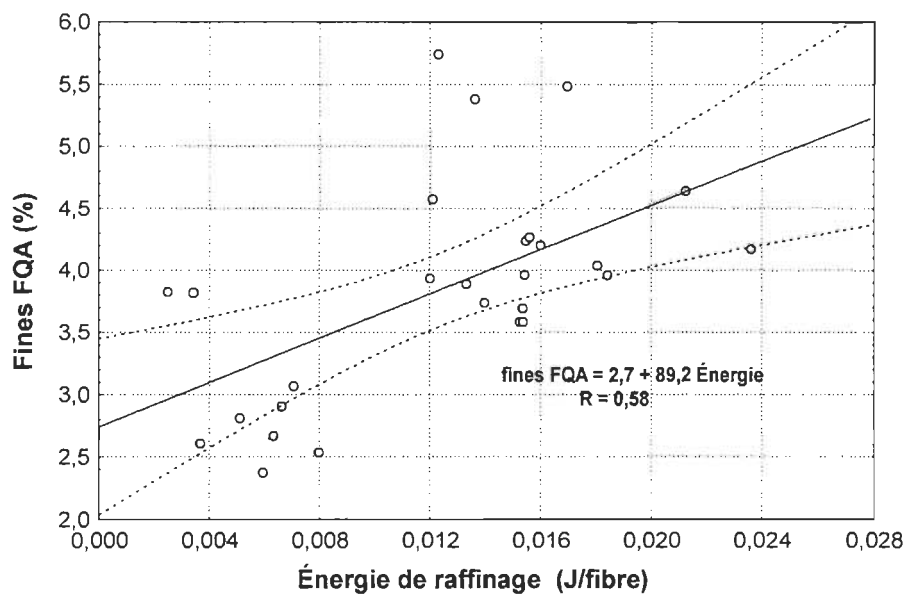


FIGURE 8.20: Variation des valeurs des fines FQA en fonction de l'énergie de raffinage.

La comparaison des équations 8.8 et 8.10 indique que les coefficients de l'équation de régression des valeurs de fines sont les mêmes que les coefficients de la longueur de fibre de la pâte entière, mais avec un signe contraire. Il semble que, sous l'effet du raccourcissement des fibres, donc la réduction de la longueur, se forment des éléments qui, ultérieurement, s'intègrent à la fraction de fines. Un effet qui favorise la présence de fibres longues, agit de façon inverse sur la formation des fines.

Une autre définition dit que les fines, théoriquement, correspondent aux éléments qui traversent le tamis 200 (fraction P200) du classeur Bauer McNett [168]. Ces matières fines retardent le taux de filtration à travers le réseaux fibreux et par conséquent diminuent l'indice d'égouttage. Une comparaison entre les deux types de fines étudiées indique que les valeurs des fines FQA sont plus faibles que celles des fines de la fraction P200. La variation des deux types de fines en fonction de l'indice d'égouttage est présentée dans la figure 8.21.

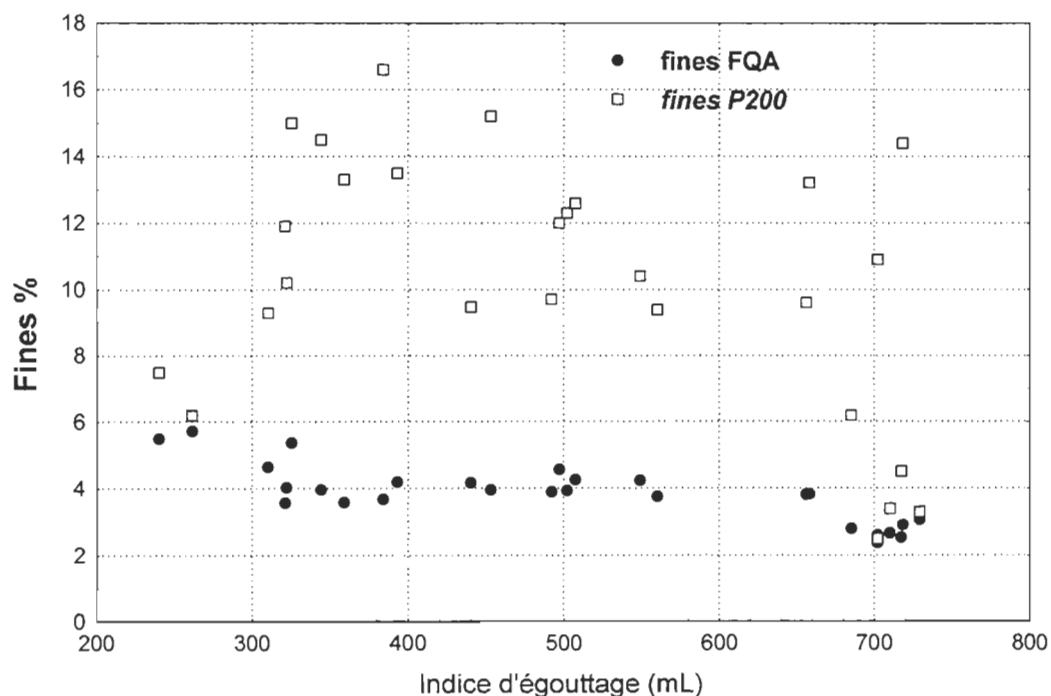


FIGURE 8.21: Variation des valeurs des fines FQA et fines de la fraction Bauer McNett P200 en fonction de l'indice d'égouttage.

Au cours du passage au travers des tamis du classeur Bauer McNett, les éléments formés et accumulés de taille plus petite s'intègrent finalement à la fraction de fines P200. Ce type de fines qui se forme pendant le raffinage provient, semble-t-il, de toutes les autres fractions Bauer McNett. Tasman [167] recommande de prendre la valeur 0,2 mm comme longueur moyenne des éléments fibreux de la fraction qui traverse le tamis à 200 mailles. Une autre étude [169] démontre cependant que des éléments de longueur supérieure à 0,2 mm se trouvent dans la fraction P200. Dans le cas de la fraction de fines FQA, on ne tient compte que des éléments de longueur égale ou inférieure à 0,2 mm, ce qui explique une différence entre les deux types de fines. Le pourcentage de la fraction P200 de Bauer McNett est basé sur la masse des fibres (10 g), tandis que les fines de FQA est déterminée, dans ce cas, par la moyenne pondérée en longueur.

Afin d'établir une relation avec les autres résultats de cette étude, des coefficients de corrélation simple, significatifs, entre les pourcentages de chacun des deux types de fines et d'autres caractéristiques des fibres sont montrés dans le tableau 8.6. Pour les pâtes étudiées, ces coefficients de corrélation simple sont plus élevés pour les valeurs de la fraction de fines FQA que pour les valeurs de la fraction de fines P200. Ces résultats indiquent que, pour cette étude, l'utilisation des valeurs de la fraction FQA est plus appropriée pour représenter la fraction de fines des pâtes étudiées.

TABLEAU 8.6: Coefficients de corrélation simple* entre la quantité de fines et certaines caractéristiques des fibres des pâtes étudiées.

CARACTÉRISTIQUE	Fraction de fines	
	Méthode FQA	méthode Bauer (P200)
Indice d'égouttage	- 0,80	- 0,41
Fraction Bauer R14	- 0,75	n.s.
Fraction Bauer R28	n.s.	n.s.
Longueur fibre ¹ PE	- 0,85	n.s.
Longueur fibre ¹ fraction R28	- 0,75	n.s.

(*), 95 % de niveau de confiance; n.s. , non significatif; ¹ moyenne pondérée en longueur

8.3.4 Surface spécifique des fibres (Analyse BET)

Les résultats concernant l'évaluation de la surface spécifique, obtenus par la méthode BET, des fibres des pâtes raffinées dans la pile PFI, se trouvent dans l'annexe I. L'évaluation de cette propriété a été effectuée sur les fibres de la fraction R28 celles qui représentent une partie importante de la composition fibreuse des pâtes étudiées.

L'analyse statistique pour le dessin expérimental utilisé –dessin carré latin– montre qu'il n'existe aucune influence statistique des variables étudiées sur la variation des valeurs de la surface spécifique des fibres, contenues dans la fraction R28, des pâtes raffinées obtenues dans la présente étude. De la même façon, l'analyse de variance de la régression multiple ne donne aucun résultat significatif de relation entre les valeurs des variables de la pile PFI et celles de la surface spécifique. Lors de l'analyse de surface BET, l'azote, appliqué à basse pression, est fixé, comme une seule couche sur la surface des fibres accessible au gaz [135]. Cette surface accessible, selon Clark [148] représente toute la surface, l'interne et l'externe, des fibres. Cependant, du fait que les fibres de bois ont une faible énergie de surface, l'utilisation de l'azote est plus adéquate pour l'étude de surface spécifique supérieure à 5 m²/g. Dans cette étude, la plupart des données ainsi que les valeurs moyennes de la surface spécifique BET des fibres, de la fraction R28, ont une valeur inférieure à 5m²/g. Divers auteurs [147, 149] recommandent l'utilisation du gaz krypton, qui a une plus faible pression de vapeur que celle de l'azote, ce qui convient pour évaluer les surfaces spécifiques variant de 1 à 5 m²/g. La présence des différents composants chimiques des fibres, telles que les matières extractibles et la lignine, peut aussi influencer les valeurs de la surface spécifique [147]. Ce dernier point n'a pas pu être démontré dans cette étude.

Bien qu'il n'y ait pas une corrélation statistique valide, une comparaison a été effectuée entre les valeurs moyennes de la surface spécifique BET des fibres –fraction R28– de la pâte du 1^{er} stade et celles des pâtes raffinées après le 2^e stade en fonction des valeurs des

trois variables étudiées de la pile raffineuse PFI. Ces variations sont indiquées sur la figure 8.22.

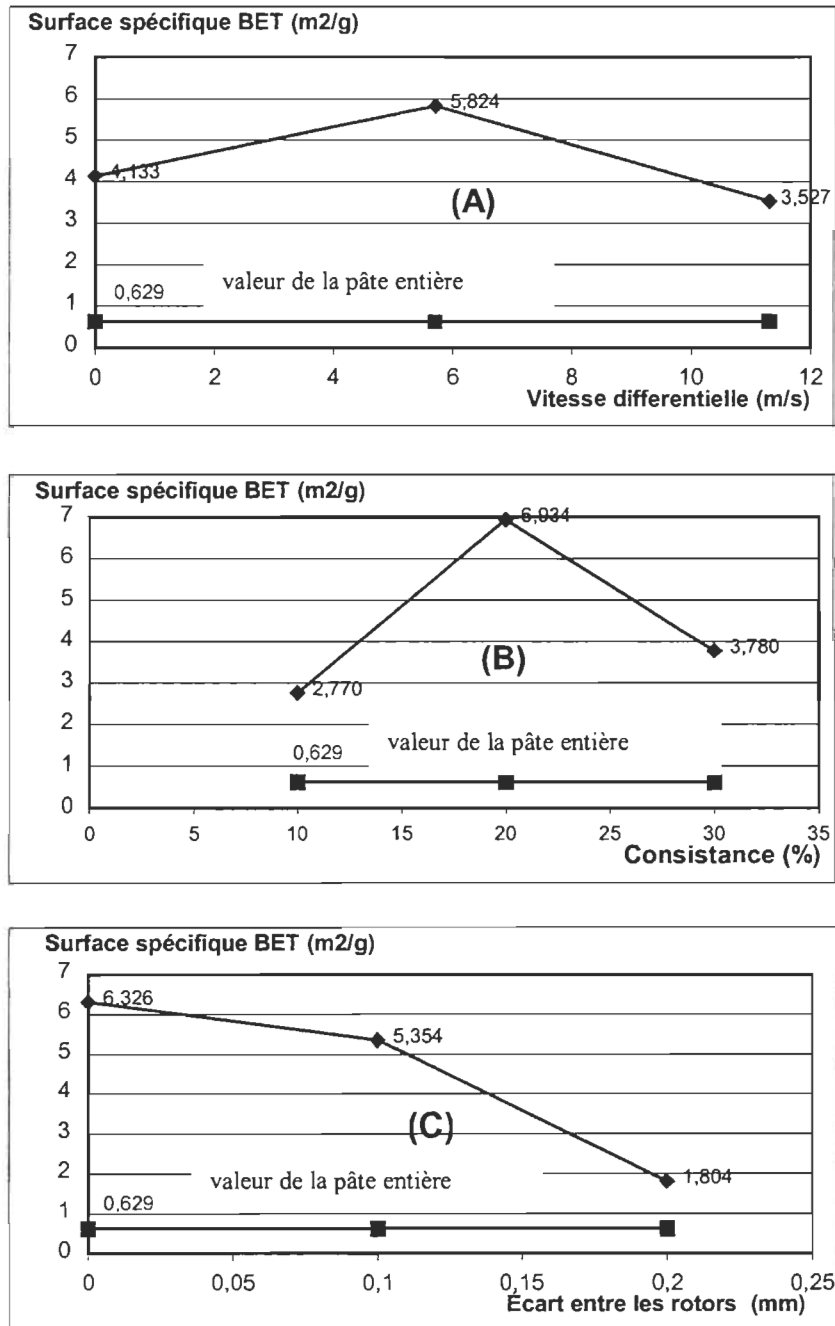


FIGURE 8.22: Variations des valeurs moyennes de la surface spécifique (BET) en fonction des variables étudiées dans la pile raffineuse PFI: (A) la vitesse différentielle; (B) la consistance; (C) l'écart entre les rotors. (Valeur BET de la pâte du 1^{er} stade: 0,629 m²/g).

Dans la figure 8.22, on observe que dans les trois cas, il y a toujours une augmentation de la surface spécifique des fibres, fraction R28, raffinées dans la pile PFI, par rapport aux fibres de la pâte du 1^{er} stade. Cette variation montre l'effet des variables du raffinage sur l'augmentation de la surface spécifique des fibres de la fraction évaluée.

Dans le cas A de la figure 8.22, la moyenne de la surface BET augmente jusqu'à ce que la vitesse différentielle atteigne 5,7 m/s et puis la surface diminue quand la vitesse continue à augmenter. Une explication de cette variation est présentée dans la partie 8.1.2. Lorsqu'on augmente la vitesse et donc l'énergie nette dépensée au cours de raffinage, l'effet sur les fibres est plus intense. Quand la vitesse continue à augmenter, toutefois, l'énergie nette appliquée sur les fibres diminue; l'énergie dépensée pour le transport de la pâte augmente avec la vitesse différentielle. Dans ce cas, l'effet de raffinage sur les fibres diminue.

Dans le cas B de la figure 8.22, la tendance des variations des valeurs moyennes de la surface BET en fonction des valeurs de la consistance ont un même comportement que la vitesse différentielle. Cette action est expliquée par les contacts fibre–fibre qui sont plus nombreux que les contacts fibre–barre lorsqu'on augmente la consistance de la pâte durant le raffinage. Une autre étude [170] a démontré que la surface spécifique des fibres d'une pâte au sulfite est maximale quand le raffinage se déroule à une consistance de 15 % à 20 %, pour un certain nombre de révolutions dans la pile PFI.

Dans le cas C, l'augmentation de la surface spécifique BET des fibres de la fraction R28 est évidente quand on réduit l'écart entre les rotors de la pile raffineuse. Cette réduction de l'écart entre les rotors de la pile raffineuse PFI entraîne une élévation des contraintes ou forces de friction qui provoque l'augmentation de la surface spécifique des fibres.

8.3.5 Masse linéique

Les valeurs de la masse linéique de la fraction R-28 (ML-R28) des pâtes étudiées sont présentées dans l'annexe F. Selon l'analyse statistique, les valeurs de la masse linéique de la fraction R28 sont influencées de façon significative par la variable vitesse du rotor interne et par l'interaction consistance–vitesse. La variation des valeurs de la masse linéique ML-R28 et les valeurs codées des variables qui ont une influence significative sont représentées par l'équation suivante:

$$\text{ML-R28 (mg/m)} = 0,323 - (0,027 \times \text{Vitesse}) - (0,026 \times \text{Consistance} \times \text{Vitesse}) \quad \text{Éq.8.11}$$

La représentation graphique de la surface de réponse de ML-R28 en fonction de la consistance et de la vitesse est montrée dans la figure 8.23.

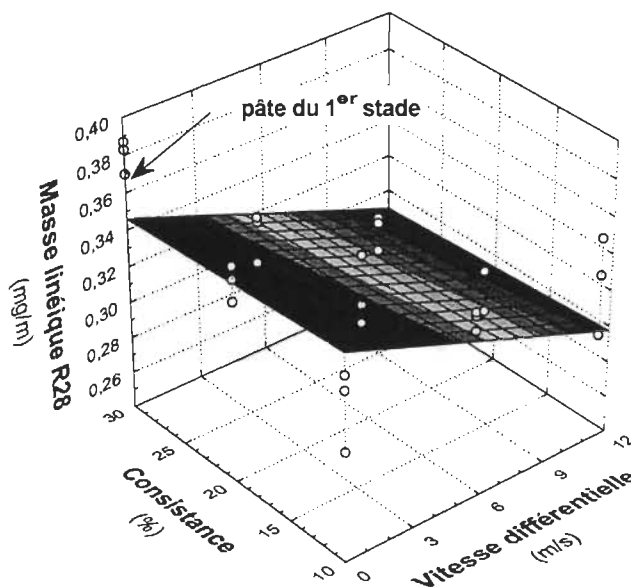


FIGURE 8.23: Surface de réponse de ML-R28 en fonction de la consistance de la pâte et de la vitesse différentielle dans la pile raffineuse PFI.

Pour l'équation 8.11, selon le coefficient de corrélation ajusté ($R^2_{aj.}$), 73,4 % des variations de la masse linéique de la fraction R28 sont influencées par les variations de la

vitesse et l'action combinée de la vitesse et de la consistance; 26,6 % des variations de la masse linéique sont toutefois expliquées par d'autres facteurs non étudiés ici. Comme l'indique la même équation, la variable vitesse différentielle a une influence importante sur les valeurs de la masse linéique. Dans le cas de l'influence combinée de la consistance et de la vitesse différentielle, l'effet sur la masse linéique est semblable à celui de la vitesse différentielle.

L'influence de la vitesse différentielle, sur la masse linéique, s'explique par les forces qui s'exercent durant le raffinage. L'augmentation de la vitesse différentielle dans la pile PFI entraîne l'élévation des forces, dont les forces de cisaillement, qui agissent sur les fibres. Une situation similaire a déjà été expliquée, dans la partie 8.3.1, en ce qui concerne l'indice d'égouttage. À cause de l'augmentation de la vitesse différentielle dans la pile PFI, le nombre des impacts et les forces de friction augmentent aussi sur les fibres. Les impacts et les forces de friction agissent sur la paroi cellulaire, ce qui développe les fibres. Sous l'effet de cette action, la paroi de la fibre est détachée, ce qui implique l'élimination des couches externes de la paroi cellulaire. Le détachement entraîne la réduction de la masse linéique des fibres et leur amincissement [69]. Le fendillement des fibres du bois de printemps dans le sens axial des fibres aurait aussi un effet important sur la masse linéique.

La surface de réponse, de la figure 8.23 met en évidence l'influence des variables vitesse et consistance de la pâte sur les valeurs de ML-R28. On observe un effet apparent entre une vitesse différentielle et une consistance élevées durant le raffinage des pâtes étudiées. Dans ce cas, la combinaison d'une vitesse et d'une consistance élevées produisent des forces élevées de friction fibre–fibre qui entraînent un détachement et, par conséquent, une réduction importante de la masse linéique. À une consistance faible, cependant, l'effet de la vitesse est peu important et la diminution des valeurs de la masse linéique des fibres de la fraction R28 s'explique par une influence des forces de friction type fibre–barre. Ces forces provoquent en même temps une diminution de la longueur de fibre, comme cela a été déjà expliqué au point 8.3.3.2.

Afin de démontrer l'influence des forces appliquées sur la variation de la masse linéique des fibres de la fraction R28, les coefficients de régression entre ces valeurs et celles reliées à l'énergie de raffinage (annexe D), et celles du facteur \mathbb{C} (tableau 8.1) qui comprennent le nombre et l'intensité des impacts ainsi que l'énergie appliquée sur chaque fibre. La matrice des coefficients de régression simple entre ces variables sont présentées au tableaux 8.7. Ces valeurs permettent d'évaluer la colinéarité existante entre les valeurs de ces variables.

TABLEAU 8.7: Coefficients de régression entre six (6) variables liées à l'énergie de raffinage des pâtes étudiées.

Paramètre	En	Fc	cf	Ef	N	I
En ¹	--	0,9800	0,9978	0,9725	0,9328	-0,6249
Fc ²	0,9800	--	0,9813	0,9667	0,9004	-0,6024
cf ³	0,9978	0,9813	--	0,9738	0,9290	-0,6212
Ef ⁴	0,9725	0,9667	0,9738	--	0,9138	-0,5433
N ⁴	0,9328	0,9004	0,9290	0,9138	--	-0,6554
I ⁴	-0,6249	-0,6024	-0,6212	-0,5433	-0,6554	--

¹ En, Énergie nette de raffinage, exprimée en Newtons (annexe D); ² force de cisaillement nette appliquée pendant le raffinage, Newtons; ³ coefficient de friction estimé dans la zone de raffinage (voir annexe D); ⁴ valeurs du tableau 8.1; Ef énergie appliquée sur chaque fibre (J/fibre); N nombre d'impacts; I intensité par impact (Joule/impact)

En ce qui touche les valeurs du tableau 8.7, il y a un effet de colinéarité entre les valeurs de l'énergie nette (En), de la force de cisaillement (Fc), du coefficient de friction (cf), de l'énergie sur les fibres (Ef) et du nombre des impacts (N). L'intensité par impact (I) montre cependant un effet indépendant face aux valeurs des autres variables. Les coefficients de régression entre les valeurs de la masse linéique de la fraction Bauer McNett R28 (ML-R28) et celles des variables liées à l'énergie de raffinage sont montrées au tableau 8.8.

TABLEAU 8.8: Coefficients de régression de six (6) variables liées à l'énergie de raffinage et les valeurs de la masse linéique, fraction Bauer McNett R28, des pâtes étudiées.

Paramètre	ML-R28	p level
Énergie nette de raffinage (En) ¹	-0,5916	0,0011
Force de cisaillement nette (Fc) ²	-0,5505	0,003
Coefficient de friction (cf) ³	-0,6042	0,0014
Energie applique sur le fibre (ef) ⁴	-0,4498	0,199
Nombre d'impacts (N) ⁴	-0,4739	0,133
Intensité par impact (I) ⁴	0,7295	0,009

¹ (annexe D); ² Appliquée pendant le raffinage; ³ Estimé dans la zone de raffinage (voir annexe D); ⁴ valeurs du tableau 8.1.

Les valeurs des coefficients de régression sont importantes en ce qui concerne le coefficient de friction (négatif) et l'intensité par impact (positif). La masse linéique de la fraction R28 des pâtes étudiées diminue lorsqu'on augmente les efforts de raffinage. Ces efforts sont exprimés directement par les valeurs du coefficient de friction. Quand on augmente la vitesse différentielle, on augmente les efforts de cisaillement donc le coefficient de friction augmente dans la zone de raffinage de la pile PFI. Ces efforts appliqués sur la paroi de la fibre entraînent la fibrillation, le détachement de certaines zones de la paroi et la diminution de la masse linéique. Les forces de friction, représentées par le coefficient de friction, sont des forces importantes pour les variations de la masse linéique des fibres de la fraction R28 des pâtes étudiées. Dans la figure 8.24 est représentée la variation des valeurs de la masse linéique de la fraction R28 des pâtes étudiées en fonction du coefficient de friction. Les paramètres relatifs à l'intensité des impacts de raffinage ont une relation directe avec les valeurs de la masse linéique. Ces résultats sont contraires à ce qui dit la théorie de Karnis [69] qui explique la diminution de la masse linéique par effet de l'intensité de raffinage, pour une même valeur d'énergie spécifique. Le même auteur remarque que la masse linéique diminue aussi avec l'élévation de l'énergie spécifique de raffinage. Dans une autre étude [171], il a été démontré, cependant, que la masse linéique de même que la longueur de fibre, diminue à une faible intensité de raffinage. Cette dernière est obtenue par l'utilisation de disques

avec des barres fines dans un 2^e stade de raffinage. Lors de notre étude, semble t-il qu' une faible valeur de l'intensité, à un faible nombre d'impacts, produit un effet de coupure de fibres plutôt que la fibrillation tel qu'indiqué à la figure 3.1

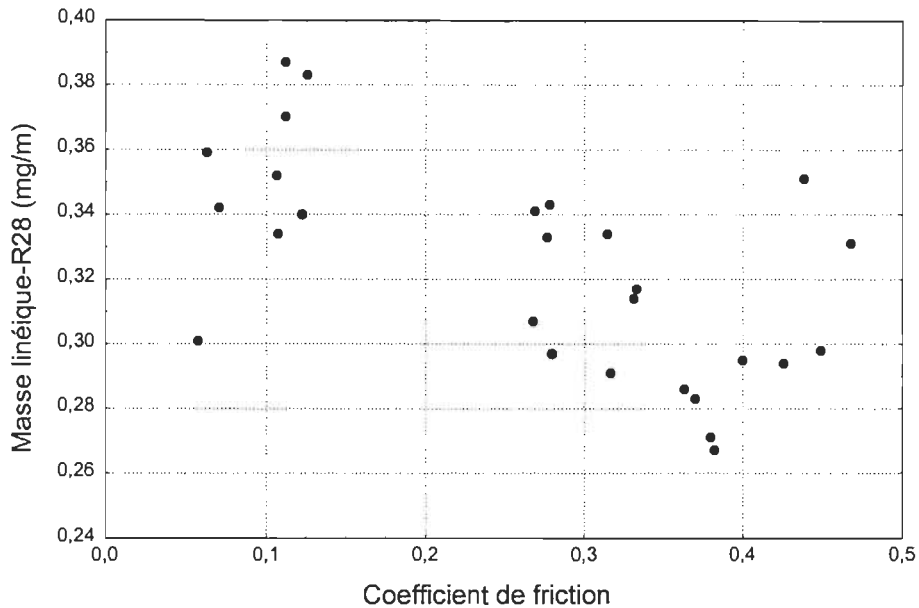


FIGURE 8.24: Représentation des valeurs de la masse linéique, fraction R28, en fonction des valeurs du coefficient de friction.

En ce qui concerne l'écart entre les rotors, l'évaluation statistique indique qu'il n'a pas eu d'influence significative pendant le raffinage de la pâte SCMP de pin gris. Généralement, quand on raffine des pâtes contenant des fibres à paroi mince, l'écart entre les rotors n'est pas considéré comme une variable critique [42]. Cependant, les fibres à paroi épaisse, dont celles de la pâte SCMP de pin gris, sont difficiles à comprimer. La réduction de l'écart entraîne une augmentation de la pression pendant le raffinage. Par conséquent, l'écart doit être une variable critique pour le raffinage de fibres à paroi épaisse. La compression des fibres dépend, non seulement de la réduction de l'écart, mais encore de la pression appliquée sur les barres pendant le raffinage. Dans la présente étude, la pression appliquée –33,34 N/cm de barre– dans le rotor interne est restée constante pendant tous les raffinages dans la pile PFI. Cette pression, définie par la norme de raffinage dans la pile PFI, n'a probablement pas été suffisante pour influencer sur les valeurs de la masse linéique des fibres de la pâte SCMP de pin gris.

8.3.6 Valeur de rétention d'eau

Les valeurs de rétention d'eau (VRE) des pâtes étudiées (annexe F) font l'objet d'une analyse statistique. Dans le cas de VRE de la pâte entière (VRE-PE), il existe une influence hautement significative des effets de deux variables: consistance de la pâte et vitesse différentielle entre les rotors de la pile raffineuse, sur les valeurs de VRE-PE. La variation de ces valeurs est représentée par l'équation suivante:

$$\text{VRE-PE (g H}_2\text{O/100g)} = 247 - 12,1 \times \text{Consistance} + 40,5 \times \text{Vitesse} \quad \text{Éq. 8.12}$$

L'équation a un coefficient de régression ajusté élevé: cette valeur nous indique qu'au moins 81 % de la variation des valeurs de rétention de l'eau des pâtes étudiées est influencée par la consistance et la vitesse différentielle. La représentation de la surface de réponse des effets de ces variables sur les valeurs de rétention d'eau, de la pâte entière, est montrée dans la figure 8.25.

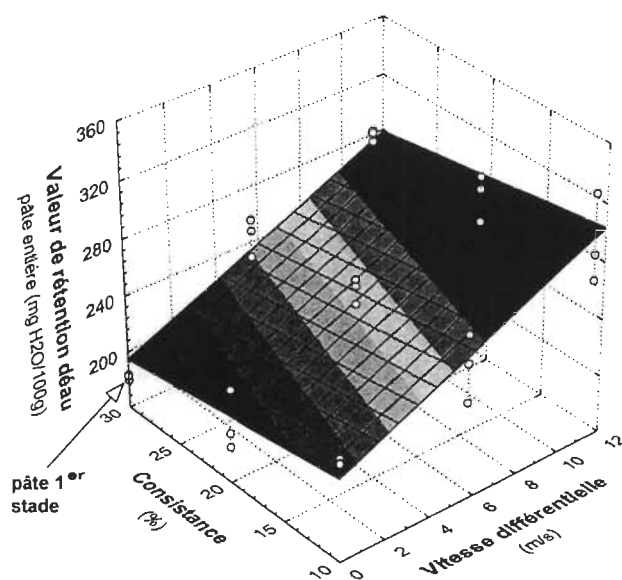


FIGURE 8.25: Surface de réponse des valeurs de rétention d'eau, de la pâte entière, en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.

Dans cette étude, l'augmentation de la vitesse différentielle, durant le raffinage, entraîne une élévation des forces qui s'exercent sur les fibres et qui influent, de façon directe et hautement significative, sur les valeurs de VRE-PE. Diverses raisons expliquent l'influence de la vitesse sur les valeurs de rétention d'eau des fibres. En raison des forces élevées générées par l'augmentation de la vitesse, il y a une augmentation des forces de friction et de cisaillement. Une explication analogue a été donnée au sujet de la masse linéique, après la présentation de l'équation 8.11. Ces forces de friction et de cisaillement provoquent divers effets sur les fibres et des changements sur la paroi cellulaire.

Les valeurs de rétention de l'eau sont parfois reliées au gonflement des fibres par l'eau. Pour cette raison, la valeur de rétention d'eau a une bonne corrélation avec le point de saturation des fibres, selon la théorie de Scallan [172]. Le point de saturation est cependant une mesure de l'eau de la pâte qui se trouve plutôt dans la zone interfibrillaire que dans la zone intrafibrillaire [172, 144]. Le volume d'eau dans ces zones change après le raffinage, et il peut se retrouver soit dans des zones de surface de fibrillation, soit dans la paroi gonflée de la cellule et soit dans le lumen agrandi de la fibre [173].

Lors d'une étude avec la pâte TMP, on a démontré que la présence des fines fait augmenter les valeurs de VRE. Dans cette étude [172], les valeurs de VRE d'une pâte TMP de conifère augmentent de 122 à 162 g H₂O/100g pâte, quand l'indice d'égouttage est élevée (690 mL °CSF), et de 130 à 213 g H₂O/100g pâte, quand l'indice d'égouttage est faible (110 mL °CSF).

L'influence des fines sur les valeurs de VRE des pâtes mécaniques est corroborée par une autre étude [144] qui montre que les valeurs de VRE conduisent à surestimer les valeurs de l'eau présente dans la paroi cellulaire: les valeurs de VRE en effet sont reliées à la quantité de fines plutôt qu'au gonflement et à l'imbibition de la paroi. En ce qui concerne les pâtes chimiques, cette influence est mise en question lorsque les valeurs de rétention d'eau se comportent comme une variable indépendante de l'égouttage de la pâte [132].

La quantité de pâte utilisée, le fait de la rendre compacte et la force centrifuge utilisée lors de l'analyse sont des variables qui influent aussi sur les valeurs de VRE [172, 174]. Ces variables sont restées constantes, lors de cette étude, pour l'analyse de la valeur de rétention de l'eau tel qu'il a été mesuré avec la méthode utilisée [175].

Les pâtes étudiées, contenant des fibres à paroi épaisse et enrobées de la lignine de la lamelle mitoyenne, réagissent fortement aux efforts appliqués au cours du raffinage. Ces efforts, par conséquent, sont parfois nuisibles aux fibres et peuvent alors favoriser la formation de fines dans la pâte. Les fines ont une capacité d'hydratation élevée: une étude [176] a démontré que les fines peuvent atteindre une valeur de gonflement deux fois plus élevée que celle de la fibre d'origine. Elles peuvent être saturées facilement par les molécules d'eau, ce qui augmente les valeurs de VRE de la pâte. D'après l'équation 8.12 et la figure 8.25, la variable consistance de la pâte a aussi une influence significative sur les valeurs de VRE-PE, mais de façon inverse de la vitesse différentielle. La diminution de la masse de l'eau, dans la pâte à consistance élevée, s'oppose probablement à l'hydratation des fibres.

Les variables consistance et vitesse différentielle ont aussi une influence significative sur les valeurs de rétention de l'eau de la fraction R14 (VRE-R14). La variation de ces valeurs est représentée par l'équation suivante:

$$\mathbf{VRE-R14 (g H_2O/100g) = 198 - 10,2 \times \text{Consistance} + 12,2 \text{ Consistance}^2 + 15,2 \text{ Vitesse}}$$

Éq. 8.13

Selon le coefficient de régression ajusté, 76 % de variation des valeurs de rétention de l'eau des fibres de la fraction R14 est influencée par la consistance de la pâte et la vitesse différentielle. La surface de réponse des effets de ces variables sur les valeurs de rétention d'eau, fraction R14, est montrée dans la figure 8.26.

L'explication de cette variation est analogue à celle décrite pour VRE-PE. Cependant, par rapport aux valeurs VRE-PE, les valeurs VRE-R14 sont moins élevées. La différence entre les valeurs VRE-PE et VRE-R14 est expliquée par la présence de fines dans la pâte entière. En théorie, il n'y a pas de fines, dans la fraction R14.

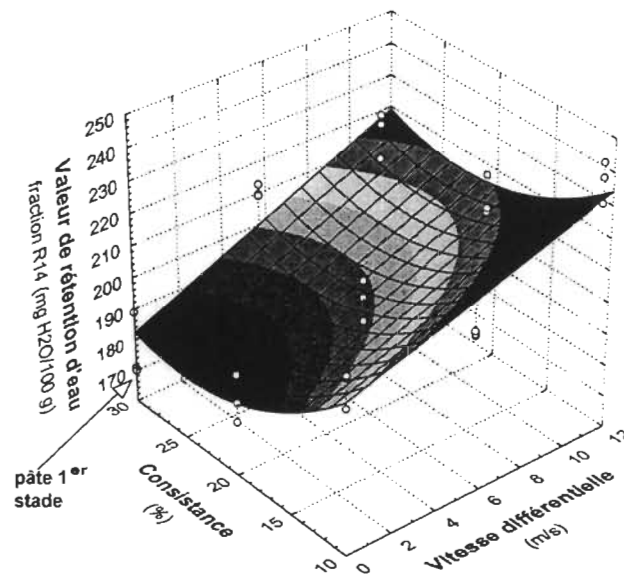


FIGURE 8.26: Surface de réponse des valeurs de rétention d'eau, fraction R14, en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.

Les coefficients de régression entre les valeurs de rétention d'eau de la pâte entière (VRE-PE) et celles de six variables liées à l'énergie de raffinage sont montrées au tableau 8.9. Les mêmes variables indépendantes le coefficient de friction (cf) et le nombre des impacts (N), utilisées dans le cas de la masse linéique, sont utilisées pour expliquer les variations de VRE-PE.

TABLEAU 8.9: Coefficients de régression de six (6) variables liées à l'énergie de raffinage et les valeurs de rétention d'eau de la pâte entière (VRE-PE) des pâtes étudiées.

Paramètre	VRE-PE	p level
Énergie nette de raffinage (En) ¹	0,8377	0,0007
Force de cisaillement nette (Fc) ²	0,7867	0,0006
Coefficient de friction (cf) ³	0,8405	0,0000
Énergie applique sur le fibre (ef) ⁴	0,7541	0,0004
Nombre d'impacts (N) ⁴	0,8457	0,0005
Intensité par impact (I) ⁴	-0,7651	0,0005
Masse linéique	-0,7266	0,006

¹ (annexe D); ² Appliquée pendant le raffinage; ³ Estimé dans la zone de raffinage (voir annexe D); ⁴ valeurs du tableau 8.1.

Les variations des valeurs de VRE de la pâte entière s'expliquent par les forces de friction, représentées par le coefficient de friction, appliquées durant le raffinage. Ces efforts augmentent la capacité d'hydratation de la pâte. Ces efforts appliquées sur la paroi de la fibre entraînent un changement sur la paroi et l'augmentation des valeurs de VRE-PE. Les valeurs de VRE-PE sont inverses aux valeurs de la masse linéique; voir coefficient de régression dans le tableau 8.9. Cette valeur corrobore la relation qui existe entre la masse linéique et la valeur de rétention de l'eau. La masse linéique est le reflet des variations présentes sur la paroi cellulaire. D'ailleurs, les paramètres relatifs à l'intensité des impacts de raffinage ont une relation inverse avec les valeurs de VRE-PE. Lors de notre étude, il semble que l'intensité par impact a un effet qui agisse avec le nombre d'impacts: une faible valeur de l'intensité, à un faible nombre d'impacts, produit un effet de fibrillation (voir la figure 3.1) favorable à l'augmentation des valeurs de rétention de l'eau de la pâte entière.

Selon l'analyse de variance (ANOVA), on n'a pas trouvé d'influence de la variable écart entre les rotors sur leurs valeurs de rétention de l'eau de la pâte entière et des autres fractions Bauer McNett.

Les caractéristiques des pâtes ont aussi une influence sur le degré de gonflement des fibres et donc sur les valeurs de l'indice de rétention de la pâte. Dans cette étude, au cours du procédé SCMP, le prétraitement chimique incorpore des groupes sulfonates et carboxyles dans la composition chimique des fibres. La présence de ces groupes favorise le gonflement des fibres [177] et, par conséquent, donne des valeurs élevées de rétention de l'eau des pâtes étudiées par comparaison à une pâte purement mécanique obtenue à partir de la même essence. Les conditions du prétraitement chimique sont restées constantes lors de cette étude.

8.3.7 Courbure (curl index) et faux plis (kink index) des fibres

Les résultats des évaluations de la courbure et celui de faux plis, sont montrés dans l'annexe J. Dans la même annexe, sont montrés aussi les résultats de l'analyse statistique de ces évaluations reliées aux variables de cette étude.

Dans les deux cas, c'est-à-dire sur la pâte entière ou sur la fraction R28, la vitesse différentielle et la consistance de la pâte ont été les variables les plus importantes. Ces variables, à un niveau hautement significatif, ont influencé la variation des valeurs de l'indice de courbure, de l'indice de faux plis, de l'angle de faux plis et le nombre de faux plis présents sur les fibres. Dans la même annexe J, les valeurs respectives du coefficient de régression ajusté montrent seulement des associations importantes –plus de 70 % – entre la consistance et la vitesse différentielle d'une part et, d'autre part, l'indice de courbure et l'angle de faux plis de la pâte entière.

Selon l'analyse statistique, de l'écart entre les rotors n'influe sur aucune des valeurs mesurant la courbure et les faux plis des fibres dans cette étude. Dans le cas des analyses de la fraction R48, on n'a trouvé aucune influence des variables étudiées sur les valeurs de l'indice de courbure et de l'indice de faux plis de cette fraction.

8.3.7.1 Indice de courbure

L'analyse statistique de l'indice de courbure de la pâte entière (Ic-PE) indique que ses valeurs sont affectées de façon hautement significative par la consistance et la vitesse différentielle. La variation des valeurs de Ic-PE avec les valeurs codées de la vitesse différentielle et de la consistance est représentée par l'équation suivante:

$$\text{Indice courbure (PE)} = 0,032 + 0,004 \times \text{Consistance} - 0,005 \text{ Vitesse} + 0,004 \text{ Vitesse}^2$$

Éq. 8.14

L'équation a un coefficient de régression ajusté de 73 %. Cette valeur indique qu'il existe une association importante entre les valeurs de la consistance, de la vitesse différentielle et de l'indice de courbure des fibres des pâtes étudiées. L'équation 8.17 est représentée comme surface de réponse, dans la figure 8.27.

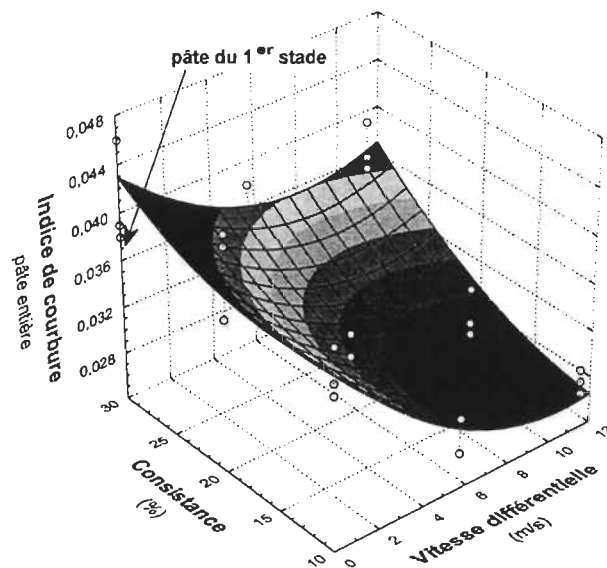


FIGURE 8.27: Surface de réponse des valeurs de l'indice de courbure, pour la pâte entière, en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance.

La consistance de la pâte a un effet direct sur l'indice de courbure. Une autre étude [178] a démontré que, pour les pâtes chimiques, une consistance élevée favorise l'obtention d'un indice de courbure élevé et permanent. Dans le cas d'une pâte mécanique, la même étude [178] montre que l'indice de courbure ne reste pas permanent et qu'il peut être changé par un traitement thermomécanique à faible consistance et à température élevée (>90°C). Ce traitement permet de redresser la fibre et de réduire son indice de courbure. Un autre auteur [179] indique que lorsqu'un traitement fait disparaître la latence des fibres d'une pâte mécanique, le nouvel indice de courbure alors obtenu peut être permanent. Dans la figure 8.27 on observe qu'à une faible consistance et à une vitesse différentielle élevée, l'indice de courbure diminue. Cette réduction des valeurs de Ic-PE s'explique par la quantité élevée de chaleur qui se produit lorsqu'on augmente la vitesse différentielle et, donc les forces de friction. Dans cette étude, dans la pile PFI, la température à la fin du raffinage atteint des valeurs de plus de 50°C, à une vitesse différentielle de 11 m/s. Une équation a été obtenue mettant en relation les valeurs codées de la vitesse différentielle et celle de la température à la fin du raffinage PFI:

$$\text{Température (}^{\circ}\text{C)} = 39,5 + 11,78 \times \text{Vitesse} \quad \text{Éq. 8.15}$$

Le coefficient de régression ajusté élevé (94 %) montre l'importance de l'effet de la vitesse différentielle sur la chaleur générée à la fin du raffinage. Cet effet combiné avec une faible consistance de la pâte, influe sur la diminution de l'indice de courbure de la pâte étudiée.

Sous l'effet du raffinage, la formation de gondolage est faible pour les fibres à paroi épaisse par comparaison à celle des fibres à paroi mince. Le gondolage, dans les fibres d'une pâte mécanique, se forme à une haute température au cours du raffinage. Dans ce cas, la matrice hémicellulose–lignine cède sous l'effet de gondolage; les fibrilles de cellulose, élastiques, résistent cependant à la formation de courbures dans la fibre. Sous l'effet de la température, la matrice se ramollit et les contraintes des fibrilles permettent

aux fibres de devenir rectilignes. Une valeur moyenne de l'indice de courbure pour une fibre presque droite est de 0,08 et pour une fibre très gondolée, de 0,25 [180].

Dans la présente étude, les valeurs de l'indice de courbure sont comprises entre 0,03 à 0,05. Une explication probable à la faible variation de l'indice de courbure est que les fibres à paroi épaisse des pâtes SCMP de pin gris sont très résistantes aux efforts appliqués, et les fibres restent rigides. La faible variation de I_c -PE est, semble-t-il, le résultat de la faible énergie appliquée dans la pile PFI. D'autres auteurs [180] affirment aussi que les fibres d'une pâte au sulfite de haut rendement, sont fréquemment droites. Ces pâtes après un raffinage à consistance élevée n'atteignent pas les valeurs d'indice de courbure des pâtes TMP ou RMP. De plus, ces valeurs changent peu après la désintégration par de l'eau chaude. Les fibres des pâtes au sulfite de haut rendement conservent toujours une faible valeur d'indice de courbure à cause de l'état de la matrice hémicellulose–lignine. Une autre explication, pour les pâtes de cette étude, est que l'énergie spécifique appliquée ne soit pas suffisante pour modifier l'indice de courbure pendant le raffinage. L'indice de courbure dépend aussi de l'état des fibres de la pâte à raffiner. Une valeur d'indice de courbure d'environ 0,06 s'obtient pour une pâte TMP de pin gris, de 625 mL CSF, avec une énergie spécifique d'environ 4 GJ/t, à la fin du 1^e stade [181]. Dans la présente étude, la valeur I_c -PE est de 0,037, à 730 mL CSF, avec une énergie spécifique de 1,38 GJ/t à la fin du 1^{er} stade. L'indice de courbure de cette pâte conditionne les variations à obtenir durant le 2^e stade de raffinage.

L'indice de courbure dépend aussi de la longueur moyenne des fibres. L'indice de courbure des fibres de la fraction R14 d'une pâte TMP d'épinette est plus élevé que ceux des autres fractions de fibres de la même pâte [181]. Dans la présente étude, on n'a pas trouvé d'influence importante de la longueur des fibres sur l'indice de courbure. Les valeurs de l'indice de courbure de la fraction R28 (I_c -R28) sont reliés de façon significative à la variable vitesse différentielle. Cependant, le coefficient de corrélation ajusté entre ces valeurs est faible par rapport à celui de la pâte entière (I_c -PE).

L'explication de la variation des valeurs Ic-R28 est analogue à celle donnée antérieurement pour ce qui concerne les valeurs de la pâte entière.

8.3.7.2 Indice de faux plis

Les valeurs obtenues de l'indice de faux plis de la pâte entière (Ik-PE), selon l'analyse statistique, sont reliées de façon significative à la consistance et à la vitesse différentielle. Pour l'indice de faux plis de la fraction R28 (Ik-R28), ses valeurs sont corrélées, significativement, avec les mêmes variables. Dans les deux cas cependant, les coefficients de corrélation sont faibles: 56 % pour Ik-PE et 40 % pour Ik-R28. L'équation pour les valeurs de l'indice de faux plis de la pâte entière (Ik-PE) se présente de la façon suivante:

$$\text{Indice de faux plis (Ik-PE)} = 0,08 + (0,014 \times \text{Consistance}) - (0,009 \times \text{Vitesse})$$

Éq. 8.16

Les valeurs de l'indice de faux plis de la pâte entière, après le 2^e stade de raffinage, se situent entre 0,05 et 0,11 et la moyenne est de 0,08; la valeur de l'indice de la pâte après le 1^{er} stade de raffinage est 0,09. Le nombre de faux plis/mm, de la pâte entière, se situent entre 0,04 et 0,08 faux plis/mm et la moyenne est de 0,06 faux plis/mm; pour la pâte du 1^{er} stade la valeur est de 0,06 faux plis/mm. L'angle du faux pli est en moyenne de 3,8° et sa valeur peut s'étendre de 2,1° à 5,9°; la valeur de l'angle de la pâte du 1^{er} stade est de 4,2°. De telles valeurs permettent d'expliquer le faible changement du vrillage des fibres des pâtes étudiées après le raffinage dans la pile PFI. De la même façon que pour l'indice de courbure, les valeurs de l'indice de faux plis des pâtes raffinées varient peu par rapport à la valeur de l'indice de faux plis de la pâte du premier stade.

L'indice de faux plis augmente quand l'énergie spécifique est élevée pendant le raffinage de pâtes mécaniques [181]. Les facteurs responsables du vrillage sur les fibres sont

analogues à ceux qui produisent le gondolage. Par conséquent, une élévation des valeurs de l'indice de faux plis des pâtes SCMP de pin gris peut s'obtenir par l'élévation de l'énergie spécifique appliquée pendant le raffinage. L'indice de faux plis a été trouvé toutefois peu important lors d'une étude [182]; cet indice est moins approprié que l'indice de courbure pour représenter les déformations ou changements de forme des fibres.

8.3.8 Microscopie des fibres

8.3.8.1 Microscopie électronique à balayage (SEM)

À l'aide d'un microscope électronique à balayage (images SEM), on a pris des photographies permettant de vérifier l'état des fibres, fraction R28, de la pâte obtenue à la fin du 2^e stade de raffinage dans la pile PFI, pour les trois valeurs de vitesse différentielle.

8.3.8.1.1 Images des fibres raffinées à la vitesse différentielle de 0 m/s

Dans la figure 8.28 sont présentées les images des fibres raffinées à 10% de consistance. L'image 8.28.A représente la surface lisse d'une trachéide; il y a cependant des plis dans le sens longitudinal de la fibre. L'image 8.28.B représente la partie tortueuse d'une fibre soumise probablement à une force dans le sens normal à la fibre. Dans les deux cas précédents, les efforts agissent sur la paroi de la fibre en produisant les modifications décrites. Ces modifications sont, pour la plupart, provoqués par un grand nombre d'impacts, mais de faible intensité, qui se produisent à une consistance faible. À cette consistance, les contacts fibre-barre sont nombreux aussi. Dans la figure 8.29 sont présentées les images des fibres raffinées à 20 % de consistance. L'image 8.29.A montre une surface rugueuse de la fibre et présente aussi une zone détachée de la paroi cellulaire sur la fibre. L'image 8.29.B montre une autre fibre tortueuse dans le sens longitudinal. À cette valeur de consistance, les impacts sont moins nombreux mais l'intensité par impact est plus élevée. À 20% de consistance, les modifications sont dues soit à des contacts fibre-barre soit à des contacts fibre-fibre.

Dans la figure 8.30 sont présentées les images des fibres raffinées à 30 % de consistance. Dans ce cas, les modifications sur les fibres sont dues à des contacts fibre–fibre plutôt qu'à des contacts fibre–barre. Les impacts sont cependant moins nombreux et d'une intensité plus élevée que dans les cas précédents. On observe sur l'image 8.30.A, une surface rugueuse et une zone de défaillance de compression horizontale sur la fibre montrée. L'image 8.30.B montre une fibre tortueuse avec une faible zone de détachement de la paroi. Les fibres de la pâte raffinée à 30% de consistance montrent seulement de légères modifications provoqués par les frictions entre fibres à cette vitesse de raffinage.

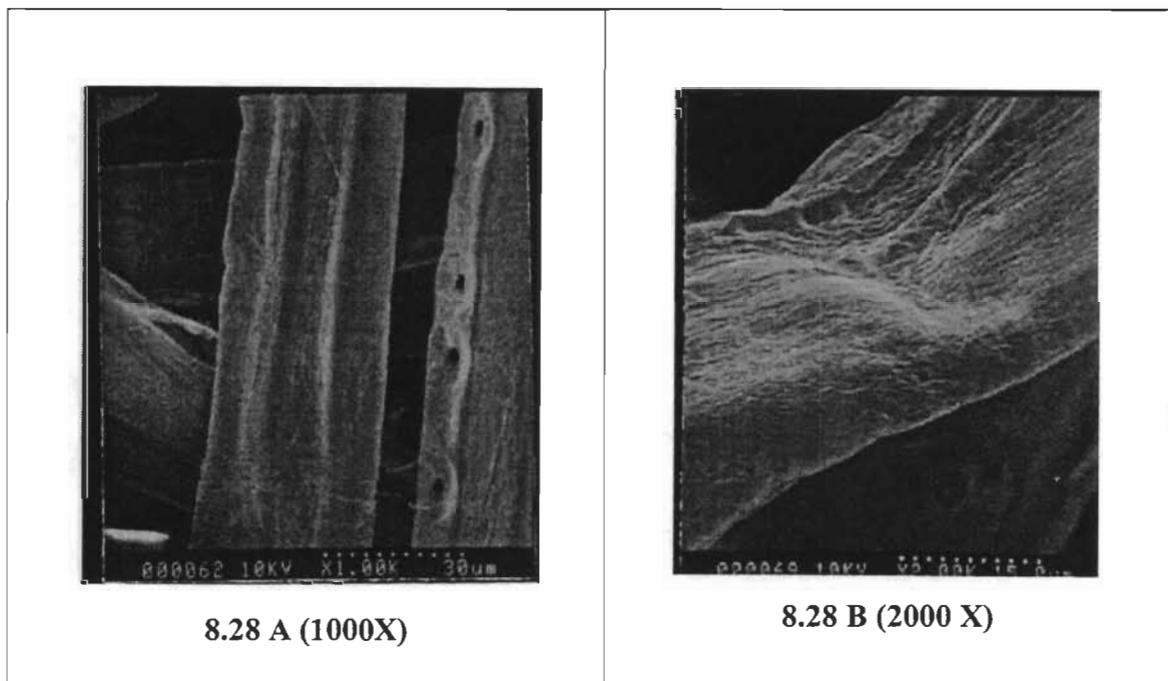


FIGURE 8.28: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 0 m/s, consistance 10%.

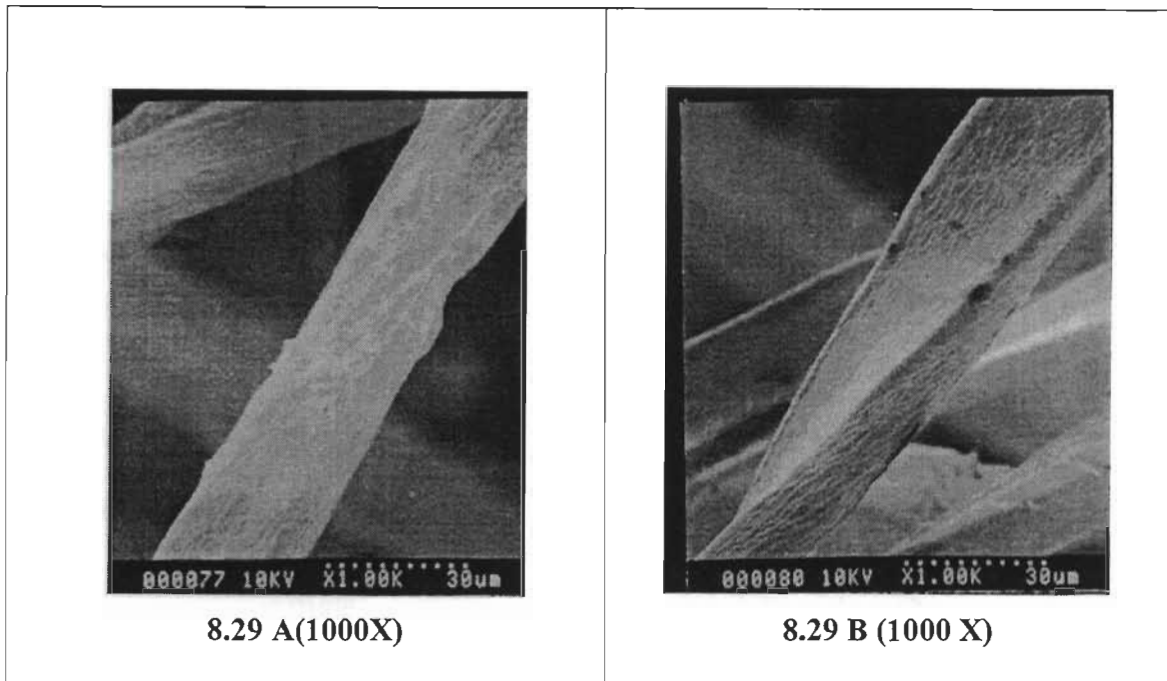


FIGURE 8.29: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 0 m/s, consistance 20%.

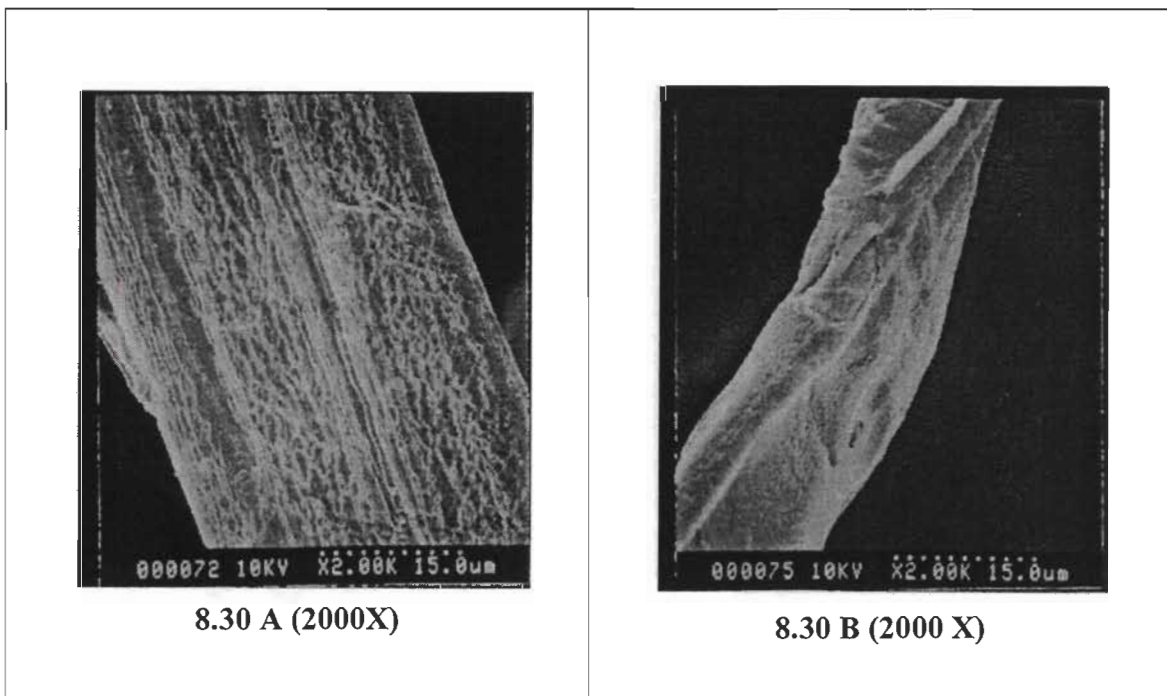


FIGURE 8.30: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 0 m/s, consistance 30%.

8.3.8.1.2 Images des fibres raffinées à la vitesse différentielle de 5,7 m/s

Dans la figure 8.31 sont présentées les images des fibres de la pâte raffinée à la consistance de 10 %. Dans l'image 8.31.A, à l'avant, on voit une fibre avec une surface lisse mais, à l'arrière, est présentée une autre fibre avec une faible fibrillation. L'image 8.31.B présente une fibre avec une surface lisse également mais à l'arrière on peut voir une autre fibre, cassée dans le sens longitudinal.

Dans la figure 8.32 sont présentées les images des fibres de la pâte raffinée à la consistance de 20 %. L'image 8.32.A représente une fibre avec une faible fibrillation sur la paroi; cette image montre aussi des fibres tortueuses. L'image 8.32.B représente la paroi d'une fibre avec une zone de la couche externe détachée.

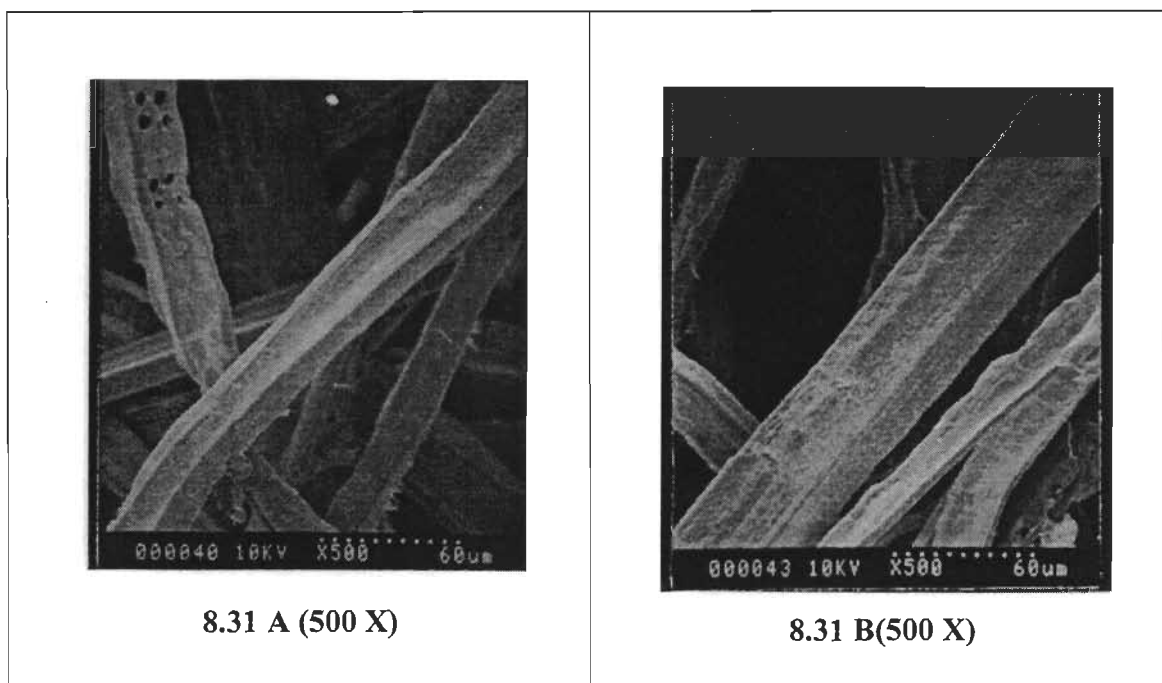


FIGURE 8.31: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 5,7 m/s, consistance 10%.

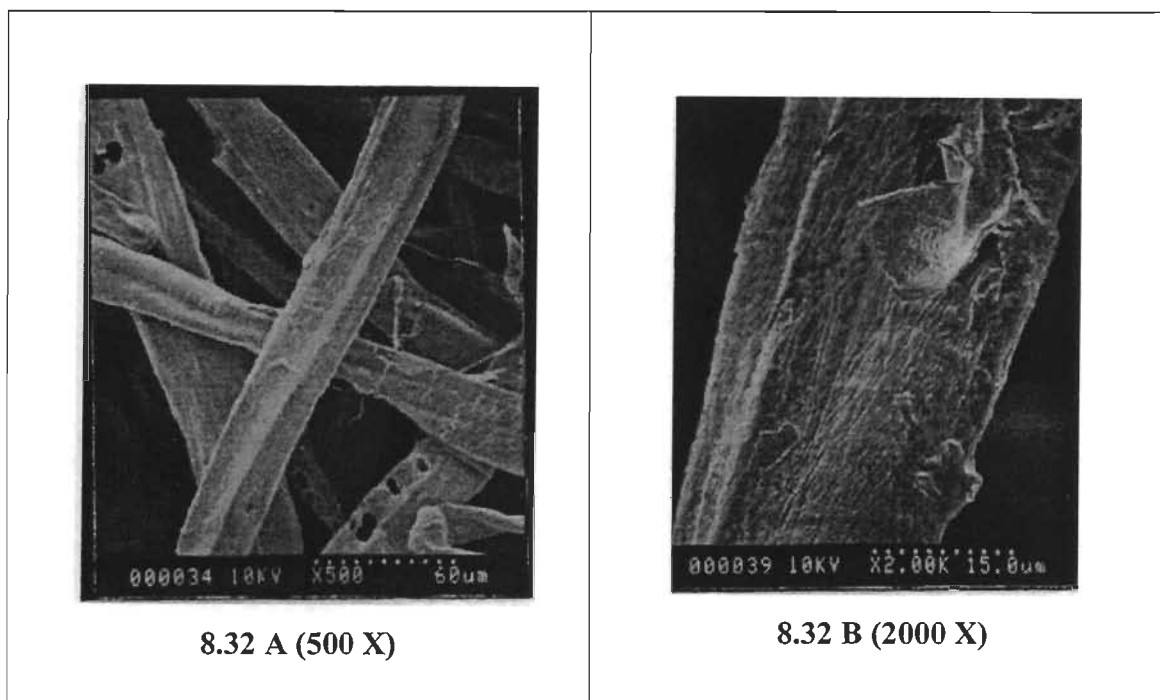


FIGURE 8.32: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 5,7 m/s, consistance 20 %.

Dans la figure 8.33 sont présentées les images des fibres de la pâte raffinée à la consistance de 30 %. Dans l'image 8.33.A, la fibre montre des rides sur la surface et une couche externe fracturée, au milieu de l'image. Dans l'image 8.33.B les effets de raffinage sont plus évidents: les fibres présentent une fibrillation majeure et aussi des dommages qui cassent la fibre dans le sens radial. Ces variations dans les modifications s'expliquent par l'intensité élevée de l'impact à 30 % de consistance; aussi à cette consistance les contacts fibre-fibre sont plus nombreux. Les effets de la consistance sur les fibres sont marqués lorsqu'on compare les images des figures 8.31, 8.32 et 8.33. L'accroissement de la consistance entraîne l'augmentation des contacts fibre-fibre ce qui provoquent des changements importants sur la paroi des fibres. Ce type de contacts génèrent des efforts importants sur la paroi en modifiant la surface des fibres.

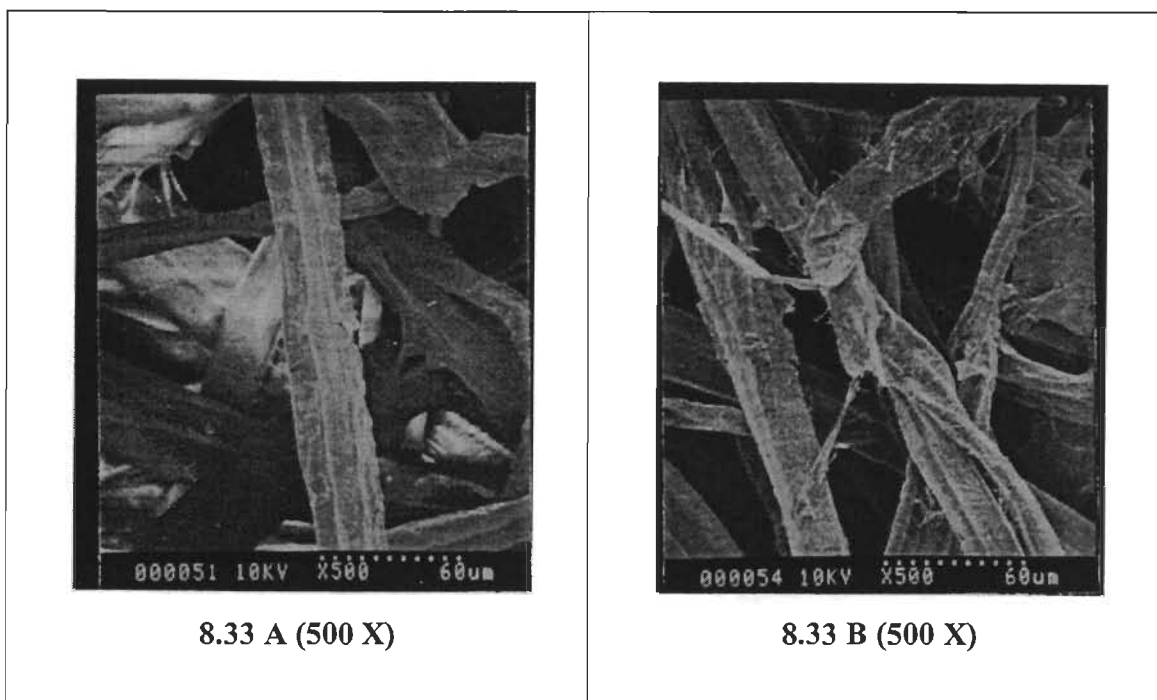


FIGURE 8.33: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 5,7 m/s, consistance 30 %.

Par comparaison avec les fibres raffinées à la vitesse différentielle de 0 m/s, les fibres raffinées à 5,7 m/s, montrent des effets de raffinage plus évidents. Cette différence s'explique apparemment par des forces de friction et de cisaillement plus élevées. À la vitesse de 5,7 m/s, le nombre des impacts est plus élevé mais l'intensité par impact est plus faible.

8.3.8.1.3 Images des fibres raffinées à la vitesse différentielle de 11 m/s

La figure 8.34 présente les images des fibres des pâtes raffinées à la consistance de 10%. L'image 8.34.A représente plusieurs fibres avec des modifications différentes: il y a des fibres fibrillées, une fibre cassée, une fibre avec une surface lisse, une autre où on observe que les couches de la lamelle mitoyenne (LM) se séparent de la couche S1. L'image 8.34.B présente une séparation plus évidente des couches entre la LM et la couche S1.

Les fibres à 20 % de consistance sont présentées dans la figure 8.35. L'image 8.35.A montre un détachement de la fibre, de gauche à droite, des fibres avec des zones de compression longitudinale. L'image 8.35.B montre une petite zone de détachement de la surface de la fibre. La figure 8.36 présente les images des fibres des pâtes raffinées à la consistance de 30%. L'image 8.36.A montre une fibre avec séparation entre la lamelle mitoyenne et la couche S1; on y voit aussi une autre fibre avec une boucle dans sa section transversale. L'image 8.36.B montre des fibres avec des zones détachées. Les images 8.36.A et 8.36.B montrent encore des fibres avec des surfaces rugueuses. Les effets du raffinage à 30 % de consistance sur les fibres sont encore plus évidents: les modifications des fibres de cette pâte semblent reliées à la valeur de la masse linéique qui est la plus faible de toutes les pâtes étudiées.

Parmi les vitesses différentielles étudiées, la vitesse différentielle de 11 m/s produit souvent les modifications les plus évidentes sur la surface des fibres de la fraction R28. Ces effets sont expliqués dans la plupart par les efforts de friction et de cisaillement générés à une haute vitesse différentielle de raffinage. Les effets montrés sur les fibres des images, à la vitesse différentielle maximale, sont différents si on compare les figures 8.34, 8.35 et 8.36. On montre un effet de fibrillation plus important à la consistance de 30%. Cet effet est provoqué probablement par une quantité élevée des contacts fibre-fibre présentes à une valeur de consistance élevée.

L'examen des images, aux différentes valeurs de vitesse, montre des effets sur la paroi plus importants à la vitesse différentielle de 5,7 m/s qu'aux autres valeurs de vitesse utilisées dans la présente étude. La perte d'efficacité du moteur qui augmente à des valeurs de vitesses élevées semble avoir une influence importante sur le raffinage des fibres. À la vitesse de 5,7 m/s, 30% de consistance, s'obtient une valeur de surface spécifique élevée (figure 8.22). Les images de la figure 8.33 montrent des effets différents sur la paroi des fibres que ceux obtenus à la vitesse de 11 m/s et 30% de consistance.

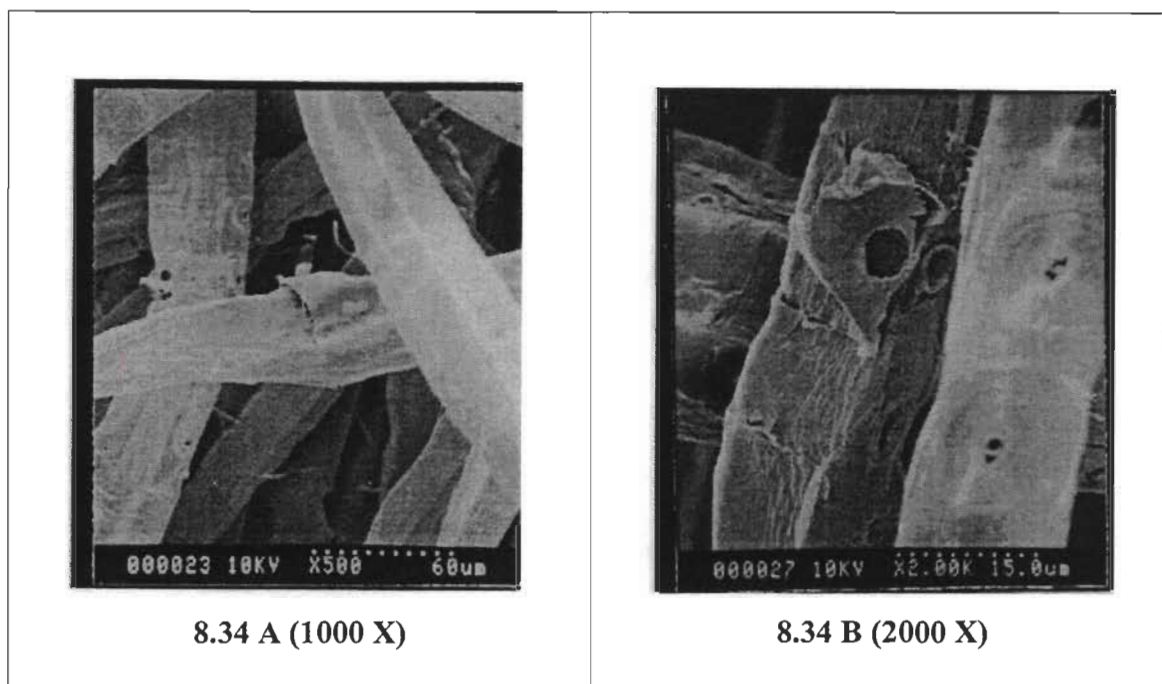


FIGURE 8.34: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 11 m/s, consistance 10 %.

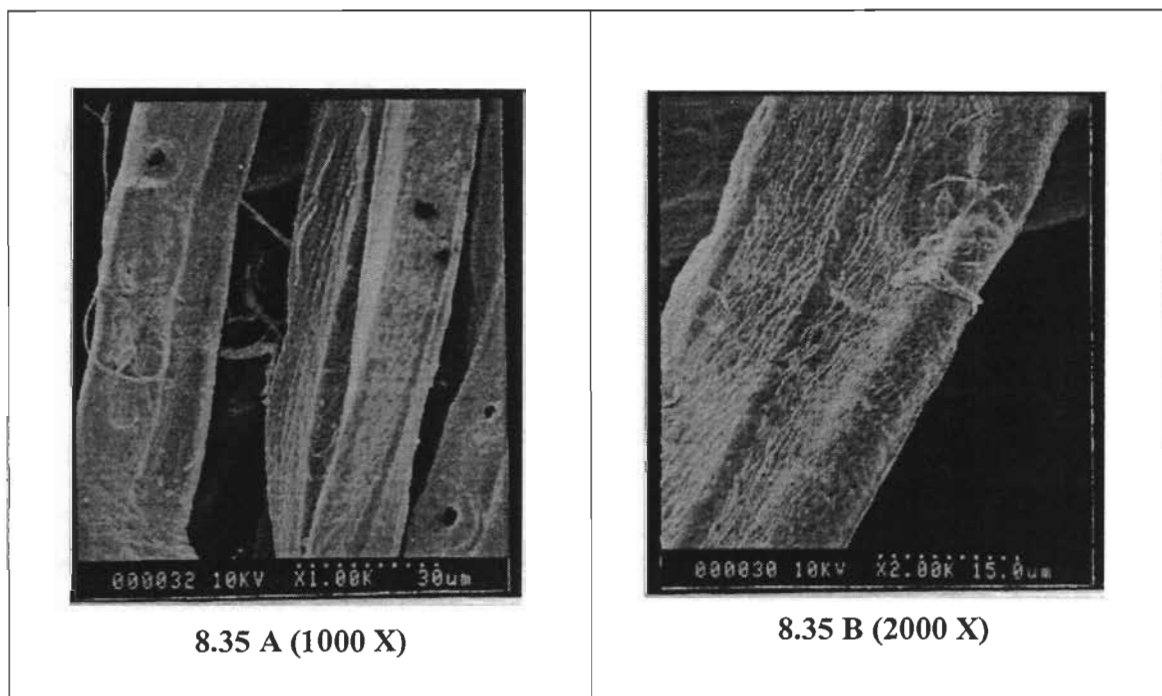


FIGURE 8.35: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 11 m/s, consistance 20 %.

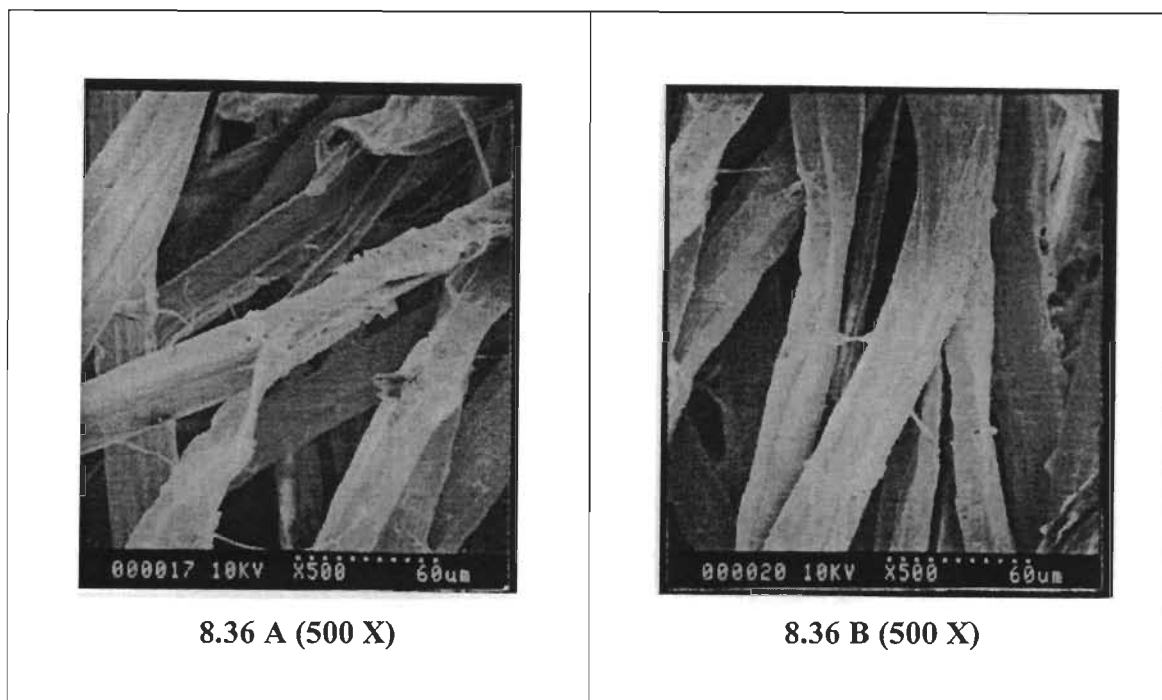


FIGURE 8.36: Images SEM des fibres, fraction R28, des pâtes obtenues à la fin du 2^e stade de raffinage PFI: vitesse différentielle 11 m/s, consistance 30 %.

8.3.8.2 Microscopie à transmission : Analyse d'images (Ultimage)

L'analyse d'images par microscopie à transmission, au moyen du logiciel Ultimage met en évidence les résultats obtenus lors de cette étude, tout comme par la microscopie SEM. L'information obtenue cependant est de caractère qualitatif plutôt que quantitatif. Des images de 3^{ème} dimension ont été obtenues à partir de la microscopie par transmission de la lumière. Ces images caractérisent une fibre en fonction de la transmission de lumière traversant leur surface. L'intensité de la lumière qui traverse la surface donne différents niveaux de gris [137]. Un profil de l'échelle de gris a été obtenu sur la surface d'une fibre, fraction R28, des pâtes raffinées. Ce profil correspond à une ligne transversale tracée sur la surface de la fibre. Les images Ultimage des fibres de 4 pâtes sont présentées dans les figures 8.37 à 8.40.

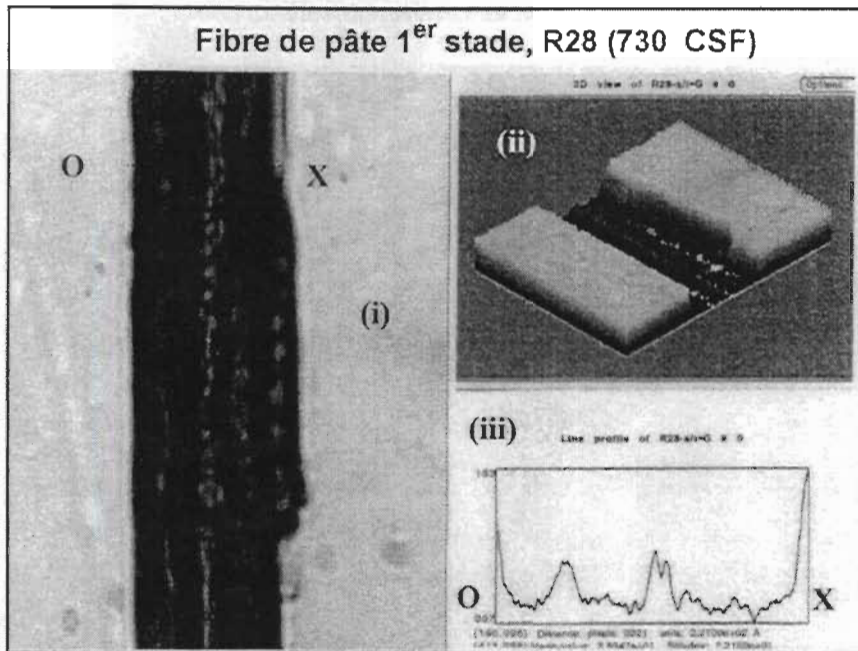


FIGURE 8.37: Image Ultrimage des fibres, fraction R28, de la pâte du 1^{er} stade.

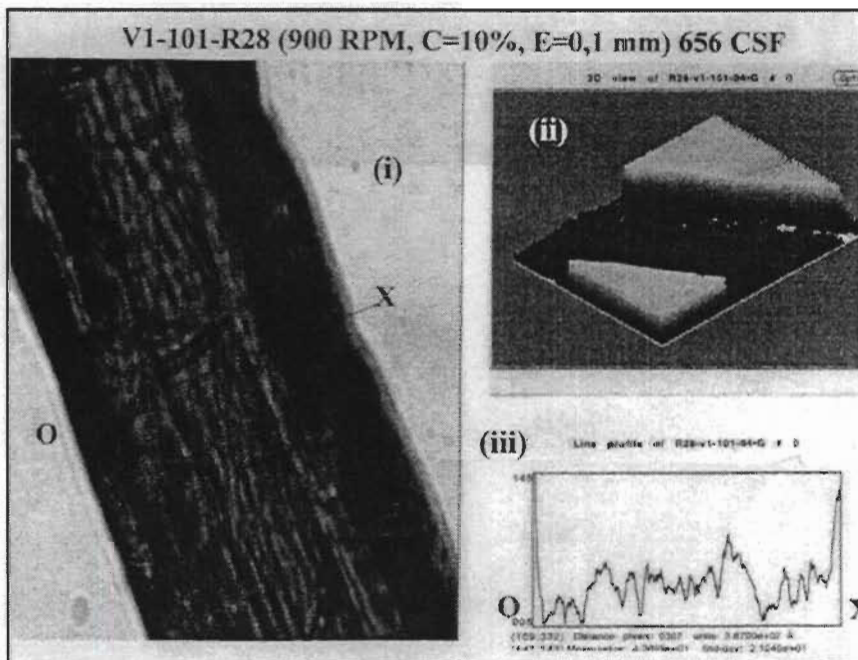


FIGURE 8.38: Image Ultrimage des fibres, fraction R28, de la pâte raffinée à la vitesse différentielle de 0 m/s.

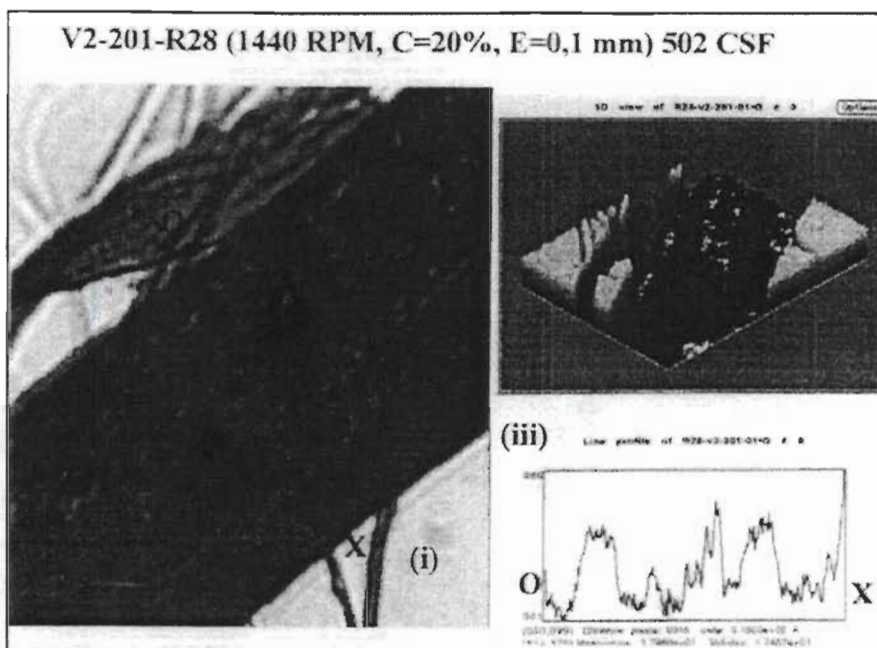


FIGURE 8.39: Image Ultime des fibres, fraction R28, de la pâte raffinée à la vitesse différentielle de 5,7 m/s.

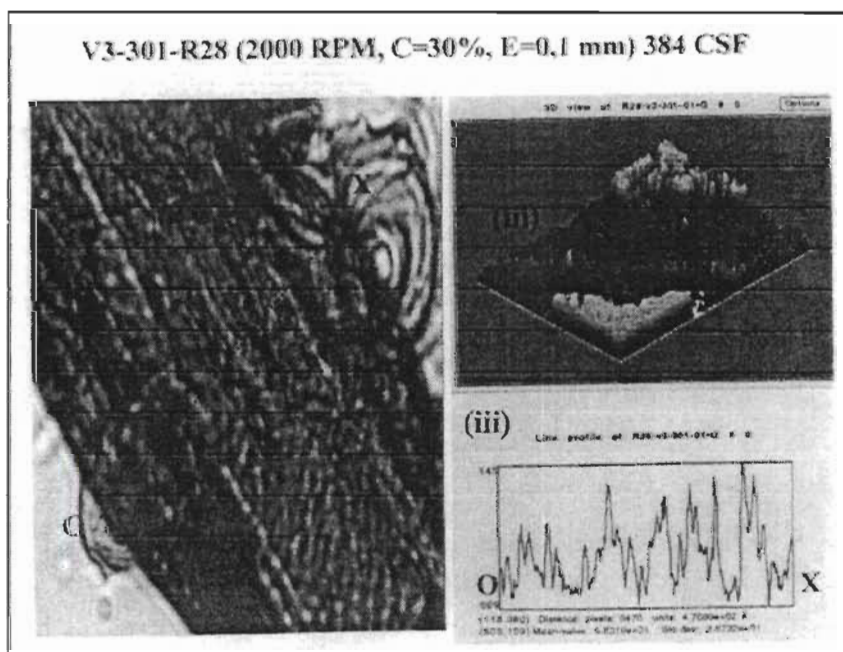


FIGURE 8.40: Image Ultime des fibres, fraction R28, de la pâte raffinée à la vitesse différentielle de 11 m/s.

La figure 8.37 correspond à une fibre de la pâte du 1^{er} stade: (i) c'est l'image microscopique de la fibre; (ii) cette image est la représentation tridimensionnelle de la fibre; (iii) c'est l'image du profil de l'échelle de gris, de la ligne OX tracée sur la fibre. La figure 8.38 correspond à une fibre raffinée à la vitesse de 0 m/s et à 10% de consistance. L'image tridimensionnelle de cette fibre (ii de 8.38) semble avoir la même surface que celle de la fibre pâte du 1^{er} stade (ii de 8.37). Quelques effets de raffinage sont cependant remarqués sur cette fibre lorsqu'on compare le profil de l'échelle de gris (iii de 8.38) avec celui de la pâte du 1^{er} stade (iii de 8.37). Une étude [137] mentionne qu'un des impacts de raffinage sur la paroi d'une fibre change l'intensité de la lumière qui la traverse, représentant l'état de la paroi cellulaire.

La figure 8.39 montre une fibre raffinée à la vitesse de 5,7 m/s et à 20 % de consistance. Dans ce cas, les effets de raffinage sont plus évidents que dans les cas précédents; l'image tridimensionnelle (ii de 8.39) et le profil de l'échelle de gris (iii de 8.39) démontrent des effets de détachement et de fibrillation de la paroi de la fibre. La figure 8.40 correspond à une fibre raffinée à 11m/s et à 30 % de consistance. L'image tridimensionnelle de cette fibre (ii de 8.40) et son profil de gris (iii de 8.40) démontrent un effet de raffinage plus intense que celui du cas précédent.

Des valeurs de la moyenne de l'échelle de gris de trois fractions (R14, R28 et R48) de toutes les pâtes raffinées ont été évaluées par l'analyse statistique. Dans aucun cas, on a trouvée une influence significative des variables étudiées. Dans cette étude, le fait d'évaluer seulement une fibre à la fois pendant l'analyse d'image Ultimage, a rendu difficile une évaluation quantitative des effets de raffinage.

8.3.9 Caractérisation chimique des pâtes raffinées

Les résultats des analyses chimiques faites sur les pâtes étudiées sont présentées dans l'annexe K. La méthode d'analyse statistique est celle d'un plan carré latin (Latin square

design). Ces analyses chimiques ont été faites afin de vérifier la composition chimique des pâtes après le 2^e stade de raffinage dans la pile PFI.

8.3.9.1 Nombre Hypo

Les valeurs du nombre Hypo, des pâtes raffinées après le 2^e stade, s'étendent de 26,3 à 27,7 g de chlore par 100 g de pâte; la valeur de la pâte, du 1^{er} stade de raffinage, est 26,9 g de chlore par 100 g de pâte. Selon l'analyse statistique, les valeurs du nombre Hypo des pâtes évaluées ne montrent pas d'influence significative des variables étudiées. Selon la norme utilisée, la valeur du nombre Hypo est reliée à la quantité de lignine présente dans la composition chimique de la pâte; le nombre Hypo peut être utilisée comme une méthode indirecte pour estimer la quantité de lignine. Cette méthode est applicable à tout type de pâte. Par conséquent, selon les résultats de cette analyse, la quantité de lignine est la même pour tous les pâtes raffinées après le 2^e stade de raffinage. L'analyse indique aussi qu'il n'y a pas de différence entre le nombre Hypo de la pâte du 1^{er} stade et la moyenne du nombre Hypo des pâtes après le 2^e stade de raffinage.

8.3.9.2 Matières solubles en hydroxyde de sodium

Les valeurs du pourcentage de matières solubles en hydroxyde de sodium, des pâtes raffinées après le 2^e stade, s'étendent de 6,5 % à 9,6 %; cette valeur pour la pâte du 1^{er} stade de raffinage, est de 7,6 %. L'analyse statistique indique aussi que le poids des matières solubles en hydroxyde de sodium des pâtes évaluées ne montrent pas d'influence significative des variables étudiées. La méthode d'analyse utilisée exprime la quantité d'hydrates de carbone de faible poids moléculaire; cette quantité appartient soit aux hémicelluloses soit à la cellulose dégradée dans la composition chimique de la pâte. Selon ces résultats, les variables de cette étude n'ont pas eu d'influence sur la quantité d'hydrates de carbone solubles dans la pâte raffinée après le 2^e stade.

8.4 Conclusions de ce chapitre

Selon les résultats de ce chapitre, les variables vitesse différentielle et consistance de la pâte ont été les variables les plus importantes du raffinage dans la pile PFI. Ces variables ont eu une influence importante sur les caractéristiques des fibres des pâtes raffinées après le 2^e stade de raffinage. Les valeurs des caractéristiques importantes des fibres, telles que la longueur de fibre, la masse linéique, la valeur de rétention d'eau et aussi l'indice de courbure ont été influencées par la vitesse différentielle et la consistance de la pâte. La variable écart entre les rotors n'a pas été une variable avec une influence importante sur les caractéristiques des fibres. Les images de la microscopie permettent de démontrer l'influence des variables de raffinage sur les fibres des pâtes étudiées. Les variables de raffinage n'ont pas eu cependant un effet important sur la quantité de lignine et sur la composition de hydrates de carbone, solubles en NaOH, des pâtes raffinées.

Dans le prochain chapitre, les pâtes raffinées lors de cette étude sont évaluées au moyen de leurs propriétés physiques; les valeurs de ces résultats seront reliées aux caractéristiques des fibres des pâtes.

CHAPITRE IX

RÉSULTATS ET DISCUSSION: PÂTE DU 2^E STADE (ÉVALUATION DES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES FEUILLES)

Les résultats concernant les propriétés optiques et physiques des feuilles de pâtes raffinées sont présentés dans l'annexe L. Ces résultats ont été analysés de façon à évaluer l'influence des variables étudiées. Les résultats obtenus au moyen de leur analyse statistique sont aussi présentés dans la même annexe. Les résultats des propriétés optiques et physiques des feuilles ainsi que les caractéristiques de leurs fibres font partie d'un article publié dans un journal relié au sujet des pâtes et papiers¹. Une autre présentation des résultats préliminaires a été également effectuée lors d'un congrès de pâtes et papiers²; voir les annexes M et N.

L'analyse concernant les propriétés optiques montre qu'il y a apparemment une influence de la consistance de la pâte et de la vitesse différentielle sur les valeurs de l'opacité et du coefficient de diffusion de la lumière. Dans le cas de la blancheur, ce sont la consistance de la pâte et l'écart entre les rotors qui ont une influence significative. Pour la blancheur et l'opacité, le coefficient R^2 ajusté est cependant faible: entre 42 % à 52 %. En ce qui concerne leurs valeurs moyennes – constante k_1 de l'équation de régression – par rapport aux valeurs de la pâte du 1^{er} stade, il n'y a pas eu d'effets du 2^e stade de raffinage sur les valeurs de la blancheur et de l'opacité des pâtes étudiées. Pour la blancheur, la valeur de la pâte du 1^{er} stade est de 40,3 %; la valeur moyenne des pâtes raffinées est de 40,6 % avec une valeur maximale de 41,8 % et une valeur minimale de 39,5 %. Dans le cas de l'opacité, la valeur de la pâte du 1^{er} stade est de 88,6%; la valeur moyenne des pâtes raffinées est de 89,2% avec des valeurs maximale de 89,9% et minimale de 85,5%. Dans le cas du coefficient de diffusion de la lumière, le coefficient R^2 ajusté avec la consistance et la vitesse est de 55%. Cette valeur n'est pas élevée mais les effets du 2^e stade de raffinage sont marqués. Pour le coefficient de diffusion, la valeur de la pâte du

¹ APPITA 52 (4): 269-274 (1999)

² IX Congrès Latino-américaine de cellulose et papiers (Medellín 2-4 juin 1999)

1^{er} stade est 27 m²/kg et la valeur moyenne des pâtes raffinées est 28 m²/kg avec une valeur maximale de 30 m²/kg et une valeur minimale de 22 m²/kg. L'influence des caractéristiques des fibres raffinées sur les variations du coefficient de diffusion sont discutées à la section 9.1.

Les valeurs de toutes les propriétés physiques des feuilles des pâtes étudiées, selon l'analyse statistique, sont influencées par la consistance de la pâte et par la vitesse différentielle; seule la densité est influencée par l'écart entre les rotors mais faiblement. Étant donné que, dans le chapitre précédent, l'influence sur les caractéristiques des fibres a été reliée aux variables étudiées, dans ce chapitre, la discussion portera sur la variation des propriétés physiques en fonction des caractéristiques des fibres. Les propriétés physiques sont plutôt influencées directement par les caractéristiques des fibres ainsi que par les variables de raffinage. Les propriétés physiques tels le volume spécifique (inverse de la densité), la résistance à la déchirure et la résistance à la tension sont discutées aux points 9.2 à 9.4.

Les caractéristiques des fibres choisies pour évaluer l'influence sur les propriétés physiques du papier sont celles qui ont eu un coefficient R² ajusté important avec les variables étudiées, comme cela a été décrit au chapitre précédent. Ces caractéristiques sont l'indice d'égouttage (*I_{eg}*), les bûchettes (*b_P*), le pourcentage de fibres longues ou le facteur L (*f_L*), la fraction de fines FQA (*f-FQA*), la valeur de rétention d'eau (*VRE*), la longueur de fibre –pondérée en longueur– de la pâte entière (*L_{f-PE}*) et la masse linéique de la fraction Bauer R28 (*ML-R28*). Des coefficients de régression ont été estimés entre les valeurs des propriétés des feuilles et celles des caractéristiques des fibres des pâtes étudiées; ces coefficients sont présentés au tableau 9.1. Le coefficient de régression permet d'établir une association simple entre les valeurs d'une propriété physique et les caractéristiques des fibres de la pâte. Tel qu'on observe dans le tableau, les propriétés des pâtes montrent une association significative mais faibles. Les coefficients de détermination ne sont cependant importants ($R^2 > 0,5$) que pour certaines propriétés. Ces coefficients de détermination sont plus élevés pour les propriétés physiques que pour les propriétés optiques des feuilles des pâtes étudiées.

TABLEAU 9.1: Coefficients de régression (r), entre les caractéristiques des fibres et les propriétés des feuilles des pâtes étudiées.

	Ieg	bP	FL	f-FQA	VRE-PE	Lf-PE	ML-R28	Ic-PE
Op	-0,54	-0,68	-0,73	0,53	0,59	-0,62	-0,46	-0,62
s	-0,50	-0,72	-0,70	0,47	0,57	-0,56	-0,50	-0,57
Vs	0,76	0,93	0,87	-0,74	-0,80	0,71	0,73	0,62
D	-0,84	-0,87	-0,85	0,83	0,81	-0,74	-0,69	-0,68
ID	0,81	0,62	0,77	-0,82	-0,75	0,85	0,33	0,84
IT	-0,87	-0,83	-0,83	0,79	0,86	-0,68	-0,73	-0,70
Iec	-0,86	-0,81	-0,78	0,74	0,84	-0,56	-0,80	-0,66
A%	-0,84	-0,66	-0,67	0,68	0,82	-0,53	-0,69	-0,68
TEA	-0,89	-0,75	-0,73	0,73	0,85	-0,58	-0,71	-0,72
MY	-0,77	-0,80	-0,84	0,76	0,80	-0,77	-0,57	-0,64

Ieg indice d'égouttage; Vs volume spécifique; Iec indice d'éclatement; bP bûchettes; D densité; A% allongement par tension; fL facteur L; f-FQA fraction fines; TEA absorption d'énergie par tension; VRE-PE valeur de rétention d'eau, pâte entière; s coefficient de diffusion de la lumière; MY module de Young; Lf-PE longueur de fibre, pâte entière; Op opacité; ML-R28 masse linéique, fraction R28; ID indice de déchirure; Ic-PE indice de courbure, pâte entière; IT indice de tension.

Les coefficients de régression permettent d'expliquer les variations des valeurs des propriétés physiques des feuilles à partir des caractéristiques des pâtes étudiées. Un auteur [183] indique que divers travaux ont été faits afin de pouvoir prédire les propriétés du papier à partir des caractéristiques des fibres. Cette prédiction des valeurs se fonde sur une théorie qui établit une relation entre la fibre, le réseau fibreux du papier et ses propriétés. Lors de cette étude, l'évaluation des coefficients de régression vise seulement à expliquer l'influence des caractéristiques des fibres sur certaines propriétés des pâtes étudiées.

9.1 Coefficient de diffusion de la lumière

En ce qui concerne les variables étudiées, l'évaluation statistique des valeurs du coefficient de diffusion de la lumière indique qu'il y a une influence importante inversement proportionnelle de la consistance de la pâte et une influence proportionnelle

de la vitesse différentielle ainsi que de l'interaction entre elles. Il y a aussi une influence significative de type quadratique de la vitesse. Les effets de ces variables et de leurs interactions expliquent 55 % des variations du coefficient de diffusion des pâtes étudiées. L'équation qui représente le coefficient de diffusion de la lumière (s) en fonction des valeurs codées des variables étudiées est la suivante:

$$s \text{ (m}^2\text{/kg)} = 28,3 - \text{Consistance} + (1,3 \times \text{Vitesse}) + (1,2 \times \text{Consistance} \times \text{Vitesse}) - (1,6 \times \text{Vitesse}^2) \quad \text{Éq.9.1}$$

Par ailleurs, les coefficients de régression de diffusion de la lumière indique qu'il y a une association inverse ($r=-0,72$) entre les valeurs des bâchettes de la pâte et les valeurs du coefficient de diffusion de la lumière de la pâte SCMP de pin gris. La représentation de la variation du coefficient de diffusion en fonction du pourcentage de bâchettes est montrée dans la figure 9.1.

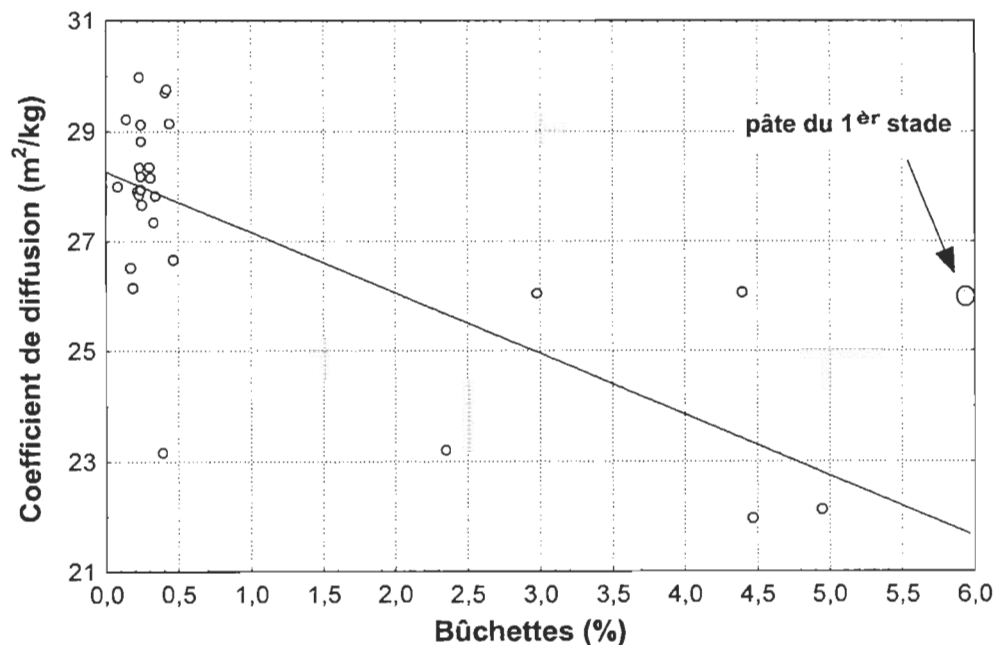


FIGURE 9.1: Variation des valeurs du coefficient de diffusion de la lumière en fonction du pourcentage des bâchettes des pâtes étudiées.

La diffusion de la lumière de la pâte augmente comme conséquence d'un nombre élevé d'interfaces entre différents matériaux (fibres et particules de la pâte) ou également d'interfaces avec l'air [163]. Le nombre d'interfaces s'élève avec la diminution de la taille des particules, dont les fines, qui entrent dans la constitution d'une feuille de pâte; la taille optimale de ces particules est $0,5 \mu\text{m}$ [163]. Le coefficient de diffusion de la lumière est influencé non seulement par la quantité de bûchettes sinon aussi par la qualité des particules fines.

Selon les résultats de cette étude, les valeurs du pourcentage de bûchettes ont une association inverse avec les valeurs du coefficient de diffusion de la lumière. Il semble que la présence de bûchettes n'est pas favorable à l'augmentation d'interfaces dans la pâte: ces particules ont une taille trop grande et donc ne contribuent pas à la surface de diffusion de la lumière de la feuille. De plus, la présence des bûchettes est reliée de façon inverse à la quantité de fines qui se forment sous l'effet du raffinage des pâtes étudiées. Par conséquent, avec des valeurs élevées du pourcentage de bûchettes, la quantité des fines est faible; le coefficient de diffusion est, par conséquent, également faible. L'effet des caractéristiques des fibres sur l'opacité des pâtes étudiées, de pin gris, est analogue à celui qui a été décrit pour le coefficient de diffusion de la lumière.

Lors de cette étude, les valeurs du coefficient de diffusion de la lumière sont faibles par rapport à celles d'autres pâtes de haut rendement comme celle d'épinette noire (valeurs du tableau 4.4). Dans cette étude les valeurs du coefficient de diffusion de la lumière des pâtes SCMP de pin gris se situent entre 22 et 30 m^2/kg , quand l'indice d'égouttage est entre 240 et 730 mL. Les valeurs du coefficient de diffusion pour les pâtes TMP et CTMP d'épinette noire sont de 58 et 50 m^2/kg respectivement, pour un indice d'égouttage de 150 mL. La différence entre ces valeurs s'explique par la différence entre les indices d'égouttage. Des valeurs de coefficient de diffusion de la lumière élevées, 56 et 51 m^2/kg , s'obtiennent pour les pâtes TMP et CTMP de pin gris, mais à des valeurs d'énergie spécifique plus élevée (10-12 GJ/t) que celles requises par l'épinette (9 GJ/t). Il semble que, pour les pâtes de cette étude, la présence de fibres à paroi épaisse n'est pas

favorable à la formation des interfaces. Dans tous les cas, le nombre d'interfaces augmente, mais avec une valeur d'énergie spécifique plus élevée.

Dans cette étude, les faibles valeurs des coefficients de diffusion de la lumière influent sur les valeurs de l'opacité. Les valeurs d'opacité des pâtes à haut rendement utilisées pour fabriquer le papier journal [11] sont supérieures à 96 %; dans cette étude, les valeurs d'opacité s'étendent entre 86% et 90%. La valeur d'opacité, 91%, d'une pâte SCMP, à 350 mL d'indice d'égouttage, utilisée pour la fabrication du papier journal, est cependant proche de celle de notre étude.

9.2 Volume spécifique

Les variables de raffinage, consistance de la pâte et vitesse différentielle, influent significativement sur le volume spécifique (V_s) des feuilles étudiées. Ce volume est proportionnel à la consistance et inversement proportionnel à la vitesse. En outre, la vitesse a une influence de type quadratique tout comme l'interaction entre la consistance et la vitesse. Les valeurs de V_s des feuilles sont corrélées à 91 % avec celles de ces variables. L'équation qui représente ces relations, entre, d'une part, V_s et, d'autre part, la consistance de la pâte et la vitesse différentielle, est la suivante:

$$V_s \text{ (cm}^3\text{/g)} = 2,13 + (0,52 \times \text{Consistance}) - (0,97 \times \text{Vitesse}) - (0,70 \times \text{Consistance} \times \text{Vitesse}) + (0,96 \times \text{Vitesse}^2)$$

Éq. 9.2

Par ailleurs, les coefficients de régression (tab. 9.1) entre le volume spécifique (V_s) et les caractéristiques des fibres indique qu'il y a une association directe entre le pourcentage des bûchettes (bP), l'indice d'égouttage (Ieg) et le pourcentage de fibres longues ou facteur L (fL) et le volume spécifique des feuilles étudiées. L'association est plus importante entre le volume spécifique, le pourcentage de bûchettes ($r=0,93$) et le facteur L ($r=0,87$). La représentation de la variation du volume spécifique en fonction des bûchettes des pâtes est montrée dans la figure 9.2.

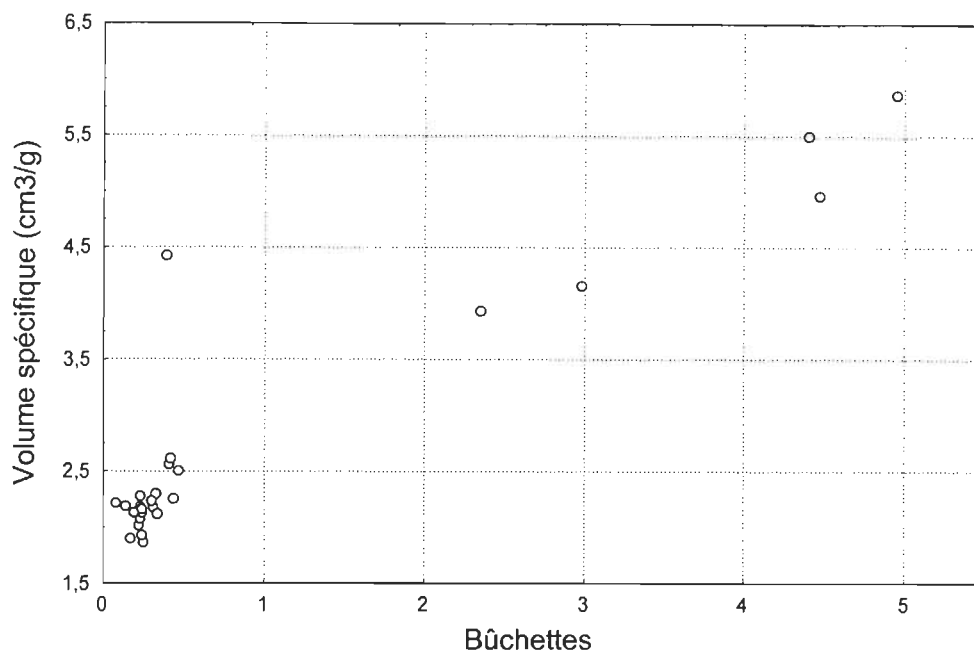


FIGURE 9.2: Variations du volume spécifique en fonction des bûchettes des pâtes étudiées.

Le volume spécifique est un bon indicateur de l'état d'une feuille compacte à l'état humide, du coefficient de dispersion de la lumière et des surfaces de liaisons relatives entre les fibres [184]. Dans cette étude, les fibres à paroi épaisse des pâtes SCMP de pin gris du 1^{er} stade, sont très rigides et peu flexibles. La valeur du volume spécifique de la feuille est donc élevée pour la pâte du 1^{er} stade; elle est de 7,2 cm³/g. Comme conséquence de l'augmentation des forces de cisaillement, entraînée par l'élévation de la vitesse différentielle, on observe une diminution progressive du pourcentage de fibres longues, un raccourcissement des fibres et la diminution de la quantité des bûchettes des pâtes raffinées dans la pile PFI. Ces effets sur les fibres sont reliés à une diminution des valeurs du facteur L et du pourcentage de bûchettes dans la pâte.

La valeur du volume spécifique, exprimée en cm³/g, est la valeur réciproque de la densité, exprimée en g/cm³ [184]. Cette densité est apparente parce qu'elle englobe les espaces d'air dans la feuille [185]. Les coefficients de régression entre la densité et les

caractéristiques des fibres donnent donc une association contraire de celle du volume spécifique. Selon ces valeurs, la densité (D) a des associations inverse avec le pourcentage de bûchettes (bP), inverse avec la masse linéique et la masse linéique de la fraction R28 (ML-R28), et directe avec la quantité des fines (f-FQA) des pâtes étudiées. La variation des valeurs de la densité est associée à la variation du pourcentage de bûchettes, de la masse linéique et de la fraction de fines des pâtes étudiées. Le coefficients de régression, du tableau 9.1, entre la densité et les bûchettes est $-0,87$. Le coefficients entre la densité et la fraction de fines est de $0,83$. La représentation de la variation de la densité (D) en fonction de la quantité de fines (f-FQA) est montrée dans la figure 9.3.

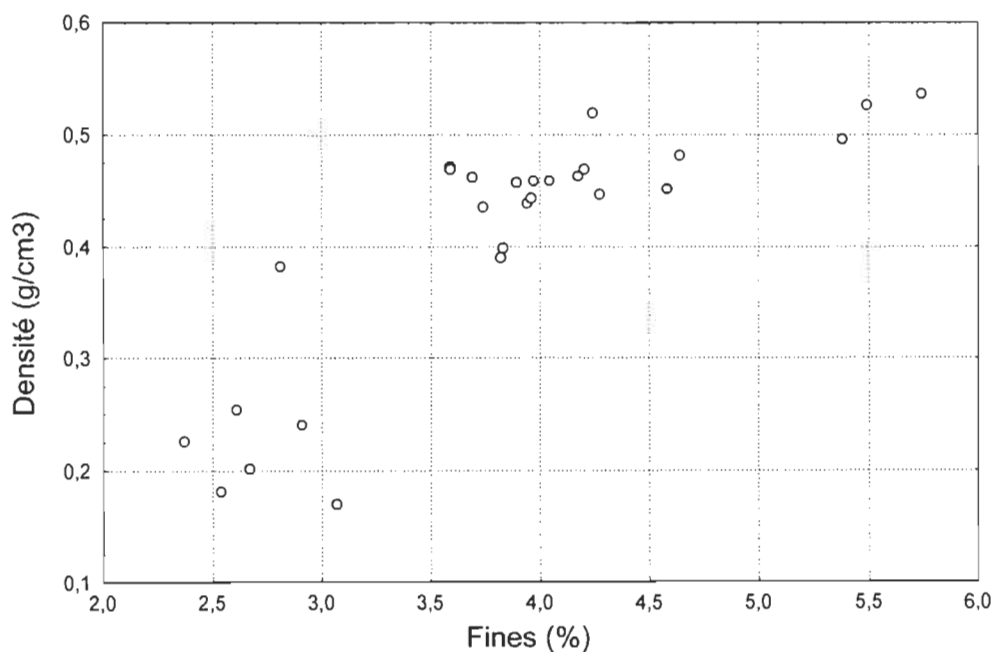


FIGURE 9.3: Variations de la densité en fonction de la fraction de fines des pâtes étudiées.

La densité est considérée probablement comme une des plus importantes propriétés du papier et il est donc suggéré d'utiliser la densité pour caractériser des propriétés physiques et optiques du papier. Les facteurs qui affectent la densité d'une feuille de pâte sont la quantité de liaisons entre les fibres et la présence de fines dans la feuille; ces facteurs sont influencés, entre autres, par le raffinage de la pâte. Pour une pâte

mécanique de meule, les valeurs de la densité apparente des formettes est proportionnelle au logarithme de l'intensité de raffinage. La densité est également reliée à la qualité des fibres et à leur flexibilité [185]. Lors de cette étude, la pâte du 1^{er} stade est composée par une quantité importante de fibres longues (91%) avec une masse linéique élevée (0,36 mg/m) et aussi une quantité relativement faible de fines (3,7%). De telles valeurs entraînent une baisse de la densité (0,14 g/cm³) de la pâte du 1^{er} stade. Le 2^e stade de raffinage provoque le détachement de la paroi cellulaire et la réduction de la masse linéique des fibres ainsi que l'apparition de fines. Ces effets de raffinage sont représentés par la masse linéique de la fraction R28, et par la fraction des fines des pâtes étudiées. D'après la figure 9.3, la réduction de la masse linéique et l'augmentation des fines dans la pâte contribuent à la formation d'une feuille à densité élevée.

Lors de cette étude, les valeurs de la densité varient entre 0,17 g/cm³ (I_{eg} = 730 mL) et 0,54 g/cm³ (I_{eg} = 260 mL) et leur valeur moyenne, selon l'analyse statistique, est de 0,45 g/cm³ (I_{eg} = 460 mL). De façon référentielle, le valeur de densité de cette étude est plus élevée que celle des pâtes RMP et TMP utilisées pour fabriquer le papier journal [11] qui sont, respectivement, de 0,34 et 0,4 g/cm³ (I_{eg} = 100 mL). La valeur moyenne de cette étude est semblable à celle d'une pâte SCMP utilisée pour fabriquer le même papier: 0,47 g/cm³ (I_{eg} = 350 mL). La valeur de la densité d'une pâte SCMP d'épinette est de 0,43 g/cm³ (I_{eg} = 350 mL); [11].

9.3 Caractéristiques physiques: Résistance à la déchirure

Au moyen de l'analyse statistique, on détermine que les variations de l'indice de déchirure (ID) des pâtes étudiées sont influencées de façon significative par les variables consistance de la pâte et vitesse différentielle, et par l'interaction consistance-écart. Il y a aussi une influence de type quadratique de la consistance et de la vitesse. Ces influences expliquent 88 % des variations de l'indice de déchirure des pâtes étudiées. L'équation suivante représente la relation entre l'indice de déchirure (ID) et les valeurs codées des variables étudiées:

$$\text{ID (mN-m}^2\text{/g)} = 9,3 + (1,1 \times \text{Consistance}) - (1,28 \times \text{Vitesse}) - (0,88 \times \text{Consistance}^2) - (0,56 \times \text{Consistance} \times \text{Écart}) + (0,66 \times \text{Vitesse}^2) \quad \text{Éq. 9.3}$$

Selon les coefficients de régression de l'équation, la consistance de la pâte et la vitesse différentielle sont des variables importantes ayant une influence sur la résistance à la déchirure de la pâte. Les effets de ces variables sont reliés principalement à la longueur moyenne des fibres de la pâte. Lors du raffinage, une consistance élevée favorise le maintien de la longueur des fibres; toutefois l'augmentation de la vitesse différentielle favorise la réduction de la longueur moyenne des fibres.

Les coefficients de régression (tab. 9.1) pour l'indice de déchirure (ID) indiquent qu'il y a une association directe avec les valeurs de la longueur des fibres, Lf-PE ($r=0,85$) et l'indice de courbure, Ic-PE ($r=0,84$). Les valeurs de rétention d'eau de la pâte entière, VRE-PE, ont cependant une association inverse ($r=0,75$) avec les valeurs de ID des pâtes étudiées. La représentation de la variation de l'indice de déchirure en fonction des valeurs de Lf-PE est montrée dans la figure 9.4.

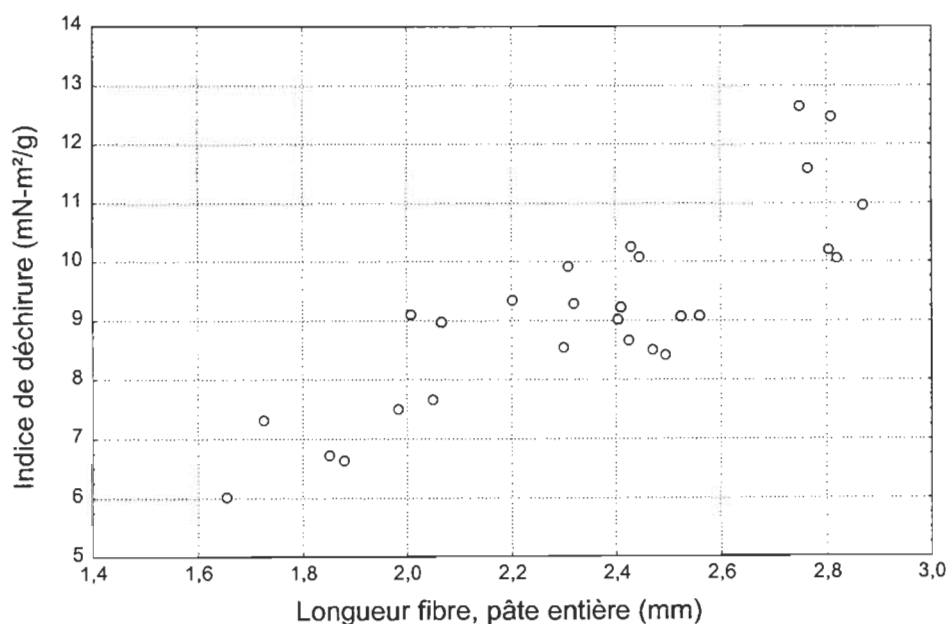


FIGURE 9.4: Variations de l'indice de déchirure en fonction de la longueur des fibres, pondérée en longueur, des pâtes étudiées.

La résistance à la déchirure d'une pâte dépend de trois facteurs: du nombre de fibres dans la zone d'essai, de la longueur des fibres, du nombre et de la résistance des liaisons fibre-fibre [186]. Les fibres d'une pâte non raffinée sont d'une cohésion faible, ce qui entraîne aussi une faible résistance à la déchirure [184]. Lorsqu'on raffine la pâte, les liaisons fibrillaires augmentent et donc les forces de cohésion entre les fibres, ce qui favorise la résistance à la déchirure [186]. Lors du raffinage, la densité de la pâte augmente, la cohésion entre fibres aussi, ce qui est favorable à une augmentation de la résistance à la déchirure jusqu'à une valeur maximale. L'augmentation des forces de raffinage entraîne aussi la diminution de la longueur de fibre et donc la diminution de la résistance à la déchirure [184].

Lors de cette étude, la pâte du 1^{er} stade présente une faible cohésion entre les fibres et aussi une faible valeur de l'indice de déchirure: 7,7 mN-m²/g. Un raffinage à faible vitesse entraîne la cohésion entre les fibres plutôt que la réduction de leur longueur moyenne. C'est à une faible vitesse différentielle que la valeur de l'indice de déchirure a été la plus élevée: 12,6 mN-m²/g. L'élévation de la vitesse de raffinage entraîne cependant la coupure des fibres et donc la diminution de leur longueur moyenne. À la vitesse différentielle la plus élevée de cette étude, on a obtenu la valeur de l'indice de déchirure la plus faible: 6,0 mN-m²/g. L'effet des variables de raffinage sur les valeurs de ID est analogue à celui qui s'exerce sur la longueur de fibre de la pâte entière (Lf-PE). Les variations de ID et de Lf-PE sont expliquées par l'influence des mêmes variables et montrent la même tendance. Les explications des variations de la longueur de fibre sont décrites au chapitre précédent.

Les valeurs de l'indice de déchirure obtenues lors de cette étude sont apparemment plus élevées que celles des autres pâtes à haut rendement, RMP et TMP, utilisées pour la fabrication du papier journal [11]. La valeur moyenne de l'indice de déchirure est de 9,3 mN-m²/g (I_{eg} = 460 mL). Les valeurs de cet indice pour une pâte RMP est de 6,0 mN-m²/g (I_{eg} = 100 mL) et celle d'une TMP est de 8,0 mN-m²/g (I_{eg} = 150 mL). La valeur de l'indice de déchirure d'une pâte SCMP, pour fabriquer le même papier, est de 8,8 mN-m²/g (I_{eg} = 350 mL).

9.4 Résistance à la tension

L'analyse statistique démontre l'influence des variables consistance de la pâte et la vitesse différentielle sur la résistance à la tension des feuilles étudiées. Le coefficient R^2 ajusté indique que 94 % des valeurs de l'indice de tension (IT) des feuilles étudiées sont influencées significativement par les variables consistance et vitesse ainsi que par l'interaction entre elles. La vitesse a aussi une influence de type quadratique sur les résultats. Les valeurs de IT en fonction des variables étudiées sont représentées par l'équation suivante :

$$\text{IT (N-m/g)} = 62,3 - (7,4 \times \text{Consistance}) + (21,3 \times \text{Vitesse}) + (10,1 \times \text{Consistance} \times \text{Vitesse}) - (15,8 \times \text{Vitesse}^2) \quad \text{Éq. 9.4}$$

La surface de réponse des valeurs de l'indice de tension en fonction de la vitesse et de la consistance est représentée dans la figure 9.5.

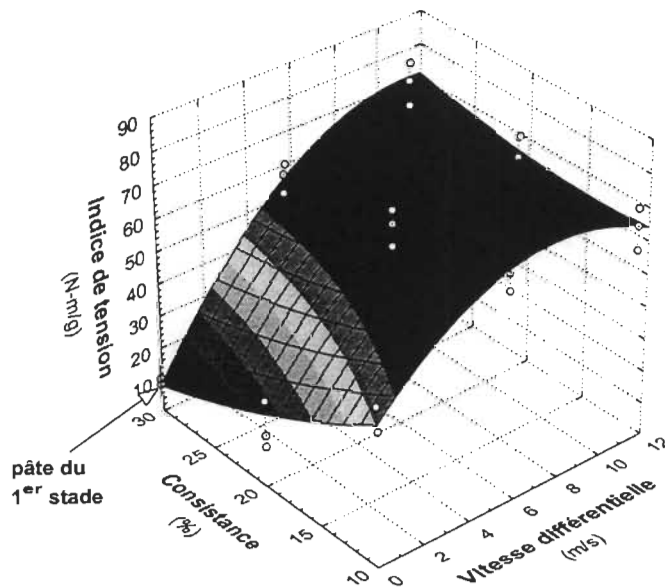


FIGURE 9.5: Surface de réponse des valeurs de l'indice de tension en fonction de la vitesse différentielle et de la consistance des pâtes étudiées.

Sur la figure, on observe l'influence de la vitesse sur les valeurs de IT des feuilles étudiées. Comme conséquence de l'élévation de la vitesse différentielle, les forces de cisaillement augmentent; ces forces influent sur la diminution de la masse linéique des fibres et leur fibrillation les rend flexibles. La fibrillation et la flexibilité des fibres sont favorables à la formation des liaisons entre fibres. Lors du raffinage, les fibrilles formées augmentent la surface de liaison disponible entre les fibres [42, 53]. La résistance à la tension des feuilles des pâtes raffinées augmente en raison de l'augmentation de la surface de contact entre les fibres. Dans le cas de la consistance, les valeurs de IT sont faibles à une consistance élevée. Pour les pâtes étudiées, il semble qu'à une consistance élevée, les modifications sur la paroi des fibres sont minimales. Lors du raffinage, à une faible vitesse, les contacts fibre-à-fibre sont plus nombreux à consistance élevée que ceux obtenus à une consistance faible. Les contacts fibre-à-fibre entraînent une faible modification sur la paroi des fibres par rapport à celui des contacts fibre-à-barre. Les contacts fibre-à-barre sont plus nombreux à consistance faible et entraînent apparemment une modification importante de la paroi des fibres. Lors du raffinage PFI, les variables consistance et vitesse différentielle interagissent; cette interaction entraîne apparemment des modifications importantes sur la paroi des fibres. Ces modifications sont favorables à une augmentation des valeurs de l'indice de tension des pâtes étudiées. D'ailleurs, il y a une influence négative de la vitesse élevée de raffinage sur les valeurs de IT, ce qu'indique le terme quadratique de la variable vitesse, de l'équation 9.9. En apparence, une vitesse élevée de raffinage implique un nombre d'impacts élevé sur les fibres. Les nombreux impacts provoquent à partir d'une certaine valeur, la destruction de la fibre et donc la diminution des valeurs de résistance. Quand la pâte est excessivement raffinée, la résistance à la tension diminue comme résultat de l'affaiblissement de la structure de la feuille [186].

Les valeurs des coefficients de régression (tab. 9.1) entre l'indice de tension (IT) et les caractéristiques des fibres démontrent la présence d'associations entre eux. Ces associations des valeurs de IT sont inverses par rapport aux valeurs du pourcentage de bûchettes (bP), de l'indice d'égouttage (Ieg) et aux valeurs du pourcentage de fibres longues (fL) des pâtes étudiées. Selon les coefficients de régression, le pourcentage de

fibres longues a une association importante avec les valeurs de l'indice de tension des pâtes étudiées. La représentation de la variation de IT en fonction des valeurs des fibres longues (fL) est montrée dans la figure 9.6.

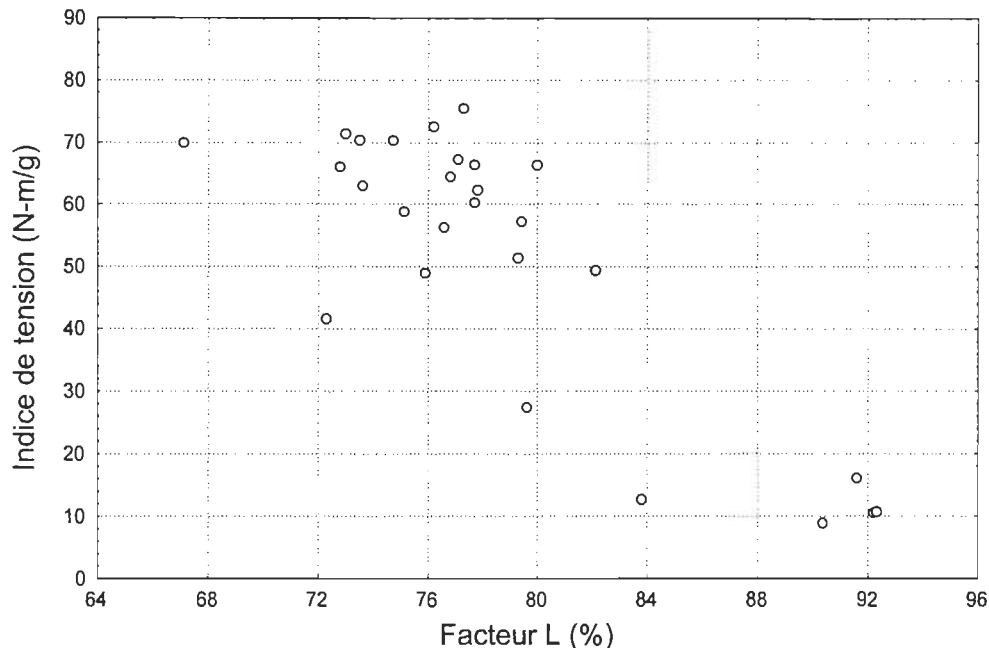


FIGURE 9.6: Variations des valeurs de l'indice de tension avec les valeurs du facteur L des pâtes étudiées.

D'après la figure, la résistance à la tension augmente avec la diminution du pourcentage de fibres longues. La présence du pourcentage élevé de fibres longues dans la pâte favorise la diminution de sa résistance. Lors de cette étude, les effets des variables de raffinage sur le facteur L ont déjà été discutés au point 8.3.3.1.1 du chapitre précédent. Lorsqu'on augmente la vitesse différentielle, l'indice de tension augmente. Le cas de la fraction des fibres longues, facteur L, est semblable à celui des bûchettes: l'augmentation de la vitesse différentielle entraîne la diminution du facteur L (Éq. 8.7) et l'augmentation de l'indice de tension des pâtes étudiées. Au cours du raffinage, cette réduction de la fraction de fibres longues est en même temps reliée à la réduction de la masse linéique des fibres, à leur fibrillation et donc à l'augmentation de leurs surfaces relatives de liaison.

Les associations décrites au paragraphe précédent n'expliquent que l'influence d'une caractéristiques des fibres sur la résistance à la tension. Cette résistance est cependant une propriété physique de la pâte très sensible à d'autres caractéristiques des fibres. Page a développé un modèle d'équation visant à la prédiction des valeurs de la résistance à partir de certaines caractéristiques des fibres telles que leur densité, leur section transversale, leur périmètre, leur longueur moyenne et la surface relative des liaisons de ces fibres dans une feuille [187]. La quantité et la qualité des liaisons fibrillaires sont, cependant, les variables les plus importantes qui affectent la résistance à la tension. Ces liaisons augmentent, entre autres, par effet du raffinage: il y a une relation linéaire entre la résistance à la tension d'une feuille et les surfaces de contact entre les fibres [186]. Les facteurs de régression du tableau 9.1, démontrent une association simple entre certaines caractéristiques des fibres et des valeurs de résistance des pâtes étudiées. La longueur de la fibre est une variable apparemment de faible influence sur la résistance à la tension. Lorsque la réduction de la longueur de fibre est faible, l'influence sur la résistance à la tension est minimale [186]. De la même façon, lorsqu'on augmente la résistance à la tension, les effets de la longueur de la fibre diminuent [188].

Dans cette étude, en même temps que les variables de raffinage influent sur le développement des fibres et sur la résistance à la tension, il y a aussi une influence sur d'autres propriétés. Dans le cas de la résistance à l'éclatement, les valeurs qui la représentent –indice d'éclatement (I_{ec})– sont également influencées par la consistance de la pâte et la vitesse différentielle et donc par le degré de fibrillation et par la surface de contact entre les fibres. L'allongement de la pâte ($A\%$) est évalué en même temps que l'évaluation de tension s'effectue. L'absorption d'énergie par tension (TEA) représente l'aire sous la courbe tension–allongement du papier. Les valeurs du module de Young (MY) en théorie, sont associées à la rigidité de la feuille. Dans la formule de calcul de MY, la résistance à la tension participe comme une variable directe.

L'analyse statistique indique que les valeurs de I_{ec} , de $A\%$, de TEA et de MY sont également influencées significativement par les mêmes variables et les mêmes interactions que celles qui agissent sur les valeurs de l'indice de tension. Les valeurs des

coefficients de régression des variables et des interactions ont le même signe pour chaque cas ; ces valeurs sont présentées dans l'annexe L. Il semble que les variables de cette étude, consistance de la pâte, vitesse différentielle, interaction consistance–vitesse et vitesse en tant que terme quadratique, ont une influence analogue sur ces quatre propriétés des pâtes étudiées. La représentation de l'association des valeurs de la résistance à la tension et celles d'autres propriétés des pâtes étudiées sont montrées dans les figures 9.7 et 9.8.

Dans cette étude, l'indice de tension (IT) de la pâte du 1^{er} stade est 7,3 N-m/g; les valeurs obtenues de IT, après le 2^e stade de raffinage, sont apparemment plus élevées que celles des autres pâtes à haut rendement, RMP et TMP, utilisées pour la fabrication du papier journal [11]. Ces valeurs sont mesurées à différentes valeurs d'indice d'égouttage . La valeur moyenne de l'indice de tension des pâtes raffinées est de 62,3 N-m/g (I_{eg} = 460 mL); la valeur maximale est de 75,5 N-m/g (I_{eg} = 390 mL) et la minimale est de 8,9 N-m/g (I_{eg} = 720 mL). Les valeurs de l'indice de tension pour une pâte RMP est de 34 N-m/g (I_{eg} = 100 mL) et celle d'une TMP est de 39 N-m/g (I_{eg} = 150 mL). La valeur de l'indice de tension d'une pâte SCMP, utilisée pour fabriquer le même papier, est de 59 N-m/g (I_{eg} = 350 mL) [11].

Les résultats concernant les propriétés physiques des pâtes étudiées sont supérieurs aux résultats obtenus avec des pâtes TMP et CTMP d'épinette [10], mais toujours comparés à différentes valeurs d'indice d'égouttage. Les valeurs de notre étude sont cependant semblables à celles de la pâte SCMP d'épinette [11]. Les figures 9.9, 9.10 et 9.11 montrent les valeurs de 3 propriétés physiques des pâtes obtenues lors de notre étude, par rapport aux valeurs des pâtes de l'épinette. L'épinette est encore une essence très utilisée pour l'industrie de pâtes à haut rendement au Canada.

Cette présentation ne s'étend pas aux valeurs de consommation de l'énergie spécifique étant donné que celles obtenues au cours de notre étude sont très élevées par rapport à une valeur industrielle. Lors de notre étude, dans le 1^{er} stade de raffinage, l'énergie spécifique est de 1,4 GJ/t; dans le 2^e stade, les valeurs respectives sont cependant très

élevées: la moyenne de l'énergie est de 16,7 GJ/t, et ces valeurs varient de 3,1 à 31,9 GJ/t. Pour une pâte d'épinette à haut rendement, les valeurs d'énergie sont de 2,2 à 7,7 GJ/t (3466). Dans les mêmes figures, 9.9 à 9.11, sont montrées aussi les valeurs des propriétés correspondant à une pâte kraft [11]. Par rapport à cette pâte chimique, trois propriétés des pâtes de notre étude ont des valeurs proches de celles de la pâte kraft.

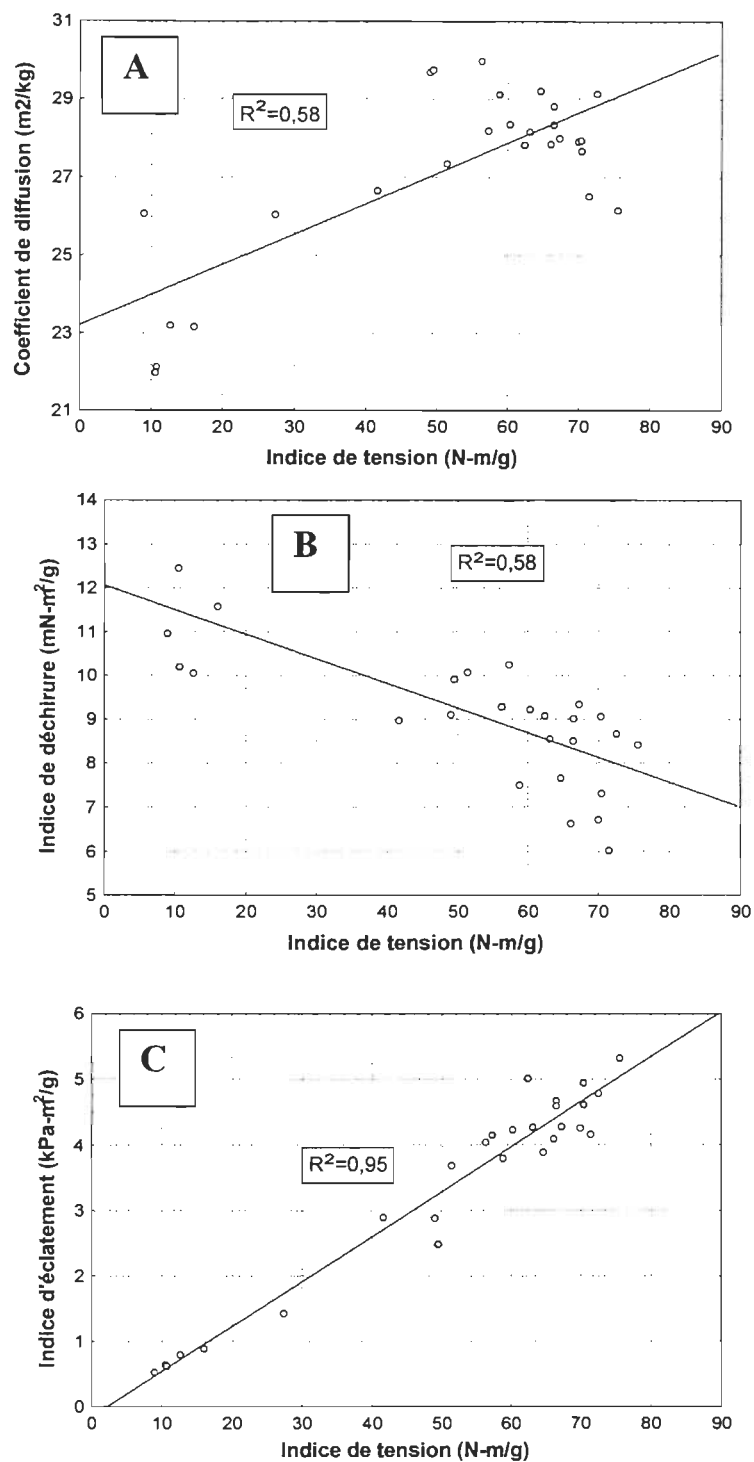


FIGURE 9.7: Représentation de l'association linéaire entre les valeurs de l'indice de tension et celles de: (A) le coefficient de diffusion de la lumière; (B) l'indice de déchirure; (C) l'indice d'éclatement.

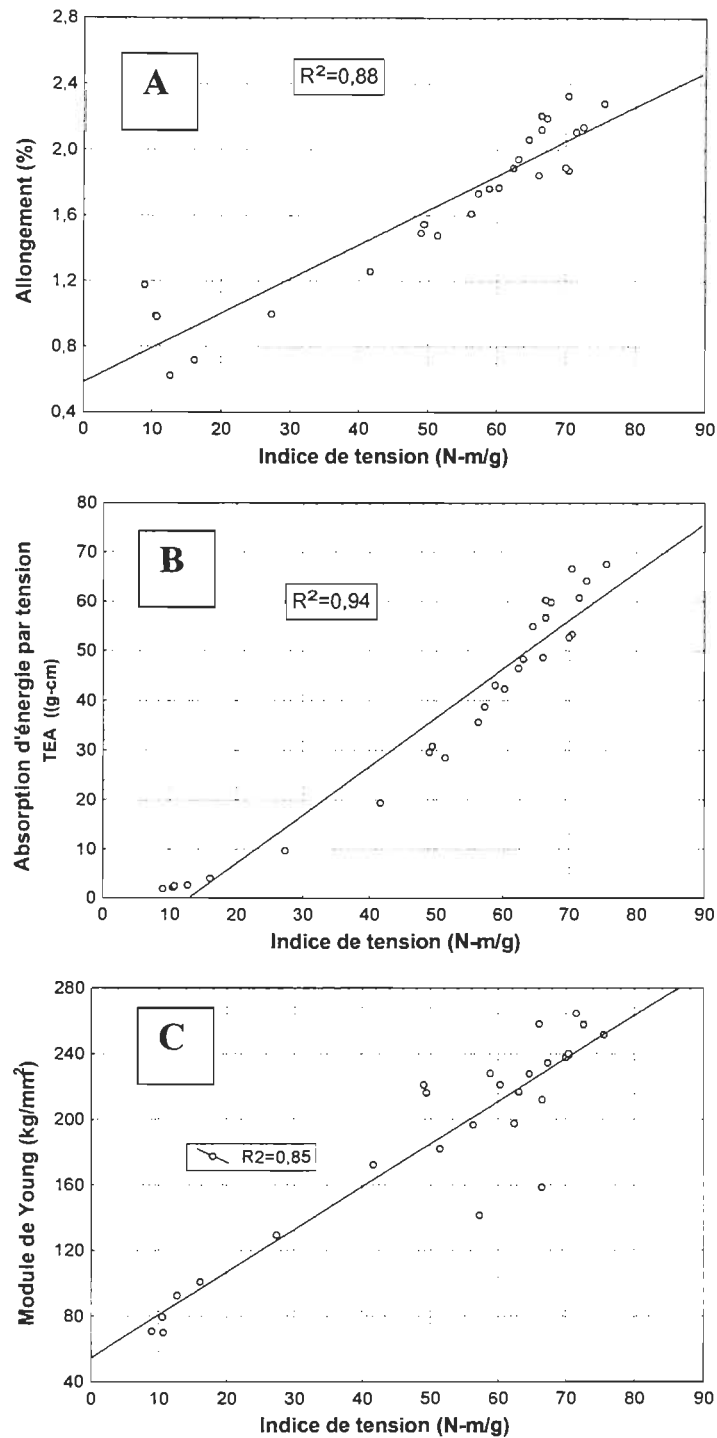


FIGURE 9.8: Représentation de l'association linéaire entre les valeurs de l'indice de tension et celles de: (A) l'allongement; (B) l'absorption de l'énergie par tension; (C) le module de Young.

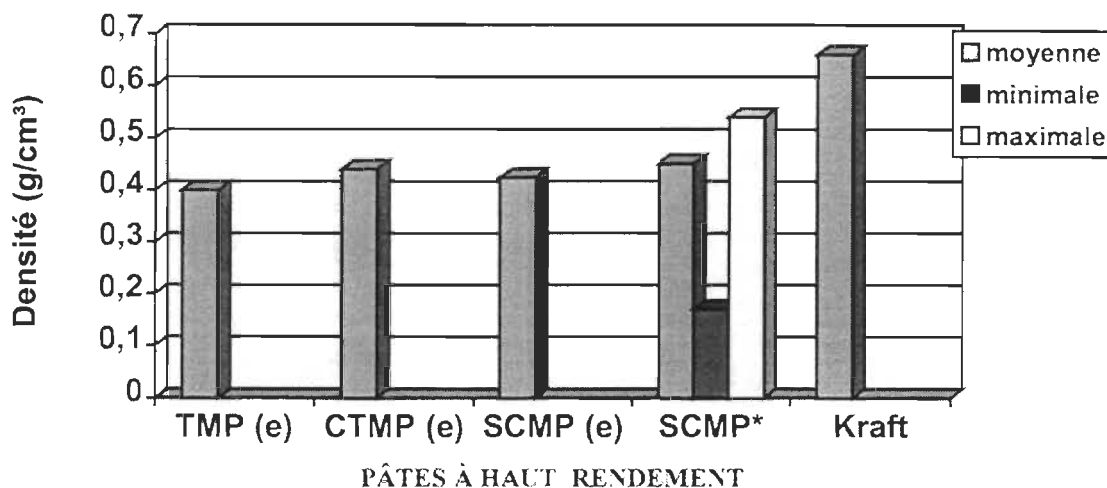


FIGURE 9.9: Comparaison des valeurs de la densité des feuilles des pâtes SCMP de cette étude (*) par rapport à celles des pâtes à haut rendement de l'épinette (e).

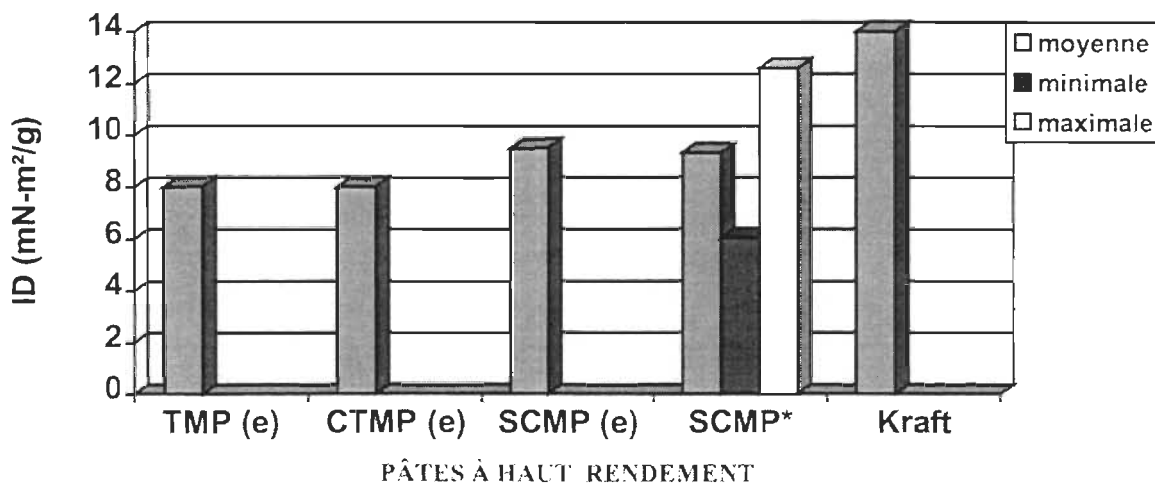


FIGURE 9.10: Comparaison des valeurs de l'indice de déchirure (ID) des feuilles des pâtes SCMP de cette étude (*) par rapport à celles des pâtes à haut rendement de l'épinette (e).

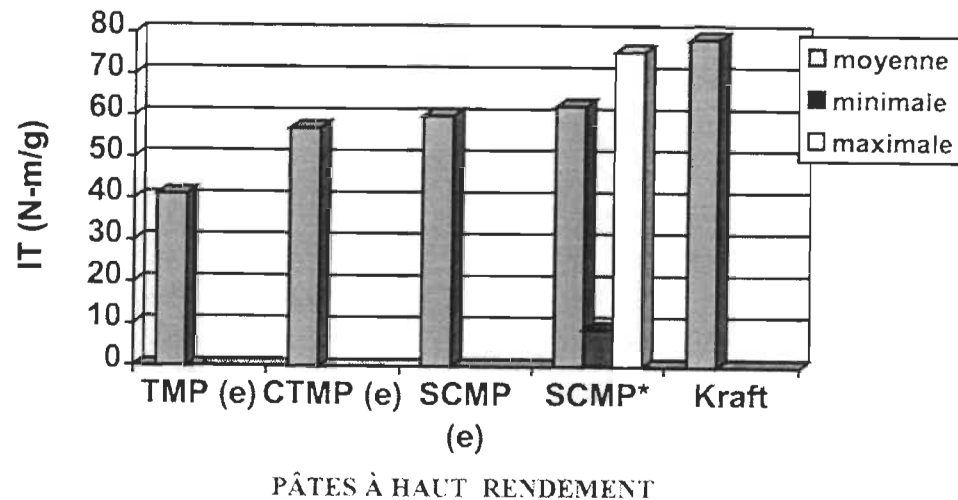


FIGURE 9.11: Comparaison des valeurs de l'indice de tension (IT) des feuilles des pâtes SCMP de cette étude (*) par rapport à celles des pâtes à haut rendement de l'épinette (e).

9.5 Conclusions de ce chapitre

Dans ce chapitre, des associations importantes ont été démontrées entre les caractéristiques des fibres et les propriétés des feuilles fabriquées à partir des pâtes SCMP de pin gris. La résistance à la tension a été considérée comme la plus importante des propriétés des pâtes étudiées.

Les variables de notre étude qui ont une influence remarquable sur les propriétés sont souvent la consistance de la pâte et la vitesse différentielle au cours du 2^e stade de raffinage. Les essais de la présente étude indiquent que les valeurs relatives à leurs propriétés physiques sont plus élevées, apparemment, que celles des pâtes à haut rendement normalement utilisées pour la fabrication du papier journal mais comparés à différentes valeurs d'indice d'égouttage. Les pâtes étudiées montrent aussi des valeurs

plus élevées que celles des pâtes TMP et CTMP de l'épinette. Les valeurs concernant les propriétés des pâtes étudiées sont cependant semblables à celles d'une pâte SCMP d'épinette. Dans le cas d'une comparaison avec une pâte chimique, les valeurs moyennes des propriétés des pâtes étudiées sont proches des valeurs d'une pâte kraft.

CHAPITRE X

CONCLUSIONS

Les résultats obtenus de cette étude augmentent le niveau des connaissances de l'information existante, particulièrement sur le contrôle des opérations du 2^e stade de raffinage et aussi quant à la réduction des effets négatifs de la paroi cellulaire épaisse des fibres de pin gris. Les résultats de ce travail ont permis de mieux comprendre le comportement d'une pâte à haut rendement, SCMP, de pin gris étudié face aux paramètres de raffinage et donc de rendre possible une meilleure utilisation de cette matière première dans l'industrie papetière. Les résultats de cette étude sont particulièrement importants en ce qui concerne la caractérisation d'une pâte à rendement élevé obtenue par raffinage, de pin gris, face à trois paramètres de raffinage, la vitesse différentielle, la consistance de la pâte et l'écart entre les rotors, en utilisant la pile raffineuse PFI de laboratoire.

La géométrie des barres de la pile PFI ainsi que le mode discontinu de la pile raffineuse PFI constituent deux différences notoires entre ce raffineur et le raffineur industriel. Cependant, la mise en application des facteurs intensité de raffinage, nombre d'impacts et facteur **C** permet d'établir une comparaison des effets du raffinage dans la pile PFI et dans les autres raffineurs. Certaines conditions ont été adaptées pour l'application de la théorie du facteur **C** afin de caractériser et de comparer la pile PFI avec les autres raffineurs. Les résultats du présent travail ont permis d'élucider l'importance de l'application de trois facteurs importants de l'action mécanique lors du raffinage des pâtes étudiées: l'intensité et le nombre d'impacts appliqués sur les fibres ainsi que le facteur **C**, du modèle de Kerekes [66]. L'équation du facteur **C** tient compte d'autres variables du raffinage des pâtes étudiées. Elle comporte les valeurs de l'énergie de raffinage, de la consistance de la pâte ainsi que des caractéristiques des fibres et des dimensions des barres de la pile raffineuse PFI. L'incorporation d'un moteur à vitesse variable permet, par ailleurs, une modification de la variable vitesse du rotor interne.

Les efforts appliqués ont été suffisants pour la séparation des fibres du 1^{er} stade de raffinage de la pâte SCMP. La plupart des fibres de la pâte du 1^{er} stade de raffinage n'ont pas reçu de modifications physiques sur la paroi fibrillaire. Les photographies prises avec l'aide d'un microscope électronique à balayage (images SEM) permettent de vérifier l'état des fibres, fraction R28, de la pâte obtenue à la fin du 1^{er} stade. Les images SEM montrent les fibres avec une surface externe régulière dans son ensemble, ce qui indique que la séparation des fibres se développe dans la lamelle mitoyenne entre les fibres.

Au cours du raffinage dans la pile PFI, la vitesse différentielle a une influence importante sur la puissance du moteur et par conséquent sur la consommation d'énergie. La puissance nette est dépensée, une partie pour les forces de raffinage, une autre pour la génération des forces de centrifugation, une autre pour le déplacement de la pâte et de même que pour l'augmentation de la température dans la pile à la fin du raffinage. Ces trois derniers effets entraînent l'augmentation de la consommation d'énergie et aussi la diminution de la courbe d'efficacité de la puissance d'un raffineur quand la vitesse différentielle augmente. Les valeurs de la puissance et de l'énergie de raffinage sont des données de référence importantes pour l'évaluation du développement du raffinage: la mesure de la puissance de raffinage sert comme un paramètre d'évaluation du raffinage dans la pile PFI.

La plupart des caractéristiques des fibres des pâtes SCMP de pin gris obtenues à la fin du 1^{er} stade de raffinage atmosphérique, sont affectées principalement par les variables vitesse du rotor interne et consistance de la pâte, suite au raffinage dans la pile PFI. L'indice d'égouttage des pâtes étudiées diminue lorsque la vitesse différentielle entre les rotors augmente ou la consistance de la pâte diminue. L'influence de l'écart sur l'indice d'égouttage est peu importante en comparaison de celui produit par la vitesse. L'indice d'égouttage diminue lorsqu'on augmente les forces appliquées, dont les forces de cisaillement, au cours du raffinage. Les forces produites, dont la force de cisaillement, dans la pile raffineuse, augmentent comme conséquence de l'élévation de la vitesse différentielle (V_d). L'écart entre les rotors n'a pas eu d'influence sur les valeurs de la

force de cisaillement. Les valeurs de l'indice d'égouttage des pâtes étudiées sont aussi influencées par la présence de fines. Il y a également une influence significative du nombre d'impacts reliant les valeurs de l'indice d'égouttage. Toutefois, l'intensité du raffinage n'a pas eu d'influence sur les valeurs d'indice d'égouttage.

Les effets des paramètres du nombre et de l'intensité des impacts appliqués au cours du raffinage, correspondant au cas 1, grande zone de raffinage, obtenus dans la présente étude, sont comparables à ceux que l'on retrouve dans la référence [59]. Ce cas a pour base le modèle de Tam Doo et Kerekes [83]. Les calculs dans ce modèle utilisent aussi les valeurs des variables sélectionnées pour cette étude: la consistance de la pâte, la vitesse différentielle et l'écart entre les rotors.

En ce qui touche les bûchettes, une vitesse élevée et une faible consistance s'accompagnent d'une faible quantité de bûchettes de la pâte raffinée après le 2^e stade. L'effet de ces variables sur la quantité de bûchettes s'explique par leur influence sur le nombre d'impacts. L'augmentation du nombre d'impacts, produit par l'élévation de la vitesse, explique la diminution des bûchettes du 2^e stade de raffinage. Toutefois, à une vitesse différentielle élevée, 11,5 m/s, les valeurs des bûchettes sont légèrement plus élevées que celles obtenues à la vitesse de 5,7 m/s, ce qui serait dû à la diminution de l'efficacité du moteur à vitesse différentielle élevée. En ce qui concerne la consistance, la quantité des bûchettes à une haute consistance est plus élevée que celle obtenue à une faible consistance. Cette différence est expliquée par le grand nombre total d'impacts obtenus à faible consistance de la pâte. Les valeurs des bûchettes diminuent rapidement à partir de l'application de plus de 100 impacts/fibre. La quantité des bûchettes est inférieure à 0,5 % quand le nombre d'impacts est supérieur à 400 impacts/fibre. Dans ce cas, l'écart entre les rotors n'a pas eu également influence significative.

L'élévation de la vitesse entraîne la réduction de la fraction de fibres longues –facteur L– d'autant que l'élévation de la consistance est favorable au maintien d'une valeur élevée du facteur L. L'augmentation du nombre d'impacts entraînée soit par une vitesse élevée soit par une faible consistance, est une cause importante de la diminution des

valeurs du facteur L. Il y a également un effet de l'interaction entre la vitesse et la consistance. Ces variables agissent de façon contraire sur les valeurs du facteur L. L'effet du terme quadratique est favorable au maintien d'une valeur élevée du facteur L surtout à la vitesse élevée. La perte d'efficacité de puissance est une cause de l'effet du terme quadratique. Toutefois, cet effet devrait être démontré à des vitesses différentielles plus élevées que la vitesse maximale utilisées dans cette étude: 11,5 m/s. Les valeurs du facteur L sont inférieures à 80 % quand le nombre total d'impacts est supérieur à 400. La fraction R14 représente une partie importante des valeurs du facteur L. L'influence de la consistance est proportionnelle sur la fraction R14 et inversement proportionnel pour les autres fractions: R28, R48, R100 et R200. En ce qui concerne la vitesse différentielle, elle agit de façon inversement proportionnelle sur la valeur de la fraction R14 mais de façon proportionnelle sur les valeurs des autres fractions, sauf pour la fraction R28.

L'effet de la consistance est proportionnel aux variations de la longueur moyenne de la fibre (L_f -PE) de la pâte entière, mais celui de la vitesse est inversement proportionnel. Il y a également une influence de type quadratique de la consistance et de la vitesse sur L_f -PE. Pour les valeurs de longueur de fibre de la pâte entière, les nombreux impacts produits à une vitesse différentielle élevée provoquent une réduction de la longueur de fibre. L'effet du nombre d'impacts sur la longueur de fibre de la pâte entière est semblable à celui produit sur les valeurs du facteur L. L'influence seule de la variable écart entre les rotors de la pile PFI n'est pas significative. Lorsque l'écart diminue, la pression appliquée au rotor interne dans la pile PFI n'est pas suffisante pour provoquer un effet important sur les fibres de pin gris à paroi épaisse. La pression standard fixée par la norme [93] convient plutôt pour les pâtes chimiques ou semi-chimiques. Les coefficients de l'équation de régression des valeurs de fines FQA sont les mêmes que les coefficients de la longueur de fibre de la pâte entière, mais avec un signe contraire. Un effet qui favorise la présence de fibres longues, agit de façon inverse sur la formation des fines FQA.

Il n'y a aucune influence significative des variables étudiées sur la variation des valeurs de la surface spécifique BET des fibres de la fraction R28 des pâtes étudiées. Les valeurs

de la surface spécifique BET des mêmes fibres après le 2^e stade sont cependant plus élevées que celles de la pâte du 1^{er} stade. Cette différence montre l'effet du raffinage sur l'augmentation de la surface spécifique des fibres de la fraction évaluée. Cependant, les valeurs de la surface spécifique BET sont plus élevées à la vitesse de 5,7 m/s.

Les variations de la masse linéique de la fraction R28 sont influencées significativement par les variations de la vitesse et de la consistance. La variable vitesse différentielle a une influence inversement proportionnelle sur les valeurs de la masse linéique. L'influence de la consistance est combinée à la vitesse différentielle. Cet effet sur la masse linéique est semblable à celui de la vitesse différentielle. La masse linéique diminue par l'augmentation de l'intensité de raffinage. Les forces de cisaillement et de friction, représentées par le coefficient de friction, sont des forces importantes pour la diminution de la masse linéique des fibres de la fraction R28 des pâtes étudiées.

Dans le cas des valeurs de rétention de l'eau de la pâte entière (VRE-PE) et de la fraction R14 (VRE-R14), il y a une influence significative de deux variables étudiées; la consistance de la pâte est inversement proportionnelle et la vitesse différentielle est proportionnelle aux valeurs de rétention de l'eau. Les variations de VRE-PE s'expliquent également par les variations de l'intensité par impact et le coefficient de friction dans la zone de raffinage.

L'analyse statistique de l'indice de courbure de la pâte entière (Ic-PE) indique que ses valeurs sont significativement affectées de façon proportionnelle par la consistance et inversement proportionnelle par la vitesse différentielle. Il y a une association importante, 73 % d'ajustement, entre les valeurs de la consistance, de la vitesse différentielle et de l'indice de courbure des fibres des pâtes étudiées. Les valeurs de l'indice de courbure sont cependant faibles: entre 0,03 à 0,05 [180]. Les fibres n'atteignent pas les valeurs d'indice de courbure des pâtes TMP ou RMP.

Les images de la microscopie SEM montrent l'état de la surface des fibres, fraction R28, des pâtes du 1^{er} et du 2^e stade raffinage PFI. Les images de la microscopie Ultimage

permettent également de montrer les effets sur les fibres, fractions R14, R28 et R48, des pâtes du 1^{er} et du 2^e stade de raffinage. Les effets observés sont principalement le détachement de la paroi, la fibrillation des fibres et la formation de zones tortueuses sur la surface externe des fibres (fraction R28) des pâtes après le 2^e stade raffinage.

Des associations importantes ont été démontrées entre les caractéristiques des fibres et les propriétés des feuilles fabriquées à partir des pâtes SCMP de pin gris. Ces associations sont plus importantes pour les propriétés physiques que pour les propriétés optiques. Les variables de notre étude qui ont une influence remarquable sur les propriétés sont la consistance de la pâte et la vitesse différentielle au cours du 2^e stade de raffinage. L'augmentation de la vitesse différentielle et la diminution de la consistance de la pâte entraînent de façon significative la réduction du volume spécifique et l'élévation du coefficient de diffusion de lumière de la pâte. Les valeurs de l'indice de déchirure sont affectées par les effets et interactions des mêmes variables qui affectent la longueur moyenne des fibres des pâtes étudiées, telles que la consistance de la pâte, la vitesse du rotor interne et la combinaison de la consistance avec l'écart entre les rotors.

La résistance à la tension a été considérée comme la plus remarquable des propriétés des pâtes étudiées. L'augmentation de la vitesse différentielle entre les rotors entraîne de façon significative l'élévation de la résistance à la tension des feuilles des pâtes étudiées. L'augmentation de la vitesse différentielle entraîne l'augmentation de la force de cisaillement pendant le raffinage. La force de cisaillement provoque un effet important de fibrillation qui favorise la résistance à la tension, malgré la paroi épaisse des fibres des pâtes étudiées.

Des travaux plus approfondis sur les fibres d'autres essences avec des caractéristiques de fibres semblables à celles du pin gris seraient d'un intérêt certain pour confirmer l'influence des variables consistance et vitesse différentielle dans la pile raffineuse PFI. Il est recommandé d'augmenter la pression appliquée au cours du raffinage des pâtes mécaniques dans la pile PFI ce qui permettra d'étudier l'influence de l'écart entre les rotors.

Bibliographie

1. Mackey, A., Ehrlich, A., Murphy, D., McLaren, H., "Pulp & Paper 2000 North American Factbook: Canada", PPI-Miller Freeman Pub., San Francisco, USA, pp. 85-126 (2000).
2. Association canadienne des pâtes et papiers, "Capacité canadienne de production de pâtes et papiers : 1998-2001", Montréal, p. 10 (2001).
3. Association canadienne des pâtes et papiers, "Tables de statistiques", Montréal, Canada, pp. 19-41 (1999).
4. Barbe, M., Jancknecht, S., Rémillard, B., Lapointe, M., "Properties of Mechanical and Chemimechanical Jack Pine (*Pinus banksiana*), Part III: Interstage", Proc. Pulping Conf., TAPPI, Seattle, pp.117-129 (1989).
5. Lemay, Y., Garceau, J.J., "Les pâtes à très haut rendement avec traitement chimique: Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques", ACPPI, Montréal, pp. 140-154 (1989).
6. Cossette, C., "La préparation du bois et les pâtes mécaniques: Historique", CÉGEP-TR, Trois-Rivières, pp. 1-12 (1991).
7. Nordamn, L., "Utilisation of Mechanical Pulps", Pulp and Paper Manufacture. 3rd Ed., Montreal, CPPA-TAPPI, pp. 272-282 (1987).
8. Lachenal, D., de Choudens, C., "Évolution des procédés dans l'industrie des pâtes", ATIP 34 (6): 263-276 (1980).
9. Mackie, D., Taylor, J., "Review of the Production and Properties of Alphabet Pulps", Pulp and Paper Canada 89 (2): T64-T72 (1988).
10. Valade, J.L., Law, K.N., "Evolution of Very High Yield Pulping in Canada and Its Impact", Forest Products Industries (Taiwan) 10 (4): 127-141 (1991).
11. Ayroud, A., "High Yield and Very High Yield Pulping", Pulp and Paper Manufacture. 3rd. Ed., ACPPI-TAPPI, Montreal, Canada, pp. 159-190 (1985).
12. Williams, S., "TMP/CTMP Processes Pulp Qualities, End Uses and Economics", NLK Inc., Vancouver, B.C, Sec. I, pp. 2-19, 21-38, 35-41 (1984).
13. Kauppi, K., "High Yield Pulping. Industry's Future", Paper Trade J. 168 (2): 46-49 (1984).

14. Leask, R., Kocureck, M., "Mechanical Pulping: Introduction", Pulp and Paper Manufacture. 3rd Ed., TAPPI-CPPA, Atlanta, pp. 1-16 (1987).
15. Cooper, W., Kurdin, J., "Acronyms for Mechanical Pulp: Understanding the Alphabet Soup", TAPPI J. 70 (2): 231-232 (1987).
16. Garceau, J.J., "Importance, évolution et caractéristiques des pâtes mécaniques", Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques, ACPP, Montréal, pp. 5-18 (1989).
17. Smook, G., Kocurek, M., "Fabrication de la pâte mécanique", Manuel du technicien et de la technicienne en pâtes et papiers, TAPPI-ACPP, Trois-Rivières, Qc., pp. 49-68 (1998).
18. Garceau, J.J., "Les pâtes mécaniques de meule", Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques, ACPP, Montréal, pp. 40-85 (1989).
19. Perry, J., "L'époque nouvelle de la pâte mécanique", Norton Co., Worcester, USA, 11 pages (1990).
20. Karna, A., "Studies of Pressurized Grinding", Ph. D. Thesis, Univ. Technology Espoo, Finland: (1984).
21. Crebbin, R., "Recent Developments in Groundwood Processes and an Introduction to Modern Methods of Grinder Control", Pacific Paper-Expo Tech. Conf., Vancouver, pp. 1.16.0 - 1.16.8 (1990).
22. Cossette, C. "La préparation du bois et les pâtes mécaniques: Pâtes mécaniques de raffineur", CÉGEP-TR, Trois-Rivières, pp. 149-182 (1991).
23. Leask, R., Kocureck, M., "Mechanical Pulping: Refiner Pulping", Vol. 2, Ch. 8, Pulp and Paper Manufacture, 3rd Ed., TAPPI-CPPA, Atlanta, pp. 85-112 (1987).
24. Sundin, J., Sundström, L., Harter, N. "Determination of Collapse and Coarseness of Fibres in Paper Sheets from Cross-Sectional Dimensions Using Confocal Microscopy and Image Analysis", Nordic Pulp and Paper Research J. (1): 56-57 (1996).
25. Woodbridge, P., Breck, D., "High-Quality, High-Yield Pulps Offer New Market Opportunities to Canadian Producers", Pulp and Paper Canada 85 (3): 18-22 (1984).
26. Atack, D., "Some Highlights of the Second 75 Years", Pulp and Paper Canada 90 (10): T366-T369 (1989).
27. Knuutila, U., Barnet, A., "New Potential from OPCO Pulping Process", XXI Int. Conf. EUCEPA, Torremolinos, Spain, pp.161-170 (1984).

28. Sabourin, M., Cort, J., Garvie, M., "Malette Québec Inc., Starts up APMP Mill for Production of MFC and Groundwood Specialty Paper Grades", Andritz Sprout Bauer Inc., Muncy, USA, 7 pages (1996).
29. Bohn, W., Sferrazza, M., "Alkaline Peroxide Mechanical Pulping: A Revolution in High Yield Pulping", Proc. Int. Mechanical Pulping Conf., EUCEPA, Helsinki. pp. 184-200 (1989).
30. Atack, D., Heitner, C., "Recent Advances in Chemimechanical Pulping", Proc. Int. Symp. Wood Pulping Chemistry, Tsukuba, Japan, pp. 22-27 (1983).
31. Martin-Löf, S., "The Future Role of CTMP", Sunds Defibrator, Nice, France, 17 pages (1984).
32. Dines, R., Tyminski, A., "The Vapour Phase SCMP Process", J. Pulp Paper Science 10 (1): J17-J21 (1984).
33. Pulp and Paper Products Council, "Canadian Pulp and Paper Capacity 1999-2002", PPPC, Montreal, 12 pages (2000).
34. Pulp and Paper Products Council, "Canadian Pulp and Paper Industry Key Statistics 2000", PPPC, Montreal, (2001).
35. Ressources naturelles Canada, "L'état des forêts au Canada 2000-2001", Ressources Naturelles Canada, Ottawa, p. 34 (2001).
36. Association canadienne de pâtes et papiers. "Tables de statistiques", ACP, Montréal, pp.19, 40 (1998).
37. Pulp and Paper Products Council, "Wood Pulp Data 2000", Market Pulp Producers Association, PPPC, Montreal, p. 7 (2000).
38. Mackey, A., Ehrlich, A., Murphy, D., Kincaid, J., McLaren, H., "Pulp & Paper 1999-2000 North American Factbook: Newsprint", PPI-Miller Freeman Pub., San Francisco, USA, p.185 (2000).
39. Association canadienne de pâtes et papiers, "Usines de pâtes et papiers au Canada", carte de localisation des usines, ACP, Montréal, 1 page (2002).
40. Abitibi-Consolidated, "Abitibi Consolidated", Uniform Resource Location, <http://www.abicon.com/acwebsite.nsf/site/indexfr.html> (2002).
41. Smook, G., Kocurek, M., "Préparation de la suspension servant à fabriquer le papier", Manuel du technicien et de la technicienne en pâtes et papiers, TAPPI-ACPP, Trois-Rivières, Qc, pp. 205-220 (1998).

42. Pearson, A., "A Unified Theory of Refining" Pulp and Paper Technology Series N°6, ACPP-TAPPI, Montreal, pp. 6-19, 65-67 (1990).
43. Cancilla, V., Frair, W., Jones, D., Jorn, G., Reid, L., Saltarelli, M., Stevens, W., Yocum, T., "Refining in the Pulp, Paper and Board Industry", Dalton, USA, Beloit Corp., 35 ppages (1975).
44. Atack, D., "Advances in Beating and Refining", 6th Fund. Res. Symp. Fiber Water Interac. in Papermaking, 1977, Oxford, England, pp. 261-297 (1977).
45. Noé, P., "Le raffinage des pâtes chimiques: revue bibliographique", ATIP 38 (1): 19-26 (1984).
46. Dorland, D., Holder, R., Leask, R., McKinney, J., "Mechanical Pulp from Chips", TAPPI 45 (4) : 257-265 (1962).
47. Meltzer, F., Sepke, P., "New Ways to Forecast the Technological Results of Refining", 3rd Int. Refining Conf.", IPST-PIRA, Paper 2, Atlanta: 26 pages (1995).
48. Da Silva, F., Su Sun, G., Celi, R., Bugajer, S., " Celulose e Papel. Preparação da massa", 2e éd., SENAI-IPT, Sao Paulo, Brasil, pp. 583-615 (1988).
49. Hietanen, S., Ebeling, K., "Fundamental Aspects of the Refining Process", Paperi Ja Puu 72 (2):158-170 (1990).
50. Page, D., "Beating of Chemical Pulps: The Action and the Effects", Fundamentals of Papermaking, 9th Fundamental Res. Symp., Cambridge, England, pp. 1-38 (1989).
51. Garceau, J.J., "Les pâtes mécaniques de raffineur", Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques, ACPP, Montréal, pp. 86-139 (1989).
52. Kurdin, J., "Refining of High Yield Chemical Pulps", Fundamental Concept Refining, IPC-Koppers Co., Muncy, USA, pp.197-205 (1980).
53. Atack, D., "Towards a Theory of Refiner Mechanical Pulping", PAPRICAN, Montréal, Canada, 8 pages (1980).
54. May, W. A., "Theory of Chip Refining: The Origin of Fibre Length", Pulp and Paper Mag. of Canada 74 (1): 70-78 (1973).
55. Miles, K., May, W., "The Flow of Pulp in Chip Refiners", J. Pulp Paper Science 16 (2): J63-J71 (1990).

56. Stationwala, M., Atack, D., Wood, J., Wild, D., Karnis, A., "The Effect of Control Variables on Refining Zone Conditions and Pulp Properties", *Paperi Ja Puu* 73 (1): 62-69 (1991).
57. Nissan, A., "Possible Mechanism for Stapling on Bar of Disc Refiners", *TAPPI* 72 (1): 132-133 (1989).
58. Hietanen, S., "Effects of Control Variables and Length of Refining Zone on the Refining Result with a New Pilot Refiner", *Paperi Ja Puu* 73 (1): 52-61 (1991).
59. Kerekes, R., Clara, M., Dharni, S., Martinez, M., "Application of the C-Factor to Characterize Pulp Refiners", *J. Pulp Paper Science* 19 (3): J125-J130 (1993).
60. Joris, G., Roux, J., "The Refiner: The Birth of a New Generation", *Paper Technology* 33 (8): 11-19 (1992).
61. Miles, K., Karnis, A. "Wood Characteristics and Energy Consumption in Refiner" Pulp. *J. Pulp Paper Science* 21 (11): J383-J389 (1995).
62. Koljonen, T., Heikkurinem, A., "Delamination of Stiff Fibres", *Int. Mechanical Pulping Conf., TAPPI-EUCEPA, Ottawa*, pp. 79-84 (1995).
63. Kibblewhite, R., "Effects of Pulp Drying and Refining on Softwood Fiber Wall Structural Organizations", *Fundamentals of Papermaking, 9th Fund. Res. Symp., Cambridge*, 121-152 (1989).
64. Baker, C., "Good Practice for Refining the Types of Fiber Found in Modern Paper Furnishes", *TAPPI J.* 78 (2): 147-153 (1995).
65. Baker, C., "Refining Technologies", *PIRA, Leatherhead, UK*, pp.10-13 (1991).
66. Kerekes, R., "Characterization of Pulp Refiners by a C-Factor", *Nordic Pulp and Paper Research J.* 5 (1): 3-8 (1990).
67. Welch, L., Kerekes, R., "Characterization of the PFI-Mill by the C-Factor", *APPITA* 47 (5): 387-390 (1994).
68. Atack, D., Stationwala, M., Karnis, A., "What Happens in Refining", *Pulp and Paper Canada* 85 (12): T303-T308 (1984).
69. Karnis, A., "Mechanism of Fiber Development in Mechanical Pulping", *Proc.18th Int. Mechanical Pulping Conf., EUCEPA, Oslo, Norway*, pp.268-293 (1993).
70. Corson, S., "Aspects of Mechanical Pulp Fibre Separation and Development in a Disc Refiner", *Int. Mechanical Pulping Conf., EUCEPA, Helsinki*. pp. 303-319 (1989).

71. Lai, Y., Iwamida, T., "Effects of Chemical Treatments on Ultra-High-Yield Pulping -1- Fiber Separation", *Wood Science Technology* 27 (3): 195-203 (1993).
72. Sunds Defibrator, "Thermo and Chemi-Mechanical Pulping with Sunds Double Disc Refiners", Sunds AB, Sundsvall, Sweden, 6 pages (1979).
73. Miles, K., May, W., Karnis, A., "Refining, Intensity, Energy Consumption and Pulp Quality in Two Stage Chip Refining", *TAPPI* 74 (3): 221-230 (1991).
74. Jackson, M., Ryberg, G., Danielsson, O., "Chemical Pretreatment of Chips", *Pulp and Paper* 55 (10): 114-118 (1981).
75. Sinkey, J., "Analyzing the Effects of Sulphonation in Softwood Chemi-Mechanical Pulping", *Paper Trade J.* 167 (8): 23-30 (1983).
76. Miles, K., Karnis, A., "The Refining Characteristics of Chemimechanical Pulps", *TAPPI* 76 (9): 181-188 (1993).
77. Iwamida, T., Sumi, Y., Nakano, J., "Mechanisms of Softening and Refining in High Yield Sulfite Pulping Process", *Cellulose Chemistry and Techn.* 14 (3-4): 253-268 (1980).
78. Cossette, C., "La préparation du bois et les pâtes mécaniques: Traitements secondaires de la pâte", 1ière. éd., CÉGEP-TR, Trois-Rivières, Qc, pp. 187-216 (1991).
79. Turgeon, A., "Tamisage, épuration et raffinage des rejets: optimisation de la longueur des fibres et des liens interfibres", M.Sc. Pâtes et papiers, Université du Québec à Trois-Rivières, Canada, 49 pages (1996).
80. Chen, R., Garceau, J.J., "Épuration de la pâte chimique", *Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques*, ACPP, Montréal, pp. 175-196 (1989).
81. Leask, R., Kocureck, M., "Mechanical Pulping: Rejets Refining", ch. 17, *Pulp and Paper Manufacture*, 3rd Ed., TAPPI-CPPA, Atlanta, pp. 210-215 (1987).
82. Miles, K., Karnis, A., "The Response of Mechanical and Chemical Pulp to Refining", *TAPPI* 74 (1): 157-164 (1991).
83. Tam Doo, P., Kerekes, R., "The Effect of Beating and Low-Amplitude Flexing on Pulp Fibre Flexibility", *J. Pulp Paper Science* 15 (1): J36-J42 (1989).
84. Stationwala, M., Atack, D., Karnis, A., "Distribution and Motion of Pulp Fibres on Refiner Bar Surface", *J. Pulp Paper Science* 18 (4): J131-J137 (1992).
85. Karnis, A., Atack, D., Stationwala, M., "What Happens in Refining - Part II", *Pulp and Paper Canada* 87 (11): T416-T423 (1986).

86. Hietanen, S., Ebeling, K., "A New Hypothesis for the Mechanics of Refining", *Paperi Ja Puu* 72 (2): 172-179 (1990).
87. Martinez, M., Kerekes, R., "Forces on Fibers in Low-Consistency Refining", *TAPPI* 77 (12): 119-123 (1994).
88. Fletcher, R., Horng, A., Sasaki, K., "Enhancing Deinking Pulp Quality: Through Low Consistency Refining", *Pulp and Paper Canada* 99 (2): 26-28 (1998).
89. Clark, J., "Pulp Technology and Treatment for Paper: Laboratory Testing", Miller Freeman Pub., San Francisco, USA, pp. 317-361 (1978).
90. Smook, G., Kocurek, M., " Manuel du technicien et de la technicienne en pâtes et papiers: Finissage, transformation et impression des papiers", TAPPI-ACPP, Trois-Rivières, Canada, p. 371 (1998).
91. Young, J., "Pulp and Paper. Chemistry and Chemical Technology: Fiber Preparation and Approach Flow. Laboratory Beating", Vol. 2, Chap.6, 3rd Ed., J. Wiley Interscience, New York, pp. 821-877 (1980).
92. Lawford, W., "Chemical Pulp Evaluation Using a 30 cm Laboratory Disk Refiner", Proc. 76ième Congrès annuel, ACPP, Montréal, B89-B93 (1990).
93. Association canadienne des pâtes et papiers, "Raffinage de la pâte en laboratoire: méthode de la pile PFI", norme C7, Section technique ACPP, 5 pages (1996).
94. Murphy, D., "Mechanical Factors in Beating", *APPITA* 16 (1): 16-30 (1962).
95. McKenzie, A., Prosser, N., "The Beating Action of PFI Mill", *APPITA* 34 (4): 293-297 (1981).
96. Cowan, W., "High-Shear Laboratory Beating and Fiber-Quality Testing Offer New Insights into Pulp Evaluation", *TAPPI J.* 78 (3): 133-137 (1995).
97. Watson, A., Phillips, F., "Beating Characteristics of the PFI-mill. III: Observations Relating to the Beating Mechanism", *APPITA* 18 (3): 84-103 (1964).
98. Williams, M., McKenzie, A., "High-Yield Pulping: A Comparison of Laboratory and Pilot Scale Secondary Refiners", *APPITA* 46 (3): 207-213 (1993).
99. Shaw, A., "Simulation of Secondary Refining", Proc. Canadian Wood Chem. Symp., Chem. Inst. of Canada-CPPA, Niagara Falls, Canada, pp.115-117 (1982).
100. Farrar, J., "Les arbres du Canada: pin gris", Service canadien des forêts-Groupe Communication, St-Laurent, Canada pp. 58-59 (1996).

101. Mullins, E., McKnight, T., "Les bois du Canada: leurs propriétés et leur usages", Service canadien des forêts, Montréal, pp. 41-42 (1981).
102. Edlin, H., Nimmo, M., "The Illustrated Encyclopedia of Trees: Timbers and Forests of the World. Pioneer Pines", Harmony Books, New York, pp. 118-119 (1978).
103. Manning, G., Grinnell, H., "Les réserves de bois. Les forêts du Canada: la ressource et son utilisation d'ici l'an 2000", Ministère de l'environnement du Canada, Ottawa, pp. 35-76 (1974).
104. Harlow, W., Harrar, E., "Textbook of Dendrology: Pinus banksiana Lamb.", 4th Ed., McGraw Hill, New York, pp. 83-87 (1958).
105. Ressources naturelles Canada, "Canada: Zones de rusticité des plantes", Ottawa, (2000).
106. Cayford, J., Bickerstaff, A., "Forêts artificielles du Canada: Pin gris", Ministère de l'environnement du Canada, Ottawa, pp. 44-47 (1972).
107. Barton, G., Brownell, H., "Les bois du Canada: Leurs propriétés et leurs usages. Chimie du bois", Service canadien des forêts, Québec, Canada, pp.139-175 (1981).
108. Isenberg, I., "Pulpwoods of the United States and America", Inst. of Paper Chemistry, Wisconsin, pp. 1-147 (1980).
109. Jossart, D., "Production de pâtes de pin gris à partir des procédés thermomécanique et chimico-thermomécanique, M.Sc. Pâtes et papiers, U. de Québec à Trois-Rivières, Canada, 99 pages (1987).
110. Stationwala, M., Mathieu, J., Karnis, A., "On the Interaction of Wood and Mechanical Pulping Equipment . Part I: Fibre Development and Generation of Fines, Proc. Int. Mechanical Pulping Conf., CPPA-TAPPI-EUCEPA, Ottawa. 157-163 (1995).
111. Jossart, D., Barbe, M., Lapointe, M., Law, K.N., "Properties of Mechanical and Chemimechanical Jack Pine Pulps. Part I: Thermomechanical Pulps", Pulp and Paper Canada 89 (4): T115-T122 (1988).
112. Thomas, B., Britt, K., " Handbook of Pulp and Paper Technology: Pulp Properties", 2nd Ed., Van Nostrand Reinhold Co., New York, pp. 225- 226 (1970).
113. Barbe, M., Rémillard, B., Lapointe, M., "Mise en pâte mécanique et chimico-mécanique de pin gris", Pulp and Paper Canada 90 (12): 191-205 (1989).

114. Barbe, M., MacDonald, J., "Properties of Jack Pine Chemimechanical Pulps", 72ième Congrès annuel ACPP, 1986, Montréal. Canada: ACPP, pp. B261-B272 (1986).
115. Polcin, J., Wayman, M., Anderson, C., Rapson, W., "Sapwood and Heartwood Groundwood of Western Hemlock and Jack Pine. Part I: Influence of Extractives on Optical Properties", Pulp and Paper Mag. Canada 70 (11): 91-98 (1969).
116. Feng, J., Tay, C., "Comparison of Jack Pine UHY Pulps from Bisulphite and Neutral Sulphite/SAQ Cooks", Proc. Pulping Conference, TAPPI, Ontario, 771-780 (1990).
117. Ingruber, O., "Pulp and Paper Manufacture: The Sulfite Cook", 3rd Ed, TAPPI-CPPA, Atlanta, p. 40 (1985).
118. Lanouette, R., Valade, J.L., Thibault, J., Noël, Y., Iverson, S., "Mise en pâte biomécanique de pin gris (*Pinus banksiana* Lamb.): l'utilisation de moisissures est promis à un avenir intéressant", Les Papiers du Québec 7 (4): 34-44 (1996).
119. Tay, C., Imada, S., "Chemimechanical Pulp from Jack Pine by Sulphite/Quinone", Proc. Int. Symp. Wood Pulping Chem., Vancouver, Canada, pp. 137-143 (1985).
120. Rémillard, B., Barbe, M., Jossart, D., Lapointe, M., Law, K.N., "Properties of Mechanical and Chemimechanical Jack Pine Pulps. Part II: Chemithermomechanical Pulps", Proc. Pulping Conf., TAPPI, Washington., 311-318 (1987).
121. Radoslavova, D., Roux, J., Silvy, J. "The Beating of the Pulp Considered as a Hydrodynamic Process", Paper 6, 3rd Int. Refining Conf., IPST/PIRA, Atlanta, 32 pages (1995).
122. Bird, B., Stewart, W., Lightfoot, E., "Transport Phenomena", J. Wiley Intersc., New York, pp. 3-33 (1960).
123. Robertsen, L., "Significance of Chip Thickness in CRMP and RMP: Laboratory Study with Pine (*Pinus*) Chips", Paperi Ja Puu (5): 565-574 (1989).
124. Lanouette, R., "Raffinage de copeaux provenant de cuissons au bisulfite (procédé à très haut rendement): optimisation et modélisation", M.Sc. Pâtes et papiers, Université du Québec à Trois-Rivières, Canada (1993).
125. Schmidt, S., Launsby, R., "Understanding Industrial Designed Experiments", 4th Ed., Air Academy Press, Colorado Springs, U.S.A., pp. 3.1-3.41, 4.1-4.60 (1994).
126. Law, K.N., Garceau, J.J., "Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques: Caractérisation des pâtes mécaniques", ACPP, Montréal, pp. 237-266 (1989).

127. Montgomery, D., "Design and Analysis of Experiments", 3rd Ed., Wiley & Sons, New York, pp. 156-169 (1991).
128. PULMAC , (shives), message E-mail, PULMAC@aol.com (1999).
129. Technical Association Pulp and Paper Industry, "Laboratory Screening of Pulp (MasterScreen - Type Instrument)", TAPPI 274 sp-97 (1997).
130. Forgacs, O., "The Characterization of Mechanical Pulps", Pulp and Paper Mag. Canada 64: T89-T118 (1963).
131. Lebel, R., Nobleza, G., Paquet, R., "Water Retention Value Indicates Machine Runnability of Pulp", Pulp and Paper Canada 80 (5): T135-T140 (1979).
132. Jayme, G., "Determination and Significance of Water Retention Value", TAPPI 41 (11): 180A-183A (1958).
133. Medical Science Associates, "About Flow Cytometry", Uniform Resource Locator <http://www.bio.umass.edu/immunology/facs542/facsprin.htm> (1999).
134. Trepanier, R., "Fiber Quality - A New Approach", Proc. 81ième Congrès annuel, ACPP, Montréal, B55-B57 (1995).
135. Stone, J., Nickerson, L., "A Dynamic Nitrogen Adsorption Method for Surface Area Measurements of Paper", Pulp and Paper Mag. Canada 64 (3): T155-T161 (1963).
136. Bélanger, M., (surface spécifique BET), message E-mail, belangmo@uqtr.quebec.ca (1999).
137. Law, K.N., Valade, J.L., "Characterisation of Refining Effect on Fiber Property by Image Analysis", Proc. 82è Congrès annuel, ACPP, Montréal, B127-B142 (1996).
138. Katz, S., Beatson, R., Scallan, A., "The Determination of Strong and Weak Acidic Groups in Sulfite Pulps", Svensk Papperstidning (6): R48-R52 (1984).
139. Browning, B., "Methods of Wood Chemistry: Cellulose Isolation and Determination", Method. V.II, Chap. 19, Intersc. Pub., New York, pp. 388-389, 393-395 (1967).
140. Lapointe, R., "Précis de chimie de la cellulose: Dégradation mécanique", CÉGEP de Trois-Rivières, Canada, p. 48 (1989).
141. Bandom, C., Casey, J., "Pulp and Paper, Chemistry and Chemical Technology: Optical Properties of Paper", V.3, 3rd Ed., J. Wiley Interscience, New York, pp. 1858-59 (1981).

142. Lebel, R., Garceau, J.J., "Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques: Les pâtes mécaniques et leur utilisation", 1^{ière} éd., ACPP, Montréal, pp. 280-289 (1989).
143. Clark, J. d'A., "Pulp Technology and Treatment for Paper: Fiber Coarseness", Chap. 18, 1st. Ed., Miller Freeman Pub., San Francisco, pp. 438-448 (1978).
144. Maloney, T., Laine, J., Paulapuro, H., "Comment on the Measurement of Cell Wall Water", TAPPI J. 82 (9): 125-127 (1999).
145. Yaraskavitch, I., Allen, L., Heitner, C., "Effects of Degree Sulphonation on the Retention and Drainage of TMP, CTMP and CMP", J. Pulp Paper Science 16 (3): J87-J93 (1990).
146. Clark, J. d'A., "Pulp Technology and Treatment for Paper: Drainage of Water from Pulp", 1st. Ed., Chap.22, Miller Freeman Pub., San Francisco p. 529 (1978).
147. Gurnagul, N., Gray, D., "An Inverse Chromatographic Study of Newsprint Surface Area", J. Pulp Paper Science 11 (4): J98-J101 (1985).
148. Clark, J. d'A., "Pulp Technology and Treatment for Paper: Surface measurements", 2nd Ed., Chap.23, Miller Freeman Pub., San Francisco: p. 627 (1985).
149. Kamden, D., Riedl, B., "IGC Characterization of PMMA Grafted onto CTMP Fiber", J. Wood Chemistry and Tech. 11 (1): 57-91 (1991).
150. Tay, C., Manchester, D., "Jack Pine as Pulpwood for Newsprint Manufacture. Part I: The Significance of Fibre Morphology and Extractives", Canadian Wood Chem. Symp., Chemical Inst. Can.-CPPA, Niagara Falls, Canada, 109-114 (1982).
151. Chêne, M., "Chimie appliquée à l'analyse des matériaux et produits celluloses: Hémicelluloses", chap. 2, J.B. Baillièrè, Paris, p. 48 (1963).
152. Browning, B., "Methods of Wood Chemistry Carboxyl Groups", Vol. II, Chap. 22, Intersc. Pub., New York, p. 449 (1967).
153. Maltby, P., Rahman, L., Tay, C., "Brightness and Colour of Ultra-High Yield Pulp from Jack Pine by Sulphite/SAQ Pulping", Proc. Pulping Conf., TAPPI, Washington D.C., 319-324 (1987).
154. Technical Association Pulp and Paper Industry, "One Percent Sodium Hydroxyde Solubility of Wood and Pulp", TAPPI T 212 om-98 (1998).
155. Chêne, M., "Chimie appliquée à l'analyse des matériaux et produits celluloses: Produits extraits par des solvants", chap. 3, J.B. Baillièrè, Paris, pp. 64-66 (1963).

156. Tay, C., Fairchild, R., Manschester, D., "Sulphite/Quinone Pulping for Production of Chemimechanical Pulp from Jack Pine", *J. Pulp Paper Sci.* 10 (9): J134-J139 (1984).
157. Technical Association Pulp and Paper Industry, "Hypo Number of Pulp", TAPPI T 253 om-92, 6 pages (1992).
158. Lapointe, R., "Précis de chimie de la cellulose: Indice hypo", CÉGEP de Trois-Rivières, Canada, p. 72 (1989).
159. Technical Association Pulp and Paper Industry, "Solvent Extractives of Wood and Pulp", TAPPI T 204 cm-97, 4 pages (1997).
160. Perry, R., Green, D., Maloney, J., "Chemical Engineers' Handbook: Centrifuges", 7th Ed., McGraw Hill, New York, pp. 18.106-18.110 (1997).
161. Watson, A., Phillips, F., Bain, R., Venter, J., "Beating at High Stock Concentrations in the PFI-mill", *APPITA* 20 (2): 47-61 (1966).
162. Fahey, M., "Mechanical Treatment of Chemical Pulps", *TAPPI J.* 53 (11): 2050-2064 (1970).
163. Clark, J. d'A., "Pulp Technology and Treatment for Paper: Optical Characteristics, Dirt and Shives", 2nd Ed, Chap.29, Miller Freeman Pub., San Francisco, pp. 718-734 (1985).
164. Clark, J. d'A., "Pulp Technology and Treatment for Paper: Fiber Length", 2nd Ed., Chap.17, Miller Freeman Pub., San Francisco, p. 501 (1985).
165. Karnis, A., "The Mechanism of Fibre Development in Mechanical Pulping", *J. Pulp Paper Science* 20 (10): J280-J288 (1994).
166. Goyal, H., "Impact Refining", *IPPTA* 2 (4): 23-29 (1990).
167. Tasman, J., "The Fiber Length of Bauer-McNett Screen Fractions", *TAPPI* 55 (1): 136-138 (1972).
168. Unbehend, J., Britt, Casey, J., "Pulp and Paper Chemistry and Chemical Technology: Retention Chemistry", V-3, 3rd. Ed., Chap. 17, J. Wiley Intersc., New York, p. 1594 (1981).
169. Clark, J., "Some Thoughts on Fiber Classification and Length", *TAPPI J.* 68 (8): 119-121 (1985).
170. Xie, L., Su, Q., Li, J., Zong, Y., Long, Y., "Specific Surface and Specific Volume of the Sulfite Reed Pulp Beating at Various Consistencies", *TAPPI J.* 74 (2): 223-225 (1991).

171. Murton, K., "The Effect of Plate Coarseness on Slabwood and Thinnings TMP Fibres", Paper 3A12, Proc. 53rd APPITA Annual Conf., Carlton, Australia, pp. 383-390 (1999).
172. Abson, D., Gilbert, R., "Observations on Water Retention Value", TAPPI J. 63 (9): 146-147 (1980).
173. Stone, J., Scallan, A., "The Effect of Component Removal Upon the Porous Structure of the Cell Wall of Wood. p. II: Swelling in Water and the Fiber Saturation Point", TAPPI 50 (10): 496-501 (1967).
174. Thode, E., de Bergomi, J., Unson, R., "The Application of a Centrifugal Water-Retention Test to Pulp Evaluation", TAPPI 43 (5): 505-512 (1960).
175. Technical Association Pulp and Paper Industry, "Water Retention Value", TAPPI Useful Methods, UM 256, pp. 54-56 (1991).
176. Laivins, G., Scallan, A., "The Influence of Drying and Beating on the Swelling of Fines", J. Pulp Paper Sci. 22 (5): J178-J184 (1996).
177. Scallan, A., "The Effect of Acidic Groups on the Swelling of Pulps: A Review", TAPPI 66 (11): 73-75 (1983).
178. Hartler, N., "Aspects on Curled and Microcompressed Fibers", Nordic Pulp and Paper Res. J. 10 (1): 4-7 (1995).
179. Lunan, W., Sferrazza, M., Franzen, R., May, W., "Curl-Setting During Storage of Thermomechanical Pulp at High Consistency", J. Pulp Paper Sci. 12 (4): J108-J115 (1986).
180. Page, D., Barbe, M., Seth, R., Jordan, B. "The Mechanism of Curl Creation, Removal and Retention in Pulp Fibers", J. Pulp Paper Science 10 (3): J74-J79 (1984).
181. Law, K.N., Yang, K., Valade, J.L., "Fibre Development in Thermomechanical Pulping: Comparison Between Black Spruce and Jack Pine", Proc. 83ième Congrès annuel ACPP, Montréal, B113-B127 (1997).
182. Jordan, B., Nguyen, N., "Curvature, Kink and Curl", Paperi Ja Puu 68 (4): 313-314, 316-318 (1986).
183. Perkins, R., Mark, R., "Handbook of Physical and Mechanical Materials Testing for Paper and Paperboard: Models for Describing the Elastic, Viscoelastic and Inelastic Mechanical Behavior of Paper and Board", V-1, Chap.2, M. Dekker Inc., New York, p. 57 (1983).

184. Clark, J. d'A., "Pulp Technology and Treatment for Paper: Handsheet Testing", 2nd. Ed, Chap. 16, Miller Freeman Pub., San Francisco, pp. 430-441 (1985).
185. Bandom, C., Casey J., "Pulp and Paper, Chemistry and Chemical Technology: Physical Properties of Paper", 3rd Ed., J. Wiley Intersc., New York, pp. 1747-1748 (1981).
186. Bandom, C., Casey J., "Pulp and Paper, Chemistry and Chemical Technology: Strength Properties of Paper". 3rd. Ed., J. Wiley Intersc, New York, pp. 1787-1788, 1799 (1981).
187. Uesaka, T., Mark, R., "Handbook of Physical and Mechanical Materials Testing for Paper and Paperboard: Determination of Fiber-Fiber Bond Properties", V-2, chap.25, M. Dekker Inc., New York, pp. 392-93 (1984).
188. Clark, J. d'A., "Pulp Technology and Treatment for Paper: Formulas for Pulp Properties", 2nd Ed., Chap.32, Miller Freeman Pub., San Francisco, p. 795 (1985).

ANNEXE A

Paramètres de la géométrie de raffinage dans la pile PFI

Annexe A.1: Géométrie dans la zone de raffinage

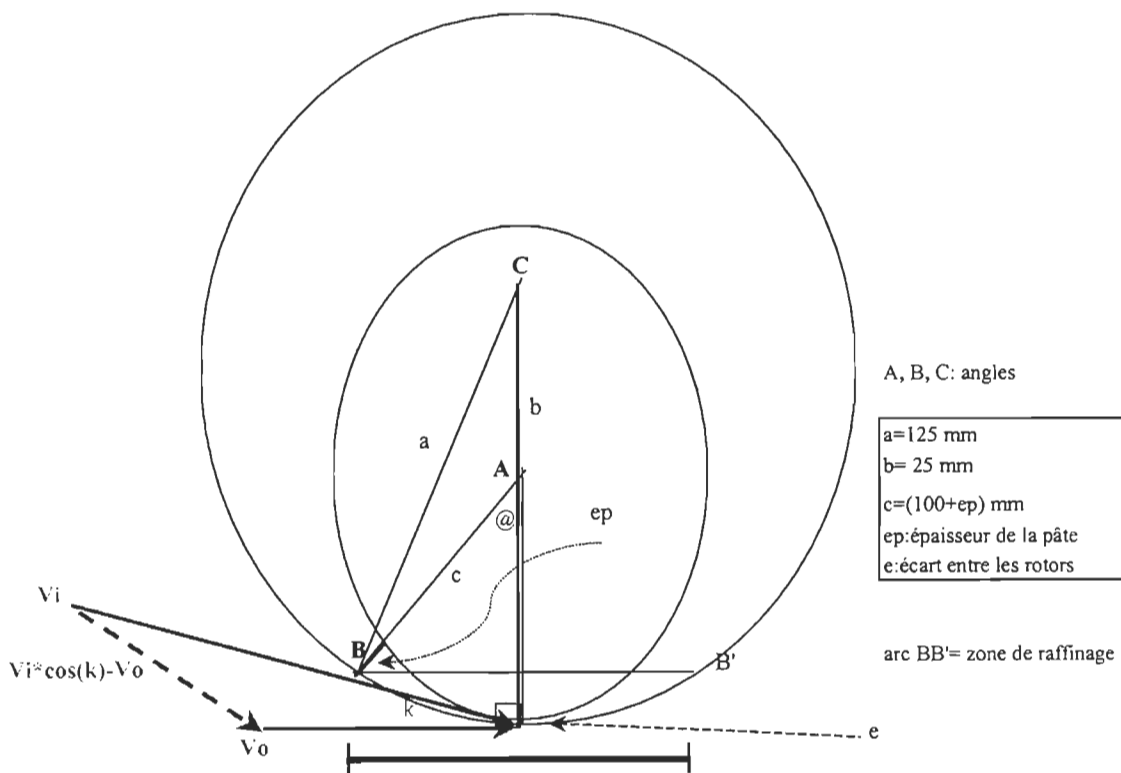


FIGURE A.1 : Schéma de la géométrie dans la zone de raffinage de la pile PFI

Annexe A.2: Valeurs des paramètres de la géométrie de la zone de raffinage de la pile PFI

C	E	Ep	R	R-100	(100+e)	cosA	A	cosC	C	B	@ (°)	cos@	arc*	& =	cos	k	cos(k)
%	mm	Mm	a	b	c		(°)		(°)	(°)			(cm)	½@	(&)	(°)	
10	0	6,11	125	25	106,1	-0,705	134,8	0,798	37,0	8,2	45,2	0,705	16,2	22,6	0,923	4,1	0,997
20	0	3,06	125	25	103,1	-0,850	148,2	0,901	25,7	6,0	31,8	0,850	11,2	15,9	0,962	3,0	0,999
30	0	2,04	125	25	102,0	-0,899	154,1	0,934	20,9	5,0	25,9	0,899	9,1	13,0	0,975	2,5	0,999
10	0,1	6,11	125	25	106,1	-0,705	134,8	0,798	37,0	8,2	45,2	0,705	16,2	22,6	0,923	4,1	0,997
20	0,1	3,06	125	25	103,1	-0,850	148,2	0,901	25,7	6,0	31,8	0,850	11,2	15,9	0,962	3,0	0,999
30	0,1	2,04	125	25	102,0	-0,899	154,1	0,934	20,9	5,0	25,9	0,899	9,1	13,0	0,975	2,5	0,999
10	0,2	6,11	125	25	106,1	-0,705	134,8	0,798	37,0	8,2	45,2	0,705	16,2	22,6	0,923	4,1	0,997
20	0,2	3,06	125	25	103,1	-0,850	148,2	0,901	25,7	6,0	31,8	0,850	11,2	15,9	0,962	3,0	0,999
30	0,2	2,04	125	25	102,0	-0,899	154,1	0,934	20,9	5,0	25,9	0,899	9,1	13,0	0,975	2,5	0,999

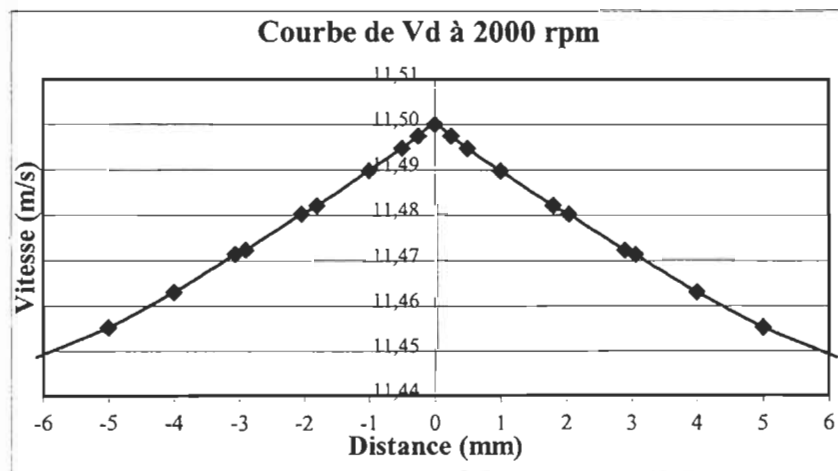
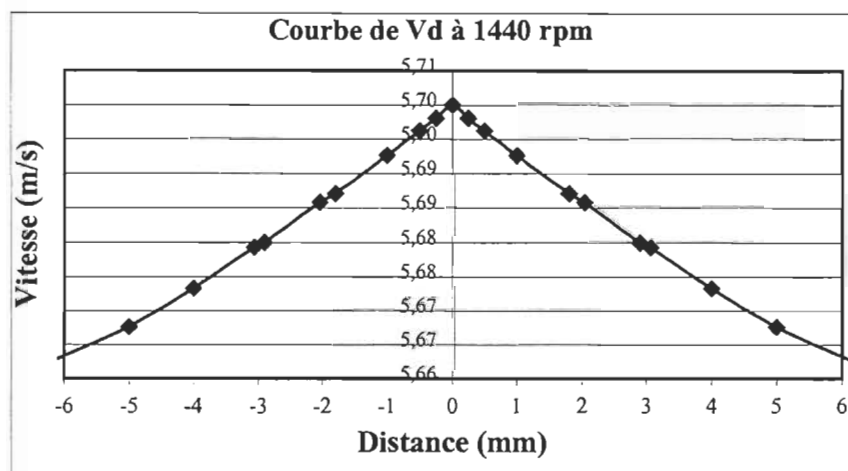
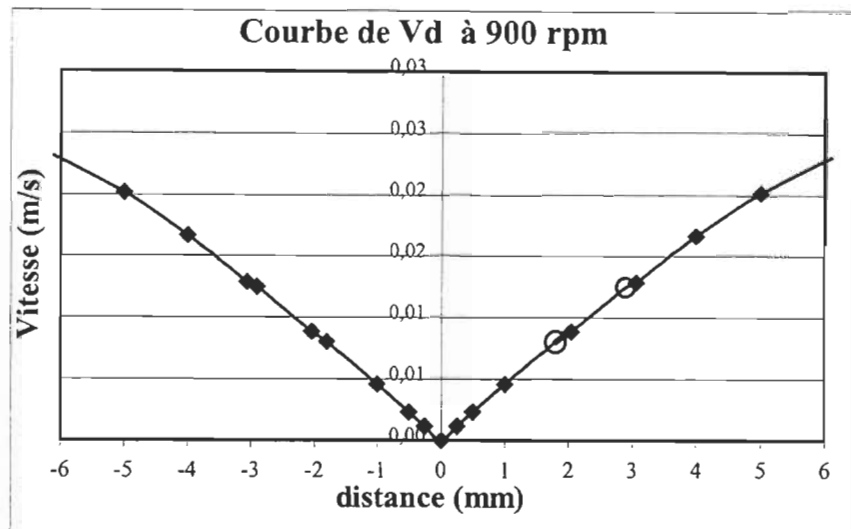
E écart entre rotors; ep épaisseur de la pâte, Kerekes [83]; Re rayon du rotor externe; Ri rayon du rotor interne; * longueur de l'arc de la zone de raffinage; @angle de ½ arc

Annexe A.3: Valeurs estimées de vitesse et force de cisaillement pour chaque pâte étudiée.

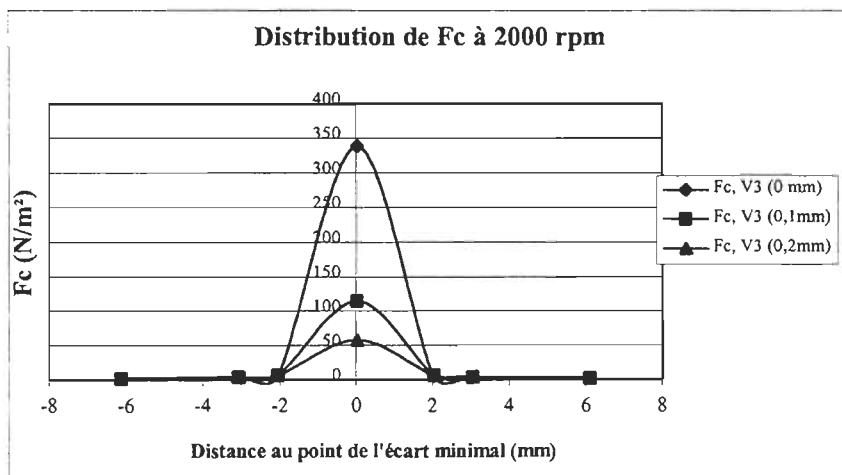
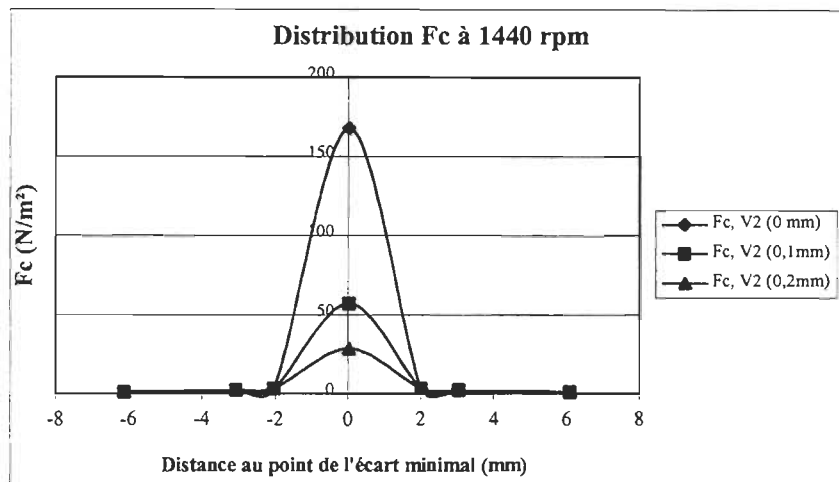
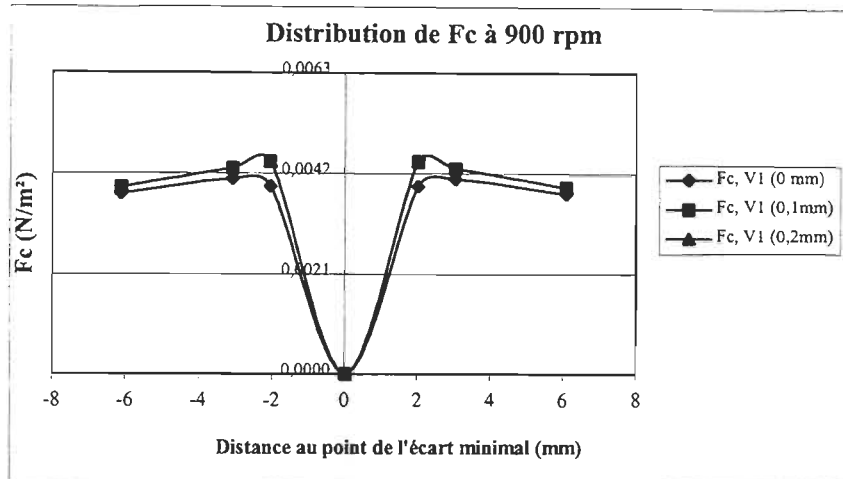
Code	Ri	Re	Vd	Fc/μ (s ⁻¹)	Code	Ri	Re	Vd	Fc/μ (s ⁻¹)	Code	Ri	Re	Vd	Fc/μ (s ⁻¹)
	Vix	Vo				Vix	Vo				Vix	Vo		
v1-100	9,38	9,40	0,024	3,9	V2-100	15,06	9,40	5,66	926	v3-100	20,85	9,40	11,45	1873
v1-200	9,39	9,40	0,013	4,3	V2-200	15,08	9,40	5,68	1858	v3-200	20,87	9,40	11,47	3754
v1-300	9,39	9,40	0,009	4,4	V2-300	15,09	9,40	5,69	2791	v3-300	20,88	9,40	11,48	5635
v1-101	9,38	9,40	0,024	3,9	V2-101	15,06	9,40	5,66	926	v3-101	20,85	9,40	11,45	1873
v1-201	9,39	9,40	0,013	4,3	V2-201	15,08	9,40	5,68	1858	v3-201	20,87	9,40	11,47	3754
v1-301	9,39	9,40	0,009	4,4	V2-301	15,09	9,40	5,69	2791	v3-301	20,88	9,40	11,48	5635
v1-102	9,38	9,40	0,024	3,9	V2-102	15,06	9,40	5,66	926	v3-102	20,85	9,40	11,45	1873
v1-202	9,39	9,40	0,013	4,3	V2-202	15,08	9,40	5,68	1858	v3-202	20,87	9,40	11,47	3754
v1-302	9,39	9,40	0,009	4,4	V2-302	15,09	9,40	5,69	2791	v3-302	20,88	9,40	11,48	5635

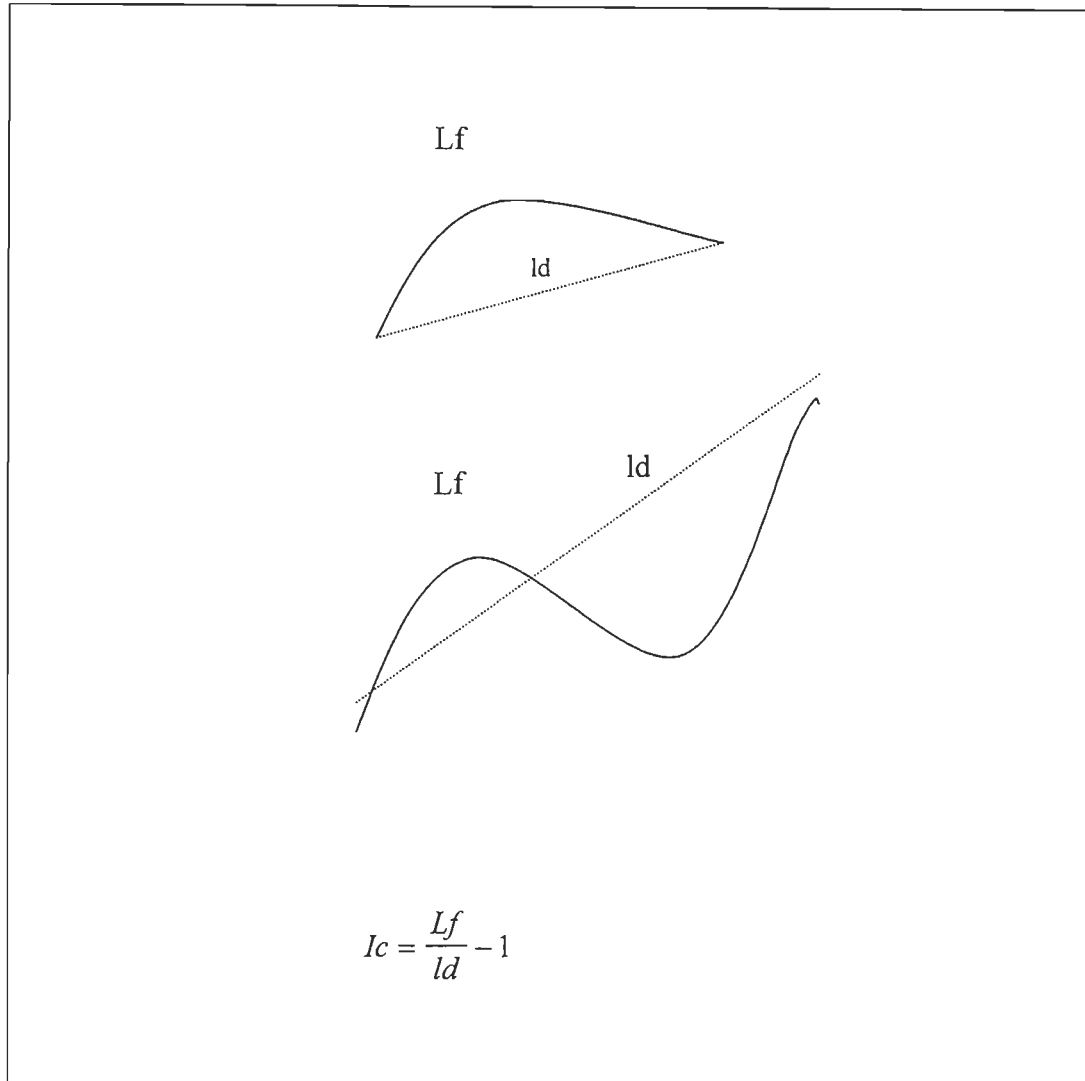
Fc force de cisaillement (N/m²) quand μ = 1 cp; Vo vitesse du rotor externe; Ri, Re rayon interne et rayon externe
Vix composant de la vitesse du rotor interne, dans l'axe X; Vd = Vix - Vo; Fc = μ *(Vd/ep)

Annexe A.4: Distribution de Vd dans la zone de raffinage de la pile PFI



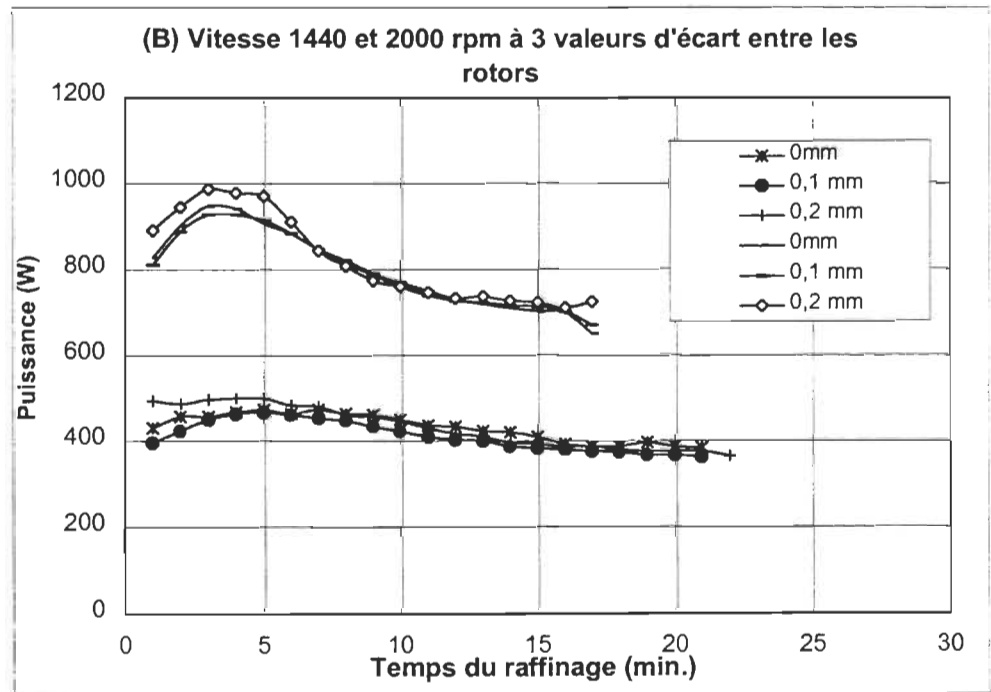
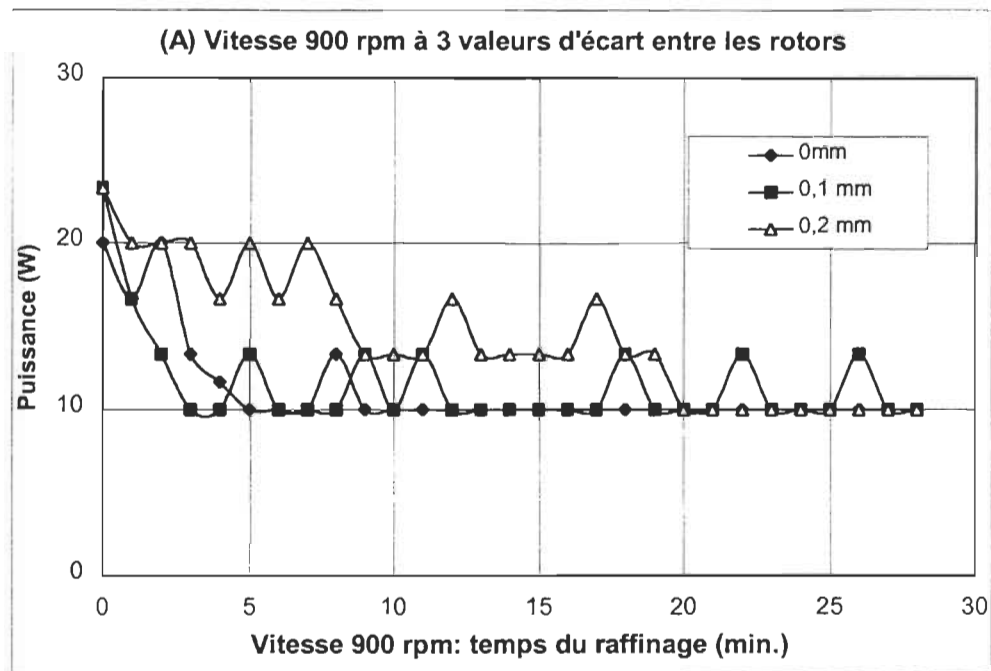
Annexe A.5: Distribution de Fc dans la zone de raffinage de la pile PFI



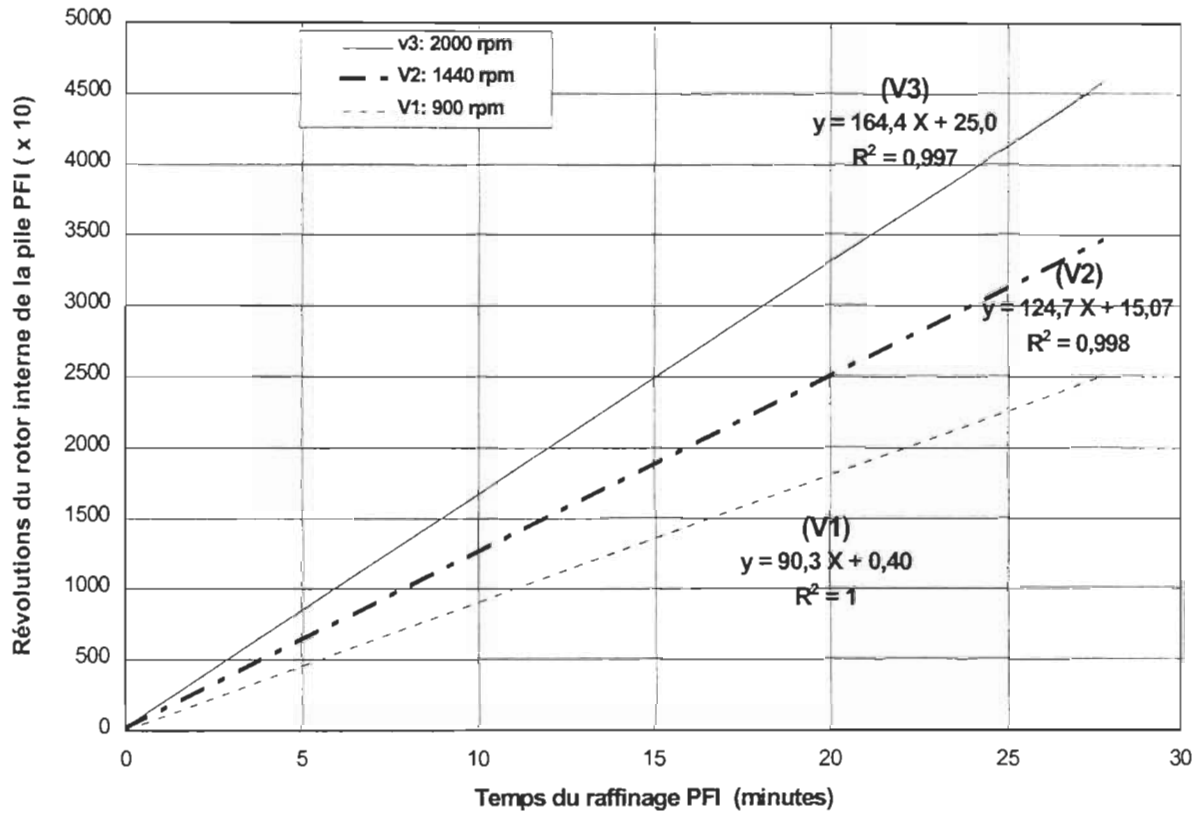
ANNEXE B**Représentation graphique du calcul de l'indice de courbure [134].**

I_c indice de courbure; L_f longueur réelle de la fibre; ld projection de la longueur de fibre ou ligne droite entre les points extrêmes d'une fibre .

Annexe C.2: Courbes des valeurs moyennes de puissance pour les 3 valeurs de vitesse et les 3 valeurs de l'écart entre les rotors



Annexe C.3: Variation du nombre de révolutions en fonction du temps au cours du raffinage PFI



ANNEXE D: Diverses valeurs d'énergie et d'efficacité du moteur lors du raffinage des pâtes étudiées dans la pile PFI

Code	P t. (W)	E net. (W)	Er (N)	Esp. (GJ/t)	t raf. (h)	P dep. (W)	P cen. (W)	P chal. (W)	P fib. (W)	Effic. (%)
V1-100	65,1	20,8	4,8	3,1	0,461	9,0	0,16	3,5	32,3	50%
V1-200	93,2	38,4	8,9	5,8	0,461	16,7	0,08	2,0	64,4	69%
V1-300	97,6	40,4	9,3	6,1	0,461	17,6	0,05	0,7	69,2	71%
V1-101	65,3	25,4	5,9	3,8	0,460	11,1	0,17	3,8	40,2	62%
V1-201	69,4	22,8	5,3	3,4	0,461	9,9	0,08	2,0	37,4	54%
V1-301	108	45,4	10,5	6,8	0,461	19,7	0,05	0,9	77,7	72%
V1-102	104	38,8	8,9	5,8	0,461	16,9	0,17	6,5	60,6	58%
V1-202	106	44,4	10,2	6,7	0,462	19,3	0,09	1,8	74,9	71%
V1-302	98	40,4	9,3	6,1	0,461	17,6	0,06	0,7	69,3	71%
V2-100	388	109	22,4	16,4	0,323	169	0,16	20,1	149	38%
V2-200	436	131	26,2	19,6	0,330	198	0,08	6,8	191	44%
V2-300	457	139	27,6	20,9	0,334	208	0,05	4,3	204	45%
V2-101	398	113	23,1	16,9	0,324	174	0,17	14,2	160	40%
V2-201	387	109	22,3	16,4	0,324	168	0,08	8,9	160	41%
V2-301	439	132	26,4	19,8	0,331	199	0,05	5,1	194	44%
V2-102	400	114	23,2	17,1	0,326	175	0,17	12,5	163	41%
V2-202	402	124	23,3	18,7	0,354	176	0,09	6,7	169	42%
V2-302	469	141	27,8	21,1	0,336	209	0,06	4,3	205	44%
V3-100	872	196	37,4	29,5	0,251	502	0,16	31,2	249	29%
V3-200	786	167	33,3	25,0	0,239	447	0,08	15,3	234	30%
V3-300	756	158	31,9	23,8	0,238	428	0,05	10,0	229	30%
V3-101	904	213	39,0	31,9	0,261	523	0,17	28,0	264	29%
V3-201	761	156	31,6	23,5	0,236	424	0,08	17,8	219	29%
V3-301	723	149	30,3	22,3	0,235	406	0,05	9,7	217	30%
V3-102	854	191	36,6	28,7	0,250	490	0,17	29,8	244	29%
V3-202	832	187	35,5	28,1	0,252	476	0,09	15,6	250	30%
V3-302	735	153	30,8	23,0	0,238	414	0,06	11,4	220	30%

P t., puissance totale dépensée à la fin du raffinage dans la pile PFI; E net., énergie nette; Er énergie nette de raffinage dans la pile PFI; Esp. énergie spécifique de raffinage; t raf. , temps de séjour de la pâte à la fin du raffinage PFI, en fraction de heure; P dep., puissance pour le déplacement de la pâte dans la pile PFI; P cen., puissance dépensée pour la centrifugation dans la pile PFI; P chal., puissance dépensée comme chaleur, pour l'élévation de la température; P fib. , puissance nette appliquée sur les fibres au cours du raffinage PFI; Effic. , efficacité du moteur de la pile raffineuse PFI

Efficacité

- $$\text{Efficacité} = \frac{P \text{ fib.}}{P \text{ t.}} \times 100 \%$$
- $P \text{ fib.} = P \text{ net.} - (P \text{ dep.} + P \text{ cen.} + P \text{ chal.})$
- $P \text{ net.}$, puissance nette dépensée à la fin du raffinage dans la pile PFI
- $$P \text{ net.} = \frac{E \text{ net.}}{t \text{ raf.}} (W);$$
- $E_r = \text{Énergie nette de raffinage (N)} = [P \text{ net.}(W) / 9,4]$
- $\text{Pertes (W)} = P \text{ t.} - P \text{ net.}$

Puissance pour le déplacement de la pâte

- Puissance pour le déplacement de la pâte, calculée en utilisant la formule de Perry [160]:
 - $P \text{ dep.} = 1,587 \times 10^{-5} \times \Delta \times T$
 - Δ : vitesse angulaire (rpm) entre les rotors
 - T : torque en lb-force

Puissance de centrifugation

- Puissance de centrifugation de la pâte, calculée en utilisant la formule de puissance de l'accélération dans une centrifuge, Perry [160]:
 - $P \text{ cen.} = 5,984 \times 10^{-10} \times g_s \times Q \times (V_r \times r_e)^2$
 - g_s : gravité spécifique de la pâte
 - Q : débit massique qui traverse la zone de raffinage
 - V_r : vitesse du rotor externe (rpm) de la pile PFI
 - r_e : rayon du rotor externe de la pile PFI

Puissance de chaleur

- Puissance dépensée comme chaleur, à partir de la formule générale lors d'un bilan de chaleur:

$$P \text{ chal (W)} = [\text{Cal.} \times (1,163 \times 10^{-6}) \times 1000] / \text{traf.}$$

- Cal., calories

$$\text{Cal.} = [(ce \times me) + (cf \times mf)]$$

- ce : chaleur spécifique de l'eau (1 cal/g°C)
- me : masse de l'eau pour chaque condition de raffinage
- cf : chaleur spécifique de la fibre cellulosique (0,7 cal/g°C)
- mf : masse de la pâte utilisée , 24 g

Énergie spécifique (GJ/t)

$$\text{Esp.} = \frac{E \text{ net. (W)} \times 3,6}{mf \text{ (kg)} \times 1000}$$

Coefficient de friction

- Coefficient de friction de la pâte dans la zone de raffinage, calculée en utilisant la formule de Perry [160]:

$$cf = [P \text{ dep.} / (mf \times Vd \times G)]$$

- Vd : vitesse différentielle entre les rotors
- G : accélération centrifuge selon les conditions de raffinage dans la pile PFI

$$G = 0,000559 (\text{rpm}_e)^2 (De)$$

- rpm_e : révolutions par la minute du rotor externe (720 rpm)
- De : diamètre du rotor externe (0,25 m)

ANNEXE E: Données utilisées pour le calcul du facteur C dans la pile raffineuse PFI

Code	Vd m/s	P net.	Lf	ML	w	La	fi	nf	ep	t raf.
		W	mm	mg/m	g/fibre	cm	Pulses/sec	fib./mm ²	mm	s
V1-100	0,02	45,1	2,65	0,301	7,98 ^E -07	16,2	1,2	7,66E+02	6,11	1660
V1-200	0,01	83,2	2,94	0,352	1,03 ^E -06	11,2	0,7	5,92E+02	3,06	1661
V1-300	0,01	87,6	2,81	0,370	1,04 ^E -06	9,1	0,5	5,88E+02	2,04	1660
V1-101	0,02	55,3	2,62	0,342	8,94 ^E -07	16,2	1,2	6,83E+02	6,11	1655
V1-201	0,01	49,4	3,00	0,359	1,08 ^E -06	11,2	0,7	5,67E+02	3,06	1660
V1-301	0,01	98,4	3,06	0,383	1,17 ^E -06	9,1	0,5	5,22E+02	2,04	1661
V1-102	0,02	84,1	2,63	0,334	8,77 ^E -07	16,2	1,2	6,97E+02	6,11	1660
V1-202	0,01	96,1	2,93	0,340	9,96 ^E -07	11,2	0,7	6,13E+02	3,06	1663
V1-302	0,01	87,6	3,00	0,387	1,16 ^E -06	9,1	0,5	5,26E+02	2,04	1659
V2-100	5,66	338	2,46	0,341	8,39 ^E -07	16,2	297	7,29E+02	6,11	1162
V2-200	5,68	396	2,69	0,334	8,98 ^E -07	11,2	298	6,80E+02	3,06	1188
V2-300	5,69	417	2,73	0,314	8,56 ^E -07	9,1	299	7,14E+02	2,04	1203
V2-101	5,66	348	2,71	0,333	9,02 ^E -07	16,2	297	6,77E+02	6,11	1167
V2-201	5,68	337	2,68	0,307	8,23 ^E -07	11,2	298	7,43E+02	3,06	1167
V2-301	5,69	399	2,78	0,291	8,08 ^E -07	9,1	299	7,57E+02	2,04	1190
V2-102	5,66	350	2,56	0,343	8,76 ^E -07	16,2	297	6,97E+02	6,11	1173
V2-202	5,68	352	2,67	0,297	7,93 ^E -07	11,2	298	7,71E+02	3,06	1273
V2-302	5,69	419	2,71	0,317	8,57 ^E -07	9,1	299	7,13E+02	2,04	1209
V3-100	11,4	782	2,33	0,298	6,94 ^E -07	16,2	601	8,80E+02	6,11	905
V3-200	11,5	696	2,82	0,295	8,30 ^E -07	11,2	602	7,36E+02	3,06	862
V3-300	11,5	666	2,75	0,267	7,33 ^E -07	9,1	603	8,34E+02	2,04	856
V3-101	11,4	814	2,53	0,331	8,36 ^E -07	16,2	601	7,31E+02	6,11	940
V3-201	11,5	661	2,75	0,271	7,44 ^E -07	11,2	602	8,22E+02	3,06	851
V3-301	11,5	633	2,72	0,286	7,76 ^E -07	9,1	603	7,87E+02	2,04	846
V3-102	11,4	764	2,82	0,351	9,90 ^E -07	16,2	601	6,17E+02	6,11	900
V3-202	11,5	742	2,71	0,294	7,95 ^E -07	11,2	602	7,68E+02	3,06	908
V3-302	11,5	645	2,81	0,283	7,94 ^E -07	9,1	603	7,70E+02	2,04	856

 nf nombre fibres par mm²; w, masse d'une fibre

Les valeurs de l'annexe correspondent aux principales données utilisées dans les équations suivantes:

□ **Équation 6.7, Facteur C, pour la pile raffineuse PFI [67]:**

$$\text{Facteur } C = \frac{f_i * m_p * \text{rpm}}{60 * L_f * ML} * 10^6 \quad (\text{s}^{-1})$$

f_i fréquence d'impacts (pouls/s); m_p masse de pâte dans la pile (24 g); rpm nombre de révolutions/minute du rotor interne; L_f longueur de fibre (mm) de la fraction R28; ML masse linéique de fibre de la fraction R28(mg/m)

□ **Équation 6.8, la fréquence d'impacts (f_i) [83] :**

$$f_i = V_d * (1/eb) * L_a * \pi * D_e * (60/\text{rpm})$$

V_d vitesse différentielle entre les rotors (m/s); eb espace entre barres (m); L_a longueur d'arc de la zone de raffinage (m); D_e diamètre du rotor externe, 0,25 m.

□ **Équation 6.10, le nombre total d'impacts (N) dans la pile PFI [67]:**

$$N = \left[\frac{n_1 * n_2}{\pi * D_i} \right] * V_d * r_t * \frac{L_f^2}{(L_f + ep)}$$

n_1 nombre de barres du rotor interne (33); n_2 nombre de barres du rotor externe (1); r_t nombre total de révolutions au rotor interne (25000); ep épaisseur de pâte (mm); D_i diamètre du rotor interne, 0,2 m.

□ **Équation 6.9, l'intensité du raffinage, dans la pile PFI [67]:**

$$I = \frac{P_{\text{net.}} * ML * (l_f + ep)}{m_p * \left[\frac{n_1 * n_2}{2 * \pi * R_i} \right] * \frac{r_t}{t} * l} * 10^{-6}$$

$P_{\text{net.}}$ puissance nette du raffinage (W); t temps du raffinage (sec.)

ANNEXE F

Annexe F.1: Résultats des caractéristiques des fibres des pâtes étudiées: Indice d'égouttage, classification Bauer McNett et bûchettes

CODE	Ieg	bP	Fractions Bauer MacNett (%)						fL
	Ml	%	R14	R28	R48	R100	R200	P200	%
s/r	730	6,02	54,6	27,6	8,9	3,3	1,2	4,4	91,1
v1-100	658	0,47	19,8	32,3	20,2	11,0	3,5	13,2	72,3
v1-200	702	0,39	52,2	28,0	11,4	4,4	1,5	2,5	91,6
v1-300	710	4,47	63,8	19,3	9,1	3,4	1,0	3,4	92,2
v1-101	656	0,41	20,7	34,0	21,2	11,3	3,2	9,6	75,9
v1-201	702	2,35	43,5	30,5	9,8	4,0	1,3	10,9	83,8
v1-301	717	4,40	46,8	33,0	10,5	3,8	1,4	4,5	90,3
v1-102	685	0,42	29,6	34,0	18,5	9,7	2,0	6,2	82,1
v1-202	718	2,98	39,1	29,8	10,7	4,5	1,5	14,4	79,6
v1-302	729	4,95	43,5	29,7	19,1	3,4	1,0	3,3	92,3
v2-100	261	0,25	12,9	35,7	24,9	14,2	6,1	6,2	73,5
v2-200	453	0,31	29,4	29,1	15,1	7,9	3,3	15,2	73,6
v2-300	549	0,24	39,5	26,0	13,9	7,0	3,2	10,4	79,4
v2-101	325	0,22	9,8	33,8	23,5	13,5	4,4	15,0	67,1
v2-201	502	0,23	33,0	28,6	15,0	7,8	3,3	12,3	76,6
v2-301	560	0,33	36,9	28,6	13,8	7,6	3,7	9,4	79,3
v2-102	492	0,14	25,7	32,0	19,1	10,3	3,2	9,7	76,8
v2-202	497	0,08	32,7	29,2	15,2	8,0	2,9	12,0	77,1
v2-302	507	0,30	38,8	25,5	13,4	6,9	2,8	12,6	77,7
v3-100	240	0,17	12,8	34,6	25,6	14,4	5,1	7,5	73,0
v3-200	322	0,23	38,3	28,3	13,4	6,9	2,9	10,2	80,0
v3-300	359	0,34	42,2	23,9	11,7	5,9	3,0	13,3	77,8
v3-101	310	0,23	14,4	33,4	25,0	12,8	5,1	9,3	72,8
v3-201	321	0,24	38,6	26,0	13,1	7,0	3,4	11,9	77,7
v3-301	384	0,24	42,6	21,0	11,1	5,8	2,9	16,6	74,7
v3-102	440	0,24	9,7	41,2	24,2	11,7	3,7	9,5	75,1
v3-202	344	0,44	39,3	24,7	12,2	6,3	3,0	14,5	76,2
v3-302	393	0,19	41,1	24,0	12,2	6,3	2,9	13,5	77,3

Ieg indice d'égouttage; s/r pâte à la fin du 1^{er} stade; bP * Bûchettes Pulmac; fL Facteur L = R14 + R28 + R48

Annexe F.2: Résultats des caractéristiques des fibres des pâtes étudiées: valeur de rétention d'eau, longueur de fibres et fines FQA

Code	VRE (%)				LfPE	Lf-R28	ML-R28	f-FQA
	PE	R14	R28	R48	mm	mm	mg/m	%
s/r	170	168	171	191	2,73	2,94	0,358	3,67
v1-100	232	215	212	222	2,07	2,65	0,301	3,83
v1-200	225	192	181	215	2,77	2,94	0,352	2,37
v1-300	184	171	176	183	2,81	2,81	0,370	2,67
v1-101	230	206	206	224	2,01	2,62	0,342	3,82
v1-201	185	183	178	217	2,82	3,00	0,359	2,61
v1-301	180	170	219	210	2,87	3,06	0,383	2,54
v1-102	229	216	199	250	2,31	2,63	0,334	2,81
v1-202	195	177	176	224	2,75	2,93	0,340	2,91
v1-302	183	189	168	189	2,81	3,00	0,387	3,07
v2-100	227	210	207	238	1,73	2,46	0,341	5,74
v2-200	257	199	201	223	2,30	2,69	0,334	3,97
v2-300	229	210	179	303	2,43	2,73	0,314	4,24
v2-101	274	210	206	236	1,85	2,71	0,333	5,38
v2-201	262	191	192	224	2,32	2,68	0,307	3,94
v2-301	248	209	188	258	2,45	2,78	0,291	3,74
v2-102	254	211	203	230	2,05	2,56	0,343	3,89
v2-202	244	204	189	230	2,20	2,67	0,297	4,58
v2-302	256	213	190	234	2,41	2,71	0,317	4,27
v3-100	330	244	214	227	1,66	2,33	0,298	5,49
v3-200	295	220	219	231	2,41	2,82	0,295	4,04
v3-300	274	204	196	228	2,56	2,75	0,267	3,59
v3-101	289	240	208	222	1,88	2,53	0,331	4,64
v3-201	286	208	197	287	2,47	2,75	0,271	3,59
v3-301	283	219	191	264	2,53	2,72	0,286	3,69
v3-102	271	232	213	247	1,99	2,82	0,351	4,17
v3-202	263	209	194	244	2,43	2,71	0,294	3,96
v3-302	281	216	194	243	2,50	2,81	0,283	4,20

s/r pâte à la fin du 1^{er} stade; PE pâte entière; ML masse linéique; (*) pondéré en longueur; Leg indice d'égouttage; VRE indice de rétention de l'eau

Annexe F.3: Coefficients de régression et R²aj. de l'analyse des caractéristiques des fibres et les variables étudiées.

RÉPONSE	R ² aj.	Constante	Variables			Interactions			
			C	E	V	C ²	CE	CV	V ²
		k ₀	k ₁	k ₂	k ₃	k ₄	k ₅	k ₆	k ₉
Énergie raffinage	96%	124			69,7			-15,1	-18,7
Indice d'égouttage	90%	461	46,7	30,6	-176		-37,3		61
Bûchettes	82%	0,233	0,717		-1,03			-1,03	1,05
Fraction Bauer R14	87%	34,0	13,3	-	-4,4	-7,9	-3,5	-	6,7
Facteur L	75%	75,7	4,0	-	-4,2		-	-2,9	4,6
VRE-PE	82%	247	-12		40				
VRE-R14	76%	198	-10,2		15,2	12,2			
Lf- PE	94%	2,34	0,32		-0,16	-0,22	-0,08		0,23
Lf-R28	59%	2,73	0,11		-0,08	-0,10			0,10
Masse linéique-R28	73%	0,323			-0,027			-0,026	-
Fines FQA	85%	4,13	-0,43		0,60	0,44	0,44		-0,86

VRE valeur de rétention de l'eau; C; (*) les coefficients de corrélation correspondent aux effets auxquels (P-value) < 0,05 ; PE pâte entière; niveau de confiance 95 %; Lf longueur de fibre; R²aj. coefficient de détermination ajusté;

ANNEXE G

Sélection des variables lors de l'évaluation statistique

Au moyen de l'analyse statistique, le logiciel utilisé (Stat-plus) donne l'information de toutes les variables et interactions en ce qui concerne à l'ANOVA d'un dessin factoriel complète 3³

Analysis of Variance for IT

<i>Source</i>	<i>Sum of Squares</i>	<i>Df</i>	<i>Source Mean Square</i>	<i>F-Ratio</i>	<i>P-Value</i>
<i>A Factor_C</i>	997,556	1	997,556	35,29	0,0000
<i>B Factor_E</i>	40,5	1	40,5	1,43	0,2477
<i>C Factor_V</i>	8183,47	1	8183,47	289,50	0,0000
<i>AA</i>	50,8474	1	50,8474	1,80	0,1975
<i>AB</i>	60,75	1	60,75	2,15	0,1609
<i>AC</i>	1234,24	1	1234,24	43,66	0,0000
<i>BB</i>	34,8807	1	34,8807	1,23	0,2821
<i>BC</i>	13,4408	1	13,4408	0,48	0,4998
<i>CC</i>	1502,06	1	1502,06	53,14	0,0000
<i>Total error</i>	480,545	17	28,2673		
<i>Total (corr.)</i>	12598,3	26			

$R^2 = 96,1856 \%$; R^2 ajusté = $94,1663 \%$

L'application de l'option "exclude", du logiciel, permet l'élimination des variables ou interactions qui ont une valeur "p" plus élevée que 0,05. Alors, le nouveau tableau de l'ANOVA est:

New Analysis of Variance for IT

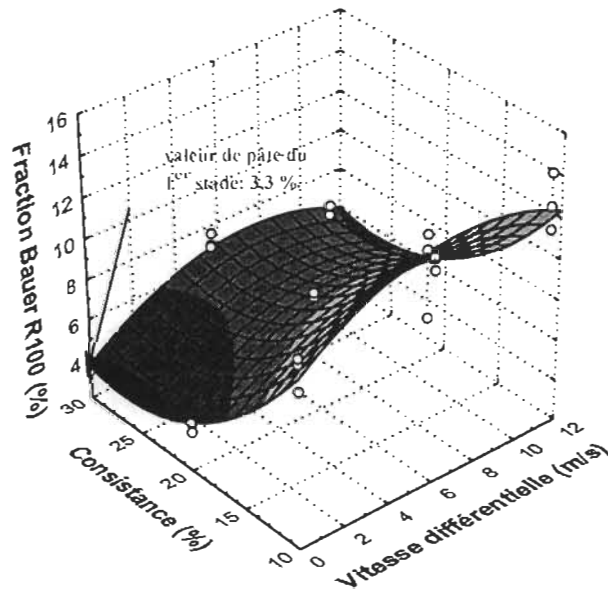
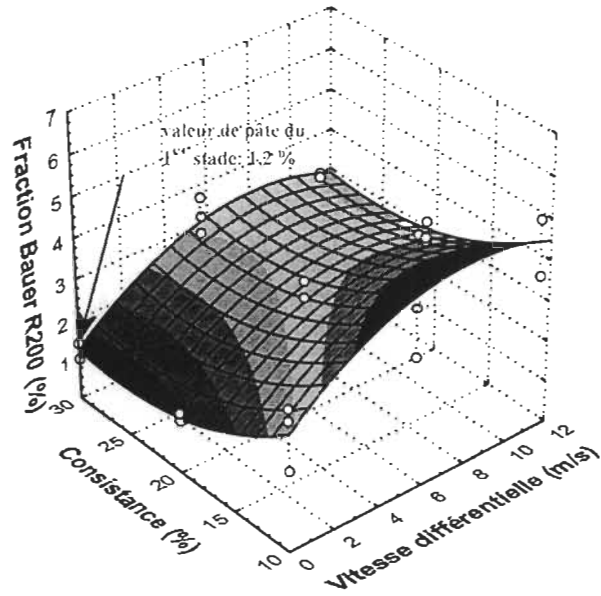
<i>Source</i>	<i>Sum of Squares</i>	<i>Df</i>	<i>Source Mean Square</i>	<i>F-Ratio</i>	<i>P-Value</i>
<i>A Factor_C</i>	997,556	1	997,556	32,23	0,0000
<i>C Factor_V</i>	8183,47	1	8183,47	264,38	0,0000
<i>AC</i>	1234,24	1	1234,24	39,87	0,0000
<i>CC</i>	1502,06	1	1502,06	48,53	0,0000
<i>Total error</i>	680,964	22	30,9529		
<i>Total (corr.)</i>	12598,3	26			

$R^2 = 94,5948 \%$; R^2 ajusté = $93,612 \%$

L'ANOVA finale montre les variables ou interactions qui ont un effet significatif sur les valeurs de la réponse.

ANNEXE H

Surface de réponse entre les valeurs de 2 fractions Bauer McNett, la consistance de la pâte et la vitesse différentielle



ANNEXE I

Résultats de l'analyse de la surface spécifique des fibres de 10 pâtes étudiées, par la méthode BET

CODE PÂTE	Poids ⁽¹⁾ (g)	Temps ⁽²⁾ (min)	Pente	Y-intercept	C (constante)	R ⁽³⁾	Surface ⁽⁴⁾ (m ² /g)
1 ^{er} stade	0,8137	183,6	5,43E+03	1,04E+02	5,32E+01	1,000	0,629
V1-100	0,5615	182,3	1,43E+03	1,90E+02	8,48E+00	1,000	2,156
V1-201	0,7075	184,2	2,82E+02	1,52E+02	2,86E+00	1,000	8,020
V1-302	0,6363	185,0	1,29E+03	2,76E+02	5,68E+00	0,999	2,222
V2-200	0,5022	135,1	1,92E+02	1,08E+02	2,78E+00	0,998	11,590
V2-301	0,2441	194,5	7,10E+02	1,87E+02	4,80E+00	0,921	3,885
V2-102	0,7142	193,5	1,58E+03	1,67E+02	1,04E+01	1,000	1,998
V3-300	0,6483	183,1	5,09E+02	1,57E+02	4,24E+00	1,000	5,233
V3-101	0,4806	63,0	7,33E+02	1,05E+02	7,98E+00	0,998	4,157
V3-202	0,8886	103,5	2,85E+03	7,63E+01	3,83E+01	0,999	1,191

⁽¹⁾ masse d'échantillon; ⁽²⁾ temps de l'analyse; ⁽³⁾ coefficient de régression; ⁽⁴⁾ Surface spécifique BET; Adsorbant azote; section transversale 16,2 Å²/molécule; masse moléculaire = 28,0134 g/mol

ANNEXE J.1: Résultats de l'évaluation de gondolage et de vrillage des fibres des pâtes étudiées.

	Ic-PE	Ic-R28	Ik-pe	k/mm-pe	k/angle-pe	Ik-R28	k/mm-R28	k/angle-R28	Ic-R48	Ik-R48
s/r	0,037	0,035	0,090	0,060	4,20	0,110	0,070	5,50	0,03	0,08
V1100	0,038	0,036	0,075	0,065	3,60	0,130	0,080	6,35	0,039	0,080
V1200	0,043	0,038	0,105	0,070	5,40	0,135	0,085	6,60	0,059	0,160
V1300	0,046	0,033	0,090	0,060	5,00	0,100	0,070	5,10	0,037	0,095
V1101	0,037	0,034	0,080	0,065	3,55	0,115	0,075	5,35	0,061	0,115
V1201	0,037	0,037	0,105	0,075	5,90	0,120	0,075	6,40	0,039	0,110
V1301	0,038	0,034	0,090	0,065	4,80	0,100	0,065	5,25	0,028	0,070
V1102	0,041	0,037	0,085	0,065	4,25	0,110	0,070	5,45	0,056	0,125
V1202	0,044	0,042	0,110	0,080	5,75	0,145	0,095	7,55	0,050	0,140
V1302	0,039	0,031	0,090	0,065	4,85	0,095	0,065	5,10	0,035	0,100
V2100	0,030	0,029	0,050	0,040	2,10	0,070	0,050	3,45	0,065	0,115
V2200	0,029	0,029	0,070	0,050	3,10	0,085	0,060	4,05	0,040	0,120
V2300	0,038	0,034	0,090	0,065	4,50	0,110	0,070	5,15	0,029	0,070
V2101	0,027	0,027	0,055	0,040	2,10	0,065	0,045	3,20	0,072	0,135
V2201	0,029	0,027	0,065	0,055	3,05	0,080	0,050	3,70	0,048	0,130
V2301	0,038	0,032	0,100	0,070	4,80	0,110	0,070	5,35	0,077	0,170
V2102	0,027	0,026	0,070	0,055	2,85	0,080	0,055	3,70	0,056	0,115
V2202	0,031	0,027	0,065	0,055	3,10	0,075	0,055	3,75	0,051	0,125
V2302	0,038	0,030	0,100	0,070	4,70	0,100	0,070	4,70	0,044	0,130
V3100	0,028	0,030	0,055	0,045	2,05	0,080	0,055	3,60	0,069	0,135
V3200	0,030	0,027	0,070	0,050	3,10	0,065	0,045	3,45	0,042	0,130
V3300	0,036	0,030	0,100	0,075	4,90	0,095	0,065	4,75	0,051	0,145
V3101	0,027	0,028	0,060	0,050	2,50	0,075	0,055	3,50	0,064	0,130
V3201	0,026	0,024	0,060	0,045	2,75	0,060	0,040	3,00	0,039	0,110
V3301	0,039	0,034	0,105	0,070	5,05	0,110	0,075	5,25	0,044	0,135
V3102	0,029	0,025	0,065	0,055	2,75	0,075	0,050	3,75	0,048	0,125
V3202	0,027	0,024	0,065	0,050	3,10	0,050	0,035	2,50	0,037	0,115
V3302	0,035	0,030	0,085	0,060	4,15	0,100	0,070	5,05	0,050	0,105

ANNEXE J.2: Coefficients de régression entre les résultats de l'évaluation du gondolage et du vrillage des fibres avec les variables étudiées.

	Ic-PE	Ik-PE	Angle Kink-PE	#k/mm-PE	Ic-R28	Ik-R28	Angle Kink-R28	#k/mm-R28
Constante	0,032	0,080	3,370	0,060	0,029	0,094	4,117	0,063
Consistance (C)	0,004	0,014	0,944	0,007			0,408	
Vitesse (V)	-0,005	-0,009	-0,708	-0,006	-0,004	-0,019	-1,017	-0,011
CV				0,005			0,492	0,006
VV	0,004		0,714		0,003		0,772	
R2aj.	73%	60%	76%	51%	55%	41%	65%	43%
Erreur standard	0,0031	0,0120	0,5817	0,0077	0,0031	0,0185	0,7316	0,0108
Erreur absolue	0,0025	0,0096	0,4662	0,0059	0,0024	0,0151	0,5562	0,0086

ANNEXE K Résultats des analyses chimiques des pâtes étudiées.

	Valeurs codées des variables			s-NaOH	N° Hypo
	C	E	V	%	
V1-100	<i>-1</i>	<i>-1</i>	<i>-1</i>	6,86	26,3
V1-201	<i>0</i>	<i>0</i>	<i>-1</i>	7,72	27,7
V1-302	<i>1</i>	<i>1</i>	<i>-1</i>	7,35	26,4
V2-200	<i>0</i>	<i>-1</i>	<i>0</i>	7,96	27,6
V2-301	<i>1</i>	<i>0</i>	<i>0</i>	8,06	26,8
V2-102	<i>-1</i>	<i>1</i>	<i>0</i>	6,5	27,4
V3-300	<i>1</i>	<i>-1</i>	<i>1</i>	9,56	27,6
V3-101	<i>-1</i>	<i>0</i>	<i>1</i>	6,42	26,9
V3-202	<i>0</i>	<i>1</i>	<i>1</i>	8,59	26,4

s-NaOH solubilité en hydroxyde de sodium; N° Hypo nombre Hypo

ANNEXE L

Annexe L.1: Résultats des essais physiques des feuilles des pâtes étudiées

	Vs cm ³ /g	s m ² /kg	Op %	ID mN.m ² /g	IT N.m/g	IE kPa.m ² /g	A %	TEA g-cm	MY kg/mm ²
s/r	7,16	26,6	88,2	7,71	7,3	0,23	0,57	1,52	63
v1-100	2,51	26,7	88,5	8,97	41,6	2,90	1,26	19,3	172
v1-200	4,42	23,2	86,3	11,58	16,1	0,89	0,72	4,1	101
v1-300	4,96	22,0	85,5	12,46	10,6	0,64	0,99	2,2	80
v1-101	2,56	29,7	89,9	9,10	49,0	2,88	1,49	29,6	221
v1-201	3,94	23,2	86,2	10,05	12,7	0,80	0,62	2,6	93
v1-301	5,50	26,1	88,4	10,96	8,9	0,53	1,18	1,9	71
v1-102	2,62	29,8	89,7	9,92	49,4	2,49	1,55	30,9	216
v1-202	4,16	26,0	88,1	12,65	27,3	1,43	1,00	9,7	130
v1-302	5,87	22,1	86,5	10,20	10,7	0,62	0,98	2,5	70
v2-100	1,87	27,7	88,9	7,31	70,4	4,61	1,87	53,3	239
v2-200	2,18	28,2	89,2	8,55	63,1	4,27	1,94	48,3	217
v2-300	1,93	28,2	89,0	10,25	57,2	4,15	1,74	38,8	142
v2-101	2,02	27,9	89,1	6,72	70,0	4,25	1,89	52,6	238
v2-201	2,28	30,0	89,8	9,29	56,3	4,04	1,61	35,7	197
v2-301	2,30	27,4	88,7	10,07	51,4	3,69	1,48	28,6	182
v2-102	2,19	29,2	89,9	7,66	64,6	3,89	2,07	54,9	228
v2-202	2,21	28,0	88,9	9,34	67,3	4,28	2,19	59,8	234
v2-302	2,24	28,4	89,1	9,23	60,3	4,23	1,77	42,3	221
v3-100	1,90	26,5	88,6	6,02	71,5	4,16	2,11	60,8	265
v3-200	2,18	28,3	89,1	9,02	66,5	4,68	2,13	56,7	212
v3-300	2,12	27,8	88,9	9,08	62,4	5,01	1,89	46,4	198
v3-101	2,08	27,8	89,7	6,63	66,1	4,09	1,85	48,6	258
v3-201	2,13	28,8	89,3	8,51	66,4	4,59	2,21	60,3	159
v3-301	2,16	27,9	89,1	9,07	70,4	4,94	2,33	66,7	240
v3-102	2,16	29,1	89,4	7,50	58,8	3,80	1,77	43,1	228
v3-202	2,26	29,1	89,7	8,67	72,5	4,79	2,14	64,2	258
v3-302	2,13	26,1	88,2	8,41	75,5	5,32	2,28	67,6	252

Vs volume spécifique; ID indice à la déchirure; A allongement; s coefficient de diffusion de la lumière; IT indice de tension; TEA absorption d'énergie par tension; Op opacité; IE indice d'éclatement; MY module de Young

Annexe L.2: Coefficients de régression entre les valeurs des propriétés physiques des feuilles des pâtes et les variables étudiées

RÉPONSE	R ² aj.	Constante	Variables			Interactions			
		k ₀	C	E	V	C ²	CE	CV	V ²
			k ₁	K ₂	k ₃	k ₄	k ₅	k ₆	k ₉
Blancheur %	42%	40,6	0,3	0,3		-0,5			
Opacité %	52%	89,2	-0,6		0,7			0,5	-0,8
Coefficient de diffusion m ² /kg	55%	28,3	-1,0		1,3			1,2	-1,6
Volume spécifique cm ³ /g	91%	2,13	0,52		-0,97			-0,70	0,96
Densité g/cm ³	94%	0,45	-0,04	-0,02	0,10	0,03	0,05		-0,10
Indice de déchirure mN-m ² /g	88%	9,30	1,11		-1,28	-0,88	-0,56		0,66
Indice de tension N-m/g	94%	62,3	-7,4		21,3			10,1	-15,8
Indice d'éclatement kPa-m ² /g	96%	4,16	-0,22		1,57			0,81	-1,12
Allongement %	79%	1,84			0,50			0,16	-0,26
TEA MJ/g	88%	46,0	-5,4		22,9			8,5	-11,7
Module de Young Mpa	79%	211	-34		51			27	-32

IRE indice de rétention de l'eau; C consistance; (*) les coefficients de corrélation correspondent aux effets auxquels (P-value) < 0,05 ; TEA Absorption d'énergie par tension; E écart; niveau de confiance 95 %; V vitesse; R²aj. coefficient de détermination ajusté

ANNEXE M**"Response of jack pine chemimechanical pulp to PFI mill beating"**

- article publié dans APPITA Journal Vol. 52 N°4 pp. 269-274 (July 1999)

Response of jack pine chemimechanical pulp to PFI mill beating

KWEI-NAM LAW*, JACQUES L. VALADE† AND ENRIQUE GONZALES‡

The influence of PFI mill beating variables on the characteristics of fibre development of a high yield (c. 90%) jack pine chemimechanical pulp have been investigated. The beating variables were pulp concentration, (p.c.) clearance between the roll and housing, and relative speed. It was observed that beating at 10% p.c. resulted in severe fibre shortening, particularly when a nominal zero gap was used. On the other hand, high p.c. (30%) beating with a higher than the normal relative speed improved fibre quality and improved the mechanical properties of handsheets.

Keywords

PFI mill, beating, *Pinus banksiana*, chemimechanical pulp, physical and optical properties

Jack pine (*Pinus banksiana* Lamb.) is one of the most important Canadian pulpwoods; it represents 20.4% of the total softwood volume in Canada (1). However, its use in pulp production, particularly in mechanical pulp, is rather limited due to its thick walled fibres and high pitch content (2). In mechanical pulping, this wood requires higher specific refining energy and the paper has poor tensile strength, when compared with black spruce (3). Efforts have been made, with some success, to improve the pulping quality of this species (4-9).

An earlier study by Law et al. (3) showed that jack pine behaved differently from black spruce in thermomechanical pulping when refined under similar conditions. Although it might be possible to improve the pulping properties of jack pine by optimizing refining variables; one of the difficulties in investigating the action of various process variables has been that their operating features are either fixed or can be varied over only a relatively small range, thus restricting the possibility of studying the effect of different variables on the refining process.

* Senior research associate
† Adjunct professor, Department of Chemical Engineering
‡ Graduate student
Pulp and Paper Research Centre, University of Quebec, Trois-Rivières, Box 500, Trois-Rivières Quebec, Canada G9A 5H7

An attempt was made in this study to make use of a laboratory PFI mill to assess the influences of the forces to which the fibres are subjected during refining. The PFI mill offers the possibility of studying a wide range of pulp concentration, refining speed and bar gap between the refining surfaces.

The beating or refining mechanism and performance of the laboratory PFI mill have been the subject of numerous studies (10-15), using various pulp concentrations, loads, beating gap and different relative speeds between the roll and housing. More recently, Welch and Kerekes (16) characterized the performance of the PFI mill by the C-factor, a new approach developed by Kerekes (17) to characterize the refining action.

This paper gives an account of the characteristics of fibre development of a high yield pulp from jack pine, beaten in a PFI mill under various conditions of pulp concentration, (p.c.) clearance and differential speeds.

EXPERIMENTAL

Preparation of chemimechanical pulp

The PFI mill was designed particularly for beating fibrous materials in the form of pulp. For this reason, a high freeness chemimechanical pulp was first prepared by chemical cooking followed by defibration in a pilot refiner. Jack pine was used in the study particularly because of its thick fibre wall offering the opportunity to investigate the response of these fibres to various conditions of mechanical treatment. Industrial chips were prepared from freshly felled logs, and screened by means of a Rader classifier to obtain chips 2-4 mm thick for cooking, to minimize the effect of variation in chip thickness on pulping. Chemical cooking was conducted using two laboratory digesters (M/K System) of c. 6-L capacity each. The digesters were equipped with a liquor recirculation system, and direct external electric heating. Cooking conditions were: liquor to wood ratio 6:1, concentration of Na₂SO₃ 50g/L, impregnation at

100°C for 60 min, cooking at 160°C for 45 min. The resulting pulp yield was 89.7%. At least 4 kg (o.d. basis) of cooked chips were prepared for atmospheric refining using a Sunda Defibrator CD300 pilot refiner. The refined pulp freeness was 730 CSF and it was then further beaten in a PFI mill according to pre-determined conditions.

Beating in PFI mill

A laboratory PFI mill was modified by providing a variable speed motor for the beating roll. In the beating trials, the nominal clearance between the roll bars and the housing surface was set at 0, 0.1, and 0.2 mm by an adjustment screw. Pulp samples (24 g constant) were beaten at 10, 20, and 30% p.c. The speed of the housing was kept constant at 720 r/min while the beater roll speed was adjusted at 900, 1440 (standard beating speed) and 2000 r/min. The corresponding relative speeds were, 0, 5.7 and 11.5 m/s. Since the net refining energy was not measured, a constant number of revolutions (25 000 roll rev) was selected as the basis of comparison.

Characterization of pulps

Measurement of freeness, handsheet formation and determinations of physical and optical properties were in accordance with CPPA standard test methods. Fibre length and coarseness data were obtained using a Fibre Quality Analyzer (OpTest Inc.). Pulp water retention values were determined using the techniques described in an earlier paper (3).

RESULTS AND DISCUSSION

For brevity, the results for intermediate gap of 0.1 mm and 20% p.c. have been excluded from the discussion.

Pulp properties

Characteristics of the first stage refiner pulp from the Sunda Defibrator refiner are presented in Table 1. The pulp freeness was 730 CSF, which is slightly above the upper limit of accuracy for the freeness tester.

Table 1
Properties of the first stage pulp

Unscreened pulp yield, %	89.7	Bulk, cm ³ /g	7.16
Sulfonates, m mol/kg	207.5	Tensile index, N.m/g	7.3
Carboxylates, m mol/kg	120.2	Burst index, kPa.m ² /g	0.23
Rejects (6-cut, Pulmac), %	6.02	Tear index, mN.m ² /g	7.71
Freeness, CSF	730.0	Stretch, %	0.57
Water Retention Value, %	170.0	TEA, g-cm	1.52
Coarseness, mg/m	0.358	Brightness, % (ISO)	41.2
Length wt'd fibre length, mm	2.81	Opacity, %	88.2
Fines (length weighted), %	1.67	Specific scattering, m ² /kg	26.6

Freeness

With no differential speed the freeness dropped slightly when compared with the initial value of 730 CSF, as shown in Figures 1 and 2. When the speed was increased to 5.7 and 11.5 m/s, or as the shear forces increased, the freeness fell rapidly. The fall in freeness was particularly marked when the pulp was beaten at 10% p.c. at a nominal beating gap of zero. This is attributable to the increase in fibre-to-metal contact at 10% p.c. compared with 30% p.c.

When the gap was increased from zero to 0.2 mm (Fig. 2), the compression

forces decreased, and as a result, the rate of decrease in freeness for pulps beaten at 10% p.c. was less abrupt compared with pulps beaten under conditions of zero clearance (Fig. 1). The freeness of pulps beaten at 10% p.c. was similar to that of pulps beaten at 30% p.c. when the same differential speed was used (Fig. 2).

Fibre length

Fibre shortening was more severe at 10% p.c. compared with 30% p.c. when the beating was conducted at zero gap (Fig. 3). Even at no differential speed loss in length weighted fibre length at 10% p.c.

was 26% compared with the unbeaten pulp (2.81 mm), while little change occurred at 30% p.c. As the differential speed increased from 0 to 5.7 and 11.5 m/s, the decrease in fibre length appeared to gradually level off. However, beating at 10% p.c. consistently produced lower mean fibre length compared with beating of 30% p.c. (Fig. 3.4). When the compressive forces were lessened by increasing the beating gap from zero to 0.2 mm, the fibre shortening effect was reduced for pulps beaten at 10% p.c. On the other hand, increase in beating clearance had little effect on the length weighted fibre length of the 30% p.c. pulps.

Fines content

Fines, as defined by the Fibre Quality Analyzer (FQA), are fibrous particles with a length less than 0.2 mm. The fines content is based on the length weighted percentage. The production of fines during beating reflected the fibre development mainly consisting of fibre wall peeling and fibre shortening. The formation of fines

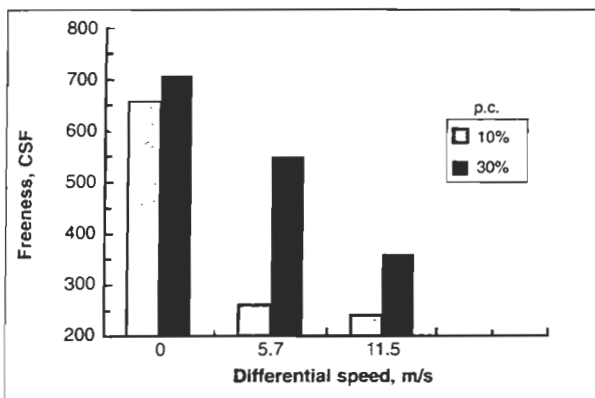


Fig. 1 Freeness variation versus differential speed, bar gap: zero.

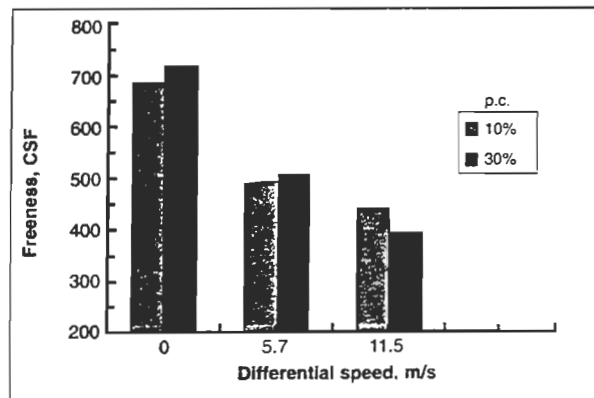


Fig. 2 Freeness variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

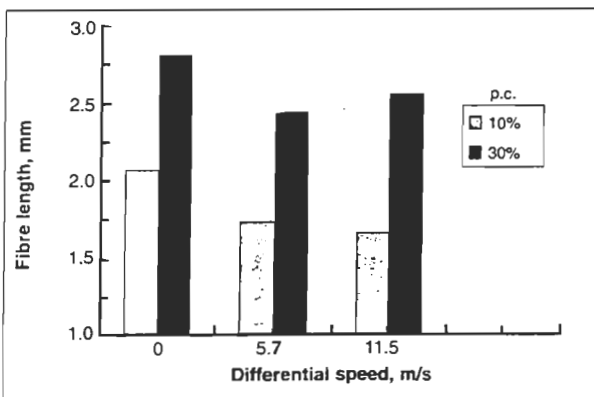


Fig. 3 Length weighted fibre length variation versus differential speed, bar gap: zero.

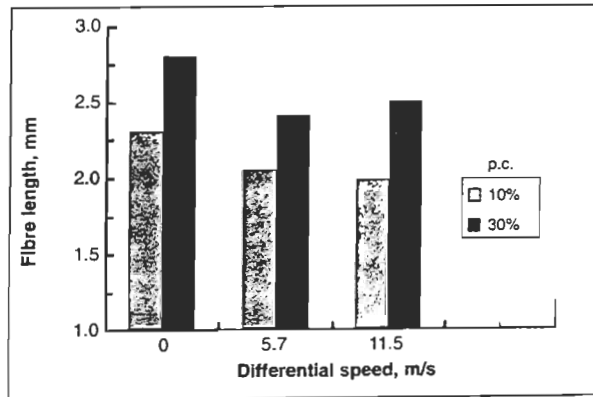


Fig. 4 Length weighted fibre length variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

was more significant for 10% p.c. than 30% p.c. when the bar clearance was set at zero (Fig. 5), presumably due to the larger fibre-to-metal contact at low pulp concentration. The differences in fines content between the two levels of pulp concentration were reduced when a wider gap of 0.2 mm was used (Fig. 6). The widening of the gap, which presumably reduces the

compression-shear forces, produced less fines at low pulp concentration; but it generated somewhat more fines at high pulp concentration pulps when compared with pulps beaten with a nominal zero gap (Fig. 5). Increase in differential speed from 5.7 to 11.5 m/s appeared to have relatively little impact on the production of fines for both levels of pulp concentration.

Fibre coarseness

As seen in Figures 7 and 8, high pulp concentration (30%) beating resulted in a gradual reduction in fibre coarseness from the initial value of 0.358 mg/m when the differential speed was increased from 0 to 5.7 and 11.5 m/s, meaning that high pulp concentration beating promoted fibre wall peeling. On the other hand, at low pulp

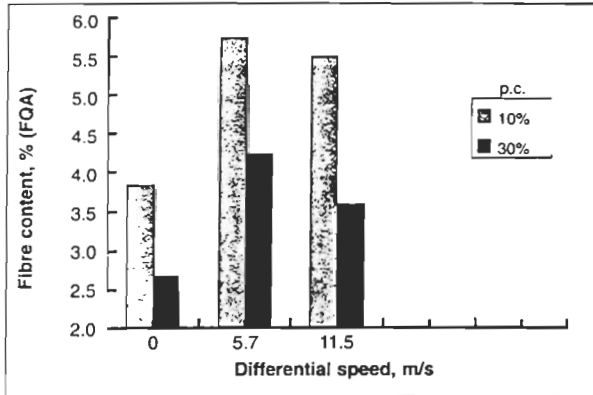


Fig. 5 Fines content (length weighted) variation versus differential speed, bar gap: zero.

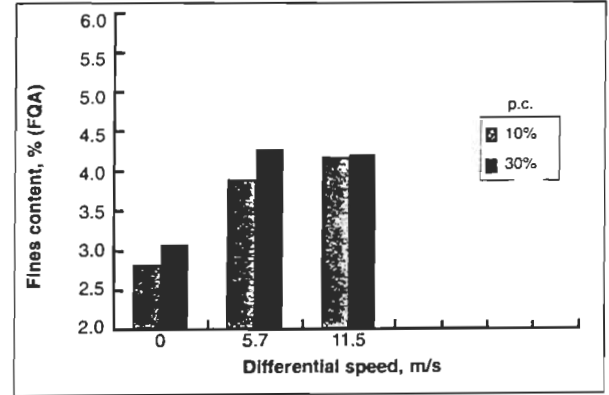


Fig. 6 Fines content (length weighted) variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

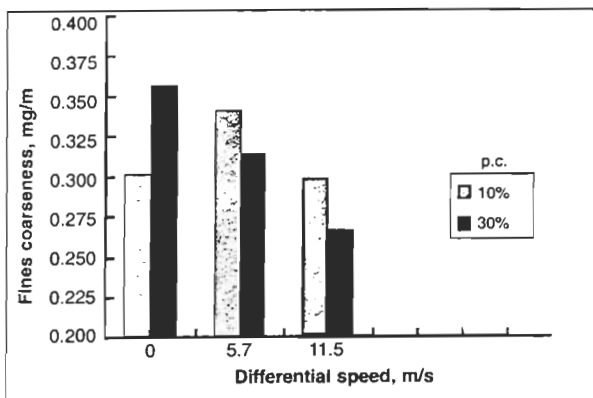


Fig. 7 Variation in fibre coarseness of P14/R28 fraction versus differential speed, bar gap: zero.

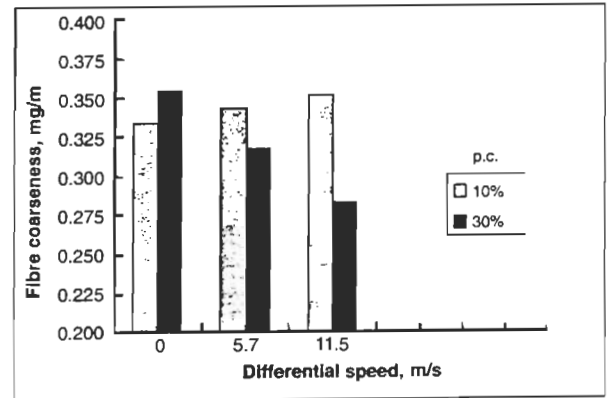


Fig. 8 Variation in fibre coarseness of P14/R28 fraction versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

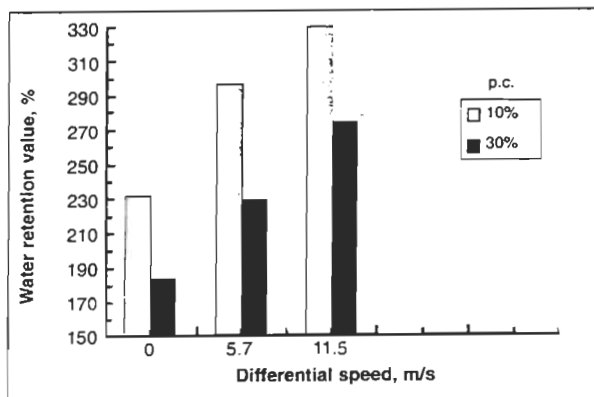


Fig. 9 Water retention value variation versus differential speed, bar gap: zero.

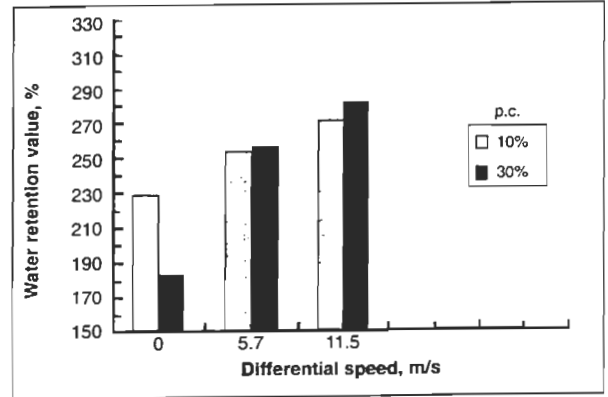


Fig. 10 Water retention value variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

concentration beating fibre coarseness, after an initial drop at no differential speed showed no decrease in magnitude with increasing differential speed. This indicates that low pulp concentration beating favoured fibre shortening over peeling of the fibre wall.

Water retention value

The water holding capacity of a pulp is the collective contribution from all fibre fractions, particularly from the fibrillated elements which have the effect of increasing the water retention value (WRV). In general, Figures 9 and 10 show that WRV increased with increasing differential speed, for both levels of pulp concentration. For a gap of zero (Fig. 9), the effect on WRV of beating at 10% p.c. was more pronounced than that at 30%. Widening the gap to 0.2 mm reduced the WRV of the low p.c. pulps, and slightly increased that of the high p.c. pulps when the differential speeds were 5.7 and 11.5 m/s. The increased beating clearance caused practically no change in WRV for

both levels of pulp concentration when the pulps were beaten with zero differential speed.

Handsheet properties

Bulk

One of the principal purposes of refining or beating is to promote collapsibility and flexibility of individual fibres, enhancing desired paper properties. The increase in handsheet density, or its reciprocal bulk, was the direct consequence of the mechanical treatment (Fig. 11, 12). The bulk values for most of the pulps were reduced by 65 to 70% by beating when compared with the initial value of 7.16 cm³/g. It was observed that the bulk of the high concentration pulp beaten at zero differential speed remained particularly high, experiencing only 20–30% decrease in comparison with that of the unbeaten pulp. The decrease in bulk or the increase in fibre conformability would improve inter-fibre bonding within the sheet structure.

Tensile and bursting strengths

Beating increased tensile and bursting strengths (Fig. 13–16) to various degrees from the initial values of 7.3 N.m/g and 0.23 kPa.m²/g. Beating at 30% p.c. with zero relative speed gave low tensile (Fig. 13,14) and burst (Fig. 15,16). The reduction in bulk brought about by the combined effects of compression and shear actions resulted in improved fibre bonding, and consequently increased tensile and bursting strengths. In comparison with the standard beating conditions, beating with a differential speed of 11.5 m/s, a gap of 0.2 mm and 30% p.c. increased tensile 16.9% and burst by 36.8%. This finding confirms the benefits of high intensity refining of mechanical pulps reported by other workers (18–21).

Tearing resistance

The unbeaten pulp had a tear index of 7.71 mN.m²/g. This value increased noticeably when the pulp was beaten at zero relative speed (Fig. 17,18). When the differential speed was increased from 0 to

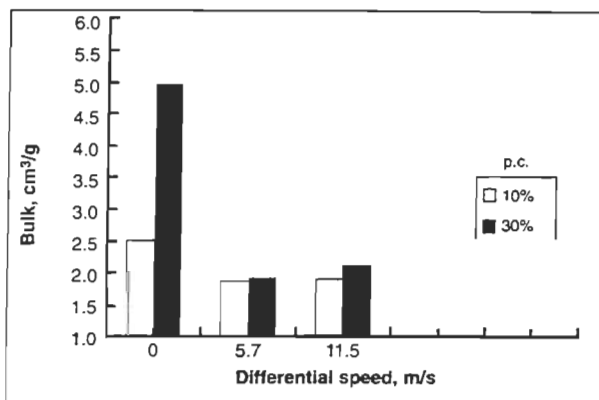


Fig. 11 Handsheet bulk variation versus differential speed, bar gap: zero.

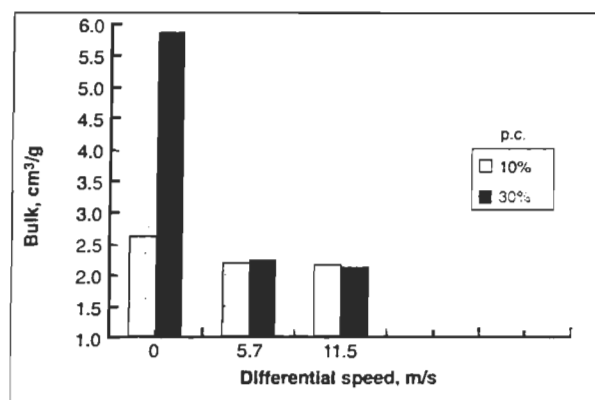


Fig. 12 Handsheet bulk variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

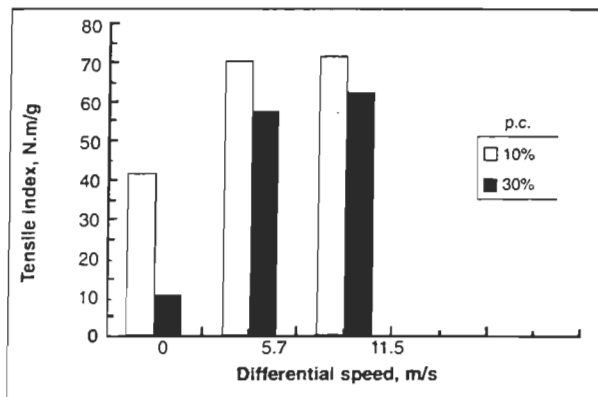


Fig. 13 Tensile index variation versus differential speed, bar gap: zero.

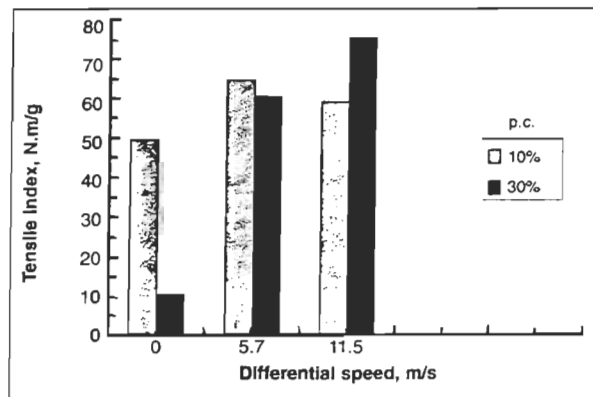


Fig. 14 Tensile index variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

5.7 and 11.5 m/s, the tear index decreased gradually. In spite of this decrease, the tearing resistance of the high concentration pulp was above that of the initial value; contrary to this, the tearing resistance of the low concentration pulp fell below the unbeaten value. The results demonstrate the benefit of high pulp concentration beating to minimize the

undesirable effect on tearing resistance. In comparison with the normal beating conditions, beating at higher relative speed and higher pulp concentration improved the tear index by nearly 10%.

Light scattering coefficient

The specific light scattering values shown in Figures 19 and 20 were relatively low,

ranging between c. 26 to 29 m^2/kg , which is typical for chemimechanical pulps. In general a small increase in light scattering was observed for the pulps beaten with a nominal zero gap (Fig. 19) when compared with the value of 26.6 m^2/kg prior to beating. With a beating gap of 0.2 mm the specific light scattering coefficient increased generally by about 8% (Fig. 20).

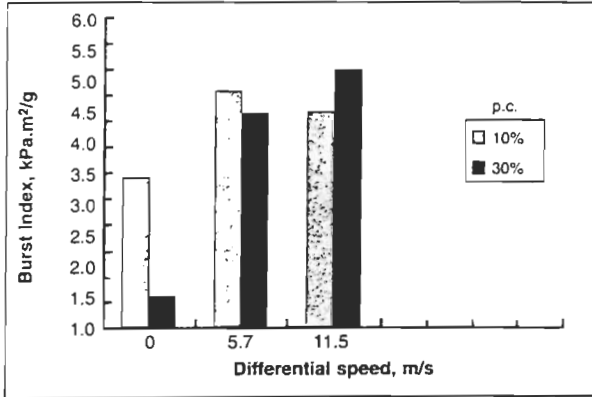


Fig. 15 Burst index variation versus differential speed, bar gap: zero.

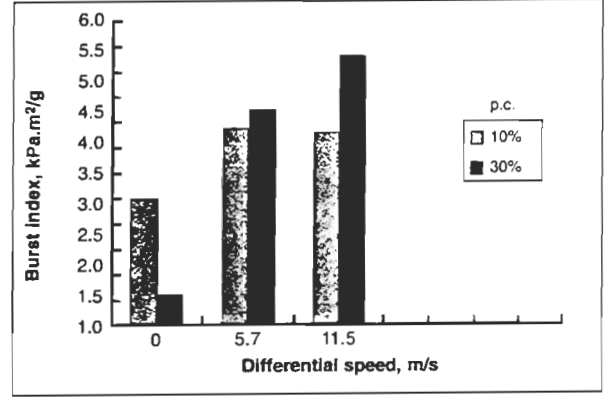


Fig. 16 Burst Index variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

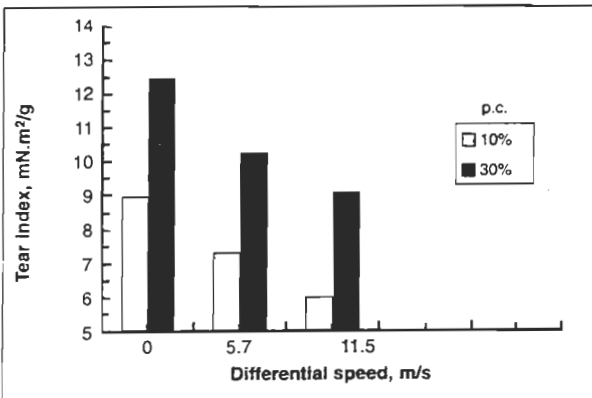


Fig. 17 Tear index variation versus differential speed, bar gap: zero.

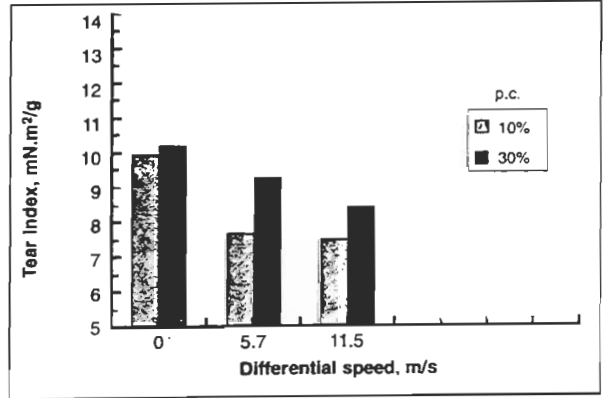


Fig. 18 Tear index variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

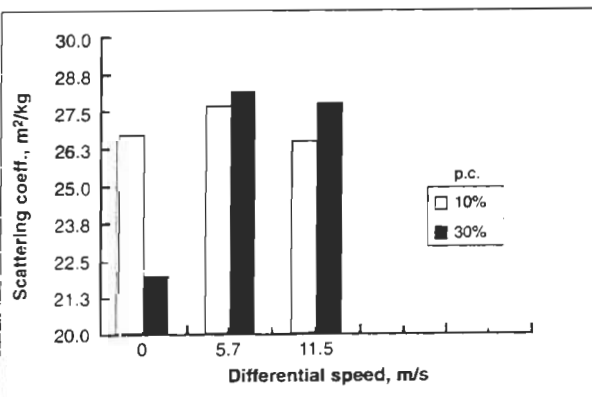


Fig. 19 Specific light scattering variation versus differential speed, bar gap: zero.

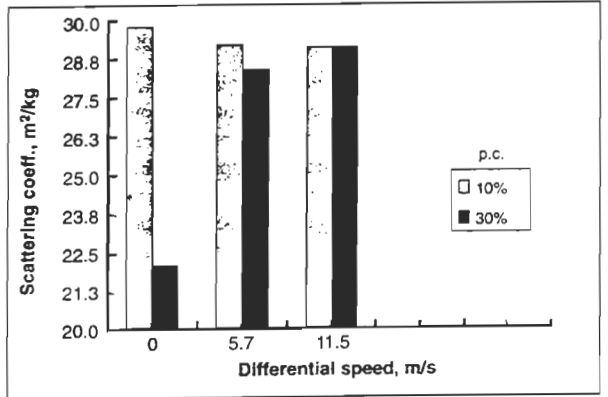


Fig. 20 Specific light scattering variation versus differential speed, bar gap: 0.2 mm.

However an exception was observed with the pulp beaten at 30% p.c. and at zero relative speed. This particular pulp showed an exceptionally low light scattering value, about 17% lower than the initial value.

CONCLUSIONS

The major findings of the study are:

- When compared with high pulp concentration (30%) beating, beating at 10% showed severe fibre shortening accompanied by the generation of large amounts of fines.
- Beating at 30% p.c. favoured fibre development with reduction of fibre coarseness while beating at 10% promoted fibre cutting.
- Increase in compressive action on the fibrous mass by reducing the beating gap between the refining surfaces (from 0.2 mm to zero) resulted in higher degrees of fibre damage.
- Beating with high differential speed (11.5 m/s) produced fibres of lower coarseness, particularly when the beating was conducted at a high pulp concentration (30%).
- Beating with high relative speed (11.5 m/s) and high pulp concentration (30%) improved indices by: tensile, 17%; burst, 37%; and tear, 10%, when compared with the reference beating conditions using a differential speed of 5.7 m/s, p.c. 10%, and bar clearance 0.2 mm.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors wish to express their gratitude to the Natural Science and Engineering Research Council of Canada and the Organisation of American States (Washington, USA) for their financial assistance in the study.

REFERENCES

- (1) Anonymous - Canada's Forest Inventory, Forestry Canada, 1991.
- (2) Law, K.N. and Valade, J.L. - Status of the Utilization of Jack Pine (*Pinus banksiana*) in the Pulp and Paper Industry, *Can. J. Forest Res.* 24:2078 (1994).
- (3) Law, K.N., Valade, J.L. and Yang, K.C. - Fibre Development in Thermomechanical Pulping: Comparison Between Black Spruce and Jack Pine. *J. Pulp Paper Sci.* 24(2):73 (1998).
- (4) Tyrvaïnen, J., Law, K.N., and Valade, J.L. - Alkaline-Peroxide Inter-Stage Treated Mechanical Pulps from Jack Pine (*Pinus banksiana*) part I : Introduction and Pulp Physical Properties, *Pulp Paper Can.* 98(6): 57 (1997).
- (5) Tyrvaïnen, J., Law, K.N., and Valade, J.L. - Alkaline-Peroxide Inter-Stage Treated Mechanical Pulps from Jack Pine (*Pinus banksiana*) part II : Pulp Optical Properties, Color Reversion, Extractives Content, and Process Simulation. *Pulp Paper Can.* 98(7):26 (1997).
- (6) Lanouette, R., Valade, J.L., Thibault, J., Y., Noël and Iverson, S. - Mise en pâte biomécanique de pin gris (*Pinus Banksiana Lamb.*). *Les papiers du Québec* 7(4): 34, 44 (1996).
- (7) Lanouette, R., Thibault, J., and Valade J.L. - High Yield Pulping of Jack Pine. *TAPPI J.* 81(10): 143 (1998).
- (8) Lanouette, R., Valade, J.L., and Thibault J. - Optimization of an Alkaline Peroxide Inter-stage Treatment of Jack Pine (*Pinus banksiana Lamb.*) Using a D-Optimal Design. *Can. J. Chem. Eng* 75(2): 70 (1997).
- (9) Lanouette, R., Valade, J.L., and Law, K.N. - Influence of Chip Pretreatments on the Reduction of Extractives Content in High-Yield Pulping of Jack Pine. *Intern. Mech. Pulp Conf. Proc.*, Houston, TX, p.123 1999.
- (10) Murphy, D.C. - Mechanical Factors in Beating. *Appita*, 16(1):16 (1962).
- (11) Watson, A.J. and Phillips, F.H. - Beating Characteristics of the PFI Mill. III - Observations Relating to the Beating Mechanism. *Appita* 18(3):84 (1964).
- (12) Watson, A.J., Phillips, F.H., Bain, R.B., and Venter, J.S.M. - Beating at High Concentrations in the PFI Mill. *Appita* 20(2):47 (1966).
- (13) Phillips, F.H., Bain, R.B. and Watson, A.J. - Standardizing Conditions for Beating Eucalypt Pulps in the PFI Mill. *Appita* 23(5):341 (1970).
- (14) McKenzie, A.W. - Beating Characteristics of the PFI Mill: Part V. Beating Performance of a Mill Equipped with Stainless Steel Elements. *Appita* 33(6):437 (1980).
- (15) McKenzie A.W., and Prosser, N.A. - The Beating Action of a PFI Mill. *Appita* 34(4):293 (1981).
- (16) Welch, L.V. and Kerekes, R.J. - Characterization of the PFI Mill by the C-factor. *Appita J.* 47(5):387 (1994).
- (17) Kerekes, R.J. - Characterization of Pulp Refiners by a C-factor. *Nordic Pulp Paper Res. J.* 5(1):3 (1990).
- (18) Miles, K.B., May, W.D., and Kamis, A. - Refining Intensity, Energy Consumption, and Pulp Quality in Two-stage Chip Refining. *Tappi J.* 74(3):221 (1991).
- (19) Stationwala, M.I., Miles, K.B., and Kamis, A. - The Effect of First-stage Refining Conditions on Pulp Properties and Energy Consumption. *J. Pulp Paper Sci.* 19(1):112 (1993).
- (20) Stationwala, M.I. - Production of High Quality and Low Energy Chemithermomechanical Pulp. *Tappi J.* 77(2):113 (1994).
- (21) Sabourin, M., Xu, E., Cort, B., Boileau, I., and Walker, A. - Optimizing Residence Time, Temperature and Speed to Improve TMP Pulp Properties and Reduce Energy. *Pulp Paper Can.* 98(4):T111 (1997).

Revised manuscript received for publication 1.6.99.

ERRATUM

Please note the following corrections to the Peer Reviewed Technical Paper.

Total fractionation and analysis of organic components of industrial *Eucalyptus globulus* kraft black liquor by CARLOS PASCOAL NETO et al. p.213 of the May issue.

- the given name of the second author is EDITO.
- The dimensions of the GC columns on p.214 are 30 m by 0.32 mm and 25 m by 0.15 mm.
- The molar mass of oligosaccharides on p.216 is 1000 M.
- The correct names of the last two aliphatic carboxylic acids in Table 6 (p.217) are:
3-Deoxy-2C-hydroxymethyl-erythro- pentonic acid (γ lactone) (29)
3-Deoxy-2C-hydroxymethyl-threo- pentonic acid (γ lactone) (30)

Our apologies to the authors.

Editor

ANNEXE N

"Influencia de Tres Parámetros de Refinado (PFI), Sobre las Características Fibrosas de una Pulpa de Alto Rendimiento de Pino Gris"

- Article présenté au IX Congrès latino-américain de cellulose et papiers, Medellín, Colombie, le 03 juin de 1999. (18 pp.)

INFLUENCIA DE TRES PARÁMETROS DE REFINADO (PFI), SOBRE LAS CARACTERÍSTICAS FIBROSAS, DE UNA PULPA DE ALTO RENDIMIENTO DE PINO GRIS

Autores: Enrique Gonzales¹, Kwei Nam Law², Jacques L. Valade³

*Centre de recherche en pâtes et papiers
Université du Québec à Trois-Rivières
3351, boul. des Forges, Trois-Rivières,
Québec, Canada, G9A 5H7*

RESUMEN

Se ha estudiado la influencia de las variables de refinado de una pila PFI, tales como la consistencia de la pulpa, el entrehierro en la zona de refinado y la velocidad del rotor interno, sobre las características de las fibras y las propiedades de una pulpa químico-mecánica de alto rendimiento (aprox. 90 %) obtenida a partir de astillas de pino gris (*Pinus banksiana* Lamb.). Se observó que el refinado a 10 % de consistencia influye en una severa reducción de la longitud de fibra, particularmente cuando se aplicó un entrehierro nominal de 0 mm. Por otro lado, el refinado a alta consistencia (30%) junto con una alta velocidad del rotor interno, mayor a la establecida por la norma, mejora la calidad de la fibra y aumenta las propiedades mecánicas de las hojas.

SUMMARY

The influences of the beating variables of a PFI mill, such as stock consistency, clearance between the roll and housing and relative speed, on the characteristics of fibre development of an ultra-high-yield (about 90%) chemimechanical pulp from jack pine (*Pinus banksiana* Lamb.) had been investigated. It was observed that beating at 10% consistency resulted in severe fibre shortening, particularly when a nominal gap of 0 mm was used. On the other hand, high consistency (30%) beating with a higher than the normal relative speed improved fibre quality and increased the mechanical properties of handsheet.

Palabras claves: pila PFI, refinado, *Pinus banksiana*, pulpa químico-mecánica, cizallamiento, propiedades físicas y ópticas

Keywords: PFI mill, beating, *Pinus banksiana*, chemimechanical pulp, shear, physical and optical properties

¹ Profesor, Universidad Nacional Agraria-La Molina, Lima

² Associé de recherche, CRPP, Université du Québec, Trois-Rivières

³ Professeur associé, Dep. Génie chimique, Université du Québec, Trois-Rivières

INFLUENCIA DE TRES PARAMETROS DE REFINADO (PFI) SOBRE LAS CARACTERISTICAS FIBROSAS DE UNA PULPA DE ALTO RENDIMIENTO DE PINO GRIS

ANTECEDENTES

Durante el refinado de la madera del pino gris (*Pinus banksiana* Lamb), la pared espesa de las fibras y el valor elevado de su masa lineal influye en una mayor demanda de la energía necesaria de refinado, mas alta que aquella que requiere el epinette (*Picea mariana*), bajo las mismas condiciones de refinado. A un mismo indice de drenabilidad, las pulpas mecánicas de pino gris, obtenidas en refinador, consumen 25 a 50 % mas de energía que la que necesita el epinette (1-3). En la ultima etapa de refinado, la demanda de energía depende de las características de las fibras y de los parámetros de control de refinado. Como parámetros importantes de refinado se menciona la velocidad de los discos, el entrehierro y la consistencia de la pulpa en el refinador. La energía aplicada a las fibras se interpreta en esfuerzos, de los cuales los mas importantes son el cizallamiento y la compresión, que actúan sobre las fibras modificando su estructura.

Solo dos parámetros definen los resultados de la operación : la velocidad de los discos y el entrehierro entre los discos. Dentro del refinador, a causa de la fuerza centrifuga, ligada a la velocidad, las fibras son comprimidas entre las superficies de las barras al mismo tiempo que se produce una separación de fases sólido-fluido y las fibras forman una capa delgada donde son sucesivamente sometidas a los esfuerzos de refinado. Estos esfuerzos comprimen las fibras hasta el aplastamiento parcial o total del lumen, pero el efecto es reversible cuando la carga es retirada. La fuerza centrifuga producida por la rotación de los discos es controlada por la masa húmeda de la pulpa y por la velocidad del refinador. La fuerza centrifuga provoca la ondulación de las fibras durante el aplastamiento. Las fibras son igualmente sometidas a los esfuerzos de flexión de elongación y de compresión aplicados sobre su longitud cuando ellas son llevadas a través de la zona de refinado (4-7).

En Canada, el pino gris es una de las importantes especies de madera pulpable, junto con el epinette y el abeto (*Abies balsamea*) (2, 8-13). La madera del pino gris es utilizada como materia prima dentro de la industria papelera, principalmente en el proceso químico kraft. Pero, el uso de la madera de pino gris esta limitada a los procesos mecánicos a causa de ciertas propiedades de las fibras como su masa lineal elevada y alto contenido en materias extractibles, perjudiciales al proceso y a la calidad de la pulpa obtenida (14-16). Diferentes estudios han demostrado que las pulpas mecánicas refinadas de pino gris, requieren una alta energía de refinado ademas de dar una baja resistencia del papel, al compararla en las mismas condiciones con el papel obtenido a partir de la madera de epinette (17).

El principal objetivo de este trabajo fue el estudio del efecto combinado de los esfuerzos de refinado, cizallamiento y compresión, aplicados durante la etapa del desarrollo de las propiedades de las fibras de una pulpa de alto rendimiento de pino gris. La influencia combinada de los esfuerzos es estudiada en función de la modificación de las variables entrehierro, velocidad y consistencia de pulpa en el refinador. Para cumplir el objetivo, se ha utilizado la pila refinadora PFI. La utilización de este refinador de laboratorio permite el estudio de las variables mencionadas en una gran amplitud. Como material de estudio, se ha utilizado una pulpa químico-mecánica al sulfito (SCMP) de pino gris, en razón de las propiedades morfológicas de sus fibras, particularmente su pared espesa, lo que ofrece la oportunidad de evaluar la respuesta de este tipo de fibras a las condiciones aplicadas en el refinador PFI.

4.3 Metodología

Obtención de la pulpa por el proceso químico-mecánico al sulfito (SCMP)

Se utilizaron astillas industriales de pino gris, provenientes de trozas frescas, colectadas en un aserradero de la región de St. Séverin, Québec, Canada. Las astillas colectadas se pasaron por un clasificador de discos del tipo Rader modelo 2215, con la selección de la fracción de 2 a 4 mm de espesor, para el estudio. Luego, las astillas de pino gris fueron sometidas al tratamiento químico de un proceso químico-mecánico al sulfito (SCMP). Las condiciones de este proceso permiten la obtención de una pulpa de alto rendimiento por sulfonación y un debilitamiento de la lámina media, lo que facilita la separación de las fibras en la primera etapa de refinado. Las astillas clasificadas de pino gris fueron tratadas dentro de un digestor de laboratorio M/K System, de aprox. 6 L de capacidad. El digestor está equipado con una bomba de recirculación del licor y un sistema de calentamiento eléctrico. Las condiciones de cocción dentro del digestor son las siguientes: temperatura máxima de cocción 160° C; tiempo de cocción, a la temperatura máxima, 45 minutos; concentración del licor al sulfito 50 g Na₂SO₃/L; relación licor/madera 6/1; masa de astillas por cada cocción (bps) 700 g (incluye 50 g para cálculo de rendimiento). El número total de cocciones fue de 24. Todas las muestras de astillas fueron sometidas a las mismas condiciones de cocción. El rendimiento de cada cocción (r %) fue determinado sobre una muestra de astillas de 50 g (bps). Los rendimientos de cocción obtenidos se ubican entre 89,7 % ± 3,63 %. Luego de cada cocción, las astillas tratadas fueron lavadas y colocadas dentro de un saco de plástico y guardadas en frío. Luego se hizo una mezcla homogénea con las astillas de las 24 cocciones y finalmente llevadas hacia la primera etapa de refinado.

Las astillas tratadas fueron desfibradas en un refinador de discos, de planta piloto, modelo Sunds Defibrator CD300. Los discos utilizados son del tipo R3809, para el rotor, y R3801 para el stator. Cada disco tiene una zona de barras gruesas de 5 cm y una zona de refinado de 4 cm. El diseño de las barras y ranuras es el mismo para los discos

cónicos : largo de barra 1,5 mm, profundidad de ranura 2 mm y espacio entre las barras 15 mm. Las condiciones de trabajo con el refinador Sunds Defibrator fueron las siguientes: entrehierro entre los discos planos 0,6 mm ; entrehierro entre los discos cónicos 1,8 mm; consistencia de la pulpa en la salida 12 a 14 % ; dilución dentro de la zona de refinado 2,65 L/min ; tasa de producción media (bps) 0,65 kg/min; índice de drenabilidad 730 mL; energía específica 1,38 GJ/t. Posteriormente, la pulpa es lavada, colocada dentro de sacos de plástico y guardada en una cámara de frío. Las fibras de la pulpa SCMP, son particularmente convenientes a nuestro estudio porque ellas están bien separadas y solo han sufrido modificaciones mínimas dentro de su forma y estructura. Esta información es relativamente válida cuando el índice de drenabilidad de la pulpa se sitúa entre 700 a 750 mL, luego del primer refinado.

El refinado PFI

Las variables del refinado PFI elegidas fueron: la consistencia de la pulpa, el entrehierro entre las barras del rotor interno y la pared interna del rotor externo, y la velocidad de rotación del rotor interno. Las condiciones normales de trabajo dentro de la pila de refinado PFI son aquellas indicadas en la norma ACPP C.7, mencionadas a continuación: masa de pulpa a refinar 24 g (bps); velocidad de rotación del rotor externo 720 rpm; velocidad diferencial entre los rotores 5,85 m/s; presión sobre la barra del rotor interno 3,4 kg/cm. Se ha fijado un valor total de 25000 revoluciones para el rotor interno, a fin de obtener un índice de drenabilidad entre 400 a 500 ml CSF. Para el presente estudio, los valores de operación para las tres variables en estudio son : consistencia de la pulpa 10*, 20 y 30 %; entrehierro** entre los rotores 0, 0,1 y 0,2* mm; velocidad de rotación del rotor interno 900, 1440* y 2000 rpm. En el estudio se utilizó un plan experimental factorial completo 3³ para la aplicación de las variables de refinado. Los valores de las velocidades de rotación de los rotores y sus velocidades diferenciales son mostrados en el cuadro 01.

(*) valores de funcionamiento indicados según la norma

(**) distancia medida en posición inicial entre los rotores dentro de la pila PFI sin carga.

TABLA 01: Velocidad lineal (VI) en los rotores de la pila de refinado PFI

Velocidad de rotación		VI del rotor interno ¹	VI del rotor externo ²	Diferencial de VI
rotor interno rpm	Rotor externo rpm	(m/s)	(m/s)	(m/s)
900	720	9,4	9,4	0
1440	720	15,1	9,4	5,7
2000	720	20,9	9,4	11,5

⁽¹⁾ diámetro del rotor interno: 0,20 m ; ⁽²⁾ diámetro interior del rotor externo: 0,25 m.

La fuerza de cizallamiento (τ) es calculada a partir de una ecuación empírica, de Hietanen y Ebeling (18) obtenida a partir de la ecuación de Otswald de Waele, para cada valor de velocidad de rotación del rotor interno y del entrehierro entre los rotores. Los valores de la fuerza de cizallamiento son presentados en la tabla 02.

TABLA 02: Fuerzas de cizallamiento en 3 niveles de velocidad en la pila PFI.

Velocidad del rotor interno	Fuerza de cizallamiento (N/m ²)		
	Entrehierro entre los rotores		
	0 mm*	0,1 mm	0,2 mm
900 rpm	0	0	0
1440 rpm	188,7	56,6	28,3
2000 rpm	384,0	115,2	57,6

(*) con el fin de obtener un resultado limite de cizallamiento, según la ecuación de Hietanen y Ebeling, este valor a sido remplazado por el de 0,03 mm, que corresponde al ancho medio de una fibra de pino gris.

Caracterización de las pulpas

La pulpa refinada fue desintegrada según la norm ACPP C.9P, pero utilizando agua entre 90° a 95°C de temperatura, con el fin de eliminar la latencia de las fibras obtenida en la primera etapa de refinado. La consistencia de la pulpa refinada se determinó según la norma ACPP D.16 y el índice de drenabilidad (“freeness”) según la norma ACPP C.1. La clasificación de fibras, Bauer McNett, se hizo según la norma TAPPI T 233 cm-82. El índice de retención de agua según el método TAPPI UM 256. La longitud de fibras y su masa lineal fueron obtenidas utilizando el analizador de calidad de fibras FQA (Fiber Quality Analyzer) de OpTest Inc. El principio de este analisis se basa en la norma TAPPI T 271 om-98.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La energía de refinado no fue evaluada durante el presente estudio, pero se eligió un número constante de revoluciones, 25 000, durante el refinado en la pila PFI. Luego de la primera etapa de refinado, en el refinador Sunds Defibrator CD300, se obtuvo una pulpa con un índice de drenabilidad relativamente elevado, de 730 mL CSF. Este valor corresponde al de una pulpa con fibras poco modificadas y baja contenido de finos.

TABLA 03: Caracterización de la pulpa SCMP

CARACTERÍSTICA	Fracción (%)	Lf* (mm)
Pulpa entera	PE	2,73
Fracciones Bauer McNett	R14	54,6
	R28	27,6
	R48	8,9
	R100	3,3
	R200	1,2
	P200	4,4

Lf: longitud de fibra ; (*) : media ponderada en peso

Los resultados obtenidos con el clasificador Bauer McNett corroboran esta hipótesis sobre la pulpa obtenida. El resultado correspondiente a la fracción R14 de la pulpa es superior a 54 %. Sin embargo, si se considera todas las fibras con dimension mayor o igual a aquellas de la fracción R48, el porcentaje es superior a 90 %. Dentro de este grupo de fibras, su longitud ponderada es superior a 1,76 mm. En el caso de los finos, según el analisis FQA, el porcentaje, ponderado en longitud, de la fracción de finos de la pulpa entera es de 3,7 %. Estos finos estan conformados por elementos de una talla inferior a 0,2 mm. Pero, la fracción de finos P200 de la pulpa evaluada es de 4,4 %. En el clasificador Bauer, una parte de estos elementos, aparentemente, han atravesado un tamis con una talla mas pequeña que aquella del elemento que la atraviesa. Probablemente, este efecto es debido a la posición del elemento frente al tamis durante la clasificación. En cuanto a la masa lineal, fraction R28, de la pulpa estudiada, el valor obtenido, de 0,358 mg/m, es próximo al de la masa lineal de las fibras de la madera no tratada, de la misma especie (0,35 mg/m). Según este resultado, luego de la primera etapa de refinado, aparentemente hubo una mínima modificación de la masa de la pared celular de la especie utilizada. Con relación al indice de retención de agua (IRA), el valor de la pulpa entera, 170 %, es similar al de la fracción R28, 171 %. A causa de los esfuerzos aplicados durante la primera etapa del refinado, las fibras son separadas y arrancadas, dejando expuestas ciertas areas de las capas internas de la fibra. Este efecto y tambien aquel de la sulfonación de la fibra, como resultado de la cocción, favorecen la hidratación de las fibras, aún a un índice CSF elevado. La fracción R28 proviene de la pulpa entera, y teoricamente, las características de hidratación en los dos tipos de fibras son similares.

Caracterización de las fibras de las pulpas tratadas en el refinador PFI

Indice de drenabilidad (CSF)

La representación gráfica de los resultados del índice de drenabilidad demuestran que los valores CSF cambia en función de las variables de refinado.

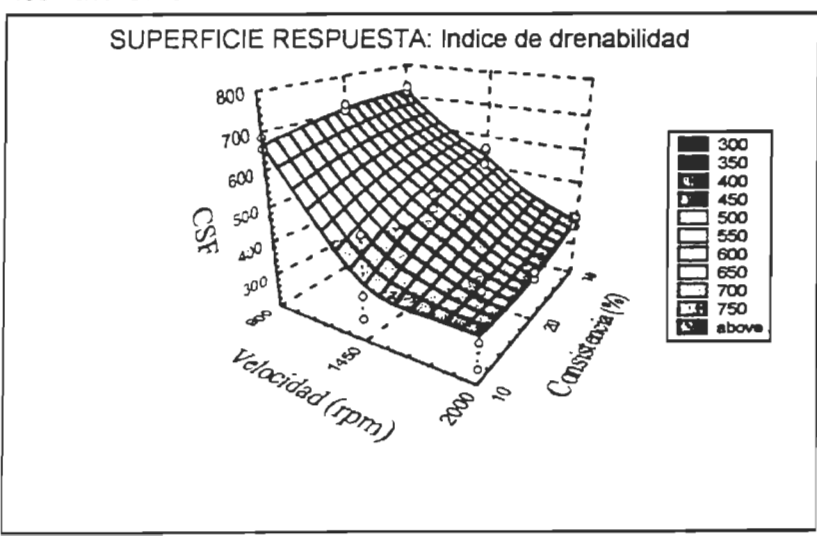


FIGURE 01: Superficie respuesta del índice de drenabilidad (CSF) en función de la velocidad del rotor interno y de la consistencia de la pulpa.

En la figura 01 se observa que la disminución de los valores CSF es mínima mientras la velocidad de rotación del rotor interno es baja. Pero, la disminución de los valores CSF es mas pronunciada cuando aumenta la velocidad del rotor interno. A causa de este aumento de velocidad y la velocidad diferencial entre los rotores (Vd), aumentando la fuerza de cizallamiento (Fc) lo que concuerda con la ecuación de Hietanen y Ebeling (18). Como consecuencia, el índice de drenabilidad de las pulpas estudiadas disminuye con el aumento de Fc aplicado durante cada refinado. De igual modo, las variaciones de los valores CSF de las pulpas de alto rendimiento son fuertemente influenciadas por la presencia de finos. Estos finos se forman como consecuencia de los efectos de refinado, como la fibrilación y el corte de las fibras. Según estos resultados, la cantidad de finos formados durante el refinado aumenta, aparentemente, bajo el efecto de la fuerza de cizallamiento. Cuando la consistencia es de 10 % y el entrehierro de 0 mm, las variaciones de los valores CSF parecen ser mas amplias que aquellas obtenidas con un entrehierro de 0,1 mm o de 0,2 mm. La disminución del entrehierro entre los rotores provoca un aumento de Fc y la cantidad de finos de las pulpas refinadas debería, por consecuencia, aumentar proporcionalmente a Fc. Sin embargo, a 20 y a 30 % de consistencia, no se encontró diferencias entre los valores de CSF en función de la disminución del entrehierro entre los rotores. Esta observación indica que el entrehierro entre los rotores tiene un efecto de refinado importante solamente cuando la consistencia es baja (10 %). El efecto del entrehierro es poco importante a consistencia elevada (20 o 30 %). La baja consistencia de la pulpa durante el refinado favorece los contactos fibra–barra. Aparentemente, los numerosos contactos fibra–barra favorecen los efectos sobre las fibras incluyendo la formación de finos en la pulpa. Este efecto esta en relación directa con los valores del índice de drenabilidad ,CSF, de las pulpas estudiadas.

6.1.2 Fracción Bauer R14

De la clasificación Bauer McNettlpapas de las pulpas estudiadas, los resultados en la fracción R14 son considerados como una manera de evaluar el efecto de refinado sobre las fibras largas.

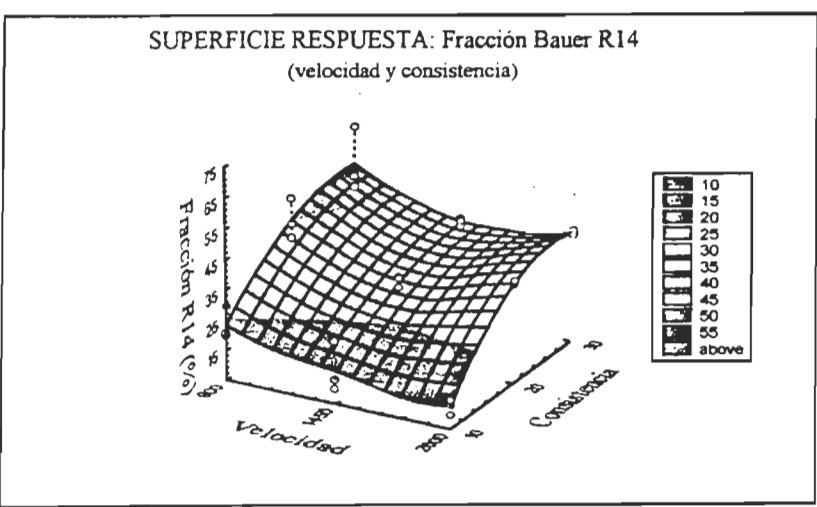


FIGURE 02: Superficie respuesta de la fracción R14 en función de la velocidad de rotor interno y la consistencia de la pulpa.

En la figura 02 se observa una disminución del porcentaje de la fracción R14 en función de la velocidad del rotor interno. La disminución del porcentaje de esta fracción pareciera es provocada por un valor de F_c elevado, ella misma debido a la aumentación de V_d . Sin embargo, los efectos de la consistencia sobre la fracción R14 se reducen cuando la velocidad del rotor es muy elevada (mayor a 2000 rpm).

Los efectos de las variaciones de la consistencia, son mas pronunciados, aparentemente, que aquellos que se producen por las variaciones del entrehierro entre los rotores. En razón de la disminución de la consistencia de la pulpa, el efecto de acortamiento de las fibras durante el refinado es mas importante. Por consecuencia, la longitud media de las fibras disminuye aparentemente y la fracción R14 es reducida progresivamente. Una consistencia elevada de refinado provoca numerosos contactos fibra-fibra que reducen los efectos de delaminación y de acortamiento durante el refinado de las fibras de las pulpas estudiadas.

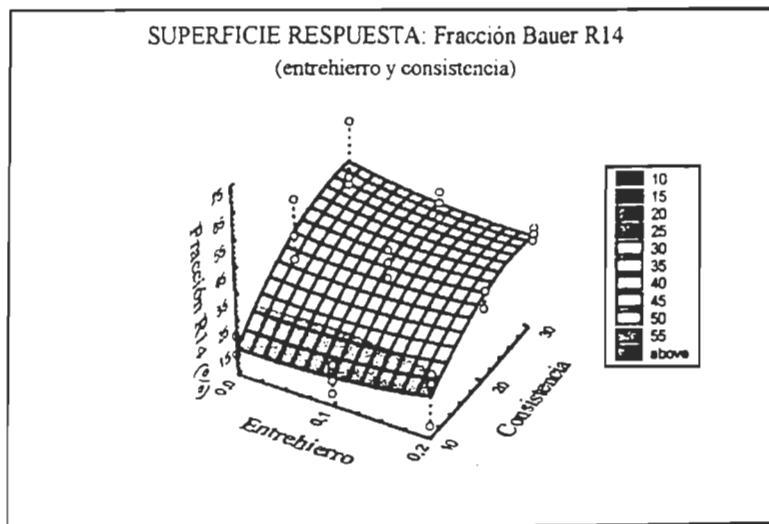


FIGURA 03: Superficie respuesta de la fracción R14 en función del entrehierro y la consistencia de la pulpa.

En lo concerniente al entrehierro entre los rotores, (figura 03) a 10 % de consistencia, cuando ellos son 0 mm y 0,1 mm, las reducciones de la fracción R14 parece son mas amplias que aquellas obtenidas con un entrehierro de 0,2 mm. Estas variaciones de la fracción R14, concernientes al entrehierro entre los rotores, son parecidas con las consistencias de 20 % y 30 %. Las reducciones de la fracción R14 son mas importantes a 10 % de consistencia, hasta un cierto valor de velocidad del rotor interno. Estas observaciones indican que con un entrehierro menor a 0,1 mm y a 10 % de consistencia, hay un efecto mas importante sobre la reducción de la fracción R14 durante el refinado de las pulpas estudiadas.

Indice de retención de agua (IRA)

En el caso de la evaluación de la pulpa entera (IRA-PE), existe una influencia significativa de los efectos de las dos variables, consistencia de la pulpa y velocidad del rotor interno, sobre los valores de IRA-PE. La representación grafica de los efectos de estas variables es mostrada en la figura 04.

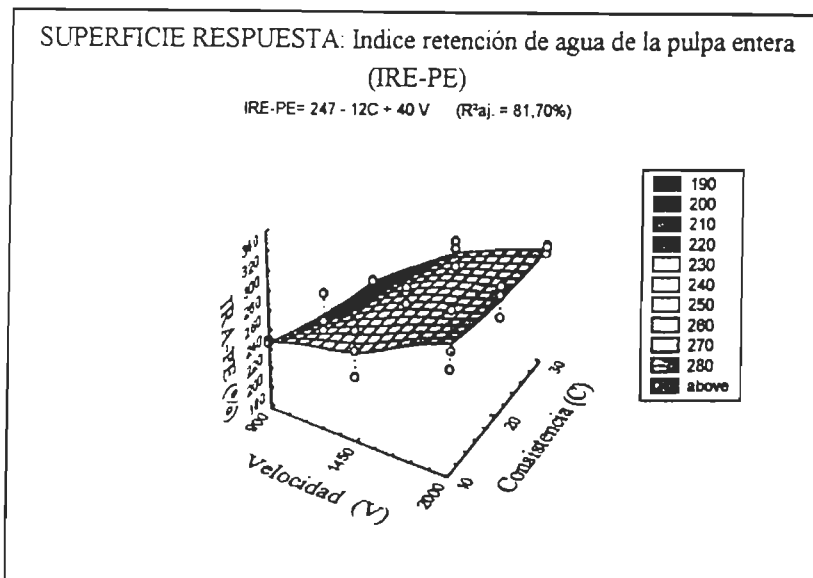


FIGURE 04: Superficie respuesta del índice de retención de agua de la pulpa entera (IRA-PE) en función de las variables velocidad del rotor interno y consistencia de la pulpa.

El aumento en la velocidad del rotor, que provoca una elevación de F_c , influye de manera directa sobre los valores de IRA-PE. Dos razones, entre otras, explican este efecto. En razón de la F_c elevada, hay una mayor reacción sobre las fibras y por consecuencia, del esfuerzo sobre la pared celular et del grado de fibrilación de las fibras. La fibrilación favorece la hidratación de la pulpa, a causa de la mayor área expuesta de un superficie importante de las capas internas de la fibra. Esta área expuesta, hidrófila, corresponde principalmente a la capa S_2 . La pulpa estudiada, sin embargo, con fibras de pared gruesa y cubierta de lignina de la lámina media, reacciona fuertemente al esfuerzo aplicado. Este esfuerzo, por consecuencia, podría ser perjudicial a las fibras y favorecer la formación de finos en la pulpa. Los finos tienen también una cierta capacidad de hidratación. Ellas pueden ser saturadas fácilmente por las moléculas de agua, lo que aumenta los valores de IRA de la pulpa. La variable consistencia de la pulpa tiene también una influencia significativa sobre los valores de IRA-PE. Este efecto, sin embargo, es inverso al de la velocidad y de menor importancia. La disminución de la masa de agua, en la pulpa a alta consistencia, es probablemente contraria al grado de hidratación de las fibras. Las variables consistencia y velocidad tienen también una influencia significativa sobre los valores de índice de retención de agua de la fracción R28 (IRA-R28). La explicación de esta variación es análoga a aquella descrita para el IRA-PE. Según el análisis de variancia (ANVA), no se encontró influencia de la variable entrehierro entre los rotores sobre los valores de IRA-PE y IRA-R28.

Análisis FQA

Longitud de fibra

Según el análisis estadístico, las variables consistencia de la pulpa y la velocidad del rotor interno mostraron una influencia significativa sobre las variaciones de la media ponderada de la longitud de fibra de la pulpa entera (Lf-PE). Se ha constatado igualmente una influencia significativa, de tipo cuadrática de las mismas variables, lo que explica el aspecto de la superficie respuesta, mostrada en la figura 05.

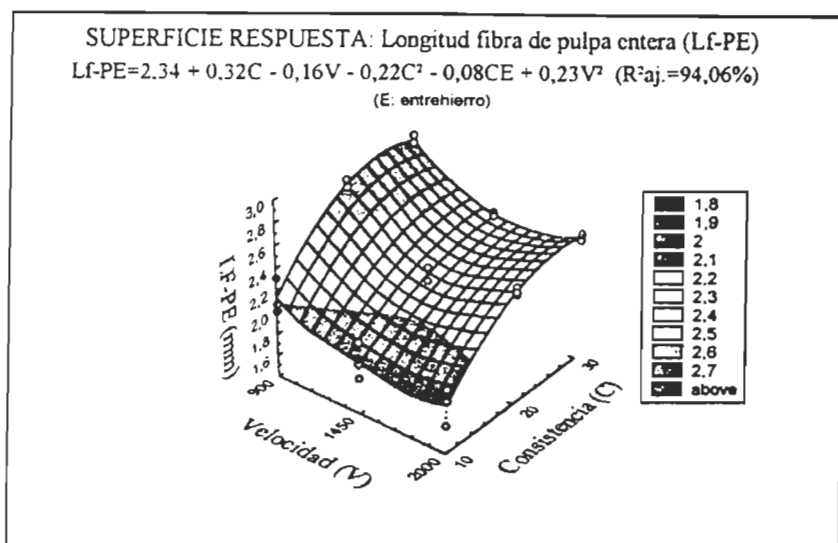


FIGURE 05: Superficie respuesta de la longitud de fibra, pulpa entera, en función de la velocidad de rotor interno y la consistencia de la pulpa.

La influencia de la consistencia es directa sobre el valor medio de Lf-PE. El refinado de las pulpas mecánicas a baja consistencia provoca la disminución del tiempo de permanencia de las fibras en la zona de refinado. En consecuencia, la baja consistencia influye en una mayor frecuencia de impactos. Además, dentro del refinado a baja consistencia, son numerosos los contactos entre las fibras y las barras del rotor. Probablemente, estos dos efectos, en la baja consistencia del refinado PFI, influyen en un acortamiento de las fibras. En el caso contrario, la consistencia elevada de refinado favorece una menor frecuencia de impactos y mayor número de contactos fibra-fibra. Estos dos efectos son favorables a la obtención de una fracción importante de fibras sin efecto de corte (19). El término cuadrático de la variable consistencia indica, sin embargo, un efecto negativo a partir de una cierta consistencia de refinado. Este efecto resulta, probablemente, de la baja cantidad de agua dentro de la zona de refinado a consistencia elevada. En el caso de la velocidad, hay una relación inversa entre esta variable y Lf-PE. La mayor velocidad del rotor interno de la pila PFI favorece el aumento de F_c y de la frecuencia de los impactos, con el consiguiente efecto negativo sobre la longitud media de las fibras (19). El término cuadrático de la variable velocidad indica que el efecto de la reducción de la longitud de fibra, probablemente, es menos sensible a partir de un cierto valor de velocidad del rotor interno de la pila PFI.

Asimismo, se encontró una influencia combinada de las variables consistencia y entrehierro ejercida de manera directa sobre los valores de Lf-PE. Este efecto, sin embargo, es mínimo, tal como lo indica el coeficiente de regresión de la interacción (-0,08) por comparación a la constante general del modelo, 2,34. La presión aplicada al rotor interno dentro de la pila PFI no es, probablemente, suficiente para provocar un efecto de refinado importante, sobre las fibras estudiadas. Por consecuencia, la reducción del entrehierro no provoca ningún efecto significativo de refinado sobre las fibras de pino gris de pared espesa. La presión standard fijada por la norma (20) conviene mas bien para el refinado de las pulpas químicas y semi-químicas. La explicación de la influencia de estas variables sobre Lf-R28 es análoga a aquella descrita pour la pulpa entera.

Masa lineal de fibras

Según el análisis estadístico, los valores de la masa lineal de la fracción Bauer R28 (ML-R28) son influenciados de manera significativa por la variable velocidad del rotor interno y por la interacción consistencia-velocidad. La representación gráfica de la superficie respuesta de ML-R28 en función de la consistencia y de la velocidad es mostrada en la figura 06.

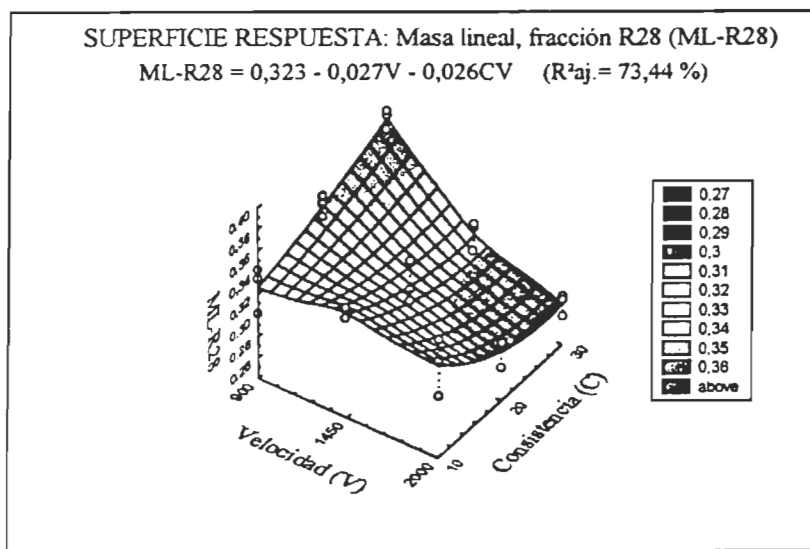


FIGURE 06: Superficie respuesta de la masa lineal, fracción R28, en función de la velocidad del rotor interno y de la consistencia de la pulpa.

Durante el refinado, el aumento de la velocidad, del rotor interno, favorece el aumento la frecuencia de los impactos y las fuerzas de fricción sobre las fibras. La fuerza F_c , entre otras, actúa sobre la pared celular, desarrollando las propiedades de las fibras. Como resultado de esta acción, la pared de la fibra es delaminada ("peeling off"), lo que implica la eliminación de las capas exteriores de la pared celular de la fibra y la reducción de la masa lineal de las fibras y su adelgazamiento (21). La superficie respuesta pone en evidencia la influencia de la interacción entre las variables velocidad y consistencia de la pulpa sobre los valores de ML-R28. En nuestro estudio, la

combinación de una velocidad y de una consistencia elevadas produce fuerzas elevadas de fricción fibra-fibra que favorecen, dentro de las fibras, una delaminación y por consecuencia una reducción de la masa lineal máxima. Sin embargo, a una baja consistencia, el efecto de la velocidad es poco importante y la disminución de los valores de ML-R28 se explica por una influencia de fuerzas de tipo fibra-barra. Estas fuerzas provocan, al mismo tiempo, una disminución de la longitud de fibra. En el caso del entrehierro, la evaluación estadística indica que no hay influencia significativa de esta variable durante el refinado de la pulpa SCMP del pino gris. En el presente estudio, bien que hubo una reducción del entrehierro, la presión aplicada en el rotor interno permaneció constante durante todos los refinados efectuados en la pila PFI. Esta presión, definida en la norma de refinado con la pila PFI, probablemente, no ha sido lo suficiente para influir sobre los valores de la masa lineal de las fibras de la pulpa SCMP de pino gris.

Finos

Según el análisis estadístico los valores de los finos FQA de las pulpas refinadas, son influenciados significativamente, de manera inversa, por la consistencia de la pulpa, y de manera directa por la velocidad del rotor interno. La superficie respuesta de los finos FQA es mostrada en la figura 07.

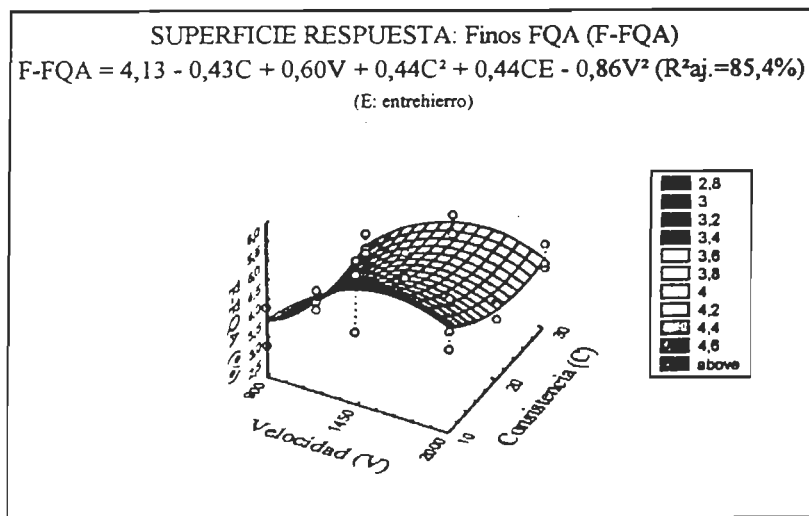


FIGURA 07: Superficie respuesta de la fracción de finos FQA en función de la velocidad del rotor interno y de la consistencia de la pulpa.

La producción de finos resulta del corte de las fibras, de la delaminación y del desprendimiento de elementos de la pared de las fibras. El refinado a baja consistencia favorece el aumento de la frecuencia de impactos y del número de contactos fibra-barra, los que favorecen la formación de finos. De igual modo, con una alta velocidad del rotor interno se tiene valores elevados de F_c y de la frecuencia de impactos, lo que favorece la formación de finos. El análisis estadístico indica que también hay una influencia significativa de la interacción entre la consistencia de la pulpa y del entrehierro entre los

rotadores, lo que favorece, aparentemente, la formación de los finos. Comparando los coeficientes de regresión de los efectos, aquellos que presentaron una influencia significativa sobre los valores de finos FQA son los mismos que aquellos que influyen sobre la longitud de fibra, pero con el signo contrario. Aparentemente, durante el efecto de acortamiento de las fibras, se forman elementos que, ulteriormente, se integran a la fracción de finos FQA. En este estudio, los finos corresponden a aquellos elementos de una talla inferior a 0,2 mm de longitud, según la calibración efectuada en el analizador FQA.

Propiedades físicas

Volumen específico

El incremento de la densidad de la hoja o el recíproco valor del volumen específico fue una directa consecuencia del tratamiento aplicado sobre las fibras, en la pila PFI. Las variables velocidad del rotor interno y consistencia de la pulpa influyeron significativamente sobre los resultados del volumen específico. La superficie respuesta de este resultado se encuentra en la figura 08.

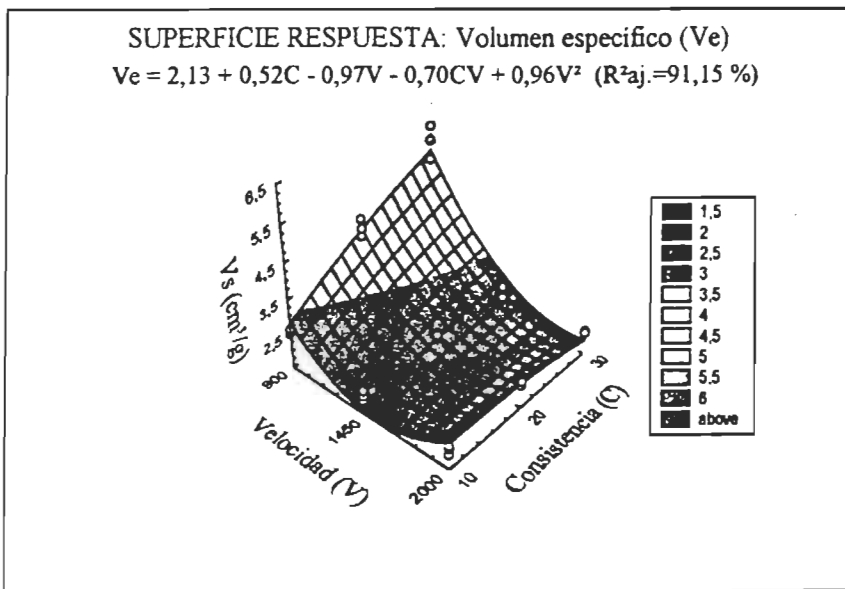


FIGURE 08:
 Superficie respuesta del volumen específico en función de la velocidad del rotor interno y la consistencia de la pulpa.

El volumen específico de una hoja está influenciada por la flexibilidad de las fibras, por la cantidad de enlaces entre las fibras y por la presencia de finos. Inicialmente, hay muy poca flexibilidad la causa de la pared gruesa de las fibras de la pulpa SCMP de pino gris. Pero como consecuencia del aumento de la fuerza F_c , se produce el desarrollo de las propiedades de las fibras y la formación de finos. Estos efectos de refinado contribuyen a la formación de una hoja densa o de un bajo valor de volumen específico.

En el caso de un refinado a baja consistencia (10 %), probablemente la densidad de la hoja es afectada por el acortamiento de las fibras y la formación de una mayor cantidad de finos. En el caso de las fibras refinadas a 30 % de consistencia, hay una influencia de la reducción de la masa lineal de las fibras y un aumento en su flexibilidad.

Coefficiente de difusión (s)

Los valores de esta propiedad se encuentran en un rango bajo, entre 22 a 29 m²/kg, debido al bajo volumen específico de las fibras refinadas. La superficie respuesta de estos resultados es mostrada en la figura 09.

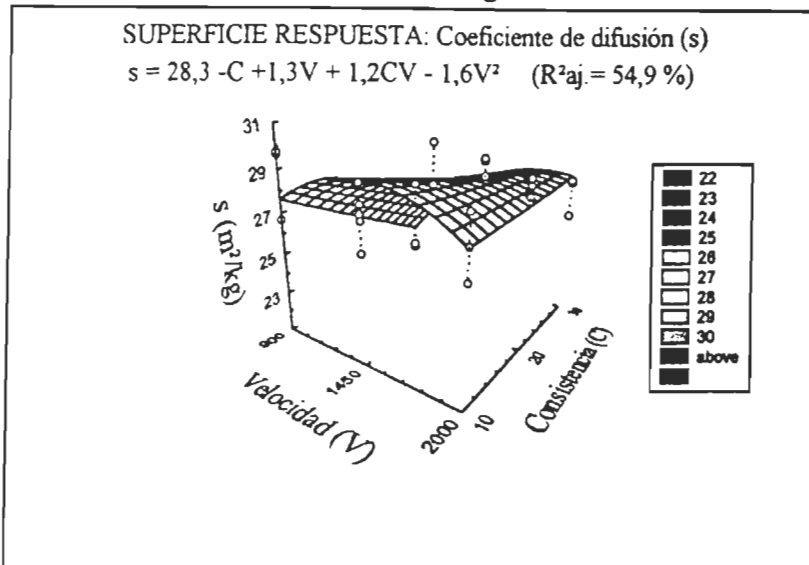


FIGURE 09: Superficie respuesta del coeficiente de difusión en función de la velocidad del rotor interno y de la consistencia de la pulpa

Particularmente, la pulpa refinada a 30 % de consistencia y baja velocidad del rotor, presenta un bajo valor s . Esto es debido al alto valor del volumen específico (ver figura 08). La red fibrosa de la hoja contiene fibras las cuales prácticamente no son afectadas por el proceso de refinado, además de que la cantidad de finos es baja, lo que contribuye a un bajo valor del coeficiente de difusión. En el caso contrario, los finos que se forman como consecuencia de la mayor velocidad de refinado afectan en sentido directo el coeficiente de difusión. Aparentemente, los finos provenientes de fibras, de pared gruesa, mantienen numerosas zonas de interfase dentro de la hoja. Esta característica contribuye a un valor elevado del coeficiente de difusión, para un valor elevado de velocidad de refinado.

La aplicación de una velocidad muy alta, (efecto cuadrático de la velocidad) contribuye a una disminución del coeficiente de difusión. Aparentemente, en este caso, la estructura rígida de los fibras y finos es alterada por la aplicación de una fuerza de cizallamiento elevada. Como consecuencia, las fibras, más flexibles, aumentan sus zonas de enlace, se reduce las interfaces fibra-aire y finalmente se reduce el valor de coeficiente de difusión.

Índice de rasgado

Los valores de resistencia al rasgado tienden a disminuir como consecuencia de una velocidad de refinado elevada en la pila PFI. En la figura 10 se observa la superficie respuesta de esta propiedad.

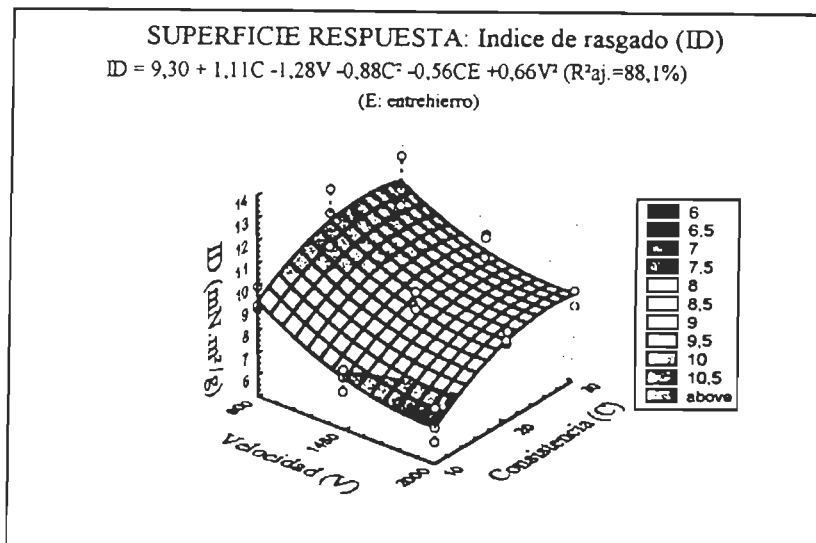


FIGURE 10: Superficie respuesta del índice de rasgado en función de la velocidad del rotor interno y la consistencia de la pulpa.

La disminución del rasgado fue particularmente pronunciada cuando el refinado se llevó a cabo a una baja consistencia (10%) lo que causó una mayor reducción de la longitud fibra, en comparación al refinado a alta consistencia (30%). En relación con las condiciones normales de refinado, el refinado a alta velocidad y alta consistencia mejora los resultados en rasgado. En general, las variaciones del índice de rasgado son atribuidas a los cambios en la longitud de la fibra. A juzgar por los coeficientes de regresión, las variaciones del índice de rasgado y la longitud de fibra, pulpa entera, son explicadas por la influencia de las mismas variables e interacciones.

Índice de tensión

En la figura 11 se observa la superficie respuesta de esta propiedad física, en función de las variables velocidad y consistencia. El índice de tensión es un valor que bien representa la capacidad de enlaces, lo que depende del grado de fibrilación. El índice de tensión aumenta como consecuencia de la mayor área de contacto entre las fibras. De los resultados, en la figura, se observa que a una consistencia de 30%, los valores del índice de tensión son mas bajos que aquellos obtenidos a 10 y 20 %. Aparentemente, el efecto de fibrilación de las fibras es mínimo a una consistencia elevada de refinado. A esta consistencia, el número de contactos fibra-fibra es mas elevado que aquel obtenido a una baja consistencia. Los contactos fibra-fibra influyen en un débil esfuerzo de cizallamiento, comparado con aquel que se obtiene entre los contactos fibra-metal.

De la misma manera que la baja consistencia, la alta velocidad de refinado favorece el grado de fibrilación y por consiguiente, los valores de índice de tensión con las pulpas estudiadas.

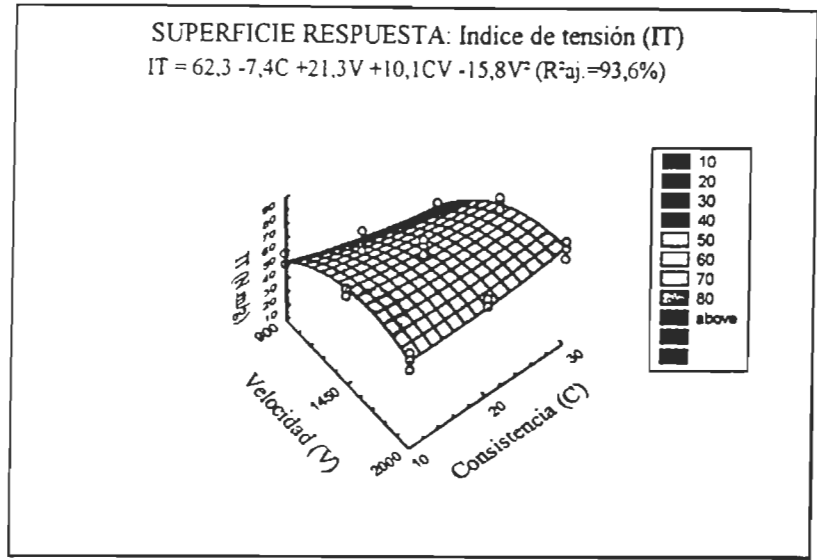


FIGURE 11: Superficie respuesta del índice de tensión en función de la velocidad de refinado y la consistencia de la pulpa.

CONCLUSIONES

Las conclusiones resultantes de los resultados obtenidos en este estudio son los siguientes:

- Cuando se compara la alta consistencia de refinado (30%), el refinado a baja consistencia (10%) muestra un mayor grado de reducción de la longitud media de las fibras, generando una mayor cantidad de finos.
- El refinado a 30 % de consistencia favorece el desarrollo de las propiedades de las fibras, por reducción de la masa lineal fibrosa, mientras que a 10 % de consistencia se promueve el corte de fibras.
- El aumento en una acción de compresión sobre la masa fibrosa, por reducción del entrehierro entre las superficies de refinado (de 0,2 a 0 mm) resulta, en apariencia, en un mayor grado de ruptura y corte de fibras.
- El refinado con alta velocidad en el rotor interno de la pila PFI produce fibras de baja masa lineal fibrosa, particularmente cuando el refinado se efectúa a alta consistencia.
- El refinado con alta velocidad en el rotor interno y alta consistencia en la pila PFI mejora las propiedades de resistencia de las pulpas estudiadas.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su agradecimiento al Consejo de Investigación en Ciencias Naturales e Ingeniería de Canadá y a la Organización de Estados Americanos por su contribución para el desarrollo del presente estudio.

REFERENCIAS

1. Mackey, A., Ehrlich, A., Murphy, D., McLaren, H., « Pulp & Paper 1997 North American Factbook », PPI/Miller Freeman, San Francisco, USA, pp. 87-127, 362-421 (1997).
2. Cayford, J., Bickerstaff, A., « Forêts artificielles du Canada », Ministère de l'Environnement, Ottawa, Canada, pp. 44-47 (1972).
3. Garceau, J., « Importance, évolution et caractéristiques des pâtes mécaniques », Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques, ACPP, Montréal, Canada, pp. 5-18 (1989).
4. Pearson, A., « A Unified Theory of Refining », Pulp&Paper Tech., ser. n° 6, ACPP/TAPPI, Montréal, Canada, pp. 3-20, 65-81 (1990).
5. Atack, D., « Towards a Theory of Refiner Mechanical Pulping », Paprican, Montréal, Canada, pp. 1-8 (1980).
6. Miles, K., May, W., « The Flow of Pulp in Chip Refiners », J. Pulp and Paper Sci. 16 (2) : J63-J71 (1990).
7. Stationwala, M., Atack, D., Wood, J., Wild, D., Karnis, A., « The Effect of Control Variables on Refining Zone Conditions and Pulp Properties », Paperi ja Puu 73 (1) : 62-69 (1991).
8. Edlin, H., Nimmo, M., « The Illustrated Encyclopedia of Trees », Timbers and Forests of the World, Harmony Books, N.Y., USA, pp. 118-119 (1978).
9. Harlow, W., Harrar, E., « Textbook of Dendrology », 4è éd., McGraw-Hill, New York, USA, pp. 83-87 (1958).
10. Maltby, P., Rahman, L., Tay, C., « Brightness and Colour of Ultra-High Yield Pulp from Jack Pine by Sulphite/SAQ Pulping », Proc. Pulping Conf., TAPPI, Washington D.C., USA, pp. 319-324 (1987).
11. Manning, G., Grinnell, H., « Les forêts du Canada : la ressource et son utilisation d'ici l'an 2000 », Ministère de l'Environnement du Canada, Ottawa, Canada, pp. 35-76 (1974).
12. Mullins, E., McKnight, T., « Les bois du Canada : leur propriétés et leur usages », éd. Pélican, Service canadien des forêts, Montréal, Canada, pp. 25-66 (1981).
13. Tyrvaïnen, J., Law, K. N., Valade, J. L., « Alkaline-Peroxide Interstage-Treated Mechanical Pulp from Jack Pine (*Pinus banksiana*) », Proc. Inter. Mechanical Pulping Conf., EUCEPA/TAPPI/ACPP, Ottawa, Canada, pp.147-156. (1995).

14. Farrar, J., « Les arbres du Canada », Service canadien des forêts/Group communication Canada, St. Laurent, Canada, pp. 58-59 (1996).
15. Barbe, M., Jancknecht, S., Rémillard, B., Lapointe, M., « Properties of Mechanical and Chemimechanical Jack Pine (*Pinus banksiana*) Pulps : Part III – Interstage », Proc. Pulping Conf., TAPPI, Seattle, USA, pp. 117-129. (1989).
16. Barbe, M., MacDonald, J., « Properties of Jack Pine Chemimechanical Pulps », 72^e Congrès annuel, ACP, Montréal, Canada, pp. B261-272. (1986).
17. Law, K. N., Yang, K., Valade, J. L., « Fibre Development in Thermomechanical Pulping : Comparison Between Black Spruce and Jack Pine », 83^e Congrès annuel ACP, Montréal, Canada, pp. B113-B127 (1997).
18. Hietanen, S., Ebeling, K., « A New Hypothesis for the Mechanics of Refining », *Paperi ja Puu* 72 (2): 172-179 (1990).
19. Miles, K., May, W., Karnis, A., « Refining, Intensity, Energy Consumption and Pulp Quality in Two-Stage Chip Refining », *TAPPI* 74 (3) : 221-230 (1991).
20. Association canadienne des pâtes et papiers, « Raffinage de la pâte en laboratoire », norme C7, Section technique ACP, pp. 1-5 (1996).
21. Karnis, A., « Mechanism of Fiber Development in Mechanical Pulping », Proc. 18th Int. Mech. Pulping Conf., EUCEPA, Oslo, Norvège, pp. 268-293 (1993).

296



XI CONGRESO INTERNACIONAL
IX CONGRESO LATINOAMERICANO DE CELULOSA Y PAPEL
"El Papel del Nuevo Milenio"

Medellin, 10 de mayo de 1999

Ingeniero
Enrique González
UNIVERSITE DU QUEBEC A TROIS RIVIERES
Fax: 1 819 376 5148
Canada

Referencia: XI Congreso Internacional ACOTEPAC
IX Congreso Latinoamericano de Celulosa y Papel

Apreciado Ingeniero:

*Atentamente le informamos que su conferencia **Influencia de tres parámetros de refinado (PFI)**, sobre las características fibrosas de una pulpa de alto rendimiento de pino gris ha sido programada para el día **Jueves 3 de junio de las 8:00 a las 8:45 am** en el **Salón Córcega del Hotel Dann Carlton de Medellín.***

El Comité organizador se siente muy complacido por su presencia en este certamen y está completamente seguro que su valioso aporte será definitivo para el éxito del Congreso.

Para informarle un poco sobre el auditorio que ha confirmado su presencia en este evento, le comentamos:

- Son en su mayoría técnicos de reconocida trayectoria profesional en las distintas áreas de la actividad papelera.*
- Ingenieros del Departamento Técnico y Producción, Ingeniería y Mantenimiento de las diferentes empresas papeleras de Centro y Sur América.*

Definitivamente el nivel técnico de los conferencistas es elevado y de las consultas realizadas sobre las expectativas del auditorio se concluye:

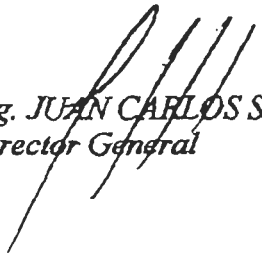
297

Se espera escuchar técnicos especializados en cada uno de los temas que se presentarán y que responderán a los ULTIMOS desarrollos en cada materia. Es así, como se espera un aporte de nuevos productos y procesos que generen un desarrollo tecnológico del sector papelero

Le agradecemos su valiosa colaboración en este importante evento y desde ya les deseamos el mejor de los éxitos.

Si necesita más información, no dude en contactarnos.

Cordialmente,


Ing. JUAN CARLOS SANCHEZ VILLEGAS
Director General