

**UNIVERSITÉ DU QUÉBEC**

**THÈSE PRÉSENTÉE À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES**

**COMME EXIGENCE PARTIELLE  
DU DOCTORAT EN GÉNIE PAPETIER**

**PAR  
AHMED KOUBAA**

**AMÉLIORATION DE LA RÉSISTANCE DES LIAISONS DANS  
LE PAPIER ET LE CARTON PAR RAFFINAGE ET PAR  
PRESSAGE ET SÉCHAGE SIMULTANÉS**

**SEPTEMBRE 1996**

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.

Ce travail  
est dédié à  
la mémoire  
de ma mère.

## AVANT PROPOS

Ma grande reconnaissance s'adresse à ma tendre moitié Faten pour sa patience, ses sacrifices et son appui continu. Je tiens aussi à reconnaître l'appui moral et les encouragements de mon cher père, mes chers frères et soeurs. Je remercie également tous mes amis pour leur disponibilité et leur présence dans les moments difficiles.

Je désire remercier d'une façon particulière mon directeur de recherche, le Dr Zoltan Koran pour son support continu, ses conseils prodigieux et sa grande patience. Je remercie le personnel du Centre de Recherche en Pâtes et Papiers qui ont participé de près ou de loin à la réalisation des mes travaux. Mes remerciements vont également à M. Vincent Roy pour son aide technique et sa disponibilité. Je remercie aussi le Département des sciences du bois de l'Université Laval pour sa collaboration.

Finalement, je tiens à faire part de toute ma reconnaissance aux CRSNG, à Forêt Canada et à la compagnie Kvaerner Hymac Inc. qui ont subventionné ma recherche. Je remercie également le Syndicat des Professeurs et Professeures de l'UQTR, l'Association des Cadres de l'UQTR, la Fondation Universitaire du Centre du Québec et le Service des bourses de l'UQTR pour les bourses qu'ils m'ont accordé pendant mon séjour à l'UQTR. Ma reconnaissance s'adresse également à la Mission Universitaire de la Tunisie pour l'exemption des frais de scolarité majorés qu'elle m'a accordé pendant mes deux premières années d'étude à l'UQTR.

## RÉSUMÉ

La résistance des liaisons fibre-à-fibre est une propriété fondamentale qui influe non seulement sur la résistance du papier et du carton mais aussi sur le bon fonctionnement de toutes les opérations papetières. Nous avons révisé la littérature en ce qui concerne les méthodes de mesure de cette propriété et les variables de mise en pâte et de formation du papier et du carton qui l'influencent. Notre but était d'identifier les meilleures méthodes de mesure et les alternatives d'amélioration de la résistance des liaisons et d'étudier le mécanisme par lequel cette amélioration est achevée. Parmi ces alternatives, on a choisi d'étudier les effets du raffinage des pâtes et du pressage et séchage simultanés des feuilles sur la nature et la résistance des liaisons. On a utilisé des dispositifs factoriels  $3^3$  en différents blocs. Chaque bloc représente une pâte et les 3 facteurs sont: le nombre de révolutions que subit les pâtes dans le raffineur, la température et la pression utilisées pour le pressage et séchage simultanés des feuilles. L'analyse de la variance a permis d'étudier les effets de ces traitements sur la résistance des liaisons mesurée selon deux méthodes soit: le test de traction dans la direction Z et le test d'arrachage à un angle droit. Les résultats de cette étude suggèrent que le raffinage des pâtes, la température et la pression utilisées pour le pressage et séchage des feuilles aient en général des effets bénéfiques sur la résistance des liaisons des pâtes. La variation de la résistance des liaisons ( $R_Z$ ) par les traitements explique en grande partie les variations de la longueur de rupture, de l'indice d'éclatement et de l'indice de déchirure. Cependant, la longueur moyenne ( $\bar{L}$ ) et la résistance intrinsèque ( $R_I$ ) de la

fibre également jouent des rôles importants. En effet, on a trouvé que  $L_R$ ,  $I_D$  et  $I_E$  sont proportionnelles à  $\bar{L}^\alpha R_Z^\beta R_I^\gamma$ . À l'exception de l'indice de déchirure, les feuilles pressées et séchées simultanément montrent des propriétés mécaniques et physiques supérieures à celles des feuilles séchées à l'air quel que soit la composition de la pâte et la quantité de raffinage qu'elle a subi. Ceci montre que le procédé de pressage et séchage simultanés permet à la fois de maximiser l'utilisation des essences forestières à fibres courtes dans l'industrie papetière et de minimiser le besoin de raffinage des pâtes à haut rendement. On a observé les meilleures améliorations pour la longueur de rupture des feuilles mouillées. Ces améliorations sont surtout évidentes pour les échantillons séchés à une température de 175 °C. Ceci suggère la possibilité de création de liaisons covalentes. Cependant, la résistance spécifique des liaisons ne varie pas en fonction de la température. De plus, les analyses de la chimie de surface par la spectroscopie des photoélectrons montrent que le contenu de la lignine sur la surface des fibres des échantillons séchés à une température de 175°C a augmenté. Par sa présence, cette composante hydrophobe permet de protéger les liaisons hydrogènes de l'attaque de l'humidité. Ces résultats suggèrent que l'amélioration de la résistance des liaisons résulte de l'augmentation de la fréquence des liaisons hydrogènes et non de la création de liaisons covalentes.

## TABLE DES MATIÈRES

	Page
AVANT PROPOS.....	i
RÉSUMÉ .....	ii
TABLE DES MATIÈRES .....	iv
LISTE DES TABLEAUX .....	xi
LISTE DES FIGURES.....	xvii
ABRÉVIATIONS .....	xxiv
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE I: REVUE DE LA LITTÉRATURE .....	6
1.1 Notions fondamentales sur l'adhésion .....	11
1.1.1 Définition de l'adhésion .....	11
1.1.2 Formation des liaisons par adhésion .....	13
Adhésion par diffusion .....	14
Adhésion chimique .....	15
Adhésion mécanique .....	15
1.1.3 Adhésion et nature des liaisons dans le papier.....	15
Effets de la tension superficielle sur les liaisons entre fibres .....	15
Mécanisme de la formation des liaisons dans le papier .....	16

	Types de liaisons dans le papier sec.....	18
	Théorie de la solubilité partielle et de la diffusion.....	19
1.2	Variables influents sur les liaisons fibre-à-fibre.....	21
1.2.1	Composition chimique et chimie de surface .....	21
	Les hémicelluloses .....	21
	La cellulose .....	22
	La teneur en lignine.....	22
1.2.2	Blanchiment des pâtes .....	24
1.2.3	Raffinage des pâtes .....	25
1.2.4	Morphologie des fibres .....	27
1.2.5	Effets des additifs polymériques .....	28
1.2.6	Effets de la variable de la machine à papier.....	28
1.2.7	Traitement thermique du papier .....	29
1.3	Méthodes de mesure.....	33
1.3.1	Méthodes en traction simple .....	34
1.3.2	Méthodes en cisaillement .....	37
1.3.3	Méthodes Dynamiques.....	39
1.3.4	Autres Méthodes .....	42
1.3.5	Détermination de la résistance spécifique des liaisons .....	43
1.3.6	Comparaisons entre les méthodes .....	46
1.4	Le procédé de pressage et séchage simultanés.....	48
1.4.1	Paramètres du PPSS .....	49
1.4.2	Mécanisme de l'écoulement et de l'adhésion .....	51



1.4.3	Bénéfices du pressage et séchage simultané .....	51
1.4.3	Problèmes et remèdes.....	55
<b>CHAPITRE II: MATÉRIEL ET MÉTHODES .....</b>		<b>57</b>
2.1	Matériel .....	57
2.1.1	Cuisson kraft .....	57
2.1.2	Classification des pâtes chimico-thermomécaniques.....	59
2.2	Méthodes .....	60
2.2.1	Raffinage des pâtes.....	60
2.2.2	Caractérisation des pâtes au laboratoire humide .....	62
2.2.3	Formation, pressage et séchage du papier .....	64
2.2.4	Mesure de la résistance des liaisons fibre-à-fibre .....	67
	Le test de traction dans la direction Z .....	68
	Le test d'arrachage.....	71
	Le test d'impact de Scott .....	74
	Interférence de l'adhésif .....	75
	Précision et nombre de répétitions .....	77
	Résistance spécifique des liaisons.....	77
2.2.5	Mesure des propriétés physiques mécaniques et optiques .....	78
2.3	Dispositifs expérimentaux d'amélioration de la résistance des liaisons.....	80
2.3.1	Identification et choix des variables.....	80
2.3.2	Dispositifs expérimentaux.....	81
2.4	Propriétés physico-chimiques à la surface des fibres .....	84
2.4.1	Échantillonnage.....	85

2.4.2	Principe et appareillage .....	86
	Analyse des spectres de carbone C <sub>1s</sub> .....	88
	Analyse des spectres d'oxygène O <sub>1s</sub> .....	88
2.4.3	Traitement des données .....	88
2.5	Structure du papier .....	90
2.6	Méthodes d'analyse statistique des données.....	90
2.6.1	Analyse de variance et comparaisons multiples .....	91
2.6.2	Modélisation linéaire.....	91
2.7	Originalité de la recherche et résultats escomptés .....	91
2.7.1	Adhésion des fibres .....	92
2.7.2	Résistance intrinsèque de la fibre.....	93
2.7.3	Flexibilité des fibres .....	94
2.7.4	Modélisation.....	95
<b>CHAPITRE III: RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....</b>		<b>96</b>
3.1	Caractéristiques générales des pâtes .....	96
3.2	Comparaisons entre les méthodes de mesure de la résistance des liaisons	98
3.3	Variables influents sur la résistance des liaisons.....	108
3.3.1	Procédé de mise en pâte .....	108
3.3.2	Raffinage .....	111
3.3.4	Longueur moyenne des fibres .....	114
3.4	Effets des traitements sur les propriétés des pâtes .....	116
3.4.1	Densité apparente .....	127

3.4.2	Résistance des liaisons .....	131
3.4.3	Résistance spécifique des liaisons .....	137
3.4.4	Résistance intrinsèque de la fibre .....	138
3.4.5	Propriétés mécaniques .....	142
	Indice de déchirure .....	142
	Indice d'éclatement et longueur de rupture .....	147
	Module d'élasticité .....	152
	Longueur de rupture humide .....	152
3.4.6	Propriétés optiques .....	155
3.5	Analyse des effets du PSS sur la chimie de surface par <i>ESCA</i> .....	157
	Analyse des spectres de carbone $C_{1s}$ .....	158
	Analyse des spectres d'oxygène $O_{1s}$ .....	164
	Interprétation du rapport atomique O/C.....	168
3.6	Effet du PSS sur la nature des liaisons.....	172
3.7	Comparaison entre le PSS et le séchage à l'air.....	174
3.7.1	Structure du papier .....	176
3.7.2	Résistance intrinsèque de la fibre.....	184
3.7.3	Résistance des liaisons .....	185
3.7.4	Propriétés mécaniques et optiques .....	185
3.7.5	Besoin en raffinage .....	186
<b>CHAPITRE IV: PROPRIÉTÉS FONDAMENTALES ET RÉSISTANCE</b>		
<b>DES PÂTES À HAUT RENDEMENT.....</b>		<b>190</b>
4.1	Effet de la résistance des liaisons .....	190

4.2	Rôle de la longueur moyenne des fibres .....	192
4.2.1	Effet de la longueur moyenne des fibres.....	192
4.2.2	Effet de la proportion des fibres courtes .....	197
4.3	Rôle de la résistance intrinsèque de la fibre.....	201
4.4	Modélisation.....	202
4.4.1	Identification des variables .....	203
4.4.2	Analyse de régression .....	204
4.4.3	Amélioration des modèles.....	206
4.4.4	Application d'autres modèles .....	207
	<b>CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS .....</b>	<b>211</b>
	<b>RÉFÉRENCES .....</b>	<b>216</b>
	<b>ANNEXE 1: ERREURS EXPÉRIMENTALES ET COEFFICIENTS DE VARIATIONS DES PROPRIÉTÉS MESURÉES.....</b>	<b>233</b>
A1.1	Coefficients de variation des propriétés physiques et mécaniques	233
A1.2	Calcul de l'erreur expérimentale de la densité apparente .....	233
A1.3	Erreur expérimentale de la $R_{SL}$ .....	234
A1.1	Coefficients de variation de la longueur moyenne des fibres .....	236
	<b>ANNEXE 2: EFFETS DES TRAITEMENTS SUR LES PROPRIÉTÉS DES PÂTES .....</b>	<b>238</b>
	<b>ANNEXE 3: ANALYSES STATISTIQUES DES DONNÉES.....</b>	<b>252</b>
A3.1	Notions théoriques .....	252
	Analyse de variance .....	252

	La régression simple .....	253
	La régression multiple.....	255
A3.2	Modélisation des effets des traitements .....	257
A3.3	Modélisation des effets des propriétés fondamentales.....	262
	Procédure de sélection pour la variable dépendante $\ln I_D$ .....	262
	Procédure de sélection pour la variable dépendante $\ln I_E$ .....	262
	Procédure de sélection pour la variable dépendante $\ln L_R$ .....	263
A3.4	Paramètres liés à la longueur moyenne des fibres .....	263
	Références .....	264
<b>ANNEXE4:</b>	<b>GROSSIÈRETÉ DES FIBRES .....</b>	<b>265</b>
A4.1	Méthodes d'estimation de la grossièreté des fibres .....	265
	Correction de la grossièreté par rapport au rendement .....	266
	Estimation des effets du raffinage sur la grossièreté des fibres.	268
A4.1	Introduction de la grossièreté dans les modèles .....	272
	Références .....	271

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau	Page
1.1	Effet de l'augmentation des propriétés fondamentales de la fibre sur la résistance du papier..... 7
1.2	Énergies et distances des différents types de liaisons..... 13
1.3	Mécanisme d'amélioration des liaisons par les additifs. ....28
1.4	Températures de transition vitreuse des composantes du bois .....32
1.5	Rapport entre les propriétés des FPSS avec celles issues de pressage humide à un même niveau de densité. ....54
1.6	Taux de séchage pour différents procédés. ....55
2.1	Matériel expérimental .....59
2.2	Conditions de cuissons et rendements des PCK. ....59
2.3	Composition des PCTM classifiées. ....61
2.4	Nombre de fibres à mesurer par classe au niveau de précision de 5%. ...64
2.5	Temps de séchage en fonction de la température et de la pression pour les différentes pâtes. ....68
2.6	Détermination du nombre d'échantillons pour la mesure de la résistance des liaisons au niveaux de précision de 5% et de 10%.....79
2.7	Méthodes de mesure des propriétés des pâtes. ....80

2.8	Équivalents des niveaux de facteurs. ....	82
2.9	Échantillonnage pour l'analyse par spectroscopie des photoélectrons ...	86
2.10	Agrandissements par microscopie électronique à balayage pour l'étude de la structure du papier. ....	90
3.1	Caractéristiques générales des pâtes .....	97
3.2	Composition et caractéristiques générales des PCTM classées.....	98
3.3	Indice d'égouttage, densité, résistance Z, énergies Z, d'arrachage, et de Scott et résistance spécifique des liaisons pour différents types de pâtes. ....	99
3.4	Analyses des variances des effets des traitements sur les propriétés physiques mécaniques et optiques des PTM et PCTM.....	118
3.5	Analyses des variances des effets des traitements sur les propriétés physiques et mécaniques des pâtes chimiques.....	119
3.6	Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PTM de résineux. ....	122
3.7	Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PCTM d'épinette blanche.....	123
3.8	Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PCTM d'épinette blanche.....	124
3.9	Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PCTM de peuplier tremble. ....	125
3.10	Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PCK de bouleau blanc. ....	126
3.11	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de $\rho$ . ....	128

3.12	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la résistance Z .....	133
3.13	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de l'énergie d'arrachage . .....	133
3.14	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la résistance spécifique des liaisons .....	137
3.15	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la résistance intrinsèque de la fibre .....	140
3.16	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de l'indice de déchirure. ....	142
3.17	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de l'indice d'éclatement .....	147
3.18	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la longueur de rupture .....	147
3.19	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes du module d'élasticité . .....	153
3.20	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la longueur de rupture humide .....	153
3.21	Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes des propriétés optiques des PHR.....	157
3.22	Concentrations apparentes des éléments détectés à la surface des fibres. ....	158
3.23	Paramètres relatifs à la synthèse des spectres de carbone. ....	161
3.24	Paramètres relatifs à la synthèse des spectres d'oxygène.....	162
3.25	Rapports atomiques O/C déterminés par ESCA pour différents types de pâtes. ....	170



3.26	Étendu de variation de la résistance spécifique des liaisons des différentes pâtes. ....	173
3.27	Rapport entre les propriétés des FPSS et les FSTD aux mêmes conditions de raffinage et de PSS. ....	176
3.28	Modèles de variation des propriétés des FSTD et des FPSS issues des PHR en fonction du raffinage. ....	189
4.1	Degrés de dépendance de $L_R$ , $I_E$ et $I_D$ de $R_Z$ des PHR. ....	191
4.2	Propriétés physiques et mécaniques des FSTD et des FPSS issues de PCTM d'épinette à fibres classées. ....	193
4.3	Dépendance de $I_D$ , $I_E$ et $L_R$ de la longueur moyenne des fibres. ....	196
4.4	Coefficients des régressions linéaires pour la prédiction des résistances à la déchirure, à l'éclatement et à la rupture. ....	206
A1.1	Coefficient de variation maximum obtenu linéaires pour les propriétés physiques et mécaniques des différentes pâtes. ....	232
A1.2	Calcul de l'erreur expérimentale de la densité aparente. ....	236
A1.3	Calcul de l'erreur expérimentale de $R_{SL}$ . ....	236
A1.4	Coefficient de variation de la longueur moyenne des fibres et du poids de chaque classe du Bauer-McNett. ....	237
A2.1	Effets des traitements sur la densité apparente. ....	239
A2.2	Effets des traitements sur la résistance intrinsèque de la fibre. ....	240
A2.3	Effets des traitements sur la résistance $Z$ . ....	241
A2.4	Effets des traitements sur l'énergie d'arrachage. ....	242
A2.5	Effets des traitements sur la résistance spécifique des liaisons. ....	243
A2.6	Effets des traitements sur la longueur de rupture. ....	244

A2.6	Effets des traitements sur la longueur de rupture. ....	244
A2.7	Effets des traitements sur le module d'élasticité de la feuille. ....	245
A2.8	Effets des traitements sur la longueur de rupture humide. ....	246
A2.9	Effets des traitements sur l'indice de déchirure. ....	247
A2.10	Effets des traitements sur l'indice d'éclatement. ....	248
A2.11	Effets des traitements sur l'opacité des PHR. ....	249
A2.12	Effets des traitements sur la blancheur des pâtes. ....	250
A2.13	Effets des traitements sur le coefficient de dispersion de la lumière. ....	251
A3.1	Analyse de variance pour le dispositif expérimental 1. ....	254
A3.2	Analyse de variance pour le dispositif expérimental 2. ....	254
A3.3	Sommaire de la sélection forward pour la variable dépendante $\ln I_D$ . ...	262
A3.4	Coefficients béta pour la variable dépendante $\ln I_D$ . ....	262
A3.5	Sommaire de la sélection forward pour la variable dépendante $\ln I_E$ . ....	262
A3.6	Coefficients béta pour la variable dépendante $\ln I_E$ . ....	262
A3.7	Sommaire de la sélection forward pour la variable dépendante $\ln L_R$ ...	263
A3.8	Coefficients béta pour la variable dépendante $\ln L_R$ . ....	263
A3.9	Matrice des corrélations. ....	264
A3.10	Coefficient de corrélations des modèles en utilisant les différents paramètres . ....	264
A4.1	Données pour le calcul de la grossièreté du bois. ....	266
A4.2	Grossièreté corrigée selon le rendement des pâtes. ....	268
A4.3	Estimation de l'effet du raffinage des PHR sur la grossièreté . ....	270

A4.4	Coefficients des régressions linéaires pour la prédiction des résistances à la déchirure, à l'éclatement et à la rupture. ....	271
------	--	-----

## LISTE DES FIGURES

Figure		Page
1.1	Modèle général de la variation de la résistance à la déchirure avec la résistance des liaisons .	9
1.2	Diffusion et adhésion entre liquides et entre polymères	14
1.3	Mécanisme de formation et structure des liaisons dans le papier	17
1.4	Illustration de la liaison hydrogène entre	
a)	deux molécules de cellulose	20
b)	deux molécules de cellulose à travers une couche d'eau	20
1.5	Effet du raffinage sur la structure des liaisons	26
1.6	Mécanisme des enchaînements par liaisons transversales du type hémicéfal après oxydation au periodate	31
1.7	Effet de la teneur en humidité sur les températures de transition vitreuse et d'écoulement de la lignine et des hydrates de carbone	33
1.8	Méthodes de mesure de la résistance des liaisons selon le mode I	
a)	Test de traction dans la direction Z	35
b)	Montage à porte-à-faux double	35
c)	Test d'arrachage	35
d)	Test d'arrachage selon le dispositif de Skowronsky	35

1.9	Méthodes de mesure selon le mode II	
a)	Test de fibre unique .....	38
b)	Test de cisaillement entre feuille double. ....	38
1.10	Principe de détermination de l'énergie de rupture selon le test d'impact de Scott. ....	41
1.11	Test de produit de vélocité viscosité.....	41
1.12	Comparaisons entre différentes méthodes de mesure	
a)	Tests de cisaillement, d'arrachage et de traction Z .....	48
b)	Tests de Scott et de traction Z.....	48
c)	Tests d'arrachage et de traction dans la direction Z.....	48
d)	Variation de la résistance Z et de l'énergie d'arrachage en fonction du grammage. ....	48
1.13	Variation du profil de la température en fonction du temps de pressage, de la température et de la pression appliquées. ....	50
2.1	Évolution du temps de chauffage et température de cuisson des pâtes chimiques kraft. ....	60
2.2	Échantillonnage pour la mesure de la longueur moyenne des fibres. ....	65
2.3	Dispositif de pressage et séchage simultané des feuilles. ....	66
2.4	Procédures de préparation des échantillons et de mesure de la résistance des liaisons par le test de traction dans la direction Z.....	70
2.5	Courbe charge-déformation donnée par le test de traction dans la direction Z.....	70
2.6	Préparation des échantillons pour la mesure de l'énergie d'arrachage. ....	72
2.7	Procédure et dispositif de mesure de l'énergie d'arrachage	
a)	Initiation de l'arrachage à la main .....	73
b)	Dispositif utilisé pour la mesure de la résistance des liaisons. ....	73

2.8	Courbe force-déplacement donnée par le test d'arrachage. ....	73
2.9	Préparation des échantillons pour le test d'impact de Scott. ....	74
2.10	Micrographies des zones de rupture suite au test Z	
a	Échantillon de PCK de résineux non blanchieséchée à l'air .....	76
b)	Échantillon de PTM de résineux PSS (T=175°C; P=0,75MPa) .....	76
2.11	Combinaison des traitements pour un bloc du dispositif expérimental 3 <sup>3</sup> utilisé pour les PHR. ....	83
2.12	Combinaisons des traitements pour les PCK. ....	83
2.12	Illustration du principe de la spectroscopie des photoélectrons .....	87
3.1	Variation de la résistance des liaisons en fonction du grammage. ....	101
3.2	Comparaison entre l'énergie de Scott et d'arrachage. ....	105
3.3	Comparaison entre l'énergie Z et d'arrachage .....	105
3.4	Comparaison entre la résistance Z et l'énergie d'arrachage . ....	107
3.5	Comparaison entre les énergies de Scott et Z. ....	107
3.6	Comparaison entre l'énergie de Scott et la résistance Z .....	108
3.7	Variation de la résistance Z en fonction de la densité apparente .....	110
3.8	Effet du raffinage sur la résistance Z .	
a	Pâtes à haut rendement .....	112
b)	Pâtes chimiques kraft .....	112
3.9	Variation de la résistance Z en fonction de l'indice d'égouttage des pâtes .....	113
3.10	Effet de la longueur moyenne des fibres sur $\rho$ , $R_Z$ et $R_{SL}$ des PCTM d'épinette classifiées. ....	115

3.11	Effet de la proportion des fibres courtes sur $\rho$ , $R_Z$ et $R_{SL}$ des PCTM d'épinette classifiées.....	117
3.12	Variation de $\rho$ en fonction de l'indice d'égouttage des PHR et des PCK séchées à l'air et PSS. ....	129
3.13	Variation de $\rho$ avec le nombre de révolutions dans le PFI à des conditions constantes de PSS .....	132
3.14	Variation de $\rho$ avec la température du PSS à des conditions constantes de raffinage et de pressage .....	132
3.15	Variation de $R_Z$ avec le nombre de révolutions dans le PFI à des conditions constantes de PSS .....	136
3.16	Variation de $R_Z$ avec la température du PSS à des conditions constantes de raffinage et de pressage .....	136
3.17	Variation de $R_{SL}$ des PHR avec le nombre de révolutions dans le PFI à des conditions constantes de PSS .....	139
3.18	Variation de $R_{SL}$ des PHR avec la température du PSS à des conditions constantes de raffinage et de pressage .....	139
3.19	Variation de l'indice de déchirure avec la résistance $Z$ des différents types de pâtes .....	144
3.20	Variation de l'indice de déchirure avec la résistance intrinsèque de la fibres à des résistances $Z$ constantes.....	146
3.21	Variation de l'indice d'Éclatement avec la résistance $Z$ des PHR .....	149
3.22	Variation de la longueur de rupture avec la résistance $Z$ des PHR ....	150
3.23	Variation de l'indice d'éclatement et de la longueur de rupture en fonction la résistance $Z$ des PCK .....	151
3.24	Effet de la température du PSS sur $L_{Rh}$ à des conditions constantes de raffinage et de pressage.....	156

3.25	Exemple de spectre de survol donné par la spectroscopie des photoélectrons .....	159
3.26	Exemple de synthèse de spectre de carbone. ....	160
3.27	Exemple de synthèse de spectre d'oxygène. ....	160
3.28	Effet de la température de séchage sur la fraction de C <sub>1</sub> des PCTM. ....	163
3.29	Effet de la température de séchage sur la fraction de C <sub>2</sub> des PCTM. ....	165
3.30	Effet du temps de séchage sur la fraction de C <sub>1</sub> , C <sub>2</sub> , et C <sub>3</sub> à 175°C. ...	165
3.31	Synthèse de spectres d'oxygène d'échantillons de papier séché à des températures de 105°C et 175°C. ....	167
3.32	Effet de la température de séchage sur la fraction de O <sub>1</sub> et O <sub>3</sub> à la surface des papiers issu de la PCTM d'épinette. ....	169
3.33	Effet de la température de séchage sur la fraction de O <sub>2</sub> à la surface des papiers issu de la PCTM d'épinette. ....	169
3.34	Effet de la température de séchage sur O/C des PCTM. ....	171
3.35	Relation entre la densité apparente et le module d'élasticité .....	175
3.36	Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau séchés à l'air à un agrandissement de X75. ....	177
3.37	Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau PSS à un agrandissement de X75. ....	178
3.38	Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau séchés à l'air à un agrandissement de X200. ....	179
3.39	Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau PSS à un agrandissement de X200. ....	180



3.40	Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau séchés à l'air à un agrandissement de X2000.....	181
3.41	Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau PSS à un agrandissement de X1200.....	182
3.42	Relation entre le coefficient de dispersion de lumière et la densité apparente des FSTD et des FPSS.....	184
3.43	Variation de la résistance Z en fonction de la densité apparente des FSTD et des FPSS issues de différents types de pâtes. ....	188
4.1	Effet de la longueur moyenne des fibres sur l'indice de déchirure .....	194
4.2	Effet de la longueur moyenne des fibres sur l'indice d'éclatement.....	195
4.3	Effet de la longueur moyenne des fibres sur la longueur de rupture. ...	195
4.4	Effets de la proportion des fibres courtes sur la densité apparente et la résistance Z. ....	198
4.5	Effets de la proportion des fibres courtes sur la longueur de rupture et l'indice d'éclatement. ....	198
4.6	Effets de la proportion des fibres courtes sur la résistance intrinsèque des fibres. ....	200
4.7	Effets de la proportion des fibres courtes sur l'indice de déchirure.....	200
4.8	Relation entre les longueurs de rupture mesurées et calculées selon l'équation de Page.. ....	208
4.9	Relation entre les indices de déchirure mesurés et calculés selon l'équation 4.7.....	210
A3.1	Relation entre les propriétés calculées et mesurées des PTM de résineux.....	258
A3.2	Relation entre les propriétés calculées et mesurées des PCTM de bouleau blanc. ....	259

A3.3	Relation entre les propriétés calculées et mesurées des PCTM d'épinette blanche.....	260
A3.4	Relation entre les propriétés calculées et mesurées des PCTM de peuplier tremble. ....	261
A4.2	Variation de la grossièreté en fonction du rendement. ....	267
A4.2	Variation de la grossièreté en fonction du raffinage.....	269

## ABRÉVIATIONS

A:	adhésion.
ACPPP:	Association Canadienne des Producteurs des Pâtes et Papiers.
ANOVA:	analyse de variance.
B:	bloc.
B <sub>L</sub> :	blancheur.
C <sub>DL</sub> :	coefficient de dispersion de la lumière.
CV:	coefficient de variation.
d.d.l.:	degré de liberté.
F:	statistique de Fisher.
F <sub>A</sub> :	force d'arrachage.
FC:	fibres courtes.
FCL:	fibres classées.
Fl:	flexibilité de la fibre.
FL:	fibres longues.
FPSS:	feuilles pressées et séchées simultanément.
FSTD:	feuilles pressées et séchées selon la méthode standard de l'ACPPP.
G:	grossièreté de la fibre.
I <sub>D</sub> :	indice de déchirure.
I <sub>E</sub> :	indice d'éclatement.

$\bar{L}$ :	longueur moyenne pondérée des fibres.
L:	longueur moyenne des fibres.
$L_A$ :	longueur d'arrachage.
$L_R$ :	longueur de rupture.
$L_{Rh}$ :	longueur de rupture humide.
$LSD_{Bayes}$ :	la plus petite différence significative de Bayes (LSD pour <i>Least Significant Difference</i> ).
MC:	moyenne des carrés.
$M_E$ :	module d'élasticité.
$O_p$ :	opacité.
P:	facteur pression.
PCK:	pâte chimique kraft.
PCTM:	pâte chimico-thermomécanique.
PFC:	propotion de fibres courtes.
PFCV:	propotion de fibres courtes variée.
PHR:	pâte à haut rendement.
$P_l$ :	effet linéaire du facteur pression.
PPSS:	procédé de pressage et séchage simultané.
$P_q$ :	effet quadratique du facteur pression.
PR:	propriété physique, mécanique ou de résistance.
PSS:	pressge et séchage simultané.
PTM:	pâte thermomécanique.
r:	coefficient de corrélation.
$\rho$ :	densité apparente de la feuille.
$\hat{\rho}$ :	densité de la cellulose cristalline.
R:	facteur raffinage.

$R_I$ :	résistance intrinsèque de la fibre.
$R_l$ :	effet linéaire du facteur raffinage.
$R_L$ :	résistance des liaisons.
$R_q$ :	effet quadratique du facteur raffinage.
$R_{SL}$ :	résistance spécifique des liaisons.
$R_Z$ :	résistance Z.
SC:	somme des carrés.
$S_L$ :	surface liée.
STD:	pressage et séchage selon la méthode standard de l'ACPPP.
T:	facteur température.
$T_l$ :	effet linéaire du facteur température.
$T_q$ :	effet quadratique du facteur température.
VRE:	Valeur de rétention de l'eau.
$W_A$ :	énergie d'arrachage.
$W_S$ :	énergie de rupture de Scott.
$W_Z$ :	énergie de rupture dns la direction Z.

## INTRODUCTION

L'augmentation de la demande en fibres de bois par l'industrie des pâtes et papiers a nécessité l'utilisation de nouvelles sources de matière première et la création de nouvelles technologies pour maximiser l'utilisation des ressources actuelles. Parmi les sources disponibles, il y a les bois feuillus. À titre d'exemple, le bouleau blanc (*Betula Papyrifera* Marsh.) et le peuplier tremble (*Populus Tremuloides* Michx.) présentent un volume marchand de 16,6% de l'inventaire de la forêt commerciale du Québec (1).

D'autre part, l'introduction des procédés de mise en pâte à très haut rendement tels les procédés de mise en pâtes thermomécaniques (PTM) et chimico-thermomécaniques (PCTM) dans l'industrie des pâtes et papiers s'est avéré un atout d'importance majeure. Cependant, la qualité des pâtes issues de ces nouveaux procédés et de ces nouvelles sources de matières premières est inférieure à celle des pâtes chimiques issues des bois résineux. Cette qualité inférieure limite leur utilisation à des papiers dont les normes de résistance ne sont pas exigeantes.

L'étude des alternatives de l'amélioration de la résistance des papiers issus des pâtes à haut rendement passe exclusivement par l'étude des propriétés fondamentales qui déterminent cette résistance. La résistance des liaisons fibre-à-fibre est l'un des principaux paramètres parmi ces propriétés. Une amélioration de cette propriété résulte généralement en une augmentation des autres propriétés de résistance du papier.

L'amélioration de la résistance des liaisons fibre-à-fibre des pâtes à haut rendement peut se réaliser par l'une ou la combinaison des alternatives suivantes:

1. Augmentation de la fréquence des liaisons hydrogènes.
2. Modification de l'état de la surface des fibres.
3. Création des liaisons covalentes.

L'augmentation dans la fréquence des liaisons hydrogènes peut se faire à travers diverses alternatives dont:

- *L'optimisation des traitements chimiques*: Elle permet de maximiser la probabilité de formation des liaisons hydrogènes et par conséquent, la résistance des liaisons. Parmi les produits les plus répandus dans les procédés de mise en pâtes à haut rendement avec traitement chimique (2), il y a le traitement au sulfite ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) et à la soude caustique ( $\text{NaOH}$ ). Le traitement au sulfite permet l'extraction de la lignine sur la surface des fibres et la formation des groupements hydrophiliques tels les groupements carboxyliques et sulfoniques favorisant ainsi, la formation des liaisons hydrogènes (3-4). Le traitement à la soude caustique permet le gonflement et l'adoucissement des fibres pour améliorer leur flexibilité. La surface de contact et la probabilité de formation des liaisons hydrogènes sont alors plus grandes (3-4).
- *L'application des stades subséquents de raffinage*: Elle permet d'augmenter à la fois le contenu en fines, la fibrillation et la flexibilité des fibres (5-6). La combinaison de ces effets permet d'augmenter la surface de contact entre les fibres et la probabilité de formation des liaisons hydrogènes. De plus, certains auteurs (5; 7) suggèrent que ce traitement redistribue des hémicelluloses de l'intérieur de la fibre vers sa surface. Ceci augmente le nombre de groupements hydroxyles à cette surface favorisant ainsi la formation des liaisons hydrogènes.

- Les additifs polymériques: Parmi les additifs les plus répandus dans l'industrie des pâtes et papiers, il y a les polyacrilamides et les amidons cationiques (5-6; 8-12). Les polyacrilamides permettent le gonflement des fibres et des fines améliorant ainsi la surface de contact et par conséquent, la probabilité de formation des liaisons hydrogènes (8). Pour leur part, les amidons cationiques servent comme pont entre les fibres et fibrilles qui ne sont pas alignées pour former des liaisons hydrogènes (5-6; 12).
- Le pressage humide: L'augmentation de la force de compression au cours du pressage humide permet d'amener les fibres à entrer en contact plus intime augmentant ainsi leur surface de contact et la probabilité de formation des liaisons hydrogènes (5-6).
- Le pressage et séchage simultanés: Dans ce procédé contrairement au pressage humide, les fibres s'assouplissent par l'action de la température. L'action de la pression sur les fibres assouplies se traduit par une augmentation dans la surface de contact entre les fibres. La probabilité de formation des liaisons hydrogènes est alors meilleure.

Dans l'industrie papetière, le raffinage des pâtes permet la modification de l'état de surface des fibres. De plus, ce traitement permet d'augmenter la surface de contact entre les fibres. Par conséquent, la rugosité à la surface des fibres augmente ce qui favorise les chevauchements entre les fibrilles et la création d'une adhésion mécanique.

La création des liaisons covalentes peut se réaliser à l'aide des deux alternatives suivantes:

- Traitement chimique des pâtes: l'addition des produits chimiques comme la résine et l'amidon cationique avec groupements aldéhydes permet la formation de liaisons covalentes entre ces produits et les chaînes cellulosiques des fibres. Ces dernières réagissent avec les groupements à la surface de la résine pour former des liaisons



covalentes. De la même façon, les groupements aldéhydes des chaînes de cellulose de l'amidon cationique réagissent avec les groupements hydroxyles de la cellulose et des hémicelluloses à la surface des fibres. Des liaisons covalentes du type hémiacétal et acétal se forment.

- Traitement thermique du papier: en présence de l'oxygène et à des températures élevées, la cellulose et les hémicelluloses peuvent s'oxyder pour donner des groupements aldéhydes à la surface des fibres (13). Ces groupements réagissent ensemble pour former des liaisons covalentes.

Parmi les alternatives pour l'application d'un traitement thermique sur le papier, il y a le procédé de pressage et séchage simultanés (PPSS). Ce procédé a montré un potentiel pour l'amélioration de la majorité des propriétés physiques et mécaniques du papier. Les chercheurs présentent les effets de ce procédé sur la résistance du papier en terme de densité<sup>1</sup>, de résistance à la rupture et à la déchirure et négligent d'étudier la nature et la résistance des liaisons fibre-à-fibre. Cette négligence s'explique par les difficultés de mesure et d'interprétation de cette propriété.

L'objectif général de la présente étude est d'étudier et d'évaluer le potentiel d'utilisation du PPSS pour les pâtes à haut rendement (PHR), et particulièrement des pâtes issues des bois feuillus. L'emphase dans cette étude sera mise sur la nature et la résistance des liaisons fibre-à-fibre et la relation qui existe entre cette propriété et les autres propriétés physiques du papier.

Ainsi, les principaux objectifs de la présente recherche sont:

1. Mettre au point au laboratoire des méthodes de mesure de la résistance des liaisons fibre-à-fibre et identifier les plus fiables.

---

<sup>1</sup>Dans ce texte, afin de simplifier l'écriture, "densité" et masse volumique sont assimilées l'une à l'autre; et par conséquent dans tous le texte les unités de mesure seront utilisées.

2. Étudier les effets du raffinage et des variables du PPSS sur la résistance des liaisons fibre-à-fibre en particulier et sur les propriétés physiques, mécaniques et optiques des feuilles de laboratoire en général.
3. Développer des modèles linéaires qui caractérisent les propriétés physiques et mécaniques du papier en fonction des traitements appliqués soient: le raffinage, la température et la pression du PSS.
4. Étudier l'effet de la température du PSS sur la nature des liaisons fibre-à-fibre et expliquer le mécanisme de l'adhésion et de l'écoulement suite au PSS.
5. Comparer le PPSS au séchage conventionnel.
6. Étudier les variations des propriétés de résistance couramment mesurées, soient: l'indice de déchirure, l'indice d'éclatement et la longueur de rupture, en fonction des propriétés fondamentales de la fibre: soit la longueur moyenne des fibres, sa résistance intrinsèque et la résistance des liaisons fibre-à-fibre.
7. Développer des modèles linéaires pour la prédiction de la résistance des feuilles de laboratoire en fonction des propriétés fondamentales des fibres.

## CHAPITRE I

### REVUE DE LA LITTÉRATURE

Les chercheurs ont tendance à présenter le développement de la résistance du papier en terme de résistance à la déchirure, à la rupture en traction simple et à l'éclatement. Cependant, plusieurs propriétés fondamentales des fibres (14-17) influencent ces résistances dont:

- la morphologie incluant la longueur (L) et l'épaisseur des parois (E);
- la résistance intrinsèque ( $R_I$ );
- la flexibilité (FI);
- la grossièreté (G);
- l'adhésion (A).

Le tableau 1.1 montre l'effet de l'augmentation de ces propriétés sur les propriétés de résistance du papier (5-6; 18-19). Les signes plus et moins indiquent des effets positifs et négatifs, respectivement.

On rapporte dans la littérature plusieurs modèles pour caractériser la résistance du papier en fonction des propriétés ci haut énumérées. Parmi ces modèles, il y a la relation de Page (équation 1.1) qui décrit la résistance à la traction simple des pâtes chimiques (14).

**Tableau 1.1: Effet de l'augmentation des propriétés fondamentales de la fibre sur la résistance du papier.**

Propriété de résistance	Propriétés fondamentales de la fibre					
	R <sub>I</sub>	L	E	G	Fl	A
Résistance à la traction simple	+	+	-	-	+	+
Résistance à l'éclatement	+	+	-	-	+	+
Résistance à la déchirure	+	+	-	-	-	-

$$\frac{1}{T} = \frac{9}{8R_I} + \frac{12G}{bPLS_{RL}} \quad [1.1]$$

où;

T: indice de rupture en traction simple;

R<sub>I</sub>: résistance intrinsèque de la fibre;

G: grossièreté des fibres;

b: résistance des liaisons en cisaillement;

L: longueur moyenne des fibres;

P: périmètre de la section transversale de la fibre;

S<sub>RL</sub>: surface liée relative.

Dans le cas où le degré des liaisons entre les fibres est faible, la résistance intrinsèque des fibres est supérieure à celle des liaisons. Il est alors impossible que la rupture prend place dans la fibre (14). Par conséquent, la résistance intrinsèque de la fibre n'intervient pas dans le modèle. Dans ce cas, l'équation 1.2 permet de calculer l'indice de rupture en traction simple.

$$T = \frac{bPLS_{RL}}{12G} \quad [1.2]$$

Page (20) a suggéré que ce modèle s'applique également pour le calcul de la résistance humide du papier. Dans ce cas la tension superficielle de l'eau permet l'estimation de la résistance des liaisons. En effet, c'est la tension superficielle de l'eau qui contrôle la

résistance humide du papier jusqu'à une teneur en solide de 25% (21). L'équation 1.3 permet le calcul de la résistance humide à la traction ( $T_h$ ).

$$T_h = \frac{\gamma \mu b PLS_{RL}}{12Gr} \quad [1.3]$$

où;

$\gamma$ : tension superficielle de l'eau;

$\mu$ : coefficient de friction entre deux fibres humides;

$r$ : le rayon de la courbure du ménisque d'eau sous lequel  $\gamma$  agit.

La nature de la variation de la résistance à la déchirure avec la résistance des liaisons rend la tâche difficile pour dériver un modèle qui permet la prédiction de cette propriété en fonction des propriétés ci haut énumérées. La figure 1.1 montre le modèle général qui décrit cette variation (22-24). Cette illustration montre une légère augmentation de l'indice de déchirure avec la résistance des liaisons pour atteindre un maximum. On observe cette augmentation pour les papiers à fibres faiblement liées. Par contre, dans le cas des papiers à fibres fortement liées, l'indice de déchirure montre une diminution avec la résistance des liaisons. La relation entre ces deux propriétés varie avec la longueur moyenne des fibres sans changer d'allure. Les courbes des pâtes à fibres longues sont supérieures à celles des fibres courtes.

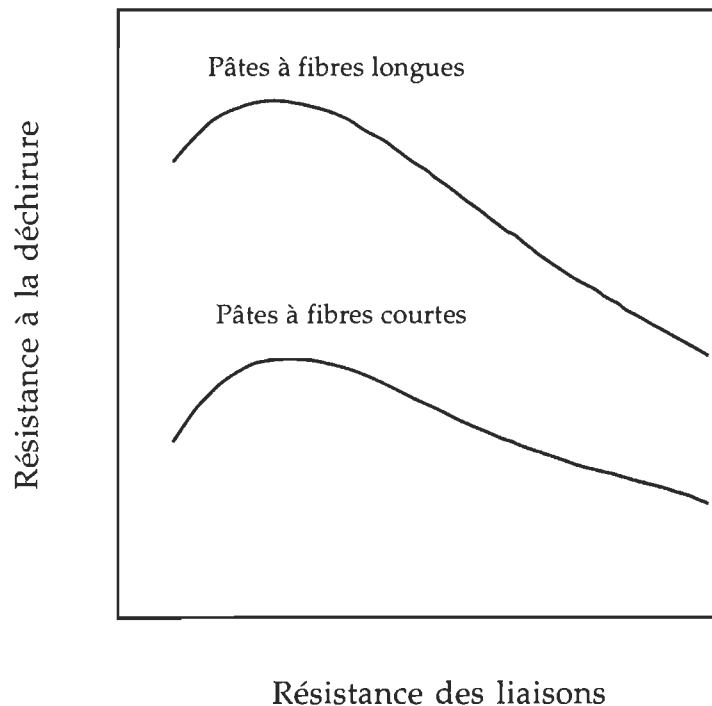
Au-delà du maximum de déchirure, Page et al. (15) ont démontré que cette propriété est inversement proportionnelle à la résistance à la rupture. De plus, la résistance à la déchirure est proportionnelle au carré de la résistance intrinsèque de la fibre (23). En tenant compte de ces considérations, l'équation 1.4 est alors propice pour prédire l'énergie de la déchirure ( $W_D$ ) des pâtes chimiques de résineux (15).

$$W_D = \frac{kR_I^n}{T} \quad [1.4]$$

où;

- k: constante arbitraire;  
 $R_I$ : résistance intrinsèque de la fibre;  
 T: résistance à la traction déterminée selon l'équation 1.1;  
 n: degré de dépendance de  $R_I$ , cette valeur se situe entre 2,5 et 3.

D'autre part, Clark (16) a développé un modèle général qui relie les résistances à la déchirure, à la rupture et à l'éclatement (PR) aux caractéristiques fondamentales des pâtes chimiques, soit la résistance intrinsèque de la fibre ( $R_I$ ), la cohésion des fibres déterminée par le test de cisaillement (S), la longueur moyenne des fibres (L), la grossièreté des fibres (G) et la compatibilité humide des fibres déterminée par le bouffant de la feuille (V). L'équation 1.5 donne la forme générale de ce modèle. Il faut mentionner que pour la résistance à la déchirure, ce modèle ne s'applique qu'au-delà du maximum de déchirure.



**Figure 1.1** Modèle général de la variation de la résistance à la déchirure avec la résistance des liaisons (22-24).

$$PR = kR_I^\alpha S^\beta L^\chi G^\delta V^\epsilon \quad [1.5]$$

où;

k: constante qui dépend du type de pâte et de la propriété de résistance;

$\alpha, \beta, \chi, \delta,$  et  $\epsilon$ : indiquent le degré de dépendance de PR de  $R_I, S, L, G$  et  $V$ .

Dans le cas des pâtes mécaniques et thermomécaniques, Andersson et Mohlin (17) ont trouvé un modèle général (équation 1.6) similaire à celui de Clark (équation 1.5). Ce modèle montre que la longueur des fibres et la résistance  $Z$  contrôlent la résistance du papier. La résistance intrinsèque de la fibre n'entre pas dans le modèle puisque les procédés de mise en pâte mécanique et thermomécanique n'influent pas significativement sur cette dernière (17). En terme statistique, on peut justifier l'ignorance de la résistance intrinsèque dans le développement de la résistance du papier. Cependant, fondamentalement, il est nécessaire d'introduire cette propriété dans tout modèle de prédiction de la résistance du papier. En effet, la rupture dans les divers tests de résistance peut prendre place dans la liaison ou dans la fibre (5- 6; 14; 16).

$$PR = kL^\alpha R_Z \quad [1.6]$$

où;

$\alpha$ : un exposant déterminant le degré de dépendance de PR de  $L$ ;

k: une constante spécifique pour chaque propriété de résistance.

À titre d'exemple, van den Akker et al. (25) ont démontré qu'à la suite de la rupture du papier en traction simple, une partie des fibres des pâtes chimiques se détache et une partie se brise. La proportion des fibres brisées augmente avec le degré de raffinage et varie de 40% à 70%. Dans le cas des pâtes mécaniques de meule, une étude (26) a démontré que bien que les fibres intactes brisent rarement, les portions de fibres endommagées et les fibrilles se brisent à la suite de la rupture du papier en traction simple.

## **1.1 Notions fondamentales sur l'adhésion**

Parmi les propriétés fondamentales des fibres, on considère l'adhésion comme l'une des plus importantes caractéristiques des pâtes. Cette propriété influe non seulement sur la qualité du papier mais aussi sur le fonctionnement de la machine à papier. En effet, une faible adhésion entre les fibres résulte généralement en papier à faibles propriétés mécaniques et en problèmes de rupture et d'arrachage dans les différentes opérations papetières.

L'adhésion des fibres cellulosiques dépend de plusieurs facteurs incluant la distribution de la longueur des fibres, leur état de surface, la flexibilité et la grossièreté des fibres. La composition chimique à la surface de la fibre joue également un rôle important dans le pouvoir adhésif des fibres (27). Par conséquent, dans toute stratégie d'amélioration de l'adhésion des fibres, il est nécessaire de comprendre tout ses aspects. De plus, il n'est pas convenable de négliger l'étude des effets des traitements d'amélioration de cette propriété sur les autres propriétés de la fibre dont sa morphologie et sa résistance intrinsèque.

### **1.1.1 Définition de l'adhésion**

Il est difficile de trouver une définition précise et satisfaisante pour l'adhésion. En effet, pour qu'elle soit acceptable, la définition doit tenir compte à la fois des aspects thermodynamiques, chimiques et mécaniques de l'adhésion (28).

Les aspects thermodynamiques font référence aux forces interfaciales à l'équilibre ou aux énergies associées aux processus réversibles telle la résistance adhésive idéale, l'énergie d'adhésion et la chaleur du mouillage. L'adhésion chimique fait référence aux liaisons chimiques à l'interface. L'adhésion mécanique désigne les chevauchements microscopiques qui peuvent exister sur des portions substantielles de l'interface.



Wu (28) a défini l'adhésion comme étant l'état dans lequel deux corps distincts sont liés ensemble par contact interfacial intime de telle sorte qu'une force ou un travail mécanique peut être transféré à travers l'interface. Les propriétés mécaniques de la zone interfaciale qui maintiennent les deux phases ensemble déterminent cette force qui peut provenir des liaisons ioniques, covalentes ou encore des forces de van der Waals. Le tableau 1.2 présente les énergies et les distances entre atomes des différents types de liaisons (28-29).

Le critère dans les liaisons ioniques est la différence dans l'électro-négativité. À titre d'exemple, le sodium perd facilement des électrons. Par contre, le chlore a une tendance rigoureuse pour attirer les électrons. Le sodium donne alors son électron au chlore ce qui crée une attraction électrostatique élevée qui lie les cations  $\text{Na}^+$  aux anions  $\text{Cl}^-$  dans une solution cristalline stable. Si les liaisons sont purement ioniques, l'énergie cohésive peut être calculée comme étant l'énergie des ions à l'équilibre dans une structure cristalline en utilisant la séparation infinie des ions comme le zéro de l'énergie potentiel (29).

Les liaisons covalentes se forment quand deux atomes partagent un électron plutôt que de transférer des électrons. Jusqu'à présent, il n'y a pas de méthodes élémentaires pour déterminer les caractéristiques des liaisons covalentes. La résistance de ces liaisons dépend principalement du degré du caractère ionique et de l'ordre des liaisons.

Les forces de van der Waals font références à la découverte de Diderik van der Waals en 1879 qui a reconnu l'existence des forces attractives et répulsives parmi les molécules des gaz. Il a attribué à ces forces la déviation de la loi des gaz idéals soit  $PV=nRT$ . Ces forces peuvent opérer à des distances où il n'y a ni échanges, ni superposition, et possèdent généralement de faibles énergies. Il y a 4 types de forces (28-29):

1. Interactions entre dipôles permanents (forces de Keeson): Ces forces sont présentes entre deux molécules polaires où il existe des forces d'attraction électrostatique. Le pôle positif de l'une attirant le pôle négatif de l'autre.

2. Énergie d'induction (forces de Debye): Chaque molécule polaire va créer autour d'elle un champ électrique. Si une molécule non polaire vient dans son voisinage elle subit l'influence de ce champ qui exerce une force d'attraction entre les deux dipôles comme entre deux dipôles permanents.
3. Forces de dispersion (de London): Ce type d'effet résulte de l'interaction mécanique des oscillations électroniques autour de toutes les molécules.
4. Liaisons hydrogènes: Elles se forment quand un atome d'hydrogène sert de pont entre deux atomes généralement électronégatifs ou entre deux molécules pour donner des molécules ou de causer les molécules à adhérer ensemble.

### 1.1.2 Formation des liaisons par adhésion

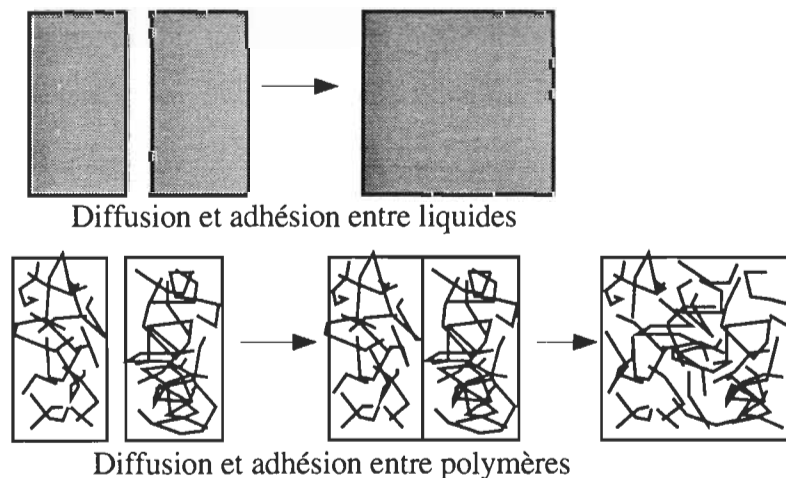
La première étape dans la formation d'une liaison par adhésion est l'établissement d'un contact moléculaire interfacial par mouillage (28). Un bon mouillage augmente la résistance de la liaison alors qu'un mouillage incomplet résulte en défauts à l'interface diminuant ainsi la résistance de la liaison adhésive. À la suite du mouillage, l'adhésion peut prendre place selon différents procédés.

**Tableau 1.2 Énergies et distances des différents types de liaisons (29).**

Type de liaison	Énergie, kcal/mole	Distance, Å
Liaisons chimiques		
Liaisons covalentes	50-213	1-2
Liaisons ioniques	140-250	
Liaisons métalliques	27-83	
Forces de van der Waals:		
Liaisons hydrogènes	2,5-11,6	2,4-8
Forces de London	1-5	3-6
Forces de Debye	jusqu'à 0,5	3-5
Forces de Keeson	jusqu'à 10	

### *Adhésion par diffusion*

Voyutskii (30) a développé la théorie d'adhésion par diffusion. Une portion de cette théorie stipule que l'adhésion se fait seulement quand des segments de chaînes macromoléculaires d'une composante peuvent diffuser à travers une interface pour atteindre la surface de l'autre composante. Dans le cas des liquides, le mouillage et la diffusion sont simultanés et l'interface disparaît instantanément par contact interfacial (figure 1.2). Par contre, l'adhésion des polymères se fait sur deux étapes; le mouillage suivi par inter diffusion. L'adhésion ne sera complète qu'après inter diffusion extensive des segments des chaînes polymériques à travers l'interface pour rétablir le réseau polymérique.



**Figure 1.2** Diffusion et adhésion entre liquides et entre polymères (28).

### *Adhésion chimique*

L'adhésion chimique prend place quand deux groupements fonctionnels réagissent à l'interface pour former des liaisons covalentes, ioniques ou métalliques. Ces liaisons ont des énergies d'attraction supérieures à celles des forces de van der Waals (tableau 1.2). Les liaisons formées par adhésion chimique ont une énergie des liaisons élevée (28).

### *Adhésion mécanique*

On utilise l'accrochage mécanique pour favoriser l'adhésion des matériaux traités à la surface, et pour la formation des matériaux poreux comme le papier et le cuir (28). L'augmentation de la rugosité des surfaces peut améliorer la résistance de liaisons entre deux corps solides en augmentant la surface de contact, en favorisant le mouillage ou en fournissant des sites d'accrochage mécanique.

#### **1.1.3 Adhésion et nature des liaisons dans le papier.**

Plusieurs théories expliquent le pouvoir adhésif des fibres cellulosiques. En effet, tous les types de liaisons peuvent exister à l'interface de ces fibres. Plusieurs facteurs influent sur les liaisons entre les fibres dans le papier. Parmi ces facteurs, il y a le degré de polymérisation, le degré d'ordre et désordre, la taille absolue des régions ordonnées et l'orientation des macromolécules. Dans les fibres du bois, il faut ajouter la structure morphologique et la présence d'autres substances chimiques telles les hémicelluloses, la lignine et les matières extractibles. Cette liste de paramètres montre qu'il est pratiquement impossible de donner une formulation exacte de l'adhésion entre les fibres du bois quand tous ces facteurs sont inclus (27).

### *Effets de la tension superficielle sur les liaisons entre fibres*

Lyne et Galley (21) ont prouvé que la tension superficielle de l'eau est le principal responsable de la résistance du papier à des teneurs en solides faibles. Ils sont arrivés à

cette conclusion en fabricant des feuilles de verres qui ne possèdent pas de pouvoir liant. La variation de la force de traction entre les fibres avec la teneur en solide montre que cette force atteint un maximum à 25% de teneur en solide. Un enlèvement additionnel de l'eau cause une diminution de la force de traction à une valeur très faible. Dans le cas du papier, le développement de la force de traction atteint aussi un maximum à 25% de teneur en solide. Ces résultats suggèrent que la tension superficielle de l'eau soit dominante jusqu'à 25% de teneur en solide. Par la suite, les liaisons entre les fibres se développent.

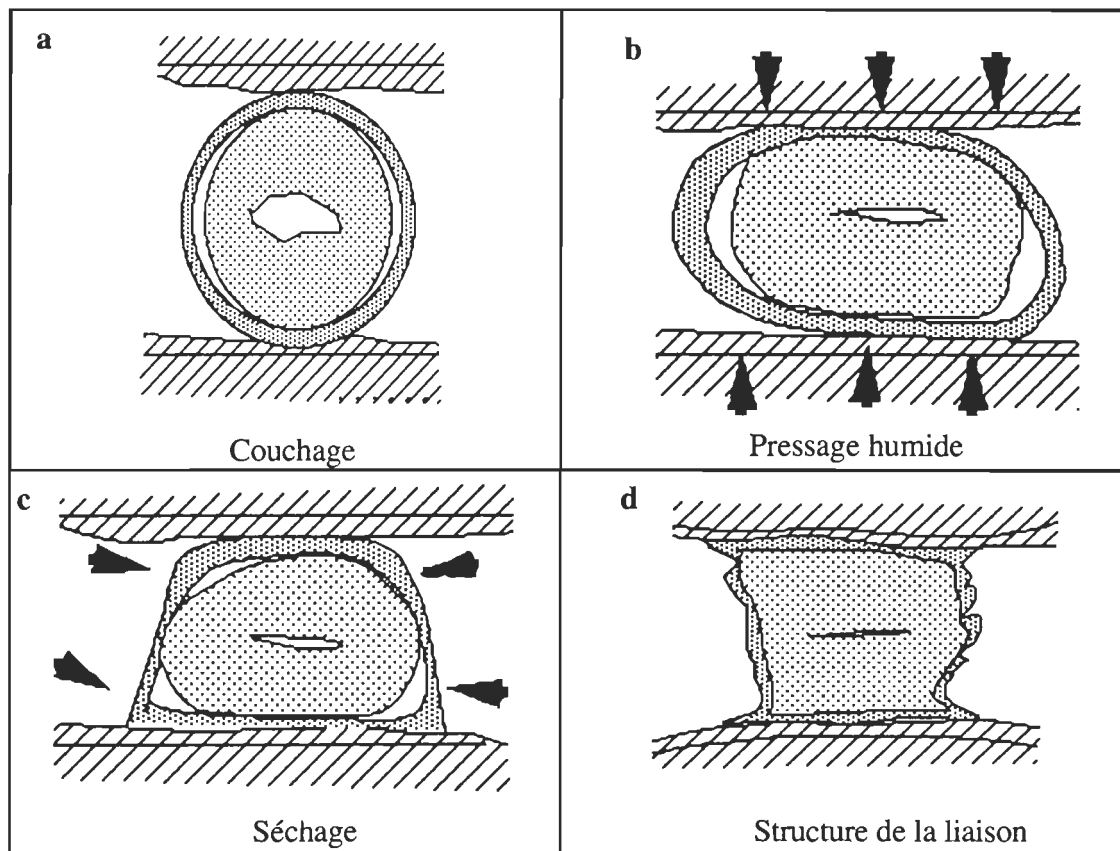
Dans le processus de l'enlèvement d'eau, la tension superficielle crée une immense force qui comprime et amène les fibres à entrer en contact plus intime. Cette action accroît avec l'augmentation de la teneur en solide du matelas fibreux (31). Une fois que ces éléments se rapprochent à l'intérieure d'une distance de 10 Å, les groupements hydroxyles de deux fibres distinctes ou d'une même fibre forment des liaisons hydrogènes (5-6; 31). Pour illustrer l'action de la tension superficielle de l'eau, Campbell (32-33) a calculé que pour deux fibres de 30µm de diamètre, parallèles et séparées par une couche d'eau, la force de rétention est de 620kPa. Dans le cas des fibrilles de 2µm de diamètre, cette force est de 3700kPa. L'absence de la tension superficielle de l'eau résulte en une formation de feuille de papier à faible densité et propriétés physiques. En effet, van den Akker (34) a démontré que l'élimination de l'action de la tension superficielle de l'eau entre les fibres par sublimation à -6°C résulte en une feuille très poreuse et à faibles propriétés physiques.

### *Mécanisme de la formation des liaisons dans le papier*

Le procédé de la formation des liaisons dans le papier commence du couchage de la pâte en passant par le pressage humide jusqu'au séchage (figure 1.3). Au cours du couchage de la suspension de pâte, les fibres se rapprochent mais pas assez pour former un contact direct (figure 1.3a), les fines s'amènent vers la surface des fibres par l'action de la tension superficielle de l'eau (35). Le pressage humide permet aux fibres d'entrer en contact plus intime (figure 1.3b). Cependant, les liaisons ne sont pas encore bien développées, l'eau

s'écoulant du matelas fibreux peut facilement séparer les particules et les transporter dans une nouvelle position. Ceci peut introduire un gradient de densité dans la direction Z. Par conséquent, la feuille de papier montre différents degrés de liaisons dans les différentes couches (36-37).

Le séchage est le principal responsable de la densification du papier et la formation des liaisons (35-37). Au cours de cette opération, les fibres ont une tendance à se comprimer, se retirer et former des rides à leurs surfaces (figure 1.3c). Ces changements développent la structure des liaisons et augmentent la surface de contact entre les fibres (figure 1.3d).



**Figure 1.3** Mécanisme de formation et structure des liaisons dans le papier (35).

### *Types de liaisons dans le papier sec*

Le papier formé dans l'eau puis séché est résistant. Quand on le plonge dans l'eau, il se désintègre. Il est normal de penser que les surfaces des fibres adhèrent avec une colle soluble dans l'eau. Cependant, si on le sèche de nouveau, il redevient résistant. Par conséquent, l'hypothèse d'une colle avec une entité séparée n'est pas valide. Par contre, on peut affirmer que la surface des fibres possède une capacité d'adhésion (27).

Une telle évidence du pouvoir adhésif de la cellulose en présence de l'eau montre l'existence d'interactions moléculaires chimiques. Ces dernières peuvent être des liaisons covalentes, des attractions polaires ou des forces de van der Waals dont la liaison hydrogène.

La formation des liaisons covalentes dans le papier est peu probable puisque la résistance de ce dernier est trop faible. En effet, les liaisons covalentes ont des énergies d'activation supérieures à ceux des liaisons hydrogènes et les autres forces de van der Waals (tableau 1.2). L'apport de l'effet mécanique des chevauchements entre fibrilles n'a pas d'importance significative sur les liaisons entre les fibres cellulosiques à cause de leur nature hautement élastique (38). Par contre, l'effet mécanique obtenu par gaufrage des fibres est un facteur important dans les liaisons entre fibres (39).

Parmi les théories sur la nature des liaisons, la théorie de la liaison hydrogène de Nissan (40) semble être la plus acceptée. L'existence de ce type de liaisons entre et à l'intérieure des fibres cellulosiques est due au fait que les groupements hydroxyles adjacents ont une forte attraction l'un pour l'autre qui peut atteindre jusqu'à 5 kcal/mole. Quand ces groupements se rapprochent à une distance de 2,5 à 3,5 Å, la liaison hydrogène prend place. Cette dernière peut se former entre les groupements hydroxyles de deux fibres adjacentes (figure 1.4a) ou entre deux groupements hydroxyles à travers une molécule

d'eau (figure 1.4b). Cette liaison peut prendre place également entre les groupements hydroxyles de la même fibre.

La théorie de Nissan (40) stipule que la liaison hydrogène est le principal responsable de l'adhésion dans le papier. Cette théorie se base sur le fait que la substitution des groupements hydroxyles par des groupements acétyles, fait perdre au papier tout son pouvoir de cohésion. En effet, la substitution de seulement 20% des groupements hydroxyles a réduit à zéro l'énergie de rupture du papier. Ceci montre que même si d'autres types de liaisons existent, ils n'ont pas de contribution significative sur la résistance des liaisons. Les observations à la spectroscopie infrarouge par Marrinan (42) supportent cette théorie en démontrant l'absence de groupements hydroxyles libres dans la cellulose solide. Ceci est une indication directe de la formation des liaisons hydrogènes.

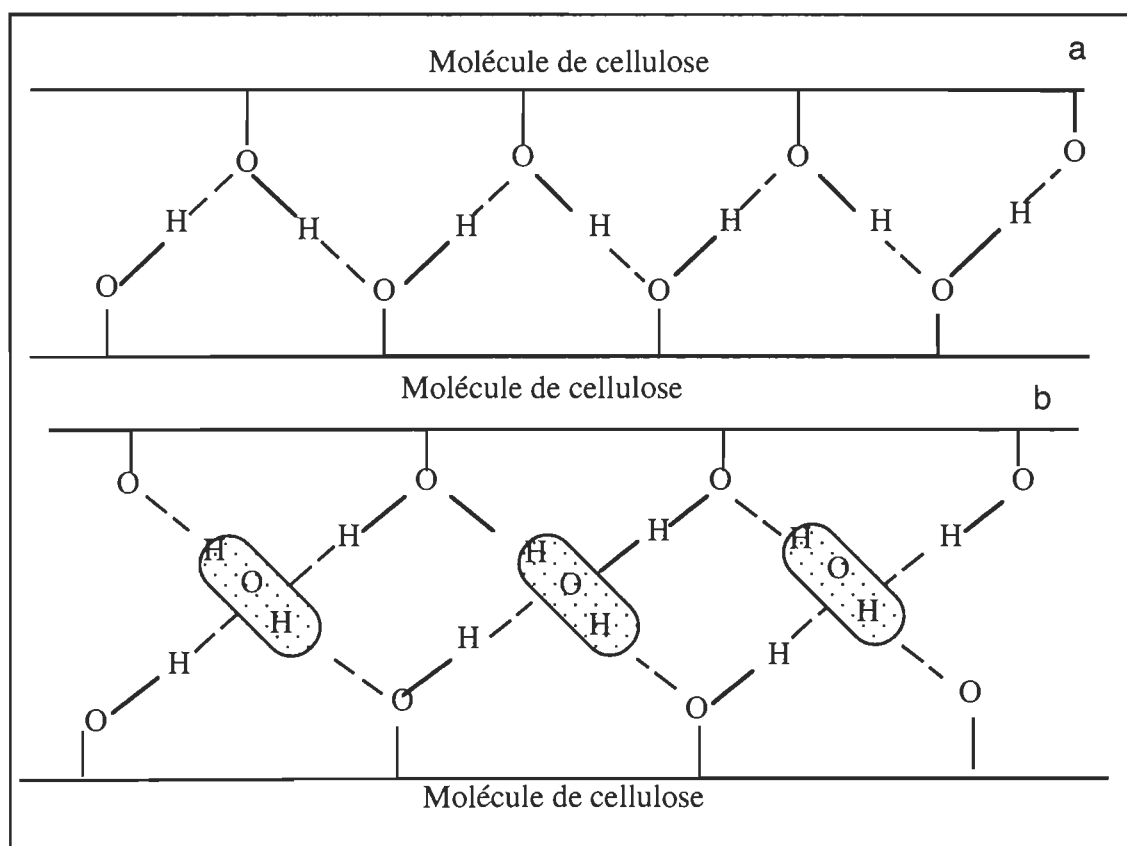
Nissan (40) estime que dans le papier, la liaison hydrogène a une énergie moyenne de 4,5 kcal/mole avec une variance d'environ 15%. Cette valeur est trop faible pour expliquer à elle seule la résistance des liaisons dans le papier. En effet, l'énergie d'arrachage d'une liaison hydrogène possède une valeur approximative de 0,13 J/m<sup>2</sup> (43) comparativement à 200 J/m<sup>2</sup> pour l'énergie de rupture des liaisons dans le papier (44-47). Cette supériorité s'explique par la surestimation de l'énergie de rupture des liaisons fibre-à-fibre mesurée sur le papier (43-44). En effet, cette énergie inclue celle due à l'élongation des fibres (48) et celle dissipée dans le réseau fibreux sans causer de rupture. De plus, la surface liée déterminée par les méthodes optiques est inférieure à la surface liée réelle (43). L'ensemble de ces considérations permet de défendre la théorie de la liaison hydrogène de Nissan.

### *Théorie de la solubilité partielle et de la diffusion*

Urquhart (49) a proposé une hypothèse selon laquelle la cellulose est soluble dans l'eau à certains stades. Campbell (50) a proposé aussi que les cristallites de la cellulose des fibres raffinées deviennent partiellement dissoutes dans l'eau. À cet état, ils vont s'attacher à des



cristallites similaires des fibres adjacentes. Ces deux théories peuvent nous aider à mieux comprendre par quel moyen les molécules sur la surface des fibres entrent en contact pour former des liaisons. Cependant, à la suite du contact intime des surfaces des fibres par solubilité partielle ou par diffusion, les liaisons qui résultent de ces deux phénomènes dépendent de la chimie des macromolécules. À titre d'exemple, les liaisons entre les fibres cellulosiques se font principalement entre les groupements hydroxyles. Par conséquent, les liaisons formées sont du type hydrogène (6).



**Figure 1.4** Illustration de la liaison hydrogène (41) entre:  
 a) deux molécules de cellulose,  
 b) deux molécules de cellulose à travers une couche d'eau.

## **1.2 Variables influents sur les liaisons fibre-à-fibre**

Le degré de liaisons entre les fibres dans le papier dépend de la nature physico-chimique de la surface des fibres, des traitements appliqués et du procédé de sa formation. En plus, le degré de polymérisation, la morphologie et la composition chimique de la fibre sont des facteurs influents sur l'adhésion entre les fibres cellulosiques (27). Par conséquent, il est difficile d'étudier la nature de l'adhésion dans le papier d'un seul point de vue.

### **1.2.1 Composition chimique et chimie de surface**

Plusieurs paramètres dont, le procédé de mise en pâte et les divers traitements appliqués sur la pâte et le papier agissent sur la nature de la surface des fibres. La théorie de la liaison hydrogène suggère que le pouvoir de former des liaisons des fibres cellulosiques soit dépendant de la nature de leur surface. La présence des composantes hydrophiles à la surface des fibres, telles les hémicelluloses, favorise la formation des liaisons hydrogènes. Par contre, la présence des composantes hydrophobes, telle la lignine, empêche cette formation (5-6).

#### ***Les hémicelluloses***

Une teneur élevée en hémicelluloses favorise la formation des liaisons fibre-à-fibre. Par exemple, Nordman (47) a rapporté que l'augmentation de la quantité des hémicelluloses dans les pâtes de bois augmente la résistance des liaisons par unité de surface. L'augmentation du nombre de liaisons hydrogènes par unité de surface est une explication plausible. En effet, les hémicelluloses sont très mobiles à cause de leur poids moléculaire faible, ce qui permet à leurs groupements hydroxyles de se lier facilement aux groupements hydroxyles de la cellulose moins mobile (6). En plus, les hémicelluloses fournissent une concentration de groupements polaires pour attirer l'eau dans la fibre, ceci adouci sa structure et introduit des zones de faiblesse. Cette dernière rend la fibre plus accessible à la fibrillation au cours du raffinage augmentant ainsi la probabilité de

formation des liaisons hydrogènes (5). Tous ces changements résultent en: une réduction dans la rigidité des fibres; des augmentations dans la compressibilité humide des fibres, la densité de la feuille, la surface liée; et une amélioration dans la résistance des liaisons fibre-à-fibre.

Les propriétés du papier sont optimales à une teneur en hémicelluloses d'environ 20% (51). Au-delà de cette teneur, la résistance intrinsèque de la fibre diminue. Par conséquent, l'effet bénéfique des hémicelluloses est contrecarré par cette diminution (52).

### *La cellulose*

L'augmentation de la teneur en cellulose jusqu'à 80% a un effet bénéfique sur la résistance intrinsèque de la fibre (53). Cependant, très peu d'études ont abordé l'effet de la cellulose sur les liaisons entre les fibres. Parmi ces études, il y a ceux de Hatakeyama et al. (54-56) qui ont attribué les changements dans la capacité calorifique, et la résistance de la cellulose aux changements de structure de sa partie amorphe. D'autre part, on reconnaît universellement que la résistance du papier s'améliore avec l'augmentation du degré de polymérisation de la cellulose (5-6).

### *La teneur en lignine*

La teneur et la nature de la lignine présente dans la fibre, plus particulièrement sur sa surface, sont les facteurs dominants dans le contrôle de la résistance des liaisons fibre-à-fibre (9; 57). Les différents procédés de mise en pâte produisent des pâtes avec des teneurs en lignine différentes. Les procédés chimiques donnent généralement des pâtes à faible teneur en lignine et un rendement relativement faible. Par contre, les procédés mi-chimiques au sulfite, chimico-mécaniques, et chimico-thermomécaniques produisent des pâtes à très haut rendement et à teneur en lignine élevée. De leur part, les procédés mécaniques de meule et thermomécaniques possèdent des rendements maximums

d'environ 95 %. En effet, dans ces procédés il n'y a pas d'extraction chimique des composantes de la fibre.

Ces différences de teneur en lignine se traduisent généralement par une différence dans la flexibilité des fibres de chacune de ces pâtes. Les fibres des pâtes chimiques à teneur généralement faible en lignine sont très flexibles. Par conséquent, ils ont peu d'opposition à l'action de compression du pressage humide. Ceci augmente la surface liée entre les fibres et la probabilité de formation des liaisons hydrogènes. Dans ce cas, la quantité de la lignine n'est pas le seul facteur qui contrôle la résistance des liaisons, la nature de la lignine joue aussi un rôle important. En effet, certains chercheurs (9; 57-59) rapportent que les pâtes au sulfite ont une résistance spécifique des liaisons plus élevée que celle des pâtes kraft. Les trois facteurs suivants expliquent cette différence (9; 58):

1. La présence de la lignine sur la surface des fibres des pâtes chimiques kraft (PCK) empêche à la fois le gonflement et la fibrillation, ceci s'explique par le caractère hydrophobique de la lignine.
2. L'exposition des groupements hydrophiles, soit les groupements d'acides sulfonique, sur la surface des fibres des pâtes au sulfite favorise la formation des liaisons hydrogènes.
3. La meilleure flexibilité des fibres des pâtes au sulfite.

Quand la lignine est complètement dissoute des fibres des pâtes chimiques, la présence des hydrates de carbone à faible poids moléculaire sur la surface des fibres contrôle la résistance des liaisons. Cependant, une dissolution graduelle des hémicelluloses accompagne souvent cette délignification ce qui annule partiellement ces effets bénéfiques en diminuant considérablement la résistance intrinsèque de la fibre (5-6).

Dans le cas des procédés de mise en pâte mi-chimiques à haut rendement, telles les pâtes chimico-thermomécaniques (PCTM), chimico-mécaniques (PCM) et les pâtes à explosion,

les produits chimiques les plus répandus pour le traitement des copeaux (2) sont le sulfite de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) et la soude caustique ( $\text{NaOH}$ ). Le traitement au sulfite permet l'extraction de la lignine à la surface des fibres et la formation de groupes carboxyliques et sulfoniques favorisant ainsi la formation des liaisons hydrogènes (3-4). La soude caustique ( $\text{NaOH}$ ) permet d'augmenter le gonflement et l'adoucissement des fibres (3) et par conséquent, améliorer leur flexibilité. Ceci se traduit par un meilleur contact entre les fibres, une meilleure résistance des liaisons et par conséquent, de meilleures propriétés physiques. Ces traitements ont aussi un effet bénéfique sur la diminution de l'énergie de raffinage et l'amélioration des propriétés optiques du papier. De plus, ils permettent de minimiser la fragmentation des fibres au cours du défibrage mécanique (4).

Le traitement chimique des pâtes peut avoir lieu après le premier étage de raffinage des pâtes thermomécanique ou après le défibrage des pâtes mécaniques. Un traitement chimique similaire à celui des copeaux a les mêmes effets. Par contre, ce traitement nécessite un rapport liqueur/bois supérieur et n'empêche pas la fragmentation des fibres (4).

Dans le cas des pâtes thermomécaniques et mécaniques, les propriétés du papier sont généralement faibles à cause de leur teneur élevée en lignine (4). Cette dernière se traduit par une rigidité élevée des fibres ne permettant qu'un minimum de contact entre elles. En effet, ces dernières maintiennent leur forme cylindrique même après l'action de compression du pressage humide (5).

### **1.2.2 Blanchiment des pâtes**

Le blanchiment consiste à extraire la lignine de la surface des fibres améliorant à la fois la blancheur du papier et la flexibilité des fibres (5-6). Dans le cas des pâtes chimiques à faible rendement, en plus de l'extraction de la lignine, le blanchiment cause une dépolymérisation partielle de la cellulose et une dissolution partielle des hémicelluloses (5).

La combinaison de ces effets cause une diminution de la résistance spécifique des liaisons entre fibres adjacentes (5; 57). Cependant, la résistance des liaisons globale augmente à cause de l'amélioration dans la flexibilité des fibres. Par conséquent, la surface liée augmente ce qui compense pour la perte dans la résistance spécifique des liaisons (57).

Dans le cas des pâtes à haut rendement, le blanchiment permet aussi l'amélioration de la résistance des liaisons par une délignification progressive de la surface des fibres. La cellulose non combinée devient alors exposée sur la surface des fibres. Ceci rend les fibres plus susceptibles à la fibrillation aux stages subséquents de raffinage et augmente les sites de formation des liaisons hydrogènes (5).

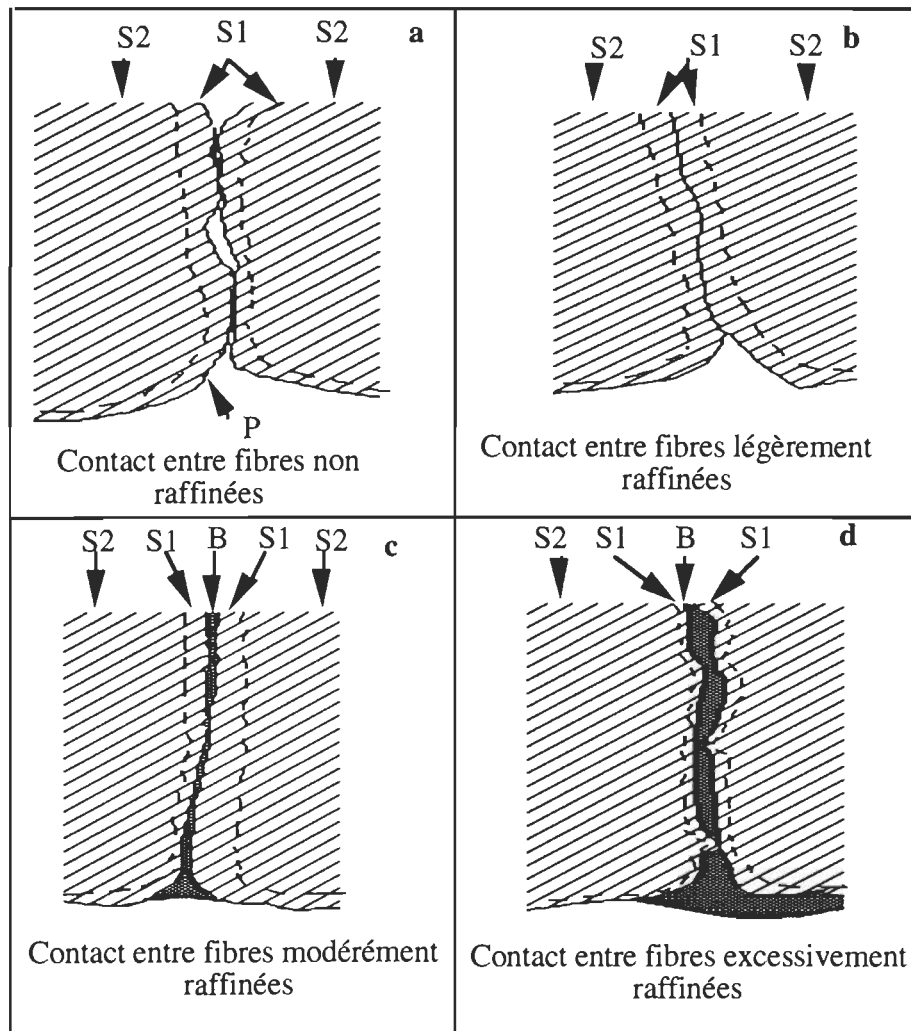
### **1.2.3 Raffinage des pâtes**

Dans l'industrie papetière, le raffinage des pâtes augmente les propriétés physiques du papier. Dans la littérature, plusieurs publications traitent des effets de ce traitement sur la fibre et sa surface (5-7; 35; 60-65). Les principaux effets de ce traitement sont:

1. La fragmentation des fibres.
2. La modification de l'état de surface des fibres.
3. La production de fines.
4. La delamination interne et les changements à la structure de la paroi des fibres.
5. L'activation des fibres par élimination de leurs défauts.

La combinaison de ces facteurs change la structure entre les fibres liées (35). La figure 1.5 montre que le contact entre deux fibres adjacentes non raffinées se fait sur leurs parois primaires. Dans ce cas, la surface liée est faible et des régions non liées existent souvent dans la surface du contact optique (figure 1.5a). Un léger raffinage cause l'arrachage de la paroi primaire des fibres. Le contact se fait alors sur la couche S1 des fibres adjacentes (figure 1.5b). Un raffinage plus avancé a comme effet une légère séparation de la couche S1 de la couche S2, ce qui entraîne une fibrillation et une production de fines. Ces

dernières vont remplir les espaces entre les fibres et former ainsi une couche de liaison (B) sur les surfaces de deux fibres adjacentes (figure 1.5c). L'épaisseur de cette couche varie avec le degré du raffinage (figure 1.5c-d). La combinaison de ces changements se traduit par une augmentation dans la résistance des liaisons fibre-à-fibre. La couche de liaison (figure 1.5c-d) indique l'existence d'adhésion mécanique suite au chevauchement des fibrilles de deux fibres adjacentes.



**Figure 1.5** Effet du raffinage sur la structure des liaisons (35).

#### 1.2.4 Morphologie des fibres

La paroi des fibres du bois d'été est plus épaisse que celle du bois de printemps (5-6; 66). Par conséquent, leurs fibres sont influencées différemment par les traitements chimiques et mécaniques appliqués au cours de la mise en pâte et la fabrication du papier. En effet, plusieurs recherches ont montré que la résistance des liaisons augmente avec l'augmentation de l'épaisseur des parois. Schniewind et al. (67) ainsi que McIntosh et Léopold (68) ont rapporté que les fibres du bois d'été développent une meilleure résistance des liaisons que celle du bois de printemps. Paavilainen (69) a trouvé une amélioration de la résistance des liaisons quand le pourcentage du bois d'été augmente dans différentes pâtes chimiques kraft. Par contre, Mohlin (58) n'a pas trouvé de différence significative entre la résistance spécifique des liaisons des fibres du bois d'été et celle du bois de printemps.

La longueur moyenne des fibres n'a pas d'effet sur la résistance des liaisons des pâtes chimiques et mécaniques (9; 17; 22). Cette affirmation se base sur le fait que; pour un procédé de mise en pâte donné, la relation entre la résistance  $Z$  et la densité des pâtes issues des bois feuillus et résineux tombe sur la même droite. Par contre, la distribution de la longueur des fibres joue un rôle important dans le développement de la résistance des liaisons. À titre d'exemple, une augmentation du contenu en fines a un effet bénéfique sur la résistance des liaisons des pâtes chimiques (43-44; 70) et mécaniques (71-73). En se plaçant entre les fibres adjacentes, les fines améliorent à la fois la surface de contact et la probabilité de formation des liaisons hydrogènes. De plus, la valeur de rétention de l'eau des fines est supérieure à celle des fibres donc, ils possèdent un meilleur pouvoir gonflant. Ceci résulte en un meilleur contact avec les fibres (74).



### 1.2.5 Effets des additifs polymériques

Les différents types d'additifs polymériques utilisés dans l'industrie des pâtes et papiers améliorent à la fois la résistance du papier, le drainage de l'eau et la rétention des fines. Parmi ces additifs, il y a la résine (75), les polyacrylamides (8) et les amidons cationiques (5; 9-12). Le tableau 1.3 montre le mécanisme d'amélioration de la résistance des liaisons par ces additifs. On obtient les meilleures améliorations dans la résistance des liaisons par les additifs qui causent la création des liaisons covalentes en occurrence la résine (8) et les amidons cationiques avec groupements aldéhydes (12). Ces derniers montrent un potentiel important puisque son addition résulte en une amélioration de 700% de la résistance des liaisons.

### 1.2.6 Effets des paramètres reliés à la machine à papier

Les paramètres reliés à la machine à papier comprennent notamment la consistance de formation, le pressage humide et le séchage. Nous présentons et discutons des effets de ces variables sur la résistance des liaisons dans l'ordre ci haut mentionnés.

**Tableau 1.3 Mécanisme d'amélioration des liaisons par les additifs.**

Type d'additif	Mécanisme d'amélioration
Résine	Création de liaisons covalentes (75).
Polyacrylamides (PAM)	Améliorent la valeur de rétention de l'eau et augmentent la surface liée et la probabilité de formation des liaisons hydrogènes (8).
Amidon cationique	Ces particules servent de pont entre les fibrilles adjacentes non alignées pour former des liaisons hydrogènes (5; 9; 10; 12).
Amidon cationique avec groupements aldéhydes	Création de liaisons covalentes par la réaction des groupements aldéhydes avec les groupements hydroxyles de la cellulose pour former des hémiacétales ou des acétales (12).

La formation du papier à une consistance élevée donne des papiers avec une résistance à la rupture en traction simple relativement élevée (76). Cependant Andersson (77) a montré qu'une variation de la consistance de 0,2 à 0,6 g/l n'a aucune influence significative sur la résistance des liaisons.

Le rôle principal du pressage humide est l'enlèvement de l'eau et la consolidation du matelas fibreux avant le séchage. L'augmentation de la pression de compression au cours de cette opération améliore la résistance des liaisons pour les pâtes chimiques (5; 9; 43; 78). Cette amélioration s'explique principalement par l'augmentation de la surface de contact entre les fibres. Par contre, les fibres des pâtes mécaniques sont rigides et s'opposent à l'action de la compression. Ces fibres préservent leurs formes cylindriques et pour toute fin pratique la surface de contact entre les fibres n'augmente pas. Par conséquent, l'augmentation de la pression durant le pressage humide des pâtes mécaniques n'a pas d'effet significatif sur la résistance des liaisons (5-6).

Dans une opération normale de formation du papier, après le pressage humide il y a le séchage. Au cours de cette opération, les fibres et les fibrilles ont tendance à s'aligner et entrer en contact par l'action de la tension superficielle de l'eau. Une fois que ces éléments se rapprochent à l'intérieure d'une distance de 10 Å, les groupements hydroxyles de deux fibres distinctes ou d'une même fibre forment des liaisons hydrogènes entre eux ou à travers des molécules d'eau (5).

Le séchage sous tension améliore la résistance à la rupture du papier (79) mais n'a aucun effet significatif sur la résistance des liaisons (77; 79). Par contre, le séchage sous compression a doublé la résistance des liaisons (70).

### **1.2.7 Traitement thermique du papier**

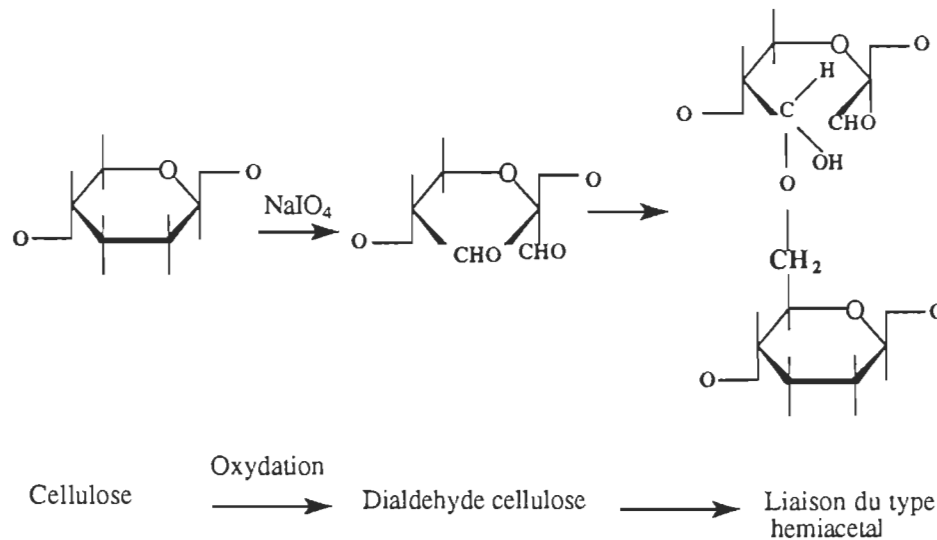
Back (13) a étudié les phénomènes qui peuvent prendre place suite à un traitement thermique des matériaux cellulosiques. Il a utilisé une plage assez large de température

(70-350 °C) et a rapporté qu'à la suite d'un traitement thermique du papier, il y a trois phénomènes qui peuvent se reproduire:

1. Une formation abondante des enchaînements par des liaisons transversales entre et à l'intérieure des fibres; ces liaisons sont probablement covalentes.
2. Une dépolymérisation des composantes chimiques de la fibre qui se traduit surtout par un raccourcissement des fibres et d'une diminution de leur résistance intrinsèque.
3. Un écoulement des composantes phénoliques des fibres, qui par leur caractère hydrophobe, protégeront les liaisons hydrogènes déjà formées de l'action de l'eau.

Les enchaînements par liaisons transversales sont covalentes (13). Cette affirmation se base sur le fait que l'eau brise les liaisons hydrogènes dans la partie amorphe de la cellulose et dans les hémicelluloses, surtout celles entre les fibres. Par contre, les liaisons covalentes entre les chaînes d'hydrates de carbone sont résistantes à l'action de l'eau. L'augmentation importante dans la résistance à la traction du papier humide suite à un traitement thermique est un indice sur la formation des liaisons covalentes. Cependant, le mécanisme chimique de la formation des enchaînements par liaisons transversales à la suite de ce traitement n'est pas encore connu. À titre d'exemple, les analyses à l'infrarouge n'ont pas donné des informations interprétables (13).

Back (13) a utilisé des oxydants tel le périodate de sodium ( $\text{NaIO}_4$ ) pour étudier le mécanisme de formation des enchaînements par liaisons transversales après oxydation. Ces enchaînements se font par des liaisons hémiacétale après oxydation de la cellulose et des hémicelluloses pour donner principalement des groupements dialdéhydes (figure 1.6). Donc, il est raisonnable d'assumer la formation des groupements hémiacétale entre les chaînes cellulosiques.



**Figure 1.6** Mécanisme des enchaînements par liaisons transversales du type hémiacétal après oxydation au périodate (13).

Ce mécanisme peut être valide pour tout traitement thermique des matériaux cellulosiques en présence de l'oxygène. La démonstration indirecte de cette affirmation se base sur la comparaison des effets du traitement thermique sur la résistance humide du papier traité au périodate de sodium à celui traité à l'eau. En effet, Back (13) a démontré qu'après 20 minutes de traitement thermiques, les papiers traités à l'eau ont la même résistance humide que ceux traités au périodate. À la lumière de ce résultat, il a conclu que le traitement thermique peut créer des liaisons covalantes entre les fibres cellulosiques.

Le deuxième phénomène qui peut prendre place dans un traitement thermique du papier est la dépolymérisation de la cellulose et des hémicelluloses. Stenberg (80) a observé ce phénomène en étudiant les effets de ce traitement sur le carton double. Il a rapporté que la résistance  $Z$  atteint un maximum après 3 à 5 secondes de traitement thermique à 350°C. Au-delà de cette période, la résistance  $Z$  diminue considérablement. Cette diminution s'explique par la dépolymérisation de la cellulose et des hémicelluloses.

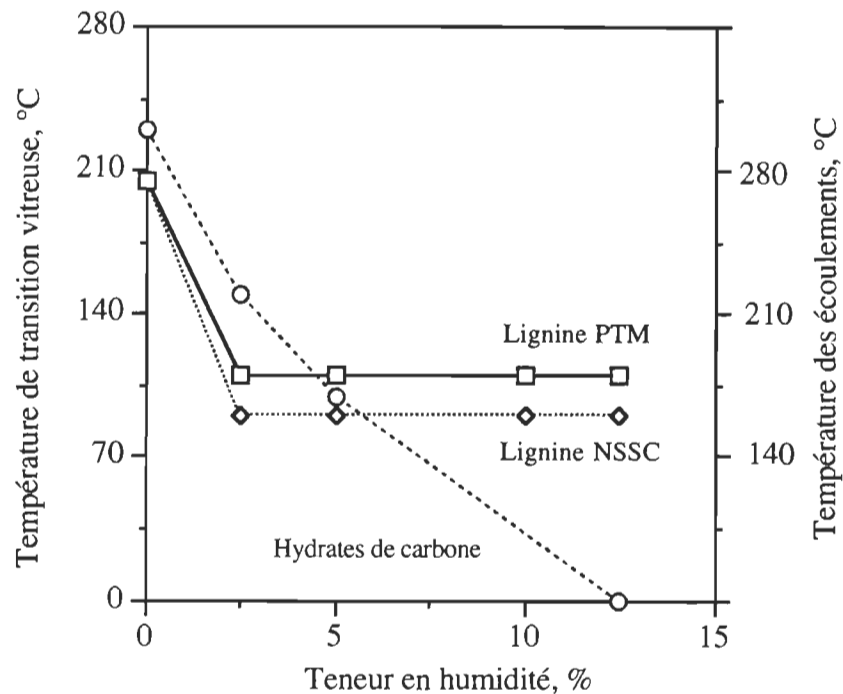
Le troisième phénomène qui prend place suite à un traitement thermique du papier est l'écoulement des composantes de la fibre. L'écoulement de la lignine rend le matériel hydrophobe, ce qui explique l'amélioration de la résistance humide du papier.

En théorie, le traitement thermique des polymères amorphes fait descendre rapidement leur viscosité à l'intérieur d'une plage de 75°C au-dessus de leur température de transition vitreuse (81). Dans le cas du bois, il s'agit d'un traitement d'un thermoplastique fabriqué à partir de 2 ou 3 composantes avec différentes températures de transition vitreuse (tableau 1.4) plus une composante cristalline (la cellulose) et un adoucisseur (l'eau); le tout est distribué dans une entité locale avec des concentrations différentes (80).

L'action d'adoucissement de l'eau pour les hémicelluloses et la cellulose amorphe peut réduire leur température de transition vitreuse jusqu'à 0°C ou moins (figure 1.7). Dans le cas de la lignine, la température de transition vitreuse diminue brusquement avec une faible augmentation de sa teneur en humidité. Cependant, au-delà de 3% de cette teneur, la température de transition vitreuse reste constante à 110 °C pour la lignine des pâtes thermomécaniques et à 90°C pour les pâtes sulfonées (81).

**Tableau 1.4** Températures de transition vitreuse des composantes du bois (81).

Composante	Température de transition vitreuse, °C	
	à l'état sec	à 100% de teneur en humidité
Eau	-	-137
Lignine	205	90-110
Hémicelluloses	230	0
Cellulose amorphe	170	0
Cellulose cristalline	400	-



**Figure 1.7** Effet de la teneur en humidité sur les températures de transition vitreuse et d'écoulement de la lignine et des hydrates de carbone (81).

### 1.3 Méthodes de mesure.

On peut mesurer la résistance des liaisons dans le papier sur un croisement de deux fibres, sur un échantillon de papier ou de carton. Dans chaque cas, on rapporte plusieurs méthodes. On peut exprimer les valeurs de résistance obtenues par ces méthodes en terme d'énergie par unité de surface ( $J/m^2$ ), de force par unité de surface (Pa) ou en terme de module (Pa). Ces mesures sont généralement fortement corrélées mais aucune mesure ne fournit la valeur réelle de la résistance des liaisons fibre-à-fibre (43). Selon la nature et le mode d'application de charge, ces méthodes peuvent être classées dans les trois catégories suivantes:

1. Traction simple: sont des méthodes statiques où on applique la charge perpendiculairement au plan de la rupture (Mode I). Le test de traction dans la

direction Z (9; 43; 71; 77; 82-86), le montage à porte-à-faux double (86) et les tests d'arrachage à un angle droit (43-44; 87-89) sont des méthodes qui mesurent la résistance des liaisons selon ce mode.

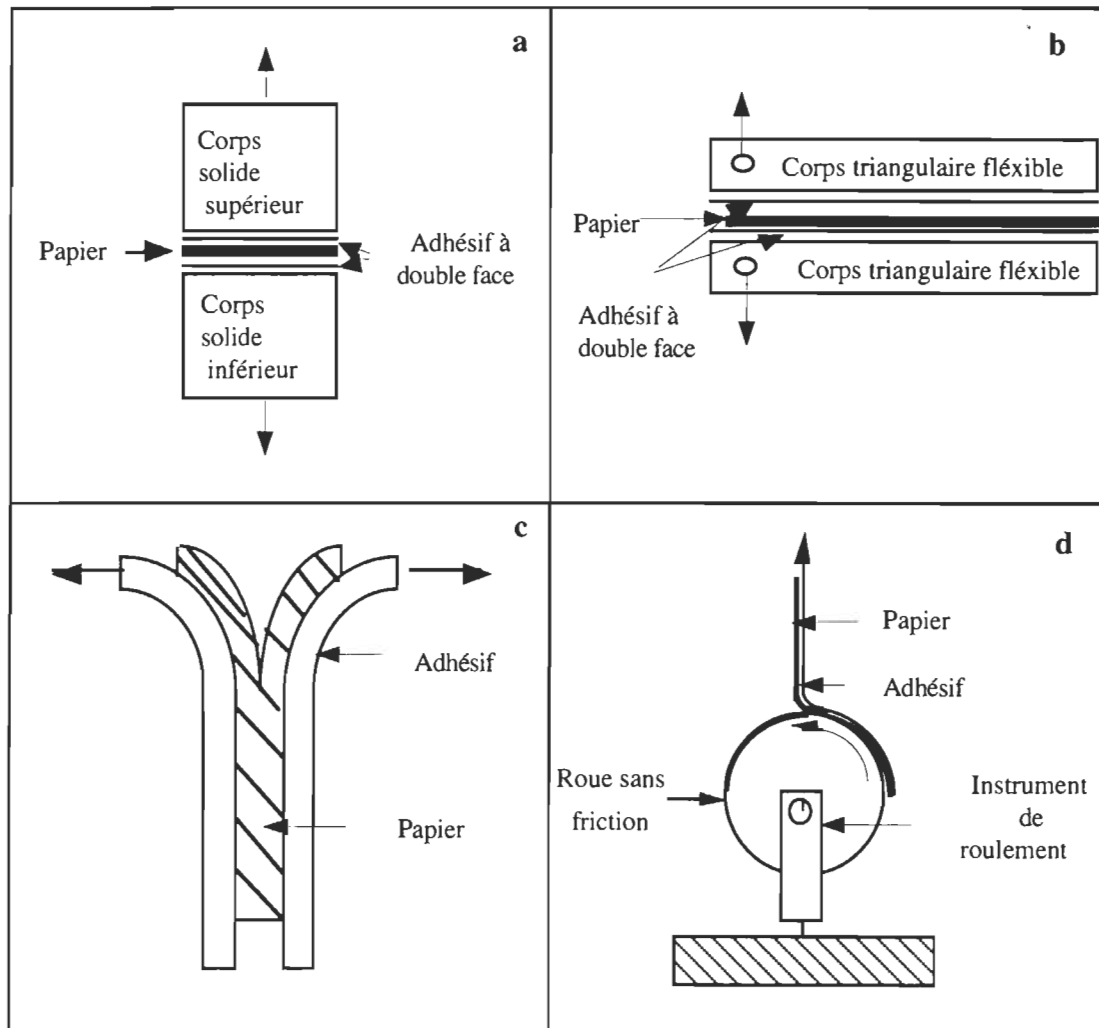
2. Cisaillement: sont des méthodes statiques où les surfaces séparées glissent l'une sur l'autre perpendiculairement au plan de la rupture (mode II). On utilise le principe de ce mode pour la mesure de la résistance des liaisons entre croisements de deux fibres (67; 91-92), à l'intérieur d'une feuille simple et entre feuilles doubles (5; 86; 93).
3. Méthodes dynamiques: parmi ces méthodes il y a le test de Scott (94), le test de produit de vitesse/viscosité (95-96), ainsi que les méthodes non-destructives comme la vitesse de propagation des ondes ultrasonores (43; 97).

On utilise également la densité apparente de la feuille, l'énergie de rupture en traction dans le plan de la feuille et la relation de Page (équation 1.1) pour estimer la résistance des liaisons dans le papier.

### 1.3.1 Méthodes en traction simple

Le mode en traction simple (Mode I) inclut le test de traction dans la direction Z, le montage à porte à faux et le test d'arrachage (figure 1.8).

Dans le test de traction dans la direction Z, un échantillon de papier est monté entre deux corps solides à l'aide du papier adhésif à double face (figure 1.8a). Après pressage, on monte l'échantillon du papier dans une machine d'essai de traction et on détermine la contrainte à la rupture en kPa. Actuellement, plusieurs laboratoires de recherche utilisent des machines standards pour la réalisation de ce test selon les normes de l'ACPPP D37P et Tappi T541 pm 83.



**Figure 1.8** Méthodes de mesure de la résistance des liaisons selon le mode I:

- Test de traction dans la direction Z,
- Montage à porte-à-faux double,
- Test d'arrachage,
- Test d'arrachage selon le dispositif de Skowronski et Bichard (44).



Le succès de ce test dépend de plusieurs paramètres dont le grammage de l'échantillon, l'adhésif utilisé, la pression appliquée lors de la préparation des échantillons et la vitesse d'application de la charge. En plus, pour que les résultats de ce test soient acceptables, la rupture doit prendre place dans le papier et non dans les interfaces (9; 70; 82- 83).

L'avantage principal de ce test réside dans sa simplicité et sa répétitivité. De plus, c'est le seul test qui peut nous fournir des informations sur la déformation du papier dans la direction Z. En effet, la courbe charge-déformation dans la direction Z nous permet de calculer plusieurs paramètres dont: le module d'élasticité, la déformation maximale et l'énergie de rupture. Cependant, pour que ces informations soient précises, il faut utiliser un adhésif rigide, telle la colle epoxy, dont la déformation est négligeable devant celle du papier. Ceci est pratiquement impossible puisque l'adhésif pénètre dans le papier et modifie à la fois la résistance et la déformation du papier (77; 84).

L'inconvénient majeur de ce test réside dans sa limite. En effet ce test ne peut être utilisé pour les papiers qui ont une résistance supérieure à celle de la résistance de l'adhésion de l'adhésif à double face au solides et au papier. Cette limite se situe aux alentours de 800 kPa selon le type d'adhésif utilisé (9; 77; 82-83). Parmi les alternatives pour remédier à ce problème, il y a l'utilisation des colles. Cependant, cette dernière pénètre dans le papier (84) et a tendance à surestimer la résistance des liaisons (77). Par conséquent, ce remède est non valable, surtout dans le cas des papiers à grammage standard (60 g/m<sup>2</sup>).

Schultz-Eklund et al. (86) ont utilisé un montage à porte-à-faux double (figure 1.8b) pour mesurer l'énergie de rupture du papier dans la direction Z. Dans ce montage, on place un échantillon de papier entre deux corps triangulaires flexibles d'épaisseur uniforme à l'aide d'un adhésif à double face. Par la suite, on mesure la charge à la rupture et on calcule l'énergie de rupture (J/m<sup>2</sup>) selon l'équation 1.7. Cette énergie s'appelle la flexibilité Z.

$$G_{IC} = cP^2$$

[1.7]

où;

$G_{IC}$ : flexibilité  $Z$  ( $J/m^2$ ),

$P$ : charge appliquée (N),

$c$ : constante qui dépend de la rigidité et de la force du support.

Dans le cas des tests d'arrachage, on applique deux bandes d'adhésifs sur les deux surfaces d'un échantillon de papier et on tire les bouts des deux bandes à la main jusqu'à initiation de la rupture dans le papier. Par la suite, on monte l'échantillon sur une machine de traction et on applique une charge perpendiculairement au plan du papier (figure 1.8c). Dans ce test on mesure la force requise pour la propagation de la rupture sur une longueur de l'échantillon. Afin que la charge appliquée soit perpendiculairement au plan de l'échantillon, Skowronski et Bichard (44) ont proposé l'utilisation d'un dispositif comprenant une roue sans friction (figure 1.8d).

Le test d'arrachage possède plusieurs avantages dont la répétitivité, la simplicité et la précision. Il permet aussi de calculer plusieurs paramètres dont:

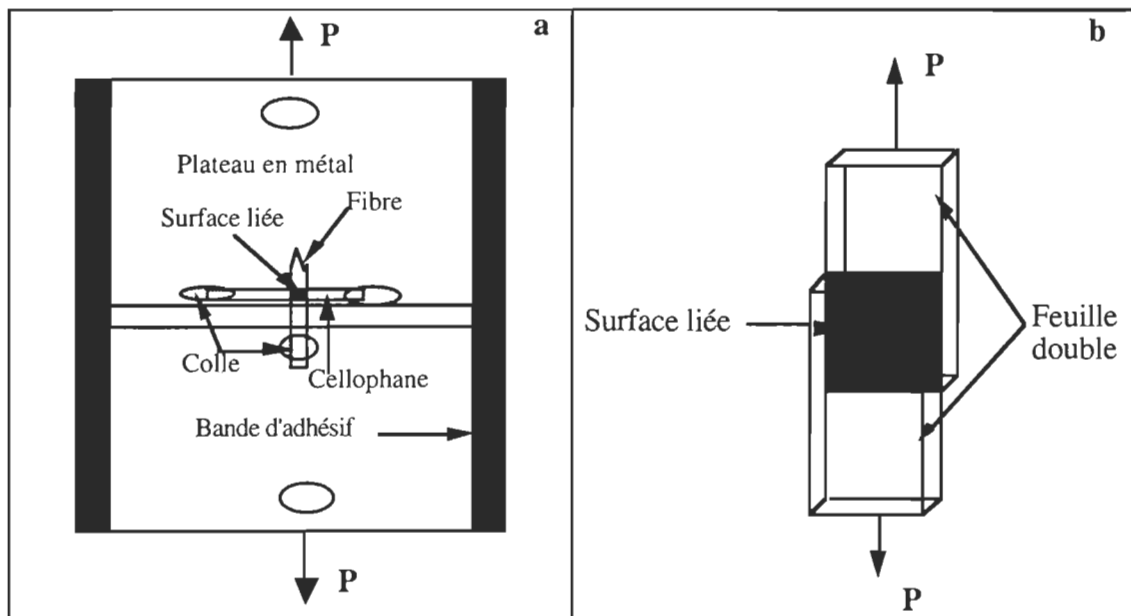
1. L'énergie d'arrachage en joules (J), obtenue par la surface sous la courbe force/déplacement.
2. L'énergie d'arrachage par unité de surface en  $J/m^2$ , déterminée en divisant la surface précédente par la surface arrachée (44).
3. La résistance  $Z$  en kPa, déterminée par le rapport entre la force moyenne d'arrachage et le produit de l'épaisseur du papier et la longueur d'arrachage. On calcule ce paramètre en supposant que la force d'arrachage est constante et l'épaisseur du papier est uniforme (5; 86).

### 1.3.2 Méthodes en cisaillement (Mode II)

Le mode II est un mode où les deux surfaces en séparation glissent l'une sur l'autre dans un sens opposé. Les chercheurs utilisent ce principe pour mesurer la résistance des

liaisons entre croisements de deux fibres (67; 90-92), à l'intérieur d'une feuille simple (93) et entre les feuilles doubles (5; 86). La résistance des liaisons fournie par ce test est exprimée en kPa et calculée en divisant la force de rupture par la surface du papier.

En théorie, les tests de croisements entre deux fibres sont les seuls qui mesurent la vraie résistance des liaisons fibre-à-fibre. Cependant, ces méthodes ne sont pas répétitives et demandent une attention très particulière et de grands soins lors de la préparation des échantillons et la réalisation des tests. En effet, on rapporte une très grande variation pour la résistance au cisaillement de deux fibres croisées à un angle droit (67; 90). Pour remédier à ce problème Mohlin (90) a utilisé un croisement fibre-cellophane (figure 1.9a). Ce dispositif rend la manipulation des échantillons plus facile et améliore grandement la répétitivité du test. Cependant, l'utilisation du cellophane peut introduire des erreurs dans la détermination de la résistance des liaisons fibre-à-fibre.



**Figure 1.9** Méthodes de mesure selon le mode II

a) Test de fibre unique,

b) Test de cisaillement entre feuille double.

On peut déterminer aussi la résistance des liaisons en mesurant la résistance au cisaillement quand une charge est appliquée dans le plan d'une feuille ou d'un croisement entre deux feuilles de papier ou de carton (figure 1.9b). Dans le cas d'une feuille simple, cette dernière doit avoir une épaisseur minimale de 5 mm pour déterminer la résistance des liaisons en cisaillement (93).

La résistance des liaisons déterminée par cisaillement a l'inconvénient de posséder deux composantes soit: la force requise pour causer la rupture des liaisons, et une force agissant dans le plan de la feuille (5; 28; 86). Cet inconvénient cause une surévaluation de la résistance des liaisons.

### 1.3.3 Méthodes dynamiques

Le test d'impact de Scott (94), le test de produit de vitesse/viscosité (95-96) et les méthodes non-destructives telle la vitesse de propagation des ondes ultrasonores (43; 97) sont parmi ces méthodes.

Le test d'impact de Scott est l'une des méthodes les plus utilisées pour mesurer la résistance des liaisons dans le papier. La procédure pour ce test consiste à attacher un échantillon de papier entre un bloc de métal et un angle d'aluminium à l'aide du papier adhésif à double face (figure 1.10). Par la suite, on place l'assemblage sur la base d'un instrument supportant un pendule, qui sur relâchement, frappe la partie supérieure de l'angle d'aluminium causant ainsi la rupture de la feuille. L'instrument de Scott est muni d'une échelle calibrée qui donne l'énergie de rupture (J) en terme de perte d'énergie potentiel. On calcule la résistance des liaisons ( $J/m^2$ ) en divisant l'énergie de rupture par la surface de l'échantillon (94).

Les équations qui déterminent l'énergie de rupture de Scott sont basées sur le mouvement du pendule comme le montre la figure 1.10 (98). Dans cette figure, B désigne le poids du pendule (N), C son centre de gravité et L la distance (m) entre ce dernier et le pivot O. Au

début du mouvement, le centre de gravité se situe à une hauteur initiale  $h_i$  (m). Si on relâche le pendule sans mettre d'obstacle à la base de l'instrument, il va atteindre une position maximale dans le côté gauche jusqu'à une hauteur  $h_0$ . Cette dernière est inférieure à  $h_i$  à cause de la perte d'énergie par friction. L'équation 1.8 permet de calculer cette hauteur. Si le pendule rencontre un obstacle, la hauteur atteinte par le pendule est inférieure à  $h_0$ , soit,  $h_a$ . On détermine cette hauteur selon l'équation 1.9.

La perte d'énergie potentielle du pendule donne l'énergie de rupture du papier ( $W$ ). On calcule cette énergie par la différence d'énergies cinétiques du pendule avec et sans obstacle (équation 1.10). La substitution des équations 1.8 et 1.9 dans 1.10 donne l'équation 1.11. Cette dernière représente l'énergie de rupture du papier.

$$h_0 = L - L\cos\beta = L(1 - \cos\beta) \quad [1.8]$$

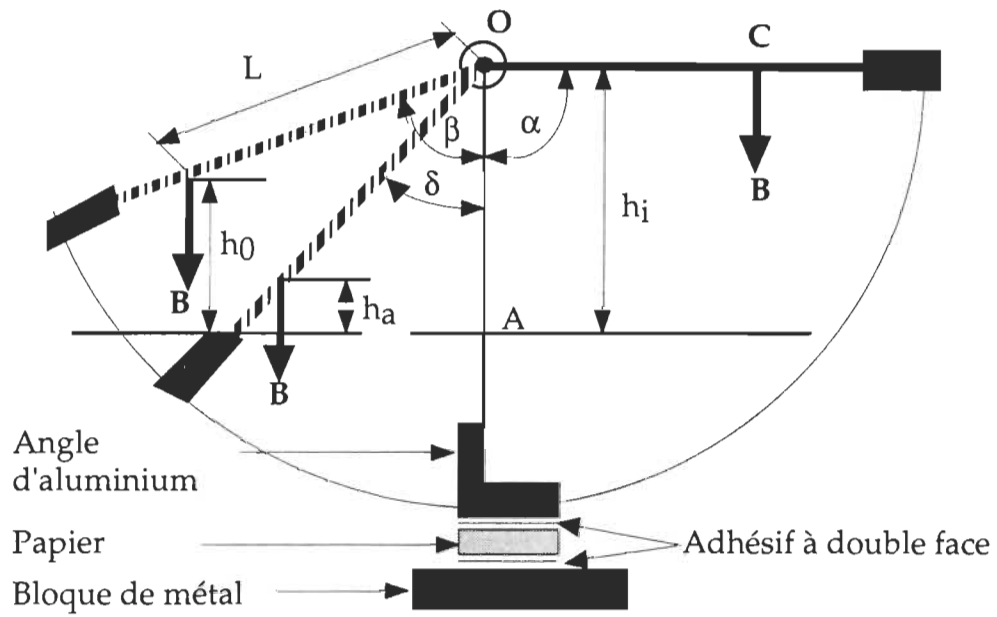
$$h_a = L - L\cos\delta = L(1 - \cos\delta) \quad [1.9]$$

$$W = Bh_0 - Bh_a = B(h_0 - h_a) \quad [1.10]$$

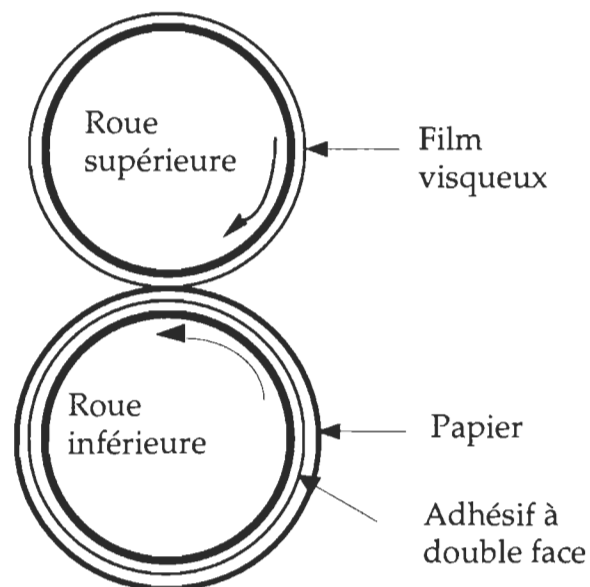
$$W = BL(\cos\beta - \cos\delta) \quad [1.11]$$

Le principal avantage de ce test réside dans sa rapidité et simplicité. Cependant, sa nature dynamique tend à surévaluer la valeur de la résistance des liaisons fibre-à-fibre. En plus, la rupture peut prendre place à la fois dans les liaisons et dans les parois des fibres (44).

Dans le cas du test du produit de viscosité/vélocité (VVP), l'instrument utilisé consiste principalement d'une paire de roues (figure 1.11). Dans ce test, un échantillon de papier de 2,5 cm de largeur est monté sur la roue inférieure à l'aide du papier adhésif à double face. La roue supérieure emporte un film visqueux de polyisobutylène (PIB) d'épaisseur et de viscosité prédéterminés (95-96). Avant le test, on applique sur la surface de l'échantillon un autre film de PIB à viscosité supérieure. Ceci a comme but de remplir les irrégularités de cette surface et d'optimiser les conditions de mouillabilité et d'uniformité de contact sur la surface de l'échantillon.



**Figure 1.10** Principe de détermination de l'énergie de rupture selon le test d'impact de Scott (98).



**Figure 1.11:** Test de produit de vitesse/viscosité.

Dans ce test, la roue supérieure est abaissée et entre en contact avec la roue inférieure, le film de PIB exercera une force constante sur l'échantillon; les roues tournent dans la même direction à une vitesse ascendante. On détermine la résistance des liaisons par le produit de la vitesse à laquelle la rupture prend place et la viscosité du film du PIB prédéterminée. On exprime cette résistance en  $\text{kp.cm/s}$ . Le principal avantage de ce test est qu'il simule l'opération d'impression dans une presse rotative. Son inconvénient réside dans sa complexité et dans l'introduction de matériaux externe dans le réseau fibreux ce qui peut influencer sa mesure.

La résistance des liaisons fibre-à-fibre peut être déterminée en mesurant le module d'élasticité dans la direction Z par ondes ultrasonores (43; 97). L'équation 1.12 permet de calculer ce module. Cette méthode possède plusieurs avantages dont la rapidité et la possibilité d'application sur la ligne de production. En plus, elle ne nécessite pas l'utilisation de produits externes tels les adhésifs. Par contre, son principal inconvénient réside dans sa faible sensibilité à l'amélioration des liaisons par additifs chimiques (43).

$$E_Z = v^2 \cdot \rho \quad [1.12]$$

où;

$E_Z$ : module d'élasticité dynamique dans la direction Z, Pa;

$v$ : vitesse de propagation de l'onde, (m/s);

$\rho$ : densité de la feuille,  $\text{kg/m}^3$ .

#### 1.3.4 Autres Méthodes

La densité apparente de la feuille est étroitement liée à son degré de liaison. En effet, une augmentation dans la densité de la feuille par pressage humide ou par raffinage est accompagnée par une augmentation dans la résistance des liaisons (9; 17; 22; 43; 70; 77; 86). Cependant, la relation entre ces deux paramètres varie d'un type de pâte à l'autre. À titre d'exemple, Andersson (17) a montré que la relation entre la densité et la résistance Z

des pâtes mécaniques et thermomécaniques tombe sur la même courbe. Par contre, dans le cas des pâtes chimiques cette relation varie avec le procédé de mise en pâte (9; 22; 70; 77).

On utilise aussi l'énergie de rupture en traction dans le plan de la feuille pour déterminer la résistance des liaisons dans le papier (47; 99). Le rapport entre cette énergie et la surface liée donne la résistance des liaisons de Nordman.

La relation de Page (équation 1.1) décrit assez bien la résistance à la rupture du papier. Puisque cette dernière et la résistance intrinsèque de la fibre et ces propriétés morphologiques sont facilement mesurables, certains auteurs (43; 100) suggèrent l'utilisation de cette relation pour déterminer la résistance des liaisons.

Cowan (101) a introduit l'indice des liaisons ( $I_L$ ) pour décrire la résistance des liaisons dans le papier. Il a utilisé l'appareil de traction à mâchoires jointives pour mesurer les résistances intrinsèques du papier sec ( $R_I$ ) et humide ( $R_{Ih}$ ) tout en variant la distance entre les mâchoires. L'équation 1.13 permet de déterminer l'indice des liaisons ( $I_L$ ).

$$I_L(\%) = \left( 1 - \frac{\text{Pente de la variation de } R_I}{\text{Pente de la variation de } R_{Ih}} \right) \times 100 \quad [1.13]$$

Pour leur part, Law et al. (102) ont utilisé aussi l'appareil de traction à mâchoires jointives pour déterminer l'indice de liaisons ( $I_L$ ) en %. Ce dernier est défini comme étant le rapport entre la longueur de rupture normal ( $L_R$ ) et la résistance intrinsèque de la fibre ( $R_I$ ) multiplié par 100. Cette définition se base sur l'hypothèse qu'une feuille complètement liée devrait avoir un indice de liaison de 100%.

### 1.3.5 Détermination de la résistance spécifique des liaisons

Par définition, la résistance spécifique des liaisons représente le rapport entre la résistance des liaisons et la surface liée nette (5; 103). La mesure directe de cette dernière est difficile



à obtenir. On recommande souvent la densité apparente du papier et les méthodes optiques pour l'estimation de ce paramètre (5; 6).

Le principe des méthodes optiques pour la détermination de la surface liée se base sur l'hypothèse que les portions d'une fibre qui ne sont pas liées à une autre fibre dispersent la lumière. Cette méthode a été mise au point par Haselton (104) qui a montré une relation linéaire entre le coefficient de dispersion de la lumière et la surface liée mesurée par la technique de l'absorption des gaz BET. L'équation 1.14 donne la surface relative liée ( $S_{RL}$ ).

$$S_{RL} = \left( 1 - \frac{S}{S_0} \right) \quad [1.14]$$

où;

S: coefficient de dispersion de la lumière pour la feuille liée,

$S_0$ : coefficient de dispersion de lumière pour la feuille non liée.

La difficulté majeure réside dans la détermination de  $S_0$ . Ingmanson et Thode (105) ont suggéré l'extrapolation à zéro de la courbe de S en fonction de la résistance à la rupture en variant le degré du pressage humide. De leur part, Luner et al (106) ont montré que la relation entre S et le module d'élasticité est linéaire et nécessite une extrapolation relativement courte. Stratton (43) est arrivé à la même conclusion en rapportant une relation linéaire entre S et le module d'élasticité de la feuille déterminé par ultrasons.

La détermination optique de la surface liée est possible dans le cas des pâtes chimiques. Par contre, cette détermination est impossible dans le cas des pâtes à haut rendement puisque la lumière se disperse à travers le lumen des fibres. Dans ce cas, on peut utiliser la densité apparente de la feuille pour déterminer la surface liée. En effet, Hieta et al. (85) ont montré une relation linéaire positive entre la densité apparente et le pourcentage de la surface liée déterminé par analyse d'image. De la même façon, Stratton (43) a montré que

l'extrapolation de la relation linéaire entre la densité et le coefficient de dispersion de la lumière des pâtes chimiques classées jusqu'à zéro tombe sur 1620 kg/m<sup>3</sup>. Cette valeur est très proche de la densité de la paroi des fibres soit 1540 kg/m<sup>3</sup> et correspond à une feuille complètement liée.

Pour la détermination de la résistance spécifique des liaisons, la mesure de la surface relative liée par les méthodes optiques peut se faire en mesurant le changement dans le coefficient de dispersion de la lumière durant ou après l'application de la charge. À titre d'exemple, Nordman et al. (99) ont déterminé la résistance spécifique des liaisons en mesurant le rapport entre l'énergie de rupture en traction et le changement dans le coefficient de dispersion de la lumière pendant la rupture. Pour leur part, Skowronski et Bichard (44) ont mesuré l'augmentation dans le coefficient de dispersion de la lumière due à la rupture des liaisons après le test d'arrachage. L'équation 1.15 permet de calculer l'énergie spécifique des liaisons.

$$W_{ZS} = \frac{W_Z}{G\Delta S} \quad [1.15]$$

où;

$W_{ZS}$ : énergie spécifique des liaisons, J/m<sup>2</sup>,

$W_Z$ : énergie de rupture déterminée par le test d'arrachage, J/m<sup>2</sup>,

$G$ : grammage de l'échantillon, g/m<sup>2</sup>,

$\Delta S$ : variation du coefficient de dispersion de lumière après arrachage, m<sup>2</sup>/g.

Hieta et al. (85) ont utilisé l'analyse d'image pour mesurer la surface liée des fibres sur la cellophane après rupture dans la direction Z. Le rapport entre la résistance Z et le pourcentage de cette surface donne l'indice de résistance des liaisons. Ce terme est équivalent à la résistance spécifique des liaisons.

### 1.3.6 Comparaisons entre les méthodes

Dans la littérature, on rapporte plusieurs comparaisons entre les méthodes ci haut mentionnées (5; 17; 43; 86; 103). Cependant, peu d'auteurs ont utilisé la même unité de mesure dans ces comparaisons, d'où la difficulté d'interprétation des résultats. Par conséquent, même si ces mesures sont fortement corrélées, on ne peut affirmer qu'ils mesurent la même propriété.

La Figure 1.12a compare les tests de cisaillement, d'arrachage et de traction dans la direction Z (86). Dans les trois cas, la mesure de la résistance des liaisons des feuilles doubles augmente avec la densité. Ceci montre la forte corrélation qui existe entre les trois tests. Cependant, la valeur de cisaillement est très supérieure à celle de l'arrachage et de la résistance Z. Cette supériorité s'explique principalement par le fait que la force appliquée dans le test de cisaillement comporte deux composantes: une force pour causer la rupture des liaisons et une force qui agit dans le plan de la feuille. La Figure 1.12a montre également que la résistance d'arrachage est supérieure à la résistance Z. Ceci peut être attribué à la dissipation de l'énergie dans le réseau fibreux des feuilles liées.

Skowronski (89) a montré que l'énergie de rupture dans le test de Scott est de 4 à 10 fois supérieure à l'énergie de l'arrachage déterminé selon sa méthode. Schultz-Eklund et al. (86) ont rapporté la même observation en comparant le test de flexibilité Z à celui de Scott. Cette différence s'explique par la nature dynamique du test de Scott. De plus, la rupture dans ce test peut prendre place dans la paroi des fibres (89).

Andersson et Mohlin (17) ont comparé le test de Scott au test Z, ils ont rapporté une forte corrélation entre les valeurs des deux tests à grammage constant pour des pâtes mécaniques de meule et thermomécaniques (figure 1.12b). Lorsque le grammage augmente de 60 à 200 g/m<sup>2</sup>, les deux mesures sont influencées différemment. En effet, la résistance Z semble diminuer en moyenne de 20%, alors que la valeur du test de Scott a

tendance à augmenter en moyenne de 30%. Cependant, même si les deux mesures sont fortement corrélées à un même grammage, on ne peut affirmer que les deux tests mesurent la même résistance puisqu'on n'a pas la même unité de mesure. En plus, le fait que la rupture dans le test de Scott peut prendre place dans les parois des fibres (89) introduit une source additionnelle d'erreur.

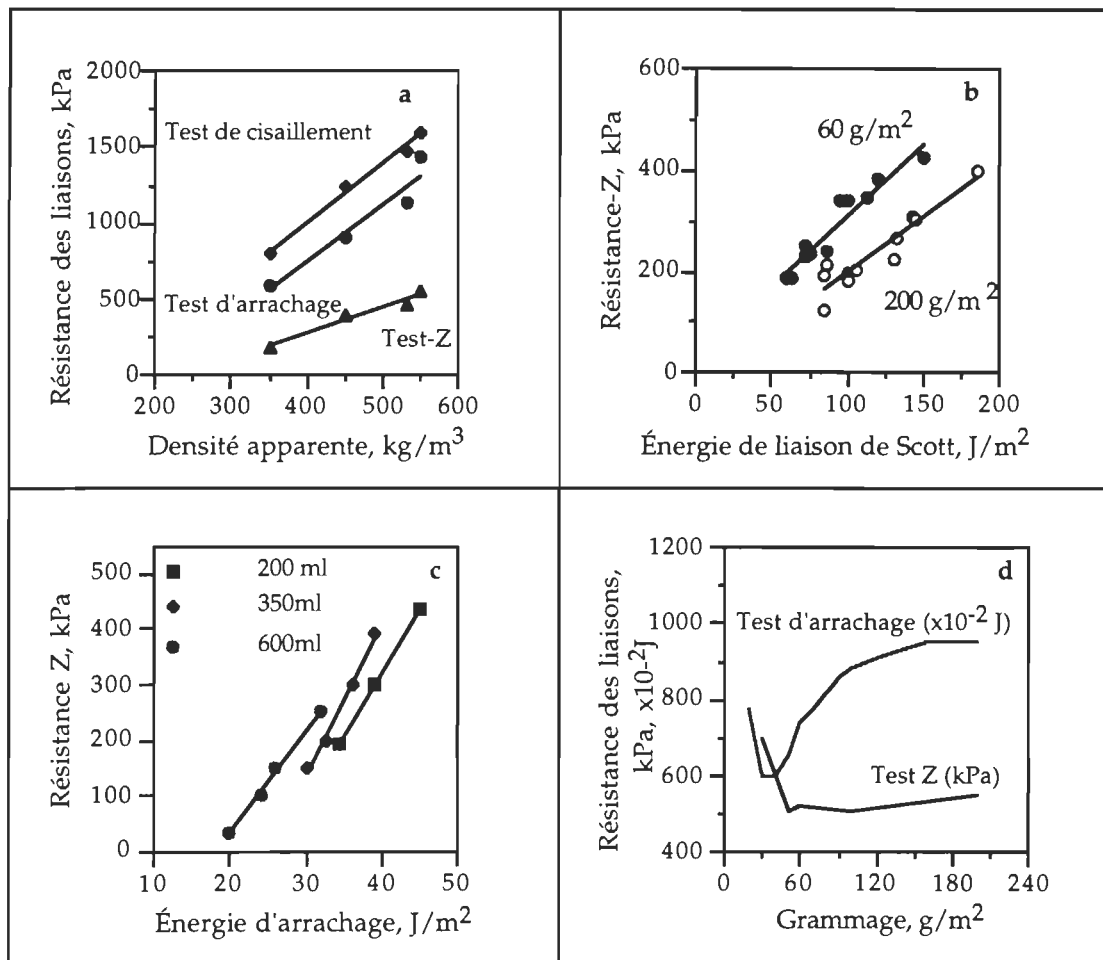
Stratton (43) a comparé le test de traction dans la direction Z au test d'arrachage (figure 1.12c). Il a rapporté des relations linéaires à un indice d'égouttage (CSF<sup>2</sup>) constant. Ceci montre la forte corrélation entre les deux mesures. Par contre, la variation de ces deux mesures en fonction du grammage (figure 1.12d) montre une déviation à des hauts grammages (77; 89). En effet, l'énergie de rupture augmente alors que la résistance Z ne varie pas. L'augmentation dans l'énergie d'arrachage s'explique par la dissipation de l'énergie dans le réseau fibreux. En effet, dans les papiers à hauts grammages, il y a plusieurs couches de liaisons, la composante de cisaillement n'est plus nulle et agit dans le réseau fibreux.

#### **1.4 Le procédé de pressage et séchage simultanés**

Le procédé de pressage et séchage simultanés (PPSS) consiste à sécher le papier à une température supérieure à 100 °C tout en appliquant une pression externe perpendiculaire au plan de la feuille. La température a comme action l'assouplissement des fibres augmentant ainsi leur flexibilité. La pression permet la compression des fibres et l'augmentation de leur surface de contact. Dans ce procédé, il est nécessaire que la feuille soit en contact avec deux surfaces dont au moins une qui est chaude et une autre qui est poreuse pour permettre l'échappement rapide de la vapeur d'eau (103; 107-108).

---

<sup>2</sup>Pour ne pas confondre avec l'abréviation de l'indice d'éclatement ( $I_E$ ), nous utilisons l'abréviation anglaise de l'indice d'égouttage (CSF; *Canadian Standard Freeness*) tout le long de ce document.



**Figure 1.12** Comparaisons entre différentes méthodes de mesure :

- Tests de cisaillement, d'arrachage et de traction Z (86).
- Tests de Scott et de traction Z (17).
- Tests d'arrachage et de traction dans la direction Z à différents indices d'égouttage (43).
- Variation de la résistance Z (77) et de l'énergie d'arrachage (89) en fonction du grammage.

### 1.4.1 Paramètres du PPSS

Les principaux paramètres du PPSS sont (103; 107-111):

1. Les teneurs en humidité à l'entrée et à la sortie de la feuille de la presse.
2. Le profil de température de la feuille durant le pressage.
3. La pression appliquée sur la feuille.
4. Le temps de séjour de la feuille dans la presse.

La teneur en humidité de la feuille à l'entrée de la presse doit être suffisamment élevée pour permettre l'assouplissement des hémicelluloses et de la lignine, et suffisamment basse pour éviter les dommages à la feuille par échappement de la vapeur d'eau (107). Back et Anderson (109) ont examiné l'effet de cette variable sur l'indice de traction et le module d'élasticité. Ils ont montré que ces propriétés restent à un niveau élevé à des teneurs en humidité qui se situent entre 67% et 150% et diminuent brusquement à des teneurs en humidité plus élevées. Par conséquent, il est préférable de réduire au préalable la teneur en humidité de la feuille par pressage humide.

Dans les recherches antérieures sur le PPSS on rapporte une plage de température assez large variant entre 100 et 400°C (103; 107-109). Back et Anderson (109) ont montré qu'une température de 300°C donne des papiers avec des propriétés de résistance similaires à celle de 150°C. Cependant, des températures plus élevées sont plus efficaces pour des feuilles avec une teneur en solides initiale élevée. Dans le cas des températures faibles, il faut prolonger le temps de séchage pour permettre à la feuille d'atteindre la température de la surface chauffante.

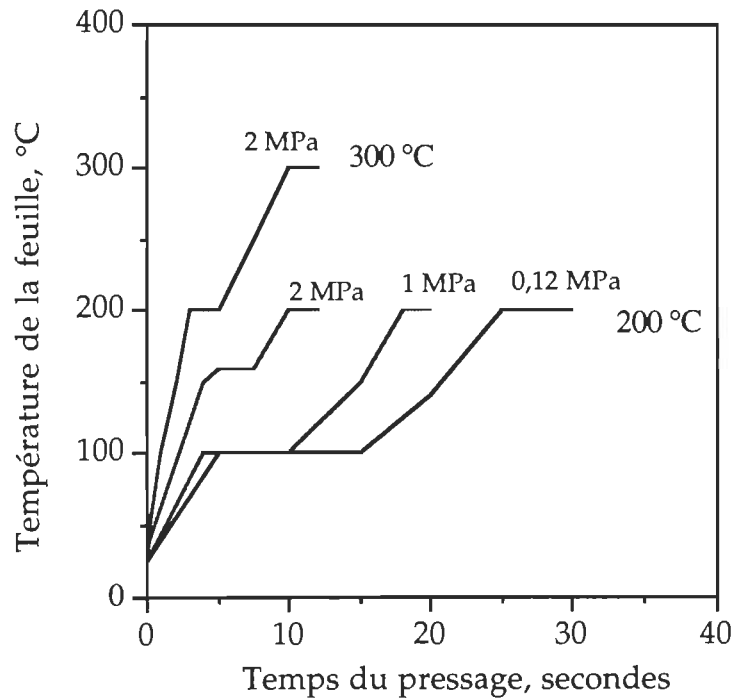
On rapporte également (103; 107-109) une plage de pression qui varie de 0,1 à 3,5 MPa dans les études sur le PSS. Son augmentation a comme effet une meilleure consolidation de la feuille accompagnée d'une amélioration de ses propriétés physico-mécaniques. La

pression totale ( $P_t$ ) appliquée sur le réseau fibreux au cours du PSS est divisée en deux composantes selon l'équation 1.16 (103; 110).

$$P_t = P_h + P_f \quad [1.16]$$

La composante  $P_f$  est la pression transmise au réseau fibreux dont l'action est la compression des fibres. La composante  $P_h$  est la pression hydraulique et a comme action l'évaporation de l'eau du réseau fibreux, cette dernière est égale à la pression de vapeur dans la feuille à la température du séchage.

Le temps de séchage dans le PPSS dépend de la température des plateaux et de la pression appliquée (103). Il diminue avec l'augmentation de la température des plateaux et de la pression appliquée. La figure 1.13 montre la variation du profil de la température de la feuille en fonction du temps de pressage, de la température des plateaux et de la pression appliquée.



**Figure 1.13** Variation du profil de la température en fonction du temps de pressage, de la température et de la pression (103).

Le besoin de la feuille d'être suffisamment sèche détermine son temps de séchage. En effet, il est nécessaire que la feuille soit sèche pour empêcher son retrait après relâchement de la pression. Ceci évitera les difficultés d'interprétation dans les propriétés du papier qui a subi une compression complète comparativement à celui qui a subi une compression partielle durant le cycle de séchage (107).

#### **1.4.2 Mécanisme de l'écoulement et de l'adhésion**

Byrd (112) et Horn (113) ont expliqué le mécanisme de l'écoulement et de l'adhésion dans le PPSS. Après une courte période de séchage, la feuille atteint une température de 60 °C. À cause de leur température de transition vitreuse faible, les hémicelluloses à l'état humide se plastifient et commencent à s'écouler augmentant ainsi la flexibilité des fibres. Avec la feuille sous pression et température, les fibres prennent avantage de cet écoulement et entrent en contact plus intime augmentant ainsi la surface de contact et la résistance des liaisons (113).

La lignine possède une température de transition vitreuse plus élevée que celle des hémicelluloses. Quand la feuille du papier dépasse largement la température de transition vitreuse de la lignine, cette dernière commence à s'écouler. Le rôle de la lignine qui est une composante hydrophobique est alors la protection des liaisons contre les changements d'humidité (113), donc une meilleure stabilité dimensionnelle des produits finis.

Atalla et al. (114) ont utilisé la spectroscopie Raman pour expliquer l'amélioration de l'adhésion par le PPSS. Ces derniers ont rapporté une cristallisation mesurable de la cellulose par le PPSS. Suite à cette découverte, on peut supposer que ce procédé entraîne une co-cristallisation de la cellulose dans la surface de contact entre les fibres.

#### **1.4.3 Bénéfices du PPSS**

Les bénéfices du PPSS peuvent être divisés en deux catégories:



1. Amélioration de la structure et des propriétés du papier.
2. Économie d'énergie par un meilleur taux de séchage et une réduction dans les besoins du raffinage.

Pour la plupart des pâtes, le PPSS entraîne une augmentation dans les propriétés du papier par rapport aux procédés conventionnels (103; 107; 115-118). Son effet majeur réside dans l'amélioration de la structure du papier. En effet, il permet l'obtention avec facilité des papiers à densité élevée et des coefficients faibles de dispersion de lumière. De plus, ce procédé a permis l'obtention des papiers avec un profil de densité plus uniforme que celui des papiers conventionnels (119).

Si on compare le PPSS au pressage humide, la consolidation des feuilles du papier est plus facile puisqu'une température élevée permet l'assouplissement des fibres. Par exemple, pour atteindre une densité de  $500\text{kg/m}^3$  pour une PTM, une pression de 0,2 MPa à une température de séchage de  $177^\circ\text{C}$  est suffisante comparativement à une pression humide de 5 MPa (117). De la même façon, il est plus facile d'atteindre un coefficient faible de dispersion de la lumière avec le PPSS qu'avec le pressage humide. À titre d'exemple, une pression humide de 5 MPa permet d'atteindre un coefficient de dispersion de la lumière de  $400\text{ cm}^2/\text{g}$ . Par contre, une pression de 2 MPa et une température de  $177^\circ\text{C}$  permettent d'obtenir une valeur plus basse, soit  $290\text{ cm}^2/\text{g}$  (117).

Dans le cas des pâtes chimiques, les observations micrographiques n'ont montré aucune différence entre la structure des feuilles issues du PPSS et celles issues du pressage humide. Ceci s'explique par la nature flexible des fibres de ces pâtes. Par contre, dans le cas des pâtes à haut rendement, à une même densité, un coefficient de dispersion de lumière plus élevé est obtenu par le pressage humide. Ceci montre que la structure de la feuille issue du PPSS diffère de celle de la feuille obtenue par pressage humide. Les observations micrographiques montrent qu'à une même densité, les feuilles issues du pressage humide possèdent des fibres avec un lumen ouvert (117).

Le PPSS permet l'amélioration de la majorité des propriétés de résistance du papier (103; 107; 109; 115; 117-118; 120). Le tableau 1.5 (120) montre le rapport entre les propriétés du papier formé par ce procédé et ceux du papier formé par pressage humide et séchage à l'air à un même niveau de densité pour différents types de pâtes.

L'effet du PSS sur la longueur de rupture des pâtes kraft à faible rendement est caractérisé par une constance, une légère amélioration ou une légère détérioration par le PSS. Cette dernière s'explique par le fait que les fibres de ces pâtes ont atteint un maximum de flexibilité par la combinaison du procédé de mise en pâte et du blanchiment. Par conséquent, l'action du PSS n'a pas d'effet significatif sur la flexibilité, mais peut diminuer la résistance intrinsèque de la fibre (112). Ceci peut expliquer la légère diminution dans la longueur de rupture. Par contre, pour les pâtes à haut rendement, l'amélioration par le PSS a atteint jusqu'à 22% pour les pâtes thermomécaniques. Cette dernière peut être expliquée par l'amélioration dans la résistance des liaisons fibre-à-fibre.

Le tableau 1.5 (120) montre également que le PSS améliore le module d'élasticité à cause de l'augmentation de la charge et la diminution de l'élongation à la rupture. Par contre, l'effet de ce procédé sur l'indice de déchirure se caractérise par une diminution ou une constance. La diminution de l'indice de déchirure s'explique par l'effet négatif du PSS sur la résistance intrinsèque de la fibre (112) et l'élongation à la rupture (121).

La comparaison du tableau 1.5 montre que le PSS améliore aussi la résistance des liaisons de Scott. Cette amélioration est plus importante pour les pâtes à haut rendement. Dans cette comparaison, la densité apparente des feuilles issues du PSS et celles issues du pressage humide est la même. Par conséquent, l'amélioration dans la résistance des liaisons doit être expliquée par autre chose que l'augmentation dans la surface de contact. Il y a deux explications plausibles pour cette amélioration:

**Tableau 1.5** Rapport entre les propriétés des FPSS avec celles issues de pressage humide à un même niveau de densité (650 kg/m<sup>3</sup>).

Pâte	PCK blanchie	PCK	PCK	PCM	PTM
Indice d'égouttage, ml	-	-	750	280	177
Rendement, %	-	50	66	90	-
Propriété					
Longueur de rupture	0,92	1,00	1,21	1,10	1,22
Élongation à la rupture	0,70	0,73	0,91	0,75	0,82
Module d'élasticité	1,06	1,21	1,25	1,19	1,22
Indice de déchirure	1,00	0,95	0,80	0,89	1,00
Rupture humide	1,14	1,46	2,22	7,75	4,20
Énergie de rupture de Scott	1,00	0,94	1,47	1,29	1,89

1. L'augmentation dans la fréquence des liaisons hydrogènes entre les fibres à cause d'une présence plus abondante des hémicelluloses à la surface des fibres (113; 122).
2. L'augmentation de la résistance spécifique des liaisons par la formation probable de liaisons covalentes (13; 117). En effet, ces liaisons possèdent une énergie d'activation qui est de 10 à 20 fois supérieure à celui de la liaison hydrogène (tableau 1.2).

La longueur de rupture humide montre la meilleure amélioration. Cette amélioration varie avec le contenu en lignine des pâtes. À titre d'exemple, les pâtes kraft blanchies et à faible teneur en lignine ont montré une augmentation d'environ 14% comparativement à 675% pour les PCTM (tableau 1.5). L'importance des effets bénéfiques du PPSS sur la résistance humide s'explique par l'une ou la combinaison des deux hypothèses suivantes:

1. La formation des liaisons covalentes résistantes à l'eau (13).
2. L'écoulement des composantes hydrophobiques protège les liaisons hydrogènes déjà formées entre les hémicelluloses et la cellulose (113; 122).

En plus d'améliorer les propriétés de résistance du papier, le PPSS permet d'économiser l'énergie par un meilleur taux de séchage en comparaison avec les taux de séchage conventionnel (tableau 1.6). Cette amélioration s'explique par le fait que la pression appliquée durant le séchage augmente grandement le coefficient de contact thermique (116). Le tableau 1.7 montre que le PPSS permet aussi de réduire les besoins en énergie de raffinage (108). En effet, les feuilles pressées et séchées simultanément (FPSS) issues de pâtes non raffinées ont des propriétés comparables à celles fabriquées conventionnellement et qui ont subi un stage de raffinage de 100 kWh/t.

#### 1.4.4 Problèmes et remèdes

Les problèmes du PPSS sont surtout des problèmes de conception et d'opération. Il y a trois problèmes majeurs associés à ce procédé. Ces problèmes et les remèdes pour les résoudre sont les suivants (110):

**Tableau 1.6** Taux de séchage pour différents procédés (116).

Conditions de séchage	Taux de séchage kg/h/m <sup>2</sup>
Séchage conventionnel	10 - 20
Pressage et séchage simultanés à 177 °C	150
Pressage et séchage simultanés à 288 °C	350

**Tableau 1.7** Comparaison entre le PPSS et le séchage conventionnel (108).

Propriétés	PPSS	CONV	PPSS	CONV
Énergie de raffinage (KWh/t)	0	0	100	100
Main (cm <sup>3</sup> /g)	1,74	2,49	1,54	1,95
Longueur de rupture (km)	4,5	2,23	6,8	4,7
Indice d'éclatement (kPa/m <sup>2</sup> /g)	3,5	1,5	5,07	3,9

1. Les vitesses élevées des machines à papiers modernes limitent la possibilité d'application d'une pression relativement élevée sur le réseau fibreux et diminuent le temps de séjour de la feuille sous pression. Par conséquent, les résultats escomptés du procédé sont dilués. Le développement des presses chaudes à faible vitesse est une approche utile pour résoudre ce problème.
2. Il y a des risques très élevés d'arrachage surtout à des températures supérieures à 200 °C. Ceci peut s'expliquer par l'action de la vapeur d'eau qui est supérieure à la résistance humide du réseau fibreux. L'utilisation d'un sabot de presse avec un taux de déchargement de pression lent et une meilleure connaissance de la résistance humide du papier dans la direction Z seront très utiles pour résoudre ce problème.
3. La perte importante de blancheur et d'opacité pour le papier journal et les autres grades de papier, surtout quand la température dépasse les 200 °C. L'utilisation des températures plus basses est probablement le meilleur remède à ce problème.

## **CHAPITRE II**

### **MATÉRIEL ET MÉTHODES**

Ce chapitre dresse les différentes méthodes et les procédures expérimentales utilisées dans la préparation et le traitement des pâtes et l'évaluation des différentes propriétés. On y présente le matériel expérimental, les procédures de raffinage, de formation, de pressage et séchage simultanés.

#### **2.1 Matériel**

Pour assurer une variabilité au niveau des caractéristiques morphologiques et physico-chimiques des fibres, on a utilisé différents types de pâtes. Le tableau 2.1 dresse la liste de ces pâtes, leur origine et le code attribué à chacune d'elle. On a utilisé au total six pâtes à haut rendement (PHR) dont une pâte thermomécanique (PTM) et cinq pâtes chimico-thermomécanique (PCTM). On a utilisé aussi cinq pâtes chimiques kraft (PCK).

##### **2.1.1 Cuisson kraft**

Des copeaux de bouleau blanc (*Betula papyrifera* Marsh.) ont servi pour la préparation des pâtes chimiques kraft (PCK). Pour obtenir des dimensions uniformes, nous avons classé les copeaux sur un tamis vibrant de type Williams. Nous avons utilisé les copeaux qui passent à travers le tamis à ouvertures de 1,59 cm et qui sont retenues par le tamis à ouvertures de 0,9 cm. Nous avons lavé et séché à l'air ces copeaux.

On a mesuré la teneur en humidité (H%) des copeaux 24 heures avant chaque cuisson. L'équation 2.1 a permis de calculer cette teneur en humidité. Cette dernière variait de 14,7% à 16,0%.

$$H\% = \frac{M_h - M_0}{M_0} \times 100 \quad [2.1]$$

où;

H%: Teneur en humidité des copeaux, %;

M<sub>h</sub>: Masse des copeaux à l'état humide, g;

M<sub>0</sub>: Masse des copeaux à l'état anhydre, g.

Au total, on a préparé six cuissons selon trois conditions expérimentales (tableau 2.2). On a maintenu constant le ratio liqueur/bois (4:1), la sulfidité (20%), l'alcali actif (15%), la durée (1 h) et la température de chauffage initial et d'imprégnation (100 °C). La variation se situait au niveau de la température et du temps de cuisson. La figure 2.1 montre cette variation ainsi que l'évolution des temps et la température d'imprégnation, de chauffage et de cuisson pour les trois conditions.

**Tableau 2.1: Matériel expérimental**

Type de pâte	Essence	Origine	Code
PTM du 1 <sup>er</sup> étage de raffinage.	Mélange sapin-épinette	Kruger	1
PCTM blanchie.	Bouleau blanc	Tembec	2
PCTM blanchie.	Épinette blanche	Tembec	3
PCTM blanchie.	Peuplier tremble	Tembec	4
PCK non-blanchie.	Bouleau blanc	Laboratoire	5
PCK non-blanchie.	Bouleau blanc	Laboratoire	6
PCK non-blanchie.	Bouleau blanc	Laboratoire	7
PCK blanchie.	Mélange sapin-épinette	Commerciale	8
PCK non-blanchie.	Mélange sapin-épinette	Commerciale	9
PCTM blanchie	Épinette blanche	Commerciale	10
PCTM non-blanchie	Bouleau blanc	Commerciale	11

**Tableau 2.2 Conditions de cuissons et rendements des PCK.**

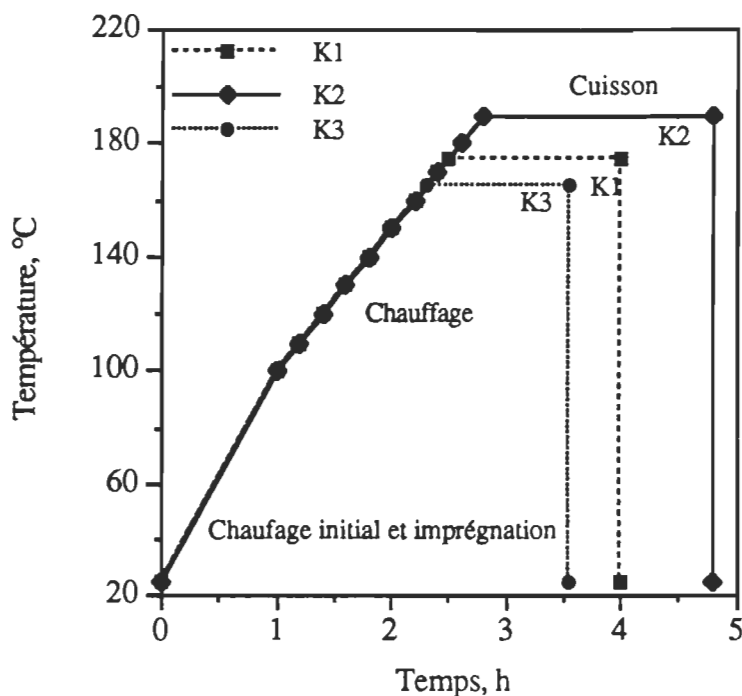
Paramètres de cuisson	K <sub>1</sub>	K <sub>2</sub>	K <sub>3</sub>
Ratio liqueur/bois	4:1	4:1	4:1
Sulfidité, %	20	20	20
Alcali actif, %	15	15	15
Température de chauffage initial et d'imprégnation, °C	100	100	100
Temps de chauffage initial et d'imprégnation, min	60	60	60
Température de cuisson, °C	175	190	165
Temps de cuisson, min	90	120	75
Rendement obtenu, %	50,9	47,2	53,4

On a mesuré le rendement des cuissons sur un échantillon de 60 g de bois sec placé dans un panier au centre du lessiveur. Les rendements obtenus pour les conditions K<sub>1</sub>, K<sub>2</sub> et K<sub>3</sub> sont de 50,9 %, 47,2 % et de 53,4 %, respectivement. La variation maximale entre les rendements des deux cuissons de chaque condition est de 0,5%.

### 2.1.2 Classification des pâtes chimico-thermomécaniques

Pour étudier l'effet de la longueur moyenne et la distribution des fibres sur le développement des propriétés des pâtes à haut rendement, on a entrepris une classification des fibres par le Bauer-McNett sur une PCTM d'épinette (*Picea glauca* (Moench) Voss) blanchie (pâte 3). Après 40 classifications de 10g de fibres sèches, on a obtenu des quantités suffisantes de fibres de chacune des classes de fibres longues (FL) et de fibres courtes (FC). Les FL représentent l'ensemble des fibres retenues par les classes 14, 28 et 48 du classificateur des fibres Bauer-McNett, tandis que les FC représentent l'ensemble des fibres qui passent à travers le tamis de 48 mailles et qui sont retenus par celui à 200 mailles du même classificateur.





**Figure 2.1:** Évolution du temps de chauffage et température de cuisson des pâtes chimiques kraft.

Les fibres de chacune des classes 14, 28, 48 et <48 ont permis d'obtenir quatre pâtes à fibres classées (FCL). On a obtenu également cinq autres pâtes en variant la proportion des fibres courtes (<48) de 0 à 80% (PFCV). Le tableau 2.3 dresse la composition de ces pâtes ainsi que le code attribué à chacune d'elle.

## 2.2 Méthodes

### 2.2.1 Raffinage des pâtes

On a utilisé un raffineur de laboratoire du type PFI pour raffiner les pâtes selon la méthode standard de Tappi T 248 cm-85. Le principe de cette méthode consiste à raffiner une quantité mesurée de pâte (30g) à une consistance spécifique (10%) entre un rouleau muni de barres et un cylindre à surface lisse. Le rouleau et le cylindre tournent dans la même direction avec un différentiel de vitesse périphérique. Le raffinage est achevé à travers l'action de la rotation différentielle et l'application d'une charge spécifique constante

(3.33 kN/m) entre les barres et la surface lisse du cylindre. La distance entre les barres du rouleau et la surface de cylindre est maintenue constante à 0,2 mm.

La procédure expérimentale du raffinage des pâtes selon cette méthode consiste à:

- déterminer la teneur en humidité de la pâte;
- obtenir 30 grammes de pâte sèche;
- diluer cette pâte jusqu'à une consistance totale de 1,5%;
- désintégrer la pâte jusqu'à 30,000 révolutions dans un désintegrateur standard;
- filtrer la pâte désintégrée jusqu'à une consistance de 20%;
- diluer la pâte jusqu'à une masse totale de 300g (10% de consistance);
- placer la pâte diluée d'une façon uniforme sur le mur du cylindre du PFI;
- raffiner la pâte à une température de  $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ;
- récupérer et sécher la pâte raffinée à l'air;
- entreposer à une température de  $0 \pm 4^{\circ}\text{C}$  pour une période maximale de 30 jours avant la formation des feuilles.

**Tableau 2.3** Composition des PCTM d'épinette classées.

Code	proportion, %			
	FL			FC
	14	28	48	<48
14	100	0	0	0
28	0	100	0	0
48	0	0	100	0
100	0	0	0	100
80	8	8	4	80
60	16	16	8	60
40	24	24	12	40
20	32	32	16	20
0	40	40	20	0

### 2.2.2 Caractérisation des pâtes au laboratoire humide

Dans cette étude on a mesuré l'indice d'égouttage (CSF) selon la méthode normalisée C1 de l'Association canadienne des producteurs de pâtes et papiers (ACPPP). Le classeur de fibres Bauer-McNett a servi pour déterminer le poids de la fraction de fibres retenue par chacune des classes selon la méthode normalisée de Tappi T233. Par la suite, on a mesuré la longueur moyenne de chaque classe. La préparation des fibres pour cette mesure consiste à:

- extraire des échantillons de chaque classe du Bauer-McNett;
- colorer les échantillons à la Safranine "O";
- préparer des lames microscopiques.

Pour assurer une bonne répartition et pour qu'elles soient bien distinctes lors de la mesure de leur longueur, on a séparé et étalé les fibres colorées sur une lame microscopique. Pour assurer leur maintien sur les lames, on a déposé quelques gouttes de colle vinylique diluée à 70% sur les fibres. Finalement, on a placé la lame sur une plaque chauffée à une température de 40°C pour accélérer le séchage et éviter la torsion des fibres.

On a réalisé la mesure de la longueur moyenne de chaque classe par projection des fibres à l'aide d'un microscope projecteur, sur une surface numérique d'un planimètre Micro-Plan II. Ce dernier est un appareil conçu pour analyser des images à deux dimensions. La projection des fibres sur la surface numérique a permis un agrandissement d'environ 25, 50 ou 100 selon la classe des fibres. Chaque agrandissement nécessite la détermination de l'échelle de mesure avec précision.

Pour déterminer l'échelle de projection on a projeté un micromètre muni d'une règle graduée de 1,8mm de long sur la surface du planimètre. On a mesuré cette longueur à 20 reprises en déplaçant la règle sur toute la surface numérique. Pour chaque agrandissement, on a calculé l'échelle à partir de la moyenne de ces mesures. La table numérique permet la

transformation directe des lectures en entrant l'échelle avant le début de chaque session de mesure de telle sorte que l'affichage se fait en longueur réelle.

On mesure la longueur d'une fibre parfaitement droite en pointant ces deux extrémités. Dans le cas d'une fibre courbée, les longueurs de chacune des parties rectilignes qui la composent sont pointées et cumulées. La table numérique enregistre les données et fournit différentes statistiques incluant, le nombre de fibres mesurées, la longueur moyenne et l'écart-type.

Un échantillonnage préliminaire a permis de calculer le nombre de fibres minimum ( $n$ ) à mesurer par classe du Bauer-McNett. La formule de Stein (équation 2.2) permet de calculer ce nombre (123). On a choisi un niveau de précision de 5%.

$$n = \frac{s^2 t^2}{d^2} \quad [2.2]$$

où;

s: écart-type;

t: valeur dans la table de Student au niveau de probabilité de 5% ou de 10%;

d: précision désirée, fixée à 5% de la moyenne selon le cas.

Le tableau 2.4 donne ce nombre pour chacune des classes au niveau de précision de 5%. Pour obtenir une précision de 5%, on a jugé que 35 fibres répondent à cette exigence. Par conséquent, on a mesuré 35 fibres choisies au hasard à l'intérieur de 35 cercles d'échantillonnage distribués systématiquement sur toute la surface de la lame (figure 2.2). L'équation 2.3 permet de calculer la longueur moyenne pondérée des fibres ( $\bar{L}$ ).

$$\bar{L} = \frac{\sum W_i L_i}{\sum W_i} \quad [2.3]$$

où;

$W_i$ : masse de la classe  $i$ , du Bauer-McNett, g,

$L_i$ : longueur des fibres de la classe  $i$ .

### 2.2.3 Formation, pressage et séchage des feuilles de laboratoire

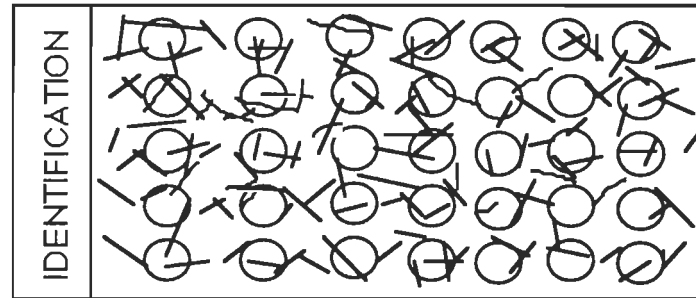
Le désintégrateur Domtar a servi à enlever la latence de toutes les pâtes à haut rendement. Pour sa part, la formette anglaise a servi pour la préparation des séries de feuilles de laboratoire de 60 g/m<sup>2</sup> à partir de chaque pâte. On a pressé et séché à l'air la première série de feuille selon la méthode normalisée C4 de l'ACPPP. On a utilisé les autres séries pour le pressage et séchage simultanés (PSS) à différentes conditions de température et de pression.

Pour réaliser le PSS des feuilles au laboratoire, on a utilisé une presse hydraulique munie de deux plateaux chauffants (figure 2.3). Un thermomètre numérique a servi pour le contrôle de la température. De la même façon, une jauge de pression dont on a vérifié expérimentalement la précision a servi pour le contrôle de la pression.

La procédure expérimentale du PSS consiste à placer la feuille du papier humide entre une plaque de métal à surface lisse et un papier buvard. On a placé un autre papier buvard sur la plaque de métal pour sa protection contre le contact direct avec le plateau supérieur. Pour assurer une pression uniforme sur le papier et éviter les irrégularités de la surface du plateau inférieur, on a placé une plaque de séparation en métal à surface uniforme sur ce dernier (figure 2.3).

**Tableau 2.4** Nombre de fibres à mesurer par classe au niveau de précision de 5%.

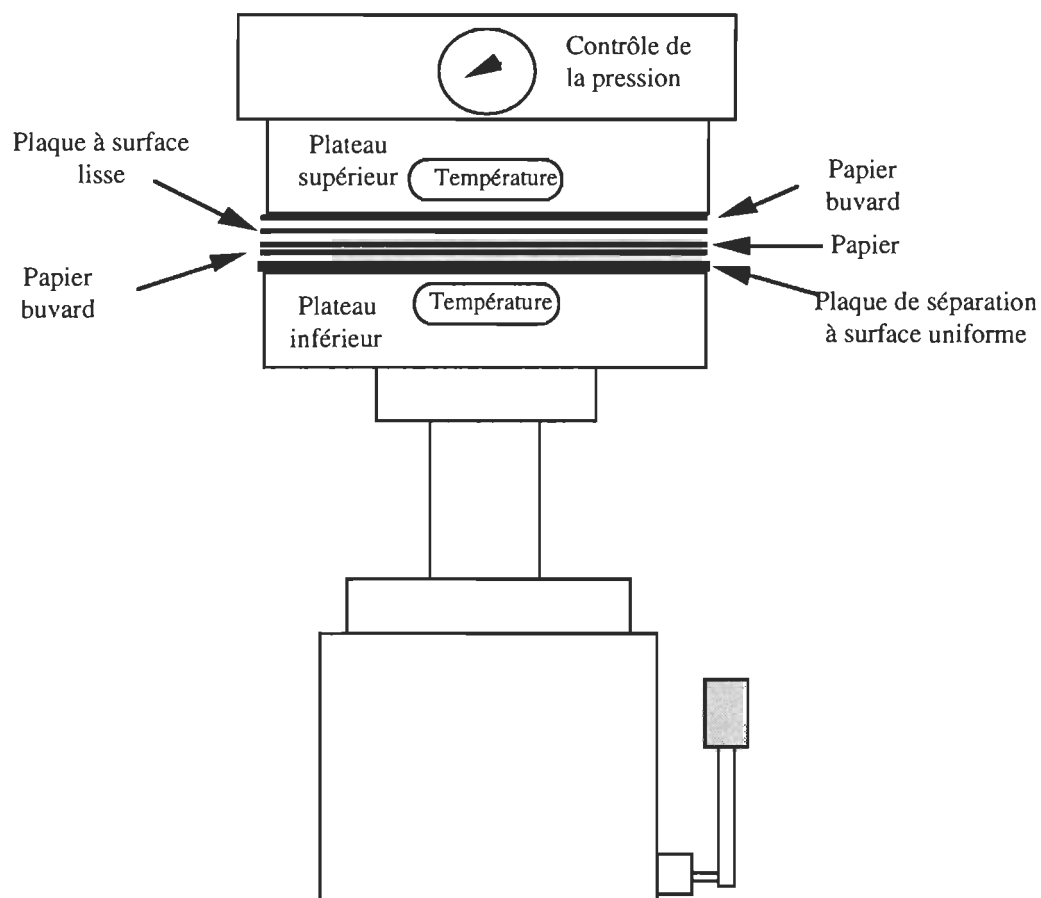
Classe	Longueur moyenne, mm	Écart-type, mm	n calculé à 5%
14	2,853	0,390	22
28	2,078	0,264	20
48	1,254	0,199	30
100	0,709	0,115	31
200	0,391	0,064	31



**Figure 2.2:** Échantillonnage pour la mesure de la longueur moyenne des fibres.

Les teneurs en humidité de la feuille à l'entrée et à la sortie de la presse et le temps de pressage sont des variables importantes à contrôler dans ce procédé. La teneur en humidité de la feuille à l'entrée de la presse a une influence directe sur la qualité du produit fini. Dans nos essais, on a contrôlé cette variable en mesurant systématiquement le poids de chaque feuille humide avant son entrée dans la presse. Les essais préliminaires ont montré qu'une feuille très humide ( $>150\%$ ) résulte en une mauvaise formation de la feuille. Cette dernière se traduit par un éclatement des feuilles sur relâchement de la pression à cause de l'action de la pression hydraulique ( $P_h$ ). Par contre, une teneur en humidité faible ( $<67\%$ ) à l'entrée de la presse ne permet pas d'obtenir les résultats escomptés du procédé (109).

D'autre part, on a trouvé qu'une teneur en humidité variant de 100 à 150% permet d'obtenir des feuilles sans problèmes de mauvaise formation et sans différence significative dans leurs propriétés physiques et mécaniques. Par conséquent, les feuilles à l'entrée de la presse avaient une teneur en humidité se situant à l'intérieur de cet intervalle (100% à 150%).



**Figure 2.3** Dispositif de pressage et séchage simultanés des feuilles.

La teneur en humidité à la sortie de la presse indique si la feuille est suffisamment sèche. En général, on considère une feuille sèche quand sa teneur en humidité (équation 2.1) se situe entre 6% et 9%. On a contrôlé cette variable par une pesée rapide de la feuille à sa sortie de la presse.

Le temps de séchage est aussi une variable importante qui dépend de la température et de la pression appliquées au cours du PSS. Un temps court donne des feuilles humides. Par contre, un séjour prolongé cause des pertes importantes dans la blancheur de la feuille et d'un collage fréquent des fibres sur la plaque métallique et sur le papier buvard.

Dans nos expériences, on a déterminé le temps de séchage selon la teneur en humidité finale de la feuille (6-9%). Ce temps variait en fonction du type de pâte, de la température des plateaux et de la pression appliquée sur le réseau fibreux. Le tableau 2.5 présente ce temps pour chaque type de pâte et chaque condition expérimentale.

La vitesse de relâchement de la presse a une influence sur la qualité du papier issu de ce procédé. En effet, nos essais préliminaires ont montré qu'un relâchement brusque cause un éclatement de la feuille par la pression exercée par l'échappement de la vapeur. Par contre, un relâchement lent et progressif donne une feuille sans problèmes de formation.

#### **2.2.4 Mesure de la résistance des liaisons fibre-à-fibre**

Puisque le principal objectif de la présente recherche est l'amélioration de la résistance des liaisons dans le papier, il a fallu choisir une méthode de mesure qui est à la fois rapide, répétitive et précise. Selon la littérature, les méthodes les plus rapides sont: le test de traction dans la direction Z, le test d'arrachage et le test d'impact de Scott. On a entrepris une comparaison entre ces méthodes afin de déterminer celle qui convient le plus à nos besoins et de mieux comprendre la vraie mesure donnée par chaque méthode. En effet, parmi les comparaisons rapportées dans la littérature très peu ont utilisé la même unité de mesure. Ceci introduit des erreurs dans l'interprétation des résultats.



**Tableau 2.5 Temps de séchage en fonction de la température et de la pression pour les différentes pâtes.**

Température °C	Pression MPa	Temps de pressage et séchage en secondes				
		PTM (1)	PCTM (2)	PCTM (3)	PCTM (4)	PCK (5-7)
105	0,38	45	60	65	60	180
	0,75	40	55	60	55	150
	1,50	30	45	50	45	90
140	0,38	40	45	50	45	60
	0,75	35	40	45	40	55
	1,50	30	30	40	30	45
175	0,38	30	30	40	30	45
	0,75	25	25	30	25	40
	1,50	20	18	20	18	30

***Le test de traction dans la direction Z***

La figure 2.4 montre les étapes de réalisation de ce test. La première étape consiste à installer un échantillon de papier entre deux corps solides à l'aide d'un adhésif à double face. Dans les expériences, on a utilisé l'adhésif 610 de la compagnie 3M. Les corps solides avaient une surface carrée de 645,16 mm<sup>2</sup>. Afin d'éliminer les poussières, le restant d'adhésifs et les graisses accumulées par contact des doigts, on a nettoyé la surface des corps solides avec l'acétone avant la préparation de chaque échantillon. Ceci permet d'optimiser les conditions d'adhésion du papier sur les solides.

Pour assurer une bonne adhésion entre les interfaces papier-adhésif et adhésif-solide, une pression doit être appliquée sur l'ensemble du dispositif sans toutefois influencer la résistance des liaisons dans le papier. Suite aux essais préliminaires, on a trouvé qu'une pression de 345 kPa appliquée pendant une minute est propice pour toutes les pâtes. L'échantillon est par la suite installé dans la machine de traction Instron. Cette dernière applique une charge à une vitesse constante de 20 mm/min. Il faut que la rupture soit entièrement dans le papier pour retenir l'échantillon dans le calcul de la résistance des

liaisons. Les données de ce test sont transmises automatiquement à l'ordinateur pour analyse et enregistrement.

Pour mesurer la résistance d'adhésion de l'adhésif aux solides, on a utilisé un échantillon d'aluminium de 1mm d'épaisseur à la place du papier (figure 2.4). Cette résistance a une valeur moyenne de 1000 kPa. De la même façon, on a mesuré la résistance d'adhésion de l'adhésif au papier en utilisant un papier à très forte résistance des liaisons de telle sorte que la rupture se fait dans l'interface papier-adhésif. Cette résistance a une valeur moyenne de 800 kPa.

Le test Z permet l'obtention de la résistance à la rupture ( $R_Z$ ) et l'énergie de rupture ( $W_Z$ ). Le rapport entre la force nécessaire pour causer la rupture dans le papier et la surface de l'échantillon donne  $R_Z$ . De la même façon, la surface sous la courbe charge-déformation dans la direction Z (figure 2.5) donne  $W_Z$ . L'équation 2.4 permet de calculer  $W_Z$  en J/m<sup>2</sup>.

$$W_Z = \int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon \quad [2.4]$$

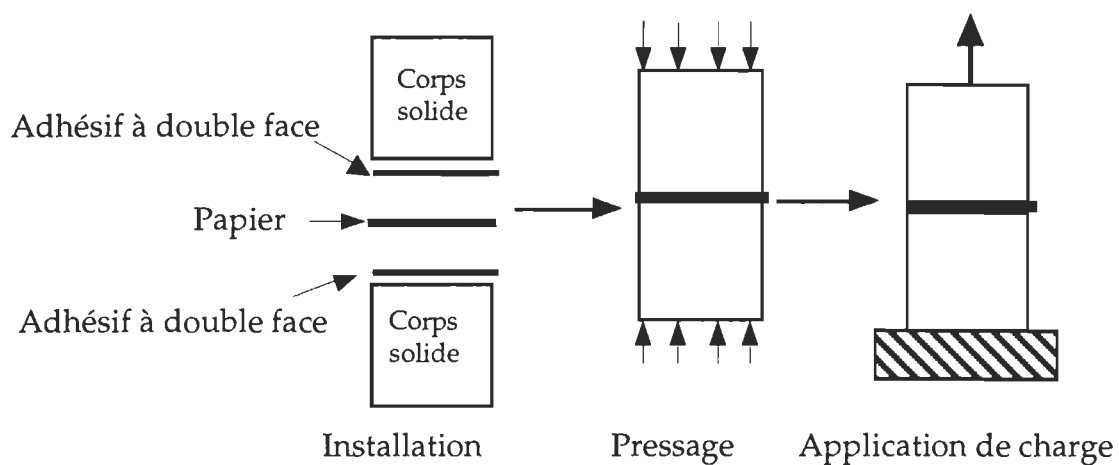
où;

$\sigma$ : charge à la rupture, N/m<sup>2</sup> (Pa);

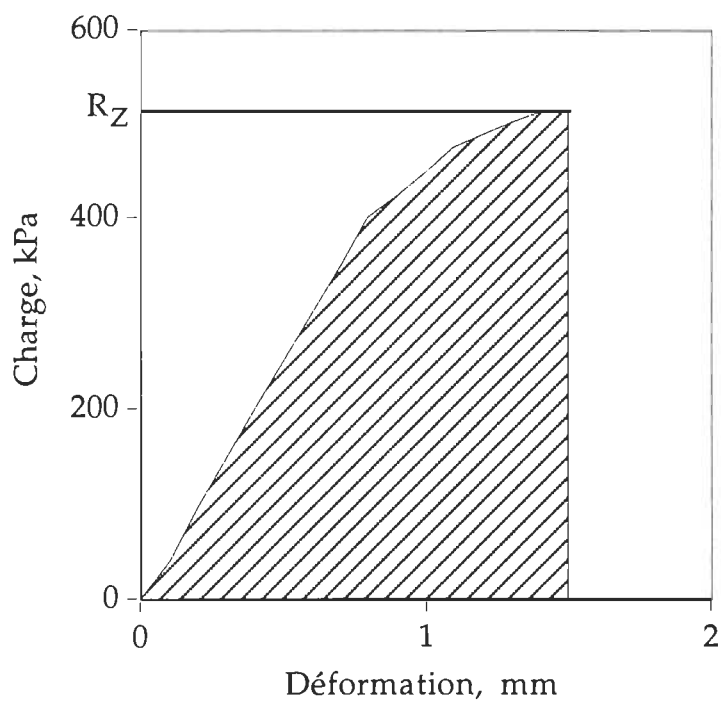
$\epsilon$ : déformation à la rupture, m.

### *Le test d'arrachage*

La préparation des échantillons (figure 2.6) pour la réalisation de ce test consiste à appliquer deux bandes d'adhésif sur les deux surfaces d'un échantillon de papier de 5x10 cm. Par la suite, on a placé un morceau de papier de 1x5 cm sur chaque bande d'adhésif vis-à-vis de l'échantillon pour éviter leur collage et d'assurer des positions d'attache au cours de la réalisation du test. Pour assurer une bonne adhésion entre le papier et les bandes d'adhésif, on a appliqué une pression de 3,5 MPa sur l'ensemble de l'échantillon pendant 5 minutes.



**Figure 2.4** Procédures de préparation des échantillons et de mesure de la résistance des liaisons par le test de traction dans la direction Z.



**Figure 2.5** Courbe charge-déformation donnée par le test de traction dans la direction Z.

### *Le test d'arrachage*

La préparation des échantillons (figure 2.6) pour la réalisation de ce test consiste à appliquer deux bandes d'adhésif sur les deux surfaces d'un échantillon de papier de 5x10 cm. Par la suite, on a placé un morceau de papier de 1x5 cm sur chaque bande d'adhésif vis-à-vis de l'échantillon pour éviter leur collage et d'assurer des positions d'attache au cours de la réalisation du test. Pour assurer une bonne adhésion entre le papier et les bandes d'adhésif, on a appliqué une pression de 3,5 MPa sur l'ensemble de l'échantillon pendant 5 minutes.

Afin d'éliminer les effets des bouts, on a coupé les échantillons jusqu'à une largeur finale de 4 cm (figure 2.6). Par la suite, on a initié la rupture à la main en tirant en sens opposé les deux positions d'attache (figure 2.7a). Par la suite, on a monté l'ensemble sur un dispositif expérimental similaire à celui de Skowronski (44). Ce dispositif consiste en une roue sans friction munie d'un instrument de roulement à bille (figure 2.7b). La roue est installée sur la mâchoire inférieure et stationnaire de la machine de traction Instron.

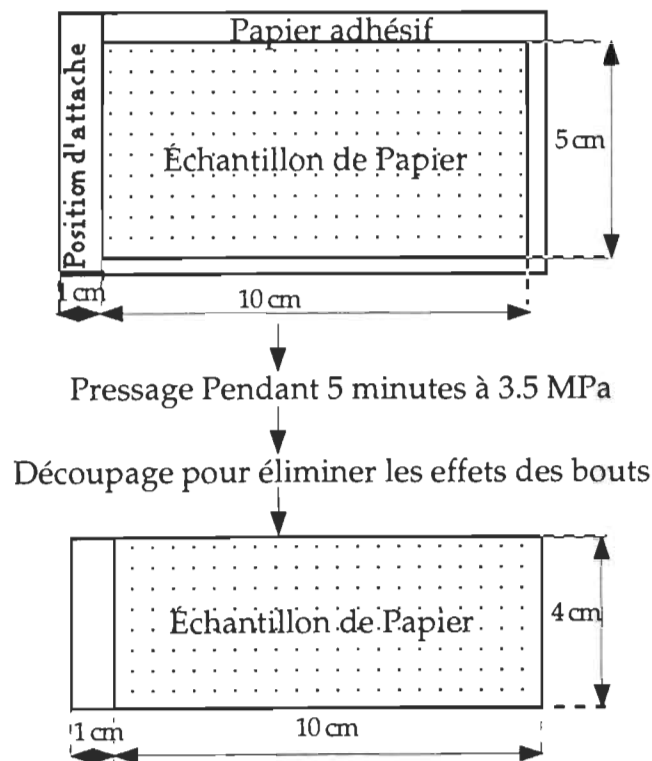
Deux morceaux d'adhésif résistant ont servi pour fixer l'échantillon en collant son extrémité et une position d'attache sur la roue (figure 2.7b). La deuxième position d'attache est installée dans la mâchoire supérieure de la machine de traction. Cette dernière applique une charge à une vitesse constante de 20 mm/min. La rotation de la roue (figure 2.7b) avec le déplacement de la mâchoire supérieure permet d'appliquer la charge à un angle de 90° d'une façon continue.

Ce test donne l'énergie d'arrachage (J) par unité de surface ( $m^2$ ) calculée par le rapport entre la surface sous la courbe force/déplacement et la surface arrachée. Afin d'éviter les erreurs induites par l'initiation de l'arrachage à la main, on a entrepris le calcul de cette énergie après une certaine distance d'arrachage. En effet, on a calculé cette énergie systématiquement sur une surface de 1600  $mm^2$ , soit entre 20 et 60 mm. La figure 2.8

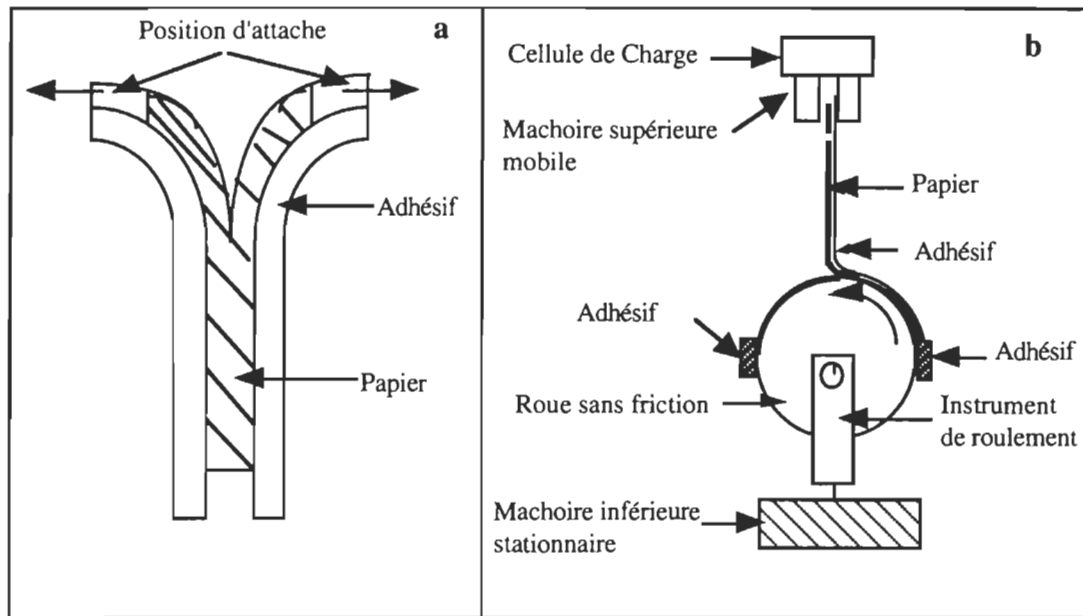
illustre la courbe force déformation donnée par ce test ainsi que la surface sous laquelle on a calculé l'énergie d'arrachage pour tous les échantillons. Cette courbe montre une fluctuation de la force d'arrachage à cause de l'épaisseur non uniforme de l'échantillon et aux défauts et imperfections dans ce dernier (28; 44).

Ce test permet aussi de calculer  $R_Z$  (kPa) en supposant que la force d'arrachage ( $F_A$ ) est constante et que le papier a une épaisseur uniforme ( $e$ ). Le rapport entre cette force (kN) et le produit de l'épaisseur (m) par la longueur d'arrachage ( $L_A$  en m) donne  $R_Z$  (équation 2.5).

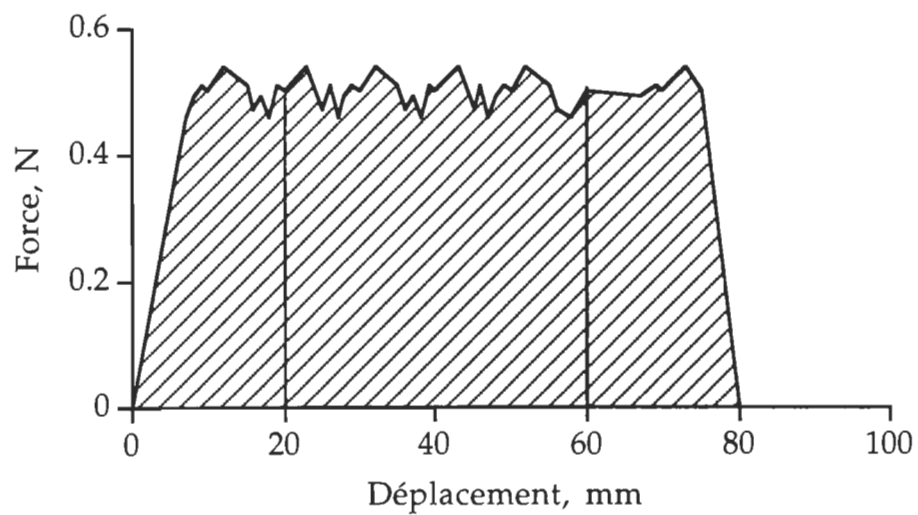
$$R_Z = \frac{F_A}{eL_A} \quad [2.5]$$



**Figure 2.6** Préparation des échantillons pour la mesure de l'énergie d'arrachage.



**Figure 2.7** Procédure et dispositif de mesure de l'énergie d'arrachage:  
 a) Initiation de l'arrachage à la main,  
 b) Dispositif utilisé pour la mesure de la résistance des liaisons.



**Figure 2.8** Courbe force-déplacement donnée par le test d'arrachage.

### *Le test d'impact de Scott*

Dans ce test, on attache une bande de papier de 25,4 mm de large entre 5 blocs de métal et 5 angles d'aluminium (figure 2.9) par l'entremise d'un papier adhésif à double face. Ces derniers ont chacun une surface carrée de 645,16 mm<sup>2</sup>. Afin d'enlever les poussières, le restant d'adhésif des essais précédant et les graisses accumulées par contact des doigts, on a nettoyé les surfaces avec l'acétone avant l'installation des échantillons.

L'appareil d'impact de Scott est muni d'une presse hydraulique dont le rôle est d'assurer une bonne adhésion entre les interfaces. Dans nos expériences, nous avons jugé que l'application d'une pression de 1 MPa pendant 5 secondes est propice. Après pressage, et séparation des 5 échantillons (bloc de métal, papier et angle d'aluminium), chaque échantillon est placé sur la base de l'instrument d'impact de Scott. Le test est réalisé en relâchant le pendule. Ce dernier frappe la partie supérieure de l'angle d'aluminium causant ainsi la rupture du papier (figure 1.10). L'échelle calibrée de l'instrument donne la perte d'énergie potentielle (équations 1.8-1.11) en joule. Cette dernière représente l'énergie pour causer la rupture du papier. Le rapport entre cette énergie et la surface de l'échantillon donne l'énergie des liaisons de Scott ( $W_S$ ) en J/m<sup>2</sup>.

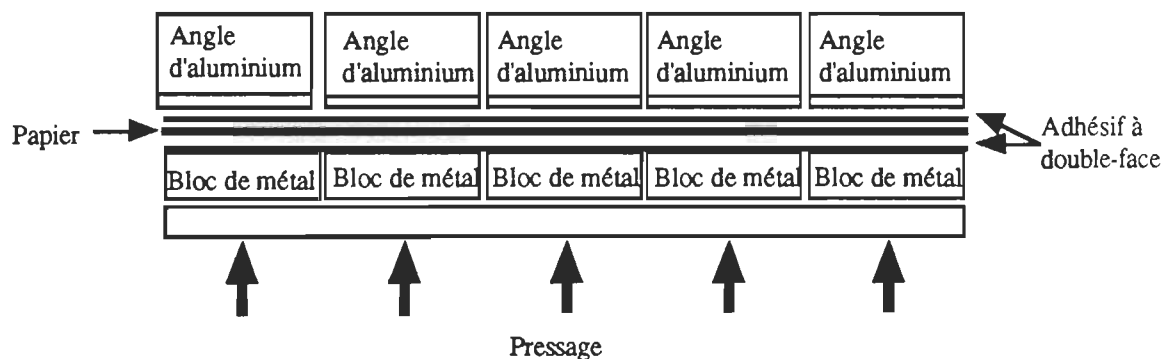


Figure 2.9 Préparation des échantillons pour le test d'impact de Scott.

### *Interférence de l'adhésif*

L'utilisation d'une matière étrangère comme les adhésifs dans la mesure de la résistance des liaisons selon les différentes méthodes introduit des sources additionnelles d'erreurs. L'interférence de l'adhésif est un exemple. Le phénomène d'interférence est particulièrement présent dans le cas des papiers à faibles grammages ou la résistance des liaisons obtenue est anormalement élevée (89; 77). Ceci est dû au fait que les deux faces de l'adhésif se touchent à travers les espaces vides entre les fibres de la feuille. Ce phénomène disparaît au fur et à mesure que le grammage des échantillons augmente. Selon Skowronski (89) et Andersson (77), le phénomène d'interférence de l'adhésif disparaît à des grammages de 30 et 45 g/m<sup>2</sup>, respectivement. Leurs affirmations sont basées sur le fait qu'au-delà de ces valeurs, il y a constance de  $W_A$  et  $R_Z$ . (Figure 1.12d). Par ailleurs, Skowronski (89) a utilisé le microscope électronique à balayage pour montrer que, contrairement aux échantillons à faibles grammages (< 30 g/m<sup>2</sup>), on n'observe pas d'adhésif à la zone d'arrachage des feuilles à des grammages plus élevés ( $\geq 30$  g/m<sup>2</sup>).

Dans le cadre des essais préliminaires de cette étude, nous avons utilisé le microscope électronique à balayage pour observer la zone de rupture de différents échantillons de 60 g/m<sup>2</sup> issus de différentes pâtes. La figure 2.10 présente deux zones de ruptures suite au test Z. Ces illustrations ne montrent pas d'adhésif dans la zone de rupture.

D'autre part, nous avons procédé systématiquement à un examen visuel et à un toucher de la zone de rupture après chaque essai. L'examen visuel permet de vérifier si la rupture a bien pris place dans l'échantillon et non dans les interfaces. Pour sa part, le toucher permet de vérifier la présence de l'adhésif dans la zone de rupture. Compte tenu de la forte étanchéité des adhésifs utilisés, leur présence dans cette zone est facilement détectable au toucher et se traduit par un collage aux doigts. Nous avons exclu de l'analyse des résultats tout échantillon dont la rupture a pris place dans les interfaces ou dont on a décelé la présence d'adhésif dans la zone de rupture.



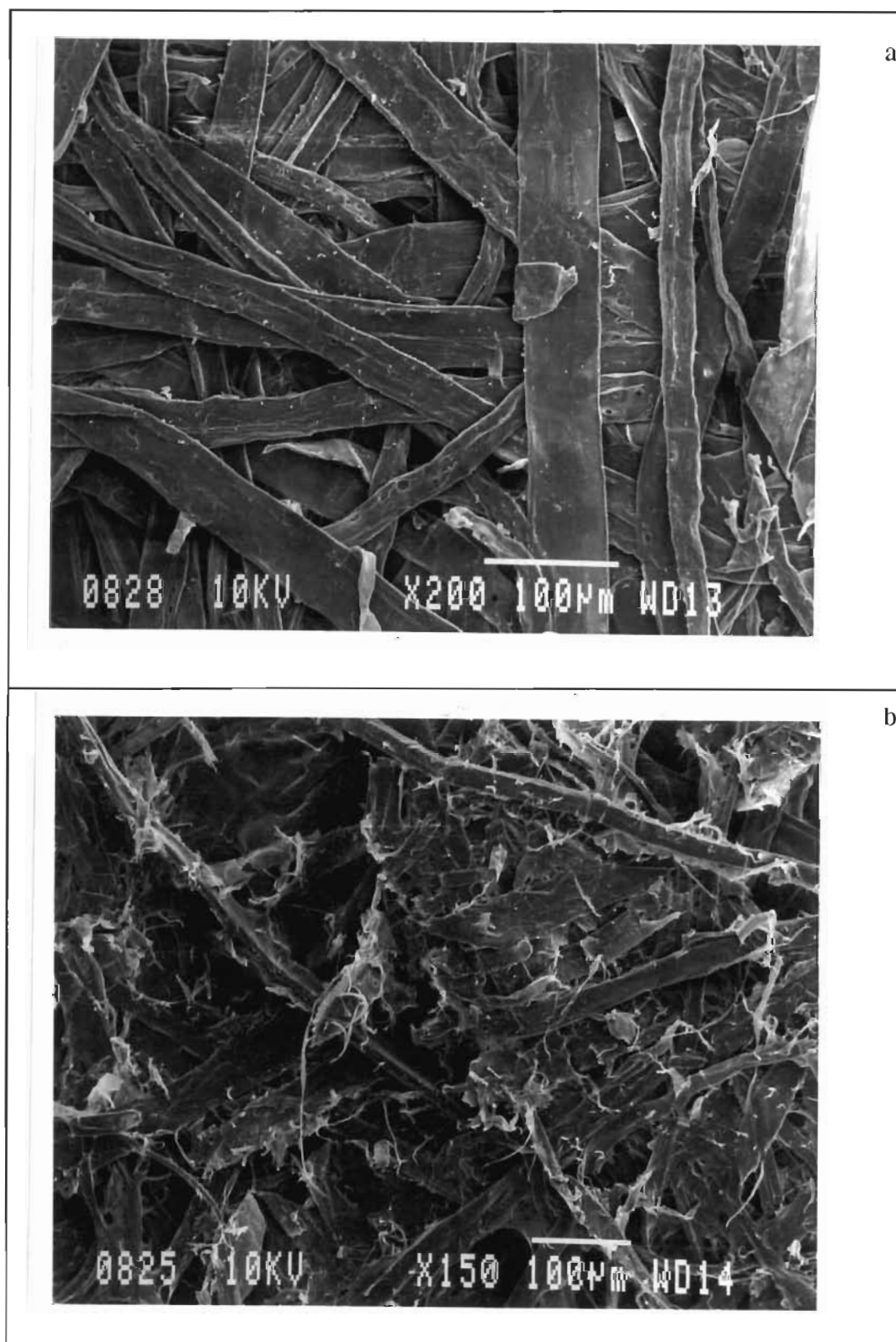


Figure 2.10: Micrographies des zones de rupture suite au test Z:

- a) Échantillon de PCK non blanchies de résineux (pâte 9) séché à l'air;
- b) Échantillon de PTM de résineux (pâte 1) PSS (T= 175°C; P= 0,75 MPa).

### ***Précision et nombre de répétitions***

Afin d'assurer que les paramètres obtenus par chacune des méthodes précédentes sont précis, il faut mesurer un nombre minimum d'échantillons par série selon la précision désirée. La formule de Stein (équation 2.2) permet de calculer ce nombre (123). Le tableau 2.6 donne le nombre minimum d'échantillons à mesurer pour déterminer les résistances des liaisons au niveau de précision de 5% et 10% pour différents types de pâtes. Dans le cas de 5% de précision, le nombre minimum d'échantillons varie de 1 à 8 pour  $R_Z$ , de 5 à 13 pour  $W_Z$ , de 1 à 2 pour  $W_A$  et de 13 à 23 pour  $W_S$ . Dans le cas de 10% de précision, ce nombre est de 1 pour  $W_A$ , varie de 1 à 2 pour  $R_Z$ , de 1 à 3 pour  $W_Z$  et de 2 à 4 pour  $W_S$ .

Compte tenu de ces résultats, le nombre d'échantillons à mesurer a été fixé à 8 pour le test Z et à 2 pour le test d'arrachage. Dans le cas du test de Scott, il faut un nombre d'échantillon très élevé pour atteindre 5% de précision. Cependant, 10 échantillons permettent d'atteindre 10% de précision.

### ***Résistance spécifique des liaisons***

Le rapport entre la résistance des liaisons et la surface liée nette donne la résistance spécifique des liaisons (5; 103). Les méthodes précédentes permettent de mesurer directement la résistance des liaisons. Par contre, la mesure directe de la surface liée nette est impossible. Le coefficient de dispersion de la lumière ou la densité apparente permettent d'estimer ce paramètre.

Dans le cas des pâtes à haut rendement, la détermination optique de la surface liée est impossible puisque la lumière se disperse à travers le lumen des fibres qui gardent leur formes cylindriques après pressage et séchage (117). Par conséquent, la détermination optique de la surface liée dans ce cas est difficile surtout que le matériel expérimental consiste principalement en pâtes à très haut rendement.

Dans ce cas, on peut utiliser la densité apparente de la feuille pour estimer la surface liée. En effet, Hieta et al. (85) ont montré une relation linéaire entre la densité apparente des pâtes chimiques et la surface liée mesurée par analyse d'image. Stratton (43) a montré aussi que l'extrapolation de la relation entre la densité et le coefficient de dispersion de lumière des pâtes chimiques classées tombe sur une densité de  $1620 \text{ kg/m}^3$ . Cette valeur est très proche de la densité de la paroi des fibres ( $1540 \text{ kg/m}^3$ ). Si on assume que cette dernière correspond à une feuille complètement liée, on peut déterminer la surface liée ( $S_L$ ) par le rapport entre la densité de la feuille ( $\rho$ ) et la densité de la paroi des fibres (équation 2.6). Le rapport entre la résistance des liaisons ( $R_L$ ) et cette surface liée donne la résistance spécifique des liaisons ( $R_{SL}$ ). L'équation 2.7 permet de calculer ce paramètre.

$$S_L = \frac{\rho}{1540} \quad [2.6]$$

$$R_{SL} = \frac{R_L}{S_L} = 1540 \frac{R_L}{\rho} \quad [2.7]$$

### 2.2.5 Mesure des propriétés physiques mécaniques et optiques

Le tableau 2.7 dresse les propriétés physiques, mécaniques et optiques qu'on a mesuré selon les normes de l'ACPPP et de Tappi. Le photomètre Zeiss Elrepho a servi pour la mesure des propriétés optiques.

On a conditionné les échantillons destinés pour la mesure des propriétés des feuilles à l'état sec dans un environnement contrôlé pendant 24 heures selon la norme de l'ACPPP D.4. La teneur en humidité de l'ensemble des feuilles testées variait de 5,5% à 8,0%. D'autre part, on a plongé dans l'eau pendant 24 heures les échantillons destinés à la mesure de la longueur de rupture humide. Après mesurage, les échantillons avaient une teneur en humidité qui variait de 239% à 280%.

Les propriétés mesurées sont généralement précises à 5%. L'annexe 1 présente les erreurs expérimentales ou les coefficients de variation de ces propriétés.

**Tableau 2.6: Détermination du nombre d'échantillons pour la mesure de la résistance des liaisons aux niveaux de précision de 5% (n<sub>5%</sub>) et de 10% (n<sub>10%</sub>).**

Pâte	CSF, ml	Test de Traction dans la direction Z								Test d'arrachage				Test de Scott			
		Résistance-Z, kPa				Énergie-Z, J/m <sup>2</sup>				Énergie d'arrachage, J/m <sup>2</sup>				Énergie de rupture, J/m <sup>2</sup>			
		μ <sup>1</sup>	σ <sup>2</sup>	n <sub>5%</sub>	n <sub>10%</sub>	μ	σ	n <sub>5%</sub>	n <sub>10%</sub>	μ	σ	n <sub>5%</sub>	n <sub>10%</sub>	μ	σ	n <sub>5%</sub>	n <sub>10%</sub>
PTM	475	124	6,8	4	1	24,4	1,9	9	2	91,3	1,6	1	1	16,3	11,2	17	3
KB- R	380	697	11,9	1	1	340	18	5	1	66,7	0,6	1	1	357	12	20	3
KNB-R	380	654	28,8	3	1	515	46	12	2	.	.	.	.	433	13	22	4
KNB-F	430	730	54,1	8	2	268	17	6	1	66,8	0,3	1	1	228	12	20	4
PCTM-R1	415	415	25,2	6	1	113	8	8	2	69,2	2,0	2	1	185	10	13	3
PCTM-R2	400	417	28,3	7	1	90	7	8	2	56,7	1,7	2	1	118	12	15	2
PCTM-P	405	597	43,0	8	1	212	20	13	3	74,6	1,8	2	1	195	10	20	3
PCTM-B1	415	307	14,1	4	1	72,4	7	13	3	58,6	0,6	1	1	141	12	20	3
PCTM-B2	420	579	27,2	4	1	197	13	7	1	66,2	0,2	1	1	191	13	23	4

<sup>1</sup> Moyenne,

<sup>2</sup> Écart-Type.

**Tableau 2.7 Méthodes de mesure des propriétés des pâtes.**

Propriétés	Norme	Unité de mesure	Légende
Densité apparente	ACPPP D.4	kg/m <sup>3</sup>	$\rho$
Résistance intrinsèque de la fibre	TAPPI T231	km	R <sub>I</sub>
Longueur de rupture	ACPPP D.6H	km	L <sub>R</sub>
Longueur de rupture humide	ACPPP D.10	m	L <sub>Rh</sub>
Module d'élasticité	ACPPP D.6H	MPa	M <sub>E</sub>
Indice de déchirure	ACPPP D.9	mN·m <sup>2</sup> /g	I <sub>R</sub>
Indice d'éclatement	ACPPP D.8	kPa·m <sup>2</sup> /g	I <sub>E</sub>
Blancheur	ACPPP E1	%	B <sub>L</sub>
Opacité	ACPPP E1	%	O <sub>P</sub>
Coefficient de dispersion de lumière	TAPPI T220	m <sup>2</sup> /kg	D <sub>L</sub>

### 2.3 Dispositifs expérimentaux pour l'amélioration de la résistance des liaisons

Les traitements d'amélioration de la résistance des liaisons choisis dans la présente étude sont le raffinage des pâtes et le pressage et séchage simultanés des feuilles. Les pâtes 1 à 7 (tableau 2.1) forment le matériel expérimental sur le quel on a choisi d'appliquer ces traitements. Ce choix permet d'assurer une variabilité au niveau des caractéristiques morphologiques et physico-chimiques des fibres.

#### 2.3.1 Identification et choix des variables

Dans le raffinage il y a différentes variables incluant le moyen de raffinage, sa durée, la consistance, la quantité de la pâte, la distance entre les disques et la charge spécifique appliquée par le levier du PFI. Parmi ces variables, on a varié la durée de raffinage. Le nombre de révolutions dans le PFI a permis de contrôler cette variable.

Suite à nos essais préliminaires, nous avons constaté que la réponse des pâtes au raffinage diffère d'un type de pâte à l'autre. La différence est surtout grande entre les PHR et les

PCK. Par conséquent, il s'est avéré nécessaire d'avoir des niveaux différents de raffinage. Dans le cas des PHR (pâtes 1-4), un raffinage à 4000, 12000 et 18000 révolutions dans le PFI ont permis d'obtenir une grande variabilité dans les propriétés physiques et mécaniques de la feuille. D'autre part, les PCK (pâtes 5-7) sont plus flexibles que les PHR, le besoin en raffinage est inférieur. Donc, on a choisi d'étudier trois niveaux de raffinage pour ces pâtes soit: 0, 1330 et 4000 révolutions.

Les variables du PPSS sont: la teneur en humidité de la feuille à l'entrée et à la sortie de la presse, la température des plateaux, la pression appliquée sur le réseau fibreux et le temps de pressage. Parmi ces variables, on a choisi d'étudier les effets de la température et de la pression à trois niveaux soit: 105, 140 et 175°C, et 0,38, 0,75 et 1,50 MPa, respectivement. Ce choix nous permet d'avoir une variabilité au niveau des écoulements des composantes chimiques de la fibre et de leur compressibilité. Le tableau 2.8 montre les trois niveaux utilisés pour chaque facteur.

### **2.3.2 Dispositifs expérimentaux**

Nous avons jugé que les dispositifs expérimentaux les plus propices pour la présente étude sont les factoriels  $3^3$  en différents blocs. Les facteurs sont: le raffinage (R), la température (T) et la pression (P) alors que les pâtes forment les blocs (B). Compte tenu des différences entre les niveaux de raffinage des PHR et ceux des PCK, il s'est avéré préférable d'avoir deux dispositifs distincts.

Le premier dispositif expérimental est un plan factoriel  $3^3$  en 4 blocs dont chacun représente une pâte à haut rendement. Ce type de dispositif permet d'étudier à la fois la variation entre les pâtes et les effets des différents facteurs et les interactions entre ces facteurs. La figure 2.11 présente la combinaison des traitements sur chaque pâte.

Le deuxième dispositif expérimental est un plan factoriel  $3^3$  en 3 blocs représentant les 3 PCK. Puisqu'on a préparé ces pâtes au laboratoire, la réalisation d'un tel dispositif est très

coûteuse en temps et en matière première. Par conséquent, on peut se permettre de diminuer le nombre des expériences en confondant une des interactions à trois facteurs avec les blocs sans toutefois perdre trop d'information (124). En effet, dans un dispositif factoriel  $3^3$  en 3 blocs, l'interaction à trois facteurs possède un degré de liberté de 8. Cette interaction peut être divisée en 4 composantes d'interaction orthogonales ( $ABC$ ,  $ABC^2$ ,  $AB^2C$ , et  $AB^2C^2$ ), chaque composante a un degré de liberté de 2 (124). La procédure générale consiste à définir un contraste de définition pour la composante à confondre avec les blocs. Dans notre cas, on a choisi de confondre la composante  $AB^2C^2$ , le contraste de définition L est alors donné par l'équation 2.8.

$$L = x_1 + 2x_2 + 2x_3 \quad [2.8]$$

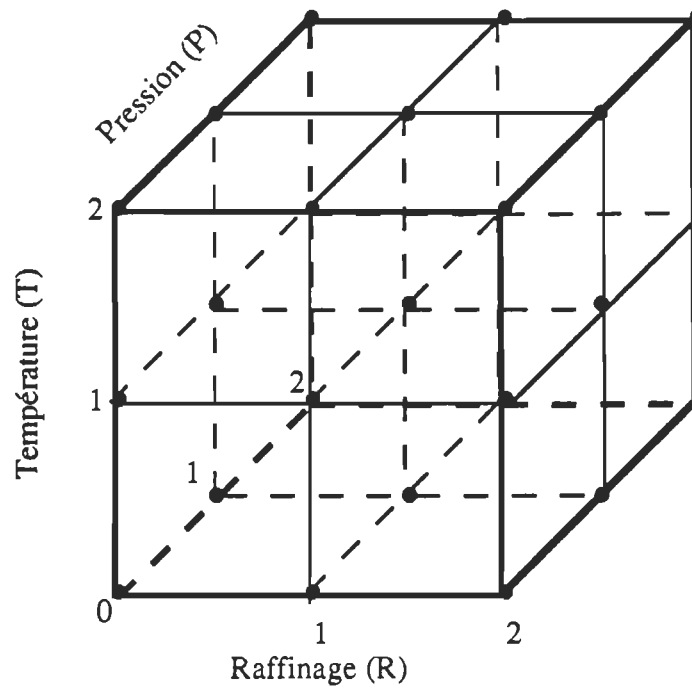
où;

$x_i$ : représente le niveau du  $i^{\text{ème}}$  facteur dans chaque combinaison des traitements.

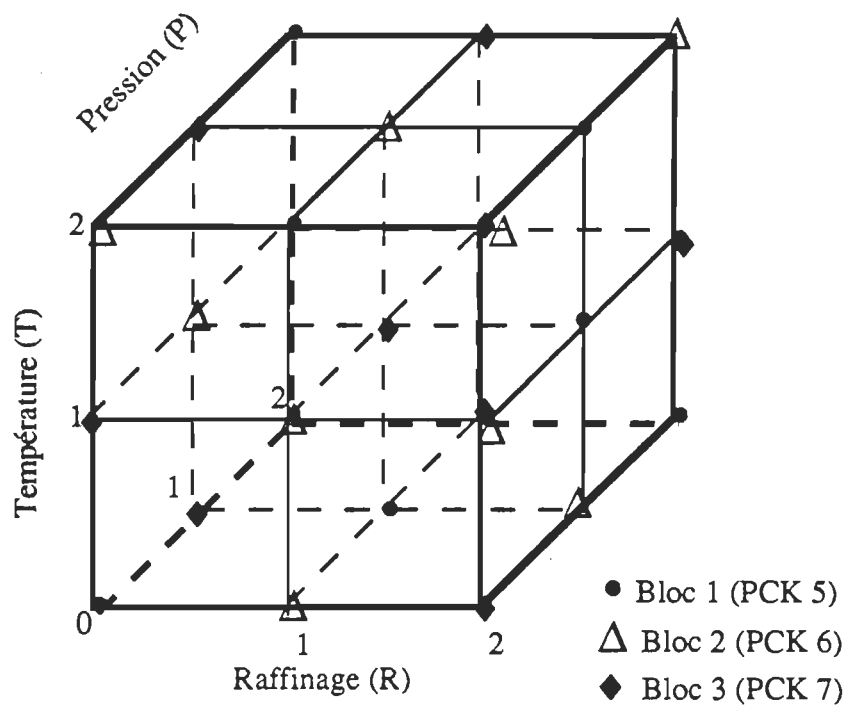
Les combinaisons des traitements dans le dispositif seront assignées aux blocs selon la valeur de L dans le module 3. Puisque dans ce module, L ne peut prendre que les valeurs 0, 1, ou 2; on aura 3 blocs. La combinaison des traitements qui satisfait  $L = 0$  sera assignée au bloc 1, celle qui satisfait  $L = 1$  au bloc 2, et celle qui satisfait  $L = 2$  au bloc 3 (124). La figure 2.12 montre la combinaison des traitements pour chaque bloc.

**Tableau 2.8** Équivalents des niveaux de facteurs.

Niveau du facteur	Traitement			
	R: Raffinage, (Révolutions) PTM et PCTM		T: Température, ° C	P: Pression, MPa
Faible, 0	4000	0	105	0,38
Moyen, 1	12000	1330	140	0,75
Élevé, 2	18000	4000	175	1,50



**Figure 2.11** Combinaison des traitements pour un bloc du dispositif expérimental  $3^3$  utilisé pour les PHR.



**Figure 2.12** Combinaisons des traitements pour les PCK.



## 2.4 Propriétés physico-chimiques à la surface des fibres

La résistance des liaisons fibre-à-fibre dépend largement des propriétés physico-chimiques à la surface des fibres. Il est donc intéressant d'étudier les effets des variables du PPSS sur ces propriétés. Il y a plusieurs moyens techniques qui permettent la détection des changements physico-chimiques à la surface des fibres. Parmi ces moyens il y a (125):

1. *L'analyse chimique par spectroscopie des photoélectrons (ESCA)*. Cette technique repose sur l'analyse directe de l'énergie cinétique des électrons qui ont subi une excitation par des rayons X et qui ont été isolé de leur environnement atomique. Ce type d'analyse nous permet de détecter les changements dans la composition chimique à la surface des fibres.
2. *L'analyse par spectroscopie infrarouge*. Cette technique repose sur le pouvoir de vibration des molécules à des fréquences précises. Elle peut être utilisé pour l'identification des groupements chimiques dans les matériaux. Cette technique est abondamment utilisée dans l'identification des groupements OH dans les fibres cellulosiques. L'utilisation de la méthode d'échantillonnage par réflexion interne en spectroscopie infrarouge (ATR) et la spectroscopie infrarouge par transformés de Fourier (FTIR) sont des alternatives intéressantes qui faciliteraient l'interprétation des résultats.
3. *L'analyse par spectroscopie Raman*. Dans cette technique les spectres permettent d'obtenir les fréquences des vibrations moléculaires. L'effet Raman repose sur l'échange d'énergie entre la molécule et un rayonnement lumineux intense. Ce type de spectroscopie donne généralement des résultats similaires à ceux de la spectroscopie infrarouge.
4. *L'analyse par spectrométrie thermique (DTA), Différentiel Thermal Analysis*). Cette méthode mesure le changement dans l'énergie de chauffage

prenant place dans une substance en fonction de la température. Cette technique permet de déterminer plusieurs paramètres dont la température de transition vitreuse, le degré de cristallinité ainsi que l'occurrence des liaisons chimiques.

5. *L'analyse par calorimétrie enthalpique différentielle (DSC)*. C'est une technique d'analyse thermique qui consiste à mesurer la différence de température entre un échantillon et une substance de référence soumis à un régime de température identique. Cette technique permet aussi de déterminer le degré de cristallinité et la température de transition vitreuse des composantes chimiques des fibres.

Parmi ces techniques, la spectroscopie des photoélectrons possède un pouvoir puissant pour caractériser les changements chimiques à la surface des fibres. Nous avons utilisé cette technique pour caractériser les changements de la composition chimique à la surface des fibres par le PSS. Les variables étudiées sont le temps et la température du PSS.

#### **2.4.1 Échantillonnage**

Pour étudier les effets de la température et du temps de pressage sur la composition chimique à la surface des fibres, on a choisi 10 échantillons de feuilles de laboratoire formées à partir des PCTM de bouleau (code 2) et d'épinette (code 3). Le tableau 2.9 dresse les conditions du PSS pour chaque échantillon.

Les échantillons 2000 et 3000 sont des feuilles pressées et séchées selon la méthode standard de l'ACPPP (FSTD). Ces échantillons serviront comme références dans l'analyse des résultats. Les échantillons, 2012, 2022, 2032, 3012, 3022 et 3032 permettent d'étudier les effets de la température. Les échantillons 3031, 3032 et 3033 permettent d'étudier les effets du temps de pressage. On a maintenu la pression du PSS constante à 0,75MPa.

**Tableau 2.9** Échantillonnage pour l'analyse de la chimie de surface par spectroscopie des photoélectrons.

Échantillon	Espèce	Température, ° C	Temps, s
2000	Bouleau blanc	25	
2012	Bouleau blanc	105	55
2022	Bouleau blanc	140	40
2032	Bouleau blanc	175	25
3000	Épinette blanche	25	
3012	Épinette blanche	105	60
3022	Épinette blanche	140	45
3031	Épinette blanche	175	40
3032	Épinette blanche	175	30
3033	Épinette blanche	175	20

#### 2.4.2 Principe et appareillage

La spectroscopie des photoélectrons sert à mesurer les énergies de première ionisation des atomes ou des molécules. La figure 2.12 illustre le principe de cette technique. Dans cette illustration, les lignes inférieures intitulés  $E_b$ ,  $E'_b$  et  $E''_b$  représentent les énergies des orbitales. Les lignes supérieures illustrées par  $E_v$ ,  $E'_v$  et  $E''_v$  représentent les énergies d'ionisation (125).

La figure 2.13 montre qu'un des photons du rayon X d'énergie connue  $h\nu$  déplace un électron  $e^-$  d'une orbite. L'équation 2.9 décrit la réaction.



où;

A: peut être un atome, une molécule ou un ion;

$A^{+*}$ : est un ion excité électroniquement avec une charge positive.

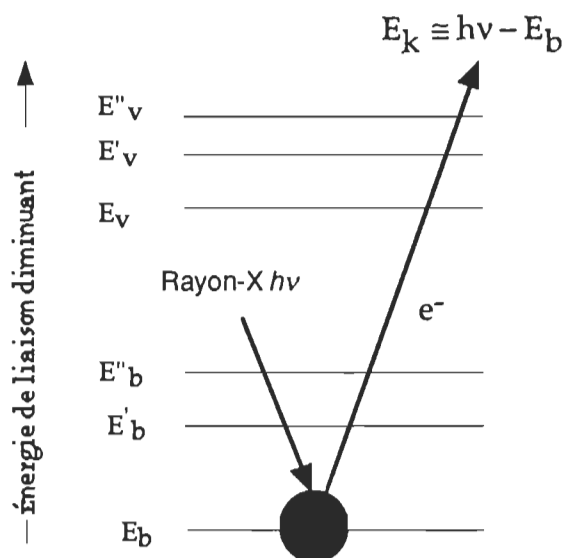
L'énergie cinétique de l'électron émise  $E_k$  est mesurée sur un spectre gradué directement en énergie d'ionisation. L'équation 2.10 permet de calculer l'énergie de liaison de l'électron  $E_b$ .

$$E_b = h\nu - E_k - w \quad [2.10]$$

où;

$h\nu$ : énergie du photon du rayon X, cette énergie est aussi appelée  $E_x$ ,

$w$ : un facteur de correction pour l'environnement électrostatique dans lequel l'électron est formé et mesuré.



**Figure 2.13** Illustration du principe de la spectroscopie des photoélectrons (125).

Dans la présente recherche on a utilisé un spectromètre *ESCALAB MK II* de la compagnie *Vacuum Generators Scientific*. Cet appareil est équipé d'une source de rayon X qui donne des radiations Mg-Al qui ne sont pas parfaitement monochromatiques. Un analyseur électrostatique hémisphérique avec un rayon de 150 mm et travaillant à un mode de passage d'énergie constant (20eV) a permis de mesurer les énergies cinétiques. Dans l'analyse, les échantillons sont montés sur un disque en indium et introduits dans la

chambre d'ionisation. Les mesures ont été réalisées à un niveau de vide maintenu dans l'étendu de  $10^{-8}$  à  $10^{-6}$  Torr.

### *Analyse des spectres de carbone $C_{1s}$*

Dans le cas de l'analyse du spectre  $C_{1s}$ , on a réalisé les synthèses de pics en utilisant 4 ou 5 composantes selon le cas. Le critère dans ce choix est le plus petit nombre de pics avec un facteur de qualité Q considéré acceptable lorsque supérieur à 0,005 (126). Des contraintes sont parfois nécessaires pour garder les pics extrêmes à des largeurs raisonnables. Dans ce cas, on a réalisé les synthèses en faisant une première optimisation à 3 pics (les pics principaux), et en relançant le calcul après avoir ajouté 1 ou 2 composantes extrêmes avec contraintes de  $2 \pm 0,1$  eV en largeur.

Il n'a pas été possible d'obtenir une décomposition similaire pour tous les échantillons; toutefois les différences ne jouent que dans l'introduction ou non de pics extrêmes d'importance mineure, nommés d'ailleurs X et Y. Par exemple, dans le cas de l'échantillon 2032, on n'a observé aucune différence dans le calcul des énergies de liaisons avec ou sans contraintes.

### *Analyse des spectres d'oxygène $O_{1s}$*

On a réalisé la synthèse de tous les spectres d'oxygène de la même manière. Après quelques essais, on injecte trois composantes, on leur impose une largeur égale, et on laisse le programme trouver les positions sans contraintes. On a réalisé la correction en énergie en attribuant à  $C_{1s}$  la valeur de 285 eV, et en répercutant la correction ainsi trouvée sur le spectre de l'oxygène.

#### **2.4.3 Traitement des données**

Par analogie à l'équation 2.10, l'équation 2.11 donne l'énergie cinétique  $E_k$  des électrons quittant la surface d'un échantillon irradié par des photons de rayons X. Ici, on rapporte les

données en énergie de liaison non corrigée et définie par l'équation 2.12. Dans ce cas, l'utilisation d'une énergie référence connue est nécessaire pour obtenir une échelle d'énergie de liaison absolue. On a corrigé les énergies de liaisons en attribuant à  $C_1$  la valeur de 285,0 eV. Ceci fournit une composante  $O_2$  qui se situe entre 533,2 à 533,3 eV, ce qui est exactement la valeur attendue.

$$E_k = E_x - (E_b + E_c + \Phi) \quad [2.11]$$

$$E_b + E_c = E_x - E_k - \Phi \quad [2.12]$$

où;

$E_k$ : énergie cinétique des électrons quittant la surface du solide;

$E_x$ : énergie du photon incident;

$E_b$ : énergie de liaison de l'électron à son niveau original;

$\Phi$ : un facteur de correction qui dépend de la nature du spectromètre;

$E_c$ : énergie perdue pour neutraliser le potentiel associé au chargement de la surface.

On calcule le rapport atomique de deux éléments sur une surface analysée par spectroscopie des photoélectrons à partir du rapport des intensités de leur pics (127). À titre d'exemple, l'équation 2.13 permet de calculer le rapport atomique O/C. En utilisant les valeurs de sections transversales fournies par Scofield (128), le rapport atomique O/C peut s'exprimer selon l'équation 2.14.

$$\frac{O}{C} = \frac{\sigma_C D_C \lambda_C I_O}{\sigma_O D_O \lambda_O I_C} \quad [2.13]$$

$$\frac{O}{C} = \frac{1,00}{2,85} \times \frac{I_{O1s}}{I_{C1s}} \quad [2.14]$$

où;

$\sigma$ : section efficace de photo-ionisation;

$\lambda$ : longueur d'atténuation des photoélectrons, en pratique  $\lambda$  est proportionnelle à  $E_k^{0,75}$  (126);

D: fonction de transmission de l'analyseur;

I: intensité des pics donnée par spectroscopie des photoélectrons.

## 2.5 Structure du papier

Les observations au microscope électronique à balayage permettent d'étudier directement la structure de la feuille. Nous avons utilisé cette technique pour étudier les effets du PPSS sur la structure de la feuille.

On a pris des micrographies au microscope électronique à balayage sur deux échantillons issus de la PCTM de bouleau. Le premier est une feuille pressée et séchée simultanément (FPSS) à une température de 175°C et une pression de 0,75MPa. Le second est une feuille pressée et séchée selon la méthode standard de l'ACPPP (FSTD). Le tableau 2.10 dresse les différents agrandissements utilisés pour chaque échantillon.

## 2.6 Méthodes d'analyse statistique des données

On a utilisé le logiciel SAS pour l'analyse statistique des données. À l'aide des différentes procédures, ce logiciel permet à son utilisateur de planifier ces expériences et de réaliser différents types d'analyses dont l'analyse de régression et de variance.

**Tableau 2.10** Agrandissements par microscopie électronique à balayage pour l'étude de la structure du papier.

Agrandissement	Feuilles Standards (FSTD)	Feuilles PSS (FPSS)
Faible	X75	X75
Moyen	X200	X200
Élevé	X2000	X1200

### **2.6.1 Analyse de variance et comparaisons multiples**

Nous avons utilisé la procédure *GLM* du logiciel *SAS* pour l'analyse de variance. D'autre part, nous avons utilisé le test de Waller-Duncan pour des comparaisons multiples (129-130). C'est un test de comparaisons de moyennes deux à deux qui utilise la statistique de Bayes (129), appelée la plus petite différence significative de Bayes ( $LSD_{\text{Bayes}}$ ). Cette statistique permet d'ajuster la puissance du test en fonction de la valeur de Fisher ( $F$ ) calculée. Ainsi, si  $F$  est supérieure à 4, le test est très puissant. Par contre, si  $F$  est inférieure à 4, il faut être prudent dans l'interprétation des résultats puisque la faible valeur de  $F$  est une indication de la plus faible variation entre les traitements.

### **2.6.2 Modélisation linéaire**

La procédure *REG* du logiciel *SAS* a permis l'obtention des modèles linéaires simples. Cette procédure utilise la méthode des moindres carrés pour ajuster la meilleure ligne droite sur les données d'observation  $XY$  constituant un échantillon (131).

D'autre part, la procédure *STEPWISE* du logiciel *SAS* a permis l'obtention des modèles linéaires multiples. Cette méthode consiste à établir la régression à partir d'une seule variable puis à entrer une à une les autres variables en étudiant l'effet de chaque nouvelle variable sur les variables déjà dans la régression. Cette méthode utilise également la méthode des moindres carrés.

## **2.7 Originalité de la recherche et résultats escomptés**

L'adhésion entre les fibres joue un rôle important dans le développement de la résistance globale du papier. Cependant, le pouvoir adhésif des pâtes à très haut rendement est faible principalement à cause de la rigidité des fibres et de la présence de la lignine à la surface de ces dernières. La rigidité des fibres se traduit par une opposition à l'action du pressage



humide. Par conséquent, la surface liée entre les fibres est faible. Pour sa part, le caractère hydrophobe de la lignine empêche le gonflement et la formation des liaisons hydrogènes.

Nous avons entrepris cette étude pour améliorer l'adhésion des fibres des pâtes à très haut rendement. La révision de la littérature montre que le PSS présente une alternative intéressante. On rapporte généralement les effets de ce procédé en terme de densité apparente des feuilles, des résistances à la traction simple, à l'éclatement et à la déchirure. Cependant, très peu d'études ont traité les effets des variables de ce procédé sur l'adhésion et sur les autres propriétés fondamentales des fibres. Or, se sont ces dernières qui contrôlent la résistance globale du papier. En fait, le PSS pourrait influencer sur l'adhésion, la résistance intrinsèque et la flexibilité des fibres. Par contre, ce procédé n'agit pas sur les propriétés morphologiques de la fibre.

Ainsi, par la présente étude, nous avons voulu étudier les effets du raffinage et du PSS sur l'adhésion et sur les autres propriétés fondamentales des fibres de différents types de pâtes. Pour atteindre cet objectif, nous avons utilisé des dispositifs expérimentaux <sup>33</sup> en différents blocs. L'utilisation d'un tel dispositif expérimental est originale et pourrait nous aider à mieux comprendre le rôle des différents facteurs dans le développement de la résistance des liaisons et les autres propriétés du papier et du carton.

### ***2.7.1 Adhésion des fibres***

Certains chercheurs (13, 103, 120) évoquent la possibilité que le PSS modifie la nature des liaisons entre les fibres. À titre d'exemple, Back (13) suggère que l'augmentation de la température puisse entraîner la création de liaisons covalentes entre les chaînes cellulosiques. Cependant, la démonstration directe de cette affirmation est difficile. Pour vérifier cette hypothèse nous avons utilisé les moyens suivants:

1. La détermination de la résistance spécifique des liaisons ( $R_{SL}$ ). En fait, les liaisons covalentes ont une énergie d'activation de 10 à 100 fois supérieure à

celle des liaisons hydrogènes (tableau 1.2). L'existence de liaisons covalentes se traduira par une importante augmentation de la  $R_{SL}$ .

2. La mesure de la résistance humide des feuilles. Contrairement aux liaisons hydrogènes, les liaisons covalentes sont résistantes à l'eau. Par conséquent, l'existence de ce type de liaisons se traduira par une importante amélioration dans la résistance humide des feuilles.
3. L'analyse de la chimie de surface par spectroscopie photoélectronique. Cette technique permet d'identifier non seulement la composition chimique à la surface des fibres mais aussi le type de liaisons entre les atomes dont les composantes de la matière ligneuse soit, l'oxygène, le carbone et l'hydrogène. Cette technique a montré un potentiel intéressant pour la caractérisation de la chimie de surface des fibres cellulosiques (134-144).
4. L'application de la théorie de la liaison hydrogène de Batten et Nissan (145-147). Selon cette théorie, la variation du module d'élasticité en fonction de la densité d'un matériel dont la liaison hydrogène est le mécanisme de liaisons dominant, tombe sur la même relation.

### ***2.7.2 Résistance intrinsèque de la fibre***

L'application d'un traitement thermo-mécanique sur le papier ou sur la fibre, tel le PSS, peut entraîner un effet significatif sur cette propriété. À titre d'exemple, Seth et al. (120) évoquent la possibilité que le PSS ait une influence négative sur  $R_I$  sans démontrer cette affirmation. Pour leur part, Law et Koran (121) suggèrent que le PSS n'influe pas sur  $R_I$ . En fait, sans un dispositif expérimental adéquat, il est difficile d'étudier les effets des paramètres du PSS sur cette propriété car la variation de cette dernière est relativement

faible. D'autre part, il est possible que les paramètres du PSS agissent d'une façon significative sur  $R_I$  mais dans un sens opposé de telle sorte que la variation totale de cette propriété devient en fin de compte non significative. Par conséquent, l'utilisation d'un dispositif expérimental adéquat permettrait de voir si les différents paramètres du PSS agissent sur  $R_I$ .

### **2.7.3 Flexibilité des fibres**

Les études antérieures sur le PSS s'accordent pour expliquer la variation des propriétés des pâtes par l'effet assouplissant de la température sur les fibres qui deviennent plus flexibles et plus compressibles. Cet effet se traduit par une plus grande surface de contact entre les fibres et par conséquent, une meilleure résistance des liaisons fibre-à-fibre. Cependant, la mesure directe des effets des paramètres du PSS sur la flexibilité des fibres est pratiquement impossible compte tenu que les traitements dans ce procédé sont appliqués après la formation des feuilles. La densité apparente de la feuille fournit une bonne indication de la flexibilité des fibres. En fait, plusieurs études antérieures rapportent que la flexibilité et la compressibilité des fibres sont fortement corrélées à la densité apparente de la feuille (2; 5-6; 9 17; 22; 69; 102). D'autres chercheurs (9; 17; 22) suggèrent de mesurer la résistance à la traction dans la direction Z ( $R_Z$ ) pour obtenir une valeur combinée de la flexibilité et de l'état de surface des fibres des pâtes mécaniques, thermomécaniques (9; 17) et pâtes chimiques (9; 22). Cette affirmation est basée sur le fait que, pour un procédé de mise en pâte donné, la relation entre  $\rho$  et la résistance à la traction dans la direction Z tombe approximativement sur la même courbe. Par conséquent, nous avons utilisé  $\rho$  et la variation de  $R_Z$  en fonction de  $\rho$  pour évaluer les effets des traitements sur la flexibilité des fibres.

#### **2.7.4 Modélisation**

Nous établirons de modèles statistiques caractérisant la variation des différentes propriétés des pâtes en fonction des traitements appliqués. Ces modèles permettraient de mieux évaluer la contribution relative de chacun des facteurs dans le développement des différentes propriétés des pâtes.

Par ailleurs, nous établirons des modèles statistiques qui caractérisent la variation des propriétés mécaniques des pâtes en fonction des propriétés fondamentales des fibres. L'objectif de cet exercice est de mesurer l'importance relative des différentes propriétés fondamentales dans le développement des propriétés mécaniques des pâtes à haut rendement.

## CHAPITRE III

### RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

#### 3.1 Caractéristiques générales des pâtes

Le tableau 3.1 présente les caractéristiques générales des pâtes sur lesquelles nous avons appliqué les traitements, soit, les pâtes à haut rendement (pâtes 1 à 4) et les pâtes chimiques kraft de bouleau (pâtes 5 à 7). On y présente l'indice d'égouttage (CSF), la proportion et la longueur moyenne des fibres de chacune des classes du Bauer-McNett, et la longueur moyenne pondérée ( $\bar{L}$ ) des fibres de chaque pâte en fonction du raffinage.

L'examen du tableau 3.1 montre que le CSF diminue avec le nombre de révolutions dans le PFI pour l'ensemble des pâtes. Ceci est normal puisque ce traitement modifie la surface spécifique des fibres qui est étroitement liée au CSF (5, 6, 132). Le raffinage diminue aussi  $\bar{L}$  à cause de l'augmentation de la proportion des fibres courtes (p100). Cependant, cette diminution est faible comparativement au raffinage industriel. Ceci s'explique par le fait que l'action du PFI agit principalement sur la surface des fibres et non sur sa longueur.

**Tableau 3.1** Caractéristiques générales des pâtes

Pâte	Révolutions dans le PFI	CSF, ml	Fraction des classes du Bauer-McNett, %						Longueur moyenne par classe, mm						$\bar{L}$ , mm
			14	28	48	100	200	<200	14	28	48	100	200	<200	
1	4000	475	22,4	34,5	12,8	7,8	4,0	18,5	2,84	2,23	1,24	0,72	0,42	0,12	1,43
1	12000	295	13,7	28,9	20,4	12,3	6,4	18,3	2,84	2,13	1,25	0,74	0,41	0,12	1,40
1	18000	220	12,5	28,5	20,5	13,5	7,5	17,5	2,82	2,09	1,25	0,69	0,39	0,12	1,35
1	42000	130	12,8	27,5	20,2	13,1	6,9	19,5	2,70	2,10	1,24	0,70	0,38	0,12	1,32
2	0	420	-	9,9	50,5	11,8	7,6	20,2	-	1,83	1,23	0,77	0,45	0,12	1,03
2	4000	336	-	19,0	39,7	19,8	6,7	14,6	-	1,83	1,19	0,78	0,45	0,12	1,02
2	12000	250	-	18,2	36,8	18,6	7,0	19,0	-	1,82	1,17	0,76	0,45	0,12	0,96
2	18000	200	-	15,5	36,5	20,1	5,3	22,6	-	1,78	1,18	0,79	0,46	0,12	0,92
3	0	540	28,0	31,5	15,7	9,3	3,7	11,8	2,84	2,03	1,34	0,74	0,43	0,12	1,75
3	4000	485	29,8	27,7	15,9	9,0	3,6	14,1	2,84	2,10	1,31	0,74	0,46	0,12	1,74
3	12000	400	29,9	27,2	16,9	6,6	3,6	15,9	2,80	2,19	1,28	0,76	0,47	0,12	1,74
3	18000	350	29,7	27,5	13,7	10,9	3,7	14,5	2,75	2,15	1,28	0,74	0,44	0,12	1,70
4	0	405	-	4,6	38,5	33,1	11,2	12,5	-	2,05	1,10	0,75	0,43	0,12	0,83
4	4000	375	-	4,7	40,4	30,2	10,6	14,1	-	1,78	1,10	0,75	0,45	0,12	0,82
4	12000	235	-	5,1	40,1	30,1	11,4	13,2	-	1,74	1,10	0,75	0,45	0,12	0,82
4	18000	125	-	5,2	39,9	29,3	6,8	18,7	-	1,72	1,11	0,73	0,45	0,12	0,80
5	0	620	-	5,6	62,4	28,0	3,0	1,0	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,14
5	1330	390	-	9,0	61,7	24,3	1,9	3,1	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,16
5	4000	280	-	5,7	58,3	27,1	2,9	6,0	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,08
6	0	625	-	19,3	54,4	18,0	3,0	5,3	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,21
6	1330	530	-	14,9	64,8	13,0	2,9	4,4	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,18
6	4000	430	-	15,6	52,2	22,2	3,0	7,0	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,16
7	0	625	-	5,1	60,0	27,6	2,1	5,2	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,09
7	1330	430	-	4,6	61,2	26,2	3,2	4,8	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,08
7	4000	380	-	4,0	59,7	26,4	2,6	7,3	-	1,80	1,24	0,77	0,45	0,16	1,06

Le tableau 3.2 présente les caractéristiques des PCTM d'épinette classées. Ces pâtes sont regroupées en deux catégories; les pâtes à fibres classées (FCL) et les pâtes à proportion de fibres courtes variées (PFCV). On y présente le l'indice d'égouttage, la proportion de chacune des classes du Bauer-McNett et la longueur moyenne pondérée des fibres.

### 3.2 Comparaisons entre les méthodes de mesure de la résistance des liaisons

Le tableau 3.3 montre la variation de la résistance des liaisons en fonction de l'indice d'égouttage (CSF) et de la densité apparente ( $\rho$ ) pour différents types de pâte (pâtes 1 à 11). On y présente cinq différents paramètres soit; la résistance Z ( $R_Z$ ), l'énergie de rupture dans la direction Z ( $W_Z$ ), l'énergie d'arrachage ( $W_A$ ), l'énergie de rupture de Scott ( $W_S$ ) et la résistance spécifique des liaisons ( $R_{SL}$ ) calculée selon l'équation 2.7 à partir de  $R_Z$ .

**Tableau 3.2** Composition et caractéristiques générales des PCTM classées.

Catégorie	Code	Fraction, %					Indice d'égouttage ml	$\bar{L}$ mm
		FL			FC			
		14	28	48	100	<100		
FCL	0	40	40	20	0	0	750	2,07
	14	100	0	0	0	0	750	2,85
	28	0	100	0	0	0	750	2,03
	48	0	0	100	0	0	750	1,34
	100 <sup>3</sup>	0	0	0	70	30	420	0,66
PFCV	20	32	32	16	14	6	540	1,88
	40	24	24	12	28	12	540	1,78
	60	16	16	8	42	18	480	1,22
	80	8	8	4	56	24	450	0,98
	100	0	0	0	70	30	420	0,66

<sup>3</sup>la pâte 100 appartient aux deux catégories FCL et PFCV.

**Tableau 3.3** Indice d'égouttage (CSF), densité ( $\rho$ ), résistance Z ( $R_Z$ ), énergies Z ( $W_Z$ ), d'arrachage ( $W_A$ ), de Scott ( $W_S$ ) et résistance spécifique des liaisons ( $R_{SL}$ ) pour différents types de pâtes.

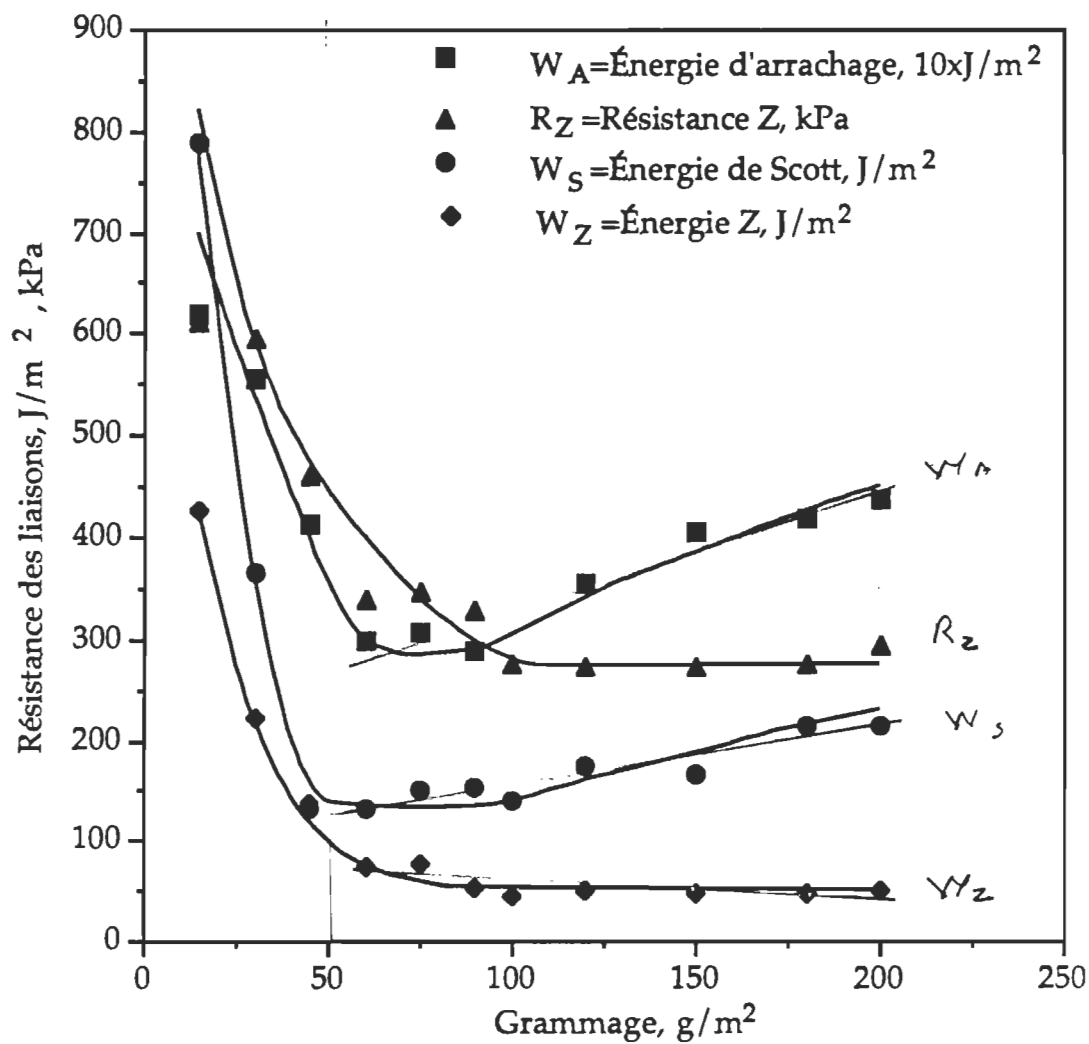
Pâte	CSF, ml	$\rho$ , kg/m <sup>3</sup>	$R_Z$ , kPa	$W_Z$ , J/m <sup>2</sup>	$W_A$ , J/m <sup>2</sup>	$W_S$ , J/m <sup>2</sup>	$R_{SL}$ , kPa
PTM-R (1)	475	231	124	24	42	16	827
	295	237	176	36	53	34	1140
	220	268	238	53	68	62	1370
	130	275	339	75	84	94	1900
PCTM-B (2)	420	503	579	196	66	191	1770
	335	541	607	201	110	-	1730
	250	578	650	-	106	-	1730
	200	609	761	312	112	-	1920
PCTM-E (3)	540	390	284	50	54	67	1120
	485	398	295	53	52	73	1140
	400	446	417	96	57	118	1440
	350	453	435	110	66	116	1480
PCTM-P (4)	405	554	597	212	75	195	1660
	375	581	616	239	86	-	1630
	235	593	648	282	89	-	1680
	125	606	689	285	85	-	1750
PCK-B (5)	620	622	490	-	45	-	1210
	390	676	744	-	77	-	1690
	280	735	744	-	94	-	1550
PCK-B (6)	625	605	484	91	39	76	1230
	530	639	656	167	56	197	1570
	430	688	743	268	67	251	1650
PCK-B (7)	625	565	561	-	51	-	1530
	430	687	741	-	78	-	1440
	380	726	724	-	87	-	1540
PCK-R (8)	675	578	339	91	44	133	903
	500	663	642	263	50	298	1490
	380	674	697	340	67	357	1590
	220	683	710	414	72	406	1600
PCK-R (9)	625	543	381	91	38	194	1080
	540	649	508	270	51	350	1210
	380	711	693	515	-	433	1500
	260	720	720	534	-	451	1540
PCTM-E (10)	660	307	151	28	44	97	757
	530	431	325	53	53	141	1160
	415	429	415	113	69	185	1490
	310	443	449	130	93	215	1560
PCTM-B (11)	545	317	196	38	46	107	952
	415	403	307	72	59	141	1170
	240	441	418	124	70	194	1460
	160	443	426	146	86	212	1480



En terme de précision et répétitivité, les données du tableau 2.6 montrent que l'énergie d'arrachage produit la mesure de résistance des liaisons la plus précise et la plus répétitive. En effet, 2 échantillons seulement sont suffisant pour atteindre 5% de précision. La résistance Z est aussi un paramètre précis et répétitif étant donné que 8 échantillons permettent d'obtenir le même niveau de précision. Par contre, l'énergie de rupture dans la direction Z et de Scott sont moins précises et moins répétitives. En effet, il faut 8 et 10 échantillons, respectivement pour atteindre un niveau de précision de 10%.

L'étude de la variation de la résistance des liaisons en fonction du grammage est un moyen pour comparer la valeur relative de chacune des mesures précédentes. La figure 3.1 montre cette variation pour les différentes mesures. Bien qu'il y ait des similarités entre les tendances des différentes mesures, il y a des différences importantes entre ces mesures surtout pour les papiers à hauts grammages.

Pour chaque mesure, la résistance des liaisons montre des valeurs élevées à bas grammage à cause de l'interférence de l'adhésif. Au fur et à mesure que le grammage augmente, cette interférence diminue comme le montre l'importante diminution des différentes mesures. Selon Skowronski (89) et Andersson (77), le phénomène d'interférence de l'adhésif disparaît à partir des grammages de 40 et 45 g/m<sup>2</sup>, respectivement. Leurs affirmations sont basées sur le fait qu'au-delà de ces valeurs, il y a constance de  $W_A$  et  $R_Z$ . (Figure 1.12d). Par ailleurs, Skowronski (89) a utilisé le microscope électronique à balayage pour montrer que, contrairement aux échantillons à faibles grammages (< 40 g/m<sup>2</sup>), on n'observe pas d'adhésif à la zone d'arrachage des feuilles à des grammages plus élevés ( $\geq$  40 g/m<sup>2</sup>).



**Figure 3.1** Variation de la résistance des liaisons d'une pâte chimique kraft de résineux blanchie et non raffinée (PCK-8) en fonction du grammage.

D'autre part, la figure 3.1 montre que la diminution de  $R_Z$  et  $W_Z$  est suivie par une constance entre 100 et 200  $g/m^2$ . Dans cette plage, les deux mesures sont environ 30% plus faibles que celles des feuilles standards (60  $g/m^2$ ). Cette différence peut être expliquée par l'analogie qui stipule que se sont les liens les plus faibles d'une chaîne qui détermine sa résistance globale. L'augmentation dans la longueur de la chaîne améliore la probabilité de formation de liens plus faibles. Par la même analogie, la probabilité d'obtention de zone de faiblesse dans la direction Z augmente avec l'augmentation du grammage ou de l'épaisseur du papier. En plus, la constance dans  $R_Z$  et  $W_Z$  à hauts grammages suggère que dans les papiers et les cartons à couches multiples, les zones de faiblesse aient la même résistance.

La constance de  $W_Z$  est surprenante. En effet, quand le grammage augmente, la déformation totale et l'énergie de rupture dans la direction Z devraient augmenter. Ce qui n'est pas le cas. La déformation dans la zone de rupture seulement est une explication plausible.

Contrairement à  $R_Z$  et  $W_Z$ , quand le grammage augmente  $W_S$  et  $W_A$  augmentent aussi. L'augmentation de  $W_S$  avec le grammage peut s'expliquer par le nombre plus élevé de ruptures partielles dans la feuille qui consomment de l'énergie sans toutefois causer une rupture complète. Dans le cas de  $W_A$ , cette augmentation s'explique par la dissipation dans le réseau fibreux puisque la feuille change d'une structure mono-couche à multicouche (44). En effet, le mode de rupture dans les tests d'arrachage dépend de l'angle de rupture et de l'épaisseur du papier (133). À des angles de  $90^\circ$  et des papiers fins, on assume que seulement la rupture selon le mode I prend place (43). Par contre, dans le cas des papiers épais et des angles d'arrachage différents de  $90^\circ$ , une composante en cisaillement agit dans le plan de la feuille et contribue dans la rupture du papier. Cette contribution se traduit par une augmentation dans l'énergie de rupture.

L'ensemble des considérations précédentes suggère que le grammage soit un facteur important dans la détermination de la résistance des liaisons du papier et du carton. Dans le cas des tests d'arrachage et de Scott, il est préférable de mesurer cette propriété sur des feuilles standards ( $60 \text{ g/m}^2$ ) pour éviter sa surévaluation. Par contre, les paramètres ( $R_Z$  et  $W_Z$ ) fournis par le test Z sont constants pour des grammages de  $100 \text{ g/m}^2$  et plus. Par conséquent, ce test donne les mesures les plus propices de la résistance des liaisons du papier multicouches et du carton.

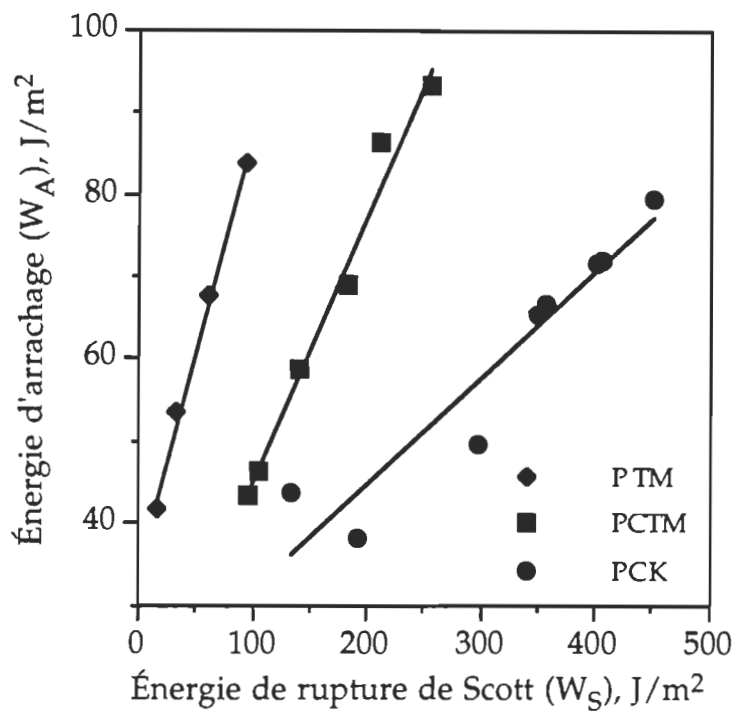
La figure 3.1 montre aussi qu'à un même grammage  $W_S$  est supérieure à  $W_Z$ . Ceci peut être attribué à la nature dynamique du test de Scott et la possibilité de rupture dans la paroi des fibres (44). Pour sa part,  $W_Z$  est supérieure à  $W_A$  à cause de l'énergie consommée dans la rupture des liaisons intra-fibres.

La figure 3.2 montre une comparaison entre  $W_A$  et  $W_S$  pour les PTM, PCTM et les PCK. Il est évident de cette comparaison que les valeurs de  $W_S$  sont supérieures à ceux de  $W_A$ . Ceci s'explique principalement par la nature dynamique du test de Scott et par la possibilité de rupture dans la paroi des fibres dans ce test (44). En plus, cette illustration montre que la relation entre  $W_A$  et  $W_S$  diffère d'un type de pâte à l'autre. En réalité, les fibres des PCK ont une capacité d'adhésion supérieure à celle des PCTM et des PTM. Le test de Scott confirme cette réalité en montrant que les PCK présentent les plus fortes résistances des liaisons, les PTM les plus faibles et les PCTM sont entre les deux. Par contre, le test d'arrachage ne confirme pas cette réalité puisque les PTM ont montré des valeurs de  $W_A$  très élevées à des valeurs de  $W_S$  faibles. À titre d'exemple, à une  $W_S$  de  $100 \text{ J/m}^2$ , les  $W_A$  correspondantes sont de 82, 40 et  $30 \text{ J/m}^2$  pour les PTM, les PCTM et les PCK, respectivement. Les valeurs élevées de  $W_A$  des PTM peuvent être attribuées à la supériorité de l'épaisseur du papier au grammage standard ( $60 \text{ g/m}^2$ ) comparativement à ceux des PCTM et des PCK. Par analogie à la figure 3.1, l'énergie dissipée dans le réseau fibreux des papiers issu des PTM par l'action de la composante en cisaillement n'est plus

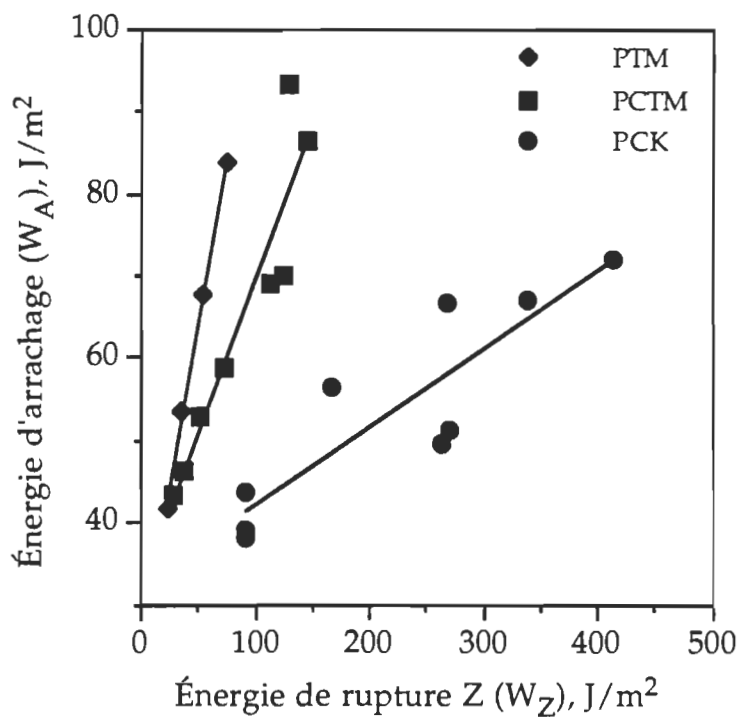
négligeable. La même observation s'applique dans le cas des PCTM qui montrent des  $W_A$  supérieures à celles des PCK.

La figure 3.3 montre une famille de courbes similaire illustrant la relation entre l'énergie de rupture dans la direction Z ( $W_Z$ ) et l'énergie d'arrachage ( $W_A$ ). Par conséquent, les conclusions sont les mêmes. À un même  $W_Z$  (90 J/m<sup>2</sup>), les PTM montrent des  $W_A$  (93 J/m<sup>2</sup>) supérieures à ceux des PCTM (65 J/m<sup>2</sup>) et des PCK (39 J/m<sup>2</sup>), respectivement. Ces variations peuvent être expliquées aussi par le fait que les feuilles des PTM ont une main supérieure à celles des PCTM et des PCK.

La Figure 3.3 montre aussi qu'à une même valeur de  $W_A$ , il y a une différence significative entre les valeurs de  $W_Z$  des trois types de pâtes. À titre d'exemple, une valeur de 70 J/m<sup>2</sup> pour  $W_A$  correspond à des valeurs de 50, 95 et 340 J/m<sup>2</sup> de  $W_Z$  dans le cas des PTM, PCTM et les PCK, respectivement. Ces différences peuvent être attribuées au fait que  $W_Z$  inclue à la fois l'énergie de rupture des liaisons entre et à l'intérieur des fibres. En effet, les fibres des PTM sont rigides et conservent leur formes cylindriques après pressage et séchage. Par conséquent, l'énergie de rupture des liaisons intra-fibres est nulle. Par contre, les fibres flexibles des PCK s'aplatissent par l'action du pressage humide. Quand on applique une charge de traction dans la direction Z, ces fibres ont tendance à s'ouvrir en causant la rupture des liaisons à l'intérieure des fibres. C'est ainsi qu'on obtient des valeurs élevées de  $W_Z$ . D'autre part, la flexibilité des fibres des PCTM occupe une place intermédiaire entre les fibres des PTM et des PCK; elles s'aplatissent partiellement par le pressage humide. Par conséquent, quand on applique une charge dans la direction Z, il y a une certaine quantité d'énergie qui se consomme pour causer la rupture des liaisons à l'intérieur des fibres.



**Figure 3.2** Comparaison entre l'énergie de Scott ( $W_S$ ) et d'arrachage ( $W_A$ ).



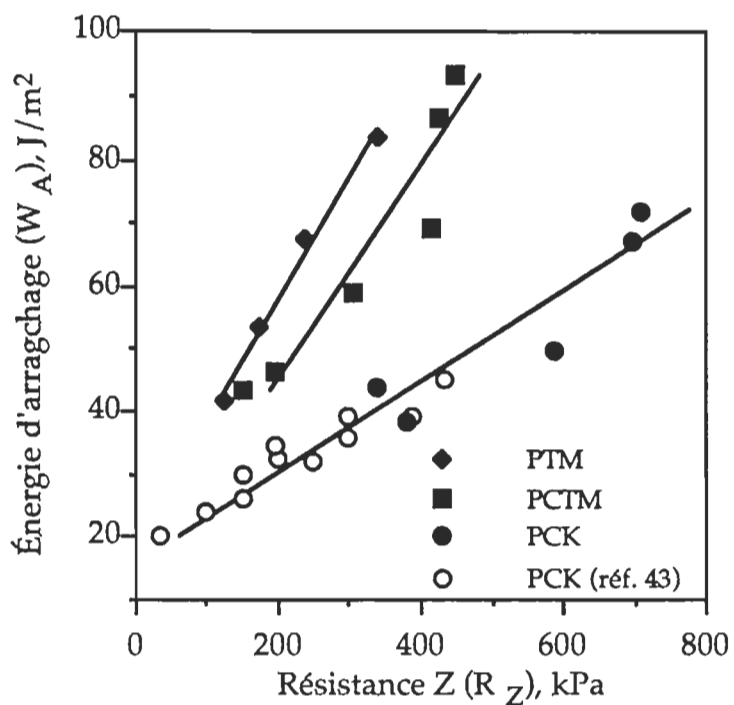
**Figure 3.3** Comparaison entre l'énergie Z ( $W_Z$ ) et d'arrachage ( $W_A$ ).

$W_Z$  inclue l'énergie de rupture des liaisons à l'intérieure des fibres, il est donc intéressant de comparer  $W_A$  à  $R_Z$ . On montre cette comparaison à la figure 3.4 ou on a obtenu une famille de courbes similaires. Ceci solidifie les conclusions tirées des figures 3.1 et 3.2 et qui stipule que  $W_A$  incluait une quantité d'énergie dissipée dans le réseau fibreux. Il faut noter que dans le cas des PCK, les données de Stratton (43) pour des PCK de résineux tombent sur la même ligne que les données de la présente étude.

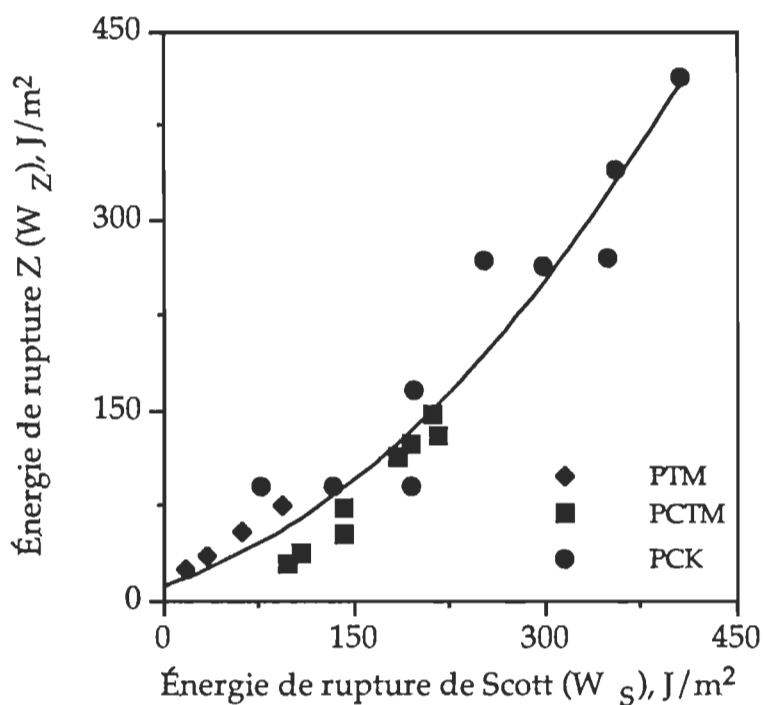
Contrairement aux figures 3.2-3.4, les différents types de pâtes ont tendances à tomber sur les mêmes relations quand on trace  $W_Z$  et  $R_Z$  en fonction de  $W_S$  (figures 3.5 et 3.6). En terme d'énergie de rupture (figure 3.5),  $W_S$  est légèrement supérieure à  $W_Z$ . Ceci s'attribue à la nature dynamique du test de Scott et de la possibilité de rupture dans la paroi des fibres au cours de la réalisation de ce test (44).

L'ensemble des considérations précédentes suggère que les mesures d'énergie de rupture par unité de surface incluent celle de rupture des liaisons fibre-à-fibre et d'autres énergies. La valeur de  $W_Z$  inclue l'énergie consommée pour la rupture des liaisons à l'intérieur des fibres, ceci est évident dans le cas des pâtes chimiques kraft. D'autre part, la valeur de  $W_A$  peut inclure une quantité d'énergie dissipée dans le réseau fibreux à cause de l'action de la composante en cisaillement surtout dans le cas des feuilles épaisses. De la même façon, la nature dynamique du test et la rupture dans la paroi des fibres durant la réalisation de ce test ont tendance à surévaluer  $W_S$ .

En tenant compte de ces considérations, de la précision et de la reproductibilité (tableau 2.6) de ces mesures, on a exclu  $W_S$  et  $W_Z$ . En effet, les précisions de ces mesures sont faibles et elles tendent à surévaluer la résistance des liaisons fibre-à-fibre.

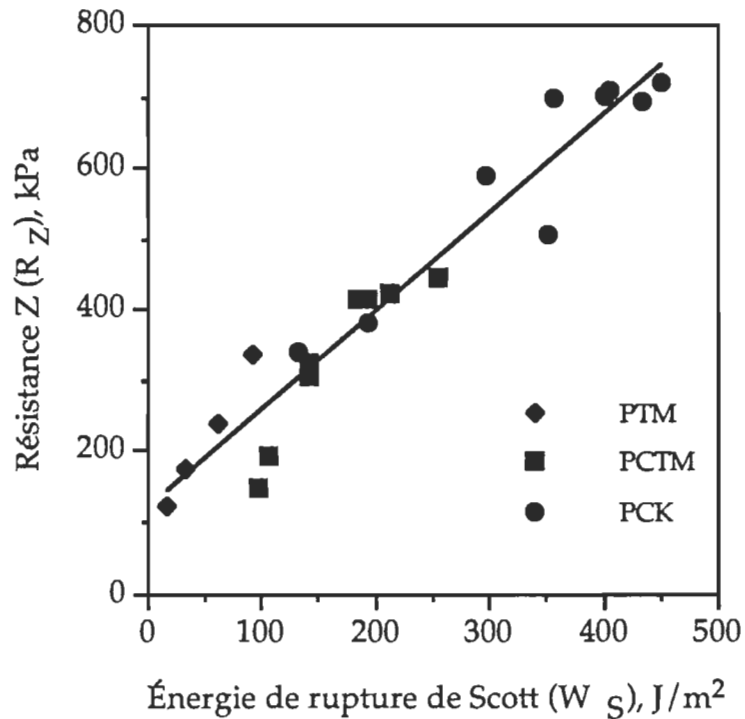


**Figure 3.4** Comparaison entre la résistance Z ( $R_Z$ ) et l'énergie d'arrachage ( $W_A$ ).



**Figure 3.5** Comparaison entre les énergies de Scott ( $W_S$ ) et Z ( $W_Z$ ).





**Figure 3.6** Comparaison entre l'énergie de Scott et la résistance Z

D'autre part,  $W_A$  est une mesure précise et répétitive puisque 2 échantillons fournissent une précision de 5%. Par conséquent, nous recommandons cette mesure pour déterminer la résistance des liaisons des papiers fins seulement. Par ailleurs,  $R_Z$  est une mesure précise et répétitive que nous recommandons. L'épaisseur de la feuille et le type de pâte n'influencent pas cette mesure.

### 3.3 Variables influentes sur la résistance des liaisons

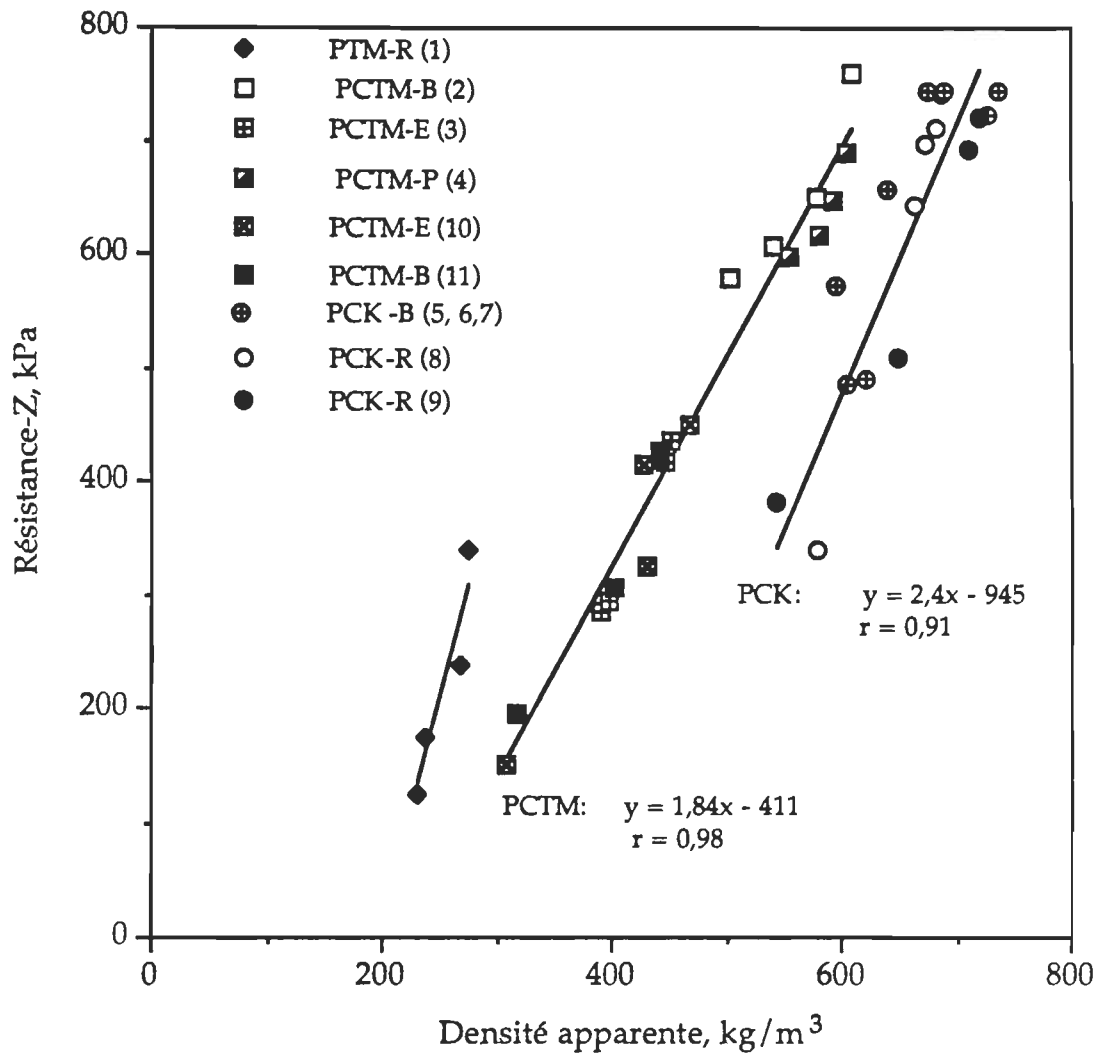
#### 3.3.1 Procédé de mise en pâte

La variation de la résistance des liaisons en fonction de la densité apparente est une relation fondamentale qui permet de comparer la capacité des différents types de pâtes à développer des liaisons dans le papier. Une augmentation de la densité de la feuille par raffinage ou par pressage humide correspond à une augmentation dans la résistance des liaisons. La figure 3.7 est en accord avec cette affirmation en montrant que la résistance Z augmente

avec la densité de la feuille. Cependant, cette relation diffère d'un type de pâte à l'autre. Il est évident de cette illustration que les densités des PCK sont les plus élevées, celles des PTM sont les plus faibles alors que celles des PCTM se situent entre les deux. La variation dans la flexibilité des fibres des différents types de pâtes explique ces différences. En effet, les fibres des PCK sont plus flexibles que celles des PCTM, qui à leur tour sont plus flexibles que celles des PTM.

D'autre part, la figure 3.7 montre que les PTM donnent la même résistance des liaisons (i.e. 325 kPa) à une densité plus faible ( $280 \text{ kg/m}^3$ ) que les PCTM ( $400 \text{ kg/m}^3$ ) et les PCK ( $530 \text{ kg/m}^3$ ). Ceci s'explique par le fait que la défibrage mécanique provoque des fibrillations importantes à la surface des fibres ce qui augmente d'une façon considérable la résistance spécifique des liaisons. À titre d'exemple, pour une même résistance  $Z$  (325 kPa), les PTM ont une  $R_{SL}$  supérieure (1775 kPa) à celle des PCTM (1243 kPa) et PCK (940 kPa). Pour ces dernières (PCK), les valeurs de  $R_{SL}$  trouvées dans cette étude (tableau 3.3) sont du même ordre de grandeur que celles rapportées par Hieta et al. (85).

La figure 3.7 montre que la relation entre  $\rho$  et  $R_Z$  pour les PCTM suit le même modèle de variation linéaire ( $y = -411 + 1,84x$ ) avec un coefficient de corrélation élevé ( $r = 0,98$ ) et un coefficient de variation acceptable ( $cv = 12,5\%$ ). Il est de même pour l'ensemble des PCK où la variation de  $R_Z$  avec  $\rho$  est linéaire ( $y = -945 + 2,4x$ ) avec un coefficient de corrélation élevé ( $r = 0,91$ ). Ceci montre la forte relation entre ces deux paramètres et la possibilité de prédiction de la résistance des liaisons pour un type de pâte donné à partir de la densité. Cependant, cette prédiction n'est possible qu'en absence d'additifs chimiques et sous des conditions de pressage et séchage identiques à ceux utilisées dans la présente étude. En effet, on rapporte que contrairement à  $R_Z$ ,  $\rho$  n'est pas sensible aux additifs chimiques (43; 78). En plus, la densification par raffinage et pressage humide agissent différemment sur la relation  $\rho/R_Z$  (43).

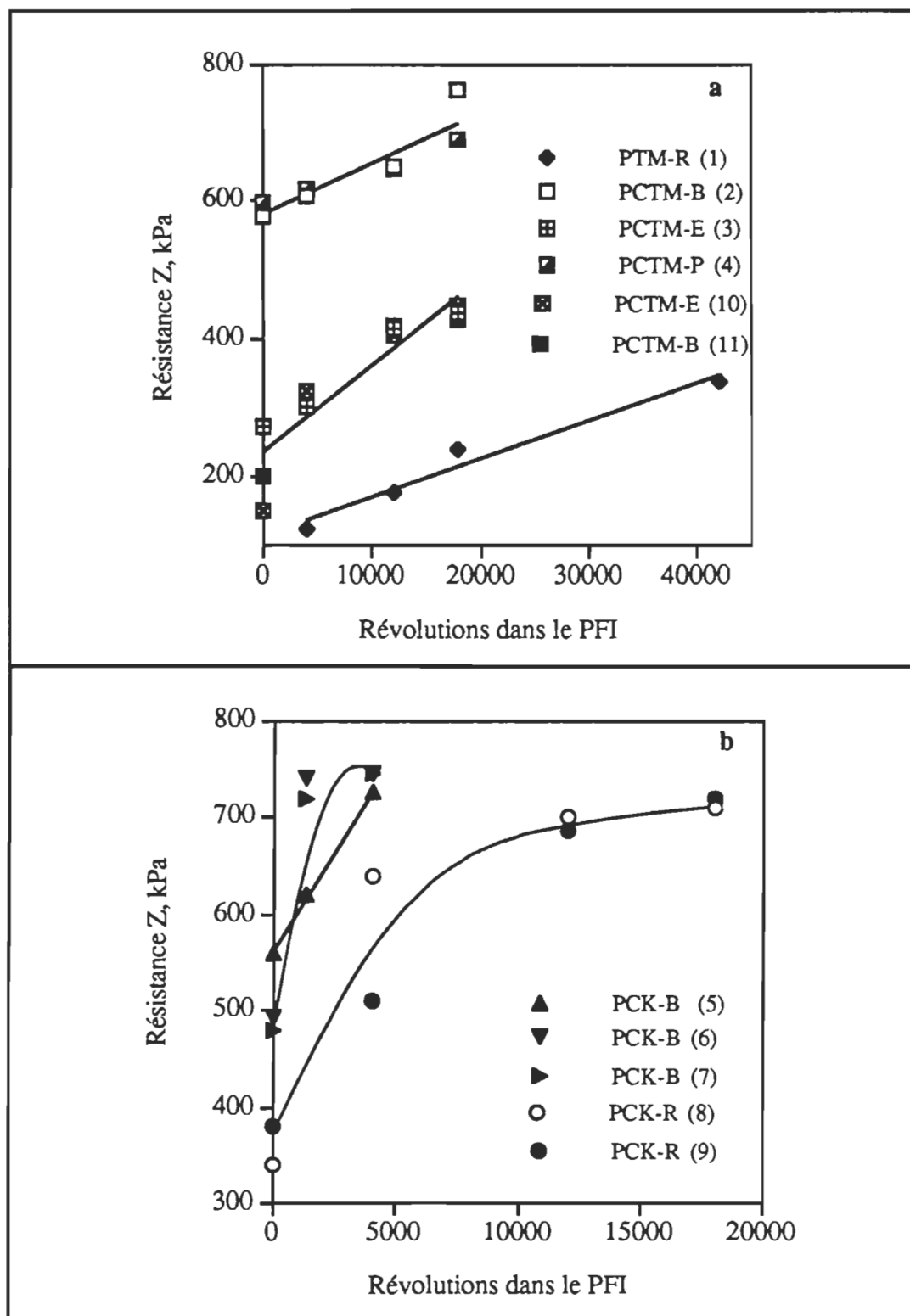


**Figure 3.7** Variation de la résistance des liaisons en fonction de la densité apparente (les chiffres entre parenthèses indiquent le code attribué à chaque pâte au tableau 2.1).

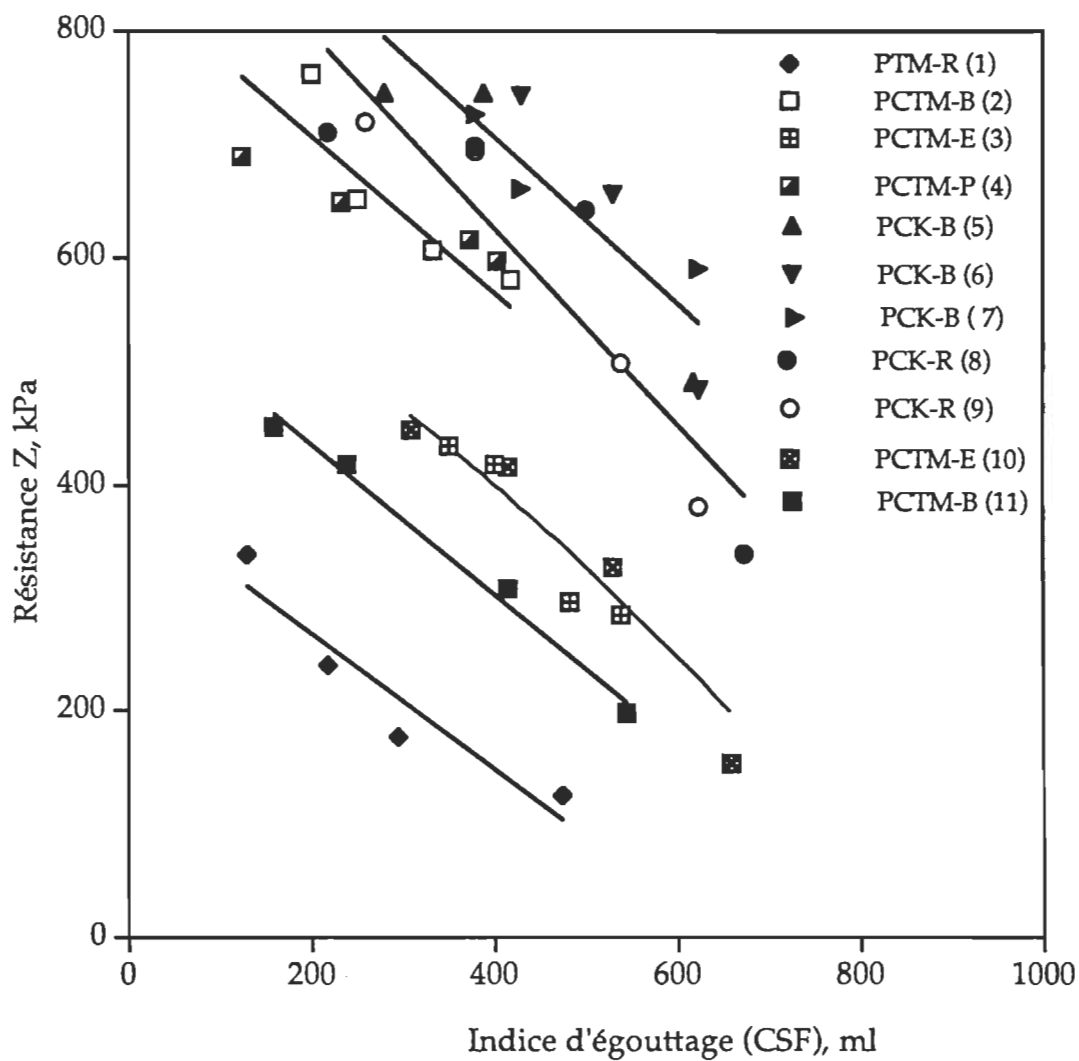
### 3.3.2 Raffinage

Le raffinage entraîne une modification de l'état de surface des fibres qui se traduit par une fibrillation, une production de fines, une delamination et une activation des fibres (5-7; 35; 60-65). L'ensemble de ces modifications se traduit par une augmentation de la surface spécifique (5-6; 105) et de la flexibilité des fibres (59; 69; 151). Ces changements entraînent des améliorations à la surface de contact entre les fibres et à la résistance des liaisons fibre-à-fibre. Les données de la figure 3.8 supportent cette affirmation en montrant que  $R_z$  augmente quand les pâtes subissent un raffinage plus long. Cependant, la réponse de  $R_z$  à ce traitement varie d'une pâte à l'autre et d'un procédé de mise en pâte à l'autre. Les données de cette illustration (figure 3.8) montrent que la pente de variation de  $R_z$  de la PTM en fonction du raffinage est inférieure à celles des PCTM qui à leur tour sont inférieures à celles des PCK. Ces variations s'expliquent par les différences dans la rigidité des fibres de ces pâtes. À titre d'exemple, les fibres des PTM sont plus rigides que celles des PCTM et des PCK (161), respectivement. Par conséquent, elles ont besoin d'un raffinage plus long pour atteindre une résistance des liaisons élevée.

L'indice d'égouttage (CSF) est une propriété fondamentale couramment utilisée pour caractériser le développement des propriétés des pâtes par le raffinage. Au fur et à mesure que le raffinage avance, l'état de surface des fibres change, le contenu en fines augmente, et le CSF diminue. La figure 3.9 montre que cette diminution entraîne une croissance linéaire de  $R_z$  pour l'ensemble des pâtes. L'examen de ces relations suggère que les fibres des PCK aient une meilleure capacité d'adhésion que les fibres des PCTM et des PTM. À titre d'exemple à un même indice d'égouttage (400 ml), les PCK possèdent des  $R_z$  supérieures (620 à 750 kPa) à celles des PCTM (320 à 580 kPa) et des PTM (190 kPa).



**Figure 3.8** Effet du raffinage sur la résistance Z:  
 a) Pâtes à haut rendement;  
 b) Pâtes chimiques kraft.



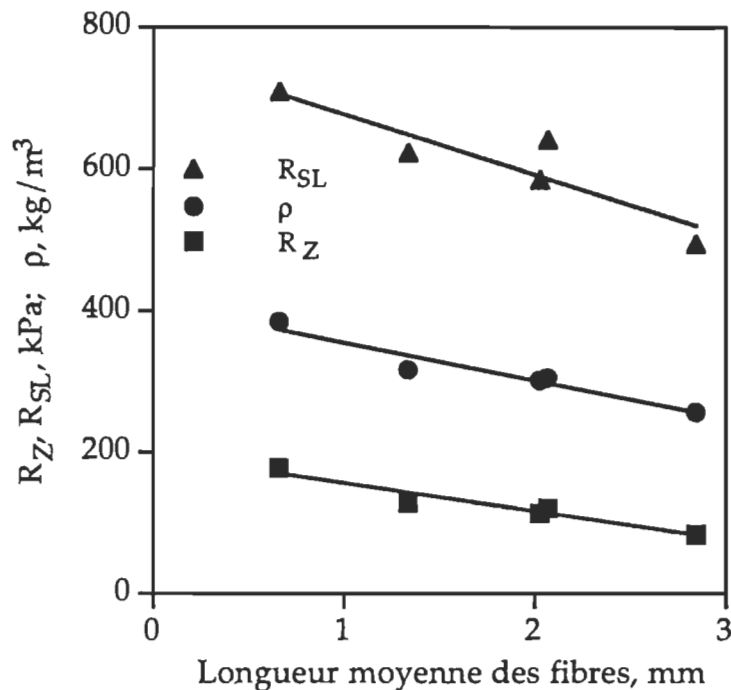
**Figure 3.9** Variation de la résistance Z ( $R_Z$ ) en fonction de l'indice d'égouttage (CSF) des pâtes.

D'autre part, la figure 3.9 montre que contrairement à la relation  $\rho/R_Z$ , la relation CSF/ $R_Z$  diffère d'une pâte à l'autre à l'intérieure d'un même procédé de mise en pâte. Ceci montre que le CSF ne constitue pas une mesure adéquate pour caractériser la capacité d'adhésion des fibres et peut conduire à des fausses interprétations.

### 3.3.3 Longueur moyenne des fibres

Quand les caractéristiques physico-chimiques des fibres d'un type de pâte donnée sont constantes, la diminution de la longueur moyenne des fibres augmente la probabilité de contact entre elles. La surface liée et la résistance des liaisons sont alors plus élevées. La figure 3.10 supporte cette affirmation en montrant que  $\rho$  et  $R_Z$  augmentent avec la diminution de la longueur moyenne des fibres des PCTM classées. Il convient de mentionner que ces pâtes sont issues de la même PCTM et ont subi les mêmes traitements de mise en pâte et de blanchiment. Par conséquent, ils possèdent les mêmes caractéristiques dont, l'état de surface et la composition chimique des fibres.

Les données de la figure 3.9 montrent également qu'à un même indice d'égouttage, les pâtes ayant des caractéristiques semblables développent une meilleure résistance des liaisons quand leurs fibres sont plus courtes. À titre d'exemple, à un même indice d'égouttage (i.e. 400 ml) les PCTM blanchies de bouleau blanc (pâte #2) et de peuplier tremble (pâte #4) montrent une meilleure  $R_Z$  (590 kPa) que celles d'épinette blanche (410 kPa), soit les pâtes 3 et 10. Cependant, la PCTM de bouleau (pâte 11) fait exception à la règle et montre une  $R_Z$  faible (310 kPa) au même CSF (410 ml). Ceci s'explique par le fait que cette pâte possède des caractéristiques physico-chimiques différentes. En fait, cette pâte n'a pas subi un traitement de blanchiment et par conséquent, la surface de ses fibres est riche en lignine. Cette dernière rend la fibre plus rigide et empêche la formation des liaisons hydrogène par son caractère hydrophobe (5-6).



**Figure 3.10** Effet de la longueur moyenne des fibres sur  $\rho$ ,  $R_Z$  et  $R_{SL}$  des PCTM d'épinette classées.

Dans le cas des PCK non blanchies, la figure 3.9 montre que les pâtes issues du bouleau blanc développent une meilleure  $R_Z$  que celles issues du bois résineux quand l'indice d'égouttage est constant. À titre d'exemple, à un CSF de 400 ml, les PCK de bouleau possèdent une  $R_Z$  de 750 kPa comparativement à 625 kPa pour les PCK de résineux.

D'autre part, les données de la figure 3.10 suggèrent que la  $R_{SL}$  augmente avec la diminution de la longueur moyenne des fibres. Ce résultat est surprenant surtout qu'il n'y a pas de différence au niveau de la chimie de surface des fibres de ces pâtes puisqu'elles proviennent de la même PCTM. Parmi les hypothèses qui pourraient expliquer la meilleure  $R_{SL}$  des fibres courtes, il y a leur meilleure valeur de rétention (VRE) de l'eau qui agit comme un plastifiant et un agent mouillant améliorant ainsi leur surface spécifique et par conséquent, la  $R_{SL}$  (5-6; 148-149). En fait, Cho et Nakano (74) ont montré que les fines possèdent une VRE plus élevée que celles des pâtes entières. Ces dernières ont une VRE plus élevée que celles des pâtes classées (sans fines). De la même façon, Paavilainen (150)



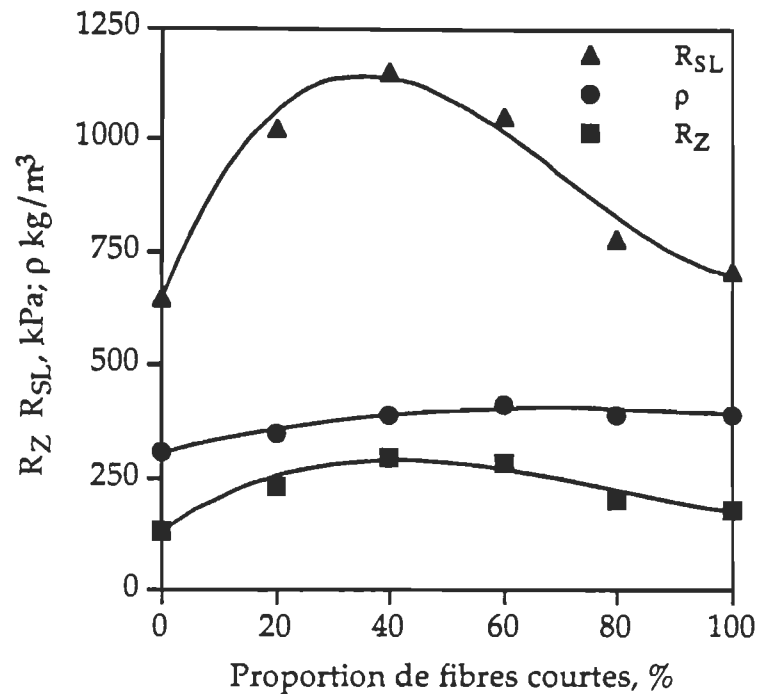
a rapporté que la VRE des PCK est plus faible pour les pâtes classées que pour les pâtes entières à différents niveaux de raffinage.

Dans ce même ordre d'idée, les données du tableau 3.3 montrent qu'à un CSF du même ordre de grandeur ( $410 \pm 10$  ml), les PCTM de bouleau blanc (pâte 2) et de peuplier tremble (pâte 4) blanchies, montrent de meilleures  $R_{SL}$  (1770 et 1660 kPa) que celles des PCTM d'épinette blanchies (pâtes 3,  $R_{SL} = 1440$  kPa; et 10,  $R_{SL} = 1460$  kPa). De la même façon, les PCK non blanchies de bouleau (pâtes 5 à 7) ont des  $R_{SL}$  (1210-1600) supérieures à celles des PCK non blanchies de résineux (pâte 9,  $R_{SL} = 1080$  kPa).

Par ailleurs, la longueur moyenne des fibres n'est pas le seul paramètre qui contrôle la résistance des liaisons, la distribution des fibres joue également un rôle important. Pour un type de pâte donné, les fibres courtes et les fines permettent d'augmenter la surface liée entre les fibres alors que les fibres longues aident à redistribuer les concentrations de force de points faibles dans le réseau fibreux et ainsi, à augmenter la résistance de rupture (2; 5-6; 72-74). La figure 3.11 supporte cette affirmation en montrant que  $R_Z$  et  $R_{SL}$  sont maximales à 40% de proportion des fibres courtes. Au-delà de cette proportion, les zones de faiblesse augmentent dans le réseau fibreux ce qui explique les diminutions de  $R_Z$  et de  $R_{SL}$ . D'autre part,  $\rho$  tend à plafonner à une proportion de fibres courtes d'environ 60% indiquant que les feuilles ont atteint un maximum de densification.

### **3.4 Effets des traitements sur les propriétés des pâtes**

Les résultats bruts des effets des traitements sur les propriétés physiques, mécaniques et optiques sont consignés dans l'annexe II du présent travail. On y présente toutes les valeurs en fonction des traitements appliqués sur chaque pâte.



**Figure 3.11** Effet de la proportion des fibres courtes sur  $\rho$ ,  $R_Z$  et  $R_{SL}$  des PCTM d'épinette classées.

L'analyse de variance (*ANOVA*) permet d'étudier les effets des différents traitements appliqués et de quantifier la variation due à ces derniers, au type de pâte et aux différentes interactions. Les tableaux 3.4 et 3.5 résument les résultats des *ANOVA* pour les propriétés des pâtes à haut rendement (PHR) et les pâtes chimiques kraft (PCK), respectivement. On y présente les statistiques suivantes:

1. Le degré de liberté (d.d.l.) associé à chaque source de variation.
2. Les statistiques de Fisher (F) du modèle et des différentes sources de variation.
3. Les moyennes des carrés (MC) du modèle et de l'erreur.
4. La somme des carrés (SC) totale.
5. Le coefficient de régression du modèle ( $r$ ).
6. Le coefficient de variation (CV).

**Tableau 3.4** Analyses des variances des effets des traitements sur les propriétés physiques mécaniques et optiques des PTM et PCTM (dispositif expérimental 1).

Source de variation	d.d.l.	Statis- tique	Propriétés physiques et mécaniques									Propriétés optiques			
			$\rho$	R <sub>I</sub>	R <sub>Z</sub>	W <sub>A</sub>	R <sub>SL</sub>	L <sub>R</sub>	M <sub>E</sub>	L <sub>Rh</sub>	I <sub>D</sub>	I <sub>E</sub>	B <sub>L</sub>	Op	C <sub>DL</sub>
Modèle	29	MC	61700	11,1	81670	2079	31200	11,2	7x10 <sup>6</sup>	4230	1,46	4,81	451	283	73,0
		F <sup>1</sup>	97,7*	36,9*	39,6*	36,6*	n.s.	37,2*	63,1*	4,51*	9,5*	119*	125*	82,1*	10,9*
Erreur	78	MC	631	0,30	2060	56,7	34600	0,30	10700	937	0,15	0,04	3,6	6,7	6,7
Total	107	SC	18x10 <sup>5</sup>	346	81700	64700	3x10 <sup>6</sup>	347	2x10 <sup>8</sup>	196000	54,5	143	13400	8490	2640
B	3	F	897*	345*	358*	320*	4,9*	322*	585*	7,8*	58,9*	1100*	1182*	774*	87,4*
R	2	F	33,2*	n.s.	24,7*	21,7*	n.s.	29,3*	9,5*	19,6*	6,2*	52,4*	5,3*	11,2*	9,0*
T	2	F	17,8*	n.s.	11,9*	10,2*	n.s.	14,1*	10,3*	27,8*	31,2*	6,6*	16,9*	n.s.	6,3*
P	2	F	1,47*	8,5*	6,0*	7,4*	n.s.	4,0*	n.s.	3,08*	7,6*	13,0*	6,5*	9,7*	7,6*
RxT	4	F	n.s.	n.s.	n.s.	3,1*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
RxP	4	F	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
TxP	4	F	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	3,2*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	2,8*	n.s.
RxTxP	8	F	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
Coef. de corrélation, r			0,99	0,97	0,97	0,96	0,53	0,97	0,98	0,79	0,88	0,99	0,99	0,98	0,89
Coef. de variation, CV, %			4,4	4,6	7,6	7,8	11,5	9,0	9,4	25,0	7,8	5,7	2,9	2,6	11,1

l\*: significatif au niveau de 95% de probabilité.

n.s. non significatif au niveau de 95% de probabilité.

**Tableau 3.5 Analyses des variances des effets des traitements sur les propriétés physiques et mécaniques des pâtes chimiques (dispositif expérimental 2).**

Source de variation	d.d.l.	Statis- tique	Propriétés physiques et mécaniques									
			$\rho$	R <sub>I</sub>	R <sub>Z</sub>	W <sub>A</sub>	R <sub>SL</sub>	L <sub>R</sub>	M <sub>E</sub>	L <sub>Rh</sub>	I <sub>D</sub>	I <sub>E</sub>
Modèle	20	MC	2000	0,42	3680	440	7160	1,53	918000	1970	0,95	1,6
		F	4,2*	4,4*	7,4*	17,2*	n.s.	10,6*	8,3*	4,9*	31,6*	7,9*
Erreur	6	MC	479	0,09	496	25,7	4470	0,14	111000	401	0,03	0,2
Total	26	SC	42800	8,9	76600	8960	170000	31,4	19x10 <sup>6</sup>	41700	19,2	33,5
B	3	F	n.s.	n.s.	7,7*	24,3*	n.s.	14,3*	n.s.	n.s.	86,6*	16,4*
R	2	F	13,9*	23,1*	34,4*	80,0*	n.s.	26,2*	n.s.	23,5*	12,6*	44,2*
T	2	F	5,9*	n.s.	13,3*	13,5*	n.s.	n.s.	29,0*	5,7*	79,1*	n.s.
P	2	F	8,6*	5,4*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	6,7*	n.s.
RxT	4	F	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	4,6*	6,5*	0,4*	18,7*	n.s.
RxP	4	F	n.s.	n.s.	n.s.	6,3*	n.s.	6,4*	5,1*	0,1*	n.s.	n.s.
TxP	4	F	n.s.	n.s.	n.s.	5,2*	n.s.	8,8*	6,5*	2,3*	13,2*	n.s.
Coef. de corrélation, r			0,97	0,97	0,98	0,99	0,92	0,99	0,98	0,97	0,99	0,98
Coef. de variation, CV, %			3,1	2,3	3,2	6,3	4,4	5,8	6,5	12,3	2,5	11,1

L'*ANOVA* du premier dispositif expérimental (tableau 3.4) montre que les valeurs de *F* associées aux blocs sont très élevées. Ceci suggère que la plus grande source de variation soit les blocs. Cette variation s'explique par les différences dans les propriétés morphologiques, physiques et chimiques des PHR. Dans le cas du dispositif expérimental des PCK, même si les pâtes sont issues de la même essence et possèdent une plage de rendement relativement faible, la variation entre les blocs est significative pour la plupart des propriétés (tableau 3.5). Cependant, les valeurs de *F* sont relativement faibles comparativement à celle des PHR.

Les tableaux 3.4 et 3.5 montrent aussi que les traitements R, T et P ont des effets significatifs sur la majorité des propriétés des PHR et des PCK. Les effets des interactions doubles (RxT, RxP, TxP) et triple (RxTxP) sur les propriétés des PHR sont rarement significatifs. Par contre, les effets des interactions doubles sur les propriétés des PCK sont parfois significatives.

Compte tenu que les blocs sont la plus grande source de variation des propriétés des PHR (tableau 3.4), il est très probable que la réponse aux traitements diffère d'un bloc à l'autre. De plus, les effets des interactions entre les traitements peuvent être significatifs à l'intérieur des blocs. Par conséquent, nous avons entrepris des *ANOVA* pour étudier les effets des traitements et des interactions sur les propriétés à l'intérieur des blocs. Cette étude permet aussi de prédire les propriétés de chaque pâte en fonction des traitements appliqués. Dans le cas des PCK, compte tenu que la variation entre les blocs est relativement faible, nous avons entrepris la même analyse en confondant les blocs avec le terme de l'erreur.

Nous avons divisé les effets des traitements et des interactions en différentes composantes selon leur degré de liberté. À titre d'exemple, les traitements dont le degré de liberté est 2

peuvent être divisé en deux composantes; linéaire et quadratique. De la même façon, les interactions doubles dont le degré de liberté est 4 peuvent être divisées en 4 composantes.

Les tableaux 3.6-3.10 résument les résultats de ces analyses. On y présente les coefficients de régression ( $\beta_i$ ) des modèles linéaires pour la prédiction des propriétés physiques et mécaniques des différentes pâtes à partir des traitements et des interactions. On y présente également les coefficients de corrélation ( $r$ ) et de variation (CV). L'équation 3.1 donne la forme générale des modèles obtenus. Dans ces modèles, les traitements R, T et P sont en valeurs absolues.

$$PR = \beta_0 + \beta_1R_1 + \beta_2R_q + \beta_3T_1 + \beta_4T_q + \beta_5P_1 + \beta_6P_q + \beta_7R_1 \times T_1 + \beta_8R_1 \times P_1 + \beta_9T_1 \times P_1 \quad [3.1]$$

où;

PR: propriété mécanique ou physique;

$\beta_i$ : coefficients estimés par l'analyse de régression;

$R_1, T_1$  et  $P_1$ : effet linéaire des facteurs raffinage (R), température (T) et pression (P);

$R_q, T_q$  et  $P_q$ : effet quadratique des facteurs R, T et P;

$R_1 \times T_1$ : interaction entre les effets linéaires de R et T;

$R_1 \times P_1$ : interaction entre les effets linéaires de R et P;

$T_1 \times P_1$ : interaction entre les effets linéaires de T et P.

Il convient de mentionner que les interactions entre les effets linéaires et quadratiques (i.e.  $R_1 \times T_q, R_q \times T_1$ ) et celles entre les effets quadratiques (i.e.  $R_q \times T_q, T_q \times P_q$ ) ne sont pas significatives pour l'ensemble des propriétés. On a confondu ces interactions et les interactions triples (i.e.  $R_1 \times T_1 \times P_1$ ) avec le terme d'erreur. Par ailleurs, nous présentons dans l'annexe III (Section A3.3) les illustrations entre les valeurs expérimentales et prédites selon les modèles obtenus.

**Tableau 3.6**

**Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PTM de résineux.**

Source de variation	Coef.	Propriétés									
		R <sub>Z</sub>	W <sub>A</sub>	R <sub>SL</sub>	R <sub>I</sub>	ρ	L <sub>R</sub>	I <sub>E</sub>	I <sub>D</sub>	M <sub>E</sub>	L <sub>Rh</sub>
Intercept	β <sub>0</sub>	-372 (68) <sup>1</sup>	88,5 (44,9)	0	5,52 (0,82)	0	-2,55 (0,57)	-2,13 (0,52)	7,99 (0,47)	0	554 (123)
R <sub>I</sub>	β <sub>1</sub>	3,8x10 <sup>-2</sup> (0,5x10 <sup>-2</sup> )	9,9x10 <sup>-3</sup> (1,7x10 <sup>-3</sup> )	0,22 (0,03)	2,8x10 <sup>-4</sup> (0,6x10 <sup>-4</sup> )	1,4x10 <sup>-2</sup> (0,3x10 <sup>-2</sup> )	2,9x10 <sup>-4</sup> (0,4x10 <sup>-4</sup> )	1,9x10 <sup>-4</sup> (0,2x10 <sup>-4</sup> )	-6,8x10 <sup>-5</sup> (1,5x10 <sup>-5</sup> )	0,16 (0,05)	-1,7x10 <sup>-2</sup> (0,4x10 <sup>-2</sup> )
R <sub>q</sub>	β <sub>2</sub>	n.s.	-2,6x10 <sup>-7</sup> (0,6x10 <sup>-7</sup> )	-3,6x10 <sup>-6</sup> (1,0x10 <sup>-6</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	-0,2x10 <sup>-8</sup>	n.s.		3,0x10 <sup>-7</sup> (2,0x10 <sup>-7</sup> )
T <sub>I</sub>	β <sub>3</sub>	4,14 (0,47)	-1,29 (0,64)	n.s.	1,6x10 <sup>-2</sup> (0,5x10 <sup>-2</sup> )	1,68 (0,27)	2,7x10 <sup>-2</sup> (0,4x10 <sup>-2</sup> )	3,0x10 <sup>-2</sup> (0,7x10 <sup>-2</sup> )	-1,3x10 <sup>-2</sup> (0,3x10 <sup>-2</sup> )	74,3 (26,4)	-7,1 (1,7)
T <sub>q</sub>	β <sub>4</sub>	n.s.	6,1x10 <sup>-3</sup> (2,2x10 <sup>-3</sup> )	5x10 <sup>-2</sup> (0,6x10 <sup>-2</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	-6,7x10 <sup>-5</sup> (0,3x10 <sup>-5</sup> )	n.s.	-0,185 (0,09)	2,3x10 <sup>-2</sup> (0,6x10 <sup>-2</sup> )
P <sub>I</sub>	β <sub>5</sub>	26,3 (12,8)	n.s.	n.s.	n.s.	25,0 (7,4)	0,4 (0,1)	0,15 (0,03)	n.s.	n.s.	-75,7 (36,6)
P <sub>q</sub>	β <sub>6</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xT <sub>I</sub>	β <sub>7</sub>	-1,9x10 <sup>-4</sup> (0,3x10 <sup>-4</sup> )	-2,1x10 <sup>-4</sup> (0,8x10 <sup>-4</sup> )	-8,5x10 <sup>-4</sup> (1,4x10 <sup>-4</sup> )	1,4x10 <sup>-6</sup> (0,4x10 <sup>-6</sup> )	4,9x10 <sup>-5</sup> (2,1x10 <sup>-5</sup> )	-1,4x10 <sup>-6</sup> (0,3x10 <sup>-6</sup> )	-6,9x10 <sup>-7</sup> (0,9x10 <sup>-7</sup> )		-9,6x10 <sup>-4</sup> (3,2x10 <sup>-4</sup> )	1,2x10 <sup>-4</sup> (0,2x10 <sup>-4</sup> )
R <sub>I</sub> xP <sub>I</sub>	β <sub>8</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xP <sub>q</sub>	β <sub>9</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	-2,4x10 <sup>-3</sup> (1,3x10 <sup>-3</sup> )	n.s.	0,73 (0,25)
r		0,96	0,89	0,91	0,78	0,96	0,97	0,98	0,82	0,89	0,97
CV, %		8,6	9,6	7,7	4,0	5,1	7,9	4,7	8,9	24,4,0	16,4

<sup>1</sup>Écart-type

**Tableau 3.7**

**Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PCTM de bouleau blanc.**

Source de variation	Coef.	Propriétés									
		R <sub>Z</sub>	W <sub>A</sub>	R <sub>SL</sub>	R <sub>I</sub>	ρ	L <sub>R</sub>	I <sub>E</sub>	I <sub>D</sub>	M <sub>E</sub>	L <sub>Rh</sub>
Intercept	β <sub>0</sub>	667 (12)	55,4 (11,9)	n.s.	12,1 (0,4)	571 (14)	n.s.	1,82 (0,52)	5,70 (0,17)	1730 (494)	317 (91)
R <sub>I</sub>	β <sub>1</sub>	6,9x10 <sup>-4</sup> (3,8x10 <sup>-4</sup> )	3,4x10 <sup>-3</sup> (0,9x10 <sup>-3</sup> )	n.s.	3,0x10 <sup>-4</sup> (0,6x10 <sup>-4</sup> )	2,6x10 <sup>-3</sup> (0,4x10 <sup>-3</sup> )	n.s.	9,5x10 <sup>-5</sup> (3,2x10 <sup>-5</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>q</sub>	β <sub>2</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	(2x10 <sup>-8</sup> )	n.s.	n.s.	-0,3x10 <sup>-8</sup>	n.s.	n.s.	n.s.
T <sub>I</sub>	β <sub>3</sub>	0,25 (0,07)	0,41 (0,08)	n.s.	n.s.	0,22 (0,08)	3,3x10 <sup>-2</sup> (0,8x10 <sup>-2</sup> )	8,2x10 <sup>-3</sup> (2,3x10 <sup>-3</sup> )	-7,8x10 <sup>-3</sup> (1,1x10 <sup>-3</sup> )	16,0 (3,4)	-3,83 (01,3)
T <sub>q</sub>	β <sub>4</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	1,7x10 <sup>-2</sup> (0,4x10 <sup>-2</sup> )
P <sub>I</sub>	β <sub>5</sub>	30,3 (4,7)	n.s.	n.s.	-0,49 (0,13)	25,8 (5,2)	3,8 (0,9)	1,56 (0,37)	-0,273 (0,067)	2300 (489)	n.s.
P <sub>q</sub>	β <sub>6</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xT <sub>I</sub>	β <sub>7</sub>	n.s.	-2,3x10 <sup>-5</sup> (0,6x10 <sup>-5</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xP <sub>I</sub>	β <sub>8</sub>	n.s.	7,1x10 <sup>-4</sup> (3,7x10 <sup>-4</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
T <sub>I</sub> xP <sub>I</sub>	β <sub>9</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	-2,3x10 <sup>-2</sup> (0,6x10 <sup>-2</sup> )	n.s.		-15,0 (3,4)	0,43 (0,19)
r		0,85	0,88	-	0,86	0,87	0,76	0,84	0,86	0,75	0,95
CV, %		1,5	4,2	-	2,6	2,0	5,8	4,3	3,8	5,6	9,8



**Tableau 3.8**

**Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PCTM d'épinette blanche.**

Source de variation	Coef.	Propriétés									
		R <sub>Z</sub>	W <sub>A</sub>	R <sub>SL</sub>	R <sub>I</sub>	ρ	L <sub>R</sub>	I <sub>E</sub>	I <sub>D</sub>	M <sub>E</sub>	L <sub>Rh</sub>
Intercept	β <sub>0</sub>	363 (43)	38,6 (16,9)	n.s.	10,5 (0,9)	454 21	3,67 0,43	1,82 (0,52)	9,67 (0,54)	1380 (585)	201 (40)
R <sub>I</sub>	β <sub>1</sub>	6,3x10 <sup>-3</sup> (0,7x10 <sup>-3</sup> )	3,3x10 <sup>-3</sup> (0,6x10 <sup>-3</sup> )	n.s.	1,4x10 <sup>-4</sup> (0,6x10 <sup>-4</sup> )	7,9x10 <sup>-3</sup> (2,9x10 <sup>-3</sup> )	3,21 (0,65)	9,5x10 <sup>-5</sup> (3,2x10 <sup>-5</sup> )	n.s.	5,0x10 <sup>-2</sup> (0,9x10 <sup>-2</sup> )	2,2x10 <sup>-3</sup> (0,2x10 <sup>-3</sup> )
R <sub>q</sub>	β <sub>2</sub>	n.s.	-1,4x10 <sup>-7</sup> (0,3x10 <sup>-7</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	-0,3x10 <sup>-8</sup>	n.s.	n.s.	n.s.
T <sub>I</sub>	β <sub>3</sub>	1,14 (0,29)	n.s.	n.s.	2,1x10 <sup>-2</sup> (0,7x10 <sup>-2</sup> )	0,49 (0,11)	9,1x10 <sup>-3</sup> (2,9x10 <sup>-3</sup> )	8,2x10 <sup>-3</sup> (2,3x10 <sup>-3</sup> )	-2,5x10 <sup>-2</sup> (0,4x10 <sup>-2</sup> )	11,1 (4,0)	-2,0 (0,6)
T <sub>q</sub>	β <sub>4</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	7,9x10 <sup>-3</sup> (2x10 <sup>-3</sup> )
P <sub>I</sub>	β <sub>5</sub>	125,9 (42,8)	-18,2 8,5	n.s.	n.s.	22,9 (6,4)	2,7 (1,2)	1,56 (0,37)	-2,67 (0,54)	1200 (580)	-28,59 (12,24)
P <sub>q</sub>	β <sub>6</sub>	n.s.	11,8 4,4	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xT <sub>I</sub>	β <sub>7</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	-1,1x10 <sup>-6</sup> (0,4x10 <sup>-6</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xP <sub>I</sub>	β <sub>8</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
T <sub>I</sub> xP <sub>I</sub>	β <sub>9</sub>	-0,70 (0,30)	n.s.	n.s.	-1,2x10 <sup>-2</sup> (0,5x10 <sup>-2</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	1,6x10 <sup>-2</sup> (0,4x10 <sup>-2</sup> )	n.s.	0,21 (0,08)
r		0,91	0,87	-	0,81	0,86	0,85	0,84	0,87	0,79	0,96
CV, %		3,3	3,8	-	2,7	2,6	6,5	4,3	4,5	7,8	5,4

**Tableau 3.9**

**Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PCTM de peuplier tremble.**

Source de variation	Coef.	Propriétés									
		RZ	W <sub>A</sub>	R <sub>SL</sub>	R <sub>I</sub>	ρ	L <sub>R</sub>	I <sub>E</sub>	I <sub>D</sub>	M <sub>E</sub>	L <sub>Rh</sub>
Intercept	β <sub>0</sub>	498 (52)	50,8 (12,6)	n.s.	19,4 (1,4)	587 36	5,14 (0,45)	3,43 (0,16)	7,42 (0,21)	3210 (254)	0
R <sub>I</sub>	β <sub>1</sub>	n.s.	2,8x10 <sup>-3</sup> (1,0x10 <sup>-3</sup> )	n.s.	-6,3x10 <sup>-4</sup> (1,5x10 <sup>-4</sup> )	1,2x10 <sup>-3</sup> (0,5x10 <sup>-3</sup> )	2,06x10 <sup>-4</sup> (0,6x10 <sup>-4</sup> )	6,8x10 <sup>-5</sup> (0,9x10 <sup>-5</sup> )	-2,4x10 <sup>-4</sup> (0,3x10 <sup>-4</sup> )	10,8x10 <sup>-2</sup> (0,7x10 <sup>-2</sup> )	17,6x10 <sup>-3</sup> (2,6x10 <sup>-3</sup> )
R <sub>q</sub>	β <sub>2</sub>	4,0x10 <sup>-7</sup> 1,9x10 <sup>-7</sup>	n.s.	n.s.	2,0x10 <sup>-9</sup> (0,7x10 <sup>-9</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	1,0x10 <sup>-8</sup>	-4,0x10 <sup>-6</sup> (1,6x10 <sup>-6</sup> )	-6,9x10 <sup>-7</sup> (1,2x10 <sup>-7</sup> )
T <sub>I</sub>	β <sub>3</sub>	1,24 (0,33)	0,34 (0,09)	n.s.	3,0x10 <sup>-2</sup> (0,9x10 <sup>-2</sup> )	0,17 (0,10)	4,6x10 <sup>-3</sup> (2,0x10 <sup>-3</sup> )	n.s.	-7,5x10 <sup>-3</sup> (0,9x10 <sup>-3</sup> )	5,5 (1,3)	0,44 (0,09)
T <sub>q</sub>	β <sub>4</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
P <sub>I</sub>	β <sub>5</sub>	20,0 (9,2)	10,6 (2,3)	n.s.	-0,71 (0,24)	37,6 (6,1)	0,82 (0,28)	0,47 (0,11)	-0,60 (0,13)	n.s.	17,31 (5,75)
P <sub>q</sub>	β <sub>6</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xT <sub>I</sub>	β <sub>7</sub>	-7,6x10 <sup>-5</sup> (2,6x10 <sup>-5</sup> )	-1,7x10 <sup>-5</sup> (0,7x10 <sup>-5</sup> )	n.s.	2,0x10 <sup>-6</sup> (0,7x10 <sup>-6</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xP <sub>I</sub>	β <sub>8</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	-5,6x10 <sup>-5</sup> (2,2x10 <sup>-5</sup> )	-2,3x10 <sup>-5</sup> (0,8x10 <sup>-5</sup> )	3,2x10 <sup>-5</sup> (1,0x10 <sup>-5</sup> )	n.s.	n.s.
T <sub>I</sub> xP <sub>I</sub>	β <sub>9</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
r		0,86	0,83	-	0,78	0,82	0,81	0,94	0,94	0,79	0,90
CV, %		3,2	5,1	-	4,4	2,3	4,1	2,8	2,9	4,1	10,0

**Tableau 3.10** Modélisation des effets des traitements sur les propriétés de la PCK de bouleau blanc.

Source de variation	Coef.	Propriétés									
		R <sub>Z</sub>	W <sub>A</sub>	R <sub>SL</sub>	R <sub>I</sub>	ρ	L <sub>R</sub>	I <sub>E</sub>	I <sub>D</sub>	M <sub>E</sub>	L <sub>Rh</sub>
Intercept	β <sub>0</sub>	547 (41)	38,9 (12,6)	n.s.	13,9 (0,4)	532 23	3,77 (0,90)	2,20 (0,35)	8,29 (0,91)	3060 (792)	0
R <sub>I</sub>	β <sub>1</sub>	5,7x10 <sup>-2</sup> (1,9x10 <sup>-2</sup> )	8,1x10 <sup>-2</sup> (1,4x10 <sup>-2</sup> )	n.s.	-2,6x10 <sup>-4</sup> (0,4x10 <sup>-4</sup> )	5,1x10 <sup>-2</sup> (1,1x10 <sup>-2</sup> )	3,40x10 <sup>-4</sup> (1,0x10 <sup>-4</sup> )	1,3x10 <sup>-3</sup> (0,3x10 <sup>-3</sup> )	8,8x10 <sup>-4</sup> (3,6x10 <sup>-4</sup> )	-0,68 (0,31)	15,8x10 <sup>-3</sup> (2,6x10 <sup>-3</sup> )
R <sub>q</sub>	β <sub>2</sub>	-9,1x10 <sup>-6</sup> 1,9x10 <sup>-7</sup>	n.s.	n.s.	n.s.	-6,4x10 <sup>-6</sup> (2,4x10 <sup>-6</sup> )	n.s.	1,8x10 <sup>-7</sup> (0,8x10 <sup>-7</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.
T <sub>I</sub>	β <sub>3</sub>	0,65 (0,26)	0,16 0,08	n.s.	n.s.	0,63 (0,14)	15,6x10 <sup>-3</sup> (5,8x10 <sup>-3</sup> )	n.s.	n.s.	14,3 (5,3)	0,62 (0,15)
P <sub>I</sub>	β <sub>5</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	-0,20 (0,06)	62,6 (12,3)	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
R <sub>I</sub> xT <sub>I</sub>	β <sub>7</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	-6,0x10 <sup>-6</sup> (2,5x10 <sup>-5</sup> )	4,6x10 <sup>-3</sup> (2,2x10 <sup>-3</sup> )	n.s.
R <sub>I</sub> xP <sub>I</sub>	β <sub>8</sub>	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	-1,4x10 <sup>-2</sup> (0,5x10 <sup>-2</sup> )	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
	r	0,76	0,80	-	0,82	0,89	0,68	0,84	0,75	0,82	0,86
	CV, %	5,5	14,7	-	2,9	2,9	12,8	16,8	8,9	10,6	13,5

D'autre part, le test de Waller-Duncan permet d'étudier la variation des propriétés mesurées entre les blocs et entre les niveaux des différents facteurs. Les tableaux 3.11-3.21 présentent les résultats de cette étude. Dans ces tableaux, les moyennes avec la même lettre ne sont pas significativement différentes. Les moyennes qui appartiennent à la classe supérieure sont suivies de la lettre A et ainsi de suite.

### 3.4.1 Densité apparente ( $\rho$ )

Le tableau 3.4 montre que pour la densité apparente ( $\rho$ ), la valeur de F associée aux blocs est très élevée. Ce résultat suggère que les  $\rho$  moyennes des PHR soient significativement différentes. Ceci est normal si on tient compte des différences au niveau de la morphologie, de la surface spécifique et de la flexibilité des fibres de ces pâtes.

Le tableau 3.11 montre que  $\rho$  des PCTM (codes 2, 3 et 4) est supérieure à celle des PTM (code 1). Ceci s'explique par les effets bénéfiques des traitements chimiques sur la flexibilité des fibres des PCTM (2; 4). Ce tableau montre aussi que  $\rho$  des PCTM des feuillus (codes 2 et 4) est supérieure à celle des résineux (code 3). La différence dans la longueur moyenne des fibres est une explication raisonnable (figure 3.10). Les données de la figure 3.12 supportent cette affirmation en montrant qu'à un même indice d'égouttage (i.e. 400 ml), les FSTD et les FPSS issues des PCTM de bouleau et de peuplier développent une meilleure densité que celles de l'épinette.

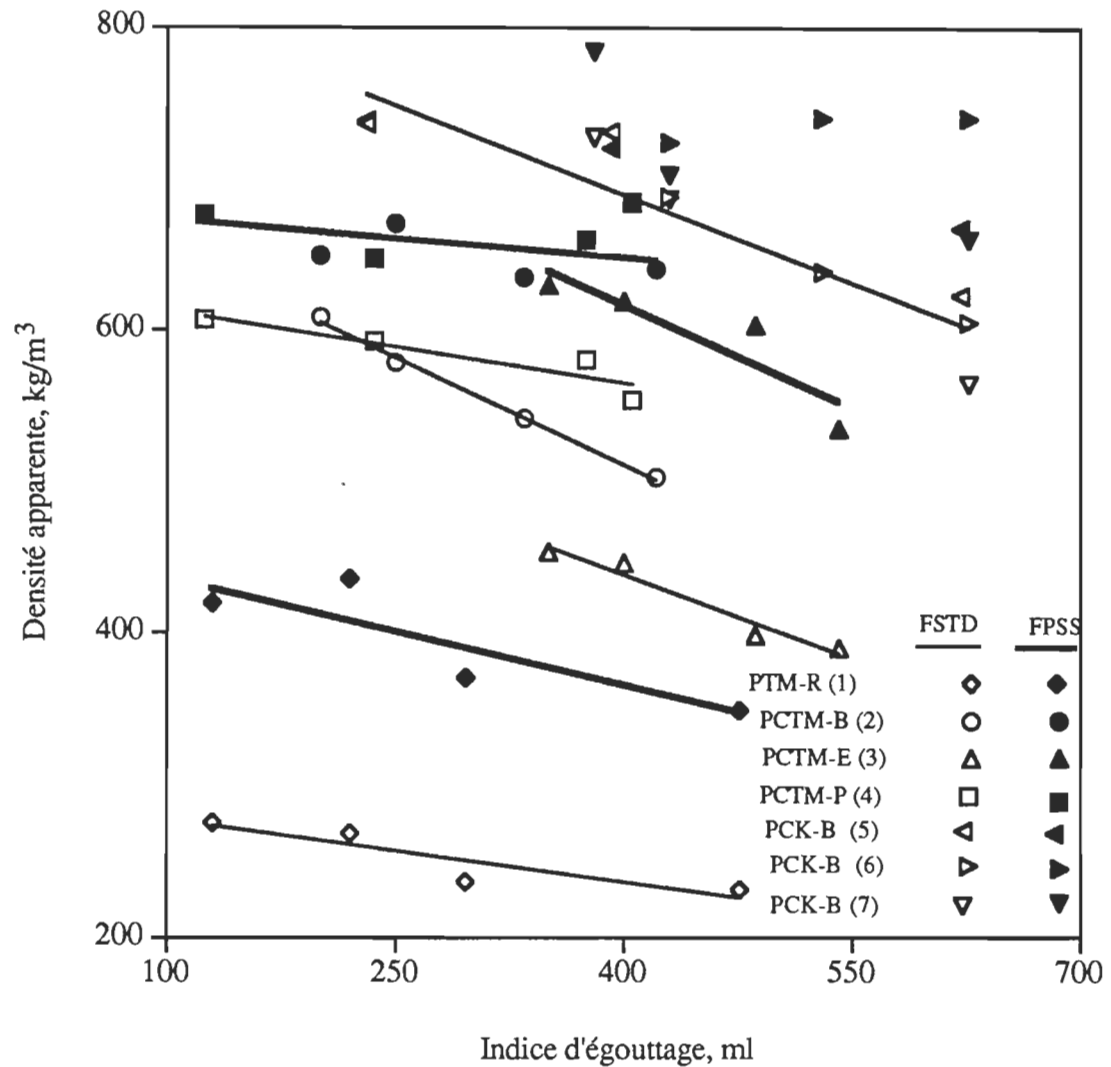
Par ailleurs, le tableau 3.5 montre que les blocs n'ont pas d'effets significatifs sur  $\rho$  des PCK. Ceci s'explique par le fait que ces pâtes sont issues du même procédé de mise en pâte et de la même essence forestière. De plus, le PSS permet de donner des feuilles à densité quasi maximale à partir des pâtes à fibres flexibles. C'est le cas des PCK.

**Tableau 3.11:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de  $\rho$ ; les moyennes avec la même lettre ne sont pas significativement différentes.

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	352C	0	539C	546C	550C
	2	658A	1	568B	567B	563B
	3	595B	2	587A	581A	582A
	4	655A				
PCK	5	699A	0	675B	678B	687B
	6	710A	1	715A	720A	702B
	7	708A	2	729A	721A	730A

La figure 3.12 illustre la variation de  $\rho$  pour différents types de pâte en fonction de l'indice d'égouttage à deux conditions de pressage et séchage soit, le pressage et séchage à l'air selon la méthode normalisée de l'ACPPP (FSTD) et le PSS à 175°C et 0,75 MPa (FPSS). Compte tenu de l'étroite relation entre l'indice d'égouttage et la surface spécifique des fibres (2; 5-6; 132), cette illustration suggère que pour l'ensemble des pâtes,  $\rho$  augmente avec l'augmentation de la surface spécifique des fibres indépendamment des conditions de pressage et de séchage. Ce résultat concorde avec les résultats d'études antérieures qui stipulent qu'une augmentation de la surface spécifique des fibres se traduit par des feuilles plus denses (2, 5-7; 9; 18; 21-22; 61-65; 105; 132).

Par ailleurs, la variation de la densité en fonction de l'indice d'égouttage varie d'une pâte à l'autre. Cette variation s'explique entre autres, par la différence dans la flexibilité et la compressibilité des fibres de ces pâtes. En effet, à un même indice d'égouttage (i.e. 400 ml), et aux mêmes conditions de pressage et séchage, les PCK à fibres flexibles donnent des feuilles plus denses que les PCTM. Ces dernières produisent des feuilles plus denses que les PTM (Fig. 3.12).



**Figure 3.12** Variation de  $\rho$  en fonction de l'indice d'égouttage des PHR et des PCK séchées à l'air (FSTD) et PSS à 175 °C et 0,75 MPa<sup>4</sup> (FPSS).

<sup>4</sup>La pression peut différer de 0,75 MPa pour les PCK. Par conséquent, nous n'avons pas tracer la courbe de variation pour les FPSS des PCK.

D'autre part, la figure 3.12 montre que les FPSS possèdent une densité supérieure à celle des FSTD de toutes les pâtes. Cette supériorité est surtout évidente dans le cas des PHR et s'explique par les effets bénéfiques du PSS sur la compressibilité des fibres. Cet effet est particulièrement important dans le cas des PTM de résineux dont la courbe de variation de  $\rho$  est de plus en plus proche de celle des FSTD issues des PCTM d'épinette. Ceci démontre le potentiel d'application du PSS pour les pâtes à fibres rigides dont les PTM.

L'ANOVA montre que le raffinage, la température et la pression ont des effets significatifs sur  $\rho$  de toutes les pâtes (tableau 3.4 et 3.5). Ces effets sont généralement linéaires (tableaux 3.6-3.10). Dans le cas des PCK, en plus de l'effet linéaire ( $R_l$ ), l'effet quadratique du raffinage ( $R_q$ ) est significatif (tableau 3.10). Cet effet s'explique par le fait que  $\rho$  tend à atteindre un maximum après un certain nombre de révolutions dans le raffineur.

Le test de Waller-Duncan (tableau 3.11) montre que la moyenne de  $\rho$  augmente avec le niveau de chacun des facteurs. Cette moyenne est significativement différente d'un niveau à l'autre pour les PHR. Dans le cas des PCK, les moyennes de  $\rho$  aux niveaux supérieurs et inférieurs des trois facteurs sont toujours significativement différentes.

L'effet du raffinage sur  $\rho$  s'explique par les variations dans la surface spécifique (Fig. 3.12) et la flexibilité des fibres. À titre d'exemple, Petit-Conil et al. (151) ont trouvé que le coefficient de flexibilité est plus élevé quand les PTM et PCTM subissent un raffinage plus long. De la même façon, Paavilainen (69) a rapporté que la flexibilité des fibres des PCK augmente avec le nombre de révolutions dans le PFI. L'augmentation du contenu en fines peut aussi contribuer à l'augmentation de  $\rho$ . Cependant, les données du tableau 3.1 montrent que la variation dans ce contenu par l'action du raffinage est relativement faible.

L'augmentation de la température du PSS permet d'assouplir d'avantage les composantes des fibres. Par conséquent, leur compressibilité est meilleure. D'autre part, l'augmentation de la pression permet aux fibres assouplies d'entrer en contact plus intime ce qui accroît  $\rho$ .

La réponse de  $\rho$  au raffinage et à la température diffère d'une pâte à l'autre. Les données des tableaux 3.6-3.10 supportent cette affirmation en montrant que les coefficients  $\beta$  de R et T varient significativement d'une pâte à l'autre. De plus, la figure 3.13 montre que les pentes de la variation de  $\rho$  en fonction du raffinage varient avec le type de pâte (conditions constantes de PSS à 140°C et 0,75MPa). De la même façon, la figure 3.14 montre que la pente de la variation de  $\rho$  en fonction de la température varie avec le type de pâte (conditions constantes de raffinage et de pressage).

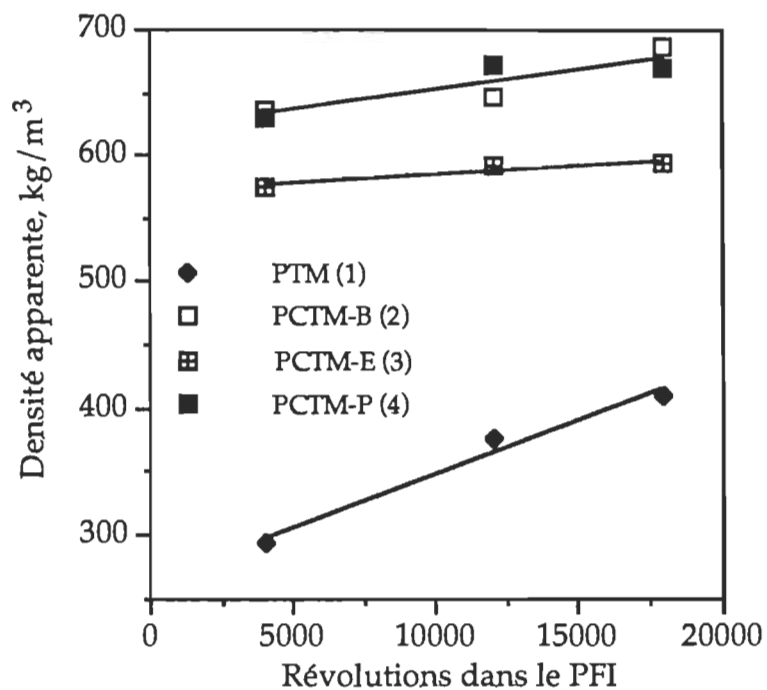
D'autre part, la réponse de  $\rho$  à la pression est la même pour les PHR. En effet, les coefficients  $\beta$  de P ( $\beta_5$ ) ne diffèrent pas significativement d'une pâte à l'autre (tableau 3.6-3.9). Cependant, ce coefficient pour les PCK est significativement différent et il est d'environ deux fois supérieur à ceux des PHR (tableau 3.10). Ceci montre que l'action de la pression est plus efficace pour les pâtes chimiques à fibres flexibles.

Les tableaux 3.6-3.9 montrent que l'interaction  $R_1 \times T_1$  n'a des effets significatifs que dans le cas des PTM. Le tableau 3.10 montre que seule l'interaction  $R_1 \times P_1$  a des effets significatifs sur  $\rho$  des PCK.

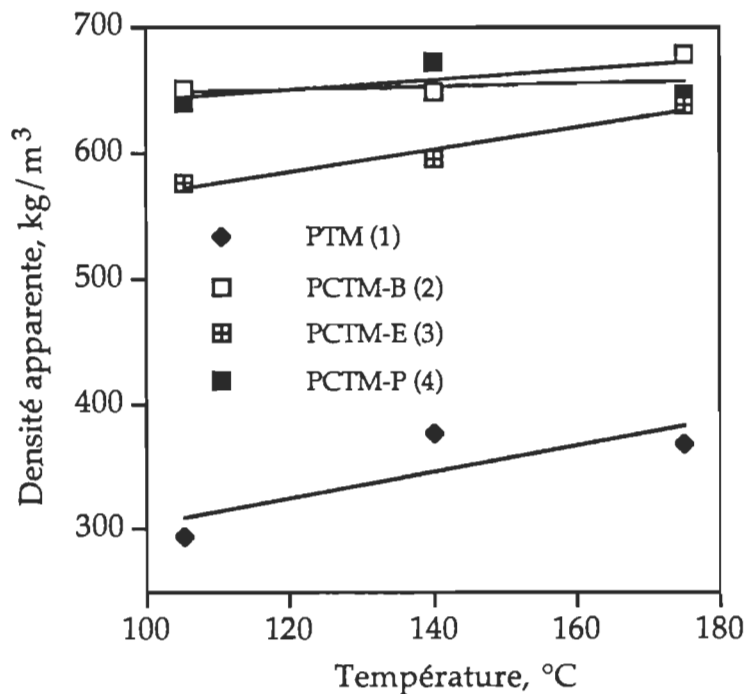
### 3.4.2 Résistance des liaisons

L'ANOVA des mesures de la résistance des liaisons ( $R_Z$  et  $W_A$ ) montre des variations significatives entre les blocs formés de PHR (tableau 3.4) et de PCK (tableau 3.5). La comparaison entre les moyennes de  $R_Z$  (tableau 3.12) et de  $W_A$  (tableau 3.13) des PHR montre que les pâtes des bois feuillus développent une meilleure résistance des liaisons que celle des bois résineux. La meilleure surface de contact entre les fibres des pâtes feuillues peut expliquer en partie cette différence. Les données de la figure 3.10 supportent cette affirmation en montrant que pour les PCTM classées d'épinette, la surface de contact, estimée par  $\rho$ , augmente avec la diminution de la longueur moyenne des fibres.





**Figure 3.13** Variation de  $\rho$  avec le nombre de révolutions dans le PFI à des conditions constantes de PSS (140°C et 0,75MPa).



**Figure 3.14** Variation de  $\rho$  avec la température du PSS à des conditions constantes de raffinage et de pressage (0,75 MPa).

D'autre part, les PTM de résineux montrent des  $R_Z$  et  $W_A$  inférieures à celles des PCTM d'épinette. Cette infériorité s'explique par la rigidité des fibres des PTM qui se traduit par une opposition accrue à l'action de compression du PSS. Par conséquent, la feuille est moins dense, la surface liée,  $R_Z$  et  $W_A$  sont plus faibles.

**Tableau 3.12** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la résistance Z ( $R_Z$ )

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	366D	0	563C	573B	587B
	2	736A	1	607B	599A	602A
	3	608C	2	622A	619A	601A
	4	696,8B				
PCK	5	691AB	0	651B	668B	707A
	6	684B	1	711A	712A	695A
	7	723A	2	736A	718A	708A

**Tableau 3.13:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de l'énergie d'arrachage ( $W_A$ ).

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	70D	0	90B	93B	94B
	2	122A	1	100A	95B	95B
	3	79C	2	99A	101A	100A
	4	114B				
PCK	5	80AB	0	64C	86A	78B
	6	73B	1	81B	82AB	77B
	7	90A	2	98A	86A	85A

Les données de la figure 3.12 supportent l'affirmation précédente en montrant qu'à un même indice d'égouttage et aux mêmes conditions de pressage et séchage, les PCTM d'épinette développent une meilleure  $\rho$  que les PTM de résineux. De plus, contrairement aux PCTM, les PTM n'ont pas subi un traitement chimique de mise en pâte ou de blanchiment, la lignine est alors présente à la surface des fibres. Par son caractère hydrophobe, elle empêche la formation des liaisons hydrogènes. Ceci explique en partie la faible résistance des liaisons des PTM.

Par ailleurs, malgré les similarités dans la morphologie, les surfaces spécifiques estimées par l'indice d'égouttage et la flexibilité des fibres des PCK, les blocs ont un effet significatif sur  $R_Z$  et  $W_A$  (tableau 3.5). La comparaison entre les moyennes (tableaux 3.12 et 3.13) montre que les pâtes 6 et 7 sont significativement différentes. La supériorité de  $R_Z$  et  $W_A$  de la pâte 7 est surprenante compte tenu que son rendement et son contenu en lignine sont supérieurs à ceux de la pâte 6. De plus, leurs  $\rho$  ne diffèrent pas significativement. Il y a deux hypothèses qui peuvent expliquer ces différences:

1. La meilleure  $R_{SL}$  de la pâte 7.
2. La dépolymérisation de la cellulose et des hémicelluloses par la sévérité des conditions de cuisson de la pâte 6. Ceci augmente les zones de faiblesse dans la fibre et diminue  $R_Z$  et  $W_A$ .

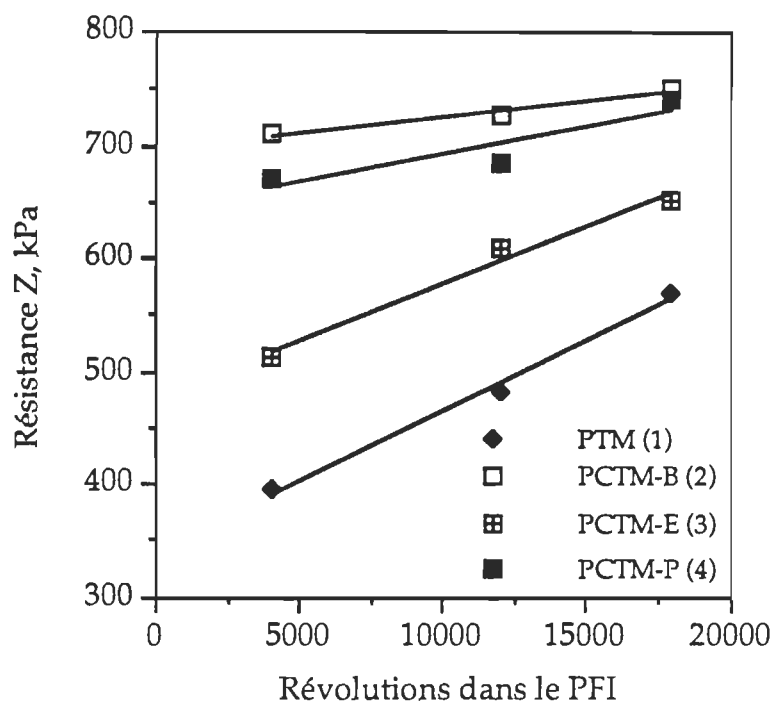
La comparaison entre les moyennes montre que la pâte 7 possède la  $R_{SL}$  la plus élevée (tableau 3.14). Cependant, la moyenne de cette pâte ne diffère pas significativement des autres PCK. D'autre part, la comparaison entre les moyennes de  $R_I$  (tableau 3.15) montre que  $R_I$  de la pâte 6 est supérieure et significativement différente de celle de la pâte 7. Donc, l'hypothèse 2 est rejetée. À la lumière de ces constatations, nous avons retenu la première hypothèse, pour expliquer les meilleures  $W_A$  et  $R_Z$  de la pâte 7.

L'ANOVA montre que le raffinage, la température et la pression ont des effets significatifs sur  $R_Z$  et  $W_A$  des PHR (tableau 3.4). Ces effets sont généralement linéaires (tableaux 3.6-3.9). Dans le cas des PCK (tableau 3.5), le raffinage et la température ont des effets significatifs sur  $R_Z$  et  $W_A$ . Ces effets sont également linéaires (tableau 3.10). Par contre, la pression ne montre aucun effet significatif sur  $R_Z$  et  $W_A$ .

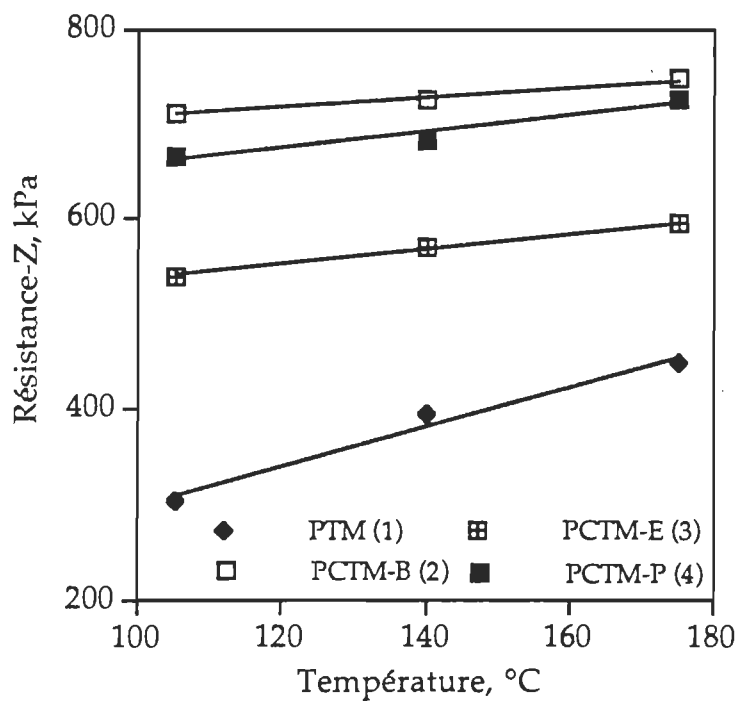
La comparaison entre les moyennes des niveaux de raffinage montre que  $R_Z$  et  $W_A$  augmentent avec la durée de ce traitement (tableaux 3.12-3.13). Ceci s'explique par le fait qu'un raffinage plus long améliore d'avantage la flexibilité des fibres et donne un contenu en fines plus élevé et une fibrillation plus prononcée (35). Par conséquent, la surface liée et la résistance des liaisons sont meilleures. De la même façon,  $R_Z$  et  $W_A$  augmentent avec la température du PSS; les niveaux faibles (105°C) et élevés (175°C) sont significativement différents. En effet, une température plus élevée permet d'assouplir d'avantage les fibres augmentant ainsi leur compressibilité.

Le test de Waller-Duncan (tableaux 3.12-3.13) montre que  $R_Z$  et  $W_A$  des PHR augmentent quand le niveau de pression est plus élevé. Les niveaux élevés de ce facteur sont supérieurs et significativement différents des niveaux faibles. En effet, une pression plus élevée permet aux fibres assouplies par la température d'entrer en contact plus intime. Ceci augmente à la fois la surface de contact entre les fibres et la probabilité de formation des liaisons hydrogènes. Par conséquent, la résistance des liaisons est meilleure.

Dans le cas des PHR, la réponse de  $R_Z$  et  $W_A$  au raffinage et à la température diffère d'une pâte à l'autre. En effet, les données des tableaux 3.6-3.9 montrent que pour  $R_Z$  et  $W_A$ , les coefficients  $\beta$  des facteurs raffinage et température varient d'une pâte à l'autre. De plus, les figures 3.15 et 3.16 montrent que les pentes de variation de  $R_Z$  en fonction du raffinage et de la température varient avec le type de pâte. Ces illustrations suggèrent que les effets de ces deux traitements soient plus bénéfiques pour les PTM à fibres rigides.



**Figure 3.15** Variation de  $R_Z$  avec le nombre de révolutions dans le PFI à des conditions constantes de PSS (140°C et 0,75MPa)



**Figure 3.16** Variation de  $R_Z$  avec la température du PSS à des conditions constantes de raffinage et de pressage.

### 3.4.3 Résistance spécifique des liaisons ( $R_{SL}$ )

L'ANOVA montre que  $R_{SL}$  des PHR diffère d'une pâte à l'autre (tableau 3.4). Les variations dans la morphologie des fibres, et dans l'état physique et chimique de leurs surfaces expliquent cette différence. La comparaison entre les moyennes de la  $R_{SL}$  (tableau 3.14) montre deux classes: les PCTM de feuillus ont tendance à développer une  $R_{SL}$  supérieure à celle des résineux. En effet, les PCTM de tremble et de bouleau présentent des moyennes de  $R_{SL}$  qui ne diffèrent pas significativement et qui sont supérieures aux moyennes de  $R_{SL}$  des pâtes résineux. Ce résultat est en accord avec celui de la figure 3.10 qui montre que plus les fibres d'une pâte sont courtes, meilleure est  $R_{SL}$ .

Dans le cas des PCK, la variation des blocs n'influe pas sur  $R_{SL}$  (tableau 3.5). Le fait que ces pâtes sont issues de la même essence et du même procédé de mise en pâte est une explication logique.

**Tableau 3.14:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la résistance spécifique des liaisons ( $R_{SL}$ ).

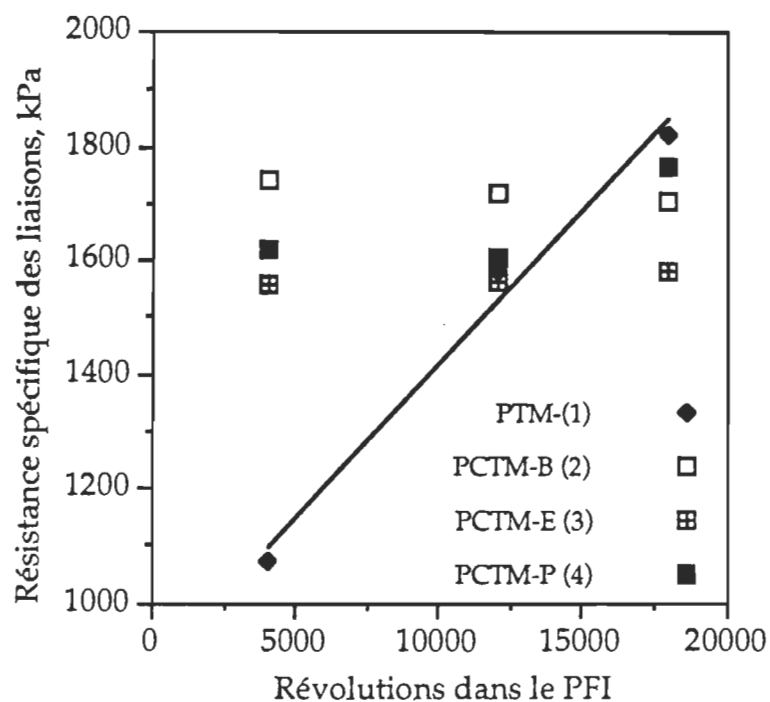
Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	1560B	0	1580A	1610A	1560A
	2	1710A	1	1630A	1620A	1640A
	3	1540B	2	1630A	1610A	1620A
	4	1680A				
PCK	5	1500A	0	1480A	1510A	1400A
	6	1490A	1	1520A	1530A	1510A
	7	1560A	2	1540A	1510A	1480A

Par ailleurs, l'ANOVA montre que les traitements R, T et P n'ont pas d'effets significatifs sur  $R_{SL}$  des PHR et des PCK (tableaux 3.4 et 3.5). Cependant, l'étude des effets des traitements à l'intérieur des blocs montre que pour les PTM (tableau 3.6), le raffinage ( $R_I$  et  $R_Q$ ), la température ( $T_Q$ ) et l'interaction  $R_I \times T_I$  ont des effets significatifs sur  $R_{SL}$ . Les figures 3.17 et 3.18 montrent aussi que pour la PTM,  $R_{SL}$  augmente avec le raffinage (conditions constantes de PSS à 105°C et 0,75MPa) et avec la température du PSS (conditions constantes du raffinage et de pressage).

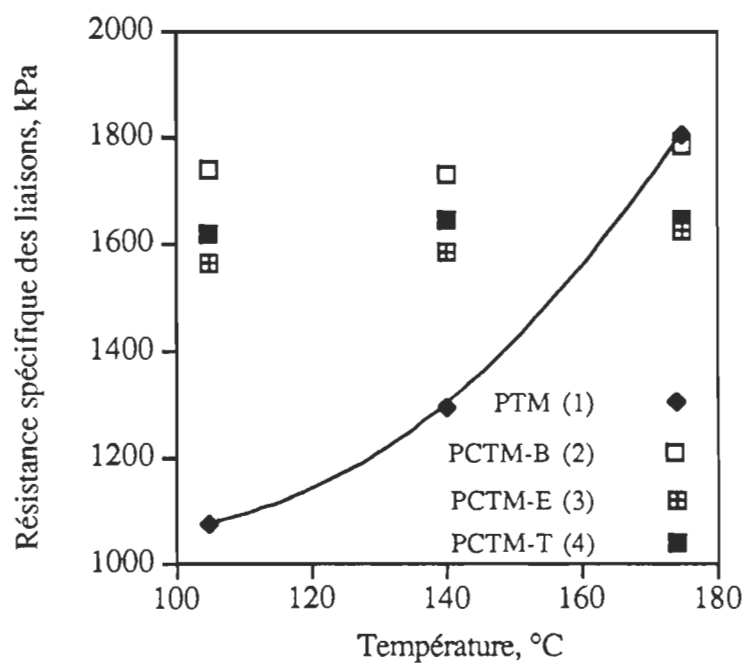
L'effet de raffinage sur  $R_{SL}$  des PTM s'explique par la fibrillation des fibres qui se traduit par une augmentation des chevauchements entre les fibrilles de fibres adjacentes. Par contre, l'effet significatif de la température sur  $R_{SL}$  est difficile à expliquer. Parmi les hypothèses qui peuvent expliquer cet effet, il y a la possibilité de création de liaisons covalentes. Cependant, l'existence de ce type de liaisons est peu probable particulièrement pour les pâtes non traitées chimiquement dont les PTM. De plus, la  $R_{SL}$  maximale obtenue par PSS des feuilles à une température de 175 °C ne diffère pas significativement de celle obtenue par un raffinage avancé des pâtes (voir tableau A2.6 de l'annexe 2).

#### **3.4.4 Résistance intrinsèque de la fibre ( $R_I$ )**

L'ANOVA montre une variation significative de la résistance intrinsèque de la fibre ( $R_I$ ) entre les blocs (tableau 3.4 et 3.5). La différence dans la flexibilité des fibres des différentes pâtes explique cette variation. En effet, le tableau 3.15 montre que les PTM à fibres rigides possèdent  $R_I$  la plus faible. Ces dernières contiennent toute leur lignine puisqu'ils n'ont subi aucun traitement chimique. Par contre, le traitement chimique des copeaux induit une extraction partielle de la lignine des fibres des PCTM qui rend la fibre plus flexible (4; 151). L'amélioration de la flexibilité se traduit par une meilleure distribution de charge à travers les fibres lors du test de traction à mâchoires jointives (5).



**Figure 3.17** Variation de  $R_{SL}$  des PHR avec le raffinage à des conditions constantes de PSS (105°C et 0,75MPa).



**Figure 3.18** Variation de  $R_{SL}$  des PHR avec la température du PSS à des conditions constantes de raffinage et de pressage (0,75MPa).



**Tableau 3.15:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la résistance intrinsèque de la fibre ( $R_I$ ).

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	8,9D	0	11,7B	11,8A	12,0A
	2	12,4C	1	11,9A	11,8A	11,8B
	3	12,8B	2	11,9A	11,8A	11,6C
	4	13,1A				
PCK	5	13,4A	0	13,7A	13,2A	13,5A
	6	13,3A	1	13,3B	13,1A	13,2B
	7	12,9B	2	12,7C	13,3A	12,9C

La variation du rendement des PCK influence également  $R_I$ . Ceci s'explique principalement par la relation étroite qui existe entre cette propriété et la composition chimique de la fibre. En effet, le rendement d'une pâte augmente souvent avec son contenu en lignine (5-6; 9). Cette dernière rend la fibre plus rigide diminuant ainsi  $R_I$ . Les résultats de cette étude supportent cette affirmation en montrant que  $R_I$  des PCK diminue avec l'augmentation du rendement (tableau 3.15). En effet,  $R_I$  de la PCK 7 (K3) est inférieure à celle des PCK 5 (K2) et 6 (K1), respectivement. En terme de rendement, la PCK 7 possède le rendement le plus élevé (53,4).

Le tableau 3.4 montre que le raffinage n'a pas d'effet significatif sur  $R_I$  des PHR. Cependant, l'ANOVA des effets des traitements à l'intérieur des blocs (tableaux 3.6-3.9) contredit cette affirmation en montrant que le raffinage influe d'une façon significative sur  $R_I$ . Cette contradiction s'explique par la faible variation de  $R_I$  en fonction du raffinage comparativement à la variation due aux blocs. L'effet du raffinage à l'intérieur des blocs est généralement linéaire et positif. L'amélioration de  $R_I$  des PHR par le raffinage s'explique par l'amélioration de la flexibilité des fibres qui se traduit par une meilleure consolidation

consolidation de la feuille et par conséquent, par une meilleure distribution de la charge appliquée sur les fibres et fibrilles (5). L'augmentation dans l'orientation des cristallites par le raffinage des pâtes pourrait expliquer aussi l'amélioration de  $R_I$  (5).

D'autre part, le raffinage a une influence significative sur  $R_I$  des PCK (tableau 3.5). L'effet de ce traitement sur  $R_I$  est linéaire et négatif (tableau 3.10). Les dommages causés à la paroi de la fibre flexible par l'action du raffinage pourraient expliquer cette diminution.

Dans le cas des PHR, l'effet du raffinage sur  $R_I$  est généralement linéaire et positif (tableau 3.6-3.9). L'amélioration de la flexibilité de la fibre par ce traitement (151) explique cet effet. D'autre part, la réponse de  $R_I$  au raffinage diffère d'une pâte à l'autre. Les données des tableaux 3.6-3.9 supportent cette affirmation en montrant que les coefficients  $\beta$  associés au facteur raffinage diffèrent d'une pâte à l'autre. Les variations dans les caractéristiques initiales des fibres des différentes pâtes, dont la flexibilité, la surface spécifique et  $R_I$ , pourraient expliquer ces différences.

L'ANOVA à l'intérieur des blocs montre que la température a des effets significatifs sur  $R_I$  des PTM et des PCTM d'épinette et de peuplier. Ces effets sont généralement positifs et s'expliquent par l'action assouplissante de la température qui se traduit par une meilleure compressibilité des fibres. Les coefficients  $\beta$  associés à ce facteur varient d'une pâte à l'autre (tableaux 3.6, 3.8-3.9).

Par ailleurs, l'ANOVA montre que la pression a des effets significatifs sur  $R_I$  des PHR (tableau 3.4) et des PCK (tableau 3.5). Les tableaux 3.6-3.10 montrent que l'effet de la pression est généralement linéaire et varie d'une pâte à l'autre. À l'exception des PTM à fibres rigides où la pression n'a montré aucun effet significatif, l'augmentation de  $P$  diminue  $R_I$ .

### 3.4.5 Propriétés mécaniques

#### *Indice de déchirure ( $I_D$ )*

L'ANOVA montre des variations significatives de  $I_D$  entre les blocs des PHR (tableau 3.4) et des PCK (tableau 3.5). Les différences de  $\bar{L}$  et de  $R_I$  sont les principales causes de ces variations. En effet, le test de Waller-Duncan (tableau 3.16) montre que la PCTM d'épinette à fibres longues possède  $I_D$  le plus élevé. La PTM dont  $\bar{L}$  et  $R_I$  sont plus faibles possède un  $I_D$  moyen inférieur à celui de la PCTM d'épinette. D'autre part, même si les PCTM de peuplier possèdent la fibre la plus courte (tableau 3.1), son  $I_D$  ne diffère pas significativement de celui de la PTM et il est supérieur à celui des PCTM de bouleau. Ce s'explique par le fait que  $R_I$  des PCTM de peuplier est supérieure à celle de la PCTM du bouleau et de la PTM de résineux (tableau 3.15).

Dans le cas des PCK, malgré le fait que la variation de la longueur moyenne des fibres entre les pâtes n'est pas significative (tableau 3.1),  $I_D$  diffère d'une pâte à l'autre. La différence dans  $R_I$  explique en partie cette différence.

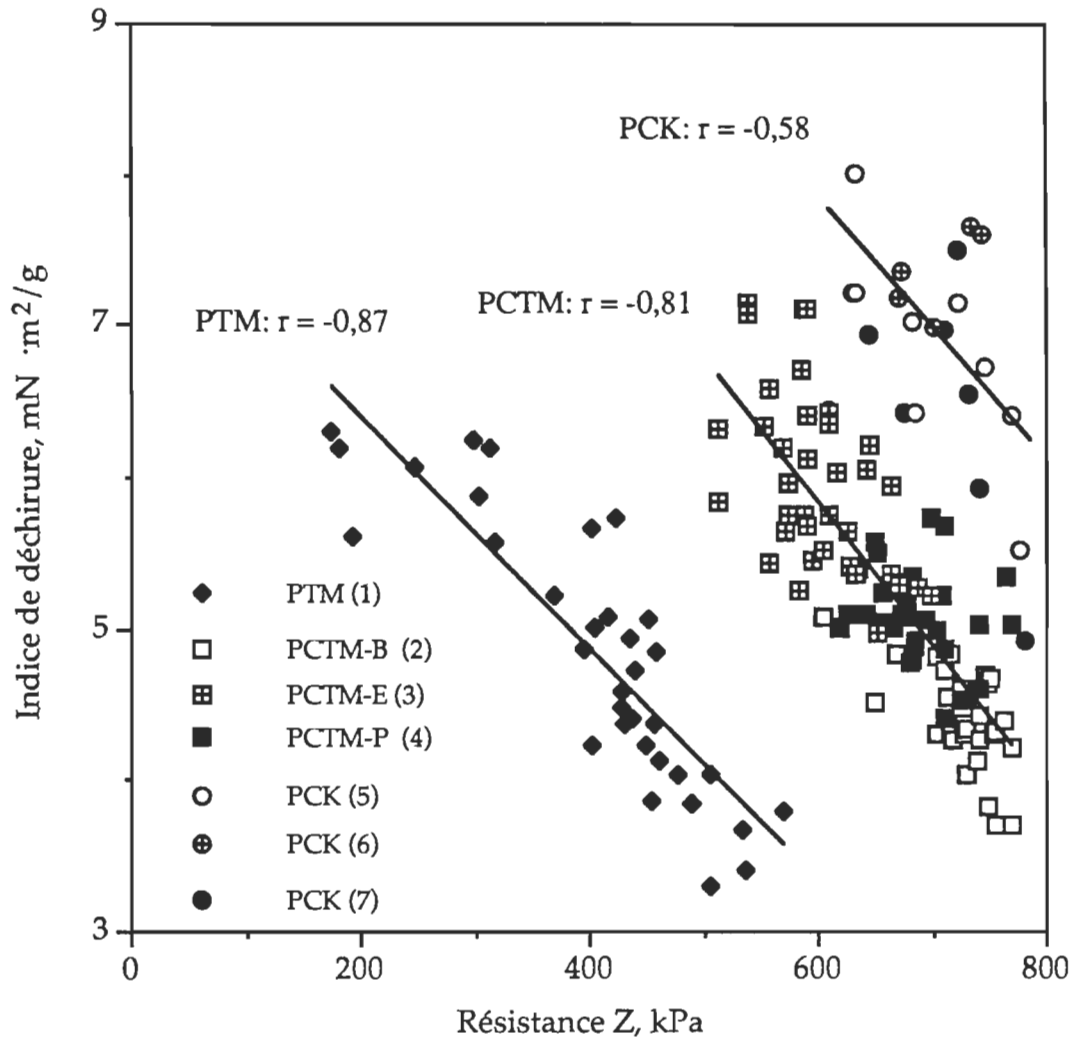
**Tableau 3.16:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de l'indice de déchirure ( $I_D$ ).

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	5,1B	0	5,3A	5,4A	5,2A
	2	4,4C	1	5,0B	5,1B	5,1B
	3	5,8A	2	5,0B	4,7C	4,9C
	4	5,0B				
PCK	5	6,8B	0	6,9A	7,7A	7,1A
	6	7,6A	1	7,0A	6,9B	7,1A
	7	6,6B	2	7,1A	6,4C	6,8A

L'ANOVA montre également que les traitements R, T et P ont des effets significatifs sur  $I_D$  des PHR et des PCK (tableaux 3.4 et 3.5). L'augmentation du niveau de chacun de ces traitements diminue  $I_D$  (tableau 3.16). Les données des tableaux 3.6-3.10 supportent cette affirmation en montrant des coefficients  $\beta$  négatifs pour les facteurs R, T et P. La variation de ces coefficients avec le type de pâte suggèrent que les effets des facteurs diffèrent d'une pâte à l'autre.

Les variations de  $I_D$  s'expliquent par les effets des traitements sur la résistance des liaisons et sur  $R_I$ . La figure 3.19 montre que l'augmentation de  $R_Z$  diminue  $I_D$  pour l'ensemble des pâtes. La pente de variation est pratiquement la même pour les trois types de pâte. De plus, les pâtes issues d'un même procédé tombent approximativement sur la même relation avec des coefficients de corrélations relativement élevés. Cependant, il y a une dispersion des points expérimentaux relativement élevée pour les PCK et les PCTM. Cette dispersion s'explique par:

1. Les différences dans les caractéristiques physiques et morphologiques des fibres entre chacune des pâtes. En effet, les PCTM sont issues d'essences différentes et les PCK possèdent des rendements différents.
2. Les différences dans les caractéristiques physico-chimiques et morphologiques des fibres à l'intérieure d'une même pâte. En effet, pour une pâte donné, le raffinage entraîne des modifications à la surface spécifique des fibres, à la longueur moyenne et aux proportions des fibres longues et courtes. De plus, la variation de la température du PSS entraîne une variabilité au niveau de la compressibilité des fibres et des écoulements de ces différentes composantes.
3. La réponse de  $I_D$  diffère d'un traitement à l'autre. La variation de  $I_D$  en fonction du raffinage diffère de celle en fonction de la température et de la pression.



**Figure 3.19**

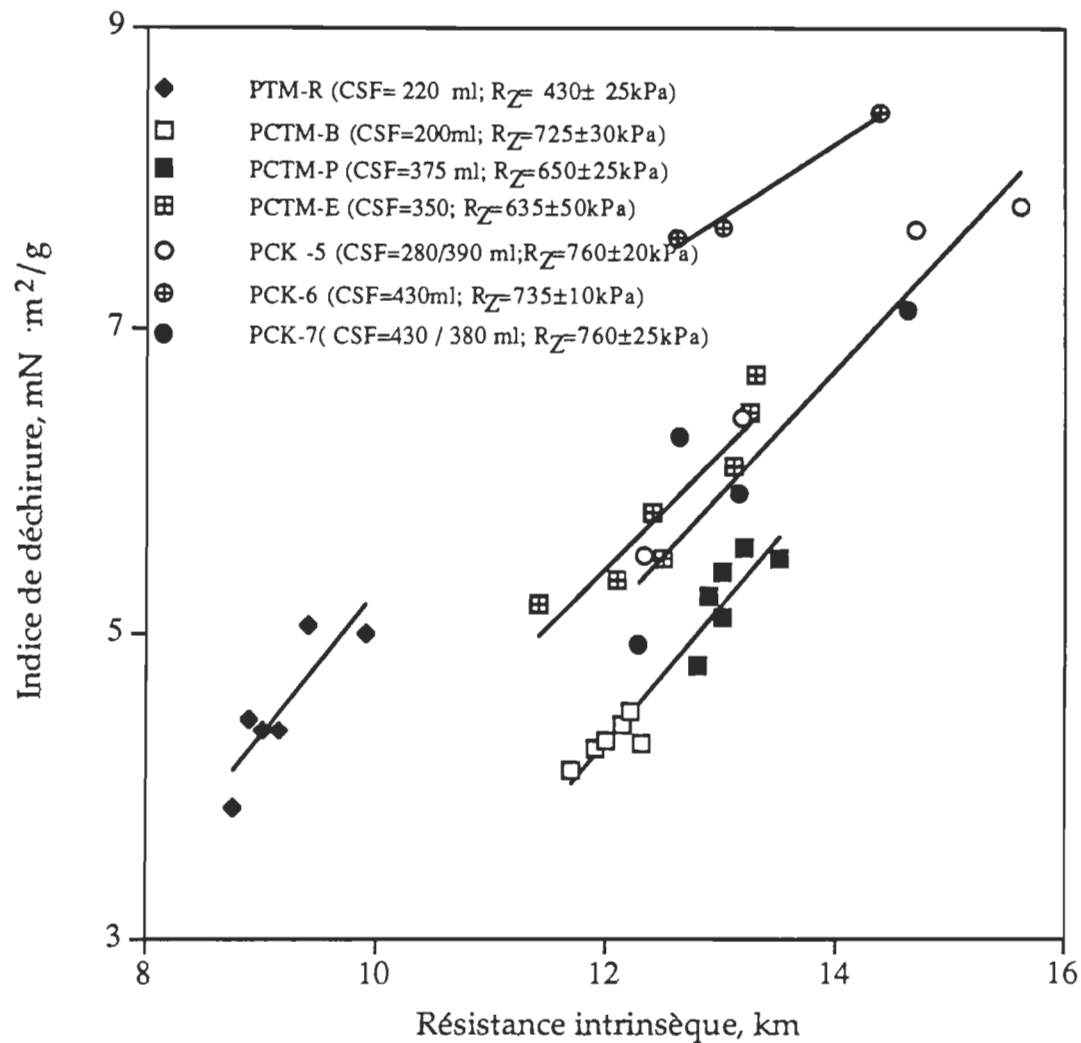
Variation de l'indice de déchirure avec la résistance  $Z$  des différents types de pâte.

4. La réponse de  $I_D$  aux traitements varie d'une pâte à l'autre. Les variations des coefficients  $\beta$  pour un traitement donné d'une pâte à l'autre supportent cette affirmation (tableaux 3.6-3.10).
5. La résistance des liaisons n'est pas la seule cause de la variation de  $I_D$ ,  $R_I$  et  $\bar{L}$  jouent des rôles importants. La grossièreté des fibres ( $G$ ) pourrait jouer un rôle dans la variation de  $I_D$ . Cependant, les variables du PSS n'influent pas sur  $G$ .

Compte tenu que les traitements agissent à la fois sur  $R_I$  et  $R_Z$ , il est difficile d'isoler l'effet de  $R_I$  sur  $I_D$ . Pour isoler cet effet, nous avons étudié la relation entre ces deux propriétés à un même niveau de résistance des liaisons. De plus, nous avons maintenu toutes les autres caractéristiques fondamentales pratiquement constantes. En fait, pour les PHR, l'indice d'égouttage,  $\bar{L}$ , les proportions de fibres longues et courtes sont pratiquement constantes. Pour les PCK, compte tenu du nombre de points expérimentaux faible nous avons le même niveau d'adhésion mais l'indice d'égouttage peut varier. Nous présentons à la figure 3.20 les résultats de cette étude. Cette illustration montre des tendances linéaires positives entre  $I_D$  et  $R_I$  des différentes pâtes.

Les résultats de la figure 3.20 supportent ceux de la figure 3.19 et du tableau 3.16. En fait, cette illustration montre que les PCTM d'épinette développent un meilleur  $I_D$  que ceux des PCTM du bouleau et du peuplier parce que leur  $\bar{L}$  est plus élevée. Par ailleurs, même si  $\bar{L}$  des PCTM de peuplier est inférieure à celles du bouleau, ils ont tendance à développer un meilleur  $I_D$  principalement parce que leur  $R_I$  est plus élevée.

Dans le cas des PCK de bouleau, malgré les similarités dans les propriétés morphologiques des fibres de ces pâtes, la figure 3.20 montre que les  $I_D$  de la pâte 6 sont plus élevés que ceux des pâtes 5 et 7 à la même  $R_I$ . Ce résultat concorde avec celui du tableau 3.16. Parmi les explications plausibles à cette différence, il y a le niveau d'adhésion plus faible de la pâte 6. Nous présentons une discussion plus détaillée sur la variation de  $I_D$  en fonction de l'adhésion des fibres dans le chapitre IV.



**Figure 3.20**

Variation de l'indice de déchirure en fonction de la résistance intrinsèque de la fibre à des résistances  $Z$  constantes.

**Indice d'éclatement ( $I_E$ ) et longueur de rupture ( $L_R$ )**

L'ANOVA montre que la variation des blocs a des effets significatifs sur  $I_E$  et  $L_R$  des PHR (tableau 3.4) et des PCK (tableau 3.5). Ces variations s'expliquent par les différences dans les caractéristiques chimiques, physiques et morphologiques des différentes pâtes. Les tableaux 3.17 et 3.18 montrent les comparaisons entre les moyennes de  $I_E$  et de  $L_R$ , respectivement.

**Tableau 3.17:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de l'indice d'éclatement ( $I_E$ ).

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	1,6C	Faible	3,3C	3,4B	3,4C
	2	3,9B	Moyen	3,6B	3,6A	3,6B
	3	4,3A	Élevé	3,8A	3,6A	3,7A
	4	4,3A				
PCK	5	4,6A	Faible	2,9C	4,0A	4,2A
	6	3,4C	Moyen	4,2B	4,2A	4,0A
	7	4,2B	Élevé	5,1A	4,0A	4,1A

**Tableau 3.18:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la longueur de rupture ( $L_R$ ).

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	3,3D	Faible	5,6C	5,7C	5,9B
	2	7,0B	Moyen	6,3B	6,2B	6,2A
	3	6,7C	Élevé	6,5A	6,4A	6,2A
	4	7,4A				
PCK	5	7,1A	Faible	6,0B	6,0B	6,6A
	6	6,2B	Moyen	6,8A	7,1A	6,8A
	7	7,0A	Élevé	7,4A	7,1A	6,8A



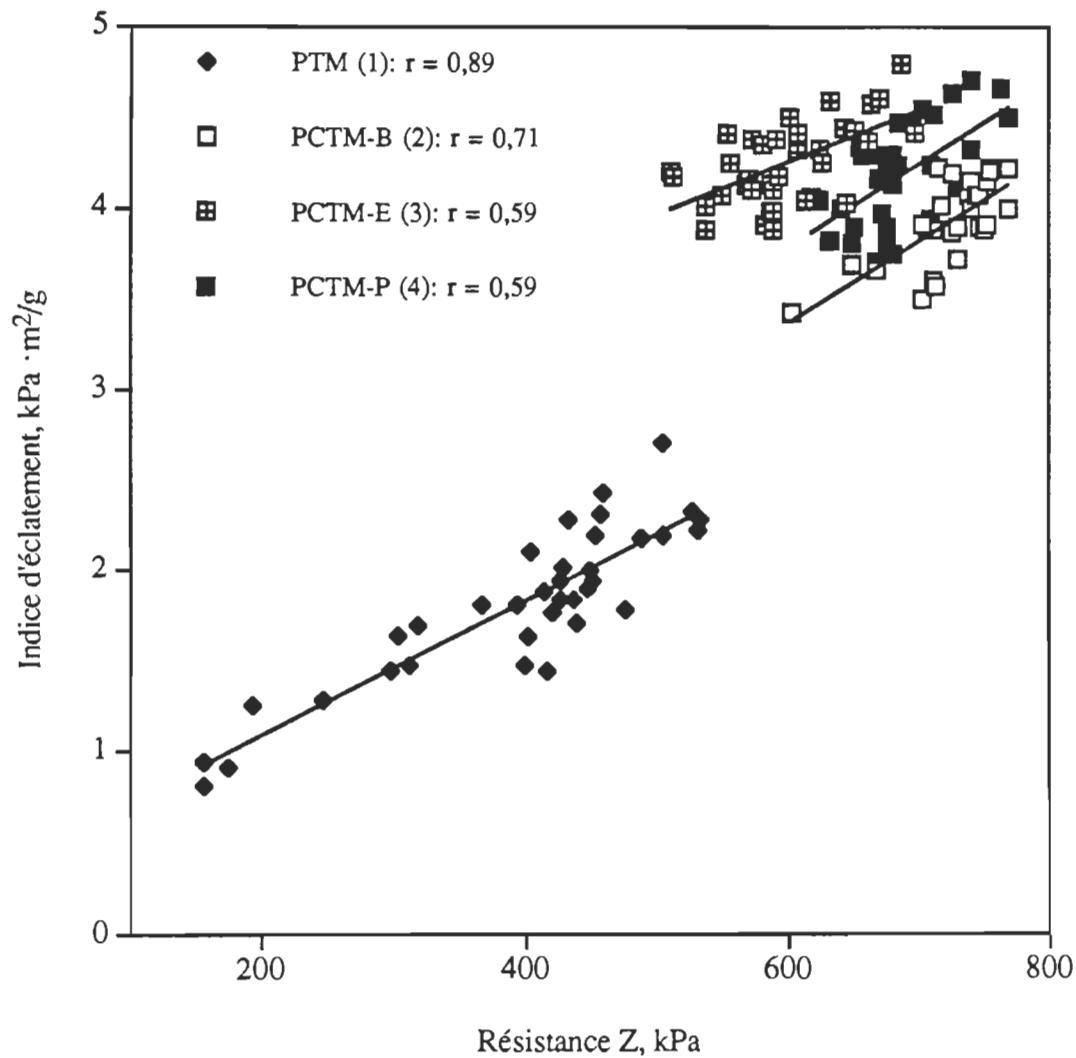
Le raffinage influence  $I_E$  et  $L_R$  des PHR et des PCK. L'augmentation du niveau de ce facteur entraîne des améliorations dans  $I_E$  et  $L_R$  (tableaux 3.17-3.18). Cette amélioration est généralement linéaire (tableau 3.6-3.10). Cependant, la réponse de  $I_E$  et  $L_R$  à ce facteur diffère d'une pâte à l'autre comme le montre la variation de  $\beta_1$ .

La température a des effets significatifs sur  $L_R$  et  $I_E$  des PHR (tableau 3.4). Cet effet est généralement linéaire et diffère d'une pâte à l'autre (tableaux 3.6-3.9). L'augmentation du niveau de ce facteur entraîne des améliorations de  $I_E$  (tableau 3.17) et  $L_R$  (tableau 3.18). Dans le cas des PCK (tableau 3.5), ce facteur n'agit ni sur  $L_R$  ni sur  $I_E$ .

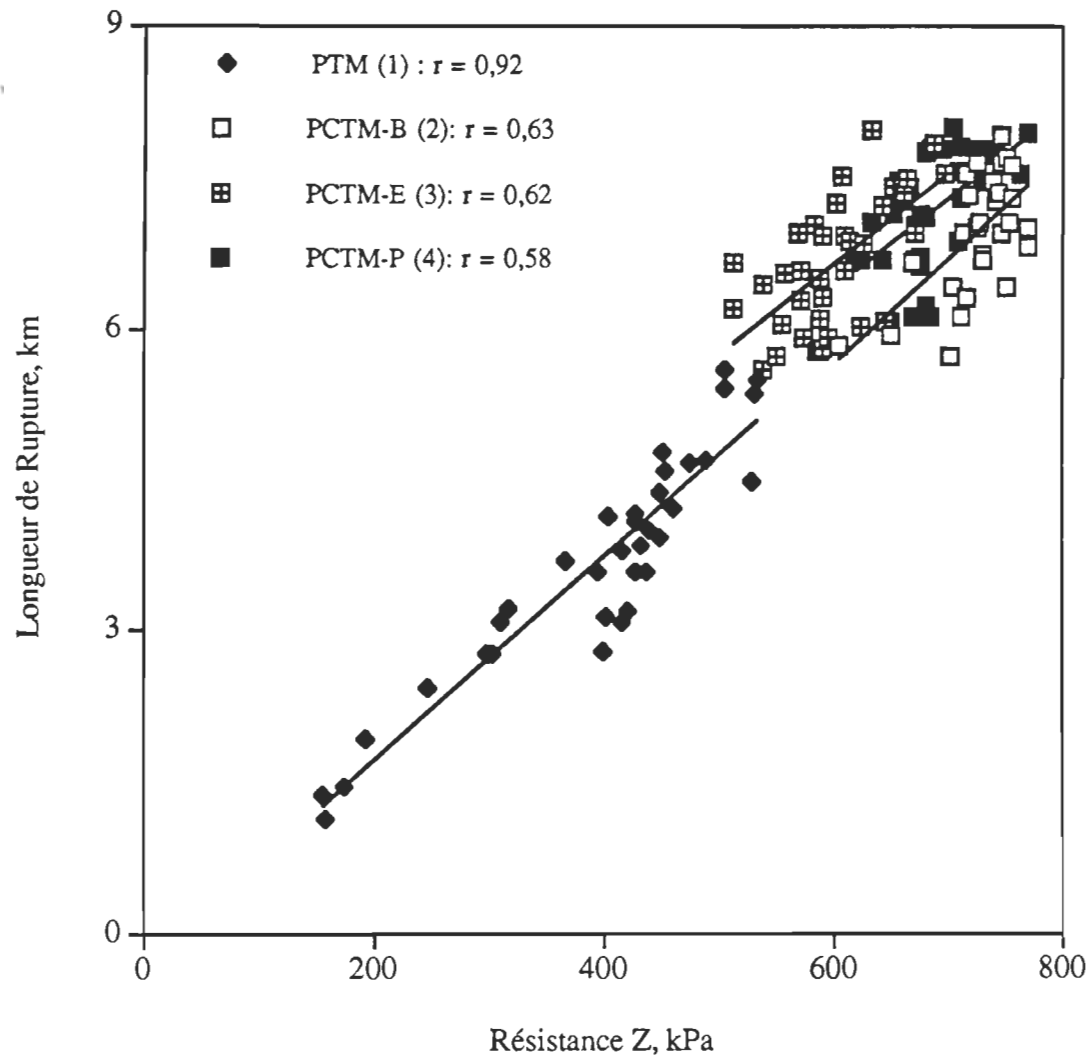
D'autre part, la pression a des effets significatifs sur  $L_R$  et  $I_E$  des PHR seulement. Dans ce cas, la réponse de  $L_R$  et  $I_E$  diffère d'une pâte à l'autre (tableaux 3.6-3.9). La comparaison entre les moyennes montre que l'augmentation des niveaux de ce facteur entraîne des améliorations de  $I_E$  (tableau 3.17) et  $L_R$  (tableau 3.18).

Les effets des traitements sur la résistance des liaisons expliquent en partie les variations de  $I_E$  et  $L_R$ . En effet, les figures 3.21-3.23 montrent que  $I_E$  et  $L_R$  augmentent avec l'augmentation de  $R_Z$  des PHR et des PCK. Cependant, on observe une dispersion des points expérimentaux relativement élevée pour toutes les pâtes. Cette dispersion s'explique par:

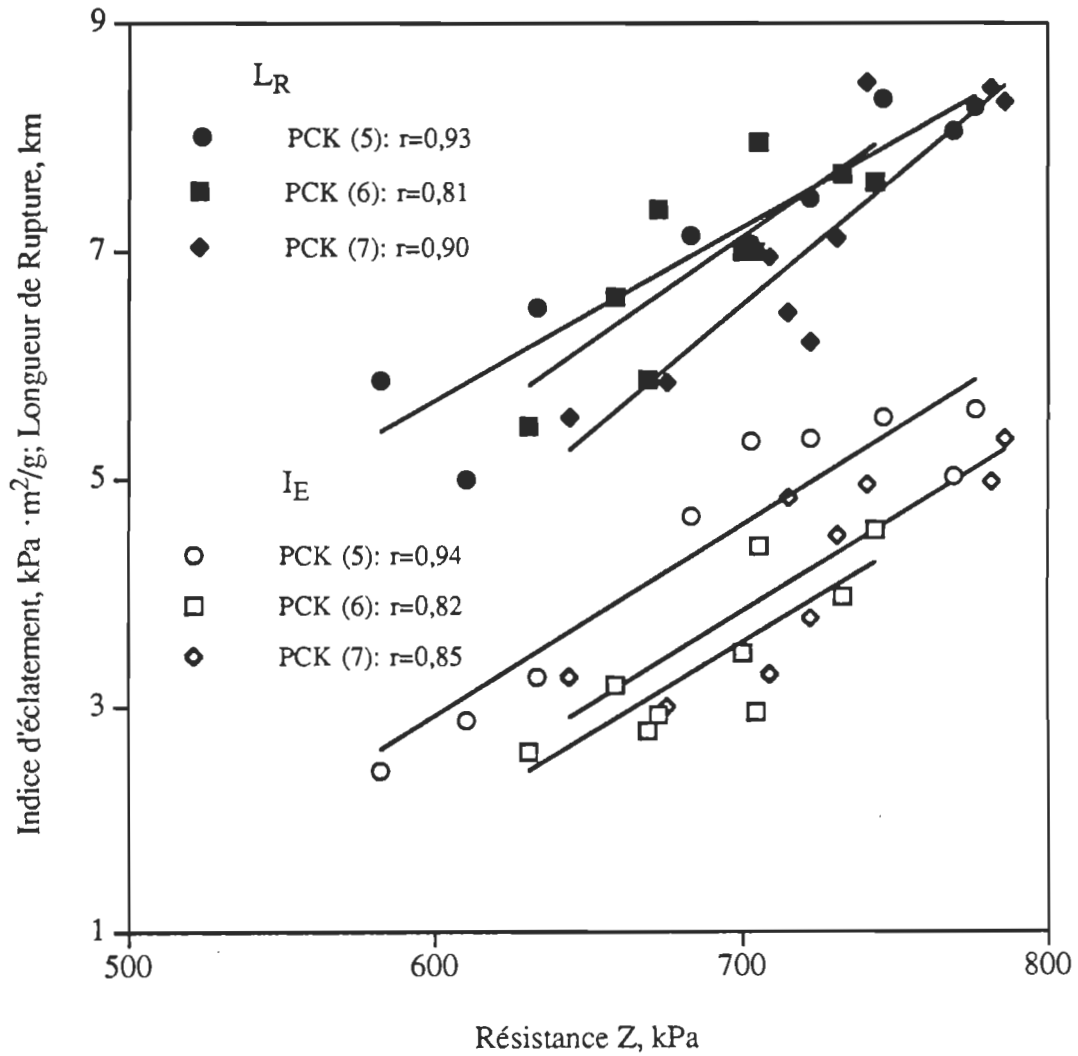
1. La réponse de  $I_E$  et  $L_R$  diffère d'un traitement à l'autre.
2. Les erreurs associées à la mesure de  $R_Z$ ,  $L_R$  et  $I_E$ .
3. La résistance des liaisons n'est pas le seul facteur qui détermine  $L_R$  et  $I_E$ . Les propriétés morphologiques et la résistance intrinsèque de la fibre peuvent avoir une influence sur ces deux propriétés.



**Figure 3.21** Variation de l'indice d'éclatement avec la résistance Z des PHR.



**Figure 3.22** Variation de l'indice d'éclatement avec la résistance Z des PHR.



**Figure 3.23**

Variation de l'indice d'éclatement et de la longueur de la rupture en fonction de la résistance Z des PCK.

Les figures 3.21 et 3.22 montrent que les courbes de variation de  $L_R$  et  $I_E$  en fonction de  $R_Z$  des PCTM d'épinette sont supérieures à celles du bouleau et du peuplier. Ceci montre que la longueur moyenne des fibres joue un rôle dans le développement de  $I_E$  et  $L_R$ . La variation de  $\bar{L}$  à l'intérieur d'une pâte donnée est relativement faible (tableau 3.1). Par conséquent, il est impossible d'isoler son effet sur  $I_E$  et  $L_R$ .

D'autre part, les courbes des PCTM de peuplier sont supérieures à celles des PCTM du bouleau. Les variations dans  $R_I$  de ces pâtes pourraient expliquer en partie ce résultat. En effet,  $R_I$  des PCTM de tremble est supérieure à celle des PCTM de bouleau (tableau 3.15). Par contre, on n'a pu isoler l'effet de  $R_I$  sur  $I_E$  et  $L_R$  à cause de sa faible variation à l'intérieur des pâtes comparativement à la variation de  $R_Z$ .

#### *Module d'élasticité ( $M_E$ )*

L'ANOVA montre que contrairement aux PCK (tableau 3.5), le  $M_E$  des PHR varie d'une pâte à l'autre (tableau 3.4). Cette variation s'explique principalement par la variation dans la flexibilité des fibres. En effet, la PTM à fibres rigides montre un  $M_E$  moyen très faible comparativement à celui des PCTM (tableau 3.19).

Parmi les traitements appliqués, le raffinage et la température du PSS ont des effets significatifs sur le  $M_E$  des PHR (tableau 3.4). L'augmentation des niveaux de ces traitements entraîne un accroissement significatif de  $M_E$ . Dans le cas des PCK, seule la température du PSS a un effet significatif sur cette propriété (tableau 3.5). L'augmentation du niveau de ce traitement améliore aussi le  $M_E$  (tableau 3.19).

#### *Longueur de rupture humide ( $L_{Rh}$ )*

L'ANOVA montre que contrairement aux PCK (tableau 3.5), la variation des blocs a un effet significatif sur  $L_{Rh}$  des PHR (tableau 3.4). La comparaison entre les moyennes des pâtes (tableau 3.20) montre qu'il y a deux classes de  $L_{Rh}$ . Les pâtes de la classe A incluent

les PCTM de bouleau et de peuplier alors que celles de la classe B incluent les PTM et PCTM de résineux.

Le raffinage a des effets significatifs sur  $L_{Rh}$  des PHR et des PCK. L'augmentation du niveau de ce facteur améliore  $L_{Rh}$  (tableau 3.20). Il y a deux théories qui expliquent cette amélioration:

**Tableau 3.19:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes du module d'élasticité ( $M_E$ ).

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	1050D	Faible	3200B	3240C	3390A
	2	4240B	Moyen	3650A	3500B	3450A
	3	3600C	Élevé	3580A	3680A	3570A
	4	4630A				
PCK	5	5200A	Faible	5240A	4220C	5000A
	6	4980A	Moyen	4950A	5260B	5140A
	7	5070A	Élevé	5070A	5780A	5120A

**Tableau 3.20:** Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes de la longueur de rupture humide ( $L_{Rh}$ ).

Type de pâte	Code		Traitements			
			Niveau	Raffinage	Température	Pression
PHR	1	108B	Faible	98C	98C	117B
	2	133A	Moyen	128B	118B	118B
	3	109B	Élevé	142A	152A	133A
	4	141A				
PCK	5	161A	Faible	125C	143B	156A
	6	152A	Moyen	167B	161B	161A
	7	1734A	Élevé	195A	183A	167A

1. La tension superficielle de l'eau est le principal responsable de la résistance des liaisons entre les fibres humides (21). Par conséquent, on peut affirmer que l'amélioration de la flexibilité des fibres par le raffinage se traduit par une plus grande surface de contact entre les éléments fibreux humides. La tension superficielle agit alors sur une plus grande surface et la force qui tient deux fibres ensemble est alors plus élevée.
2. Les études de Nanko et al. (35) ont montré que le raffinage change la structure des liaisons entre deux fibres adjacentes par la création d'une couche de liaisons formée de fibrilles et de fines. Les chevauchements entre les fibrilles de deux fibres adjacentes forment une sorte d'adhésion mécanique qui se traduit par une augmentation dans le coefficient de friction de ces deux fibres. Ce qui peut expliquer en partie l'augmentation de la résistance humide par le raffinage.

L'ANOVA montre également que la température a un effet significatif sur  $L_{Rh}$  de l'ensemble des PHR et des PCK. Une température de PSS plus élevée donne un meilleur  $L_{Rh}$  (tableau 3.20). La figure 3.24 supporte cette affirmation en montrant que  $L_{Rh}$  augmente avec la température de séchage. Le modèle de variation pour l'ensemble des pâtes se caractérise par une légère augmentation jusqu'à 140°C suivi d'une augmentation quasi exponentielle de  $L_{Rh}$  à 175°C. Cette tendance s'explique par l'une ou la combinaison des deux hypothèses suivantes:

1. L'écoulement de la lignine qui par son caractère hydrophobe protège les liaisons hydrogènes déjà formées de l'action de l'eau (112-113). Cette explication est valable pour justifier les  $L_{Rh}$  élevés des FPSS à une température de 175°C. Par contre, elle ne peut expliquer l'amélioration de  $L_{Rh}$  par un traitement thermique à 105°C et 140°C par rapport aux FSTD ( $T=25^\circ\text{C}$ ). En effet, à ces températures il n'y a pas d'écoulement de la lignine compte tenu que sa température de transition

vitreuse est à peine dépassée. L'augmentation de la surface de contact entre les fibres par le PSS est une explication logique.

2. La possibilité de création de liaisons covalentes après oxydation des hydrates de carbone par l'action de la température et en présence de l'oxygène (13). Ce type de liaison est résistant à l'humidité.

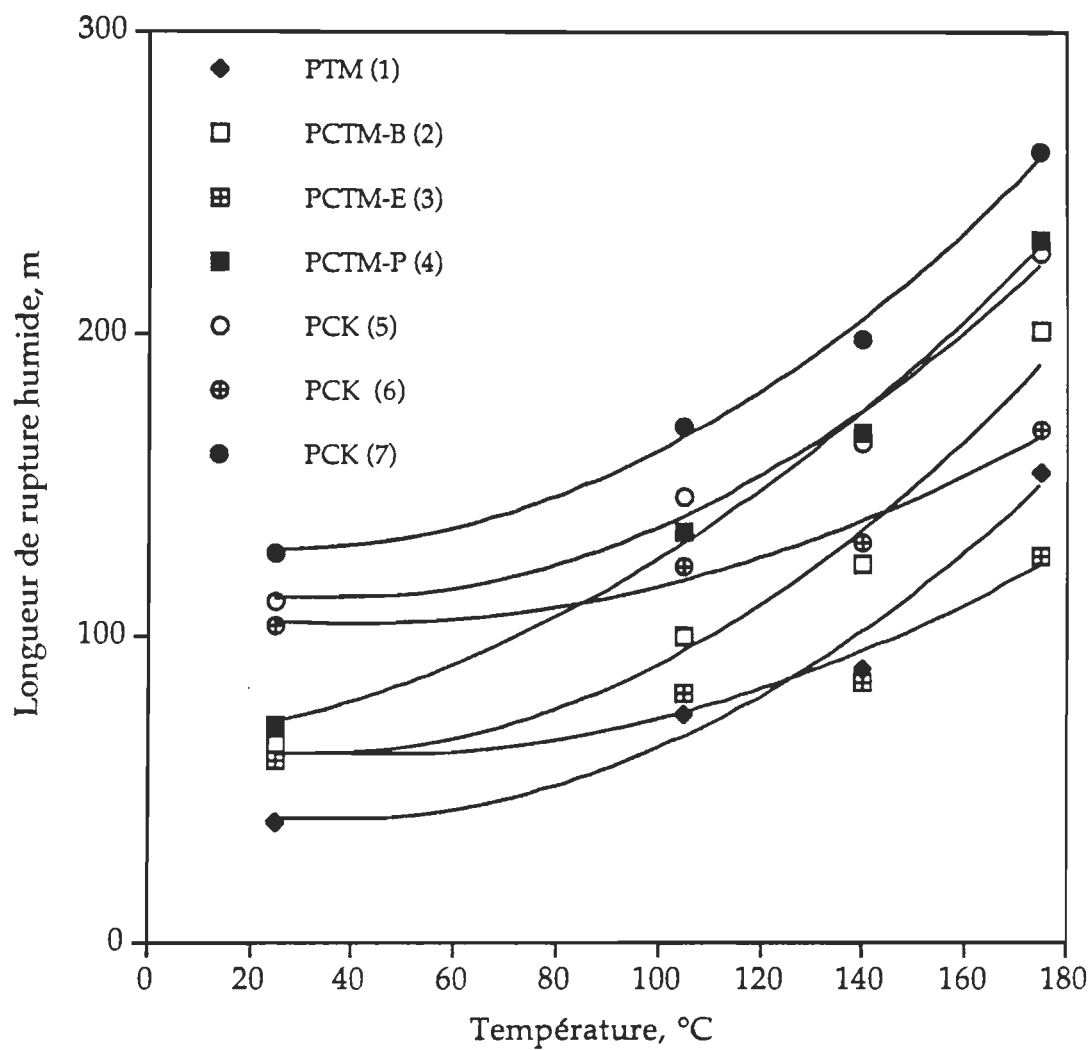
D'autre part, l'ANOVA montre que contrairement aux PCK (tableau 3.5), la pression influence d'une façon significative  $L_{Rh}$  des PHR (tableau 3.4). L'effet de ce facteur diffère d'une pâte à l'autre (tableaux 3.6-3.9).

#### **3.4.6 Propriétés optiques**

L'ANOVA (tableau 3.4) montre que la blancheur ( $B_L$ ), l'opacité ( $O_P$ ) et le coefficient de dispersion de lumière ( $C_{DL}$ ) diffèrent d'une pâte à l'autre. Ceci est normal compte tenu des différences dans les propriétés optiques des pâtes avant les traitements. Le raffinage, la température et la pression ont des effets significatifs sur  $B_L$  des PHR. L'augmentation des niveaux de chacun des facteurs diminue  $B_L$  (tableau 3.21). D'autre part, le raffinage et la pression ont des effets significatifs sur  $O_P$  (tableau 3.4). L'augmentation des niveaux de ces traitements diminue légèrement  $O_P$  (tableau 3.21).

Le coefficient de dispersion ( $C_{DL}$ ) des feuilles de laboratoire indique l'étendu de la surface des fibres non liées (5). L'ensemble des traitements appliqués influe significativement sur cette propriété (tableau 3.4). L'augmentation du niveau de chaque traitement diminue  $C_{DL}$  (tableau 3.21). Cette diminution s'explique par l'augmentation de la surface de contact entre les fibres. En effet, la relation entre le  $C_{DL}$  et la surface liée dans une feuille est très étroite (5-6; 14; 43; 104-106).





**Figure 3.24** Effet de la température de PSS sur  $L_{Rh}$  à des conditions constantes de raffinage et de pressage.

**Tableau 3.21: Test de Waller-Duncan pour la comparaison entre les moyennes des propriétés optiques des PHR.**

Traitement		Propriété		
	Niveau	BL, %	Op, %	C <sub>DL</sub> , m <sup>2</sup> /kg
Raffinage	Faible	66,5A	73,7A	24,8A
	Moyen	66,9A	72,3B	23,3B
	Élevé	65,5A	71,7B	22,3C
Température	Faible	67,7A	72,9A	24,7A
	Moyen	66,1B	72,4A	23,0B
	Élevé	65,1C	72,5A	22,6B
Pression	Faible	67,0A	73,5A	24,6A
	Moyen	66,5A	72,7A	23,5B
	Élevé	65,4A	71,6B	22,3C

### 3.5 Analyse des effets du PSS sur la chimie de surface par spectroscopie des photoélectrons

L'exploitation des spectres de survol des échantillons analysés par spectroscopie des photoélectrons permet de calculer les concentrations apparentes pour les éléments détectés à leur surface. Le tableau 3.22 présente ces concentrations et l'incertitude statistique ( $\pm s$ ) associée à leur mesure.

La figure 3.25 montre un exemple des spectres de survol des échantillons de papier analysés alors que les figures 3.26 et 3.27 montrent des exemples de spectre de carbone C<sub>1s</sub> et d'oxygène O<sub>1s</sub>, respectivement.

Le tableau 3.23 présente les composantes du spectre C<sub>1s</sub>. On y présente l'énergie des liaisons ( $E_1$ ) des composantes C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub> et C<sub>3</sub>, la largeur du pic au milieu de la hauteur ( $\Delta$ ) et les intensités de chaque composante (I). On a corrigé les énergies de liaisons en attribuant à C<sub>1</sub> la valeur de 285eV. Les pics trouvés à cette valeur varient de 286,6 à 286,8eV et de 288,55 à 288,8eV pour les composantes C<sub>2</sub> et C<sub>3</sub>, respectivement.

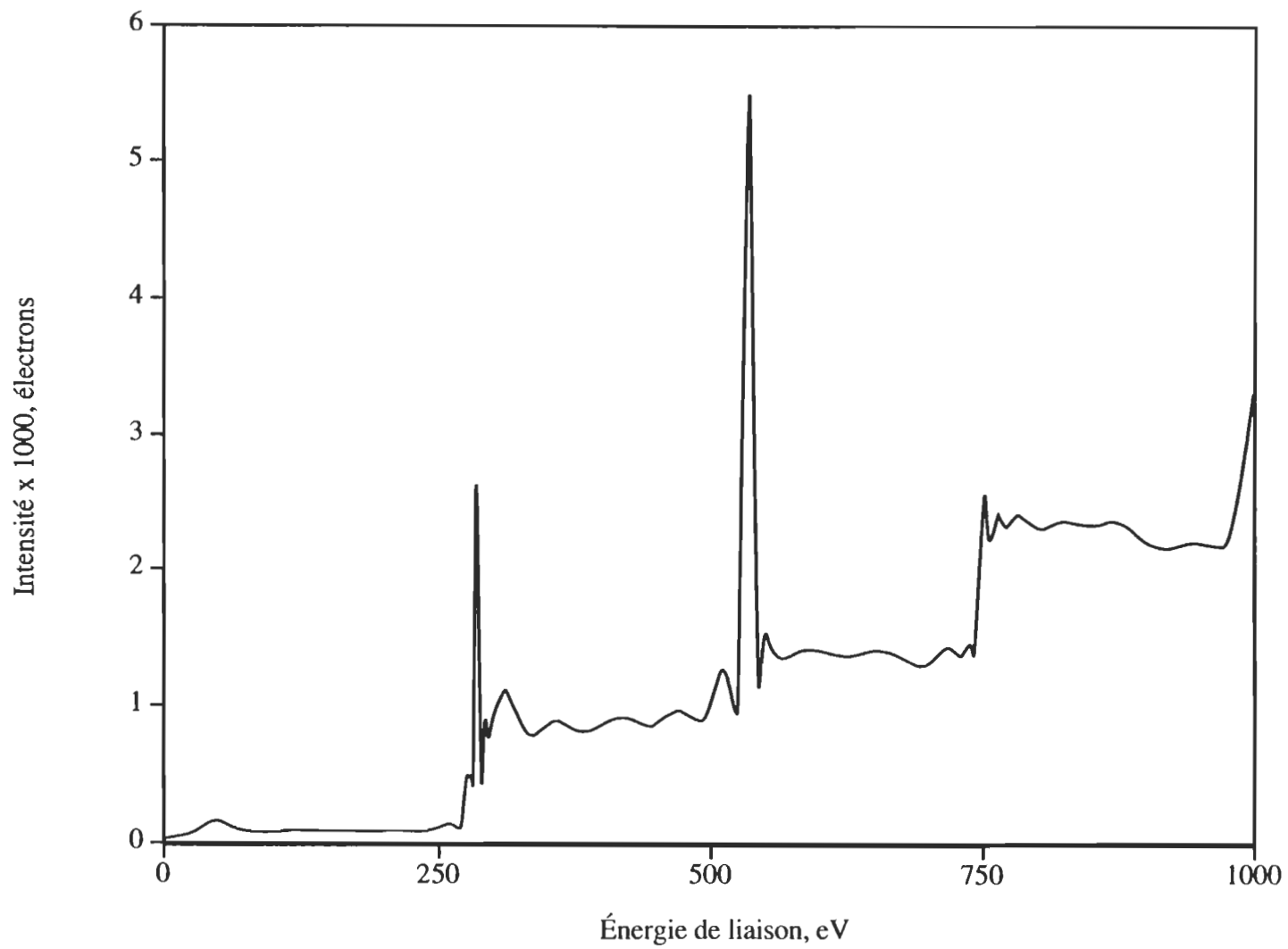
**Tableau 3.22** Concentrations apparentes des éléments détectés à la surface des fibres.

Code	Concentrations apparentes en % atomique ( $\pm$ s)							
	Al	S	Si	N	Ca	Cl	C	O
2000	0,4 (0,1)	-	-	-		0,2 (0,04)	64,5 (0,2)	34,6 (0,2)
2012	-	-	-	-		0,2 (0,04)	65 (0,2)	34,4 (0,2)
2022	-	-	-	0,4 (0,17)	0,26 (0,12)	0,2 (0,04)	65,2 (0,2)	33,8 (0,2)
2032	-	-	0,1 (0,07)	0,26 (0,12)	-	0,14 (0,03)	67 (0,2)	32,2 (0,2)
3000	-	-		-	-	0,1 (0,04)	65,1 (0,2)	34,5 (0,2)
3012	-	-	0,2 (0,08)	0,26 (0,12)	-	0,25 (0,04)	64,8 (0,2)	34,1 (0,2)
3022	-	-	0,3 (0,1)	-	-	0,10 (0,04)	64,7 (0,2)	34,5 (0,2)
3031	-	0,08 (0,04)	-	0,22 (0,1)	-	0,20 (0,04)	65,4 (0,2)	33,7 (0,2)
3032	-	-	-	0,40 (0,12)	-	0,30 (0,04)	66,6 (0,2)	32,4 (0,2)
3033	-	-	-	0,40 (0,15)	-	0,30 (0,05)	66,6 (0,2)	32,4 (0,2)

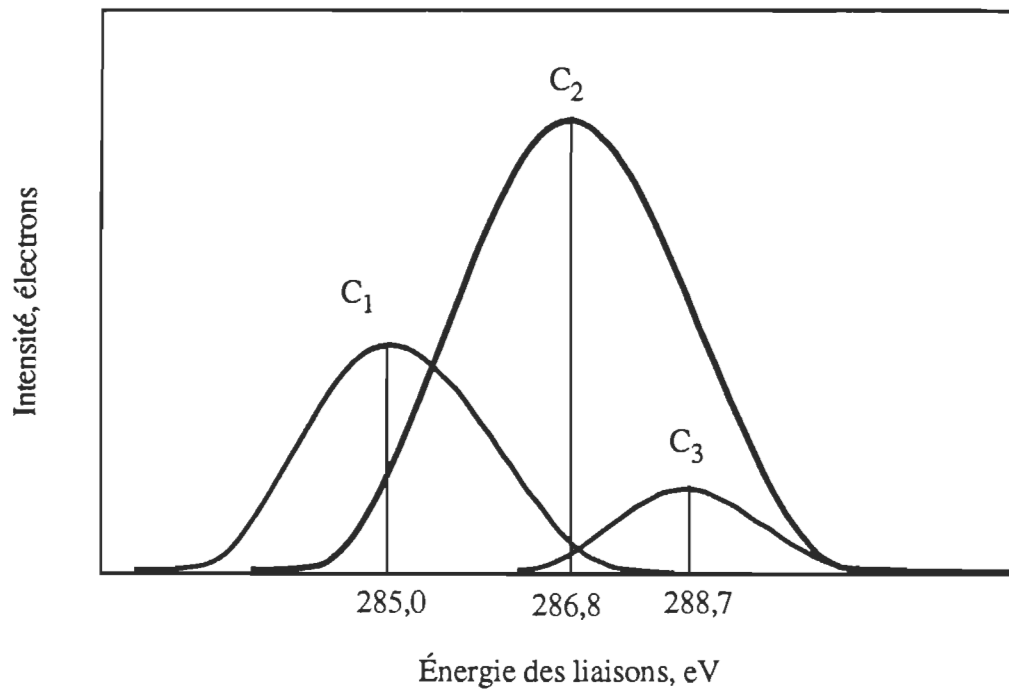
Le tableau 3.24 présente les paramètres relatifs aux synthèses du spectre d'oxygène  $O_{1s}$ . On y présente l'énergie des liaisons ( $E_1$ ) des composantes  $O_1$ , et  $O_2$ , la largeur du pic au milieu de la hauteur ( $\Delta$ ), et les intensités de chaque composante ( $I$ ).

#### *Analyse des spectres de carbone $C_{1s}$*

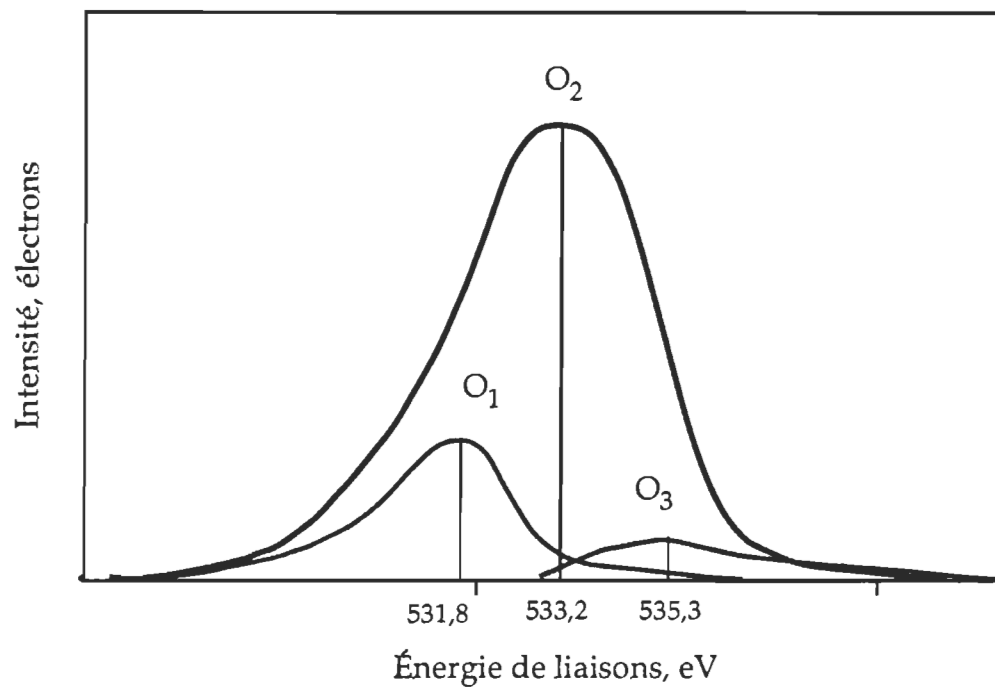
L'analyse des spectres de carbone obtenus par spectroscopie des photoélectrons montre des pics à 285 eV,  $286,8 \pm 0,1$  eV et  $288,7 \pm 0,2$  eV. Ces pics sont attribuables sans ambiguïté aux composantes  $C_1$ ,  $C_2$  et  $C_3$  (134):



**Figure 3.25** Exemple de spectre de survol donné par la spectroscopie des photoélectrons.



**Figure 3.26** Exemple de synthèse de spectre de carbone



**Figure 3.27** Exemple de synthèse de spectre d'oxygène

**Tableau 3.23 Paramètres relatifs à la synthèse des spectres de carbone C<sub>1s</sub>.**

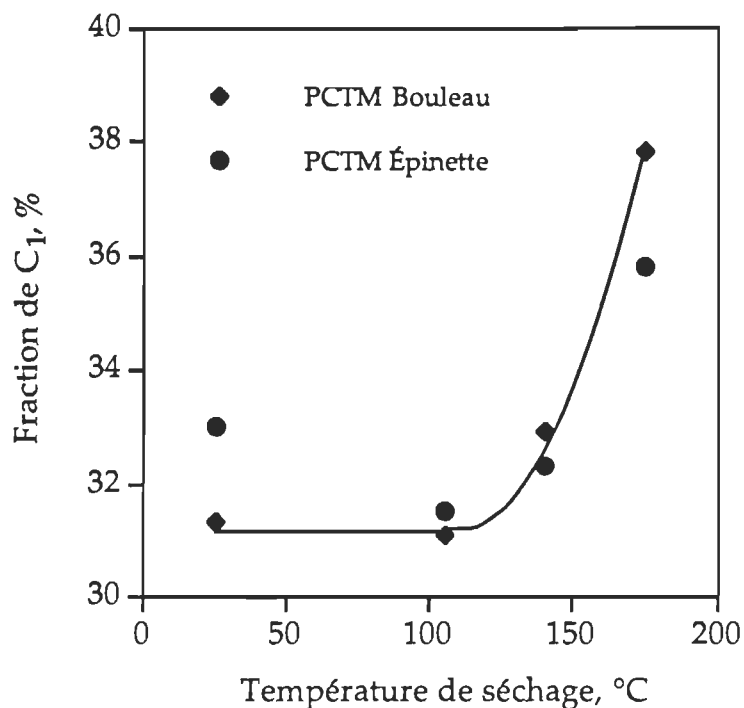
Code	Composantes de C <sub>1s</sub>														
	X			C <sub>1</sub>			C <sub>2</sub>			C <sub>3</sub>			Y		
	E <sub>1</sub>	Δ	I %	E <sub>1</sub>	Δ	I %	E <sub>1</sub>	Δ	I %	E <sub>1</sub>	Δ	I %	E <sub>1</sub>	Δ	I %
2000	283	1,6	0,7	285	1,9	31,3	286,8	1,9	61,6	288,7	1,6	5,9	291,9	2,1	0,4
2012	-	-	-	285	2,0	31,1	286,8	1,9	63,8	288,8	1,6	4,6	291,9	2,3	0,4
2022	-	-	-	285	2,05	32,9	286,7	2,0	61,7	288,8	1,6	4,9	291,9	2,1	0,5
2032	282,6	-	0,3	285	2,0	37,8	286,7	1,85	56,0	288,6	1,6	5,6	291,7	2,1	0,3
3000	-	-	-	285	2,0	33,0	286,8	1,9	61,3	288,7	1,6	5,4	291,8	2,1	0,3
3012	-	-	-	285	1,9	31,5	286,9	1,9	64,8	288,8	1,4	3,7	-	-	-
3022	283	1,5	0,5	285	1,9	32,3	286,8	1,8	59,8	288,5	1,7	7,4	-	-	-
3031	282,4	1,95	0,35	285	1,8	31,3	286,8	1,9	62,6	288,7	1,55	5,4	291,4	2,2	0,35
3032	-	-	-	285	2,0	35,8	286,8	1,9	59,2	288,7	1,6	4,8	292,3	2,1	0,13
3033	-	-	-	285	1,95	38,6	286,8	1,8	55,1	288,55	1,6	6,3	-	-	-

**Tableau 3.24 Paramètres relatifs à la synthèse des spectres d'oxygène.**

Code	Composantes de O <sub>1s</sub>								
	O <sub>1</sub>			O <sub>2</sub>			O <sub>3</sub>		
	E <sub>1</sub>	Δ	I %	E <sub>1</sub>	Δ	I %	E <sub>1</sub>	Δ	I %
2000	531,8	1,94	11,5	533,3	1,94	86,8	535,2	1,94	1,7
2012	531,85	1,91	12,3	533,3	1,91	85,2	535,1	1,91	2,5
2022	531,7	1,95	11,8	533,3	1,95	86,8	535,2	1,95	1,3
2032	531,6	1,94	11,1	533,2	1,94	85,7	535,2	1,94	1,4
3000	531,7	1,94	10,2	533,3	1,94	88,5	535,5	1,94	1,3
3012	531,8	1,93	10,2	533,3	1,93	88,6	535,4	1,93	1,2
3022	531,7	1,92	9,1	533,2	1,92	89,5	535,3	1,92	1,4
3031	531,8	1,87	11,1	533,3	1,87	85,6	534,9	1,87	3,3
3032	531,7	1,91	12,7	533,2	1,91	84,6	535,0	1,91	2,8
3033	531,7	1,90	12,0	533,2	1,90	85,1	534,8	1,90	2,9

1. C<sub>1</sub> correspond aux carbones liés à l'hydrogène (-C-H) ou au carbone (-C-C), cette composante est associée à la lignine et aux extractibles (134-136).
2. C<sub>2</sub> correspond au carbones liés à un oxygène par liaison simple (-C-O), cette composante est associée aux hydrates de carbone et à la lignine (134).
3. C<sub>3</sub> est associée à la cellulose et correspond aux carbones liés à deux oxygènes non-carbonyles (-C< $\overset{\text{O}}$ ) ou à un oxygène carbonyle simple (-C=O) (134-136).

La figures 3.28 montre la tendance de variation de la fraction de C<sub>1</sub> avec la température de séchage. On n'observe aucune variation significative entre 25°C et 140°C. Par la suite, la fraction de C<sub>1</sub> augmente considérablement à 175°C. Compte tenu de l'association de C<sub>1</sub> à la lignine et aux extractibles, la présence de l'un de ces produits à la surface des fibres explique cette augmentation. La lignine est un candidat logique compte tenu de sa température de transition vitreuse. En effet, à 175°C on dépasse largement cette température ce qui cause l'écoulement de la lignine.



**Figure 3.28** Effet de la température de séchage sur la fraction de C<sub>1</sub> des PCTM.

Il faut noter que dans cette illustration (figure 3.28), l'échantillon d'épinette séché à 25°C s'écarte légèrement de la tendance. Les erreurs expérimentales et la différence dans la composition chimique à la surface des fibres des deux échantillons peuvent expliquer cette différence.

La figure 3.29 montre que la fraction de C<sub>2</sub> augmente légèrement avec la température de séchage pour atteindre un maximum entre 105°C et 140°C. Par la suite, elle diminue considérablement à 175°C. Si on associe l'augmentation de C<sub>1</sub> à la présence de la lignine à la surface des fibres, la diminution de C<sub>2</sub> montre que le contenu en hydrates de carbone à cette surface a diminué.



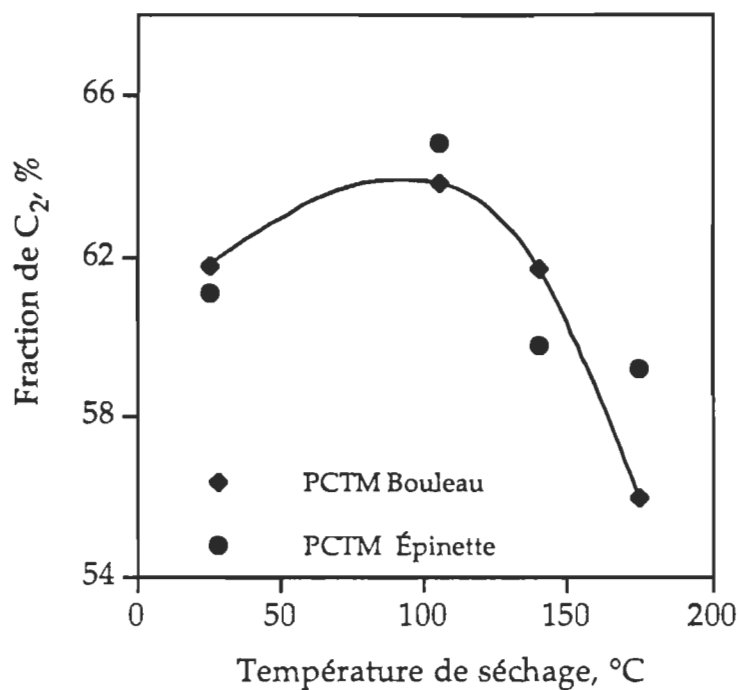
D'autre part, il n'y a aucune variation significative de la fraction de  $C_3$  avec la température. Compte tenu de l'association de cette composante à la cellulose on peut affirmer que dans l'étendu utilisé, la température du séchage n'a pas d'effet significatif sur le contenu en cellulose à la surface des fibres.

Le temps de séchage joue également un rôle important dans la variation de la composition chimique à la surface des fibres. En effet, la figure 3.30 montre qu'à 175°C, la fraction de  $C_1$  augmente, alors que celle de  $C_2$  diminue avec l'augmentation du temps de séchage. Ceci suggère qu'une exposition prolongée à la température diminue la concentration en hydrates de carbone et augmente la teneur en lignine à la surface des fibres. D'autre part, la constance de  $C_3$  montre que le temps de séchage n'a pas d'effet sur la teneur en cellulose à la surface des fibres.

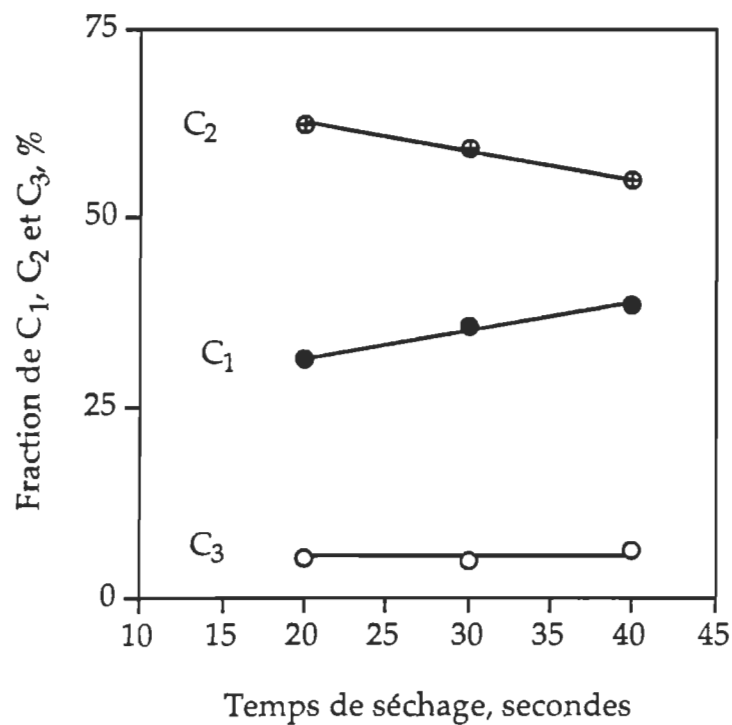
#### *Analyse des spectres d'oxygène*

Peu de chercheurs ont discuté des spectres d'oxygène à la surface des fibres de bois (134; 137; 139). En effet, il est difficile de prédire les pics d'oxygène et de les associer à des composantes spécifiques comme les pics de carbone. Ceci s'explique par l'interaction directe ou indirecte de substituants électro-négatifs et polaires avec l'oxygène. De plus, il est difficile de distinguer entre les liaisons simples et doubles entre cet atome et le carbone.

Ahmed et al. (134) ont suggéré la décomposition de ce pic en le comparant avec des modèles connus. À titre d'exemple, dans le papier Whatman on ne rapporte qu'un seul pic et on attribue tous les atomes d'oxygène de la cellulose à la composante  $O_2$ . L'énergie de liaison de cette dernière est d'environ 533,2eV. De la même façon, les spectres du O-Béphénol permettent d'attribuer les oxygènes phénoliques à la composante  $O_3$ . L'énergie de liaison de cette composante est d'environ  $534,3 \pm 0,4$  eV.



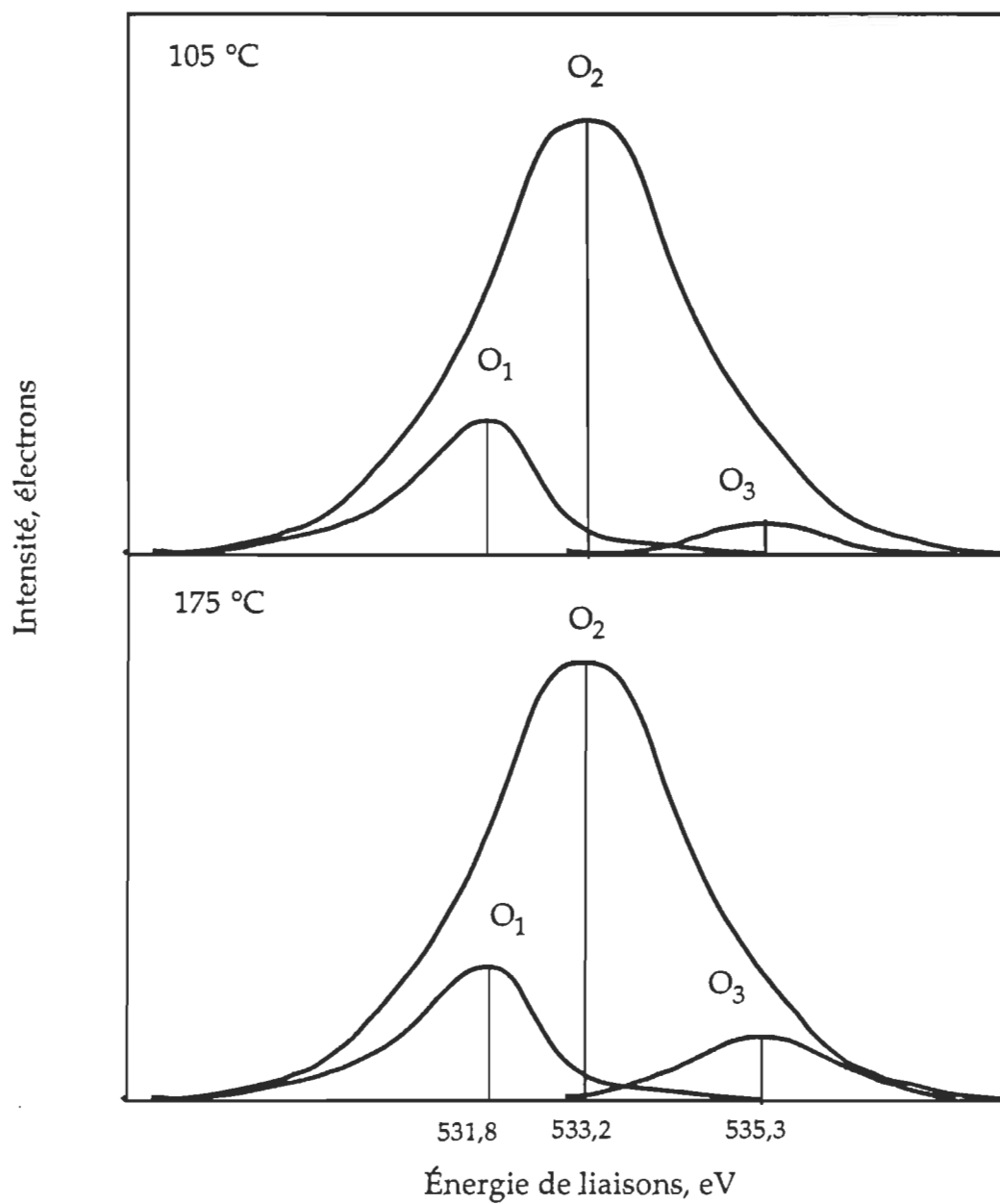
**Figure 3.29** Effet de la température de séchage sur la fraction de C<sub>2</sub> des PCTM.



**Figure 3.30** Effet du temps de séchage à 175°C sur les fractions de C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, et C<sub>3</sub>.

La composante  $O_1$  possède une énergie de liaison d'environ  $531,6 \pm 0,4$  eV. Ahmed et al. (134) ont attribué cette composante aux atomes d'oxygène entre deux groupements phénoliques. Kamdem et al. (139) ont suggéré que le pic de  $O_1$  provienne d'un oxygène lié à un carbone par une liaison double ou d'un oxygène kétonique comme celui des acrylates, des acétates et des acides polyacryliques. Hua et al. (138) ont suggéré que les atomes d'oxygène des hémicelluloses aient un environnement chimique semblable à celui de la cellulose. Par conséquent, toute augmentation dans la surface de  $O_1$  indique une diminution du contenu en hydrates de carbone et une augmentation dans les autres composantes à la surface des fibres soit la lignine et les extractibles. Cette observation rejoint celle de Barry et al. (140) qui stipule que l'élimination de la lignine et des extractibles à la surface des fibres par traitements chimiques diminue la fraction de  $O_1$  et augmente celle de  $O_2$ . La cellulose et les hémicelluloses sont alors plus exposées à la surface des fibres.

L'analyse des spectres d'oxygène des différents échantillons donne à la composante  $O_2$  une énergie de liaison de  $533,2 \pm 0,1$  (tableau 3.24). Cette valeur est en accord avec la valeur de 533,2 eV utilisée pour la correction en énergie montrant l'excellente cohérence d'ensemble. La composante  $O_1$  a une énergie de liaison d'environ  $531,7 \pm 0,2$  eV. Cette valeur est en accord avec ceux rapportés dans la littérature (138-139; 141). D'autre part, la composante  $O_3$  possède une énergie de liaison de  $535,3 \pm 0,4$  eV. Cette valeur est du même ordre de grandeur que ceux rapportées pour la composante  $O_3$  (134). L'intensité de cette composante est négligeable pour la plupart des échantillons analysés à l'exception de ceux de la PCTM de l'épinette séchée à une température de  $175^\circ\text{C}$ . Dans ce cas, l'intensité de  $O_3$  est significative. La figure 3.31 illustre la différence entre la synthèse des spectres d'échantillons de PCTM d'épinette séchés à  $105^\circ\text{C}$  et  $175^\circ\text{C}$ , respectivement.



**Figure 3.31** Synthèse de spectres d'oxygène d'échantillons de papier séchés à des températures de 105°C et 175°C.

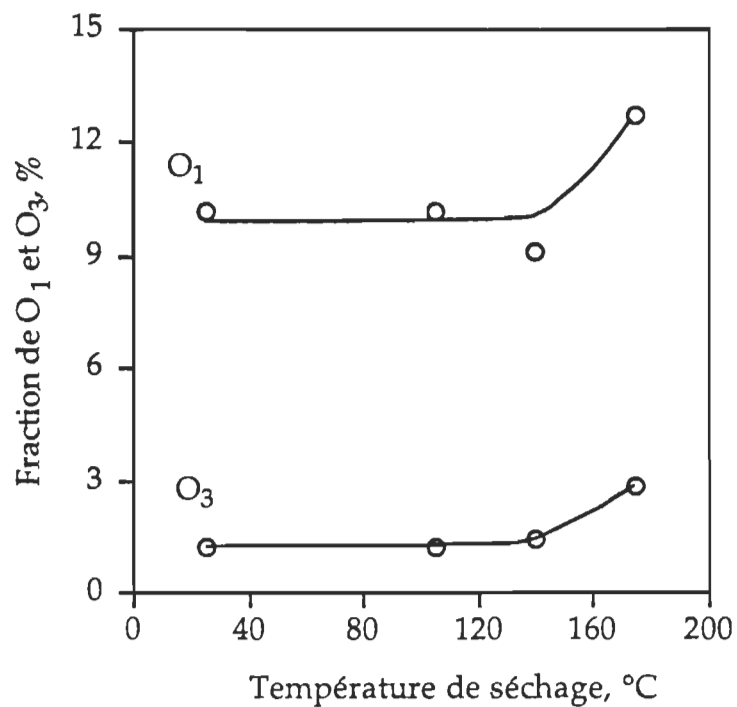
La température n'a montré aucun effet significatif sur les fractions de  $O_1$  et  $O_3$  à la surface des échantillons de la PCTM de bouleau. Par contre, l'analyse des spectres d'oxygène des échantillons de la PCTM d'épinette montre que les fractions de ces composantes sont constantes entre 25 et 140 °C. Par la suite, ils augmentent à 175°C (figure 3.32). Compte tenu de l'association de  $O_1$  aux atomes d'oxygène de la lignine et des extractibles (134; 138), on peut affirmer que le séchage du papier à 175°C entraîne une augmentation de leur contenu à la surface des fibres. D'autre part, l'association de  $O_3$  aux oxygènes phénoliques suggère la présence de la lignine à la surface des échantillons séchés à 175°C. Ces observations supportent l'hypothèse formulée suite à l'analyse des spectres de  $C_{1s}$ .

La figure 3.33 montre la tendance de variation de la fraction de  $O_2$  avec la température de séchage pour les échantillons de la PCTM d'épinette. Entre 25°C et 140°C, la fraction de  $O_2$  ne montre aucune variation significative. À 175 °C, on observe une diminution significative. Ce résultat suggère que la teneur en hémicelluloses à la surface des fibres ait diminué. Il faut noter que dans le cas des échantillons de la PCTM de bouleau, la fraction de  $O_2$  n'a montré aucune variation significative avec la température de séchage.

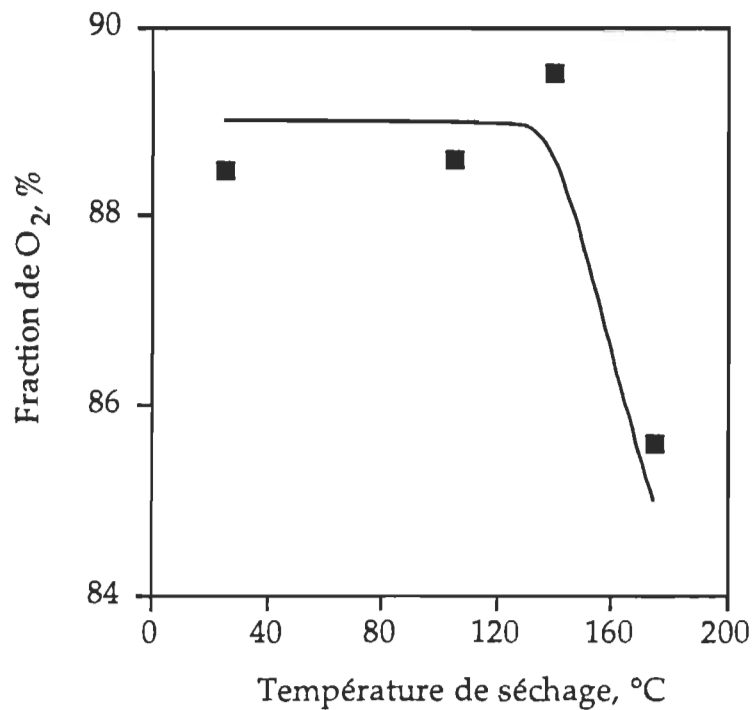
#### *Interprétation du rapport atomique O/C*

Un rapport atomique O/C élevé reflète une teneur élevée en cellulose et en hydrates de carbone à la surface des fibres. Par contre, un O/C faible indique que la teneur en lignine à la surface des fibres est élevée. À titre d'exemple, la spectroscopie des photoélectrons a montré que les papiers Whatman riches en cellulose possèdent un O/C d'environ 0,80 (140; 142) alors que la lignine possède un O/C qui varie de 0,25 à 0,40 (134-136; 143).

Le tableau 3.25 montre les rapports atomiques des différents échantillons analysés dans la présente étude et de ceux rapportés dans la littérature. Les valeurs de O/C des échantillons analysés dans la présente étude appartiennent toujours au même étendu des valeurs rapportées dans la littérature pour les PCTM (137; 140).



**Figure 3.32** Effet de la température de séchage sur la fraction de O<sub>1</sub> et O<sub>3</sub> à la surface des papiers issu de la PCTM d'épinette.



**Figure 3.33** Effet de la température de séchage sur la fraction de O<sub>2</sub> à la surface des papiers issu de la PCTM d'épinette.

**Tableau 3.25** Rapports atomiques O/C déterminés par spectroscopie des photoélectrons pour différents types de pâtes.

Échantillon	O/C	Références
PCTM de bouleau blanc séchée à 25°C.	0,54	ce travail
PCTM de bouleau blanc PSS à 105°C.	0,53	ce travail
PCTM de bouleau blanc PSS à 140°C.	0,51	ce travail
PCTM de bouleau blanc PSS à 175°C.	0,48	ce travail
PCTM d'épinette blanche séchée à 25°C.	0,53	ce travail
PCTM d'épinette blanche PSS à 105°C.	0,53	ce travail
PCTM d'épinette blanche PSS à 140°C.	0,53	ce travail
PCTM d'épinette blanche PSS à 175°C.	0,48	ce travail
Papier Whatman	0,79-0,83	140-142
PCTM	0,46-0,54	140
PCTM	0,37	137
Pâte mécanique du raffineur	0,47	144
Pâte mécanique de meule	0,49	144
PTM	0,44	144
Pâte chimique kraft blanchie	0,62-1,14	142
Pâte chimique au sulfite blanchie	0,73	142
Lignine	0,31-0,40	134

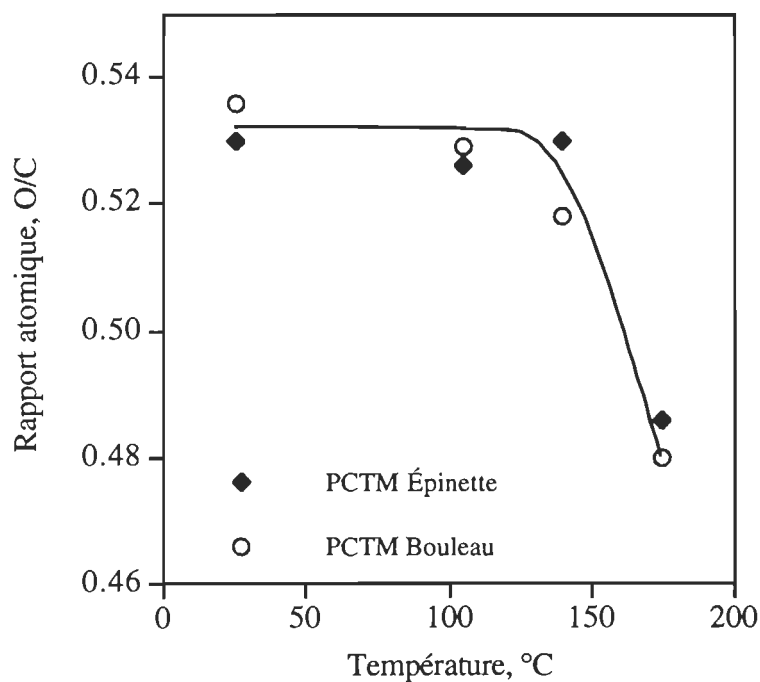
La figure 3.34 montre que le modèle de variation du rapport O/C avec la température de séchage est pratiquement le même pour les PCTM de bouleau et d'épinette. Ce rapport ne montre aucune variation significative entre 25°C et 140°C. Par la suite, O/C montre une diminution significative à 175°C.

La constance initiale de O/C s'explique par le fait qu'il n'y a pas de variation dans les écoulements des composantes de la fibre. En effet, à 25°C les hydrates de carbones amorphes de la fibre humide sont déjà plastifiés. Si on ne dépasse pas largement la température de transition vitreuse de la lignine, une augmentation de la température ne modifie pas la plasticité de cette composante. Or, à 140°C la température de transition vitreuse de la lignine à l'état humide est à peine dépassée (figure 1.7). Par conséquent, il

n' y a pas de variation dans les écoulements de la composante de la fibre entre 25°C et 140°C.

À 175°C, on dépasse la température de transition vitreuse de la lignine (figure 1.7). En présence de l'eau, la lignine est alors plastifiée et passe d'un état vitreux (sec) à un état caoutchouteux (hydraté). À cet état la lignine s'écoule et sa présence à la surface des fibres est abondante. Ceci explique l'importante diminution de O/C à 175°C. Ce résultat est en accord avec les conclusions tirées de l'analyse des spectres du carbone et d'oxygène.

Le temps de séchage n'a montré aucun effet significatif sur le rapport atomique O/C. Ceci s'explique par le fait que l'étendu de temps qu'on a utilisé est relativement faible pour tirer des conclusions sur cette variable.



**Figure 3.34** Effet de la température de séchage sur O/C des PCTM.



À la lumière de ces résultats, il est évident que la lignine est présente à la surface des fibres des feuilles séchées à 175°C. Par conséquent, l'importante augmentation de la longueur de rupture humide à cette température s'explique par l'action de la lignine qui par son caractère hydrophobe protège les liaisons hydrogènes déjà formées.

### 3.6 Effet du PSS sur la nature des liaisons

Les améliorations dans la résistance des liaisons par le PSS nous amènent à étudier la possibilité de changement dans la nature des liaisons fibre-à-fibre. En effet, cette amélioration peut être attribuée à l'augmentation dans la fréquence des liaisons hydrogènes, ou à la création de liaisons covalentes.

La vérification expérimentale de la dernière hypothèse est impossible. Cependant, la mesure de la résistance spécifique ( $R_{SL}$ ) des liaisons peut donner des indications sur l'existence de ce type de liaisons. En effet, le tableau 1.2 montre que l'énergie d'activation de ces liaisons est de 10 à 20 fois supérieure à celle de la liaison hydrogène. Par conséquent, les papiers où les liaisons fibre-à-fibre sont covalentes devront avoir une  $R_{SL}$  supérieure à celle des papiers où les liaisons sont du type hydrogène.

L'ANOVA a montré que les variables du PPSS n'ont aucun effet significatif sur  $R_{SL}$  (tableaux 3.4 et 3.5). De plus, les résultats du tableau 3.26 montrent que la  $R_{SL}$  des FPSS est du même ordre de grandeur que celle des FSTD. Par conséquent, on peut présumer que le PPSS ne change pas la nature des liaisons dans le papier.

Selon la théorie de Nissan (40) la liaison hydrogène est le mécanisme dominant de l'adhésion entre fibres cellulosiques. Cette affirmation n'exclue pas la possibilité d'existence d'autres types de liaisons telles que les liaisons covalentes, les forces de van der Waals et l'adhésion mécanique. La contribution de ces liaisons est faible comparativement à la contribution des liaisons hydrogènes.

**Tableau 3.26 Étendu de variation de la résistance spécifique des liaisons des différentes pâtes.**

Type de pâte	R <sub>SL</sub> calculé à partir de R <sub>Z</sub> , kPa		R <sub>SL</sub> calculé à partir de W <sub>A</sub> , J/m <sup>2</sup>	
	STD	PSS	STD	PSS
PTM (1)	821-1937	979-2183	271-504	242-412
PCTM-B (2)	1716-1912	1527-1799	201-311	277-323
PCTM-E (3)	1115-1469	1371-1806	192-220	180-226
PCTM-T (4)	1621-1898	1402-1766	204-231	243-296
PCK (5)	1205-1685	1399-1634	108-196	120-228
PCK (6)	1225-1650	1379-1588	98-146	108-196
PCK (7)	1484-1650	1445-1675	135-183	138-240

Dernièrement, Batten et Nissan (145-147) ont développé une théorie pour décrire les propriétés mécaniques du papier et des autres solides dont la liaison hydrogène est le mécanisme dominant de l'adhésion. Cette théorie suggère que la variation du module d'élasticité en fonction de la densité apparente des papiers ou des solides liés par la liaison hydrogène devrait suivre les modèles suivants (équations 3.2-3.4) selon leur surface liée ( $S_L$ ):

$$1. \quad S_L \leq 0,0822 \quad (\rho \leq 126,6 \text{ kg/m}^3):$$

$$E = 0 \quad [3.2]$$

$$2. \quad 0,0822 < S_L \leq 0,2322 \quad (126,6 \text{ kg/m}^3 < \rho \leq 357,6 \text{ kg/m}^3):$$

$$E = 0,2322\rho \left[ \frac{(S_L - 0,0822)}{0,15} \right]^{0,35} \left( \frac{\hat{E}}{\hat{\rho}} \right) \quad [3.3]$$

$$3. \quad 0,2322 < S_L \leq 1 \quad (357,6 \text{ kg/m}^3 < \rho \leq 1540 \text{ kg/m}^3):$$

$$E = \rho S_L \left( \frac{\hat{E}}{\hat{\rho}} \right) \quad [3.4]$$

où;

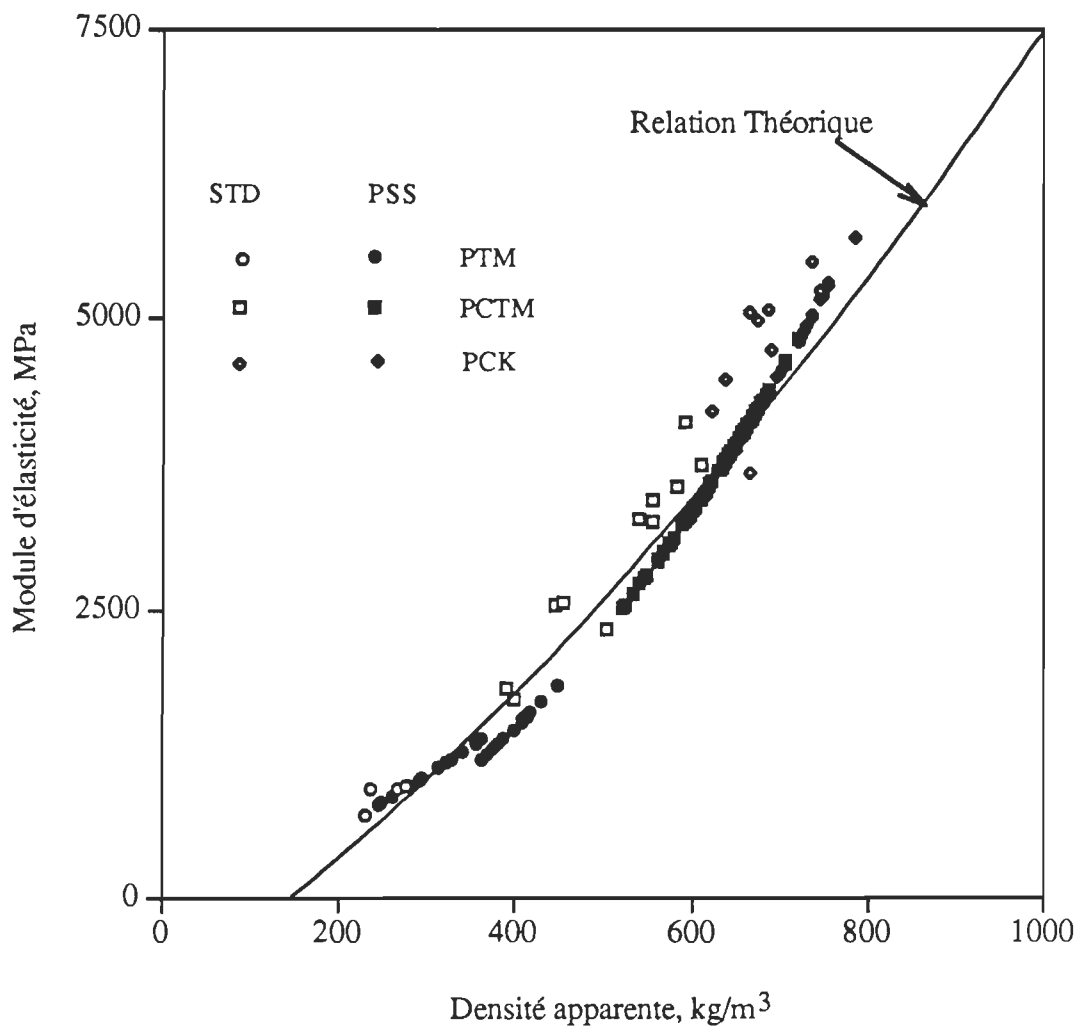
- E: Module d'élasticité de la feuille ou du solide;
- $S_L$ : surface liée déterminée selon l'équation 2.6;
- $\rho$ : densité apparente de la feuille ou du solide;
- $\hat{E}$ : valeur maximale du module d'élasticité d'une feuille cellulosique, isotropique à la densité de la cellulose cristalline;
- $\hat{\rho}$ : densité de la cellulose cristalline = 1540kg/m<sup>3</sup>.

La figure 3.35 montre le modèle de variation théorique suggéré par Nissan ainsi que les valeurs expérimentales de la présente étude. Ces valeurs tombent approximativement sur la même relation indépendamment du type de pâte et de la méthode de pressage et de séchage. L'ensemble de ces considérations suggère que la nature des liaisons dans le papier n'ait pas changé par le PSS. Par conséquent, on peut présumer que l'augmentation de la fréquence des liaisons hydrogènes est responsable de l'amélioration de la résistance des liaisons par le PSS.

D'autre part, la spectroscopie des photoélectrons a démontré la présence de la lignine à la surface des FPSS à une température de 175°C. Ceci explique la résistance humide élevée à cette température. En effet, par son caractère hydrophobe, la lignine empêche l'eau d'attaquer les liaisons hydrogènes formées au préalable. Toutes ces considérations nous permettent de ne pas retenir l'hypothèse de la création de liaisons covalentes par le PSS.

### **3.7 Comparaison entre le PSS et le séchage à l'air**

Le tableau 3.27 montre une comparaison entre le PSS et le séchage à l'air. On y présente le rapport entre les valeurs des propriétés des FPSS (175°C et 0,75MPa) et celles des FSTD aux mêmes conditions de raffinage.



**Figure 3.35** Relation entre la densité apparente et le module d'élasticité (Plan XY)

**Tableau 3.27:** Rapport entre les propriétés des FPSS (175°C et 0,75MPa) et les FSTD.

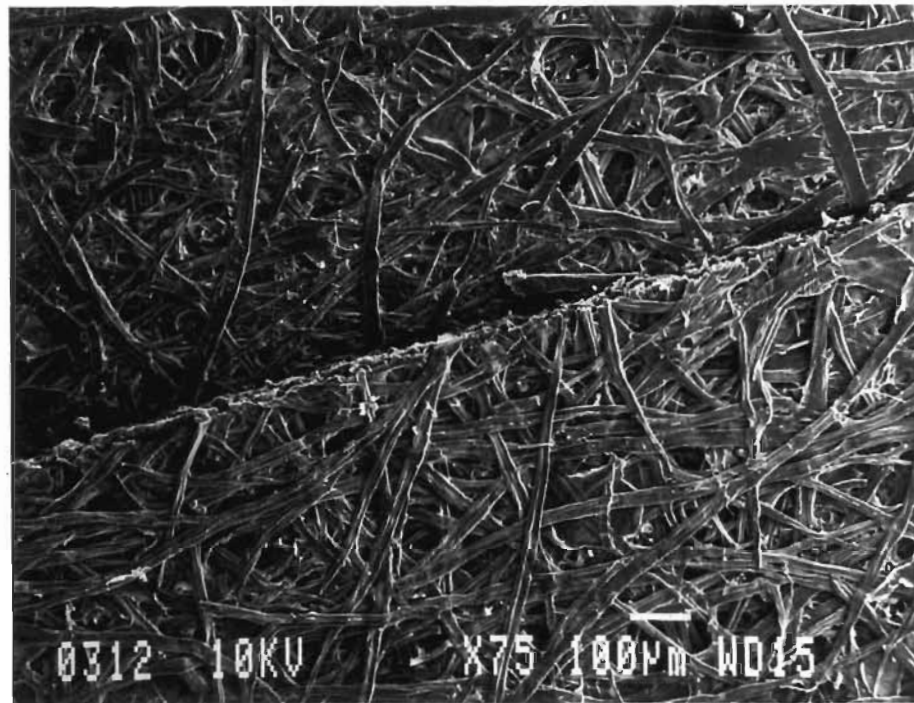
Propriété	PHR <sup>3</sup>				PCK-B <sup>4</sup>		
	PTM-R (1)	PCTM-B (2)	PCTM-E (3)	PCTM-P (4)	5 (K <sub>2</sub> )	6 (K <sub>1</sub> )	7 (K <sub>3</sub> )
$\rho$	1,55	1,17	1,39	1,14	1,07	1,15	1,02
R <sub>I</sub>	1,10	0,99	1,01	0,97	0,85	0,95	0,90
R <sub>Z</sub>	2,56	1,20	1,57	1,15	1,25	1,07	1,00
W <sub>A</sub>	1,69	1,19	1,41	1,46	1,30	1,21	1,13
R <sub>SL</sub>	1,65	1,03	1,25	1,00	1,16	0,93	0,98
L <sub>R</sub>	2,11	1,37	1,24	1,30	1,06	1,00	1,02
L <sub>Rh</sub>	3,96	2,68	1,70	2,68	0,90	1,36	1,20
I <sub>E</sub>	1,31	1,24	1,32	1,22	0,81	0,78	0,86
M <sub>E</sub>	2,01	1,36	1,93	1,31	1,15	1,32	1,04
I <sub>D</sub>	0,76	0,67	0,54	0,83	0,75	0,74	0,83
O <sub>P</sub>	0,95	0,93	0,90	0,95	-	-	-
B <sub>L</sub>	0,80	0,96	0,93	0,89	0,99	0,96	1,00
C <sub>DL</sub>	0,57	0,71	0,67	0,72	-	-	-

### 3.7.1 Structure du papier

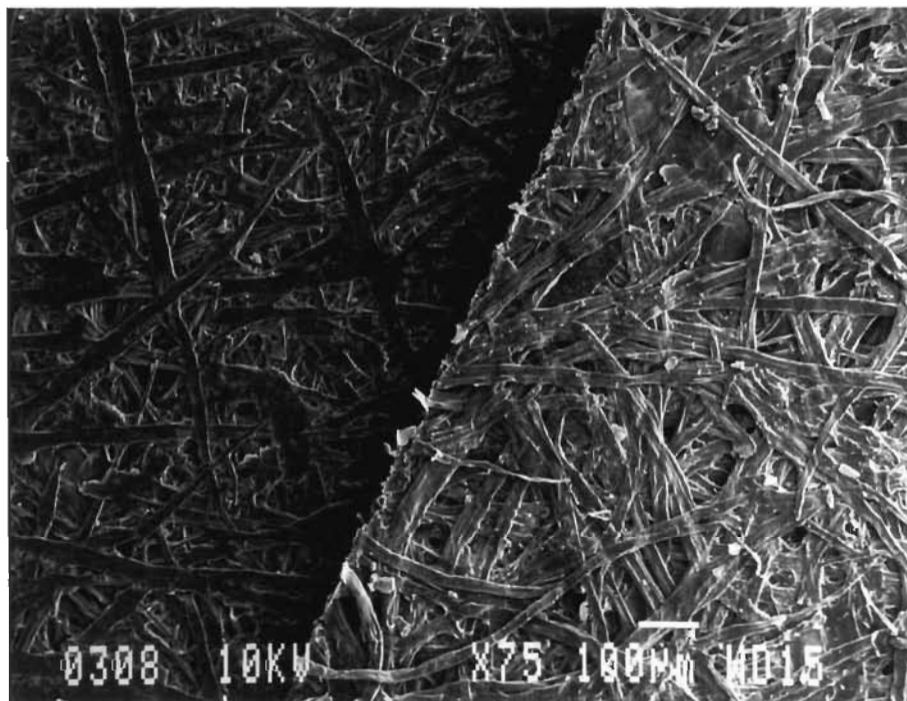
Les micrographies du microscope électronique (figures 3.36 à 3.41) montrent qu'à un même agrandissement, les fibres des FPSS sont plus aplaties comparativement aux FSTD. Ceci montre les effets bénéfiques du PSS sur la compressibilité des fibres. Cet effet se traduit par une meilleure surface liée entre les fibres et par conséquent, une plus grande probabilité de formation des liaisons hydrogènes.

<sup>3</sup> Le niveau de raffinage est le même pour les 4 pâtes soit 4000 révolutions.

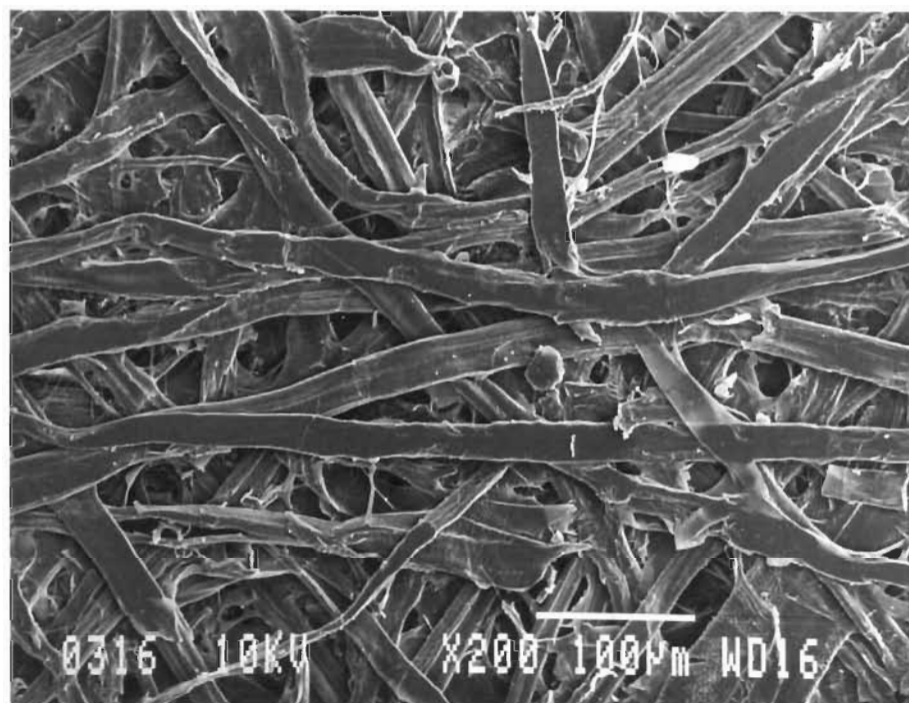
<sup>4</sup> Le niveau de raffinage n'est pas le même pour les 3 pâtes (K<sub>1</sub> 0 révolutions, K<sub>2</sub> et K<sub>3</sub> 1330 Révolutions)



**Figure 3.36** Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau séchés à l'air à un agrandissement de X75.



**Figure 3.37** Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau PSS à un agrandissement de X75.

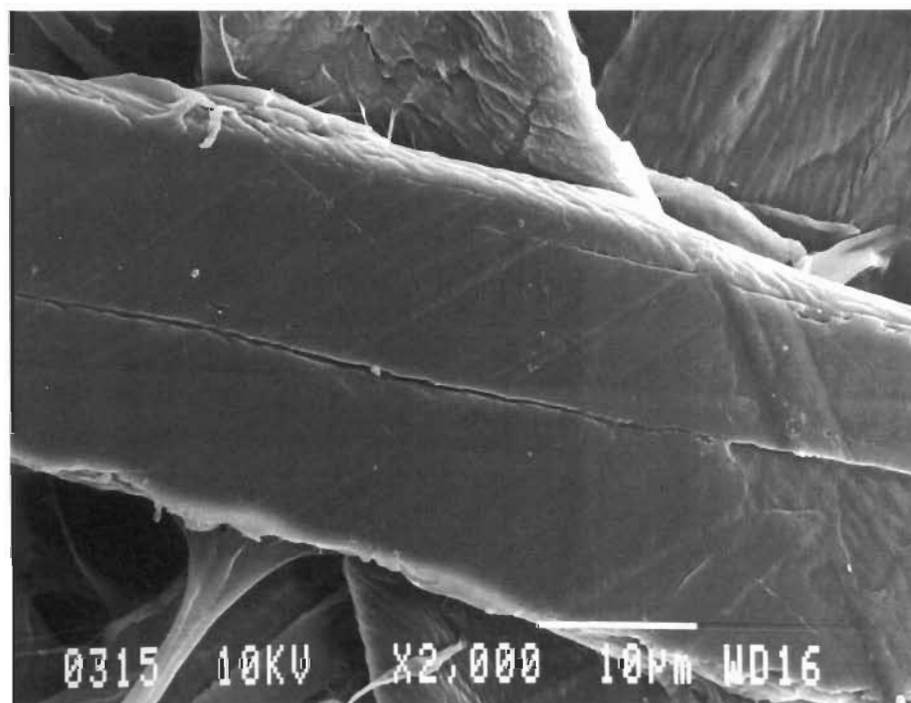


**Figure 3.38** Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau STD à un agrandissement de X200.

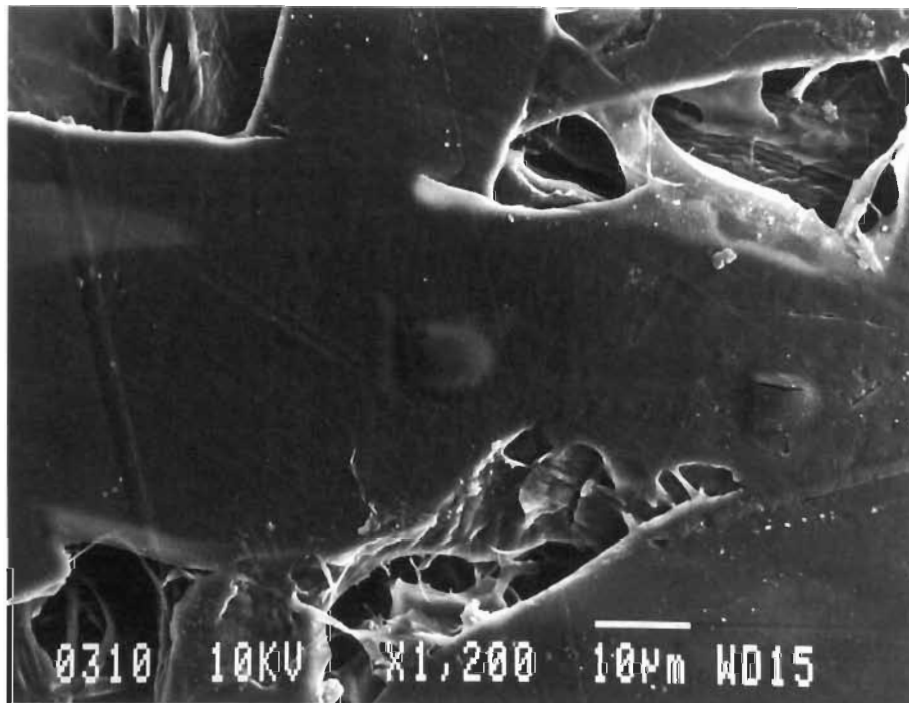




**Figure 3.39** Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau PSS à un agrandissement de X200.



**Figure 3.40** Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau séchés à l'air à un agrandissement de X2000.



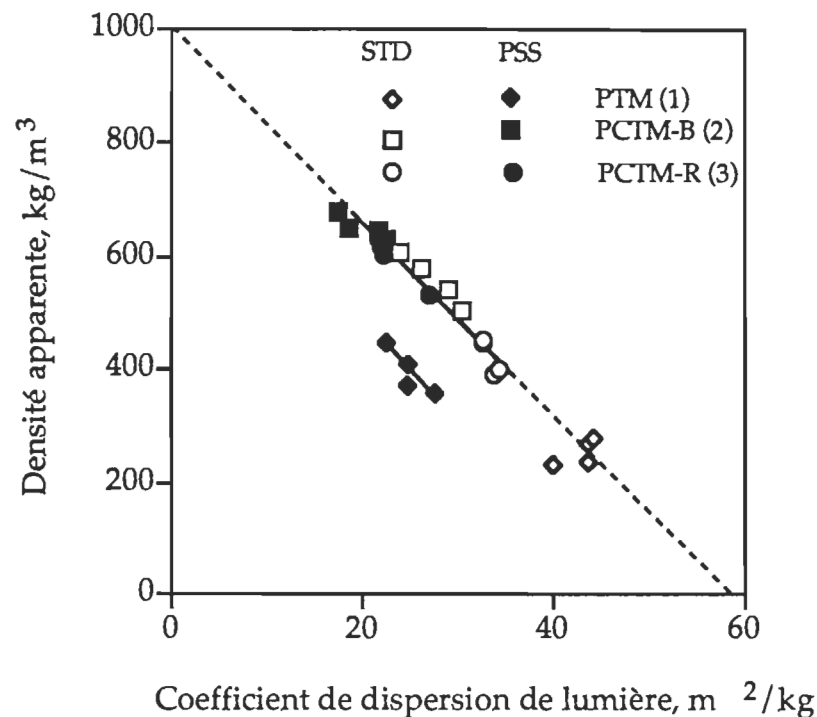
**Figure 3.41** Micrographie d'un échantillon de PCTM de bouleau PSS à un agrandissement de X1200.

D'autre part,  $\rho$  et le  $C_{DL}$  permettent de donner des indications indirectes sur la structure des feuilles. Les feuilles denses possèdent des coefficients de dispersion de lumière faible et vice-versa. Dans le cas des PHR, le tableau 3.27 montre que  $\rho$  des FPSS est 1,14 à 1,55 fois supérieure à celles des FSTD. Par ailleurs, le  $C_{DL}$  des FPSS est de 28% à 43% inférieur à celui des FSTD. Ces différences montrent que la surface liée entre les fibres des FPSS est supérieure à celle des FSTD.

Michell et al. (117) ont suggéré que si la relation entre la densité apparente et le coefficient de dispersion de lumière tombe sur la même courbe, la structure des feuilles est alors identique. La figure 3.42 montre cette relation pour les PHR à des conditions constantes de PSS ( $T=175^{\circ}\text{C}$ ,  $P=0,75\text{MPa}$ ). Dans le cas des PCTM, les FSTD et les FPSS tombent sur la même courbe. Ces dernières occupent la partie supérieure de la courbe montrant qu'elles possèdent une plus grande surface liée. L'extrapolation de cette courbe à 0  $C_{DL}$  donne à  $\rho$  une valeur de  $1000\text{ kg/m}^3$ . De la même façon, l'extrapolation de cette courbe à 0  $\rho$  donne un  $C_{DL}$  de  $59\text{ m}^2/\text{kg}$ .

Les PTM possèdent des  $\rho$  plus faibles et des  $C_{DL}$  plus élevés que ceux des PCTM. De plus, les courbes décrivant la relation entre ces deux propriétés pour les PTM sont inférieures à ceux des PCTM (figure 3.42). Ceci montre les différences dans la structure des feuilles issues de ces deux types de pâte.

D'autre part, les structures des FPSS et des FSTD des PTM sont différentes. En effet, la figure 3.42 montre des différences dans les tendances de variation. Le  $C_{DL}$  diminue avec l'augmentation de  $\rho$  des FPSS. Par contre,  $C_{DL}$  montre une faible augmentation avec  $\rho$  des FSTD. Ceci s'explique principalement par le fait que les fibres des PTM sont rigides et conservent leur forme cylindrique après pressage humide et séchage à l'air. Par conséquent, la lumière se disperse à la fois à travers les espaces vides entre les fibres et à travers leur lumen ce qui surévalue  $C_{DL}$ .



**Figure 3.42** Relation entre le coefficient de dispersion de lumière et la densité apparente des feuilles STD et PSS.

### 3.7.2 Résistance intrinsèque de la fibre

L'examen du tableau 3.27 montre que la résistance intrinsèque de la fibre des pâtes chimiques diminue de 5% à 15% par le PSS. Cette diminution s'explique probablement par l'action endommageante de la pression sur la structure des fibres.

Dans le cas des PCTM, la différence entre  $R_I$  des FPSS et des FSTD est faible (tableau 3.27). Par contre,  $R_I$  des PTM a augmenté de 10% par le PSS. Cette augmentation s'explique par l'amélioration dans la flexibilité des fibres par l'action assouplissante de la température. En effet, les fibres des PTM sont très rigides, l'élongation et la charge à la rupture sont alors faibles. Par l'action de la température, les fibres de ces pâtes deviennent plus souple augmentant ainsi, leur élongation et leur charge à la rupture.

### 3.7.3 Résistance des liaisons

Le tableau 3.27 montre que le PSS améliore grandement  $R_Z$ . Cette amélioration a atteint 156% pour les PTM, 57% pour les PCTM de résineux et moins 20% pour les PCTM de feuillus. Les faibles améliorations des PCTM de feuillus comparativement à celles des résineux s'expliquent par le fait qu'elles possèdent déjà une  $R_Z$  élevée. Dans le cas, des PCK les améliorations de  $R_Z$  par le PSS varient entre 0 et 25%.

Nous avons obtenu des tendances similaires dans le cas de la résistance des liaisons déterminée par  $W_A$ . Cependant, dans le cas des PTM l'amélioration de  $W_A$  n'est que de 69% comparativement à 156% pour  $R_Z$ . Cette différence s'explique par la nature du test d'arrachage. En effet, les FSTD issues des PTM possèdent des mains élevées et l'énergie dissipée dans le réseau fibreux n'est pas négligeable. Dans ce cas,  $W_A$  surévalue la résistance des liaisons.

### 3.7.4 Propriétés mécaniques et optiques

Les améliorations de la longueur de rupture par le PSS varient de 24% à 111% pour les PHR et de 0 à 6% pour les PCK (tableau 3.27). Ces améliorations résultent des effets bénéfiques du PSS sur la résistance des liaisons. À titre d'exemple, l'examen du tableau 3.27 montre que l'amélioration de la longueur de rupture par le PSS est du même ordre de grandeur que celle de la résistance des liaisons.

Le PSS améliore aussi l'indice d'éclatement des PHR de 22% à 32%. Par contre,  $I_E$  des PCK a diminué de 15% à 22% par le PSS (tableau 3.27). Cette diminution s'explique principalement par les effets négatifs du PSS sur la résistance intrinsèque de la fibre.

D'autre part, le PSS diminue l'indice de déchirure (tableau 3.27). Cette diminution varie de 17% à 46% et s'explique par l'amélioration de la résistance des liaisons. En effet, dans le cas d'une feuille bien liée, le nombre de fibres qui se brisent est supérieur à celui des fibres

qui se détachent dans la zone de déchirure (23). Par conséquent, la résistance à la déchirure est plus dépendante de la rupture de la fibre que de sa longueur. L'effet négatif du PSS sur  $R_I$  explique aussi la diminution de  $I_D$ .

Parmi les propriétés mesurées, la longueur de rupture humide est la plus améliorée par le PSS. Cette amélioration est surtout évidente dans le cas des PHR où  $L_{Rh}$  a augmenté de 70% à 296%. Les analyses de la chimie de surface par spectroscopie des photoélectrons montrent la présence de la lignine sur la surface des FPSS à 175°C. Par conséquent, on peut affirmer que l'importante amélioration de  $L_{Rh}$  à cette température s'explique par l'écoulement de la lignine qui par son caractère hydrophobe protège les liaisons hydrogènes déjà formées (112-113).

Dans le cas des PCK, l'amélioration de  $L_{Rh}$  par le PSS n'est pas aussi évidente que celle des PHR (tableau 3.27). Le caractère hydrophobe de la surface des fibres des PCK est une explication logique. En effet, les PCK sur les quelles on a appliqué les traitements n'ont pas subi un traitement de blanchiment. La lignine est alors présente sur la surface de leurs fibres. La valeur relativement élevée de  $L_{Rh}$  des FSTD supporte cette affirmation.

D'autre part, le PSS a causé d'importantes pertes dans les propriétés optiques des PHR. À titre d'exemple, le tableau 3.27 montre des pertes en opacité et en blancheur variant de 5% à 10% et de 0% à 20%, respectivement. Le phénomène de coloration rapide de la lignine à des hautes températures explique les pertes en blancheur (110). Pour sa part, la diminution du  $C_{DL}$  explique la perte en opacité (110).

### 3.7.5 Besoin en raffinage

La Figure 3.43 montre la variation de  $R_Z$  en fonction de  $\rho$  par raffinage des pâtes. Les lignes pointillées désignent les FSTD (données de la figure 3.7) et les lignes simples désignent les FPSS à 175°C et 0,75 MPa. Cette figure illustre l'effet bénéfique du PSS en montrant que  $\rho$  et  $R_Z$  des FPSS sont toujours supérieures à celles des FSTD. Les pentes

de variation de  $R_Z$  en fonction de  $\rho$  des FPSS sont toujours inférieures à celles des FSTD quel que soit le type de pâte. Ceci montre que le PSS diminue considérablement le besoin en raffinage des pâtes pour la densification des feuilles.

D'autre part, la figure 3.43 montre que; contrairement aux FSTD où on observe des relations distinctes, les courbes de variations des FPSS pour les différents types de pâtes ont tendance à se rapprocher l'une de l'autre. En effet, la courbe des PTM est très proche de celle des PCTM qui à son tour est très proche de celle des PCK. Cette tendance montre que le PSS permet d'améliorer la flexibilité des fibres.

Le tableau 3.28 dresse les modèles de variation linéaires des propriétés des FSTD et des FPSS des différentes PHR en fonction du raffinage. On a déterminé ces modèles par analyse de régression simple. L'équation 3.5 donne la forme générale de ces modèles.

$$PR = \beta_0 + \beta_1 R \quad [3.5]$$

où;

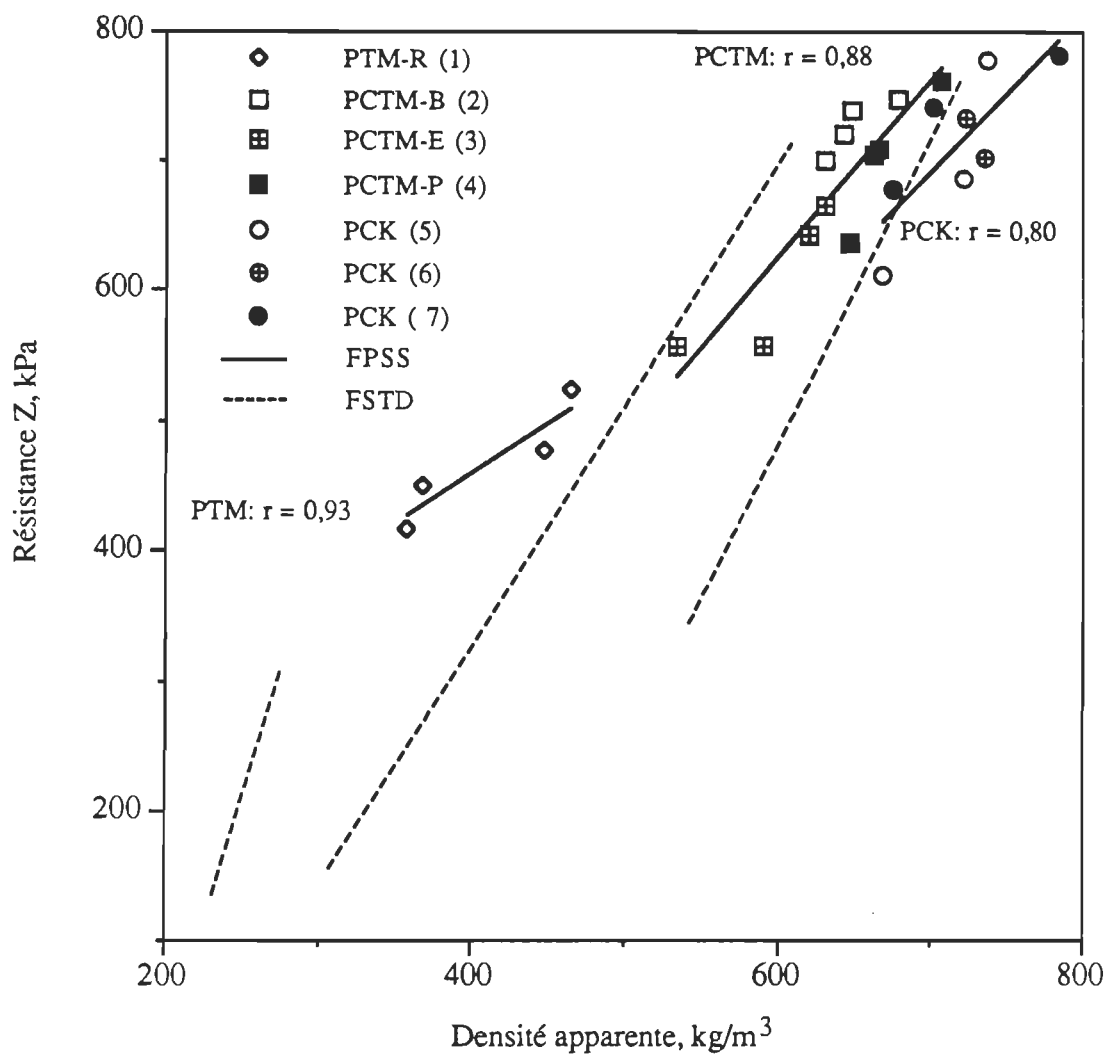
PR: propriétés des feuilles de laboratoire;

$\beta_0, \beta_1$ : coefficients estimés par l'analyse de régression;

R: raffinage des pâtes (nombre de révolutions dans le PFI).

Le tableau 3.28 montre que les pentes de variation ( $\beta_1$ ) des propriétés des FPSS en fonction du raffinage sont généralement inférieures à celles des FSTD. Ce résultat montre que le PSS diminue considérablement le besoin des pâtes en raffinage. D'autre part, à l'exception de l'indice de déchirure, les coefficients  $\beta_0$  des propriétés des FPSS sont largement supérieurs à ceux des FSTD. Ceci montre que le PSS permet d'atteindre des propriétés de résistance élevées même sans raffinage des pâtes.





**Figure 3.43:** Variation de la résistance Z en fonction de la densité apparente des FSTD (courbes pointillée; Données de la figure 3.7) et des FPSS (175°C et 0,75MPa) issues de différents types de pâtes.

**Tableau 3.28** Modèles de variation des propriétés des FSTD et des FPSS issues des PHR en fonction du raffinage.

PR		PTM (1)		PCTM-B (2)		PCTM-E (3)		PCTM-P (4)	
		$\beta_0$	$\beta_1 \times 10^3$	$\beta_0$	$\beta_1 \times 10^3$	$\beta_0$	$\beta_1 \times 10^3$	$\beta_0$	$\beta_1 \times 10^3$
$\rho, \text{kg/m}^3$	FSTD	230	1,2	510	5,6	388	3,8	563	2,1
	FPSS	359	1,3	628	2,0	557	0,46	647	0,6
$R_Z, \text{kPa}$	FSTD	110	5,9	569	8,7	277	9,5	595	5,0
	FPSS	412	3,1	715	2,5	553	5,4	672	3,1
$L_R, \text{km}$	FSTD	1,4	0,05	5,3	0,05	4,1	0,11	4,1	0,13
	FPSS	3,3	0,06	7,2	0,02	6,1	0,10	6,9	0,06
$I_E, \text{kPa} \cdot \text{m}^2/\text{g}$	FSTD	0,7	0,04	2,5	0,07	2,7	0,05	2,8	0,06
	FPSS	1,4	0,02	4,0	0	4,3	0	3,9	0,03
$I_D, \text{mN} \cdot \text{m}^2/\text{g}$	FSTD	5,2	0,02	6,4	-0,04	10,2	-0,09	6,4	-0,02
	FPSS	5,0	-0,04	4,1	0	6,1	-0,06	5,0	0

## CHAPITRE IV

### PROPRIÉTÉS FONDAMENTALES ET RÉSISTANCE DES PÂTES À HAUT RENDEMENT

La résistance des liaisons, la longueur moyenne et la résistance intrinsèque des fibres sont les principales variables qui déterminent les résistances à la rupture, à l'éclatement et à la déchirure. Dans ce chapitre, nous étudions les effets de ces propriétés sur les propriétés de résistance des FSTD et des FPSS. De plus, nous présentons des modèles statistiques qui permettent la prédiction de la résistance de ces feuilles en fonction des propriétés ci-haut mentionnées.

#### 4.1 Effet de la résistance des liaisons

La résistance des liaisons est l'une des plus importantes caractéristiques des pâtes. Elle influe non seulement sur la qualité du papier, mais aussi sur le fonctionnement de la machine à papier. Plusieurs chercheurs considèrent que la mesure de la résistance du papier tel l'indice d'éclatement et la longueur de rupture fournit une indication du niveau d'adhésion entre les fibres. Cependant, c'est la résistance des liaisons fibre-à-fibre qui détermine les propriétés ci haut mentionnés. Par conséquent, il est plus propice d'utiliser ce paramètre pour prédire la résistance du papier et non l'inverse.

Nous avons entrepris une étude pour quantifier l'effet de la variation de la résistance des liaisons ( $R_Z$ ) sur  $I_D$ ,  $I_E$  et  $L_R$ . Cette étude consiste à déterminer le degré de dépendance de ces propriétés de  $R_Z$ . Ce degré représente la pente de la relation entre les logarithmes népériens de ces propriétés et celui de  $R_Z$ . La transformation exponentielle des modèles obtenue par analyse de régression simple donne la formule suivante (équation 4.1):

$$PR = kR_Z^\beta \quad [4.1]$$

où;

PR: propriété de résistance;

k: constante de proportionnalité;

$R_Z$ : résistance Z;

$\beta$ : degré de dépendance de PR de  $R_Z$ .

Le tableau 4.1 présente les coefficients déterminés par l'analyse de régression (k et  $\beta$ ), des propriétés des FSTD et des FPSS. Cette analyse montre de fortes corrélations entre  $I_E$ ,  $L_R$  et  $R_Z$ . Toutes les pâtes tombent sur la même relation montrant que la résistance des liaisons est le principal responsable dans le développement de  $I_E$  et  $L_R$ . Par contre, on a trouvé de moins fortes corrélations entre  $I_D$  et  $R_Z$  des FPSS. De plus,  $I_D$  des PTM et des PCTM tombent sur des relations distinctes. Ces différences s'expliquent par les variations significatives de la résistance intrinsèque de la fibre à l'intérieur et entre les pâtes.

**Tableau 4.1** Degrés de dépendance de  $L_R$ ,  $I_E$  et  $I_D$  de  $R_Z$  des PHR.

Type de pâte	PR	FSTD			FPSS		
		k	$\beta$	r	k	$\beta$	r
PHR	$L_R$	$4,1 \times 10^{-2}$	$0,80 \pm 0,09$	0,93	$0,39 \times 10^{-2}$	$1,15 \pm 0,03$	0,94
PHR	$I_E$	$2,5 \times 10^{-2}$	$0,80 \pm 0,12$	0,85	$0,17 \times 10^{-2}$	$1,19 \pm 0,05$	0,90
PCTM	$I_D$	650	$-0,76 \pm 0,06$	0,96	9858	$-1,16 \pm 0,09$	-0,81
PTM <sup>5</sup>	$I_D$	-	-	-	1127	$-0,91 \pm 0,11$	-0,84

<sup>5</sup> Modèle calculé au-delà du maximum de déchirure.

Les fibres dans une pâte sont généralement regroupées en trois catégories: longues, intermédiaires et courtes. Ni les fibres longues ni les courtes ne peuvent produire à elles seules un papier de bonne qualité. Le contenu en fibres longues est important dans le développement de la résistance mécanique du papier, particulièrement la résistance à la déchirure. Le contenu en fibres courtes joue un rôle important dans la formation d'un papier avec une bonne qualité du produit fini et dans le développement de sa densité.

## **4.2 Rôle de la longueur moyenne des fibres**

Le rôle des fibres courtes et des fines est particulièrement important pour le développement des propriétés des PHR. Les fibres de ces pâtes sont rigides et ont besoin de matériel de support pour améliorer la résistance du papier. Les fines et les fibres courtes jouent ce rôle en augmentant la surface de contact entre les fibres. À l'exception de la déchirure, l'augmentation du contenu en fines et en fibres courtes a montré une amélioration dans les propriétés du papier (71; 74; 152-154). Les propriétés des PHR sont optimales à un contenu en fibres courtes qui se situe aux alentours de 40% (154).

En raison de l'importance de ces deux paramètres dans le développement de la résistance du papier, on a entrepris des expériences pour étudier leurs effets respectifs sur la résistance du papier. Cette étude nous permet de mieux comprendre le rôle de chaque paramètre et de quantifier sa contribution à la qualité des FSTD et des FPSS. Le tableau 4.2 présente les résultats de cette étude.

### **4.2.1 Effet de la longueur moyenne des fibres**

Les figures 4.1-4.3 illustrent l'effet de l'augmentation de la longueur moyenne des fibres des PCTM sur  $I_D$ ,  $I_E$  et  $L_R$ , respectivement. Le tableau 4.2 présente le degré de dépendance de ces propriétés de ( $\bar{L}$ ). Nous avons déterminé ce degré par l'analyse de la relation entre le logarithme népérien de chacune de ces propriétés avec celui de  $\bar{L}$  (équation 4.2).

**Tableau 4.2 Propriétés physiques et mécaniques des FSTD et des FPSS issues de PCTM d'épinette à fibres classées.**

Code	$\bar{L}$ mm	FC %	FSTD						FPSS à 175°C et 0,75MPa					
			$\rho$ kg/m <sup>3</sup>	R <sub>Z</sub> kPa	R <sub>I</sub> km	L <sub>R</sub> km	I <sub>E</sub> kPa·m <sup>2</sup> /g	I <sub>D</sub> mN·m <sup>2</sup> /g	$\rho$ kg/m <sup>3</sup>	R <sub>Z</sub> kPa	R <sub>I</sub> km	L <sub>R</sub> km	I <sub>E</sub> kPa·m <sup>2</sup> /g	I <sub>D</sub> mN·m <sup>2</sup> /g
<b>FCL</b>														
0	2,07	0	306	130	12,5	2,46	1,00	13,3	562	487	13,5	5,43	2,36	6,4
14	2,85	0	255	128	12,7	1,76	0,68	15,3	508	478	12,9	4,61	2,17	8,3
28	2,03	0	315	112	12,7	2,43	0,80	13,3	546	513	12,8	5,35	2,33	7,3
48	1,34	0	314	82	12,0	2,24	0,77	5,4	567	525	11,8	4,66	2,23	5,4
100	0,66	100	383	177	9,9	2,39	1,06	2,8	581	508	10,8	4,89	2,23	3,1
<b>PFCV</b>														
20	1,88	20	345	241	11,9	3,93	2,23	11,7	581	612	12,9	6,07	3,73	5,9
40	1,78	40	391	294	11,2	4,59	2,34	9,0	613	589	11,7	6,78	3,87	4,8
60	1,22	60	411	283	10,4	3,92	1,89	7,2	628	574	10,9	6,33	3,25	4,4
80	0,98	80	394	198	10,8	3,16	1,49	6,5	610	498	11,7	5,55	2,9	3,9
100	0,66	100	383	177	9,9	2,39	1,06	2,8	581	508	10,8	4,89	2,23	3,1

$$PR = k\bar{L}^\alpha \quad [4.2]$$

où;

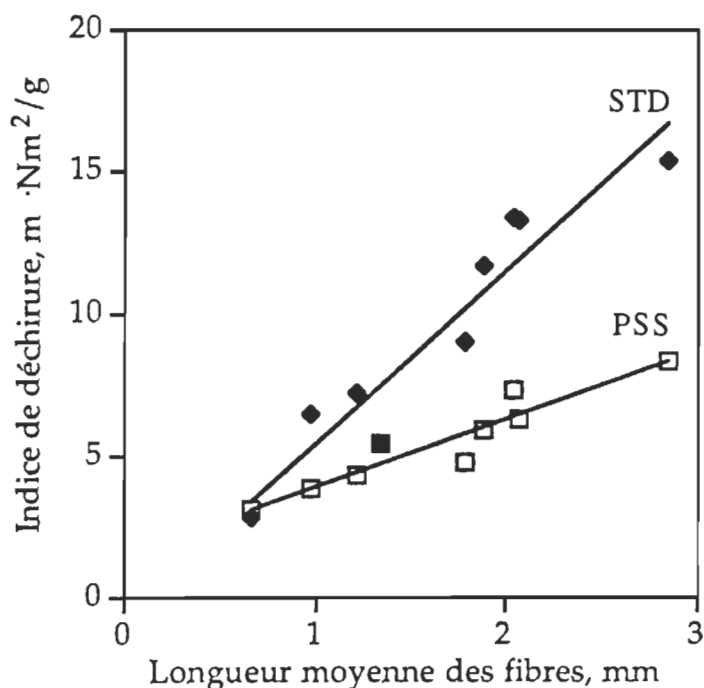
PR: propriété de résistance;

k: constante de proportionnalité estimée par l'analyse de régression;

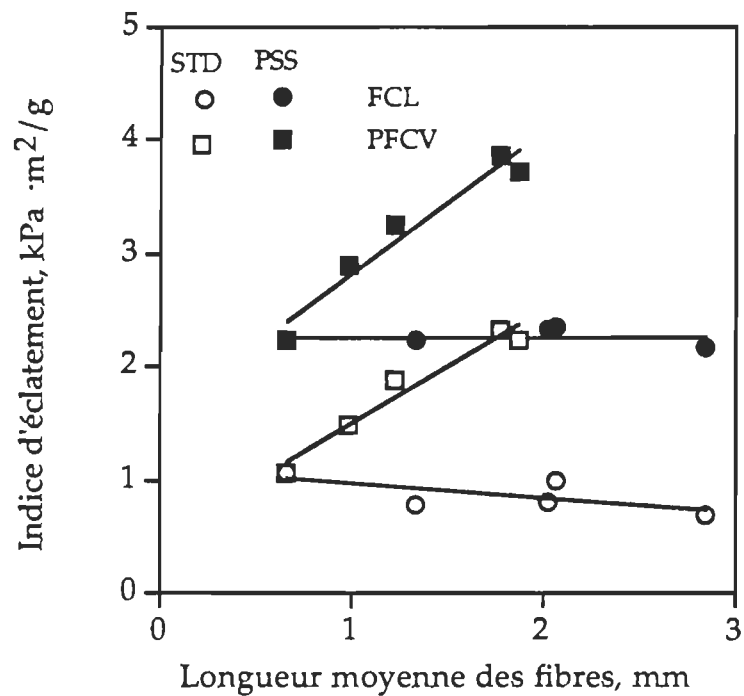
$\bar{L}$ : longueur moyenne pondérée des fibres;

$\alpha$ : degré de dépendance de PR de  $\bar{L}$  estimé par l'analyse de régression.

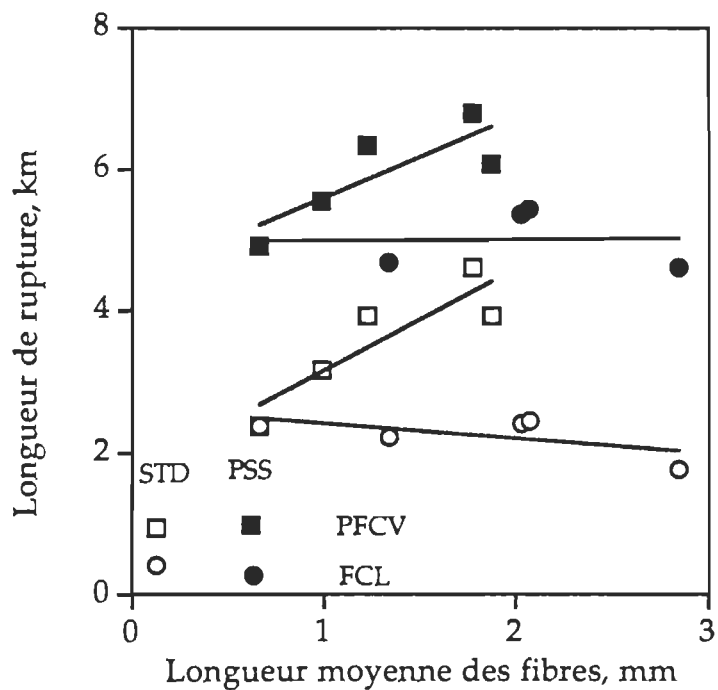
La figure 4.1 montre que l'augmentation de  $\bar{L}$  a un effet bénéfique sur  $I_D$ . En effet, on a trouvé une forte corrélation entre ces deux propriétés pour les FPSS et les FSTD (tableau 4.3). Dans les deux cas, les pâtes à FCL et à PFCV tombent sur la même relation. Cette relation linéaire et positive est en accord avec les résultats de plusieurs études antérieures (154-158). La pente inférieure de la courbe des FPSS indique qu'elles sont moins dépendantes de  $\bar{L}$ . En effet,  $I_D$  des FPSS est proportionnel à  $\bar{L}^{0,67}$  comparativement à  $\bar{L}^{1,16}$  pour celui des FSTD.



**Figure 4.1** Effet de la longueur moyenne des fibres sur l'indice de déchirure.



**Figure 4.2** Effet de la longueur moyenne des fibres sur l'indice d'éclatement.



**Figure 4.3** Effet de la longueur moyenne des fibres sur la longueur de rupture.



Pour les pâtes à fibres classées (FCL), quand  $\bar{L}$  augmente,  $I_E$  et  $L_R$  ont tendance à diminuer. La diminution de la probabilité de contact entre les fibres avec l'augmentation de la longueur moyenne des fibres est une explication logique. Ceci montre les effets bénéfiques des fibres courtes et des fines pour le développement de  $I_E$  et  $L_R$ .

Le résultat précédent s'explique par le mécanisme de la déchirure. En effet, dans une feuille où le degré de liaisons est faible, le nombre de fibres qui se détachent est supérieur à celui des fibres qui se brisent dans la zone de la déchirure. Par conséquent,  $I_D$  dépend fortement de  $\bar{L}$ . Par contre, dans le cas d'une feuille bien liée, le nombre de fibres qui se brisent est supérieur à celui des fibres qui se détachent dans la zone de la déchirure.  $I_D$  est alors plus dépendant de la rupture de la fibre que de sa longueur. Ces résultats sont en accord avec ceux de Seth et Page (23) qui ont montré que la dépendance de la longueur moyenne des fibres diminue avec l'augmentation du niveau des liaisons dans le papier.

Dans le cas de  $I_E$  (figure 4.2) et de  $L_R$  (figure 4.3), on a obtenu deux tendances différentes pour les pâtes à fibres classées (FCL) et pour celles à proportion de fibres courtes variées (PFCV). Dans les deux cas, les modèles de variation de  $I_E$  et  $L_R$  sont similaires pour les FSTD et FPSS. La différence se situe au niveau de la supériorité des propriétés de ces dernières.

**Tableau 4.3** Dépendance de  $I_D$ ,  $I_E$  et  $L_R$  de la longueur moyenne des fibres.

PR	FSTD			FPSS			n
	k	$\alpha \pm \sigma$	r	k	$\alpha \pm \sigma$	r	
$I_D$	5,42	1,14±0,11	0,97	4,00	0,67±0,08	0,96	9
$I_E$	1,50	0,74±0,07	0,98	2,84	0,51±0,05	0,99	5
$L_R$	3,16	0,54 ±0,11	0,93	5,60	0,26±0,08	0,88	5

Pour les pâtes à proportion de fibres courtes variées (PFCV), l'augmentation de  $\bar{L}$  améliore  $I_E$  et  $L_R$ . Cependant, la pente des FPSS est inférieure à celles FSTD (tableau 4.2). Ceci montre que la dépendance de  $\bar{L}$  diminue avec l'augmentation dans la résistance des liaisons. En effet,  $I_E$  et  $L_R$  des FSTD sont proportionnels à  $\bar{L}^{0,74}$  et  $\bar{L}^{0,51}$ , comparativement à  $\bar{L}^{0,54}$  et  $\bar{L}^{0,26}$  pour les FPSS, respectivement.

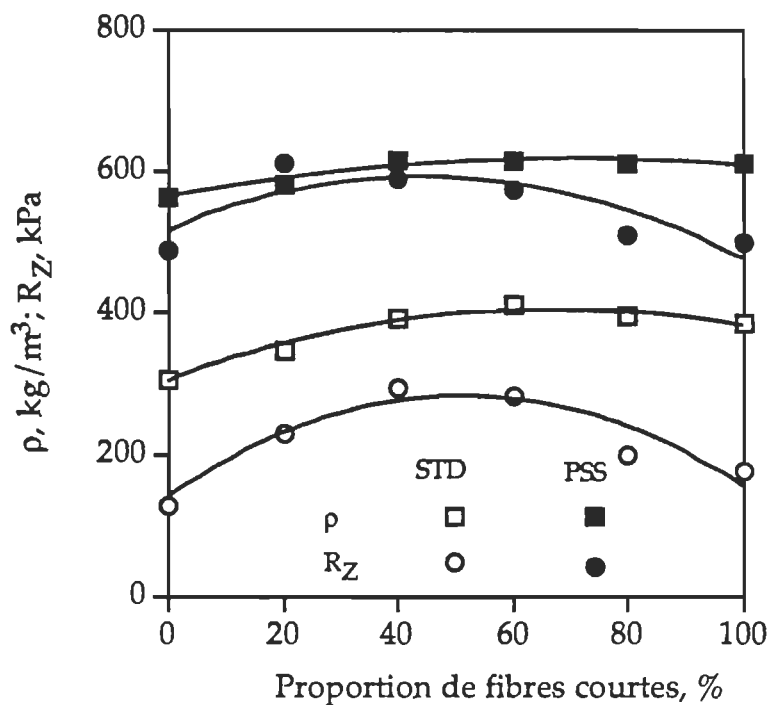
#### 4.2.2 Effet de la proportion des fibres courtes

L'augmentation de la proportion des fibres courtes (PFC) augmente la densité apparente des FSTD et des FPSS pour atteindre des maximums aux alentours de 60% de PFC (figure 4.4). Au-delà de 60% de PFC, la densité ne montre aucune variation significative.

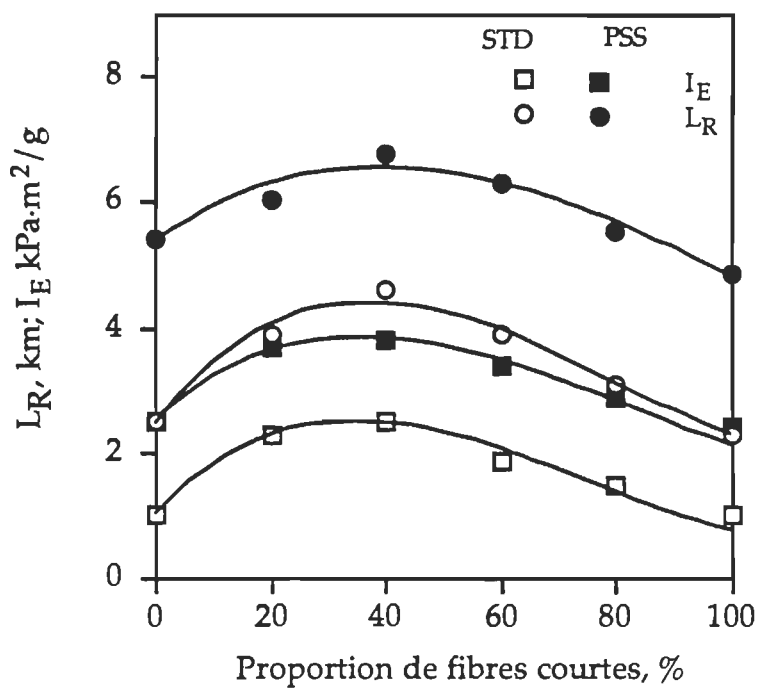
La figure 4.4 montre aussi que le modèle de variation de  $R_Z$  en fonction de la PFC est le même pour les FSTD et les FPSS. Cette variation se caractérise par une augmentation constante suivie d'un maximum entre 40% et 60% de PFC. L'amélioration dans la surface de contact entre les fibres explique cette augmentation.

Au-delà de 60% de PFC,  $R_Z$  montre une légère décroissance due à la diminution dans la proportion des fibres longues. En effet, le rôle de ces dernières dans un réseau fibreux consiste à distribuer la concentration de force des points faibles du réseau pour augmenter la force totale à la rupture. Par conséquent, dans une feuille de papier dont la proportion des fibres longues est faible, la concentration des points faibles augmente. Cette dernière se traduit par une diminution dans  $R_Z$ .

Les variations des  $L_R$  et  $I_E$  avec la proportion des fibres courtes sont similaires à celle de  $R_Z$ . La figure 4.5 montre une croissance initiale pour atteindre un maximum aux alentours de 40% de PFC. Au-delà de 60% de PFC, ces deux propriétés diminuent. La croissance initiale de  $I_E$  et  $L_R$  s'explique par les effets bénéfiques de la proportion des fibres courtes sur la surface liée. Par contre, les décroissances au-delà de 60% de PFC s'expliquent par les diminutions dans  $\bar{L}$  et  $R_I$  (figure 4.6).



**Figure 4.4** Effets de la proportion des fibres courtes sur la densité apparente et la résistance Z des PCTM d'épINETTE classées.



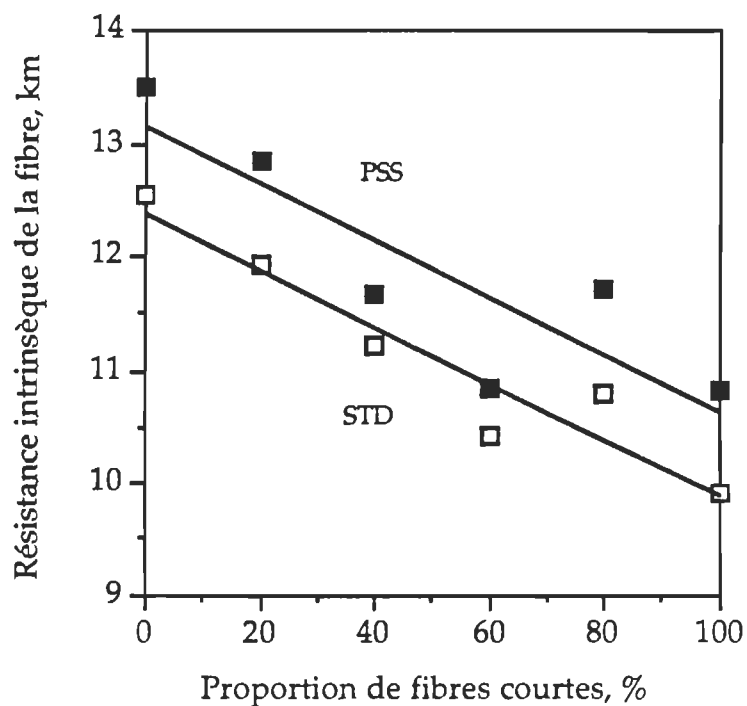
**Figure 4.5** Effets de la proportion des fibres courtes sur la longueur de rupture et l'indice d'éclatement.

La figure 4.6 montre que  $R_I$  diminue avec l'augmentation de la PFC. Cette diminution s'explique par l'augmentation des points faibles dans le réseau fibreux. En effet, dans une feuille avec un contenu élevé en fibres longues, les concentrations des points faibles sont distribuées le long du réseau fibreux. Par contre, dans une feuille à PFC élevée, la probabilité de rupture dans les points faibles comme les zones de contact entre les fibres dans les sens longitudinal et tangentiel augmente. Par conséquent, la charge à la rupture diminue. L'application de cette théorie au test de traction à mâchoires jointives explique la diminution de  $R_I$  avec l'augmentation de la PFC.

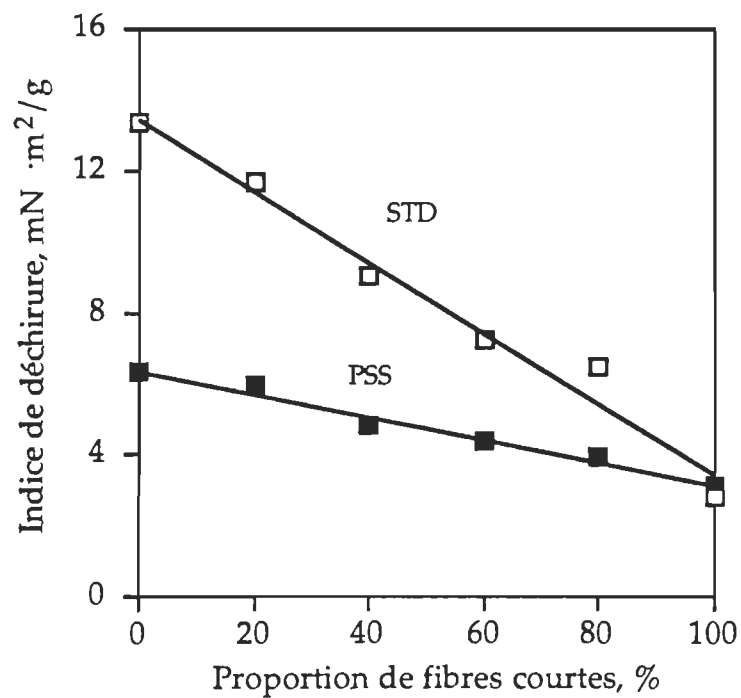
D'autre part,  $R_I$  des FPSS est de 0,75 km en moyenne supérieure à celle des FSTD. Cette supériorité s'explique par l'amélioration de la flexibilité des fibres par l'action de la température du PSS. En effet, plus les fibres sont flexibles, meilleure est leur consolidation dans la feuille. Par conséquent, la distribution de la charge dans le réseau fibreux est meilleure (5).

La figure 4.7 montre une décroissance linéaire de  $I_D$  avec l'augmentation de la PFC pour les FSTD et les FPSS. La diminution de  $\bar{L}$  avec l'augmentation de la PFC explique cette décroissance. D'autre part, la différence dans les pentes des courbes des FSTD et des FPSS montre que  $I_D$  de ces dernières est moins dépendante de la PFC.

L'ensemble des considérations précédentes suggère que ni les fibres longues ni les courtes ne puissent produire à elles seules un papier de qualité satisfaisante. Les deux catégories de fibres sont nécessaires pour la production d'un papier résistant.



**Figure 4.6** Effets de la proportion des fibres courtes sur la résistance intrinsèque des fibres.



**Figure 4.7** Effets de la proportion des fibres courtes sur l'indice de déchirure.

Les propriétés des FSTD sont optimales à un contenu en fibres courtes de l'ordre de 40% (figures 4.4 et 4.5) et une longueur moyenne des fibres d'environ 1,8 mm (figures 4.2-4.3). Dans le cas des FPSS, à l'exception de la déchirure, les propriétés physiques et mécaniques sont largement supérieures à celles des FSTD. Ces propriétés sont optimales au même contenu en fibres courtes (40%) et à la même  $\bar{L}$  que les FSTD. Cependant, elles sont moins dépendantes de ces deux paramètres.

À la lumière de ces résultats, il convient maintenant d'affirmer que l'introduction du PPSS dans l'industrie du papier et du carton permet à la fois d'améliorer la plupart des propriétés de résistance et de diminuer leur dépendance de  $\bar{L}$  et du contenu en fibres courtes. Ceci donne à ce procédé une importance particulière surtout dans les programmes d'incorporation des espèces forestières à fibres courtes. Dans ce cas, on recommande un contenu en fibres courtes d'environ 40% tout en conservant une longueur moyenne des fibres aux alentours de 1,8mm.

### 4.3 Rôle de la résistance intrinsèque de la fibre

La résistance intrinsèque joue un rôle important dans le développement des différentes propriétés du papier. En effet, au cours des essais de résistance à la traction simple, à la déchirure et à l'éclatement, la rupture peut prendre place dans la liaison fibre-à-fibre ou dans la fibre elle-même. À titre d'exemple, van den Akker et al. (25) ont démontré qu'à la suite de la rupture du papier en traction simple, une partie des fibres des pâtes chimiques se détache et une partie se brise. La proportion des fibres brisées augmente avec le degré de raffinage et varie de 40% à 70%. Même dans le cas des pâtes mécaniques du meule, une étude (26) a démontré que malgré le fait que les fibres intactes brisent rarement, la rupture en traction simple peut prendre place dans les portions de fibres endommagées et dans les éléments de liaison comme les fibrilles.

Les résultats de cette étude suggèrent que le procédé de mise en pâte et les caractéristiques morphologiques des fibres soient les principales causes de la variation de la résistance intrinsèque des fibres des PHR (tableau 3.4). Les effets des traitements sur  $R_I$  à l'intérieur des pâtes, quoiqu'ils soient significatifs, sont très faibles comparativement à la résistance des liaisons. Par conséquent, il est très difficile d'isoler et de quantifier son effet sur les propriétés de résistance du papier. Malgré ce fait, on ne peut négliger l'apport de  $R_I$  dans le développement de la résistance du papier et du carton. En effet, il est évident que la rupture peut prendre place dans la paroi des fibres au cours des essais d'éclatement, de déchirure et de traction simple.

#### 4.4 Modélisation

Le but de cette section est de développer des modèles décrivant la résistance des papiers en fonction des propriétés fondamentales des pâtes. Il y a deux approches pour développer ce type de modèle.

La première est une approche physique qui consiste à identifier, étudier et décomposer les différentes forces et variables qui entrent en jeu dans la rupture du papier. Cette approche est difficile à appliquer pour étudier le mécanisme de rupture dans le papier. Cette difficulté réside dans la complexité de la structure du réseau fibreux. En effet, une feuille de papier se compose de fibres dont la distribution de la longueur moyenne est très variable. De plus, les caractéristiques physiques et chimiques de la fibre et de sa surface ont une influence directe sur la résistance des liaisons et sur son degré de compressibilité.

La deuxième approche est une approche statistique qui consiste à développer un modèle qui décrit quantitativement la variation des propriétés du papier en fonction des paramètres qui les déterminent. Malgré le fait que cette approche ne permet pas d'étudier le mécanisme de rupture dans les matériaux, elle permet de quantifier l'importance relative de chaque variable indépendante dans la détermination de la résistance du papier. Nous avons utilisé

cette approche pour prédire la résistance du papier en fonction de différentes variables indépendantes selon des modèles linéaires.

Parmi les approches dans la modélisation linéaire, nous avons utilisé l'approche suggérée par Clark (16) et qui consiste à déterminer le degré de dépendance de la variable dépendante de chacune des variables indépendantes. Ceci est possible par analyse de régression multiple de la relation entre les logarithmes népériens des variables dépendantes et indépendantes.

#### **4.4.1 Identification des variables**

La première étape dans la modélisation linéaire consiste à identifier les variables dépendantes et indépendantes. Les variables dépendantes forment les propriétés de résistance couramment mesurées pour caractériser les pâtes. Ces propriétés sont la longueur de rupture et les indices de déchirure et d'éclatement. Les variables indépendantes forment les propriétés décrivant la morphologie de la fibre, sa résistance intrinsèque, sa flexibilité et la résistance des liaisons fibre-à-fibre. Parmi les propriétés morphologiques, on a mesuré et étudié la longueur moyenne pondérée des fibres seulement. Ce paramètre est étroitement lié à plusieurs autres paramètres dont le pourcentage de fines, les proportions des fibres longues et courtes. Par ailleurs, nous présentons en annexe la matrice de corrélation entre ces paramètres et les propriétés de résistance des pâtes. Cette matrice montre de très fortes corrélations entre  $\bar{L}$  et les autres paramètres caractérisant la distribution de la longueur des fibres. Par conséquent, l'introduction d'un de ces paramètres dans le modèle cause un problème de colinéarité. De plus,  $\bar{L}$  est le paramètre le mieux corrélés avec les propriétés mécaniques des pâtes.

La densité apparente de la feuille est une propriété fortement corrélée à la flexibilité des fibres (5-6; 17; 85). En effet, l'augmentation de la flexibilité des fibres par les divers traitements de mise en pâte et de formation du papier résulte en une amélioration dans leur



degré de compatibilité et de compressibilité. Ceci se traduit généralement par une amélioration de la surface liée et de la densité apparente. Cependant, l'utilisation de la densité apparente et la résistance Z dans le même modèle statistique entraîne un problème de colinéarité (131) étant donné l'étroite relation qui existe entre ces deux variables. Il est alors difficile, sinon impossible, d'isoler l'effet particulier de chacune de ces variables sur la variable dépendante. Dans ce cas, les coefficients estimés par la méthode des moindres carrés peuvent être sans signification statistique ou même être affectés d'un signe erroné alors que le coefficient de détermination  $R^2$  atteint une valeur très élevée. Parmi les solutions pour surmonter ou du moins réduire l'inconvénient de la colinéarité, il y a (131):

1. La réunion de nouvelles données.
2. L'utilisation d'une information indépendante ou a priori.
3. Transformation de la relation fonctionnelle.
4. Abandon d'une des deux variables à haute corrélation.

On a décidé d'abandonner  $\rho$  comme mesure de la flexibilité des fibres. Les résultats des figures 3.7 et 3.43 justifient ce choix en montrant des relations linéaires entre  $\rho$  et  $R_Z$  des FSTD et des FPSS de chaque type de pâte.

#### 4.4.2 Analyse de régression

Le tableau 4.4 résume les résultats de l'analyse de régression linéaire multiple pour les FSTD et les FPSS. L'annexe III présente les résultats détaillés de cette analyse. Les modèles statistiques trouvés suivent la forme générale suivante (équation 4.3):

$$PR = k \bar{L}^\alpha R_Z^\beta R_I^\gamma \quad [4.3]$$

où;

PR: propriété de résistance;

k: constante de proportionnalité;

- $\bar{L}$ : longueur moyenne des fibres, mm;
- $R_Z$ : résistance Z, kPa;
- $R_I$ : résistance intrinsèque de la fibre, km;
- $\alpha, \beta, \gamma$ : paramètres estimés par l'analyse de régression qui déterminent le degré de dépendance des PR des variables  $\bar{L}$ ,  $R_Z$  et  $R_I$ , respectivement.

Dans le cas des propriétés des FSTD, l'écart type des coefficients estimés par l'analyse de régression est élevé à cause de la faible taille de l'échantillon (n=16). Malgré ce fait, on a obtenu de très fortes corrélations entre les résistances calculées et mesurées.

En ce qui concerne les propriétés des FPSS, on a trouvé des coefficients de corrélation élevés. De plus, les écarts types des coefficients estimés par l'analyse de régression sont généralement faible. En effet, à l'exception des degrés de dépendance de la longueur moyenne des fibres ( $\alpha$ ), cette erreur est faible (<15% de la moyenne). Ceci montre le pouvoir de prédiction des modèles obtenus.

Pour l'ensemble des propriétés, les modèles obtenus montrent que la dépendance de la longueur moyenne des fibres ( $\alpha$ ) est plus faible pour les FPSS. À titre d'exemple,  $\alpha$  pour  $I_D$  des FSTD est de 0,47 comparativement à 0,20 pour les FPSS.

L'examen du tableau 4.4 montre que le degré de dépendance des résistances à l'éclatement et à la traction simple de la résistance Z ( $\beta$ ) est supérieur pour les FPSS. Par exemple, dans le cas de  $L_R$ ,  $\beta$  est de 1,03 pour les FPSS comparativement à 0,60 pour les FSTD. D'autre part, les signes négatifs de  $\beta$  dans les modèles trouvés pour  $I_D$  montrent que l'augmentation de la résistance des liaisons a un effet négatif sur cette propriété.

**Tableau 4.4** Coefficients des régressions linéaires pour la prédiction des résistances à la déchirure, à l'éclatement et à la rupture.

Propriété de résistance (PR)	FSTD					FPSS				
	k	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	r	k	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	r
Indice de déchirure ( $I_D$ )	2,12	0,47 (0,08)	-0,50 (0,09)	1,66 (0,18)	0,98	8,13	0,20 (0,03)	-0,50 (0,05)	1,10 (0,08)	0,81
Indice d'éclatement ( $I_E$ )	0,002	0,57 (0,20)	0,51 (0,20)	1,66 (0,57)	0,95	0,001	0,22 (0,03)	0,71 (0,05)	1,32 (0,09)	0,97
Longueur de rupture ( $L_R$ )	0,006	0,41 (0,12)	0,60 (0,13)	1,20 (0,35)	0,98	0,003	0,12 (0,03)	1,03 (0,05)	0,41 (0,09)	0,96

#### 4.4.3 Amélioration des modèles

Le tableau 4.4 montre de fortes corrélations entre les propriétés mécaniques mesurées et prédites. Cependant, il est possible d'améliorer ces corrélations en introduisant d'autres paramètres influents sur ces propriétés. Parmi ces paramètres, il y a la grossièreté des fibres ( $G$ ). Cette dernière est une propriété fondamentale qui influe sur les différentes propriétés des pâtes (2; 5-6; 69; 151; 158-159). Parmi les traitements appliqués dans le cadre de la présente étude, seul le raffinage influe sur  $G$ . Nous n'avons pas mesuré ce paramètre. Par contre, nous avons estimé et corrigé  $G$  à partir des données de la littérature. On présente les détails de cette estimation dans l'annexe IV.

Les résultats de l'introduction de  $G$  dans les modèles sont présentés dans l'annexe IV. L'examen de ces résultats montre que l'introduction de  $G$  dans les modèles des FPSS améliore légèrement les corrélations entre les variables dépendantes et indépendantes. Par contre,  $G$  n'a aucune influence significative sur  $L_R$ ,  $I_E$  et  $I_D$  des FSTD.

Dans le cas des FSTD, le fait que  $G$  n'influe pas sur  $I_D$  est en accord avec le résultat de Broderick et al. (159) et de Horn (158) qui n'ont trouvé aucune corrélation entre  $G$  et  $I_D$  des PHR et des PCK, respectivement. Par contre, le fait que  $G$  n'influe pas sur  $I_E$  et  $L_R$  des FSTD discorde avec les résultats de Broderick et al. (159) qui ont trouvé que  $G$  a une

influence négative sur  $L_R$  et  $I_E$  des PHR séchées à l'air. Cette discordance pourrait s'expliquer par le faible nombre de répétitions dans la présente étude. De plus, les valeurs calculées de  $G$  pourraient ne pas refléter exactement la réalité. La mesure directe de cette propriété reflétera mieux la réalité et pourrait faire l'objet d'une étude intensive particulièrement pour les PHR.

Dans le cas des FPSS,  $G$  a une influence négative sur  $I_D$ ,  $L_R$  et  $I_E$ . Ce résultat concorde avec ceux de Clark (5) qui a trouvé que  $G$  a une influence négative sur les propriétés des pâtes. Dans le cas de  $L_R$  et  $I_E$ , les résultats du tableau A4.4 sont également en accord avec ceux de Broderick et al. (159) qui montrent que  $G$  est négativement corrélé avec ces deux propriétés.

#### 4.4.4 Application d'autres modèles

L'équation de Page (Éq. 4.4) est applicable à la résistance à la rupture par traction. La difficulté dans cette équation réside dans l'estimation du deuxième terme soit celui qui montre l'apport de la cohésion de la feuille à la résistance à la traction. Dans cette équation, nous pouvons facilement mesurer ou estimer les termes  $G$ ,  $L$  et  $P$ . Cependant, les termes  $b$  et  $S_{RL}$  sont plus difficile à estimer. Selon Anderson et Mohlin (17),  $R_Z$  des PHR constitue une mesure combinée de la résistance des liaisons et de la  $S_{RL}$ . En substituant  $b$  et  $S_{RL}$  par  $R_Z$  dans l'équation 4.4, nous obtenons l'équation 4.5. En appliquant cette équation, nous avons pu calculer  $L_R$  pour les FPSS. La figure 4.8 montre la comparaison entre les valeurs calculées et mesurées de  $L_R$ . Cette illustration montre une très forte corrélation ( $r=0,99$ )<sup>5</sup>. Ceci montre que l'équation de Page est applicable pour l'ensemble des PHR utilisées dans la présente étude. Ce résultat montre également que  $R_Z$  est un excellent paramètre pour estimer  $b$  et  $S_{RL}$ .

---

<sup>5</sup>Coefficient de corrélation biaisé puisque la courbe n'a pas été corrigée selon la moyenne (intercept = 0).

$$\frac{1}{T} = \frac{9}{8R_I} + \frac{12G}{bPLS_{RL}} \quad [4.4]$$

$$\frac{1}{T} = \frac{9}{8R_I} + \frac{12G}{R_Z PL} \quad [4.5]$$

où;

T: indice de rupture en traction simple;

R<sub>I</sub>: résistance intrinsèque de la fibre;

G: grossièreté des fibres;

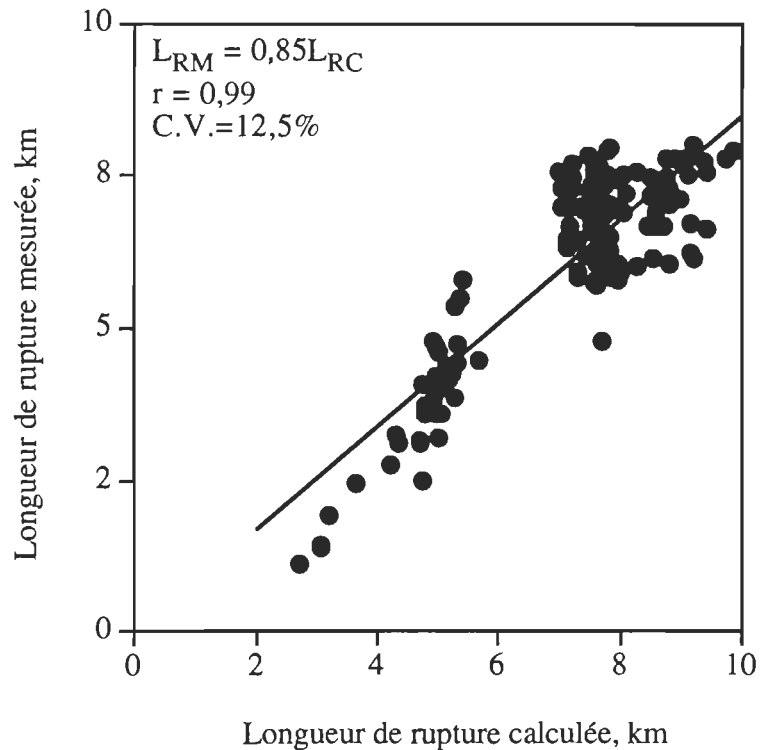
b: résistance des liaisons en cisaillement;

L: longueur moyenne des fibres;

P: périmètre de la section transversale de la fibre;

S<sub>RL</sub>: surface liée relative;

R<sub>Z</sub>: résistance Z.



**Figure 4.8:** Relation entre les longueurs de rupture mesurées et calculées selon l'équation de Page.

Par ailleurs, l'examen des données de la figure 4.8 montre que les  $L_R$  calculées ( $L_{RC}$ ) sont en moyenne de 15% plus élevées que celles mesurées ( $L_{RM}$ ). Cette différence peut s'expliquer par le fait que nous avons estimé G, et P à partir des données de la littérature. Les valeurs réelles pour les pâtes utilisées dans la présente étude pourraient différer légèrement. La mesure de ces paramètres pourrait donner une meilleure concordance entre les valeurs calculées et mesurées.

Dans le cas de  $I_D$ , Seth et Page (23) ont suggéré qu'il soit possible d'estimer l'énergie de déchirure en utilisant les données de la résistance intrinsèque de la fibre et l'équation de Page (4.4). L'équation 4.6 présente le modèle proposé. Dans cette équation, n peut varier de 2 à 3 pour les PCK de résineux. En appliquant ce modèle pour les PHR de résineux utilisées dans la présente étude, nous avons trouvé que ce modèle est aussi valable pour prédire  $I_D$ . L'équation 4.8 montre la valeur de n trouvée est dans la plage de valeurs (entre 2 et 3) proposées par Page et Seth (23). Par ailleurs, la figure 4.9 montre la relation entre les valeurs de  $I_D$  calculées ( $I_{DC}$ ) selon l'équation 4.6 et celles mesurées ( $I_{DM}$ ).

Il convient de mentionner que le modèle de Page et Seth (Équation 4.6) s'applique également pour les PCTM de bouleau et de peuplier. Cependant, la valeur de n trouvée pour ces pâtes est de 1,1 seulement. De plus, les constantes de proportionnalités (k) sont différentes pour les PCTM de bouleau (k= 2) et de peuplier (k=2,45).

$$W_D = \frac{kR_I^n}{T} \quad [4.6]$$

$$I_D = \frac{0,25R_I^{2,05}}{T} \quad [4.7]$$

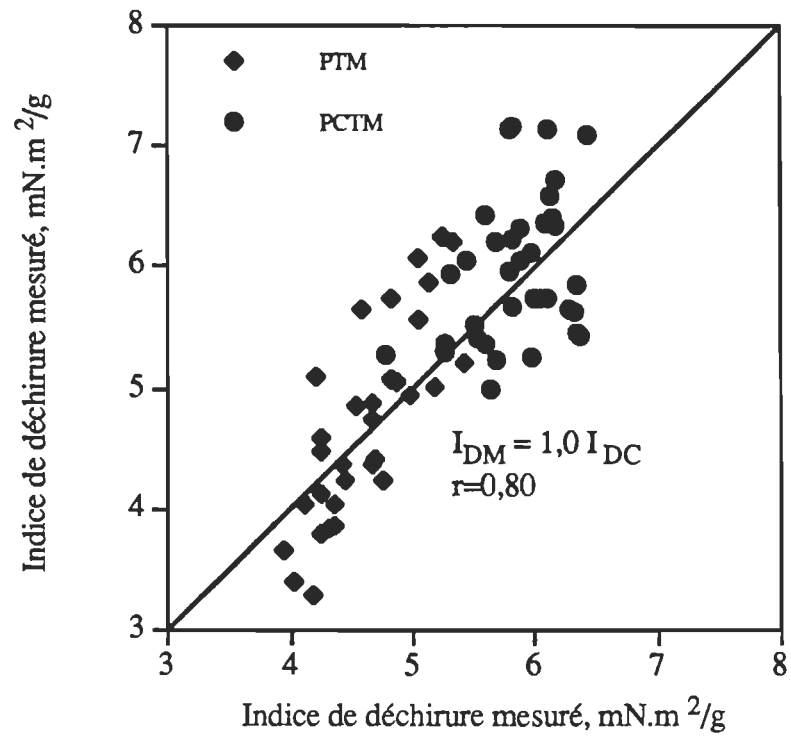
où;

k: constante arbitraire;

$R_I$ : résistance intrinsèque de la fibre;

T: résistance à la traction déterminée selon l'équation 4.5;

n: degré de dépendance de  $R_I$ .



**Figure 4.9:** Relation entre les indices de déchirure mesurés et calculés selon l'équation 4.7.

## CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

1) La mise au point au laboratoire du test de traction dans la direction Z, du test de liaisons de Scott et du test d'arrachage sur une roue sans friction a permis de tirer les conclusions et les recommandations suivantes:

- 1.1 L'énergie d'arrachage et la résistance Z sont les mesures les plus répétitives et les plus précises de la résistance des liaisons.
- 1.2 Malgré les fortes corrélations qui existent entre les énergies de rupture données par les différentes méthodes de mesure, ces énergies ne mesurent pas la même chose.
- 1.3 En plus de surévaluer la résistance des liaisons par sa nature dynamique et par la possibilité de rupture dans la paroi des fibres, le test de Scott n'est pas précis.
- 1.4 Nous ne recommandons pas le test d'arrachage pour la mesure de la résistance des liaisons des papiers à main élevée et des cartons puisque l'énergie dissipée dans le réseau fibreux surévalue la résistance des liaisons.
- 1.5 L'énergie de rupture dans la direction Z inclue l'énergie des liaisons fibre-à-fibre et l'énergie des liaisons intra-fibres.



- 1.6 Afin d'éviter les problèmes de surévaluation de la résistance des liaisons, nous recommandons de déterminer cette propriété en terme de contrainte et non en terme d'énergie.
  - 1.7 La résistance Z fournie par le test de traction dans la direction Z est une mesure précise, répétitive et fiable. Cette mesure ne varie ni avec le type de pâte ni avec l'épaisseur du papier. Par conséquent, nous la recommandons pour la détermination de la résistance des liaisons dans le papier et le carton.
- 2) L'étude des effets des traitements sur les propriétés des pâtes a permis de tirer les conclusions suivantes:
- 2.1 L'ANOVA démontre que le raffinage des pâtes, la température et la pression utilisées dans le PPSS des feuilles ont des effets significatifs sur la plupart des caractéristiques des pâtes à haut rendement et des pâtes chimiques kraft.
  - 2.2 Les variations de l'indice de déchirure, de l'indice d'éclatement et de la longueur de rupture par les traitements appliqués s'expliquent principalement par la variation de la résistance des liaisons fibre-à-fibre. L'augmentation de cette propriété améliore l'indice d'éclatement et la longueur de la rupture mais diminue l'indice de déchirure. D'autre part, la résistance intrinsèque de la fibre joue également un rôle important. En effet, on a trouvé qu'une pression très élevée tend à diminuer cette propriété ce qui peut contrecarrer l'effet de l'amélioration de la résistance des liaisons.
- 3) Les modèles linéaires obtenus montrent que les effets des traitements sur l'ensemble des propriétés physiques, mécaniques des feuilles de laboratoire varient d'une pâte à l'autre. Nous avons expliqué cette variation par les différences dans les caractéristiques morphologiques, chimiques et physiques des pâtes avant les traitements.

4) Nous avons utilisé quatre moyens pour étudier les effets des traitements sur la nature des liaisons fibre-à-fibre soit: la mesure de la résistance spécifique des liaisons, la mesure de la longueur de rupture humide, l'application de la théorie de la liaison hydrogène de Batten et Nissan et l'analyse de la chimie de surface par spectroscopie des photoélectrons. À partir de ces études nous avons tiré les conclusions suivantes:

- 4.1 La variation non significative de la résistance spécifique des liaisons en fonction des traitements appliqués suggère qu'il n'y ait pas de changement dans la nature des liaisons fibre-à-fibre.
- 4.2 La longueur de rupture humide de l'ensemble des pâtes montre une augmentation quasi exponentielle pour les feuilles de laboratoire pressées et séchées simultanément à une température de 175 °C. On a expliqué ce phénomène par l'écoulement de la lignine qui par son caractère hydrophobe empêche l'eau et l'humidité d'attaquer les liaisons hydrogènes. Les analyses de la chimie de surface par spectroscopie des photoélectrons supportent cette affirmation en montrant que le contenu en lignine à la surface des fibres augmente quand les feuilles sont pressées et séchées simultanément à une température de 175 °C.
- 4.3 La variation du module d'élasticité en fonction de la densité apparente des feuilles tombe sur la relation théorique de la liaison hydrogène de Batten et Nissan. Par conséquent, l'amélioration de la résistance des liaisons par le procédé de pressage et séchage simultanés s'explique par l'augmentation dans la surface de contact et le nombre de liaisons hydrogènes entre les fibres et non par des changements dans la nature des liaisons fibre-à-fibre.

5) La comparaison du procédé de pressage et séchage simultanés au procédé conventionnel a permis de tirer les conclusions suivantes:

- 5.1 Les observations au microscope électronique à balayage montrent que le procédé de pressage et séchage simultanés permet un aplatissement prononcé des fibres qui se traduit par des densités et des surfaces liées entre les fibres plus élevées.
  - 5.2 Les meilleures améliorations des propriétés physiques et mécaniques sont obtenues pour les pâtes thermomécaniques. Ceci montre que ce procédé est plus applicable pour les pâtes à fibres rigides.
  - 5.3 À l'exception de l'indice de déchirure, les propriétés des FPSS sont supérieures à celles des FSTD quel que soit la composition de la pâte. De plus, elles sont moins dépendantes de la longueur moyenne des fibres. Ceci montre le potentiel du PPSS pour l'incorporation des essences forestières à fibres courtes dans l'industrie du papier et du carton.
  - 5.4 Les effets du procédé du pressage et séchage simultanés sont particulièrement bénéfiques pour la stabilité dimensionnelle du papier et du carton. En effet, l'utilisation d'une température de 175 °C permet d'atteindre des améliorations d'environ 400% de la résistance à la rupture humide. À la lumière de ce résultat, nous recommandons l'utilisation d'une température d'environ 175°C quand la stabilité dimensionnelle est un critère important pour la qualité du produit fini.
- 6) L'étude de la variation de l'indice de déchirure, de l'indice d'éclatement et de la longueur de rupture en fonction de la résistance intrinsèque de la fibre, de la résistance des liaisons et de la longueur moyenne et de la distribution des fibres nous a permis de tirer les conclusions suivantes:

- 6.1 L'indice de déchirure augmente avec la longueur moyenne des fibres et diminue avec la proportion des fibres courtes indépendamment de la composition de la feuille et du procédé de pressage et séchage.
- 6.2 Dans le cas des pâtes classées, les fibres longues et courtes jouent un rôle important dans le développement des résistances à la rupture et à l'éclatement. Ces propriétés sont optimales à une longueur moyenne de 1,8mm et un contenu en fibres courtes d'environ 40%.
- 6.3 À l'exception de l'indice de déchirure, les propriétés des FPSS sont supérieures à celles des FSTD quel que soit la composition de la pâte. De plus, elles sont moins dépendantes de la longueur moyenne des fibres. Ceci montre le potentiel du PPSS pour l'incorporation des essences forestières à fibres courtes dans l'industrie du papier et du carton.
- 6.4 Plus la résistance intrinsèque de la fibre est élevée meilleurs sont l'indice de déchirure, l'indice d'éclatement et la longueur de rupture.
- 6.5 Plus la résistance des liaisons est élevée, meilleurs sont la longueur de rupture et l'indice d'éclatement. Par contre, plus la résistance est élevée plus faible est l'indice de déchirure.
- 7) La résistance  $Z$ , la résistance intrinsèque et la longueur moyenne de la fibre permettent de prédire les résistances à la rupture, à l'éclatement et à la déchirure selon le modèle statistique linéaire suivant:  $PR = k \bar{L}^\alpha R_Z^\beta R_f^\gamma$ .

## RÉFÉRENCES

1. Ministère de l'Énergie et des Ressources, Gouvernement du Québec, "Ressources et industries forestières portrait statistique 1988" (1989).
2. Garceau, J. J., R. Chen, C. Danneault, K. Goel, K., B.V. Kokta, Z. Koran, H.-C. Lavallée, K.N. Law, R.G. Lebel, Y. Lemay et B. Rémillard, "Pâtes mécaniques et chimico-mécaniques", Section technique de l'ACPPP (1989).
3. Kokta, B.V., A. Ahmed, R. Chen, T. Graczyk, D. Zhai et J. J. Garceau, "Les pâtes d'explosion de bois feuillus et de résineux", *Les papetières du Québec* 1 (4): 17-25 (1990).
4. Wegner, T. H., "Improve Strength in High-Yield Pulps through Chemical Treatment", *Tappi* 65 (8): 103-124 (1982).
5. Clark, J. d'A, "Pulp Technology and Treatment of Paper", Miller Freeman Publications Inc. (1985).
6. Casey, J. P., "Pulp and Paper Chemistry and Chemical Technology", 3e édition, Vol II, John Wiley & Sons (1980).
7. Page, D. H., "The Beating of Chemical Pulps - The Action and the Effects", *Overview of the Fundamentals of Papermaking*, pp. 1-38 (1991).

8. Carlsson, G., T. Lindström, et C. Söremark, "The Effect of Cationic Polyacrylamides on Some Dry Strength Properties of Paper", *Svensk Papperstidning* 80 (6): 173-177 (1977).
9. Andersson, M., "Aspects of Z-Strength in Pulp Characterization", *Svensk Papperstidning* 84 (6): R34-R42 (1981).
10. Hernandez, H. R., "Cationic Starch in High Groundwood-Content Papers", *Tappi* 53 (11): 2101-2104 (1970).
11. Strazdins, E., "Factors Affecting Retention of Wet-End Additives", *Tappi* 53 (1): 80-83 (1970).
12. Laleg, M. et I. I. Pikulik, "Modified Starches for Increasing Paper Strength", 78e Congrès annuel, Section technique, ACPPP, Montréal, Prétirés: B61-B72 (1992).
13. Back, E. L., "Thermal Auto-Crosslinking in Cellulose Material", *Pulp and Paper Mag. Can.* 68 (4) :T165-T171 (1967).
14. Page, D. H., "A Theory for the Tensile Strength of Paper", *Tappi* 52 (4): 674-681 (1969).
15. Page, D. H. et J. M. MacLeod, "Fiber Strength and its Impact on Tear Strength", *Tappi* 75 (1) : 172-174 (1992).
16. Clark, J. d'A., "Components of the Strength Qualities of Pulps", *Tappi* 56 (7): 122-125 (1973).
17. Andersson, M. et U-B. Mohlin," Z-Strength of Mechanical Pulps", *Paperi Puu* 62 (10): 583-586 (1980).

18. McKenzie, A. W., "Interpretation of Pulp Evaluation Results", *Appita* 38 (4): 284-290 (1985).
19. William, E. S. et T. Stanley, "Properties of Paper: An Introduction", Tappi Press (1989).
20. Page, D.H., "A Quantitative Theory of the Strength of Wet Webs", *J.P.P.S.* 19 (4): J175-J178 (1993).
21. Lyne L. M. et W. Galley, "Studies in the Fundamentals of Wet Web Strength", *Tappi* 37 (12) 698-704 (1954).
22. Andersson, M., "Z-Strength in Pulp Characterization - Chemical Pulps" *Svensk Papperstidning* 84 (3): R6-R14 (1981).
23. Seth, R. S., et D. H. Page, "Fiber Properties and Tearing Resistance", *Tappi* 71 (2): 103-107 (1988).
24. Parsons, S. R., "Effect of Interfiber Bonding on Tearing Strength", *Tappi* 52 (7): 1262-1266 (1969).
25. van den Akker, J. A., A. L. Lathrop, M. H. Voelker, et L.R. Dearth, "Importance of Fiber Strength to Sheet Strength", *Tappi*, 41 (8): 416-425 (1958).
26. Buchanan, J. G. et O. V. Washburn, "The Surface and Tensile Fractures of Groundwood Handsheets as Observed with the Scanning Electron Microscope", *Pulp and Paper Mag. Can.* 65 (2): T52-T62 (1964).
27. Nissan, A. H. et S. S. Sternstein, "Cellulose-Fibre Bonding", *Tappi* 47 (1): 1-6 (1964).
28. Wu, S., "Polymer Interface and Adhesion", Marcel Dekker Inc. (1982).

29. Arnaud, P., "Cours de chimie physique", Dunod (1988).
30. Voyutskii, S. S., "Autohesion and Adhesion of High Polymers", Interscience Publishers, New York, N.Y. (1963).
31. Nissan, A. H., "General Principles of Adhesion with Particular Reference to Hydrogen Bond", The Formation and Structure of Paper, Technical Section British Paper and Board Makers' Association, London, England, Vol. 1 :119-130 (1962).
32. Campbell, W. B., "Academic Aspects of Paper Preparation", Paper Trade J. 125 (19): 82-86 (1947).
33. Campbell, W. B., Pulp and Paper Res. Inst. Can. Lab. Report No 75 (1946)
34. van den Akker, J. A., "A Note on the Theory of Fiber-Fiber Bonding in Paper. The Influence on Paper Strength of Drying by Sublimation", Tappi 35 (1): 13-21 (1952).
35. Nanko, H., et J. Ohsawa, "Mechanism of Fibre Bond Formation", Transactions of the 1989 Cambridge Symposium, Mech. Eng. Publications Ltd., London, pp. 783-829 (1989).
36. Szikla, Z. et H. Paulapuro, "Z-Directional Distribution of Fines and Filler Material in the Paper Web Under Wet Pressing Conditions", Paperi Ja Puu 68 (9): 654-664 (1986).
37. Szikla, Z. et H. Paulapuro, "Changes in Z-Direction Density Distribution of Paper in Wet Pressing", JPSS 15 (1): J11-J17 (1989).
38. Landt, G. E. et S. A. Rulon, "A New Interpretation of Fiber-Fiber Bonding in Paper", Paper Trade J. 111 (4): 44-48 (1940).
39. Wilson, W. S., "The Mecanism of Fiber Bonding", Tappi 34 (12): 561-566 (1951).



40. Nissan, A. H. et H. G. Higgins, "A Molecular Approach to the Problem of Viscoelasticity", *Nature* 184: 1477 (1959).
41. Wenzel, H. F. J., "The Chemical Technology of Wood", Academic Press Inc, (1970).
42. Marrinan, H. J., *Recent Advances in the Chemistry of Cellulose and Starch*, Ed. J. Honeyman, Interscience Publishers, Inc., New York pp. 147-187, (1959).
43. Stratton, R. A., "Characterization of Fiber-Fiber Bond Strength From Paper Mechanical Properties", 1991 International Paper Physics Conference, Vol. 2: 561-577 (1991).
44. Skowronski, J. et W. Bichard, "Fibre-to-Fibre Bonds in Paper. Part I. Measurement of Bond Strength and Specific Bond Strength", *J.P.P.S.* 13 (5): J165-J169 (1987).
45. Smith, J. C. et E. L. Graminski, "Characterizing the Interfiber Bonding of Paper Pulps. Effect of preparation Pressure on Tensile Test Specimens", *Tappi ann. Mtg. (Atlanta), Prétiré*, p. 169 (1977).
46. Dasgupta S., "Mechanism of Paper Tensile-Strength Development Due to Pulp Beating", *Tappi* 77 (6): 158-166 (1994).
47. Nordman L., "Bonding in Paper Sheets.", *Fundamentals of Paper Making Fibres*, Technical Section of the British Paper Board Maker's Association (Inc.) pp. 333-347 (1961).
48. van den Akker, J. A., "An Analysis of the Nordman Bonding Strength", *Tappi* 52 (12): 2386-2389 (1969).
49. Urquhart, A. R., *J. Textile Inst.* 20 : T125 (1929).

50. Campbell, W. B., "Hydration of Cellulose by Beating", *Pulp and Paper Res. Mag. Can.* 29 (6) :185 (1930).
51. Obermans, H. E., "A Study on the Effect of Hemicelluloses on the Beating and Strength of Pulps", *Paper Trade J.* 103 (7): 109-117 (1936)
52. Jayme G. et E. Lochmuller-Kerler, *Holz Roh-u. Werkstoff.* 5 (11): 377 (1942).
53. Page, D. H., R. S. Seth et F. El-Hosseiny, "Strength and Chemical Composition of Wood Pulp fibers", *Transactions of the 8th fundamental Research Symposium, Oxford*, pp. 77-91 (1985).
54. Hatakeyama, H., K. Nakamura et T. Hatakeyama, "Structure and Properties of the Amorphous Region of Cellulose in Dry and Wet States", *1987 International Paper Physics Conference*, pp. 101-105 (1987).
55. Hatakeyama, H., K. Nakamura et T. Hatakeyama, "Relation between Hydrogen Bonding and Water in Cellulose. *Appl. Polymer Sci., Appl. Symp.* 37: 979-991 (1983).
56. Hatakeyama, H. et T. Hatakeyama, "Structural Change of Amorphous Cellulose by Water- and Heat-Treatment", *Macromol. Chem.* 182: 1655-1688 (1983).
57. Hartler, N. et U.-B. Mohlin, "Cellulose Fibre Bonding - Part 2. Influence on Interfibre Bond Strength", *Svensk Papperstidning* 78 (8): 295-299 (1975).
58. Mohlin, U.-B., "Cellulose Fibre Bonding - Part 3. The Effect of Beating and Drying on Interfibre Bonding", *Svensk Papperstidning* 78 (9): 338-341(1975).
59. Mohlin, U.-B., "Cellulose Fibre Bonding - Part 5. Conformability of Pulp Fibres", *Svensk Papperstidning* 78 (9): 412-416 (1975).

60. Emerton, H.W. "Fundamentals of the Beating Process", British Paper and Board Industry Research Association, London (1957).
61. Fahey, M.D. "Mechanical Treatment of Chemical Pulps", Tappi 53 (11): 2050 (1970).
62. Higgins, H. G. et de J. Young, "The Beating Process - Primary Effects and Their Influence on Paper Properties", Transactions of the Oxford Symposium, Technical Section, B.P. and B.C.A., p. 651 (1961).
63. Attack, D. "Advances in Beating and Refining", Transactions of the Oxford Symposium, British Paper and Board Industry Federation, p.261 (1978).
64. Ebling, K. "A Critical Review of Current Theories for the Refining of Chemical Pulps", Proceedings of the Symposium on Fundamental Concepts of Refining, Appleton, (1980).
65. Noe, P., "Pâtes chimiques - Effets du raffinage", A.T.I.P. 41 (1): 27-34 (1987).
66. Panshin, A. J. et de Zeeuw, C., "Textbook of Wood Technology", McGraw-Hill, Inc. (1980).
67. Schniewind, A. P., L. J. Nemeth, et D. L. Brink, "Fiber and Pulp Properties. I. Shear Strength of Single Crossings", Tappi 47 (4): 244-248 (1952).
68. McIntosh, D. C. et B. Leopold, "The Formation and Structure of Paper", Technical Section British Paper and Board Makers' Association, London, England, pp. 265-270 (1962).
69. Paavilainen L. "Influence of Morphological Properties of Softwood Fibres on Sulphate Pulp Fibre and Paper Properties", 1991 International Paper Physics Conference, pp. 383-395 (1991).

70. Wink, W. A et R. H. van Eperen, "Evaluation of Z-Direction Tensile Strength", *Tappi* 50 (8): 393-400 (1967).
71. Mohlin, U.-B., "The Distinguishing Character of Thermomechanical Pulp", *Pulp and Paper Canada* 78 (12) : T291-T296 (1977).
72. Lindholm, C.A, "Comparison of some Papermaking Properties of Groundwood, Pressure Groundwood and Thermomechanical Pulp by Means of Artificial Blends of Pulp fractions - Part 1. Primary Results", *Paperi Ja Puu* 62 (10): 593-605 (1980).
73. Mohlin, U.-B., "Mechanical Pulp Properties - The Importance of Fines Retention" *Svensk Papperstidning* 80 (3): 84-88 (1977).
74. Cho, N.-S. et J. Nakano, "The Effect of the Fines Fraction on the Properties of High Yield Sulphite Pulp", *Appita* 42 (2): 120-124 (1989).
75. Reynolds, W. F., "New Aspects of Internal Bonding Strength of Paper", *Tappi* 57 (3): 116-120 (1974).
76. Norman, R. J., "Dependance of Sheet Properties on Formation and Forming Variables", *Consolidation of Paper Web*, BP & BMA, Tech. Sec. London, vol. 1: 269-298 (1966).
77. Andersson, M., "Z-Festigkeit zur Halbstoff-charakterisierung", *Papier* 35 (2): 49-61 (1981).
78. Retulainen, E., et I. Nurminen, " The Effects of the Chemical Composition of CTMP and Dry strength Additives on the Strength of Paper", 78e Congrès annuel, Section technique, ACPPP, Montréal, Prétirés : B193-B198 (1992).

79. Page, D.H., Tydeman, et Hunt, M., P. A., Transactions of the Oxford Symposium, 1961, Tech. Sec. B.P. et B.c.A. 171-193 (1962).
80. Stenberg, E. L., "Effect of Heat Treatment on the Internal Bonding of Kraft Liner", Svensk Papperstidning 81 (2): 49-54 (1978).
81. Back, E. L., et L. N. Salmen, "Glass Transitions of Wood Components Hold Implications for Molding and Pulping Processes", Tappi 65 (7): 107-110 (1982).
82. Tappi Test Methods, T 541 pm-83 Provisional Method 1983 (1989).
83. Méthodes d'essai normalisées de la Section Technique de l'ACPPP, Norme D.37P méthode proposée, mars 1980 (1988).
84. van Liew, G. P., " The Z-Direction Deformation of Paper", Tappi 57 (11) :121-124 (1974).
85. Hieta, K., H. Nanko, H., S.-I. Mukoyoshi, et J. Ohsawa, "Bonding Ability of Pulp Fibers", 1990 Papermakers Conference, pp. 123-130 (1990).
86. Krkoska, P., P. Miscovec, et A. Blazej., "Definition and Determination of Cohesion from Aspects of Basic Pulp Characterization", Cell. Chem. Tech. 18 (5): 507-517 (1984).
86. Schultz-Eklund, O. et C. Fellers, "Z-Toughness", 1987 International Paper Physics Conference: 189-191 (1987).
87. Dunlop, I. R., "Some factors Affecting Ply Adhesion in Latex Saturated Papers", Tappi 40 (8) : 676-680 (1957).
88. Sauret, G., " Contribution à l'étude de la structure des papiers par une méthode d'arrachage", A.T.I.P. Bull. 15 (8) : 395-402 (1961).

89. Skowronski, J. "Fibre-to-Fibre Bonds in Paper - Part II. Measurement of the Breaking Energy of Fibre-to-Fibre Bonds", J.P.P.S. 17 (6) : J217-J222 (1991).
90. Mohlin, U.-B., "Cellulose Fibre Bonding - Determination of Interfibre Bond Strength", Svensk Papperstidning 77 (4): 131-136 (1974).
91. Mayhood, C. H., O. J. Kallmes, et M. M. Cauley, "The Mechanical Properties of Paper, Part II: Measured Shear Strength of Individual Fiber to Fiber Contacts", Tappi 45 (1): 69 (1962).
92. McIntosh, D. C., "Tensile and Bonding strengths of Lobolly Pine Kraft Fibers Cooked to Different Yields", Tappi 46 (5): 273 (1963).
93. Byrd, V. L., V.C. Seterholm et J. F. Wichmann, "Method for Measuring the Interlaminar Shear Properties of Paper", Tappi 45 (1): 132 (1975).
94. Blockman, A. F., et W. C. Wikstrand, "Interfiber Bond Strength of Paper", Tappi 41 (3) : 191A (1958).
95. Wink, W. A., T. J. Clinton, R. W. Thickers, et J. A. van Den Akker, "Instrumentation Studies LXXIV. Determination of the Bonding Strength of Paper - VI. Progress Report on the Development of a New Method and New Instrument", Tappi 35 (9): 181A-188A (1952).
96. Wink, W. A., W. M. Shillcox et R. H. van Eperen, "Instrumentation Studies LXXX. Determination of the Bonding Strength of Paper - V. Progress Report on the Development of a Prefilming Technique and on a Study of the Specimen Backing Material", Tappi 40 (7): 189A-199A (1957).

97. Berger, B. F. et G. A. Baum, "Z-Direction Properties: The Effects of Yield and Refining", Papermaking Raw Materials, Transactions of the Eighth Fund. Res. Symp., Mech. Eng. Publications Ltd., London (1985).
98. Bodig, J. et B. A. Jayne, "Mechanics of Wood and Wood Composites", van Nostrand Reinhold Company Inc. (1982).
99. Nordman L., Ch Gustafsson et G Olofsson, "The Strength of Bonding in Paper II.", Paperi Ja Puu 36 (8): 315-320 (1954).
100. Retulainen, E., K. Ebeling, "Effect of Paper on the Load-Elongation Behaviour of Fibre-to-Fibre Bonds", Papermaking Raw Materials, Transactions of the Eighth Fund. Res. Symp., Mech. Eng. Publications Ltd., London: 229-263 (1985).
101. Cowan, W.F., "Short Span Tensile Analysis", Pulmac Instruments Ltd., Montréal, (1975).
102. Law, K., Z. Koran et J.J. Garceau, "On the Short Span Tensile Analysis of Mechanical Pulps", Transactions of the Technical Section of CPPA, Vol. (5): TR 51-54, Septembre (1979).
103. Back, E. L., "The Fundamentals of Press Drying", The Role of Fundamental Research in PaperMaking, Mech. Eng. Publ. Ltd, London, pp. 343-363 (1983).
104. Haselton, W. R., " Gas Adsorption by Wood Pulp and Paper. II. The Application of Gaz Adsorption Techniques to the Study of the Area and Structure of Pulps and the Unbonded Area of Paper", Tappi 38 (12) : 716-723 (1955).
105. Ingmanson, W. L. et E. F. Thode, "Factors Contributing to Strength Properties of a Sheet of Paper"., Tappi 42 (1): 83-100 (1959).

106. Luner, P., A. E. U Kärnä, et C. P. Donofrio, "Studies in Interfiber Bonding of Paper - The Use of Optically Bonded Areas with High Yield Pulps", *Tappi* 44 (6): 409-414 (1961).
107. Michell, A. J., "Press Drying of Paper- An Overview" *Appita* 37 (4): 325-329 (1984).
108. Baker, C., "Press Drying - Dead Art or Emerging Technology", *Paper (London)* 216 (1): 30-32 (1991).
109. Back, E. L. et R. Anderson, " Multistage Press Drying of Paper", *Svensk Papperstidning* 82 (2): 35-39 (1979).
110. Back, E. L., "Why is Press Drying/ Impulse Drying Delayed", *Tappi* 74 (3): 135-147 (1991).
111. Gunderson, D. "An Overview of Press-Drying, Impulse-Drying, and Condebelt-Drying Concepts", *Paperi Ja Puu* 74 (5): 412-418 (1992).
112. Byrd, Von. L., "Press Drying - Flow and Adhesion of Hemicellulose and Lignin", *Tappi* 62 (7): 81-84 (1979).
113. Horn, A. H., "Bonding in Press-Dried Sheets from High-Yield Pulps - The Role of Lignin and Hemicellulose", *Tappi* 62 (7): 77-80 (1979).
114. Atalla, R. H., C. P. Woitkovich, et V. C. Setterholm, "Raman Microprobe Studies of Fiber Transformations during Press-Drying", *Tappi*, 68 (11): 116-119 (1985).
115. Swenson, R., "The Application of Press-Drying to PaperMaking", *The Role of Fundamental Research in Paper Making*, Mech. Eng. Publ. Ltd, London, , p. 365-375 (1983).



116. Setterholm, V. C., "An Overview of Press Drying", *Tappi* 62 (3): 45-46 (1979).
117. Michell, A. J., R. S. Seth, et D. H. Page, "The Effect of Press-Drying on Paper Structure", *Paperi Ja Puu* 65 (9): 536-541 (1983).
118. Horn, A. H., et D. W. Bormett, "Conventional and Press Drying of High-Yield Paper Birch for the Use in Linerboard and Corrugating Medium", *Tappi* 68 (10): 97-101 (1985).
119. Kunnas, L., J. Lehtinen, H. Paulapuro et A. Kiviranta, "The Effect of Condebelt Drying on the Structure of Fiber Bonds", *Tappi* 76 (4): 95-104 (1993).
120. Seth, R. S., A. J. Michell, et D. H. Page, "The Effect of Press-Drying on Paper Strength", *Tappi*, 68 (10): 102-107 (1985).
121. Law, K. N., et Z. Koran, "Effect of Press drying on Paper Properties", *Appita* 35 (5): 387-390 (1981).
122. Byrd, Von. L., "Bonding of Air-Laid Webs - Critical Amount of Moisture Necessary", *Tappi*, 65 (5): 153-155 (1982).
123. Cochran, W. G., "Sampling Technics", John Wiley & Sons, New York, 3e éd., (1977).
124. Montgomery, D. C., "Design and Analysis of Experiments", John Wiley & Sons (1976).
125. Skoog, D., A. et J. J. Leary, "Principales of Instrumental Analysis", Saunders College Publishing, pp. 383-400 (1992).
124. Montgomery, D. C., "Design and Analysis of Experiments", John Wiley & Sons (1976).

125. Skoog, D., A. et J. J. Leary, "Principales of Instrumental Analysis", Saunders College Publishing, pp. 383-400 (1992).
126. Cumpson, P.J. et M.P. Seah, "Random Uncertainties in AIES and XPS. 1: Uncertainties in Peak Energies, Intensities and Areas Derived from Peak Synthesis", Surf. Int. Anl. 18: 345-360 (1992).
127. Adnot, A. et L. Party, "Calcul des concentrations ou des rapports atomiques à partir des spectres ESCA fournis par le laboratoire d'analyse de surface du GRAPS", Rapport interne GRAPS-INT-01, Département de génie chimique, Université Laval (1991).
128. Scofield, J.H., "Hartree-Slater Subshell Photoionization Cross-Sections at 1257 and 1487 eV.", J. Electron Spectrosc. Relat. Phenom. 8: 129-137 (1976).
129. Steel, R. G. D. et J. H. Torrie, "Principals and Procedures of Statistics". A Biometrical Approach. McGraw-Hill, Inc., 2ème éd. (1980).
130. Bliss, G. I., "Statistics in Biology", McGraw-Hill, Inc. New York (1967).
131. Salvatore, D., "Économétrie et statistique appliqués. Cours et problèmes". Série Schaum, McGraw-Hill, Édition originale (1985).
132. Forgacs, O.L., "The Characterization of Mechanical Pupls", Pulp Paper Mag. Can. 64-C: T89-T118 (1963).
133. Kaelbe, D. H., "Theory and Analysis of Peel Adhesion -Bond Stress Distribution", Trans. Soc. Rheol. (3): 161 (1959).
134. Ahmed, A., A. Adnot et S. J. Kaliaguine, "ESCA Study of the Solid Residues of Supercritical Extraction of Populus Tremuloides in Methanol", J. Appl. Poly. Sci. 34: 359-375 (1987).

135. Gray, D. G., "Surface Analysis of Paper and Wood Fibers by ESCA. (3). Interpretation of Carbon (1s) Peak Shape", *Cell Chem. Technol.* 12: 735-743 (1978).
136. Dorris, G. M., et D. G. Gray, "Surface analysis of Paper and Wood Fibers by ESCA. (2) Surface Composition of Mechanical Pulps", *Cell. Chem. Technol.* 12: 721-734 (1978).
137. Siggel, M. B. et T. D. Thomas, "Linear Correlation of Oxygen Core-Ionization Energies of Alcohols and Acids with those of the Corresponding Methyl and Ethyl Ethers and Esters.", *J. Electron Spectrosc.* 48: 101-116 (1989).
138. Hua, X., S. J. Kaliaguine, B.V. Kokta et A. Adnot, "Surface Analysis of Explosion Pulps by ESCA. Part 2.", *Wood Sci. Technol.* 28: 1-8 (1993).
139. Kamdem, P., B. Riedl, A. Adnot, et S. J. Kaliaguine, "ESCA Spectroscopy of Poly (Methyl Methacrylate) Grafted Onto Wood Fibers", *J. Appl. Poly. Sci.* 43: 1901-1912 (1991).
140. Barry, A. O., Z. Koran, et S. J. Kaliaguine, "Surface Analysis by ESCA of Sulfite Post-Treated CTMP", *J. Appl. Poly. Sci.* 39: 31-42 (1990).
141. Ahmed, A., A. Adnot et S. J. Kaliaguine, "ESCA Analysis of Partially Converted Lignocellulosic Materials", *J. Appl. Poly. Sci.* 35: 1909-1919 (1988).
142. Dorris, G. M. et D. G. Gray, "Surface Analysis of Paper and Wood Fibers by ESCA. (1). Application to Cellulose and Lignin", *Cell. Chem. Technol.*, 12 (1): 9-23 (1978).
143. Hon, D. N. S., "ESCA Study of Oxidized Wood Surfaces", *J. Appl. Poly. Sci.* 29 (9): 2777-2784 (1984).

144. Young, R. S., Rammon R. M., S. S. Kelly et R. H. Gillespie, "Bond Formation by Surface Reactions. Part I. Surface Analysis by ESCA", *Wood Sci.* 14 (3): 110 (1982).
145. Batten, G. L. Jr, et A. H. Nissan, "Unified Theory of the Mechanical Properties of Paper and Other H-Bond-Dominated Solids- Part I", *Tappi* 70 (9): 119-123 (1987).
146. Nissan, A. H. et G. L. Jr. Batten, "Unified Theory of the Mechanical Properties of Paper and Other H-Bond-Dominated Solids - Part II", *Tappi* 70 (10): 128-131 (1987).
147. Batten, G. L. Jr. et A. H. Nissan, "Unified Theory of the Mechanical Properties of Paper and Other H-Bond-Dominated Solids - Part III", *Tappi* 70 (11): 137-140 (1987).
148. Campbell, W. B., "The Cellulose Water Relationship in Paper Making", *For. Ser. Bul.*, Ottawa, Ministère de l'intérieur, 84-91, (1933).
149. Clark, J. d'A., "Fibrillation, Free Water, and Fiber Bonding", *Tappi* 52 (2): 335-340 (1969).
150. Paavilainen L., "Importance of Particle Size -Fibre Length and Fines- for the Characterization of Softwood Kraft Pulp", *Paperi Ja Puu* 72 (5): 516-526 (1990).
151. Petit-Conil, M., A. Cochaux e C. de Choudens, "Mechanical Pulp Characterization: a New and Rapid Method to Evaluate Fibre Flexibility", *Paperi Ja Puu* 76 (10): 657-662 (1994).
152. Lindholm, C.-A., "Comparison of Some Papermaking Properties of Groundwood, Pressure Groundwood and Thermomechanical Pulp by Means of Artificial Blends

- of Pulp Fractions - Part 2. The Fines Fractions”, *Paperi Ja Puu* 63 (9): 551-558 (1981).
153. Lindholm, C.-A., et M. Gummerus, “Chemical Post-Treatment of the Long Fraction of Mechanical Pulps - Possibilities and Limitations” *Tappi Proc. of The 1983 International Mechanical Pulping Symposium*, pp. 35-49 (1983).
154. Lindholm, C.-A., “Comparison of some Papermaking Properties of Groundwood, Pressure Groundwood and Thermomechanical Pulp by Means of Artificial Blends of Pulp Fractions - Part 4. Results of Series of Investigation”, *Paperi Ja Puu* 63 (9): 551-558 (1981).
155. Clark, J. d'A, “An Approach to the Rational Evaluation of Pulp”, *Pulp Paper Mag. Can.* 49 (9): 101-109 (1948).
156. Brady, C. T., A. Berzinks, et J.d'A Clark, “A Rapid Simplified Method for Determining the Coarsness of Pulp”, *Tappi* 39 (1): 40-43 (1956).
157. Gurnagul, N., D. H. Page et R. S. Seth, “Dry Sheet Properties of Canadian Hardwood Kraft Pulps”, *J.P.P.S.* 16 (1): J36-J40 (1990).
158. Horn, R. A., “Morphology of Pulp Fiber From Hardwoods and Influence on Paper Strength”, *U.S.D.A. FS Res. Pap., F.P.L. Res., Madison, Wis.*, pp. 312-321 (1978).
159. Broderick G., J. Paris, J. L. Valade et J. Wood, “Linking the Fiber Characteristics and Handsheet Properties of a High-Yield Pulp”, *Tappi* 79 (1): 161-169 (1996).

## ANNEXE 1

### ERREURS EXPÉRIMENTALES ET COEFFICIENTS DE VARIATIONS DES DIFFÉRENTES PROPRIÉTÉS MESURÉES

#### A1.1 Coefficients de variation des propriétés physiques et mécaniques.

Le coefficient de variation est une statistique qui permet de décrire la précision d'une mesure donnée. Pour une propriété donnée, on calcule le coefficient de variation selon l'équation A1.1. Le tableau A1.1 présente le coefficient de variation maximum de l'ensemble des propriétés mesurées dans cette étude.

$$CV(\%) = \frac{\sigma}{\mu} \times 100 \quad [A1.1]$$

où;

CV: Coefficient de variation;

$\sigma$ : incertitude statistique;

$\mu$ : moyenne.

#### A1.2 Calcul de l'erreur expérimentale de la densité apparente

Nous avons mesuré et calculé la densité apparente des feuilles de laboratoire ( $\rho$ ) selon la méthode standard de l'ACPPP D.4. L'équation suivante a servi pour le calcul de  $\rho$ .

$$\rho = \frac{G}{e_h} = \frac{\frac{M_0}{S}}{e_h} = \frac{M_0}{0,05 e_h} \quad [A1.2]$$

où;

G: grammage de la feuille, g/m<sup>2</sup>,

e<sub>h</sub>: épaisseur du papier conditionné à une teneur en humidité d'environ 6%, mm,

M<sub>0</sub>: masse anhydre de l'échantillon du papier, g

S: surface de la feuille standard du papier soit 0,05 m<sup>2</sup>.

On a calculé l'erreur de mesure de la densité apparente selon les équations A1.3 et A1.4:

$$d\rho = \frac{1}{0,05} \left( \frac{\delta\rho}{\delta M_0} dM_0 + \frac{\delta\rho}{\delta e_h} de_h \right) \quad [A1.3]$$

$$d\rho = \frac{1}{0,05} \left( \left| \frac{1}{e_h} dM_0 \right| + \left| \frac{-M_0}{e_h^2} de_h \right| \right) \quad [A1.4]$$

où;

dρ: erreur de mesure de la densité apparente, kg/m<sup>3</sup>;

dM<sub>0</sub>: erreur de mesure de la masse anhydre = 3 x 10<sup>-6</sup> kg;

de<sub>h</sub>: erreur de mesure de l'épaisseur du papier = 1 x 10<sup>-6</sup> m.

On a utilisé 6 échantillons à densité variable pour l'estimation de l'erreur expérimentale de la densité apparente du papier. Le tableau A1.2 montre que cette erreur se situe entre 0,8 kg/m<sup>3</sup> et 6,0 kg/m<sup>3</sup> ce qui présente un pourcentage d'erreur variant de 0,3 à 0,9 %. Ceci certifie que les mesures de la densité apparente sont précises à 1% .

### A1.3 Erreur expérimentale de R<sub>SL</sub>

L'équation 2.7 donne la résistance spécifique des liaisons (R<sub>SL</sub>). Dans cette équation, il y a deux termes la résistance Z (R<sub>Z</sub>) et la densité apparente (ρ). Les équations A1.5 et A1.6 ont servi pour le calcul de l'erreur expérimentale de R<sub>SL</sub>.

$$dR_{SL} = 1540 \left( \frac{\delta R_{SL}}{\delta R_Z} dR_Z + \frac{\delta R_{SL}}{\delta \rho} d\rho \right) \quad [A1.5]$$

$$dR_{SL} = 1540 \left( \left| \frac{1}{\rho} dR_Z \right| + \left| \frac{R_Z}{-\rho^2} d\rho \right| \right) \quad [A1.6]$$

où;

$dR_{SL}$  : erreur expérimentale de  $R_{SL}$ ;

$dR_Z$  : erreur expérimentale de  $R_Z$ ;

$d\rho$  : erreur expérimentale de  $\rho$ .

On a utilisé le coefficient de variation maximal de  $R_Z$  (tableau A1.1) comme approximation de  $dR_Z$ , et on a considéré que  $d\rho$  a une valeur approximative de 1% (tableau A1.2). Le tableau A1.3 dresse, un exemple de calcul de  $dR_{SL}$  pour différents types de pâtes. Ce tableau montre que  $dR_{SL}$  varie de 7,0 à 9,4%. Ceci montre que  $R_{SL}$  est un paramètre précis.

**Tableau A1.1: Coefficient de variation maximum (%) obtenu pour les propriétés physiques et mécaniques des différentes pâtes.**

Propriété	n	PTM	PCTM-B (2)	PCTM-E (3)	PCTM-P (4)	PCK (5,6,7)
Epaisseur	20	8,0	7,3	7,4	8,2	6,0
$R_I$	10	12,7	9,8	8,9	10,1	9,1
$R_Z$	8	4,0	4,2	8,4	4,9	3,5
$W_A$	2	2,5	2,1	2,9	3,1	2,3
$L_R$	10	7,4	5,3	6,9	7,8	4,6
$I_D$	5	5,7	4,9	6,1	3,9	4,5
$I_E$	10	11,8	10,3	12,7	8,5	8,3
$M_E$	10	10,7	8,3	8,9	7,1	7,9
$L_{Rh}$	10	7,3	8,4	8,9	7,9	7,8



**Tableau A1.2** Calcul de l'erreur expérimentale de la densité apparente

Échantillon	$M_0$ , g	$e_h$ , mm	$\rho$ , kg/m <sup>3</sup>	$d\rho$ , kg/m <sup>3</sup>	$d\rho$ , %
1	2,479	0,267	231	0,8	0,3
2	2,594	0,119	503	3,8	0,8
3	2,554	0,094	647	6,0	0,9
4	2,626	0,164	368	2,1	0,8
5	2,550	0,134	446	2,9	0,7
6	2,603	0,112	546	4,3	0,8

**Tableau A1.3** Calcul de l'erreur expérimentale de  $R_{SL}$ 

Échantillon	$\rho$ , kg/m <sup>3</sup>	$R_z$ , kPa	$R_{SL}$ , kPa	$d\rho$ , kg/m <sup>3</sup>	$dR_z$ , kPa	$dR_{SL}$ , kPa	$dR_{SL}$ , %
PTM	278	193	1069	2,8	11,6	75	7,0
PCTM-B (2)	631	714	1743	6,3	44,3	125	7,2
PCTM-B (2)	567	571	1551	5,7	48,0	146	9,4
PCTM-B (2)	634	634	1540	6,3	43,8	122	7,9
PCK (6)	645	670	1600	6,5	50,3	136	8,5

#### A1.4 Coefficients de variation de la longueur moyenne des fibres

Le tableau A1.4 présente le coefficient de variation de la longueur moyenne des fibres de chaque classe du Bauer-McNett ainsi que celui du poids anhydre moyen des fibres retenues sur le tamis de chaque classe. On a estimé le coefficient de variation de  $L$  après 35 mesures. D'autre part, on a estimé le poids anhydre moyen et son coefficient de variation après 3 mesures.

**Tableau A1.4 Coefficients de variation (%) de la longueur moyenne des fibres (L) et du poids (w) de chaque classe du Bauer-McNett.**

Code	Raffinage	L					w					
		14	28	48	100	200	14	28	48	100	200	<200
1	4000	17,3	18,3	21,3	23,2	26,6	4,3	5,8	5,1	3,8	9,2	10,2
	12000	15,6	18,7	18,7	19,9	19,6	3,3	6,5	4,1	5,1	7,6	13,3
	18000	14,9	23,4	19,7	18,5	16,1	3,5	4,3	6,1	4,1	6,6	11,3
2	4000	-	25,5	15,4	15,6	17,4	-	12,2	7,8	8,9	5,9	15,6
	12000	-	21,0	13,6	17,0	16,2	-	14,3	1,5	3,8	17,5	6,7
	18000	-	26,1	16,2	15,3	17,0	-	2,7	0,6	0,1	5,3	0,3
3	4000	16,3	17,7	19,4	16,6	18,9	2,2	1,9	3,5	8,2	14,2	10,2
	12000	19,9	23,4	18,1	15,4	23,8	1,8	1,2	3,2	9,7	11,3	7,7
	18000	15,1	24,6	19,7	18,5	19,3	7,0	3,1	7,4	3,6	15,9	8,7
4	4000	-	22,9	12,4	16,8	14,2	-	1,5	5,4	3,3	2,1	7,0
	12000	-	19,8	10,2	18,3	16,2	-	1,4	4,8	3,7	3,1	6,5
	18000	-	19,7	14,6	19,7	19,5	-	2,9	1,5	1,7	4,3	4,8

## **ANNEXE II**

# **EFFETS DES TRAITEMENTS SUR LES PROPRIÉTÉS DES PÂTES**

**Tableau A2.1 Effets des traitements sur la densité apparente (kg/m<sup>3</sup>).**

			Température, °C								
			105			140			175		
			Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa		
0,38	0,75	1,50				0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	231	247	249	260	278	294	322	327	357	380
1	12000	237	291	295	312	363	377	377	374	368	398
1	18000	268	341	356	407	413	411	431	413	447	417
1	42000	276	361	357	386	418	418	427	376	409	414
2	0	503	610	624	655	620	598	661	620	644	658
2	4000	541	602	638	639	631	637	647	644	631	659
2	12000	578	616	649	670	636	647	662	641	678	687
2	18000	609	647	675	686	674	687	673	666	648	706
3	0	390	523	541	562	533	569	577	550	534	574
3	4000	398	521	546	560	567	576	575	600	603	598
3	12000	446	590	600	598	606	592	597	602	619	634
3	18000	453	575	576	642	580	595	636	601	630	637
4	0	554	650	653	655	658	663	674	659	706	675
4	4000	581	613	621	680	634	630	678	623	666	679
4	12000	593	637	639	679	668	672	664	650	647	720
4	18000	597	638	666	686	645	671	683	650	662	668
5	0	622	607					698		667	
5	1330	676			727		720		720		
5	4000	735		665		748					737
6	0	605		673		645					746
6	1330	639	673					747		735	
6	4000	689			696		756		723		
7	0	565			682		675		660		
7	1330	687	660					755		702	
7	4000	726		720		730					784

**Tableau A2.2 Effets des traitements sur la résistance intrinsèque de la fibre (km).**

			Température, °C								
			105			140			175		
			Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa		
0,38	0,75	1,50				0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	8,8	7,5	8,5	8,4	8,3	8,2	9,2	8,9	8,5	8,7
1	12000	8,6	9,0	8,9	8,9	9,4	9,2	8,6	9,3	9,4	9,3
1	18000	8,8	9,7	9,4	9,9	9,3	8,6	9,0	9,2	8,6	8,8
1	42000	9,9	9,8	9,3	8,9	9,1	9,3	9,2	8,7	8,9	9,0
2	0	12,9	13,4	13,6	12,9	14,0	13,6	13,4	13,8	13,6	12,8
2	4000	12,8	13,0	12,7	12,5	12,8	12,6	12,7	13,1	12,6	12,3
2	12000	13,3	13,2	12,4	12,6	13,1	13,0	12,7	13,2	13,1	12,6
2	18000	13,2	12,2	12,0	12,0	12,3	12,1	11,6	11,9	11,7	11,2
3	0	11,9	12,3	13,0	12,3	12,5	12,1	12,3	12,9	12,9	12,5
3	4000	12,4	13,0	12,9	12,9	13,2	13,0	12,9	13,5	13,3	12,6
3	12000	12,5	12,9	12,4	12,4	13,2	13,2	12,2	13,6	12,7	12,1
3	18000	12,2	13,2	13,2	13,0	13,1	12,2	12,1	12,9	12,5	11,3
4	0	13,3	13,6	13,7	12,4	13,7	12,7	12,9	14,3	12,6	13,0
4	4000	13,8	13,2	13,5	12,9	13,2	13,0	12,8	12,3	12,3	12,1
4	12000	13,6	13,0	12,6	12,3	13,2	13,4	12,5	13,8	12,7	12,2
4	18000	13,8	13,6	13,2	13,1	14,5	13,8	13,9	14,7	13,6	13,0
5	0	15,8	14,0					13,1		13,4	
5	1330	15,6			13,1		13,2		13,9		
5	4000	14,7		13,5		13,2					12,3
6	0	15,3		13,9		14,0					13,7
6	1330	14,6	13,5					12,85		13,9	
6	4000	14,4			12,2		12,6		13,0		
7	0	14,9			13,0		13,2		14,1		
7	1330	14,6	13,3					12,4		13,1	
7	4000	14,6		12,2		12,6					12,3

**Tableau A2.3 Effets des traitements sur la résistance Z (kPa).**

			Température °C								
			105			140			175		
Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa			Pression, MPa		
			0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	124	157	174	177	193	247	312	401	417	403
1	12000	176	299	303	318	422	425	428	440	449	438
1	18000	238	369	420	435	416	428	455	430	477	453
1	42000	349	434	458	460	490	529	506	533	536	507
2	0	579	605	668	650						
2	4000	607	703	721	745	714	715	740	717	730	770
2	12000	650	711	725	742	726	715	752	726	747	770
2	18000	761	716	747	755	704	727	770	728	738	-
3	0	284	539	540	569	588	615	514	645	556	573
3	4000	295	539	552	587	571	513	573	595	557	551
3	12000	417	590	609	627	608	609	603	625	652	662
3	18000	435	585	591	698	643	664	670	583	634	686
4	0	597	668	676	677	681	625	671	676	643	619
4	4000	616	650	652	657	634	672	682	708	710	730
4	12000	648	659	666	685	681	684	725	709	741	-
4	18000	690	711	764	-	770	741	-	695	703	-
5	0	490	683					634		610	
5	1330	744			723		769		684		
5	4000	744		703		747					777
6	0	484		631		670					705
6	1330	656	659					673		701	
6	4000	743			705		744		733		
7	0	591			644		709		676		
7	1330	741	723					731		741	
7	4000	724		716		786					781

Tableau A2.4: Effets des traitements sur l'énergie d'arrachage (J/m<sup>2</sup>).

			Température, °C								
			105			140			175		
			Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa		
0,38	0,75	1,50				0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	42	46	51	48	50	50	53	68	80	66
1	12000	53	64	78	84	80	80	62	86	90	88
1	18000	53	75	68	79	81	68	79	70	72	84
1	42000	91	82	116	113	81	111	87	80	76	122
2	0	66	101	101	114	105	107	-	100	105	121
2	4000	110	109	111	102	107	115	124	127	126	128
2	12000	106	120	116	123	123	122	131	133	126	131
2	18000	112	119	123	145	115	122	128	123	128	137
3	0	55	74	90	74	83	77	77	72	78	80
3	4000	52	76	71	80	79	72	76	74	68	75
3	12000	57	79	83	88	87	86	86	74	80	82
3	18000	66	78	74	84	77	75	82	75	74	83
4	0	75	114	108	121	106	115	125	102	104	106
4	4000	86	100	101	110	105	109	114	107	125	130
4	12000	89	98	97	118	107	116	125	126	116	122
4	18000	85	112	119	124	121	116	118	105	121	127
5	0	45	48					61		58	
5	1330	77			70		81		108		
5	4000	94		83		96					110
6	0	39		61		62					68
6	1330	56	48					67		68	
6	4000	67			87		85		93		
7	0	51			79		76		61		
7	1330	78	82					98		88	
7	4000	87		95		106					123

**Tableau A2.5: Résistance spécifique des liaisons (kPa) en fonction du raffinage, et des conditions de pressage et séchage.**

			Température, °C								
			105			140			175		
			Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa		
0,38	0,75	1,50				0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	827	979	1070	1050	1070	1290	1490	1890	1800	1630
1	12000	1140	1580	1580	1570	1790	1740	1750	1810	1880	1700
1	18000	1370	1670	1820	1640	1550	1610	1630	1600	1640	1670
1	42000	1950	1850	1980	1840	1810	1950	1820	2180	2020	1880
2	0	1770	1530	1650	1530	-	-		-	-	-
2	4000	1730	1800	1740	1800	1740	1730	1760	1710	1780	1800
2	12000	1732	1780	1720	1700	1760	1700	1750	1740	1700	1730
2	18000	1920	1700	1710	1690	1610	1630	1760	1680	1750	-
3	0	1120	1590	1540	1560	1700	1670	1370	1810	1600	1540
3	4000	1140	1590	1560	1620	1550	1370	1540	1530	1420	1420
3	12000	1440	1540	1560	1620	1550	1590	1560	1600	1620	1610
3	18000	1480	1570	1580	1670	1710	1720	1620	1490	1550	1660
4	0	1660	1580	1590	1590	1600	1450	1530	1580	1400	1410
4	4000	1630	1630	1620	1490	1540	1640	1550	1750	1640	1660
4	12000	1680	1590	1600	1550	1570	1570	1680	1680	1760	-
4	18000	1780	1720	1770	-	1840	1700		1650	1640	-
5	0	1210	1470					1390		1400	
5	1330	1690			1520			1630	1450		
5	4000	1550		1620		1530					1610
6	0	1230		1430		1590					1450
6	1330	1570	1500					1380		1460	
6	4000	1650			1550		1510		1550		
7	0	1600			1450		1590		1530		
7	1330	1650	1680					1480		1620	
7	4000	1480		1520		1650					1530



**Tableau A2.6 Effets des traitements sur la longueur de rupture (km).**

			Température, °C								
			105			140			175		
			Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa		
0,38	0,75	1,50				0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	1,53	1,12	1,44	1,46	1,93	2,43	3,09	2,49	3,08	3,15
1	12000	2,07	2,76	2,76	3,21	3,19	3,58	3,60	4,01	4,37	3,59
1	18000	2,43	3,70	3,94	4,15	3,79	4,09	4,60	4,18	4,67	4,79
1	42000	3,57	3,85	4,25	4,23	4,71	4,48	5,61	5,35	5,50	5,42
2	0	5,19	5,85	6,65	5,94	7,28	7,28	7,31	7,79	7,57	7,39
2	4000	5,77	5,74	6,42	7,35	6,95	7,05	7,45	7,89	6,74	6,81
2	12000	5,58	6,13	6,99	7,26	7,65	6,69	7,06	7,53	7,63	7,60
2	18000	6,18	6,31	6,96	7,30	6,43	7,68	6,99	7,31	7,57	6,26
3	0	4,64	5,44	5,42	6,94	5,78	6,87	6,67	6,07	6,05	6,58
3	4000	4,32	5,68	5,72	6,10	6,29	6,20	5,93	5,91	6,55	6,32
3	12000	5,99	6,50	6,58	6,84	7,51	6,91	7,24	6,02	7,40	7,34
3	18000	5,68	5,78	6,92	7,54	7,22	7,49	6,95	7,04	7,95	7,82
4	0	5,70	6,13	6,72	7,14	6,24	6,69	6,69	6,64	6,69	6,69
4	4000	5,58	6,07	7,13	7,45	7,05	7,03	7,11	6,88	7,30	7,45
4	12000	6,33	7,27	7,41	6,13	7,74	7,78	7,76	7,57	7,77	8,56
4	18000	7,86	7,80	7,52	7,84	7,92	7,72	6,61	7,78	7,98	7,17
5	0	7,47	5,86					6,49		7,95	
5	1330	10,09			7,46		8,05		7,14		
5	4000	8,13		7,05		8,33					8,25
6	0	5,53		5,47		5,85					6,98
6	1330	6,98	6,59					7,36		6,99	
6	4000	6,94			7,96		7,60		7,66		
7	0	5,83			5,53		6,94		5,83		
7	1330	8,26	6,12					7,11		8,46	
7	4000	9,61		6,45		8,31					8,43

**Tableau A2.7 Effets des traitements sur le module d'élasticité (MPa) de la feuille dans le plan XY.**

			Température, °C								
			105			140			175		
Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa			Pression, MPa		
			0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	752	822	834	885	969	1040	1180	1210	1360	1340
1	12000	779	1030	1050	1140	1390	1320	1320	1300	1260	1470
1	18000	919	1280	1350	1610	1580	1570	1720	1580	1850	1530
1	42000	957	1210	1360	1380	1620	1620	1320	1310	1550	1590
2	0	2340	3440	3610	3970	3570	3320	4050	3560	3840	4020
2	4000	2720	3360	3770	3780	3690	3760	3880	3850	3690	4030
2	12000	3100	3520	3910	4160	3760	3890	4060	3810	4260	4370
2	18000	3440	3880	4230	4360	4210	4380	4200	4110	3900	4630
3	0	1410	2540	2720	2920	2630	3000	3080	2810	2640	3060
3	4000	1470	2520	2770	2910	2980	3080	3070	3340	3370	3310
3	12000	1840	3220	3340	3310	3400	3250	3310	3360	3560	3730
3	18000	1900	3060	3080	3820	3110	3280	3750	3350	3680	3770
4	0	2850	3920	390	3980	4010	4080	4210	4020	4620	4220
4	4000	3140	3490	3570	4280	3730	3680	4270	3600	4110	4270
4	12000	3260	3760	3790	4270	4140	4190	4080	3910	4800	4820
4	18000	2870	3770	4120	4370	3850	4180	4330	3920	4060	4140
5	0	3580	3420					4520		4130	
5	1330	4230			4900		4810		4810		
5	4000	5010		4100		5190					5040
6	0	4100		4203		3860					5160
6	1330	3790	4210					5170		5010	
6	4000	4400			4490		5300		4840		
7	0	4100			4311		4306		4221		
7	1330	4380	4037					5290		4565	
7	4000	5160		4810		4938					5697

**Tableau A2.8 Effets des traitements sur la longueur de rupture humide (m).**

			Température, °C								
			105			140			175		
Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa			Pression, MPa		
			0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	32	46	47	45	47	49	52	67	69	127
1	12000	39	62	75	58	80	90	123	127	153	154
1	18000	48	86	89	104	118	129	161	227	223	318
1	42000	54	108	129	140	184	204	233	210	262	324
2	0	37	54	55	111	94	93	133	117	138	194
2	4000	63	93	98	93	114	105	126	196	192	199
2	12000	67	99	96	97	130	123	127	145	180	201
2	18000	76	114	117	111	143	134	159	143	157	159
3	0	56	73	68	70	71	77	69	75	72	68
3	4000	67	87	81	74	95	84	97	94	112	103
3	12000	75	112	102	95	114	94	134	105	128	121
3	18000	90	110	116	116	120	106	116	139	145	147
4	0	51	67	74	66	80	82	82	93	74	97
4	4000	51	91	90	87	118	125	115	107	136	140
4	12000	71	142	135	153	156	173	166	159	162	231
4	18000	80	132	133	148	131	148	160	158	138	164
5	0	117	97					134		116	
5	1330	123			147		165		181		
5	4000	177		183		215					225
6	0	105		123		129					165
6	1330	124	132					146		168	
6	4000	117			161		177		169		
7	0	123			124		117		133		
7	1330	128	169					167		154	
7	4000	156		240		198					260

**Tableau A2.9** Effets des traitements sur l'indice de déchirure ( $\text{mN}\cdot\text{m}^2/\text{g}$ ).

			Température, °C								
			105			140			175		
			Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa		
0,38	0,75	1,50				0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	5,30	4,79	6,31	6,20	5,62	6,08	6,20	5,66	5,09	4,24
1	12000	5,60	6,24	5,87	5,57	5,73	4,88	4,59	4,74	4,24	4,42
1	18000	5,92	5,22	5,06	5,01	5,08	4,49	4,37	4,37	4,05	3,86
1	42000	5,71	4,95	4,85	4,13	3,85	3,80	4,05	3,67	3,41	3,30
2	0	6,04	5,08	4,84	4,52	4,30	4,13	4,29	4,16	4,21	3,89
2	4000	6,15	4,82	4,68	4,70	4,56	4,30	4,28	4,66	4,04	3,71
2	12000	5,69	4,74	4,61	4,44	4,37	4,35	4,31	4,32	3,84	3,70
2	18000	5,32	4,83	4,65	4,33	4,30	4,40	4,22	4,28	4,13	4,22
3	0	10,26	7,15	7,12	6,20	7,12	6,04	6,32	6,22	6,58	5,96
3	4000	9,85	7,08	6,34	5,75	5,65	5,84	5,75	5,45	5,44	5,68
3	12000	9,27	6,12	6,43	5,42	5,75	5,66	5,52	5,64	4,98	5,36
3	18000	8,70	6,70	6,40	5,23	6,05	5,94	5,30	5,26	5,36	5,28
4	0	6,19	5,74	5,31	5,21	5,35	5,10	5,27	5,08	5,11	5,01
4	4000	5,90	5,57	5,50	5,25	5,41	5,11	4,80	5,22	4,87	4,54
4	12000	5,62	5,05	5,01	4,92	4,79	4,89	4,54	4,42	4,60	4,10
4	18000	5,92	5,69	5,35	5,21	5,03	5,04	5,45	5,06	5,00	4,98
5	0	8,61	7,02					7,21		6,44	
5	1330	7,81			7,15		6,41		6,42		
5	4000	7,65		8,02		6,72					5,52
6	0	8,40		7,22		7,19					6,89
6	1330	9,46	8,59					7,36		6,99	
6	4000	8,42			8,96		7,60		7,66		
7	0	7,74			6,94		6,97		6,42		
7	1330	7,13	7,50					6,55		5,93	
7	4000	6,53		7,87		6,30					4,94

**Tableau A2.10 Effets des traitements sur l'indice d'éclatement (kPa·m<sup>2</sup>/g).**

			Température, °C								
			105			140			175		
Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa			Pression, MPa		
			0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	0,73	0,80	0,91	0,94	1,24	1,27	1,46	1,46	1,43	1,62
1	12000	1,44	1,43	1,62	1,69	1,76	1,80	1,83	1,70	1,89	1,83
1	18000	1,16	1,80	1,99	2,10	1,87	1,94	2,19	2,01	1,77	1,94
1	42000	1,65	2,28	2,31	2,42	2,17	2,32	2,70	2,21	2,28	2,19
2	0	2,49	3,42	3,65	3,68	3,87	3,90	4,04	4,13	4,18	4,17
2	4000	2,74	3,49	3,88	4,07	3,56	3,86	4,00	3,89	3,71	3,99
2	12000	3,29	3,59	3,87	4,14	4,19	3,89	4,14	4,22	4,07	4,22
2	18000	3,66	3,87	4,06	4,20	3,90	3,90	4,22	4,01	4,06	3,85
3	0	2,68	3,87	3,98	4,12	3,98	4,04	4,17	4,02	4,40	4,09
3	4000	2,92	4,01	4,06	4,12	4,15	4,20	4,38	4,17	4,25	4,09
3	12000	3,35	3,88	4,35	4,24	4,31	4,40	4,50	4,32	4,42	4,36
3	18000	3,56	3,91	4,38	4,40	4,43	4,57	4,60	4,34	4,58	4,78
4	0	2,82	3,66	3,89	4,19	3,75	4,03	4,15	3,78	4,00	4,05
4	4000	3,22	3,80	3,89	4,33	3,82	3,96	4,12	3,78	3,93	4,11
4	12000	3,44	4,28	4,28	4,23	4,29	4,46	4,63	4,23	4,31	4,66
4	18000	4,04	4,51	4,66	4,77	4,49	4,50	4,48	4,46	4,53	4,64
5	0	3,57	2,43					3,26		2,88	
5	1330	5,92			5,34		5,02		4,65		
5	4000	6,92		5,81		5,52					5,60
6	0	3,2		2,59		2,77					2,94
6	1330	4,42	3,17					2,91		3,45	
6	4000	5,51			4,40		4,54		3,96		
7	0	3,83			3,25		3,27		2,99		
7	1330	5,77	3,77					4,50		4,94	
7	4000	6,55		4,82		5,34					4,97

**Tableau A2.11: Effets des traitements sur l'opacité ISO (%) des PHR.**

			Température, °C								
			105			140			175		
Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa			Pression, MPa		
			0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	91	89	89	89	89	89	89	89	87	86
1	12000	91	90	89	89	86	85	85	88	86	86
1	18000	92	89	87	87	86	85	84	86	84	79
1	42000	91	88	87	84	85	83	81	85	83	81
2	0	74	69	67	63	67	65	65	66	67	67
2	4000	74	66	63	63	66	64	63	64	68	66
2	12000	71	66	63	61	65	63	63	65	63	63
2	18000	69	66	63	60	63	66	63	64	64	63
3	0	77	73	73	70	76	70	74	71	73	72
3	4000	78	73	73	70	70	72	71	71	69	73
3	12000	77	73	72	69	71	74	73	71	69	73
3	18000	78	77	74	68	73	70	68	71	70	72
4	0	75	71	68	65	68	71	69	71	69	70
4	4000	76	73	69	67	71	70	69	70	72	73
4	12000	74	69	66	65	68	67	64	69	69	67
4	18000	72	68	66	64	67	67	66	67	69	68

**Tableau A2.12 Effets des traitements sur la blancheur des pâtes (%).**

			Température, °C								
			105			140			175		
Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	Pression, MPa			Pression, MPa			Pression, MPa		
			0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	54	53	53	52	50	49	48	48	45	43
1	12000	55	51	51	52	48	47	47	45	44	44
1	18000	55	51	50	48	47	46	45	46	44	42
1	42000	56	51	50	47	46	45	43	46	43	42
2	0	80	80	80	77	75	77	75	77	77	77
2	4000	78	75	74	74	74	73	72	69	76	71
2	12000	78	78	76	75	76	76	75	75	73	73
2	18000	78	76	76	74	74	75	74	75	76	74
3	0	75	72	73	71	66	72	71	73	73	73
3	4000	75	70	70	70	68	70	69	70	69	69
3	12000	74	70	71	69	69	71	71	70	69	70
3	18000	73	71	69	67	69	68	67	67	66	67
4	0	81	79	78	76	79	79	75	76	77	79
4	4000	80	79	77	76	72	75	73	77	71	68
4	12000	78	76	75	73	76	76	74	76	77	73
4	18000	77	74	73	73	72	73	71	74	74	72
5	0	26	28			25			26		
5	1330	24	24			24			26		
5	4000	22	24			24			23		
6	0	19	18			18			16		
6	1330	18	19			17			18		
6	4000	17	17			16			17		
7	0	28	27			27			28		
7	1330	26	29			26			26		
7	4000	25	27			26			25		

**Tableau A2.13 Effets des traitements sur le coefficient de dispersion de la lumière (m<sup>2</sup>/kg).**

			Température, °C								
			105			145			175		
			Pression, MPa			Pression, MPa			Pression, MPa		
Pâte	Raffinage, Révolutions	FSTD	0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50	0,38	0,75	1,50
1	4000	40,1	36,0	37,3	36,1	34,2	33,4	32,0	32,6	27,6	25,1
1	12000	43,6	35,7	34,1	35,0	27,5	26,4	26,4	28,2	24,7	25,5
1	18000	43,6	33,5	30,5	29,3	27,8	25,6	23,9	27,6	24,7	19,4
1	42000	44,1	32,2	30,2	24,9	25,6	23,7	20,9	25,5	22,6	20,6
2	0	30,5	24,1	22,4	18,5	20,6	20,1	19,7	20,8	21,7	21,6
2	4000	29,1	20,5	18,1	17,3	20,2	18,4	17,5	17,6	22,4	19,1
2	12000	26,2	21,0	18,2	16,7	20,0	18,1	18,3	19,2	17,4	17,7
2	18000	23,9	20,5	18,1	15,5	17,9	20,4	17,5	18,5	18,7	18,2
3	0	33,9	26,9	27,8	23,6	26,3	24,2	27,1	25,9	27,2	26,4
3	4000	34,5	26,2	25,4	23,0	22,0	24,6	23,6	24,1	22,3	25,6
3	12000	32,8	25,0	25,3	21,9	23,8	27,2	25,7	24,1	22,0	25,6
3	18000	32,7	30,6	25,7	19,7	25,1	22,4	20,2	22,8	21,8	23,3
4	0	31,1	26,0	23,7	19,6	23,4	25,7	22,0	24,6	23,5	24,9
4	4000	32,3	27,7	23,3	21,5	23,2	23,6	22,0	23,8	23,4	22,9
4	12000	29,2	22,8	20,3	18,8	22,1	21,0	18,4	22,6	22,7	20,4
4	18000	25,9	21,2	19,4	18,0	19,9	20,2	18,7	20,8	22,2	20,8



## ANNEXE III

### ANALYSES STATISTIQUES DES DONNÉES

#### A3.1 Notions théoriques

##### *Analyse de variance*

L'analyse de la variance (*ANOVA*) est essentiellement un procédé arithmétique qui permet la division d'une somme des carrés totale en composantes associées à des sources de variation connues (1). Cette analyse comporte six étapes:

1. Planification des expériences: choix d'un dispositif expérimental approprié et identifications des sources de variation.
2. Décompositions des degrés de liberté (d.d.l.) des différentes sources de variation.
3. Calcul des sommes des carrés (SC) des écarts des différentes sources de variation.
4. Calcul des moyennes des carrés (MC) des écarts des différentes sources de variations. Le rapport entre SC et d.d.l. d'une source de variation donne MC.
5. Calculer la valeur de la statistique de Fisher F. Cette statistique est un test valide de l'hypothèse nulle donnée par le rapport entre MC des traitements et celle de l'erreur (MCE) donne F.

6. Comparer la valeur de  $F$  calculée à la valeur théorique donnée au niveau de signification  $\alpha$  choisi au préalable. Nous avons choisi le niveau de signification  $\alpha$  de 5%.

Le test de Fisher sert à vérifier la présence de différences réelles entre les traitements. Si on rejette l'hypothèse nulle qui stipule que les moyennes des traitements sont toutes égales, on doit alors déterminer lesquels des traitements sont différents, ce que ne peut faire le test de Fisher. Dans ce cas, on peut avoir recours aux tests de comparaisons multiples, ainsi nommés parce qu'ils permettent la comparaison simultanée de plusieurs moyennes de traitements (1).

Les tableaux A3.1 et A3.2 montrent des aperçus des *ANOVA* des deux dispositifs expérimentaux utilisés dans cette étude. On y présente les sources de variation, les degrés de liberté (d.d.l.), les sommes des carrés (SC) et les moyennes des carrés (MC) associées à chaque source de variation. On y présente également la statistique de Fisher  $F$ .

Les sources de variation sont les blocs (B), les traitements (R, T et P), et les interactions entre les traitements (RxT, RxP, TxP, RxTxP). Dans notre analyse, on a supposé que les effets des interactions incluant les blocs sont nulles. Ces interactions sont confondues avec le terme d'erreur.

### *La régression simple*

Le modèle linéaire simple sert à tester les hypothèses concernant la relation entre une variable dépendante,  $Y$ , et une variable indépendante ou explicative,  $X$ . L'analyse régressive linéaire simple commence d'ordinaire en portant sur un diagramme de dispersion l'ensemble des points ( $X$ ,  $Y$ ) et en examinant s'il existe une relation linéaire entre les deux variables (équation A3.1).

**Tableau A3.1: Analyse de variance pour le dispositif expérimental 1**

Source de variation	d.d.l.	SC	MC=SC/d.d.l.	F
Blocs B (b=4)	b-1=3	SC(B)	MC(B)	MC(B)/ $\sigma_E$
Raffinage R (a=3)	a-1=2	SC(R)	MC(R)	MC(R)/ $\sigma_E$
Température T (b=3)	b-1=2	SC(T)	MC(T)	MC(T)/ $\sigma_E$
Pression P (c=3)	c-1=2	SC(P)	MC(P)	MC(P)/ $\sigma_E$
RxT	(a-1)(b-1)=4	SC(RxT)	MC(RxT)	MC(RxT)/ $\sigma_E$
RxP	(a-1)(c-1)=4	SC(RxP)	MC(RxP)	MC(RxP)/ $\sigma_E$
TxP	(b-1)(c-1)=4	SC(TxP)	MC(TxP)	MC(TxP)/ $\sigma_E$
RxTxP	(a-1)(b-1)(c-1)=8	SC(RxTxP)	SC(RxTxP)	MC(RxTxP)/ $\sigma_E$
Erreur (E)	(r-1)(abc-1)=78	SC(E)	MC(E) = $\sigma_E$	
Total (t)	107	SC(t)	MC(t)	

**Tableau A3.2: Analyse de variance pour le plan expérimental 2**

Source de variation	d.d.l.	SC	MC=SC/d.d.l.	F
B (b=3)	$RT^2P^2 = 2$	SC(B)	MC(B)	MC(B)/ $\sigma_E$
R (a=3)	a-1=2	SC(R)	MC(R)	MC(R)/ $\sigma_E$
T (b=3)	b-1=2	SC(T)	MC(T)	MC(T)/ $\sigma_E$
P (c=3)	c-1=2	SC(P)	MC(P)	MC(P)/ $\sigma_E$
RxT	(a-1)(b-1)=4	SC(RxT)	MC(RxT)	MC(RxT)/ $\sigma_E$
RxP	(a-1)(c-1)=4	SC(RxP)	MC(RxP)	MC(RxP)/ $\sigma_E$
TxP	(b-1)(c-1)=4	SC(TxP)	MC(TxP)	MC(TxP)/ $\sigma_E$
Erreur (E)	$(RTP+RT^2P+RTP^2)=6$	SC(E)	MC(E)= $\sigma_E$	
Total	26	SC(t)	MC(t)	

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_i + \varepsilon_i \quad [A3.1]$$

où;

$X_i, Y_i$ : variable X et Y pour la  $i^{\text{ème}}$  observation;

$\beta_0, \beta_1$ : les paramètres à estimer par l'analyse de régression;

$\varepsilon_i$ : terme stochastique qui indique la perturbation aléatoire d'erreur.

L'application des modèles linéaires est soumise aux hypothèses suivants (3):

1. Les variables X et Y sont observées sans erreur; la variable X est certaine: elle prend des valeurs fixes dans des échantillons réitérés, de sorte que  $X_i$  et  $\varepsilon_i$  ne sont pas corrélés.
2. Hypothèse fondamentale: le terme d'erreur est de moyenne nulle.
3. Hypothèse de normalité: le terme d'erreur suit une distribution normale.
4. Hypothèse d'homoscédasticité: la variance du terme d'erreur est constante.
5. Hypothèse d'indépendance des diverses observations: il n'y a pas de corrélation entre les termes d'erreur.

### *La régression multiple*

L'analyse par la régression multiple permet de tester les hypothèses portant sur la relation entre une variable dépendante, Y, et au moins deux variables indépendantes  $X_j$ . L'équation A3.2 donne la forme générale de la régression multiple à n variables.

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_{1i} + \beta_2 X_{2i} + \dots + \beta_n X_{ni} + \varepsilon_i \quad [A3.2]$$

où;

$X_{ji}$ : représente la  $i^{\text{ème}}$  observation sur la variable  $X_j$ .

La multiplicité des variables indépendantes conduit à ajouter une hypothèse nouvelle à celles qui spécifient le modèle de régression simple. C'est l'hypothèse d'absence de colinéarité, c.-à-d., il n'existe pas de relation linéaire exacte entre les variables indépendantes  $X_j$ .

Parmi les approches dans la modélisation linéaire pour prédire la résistance du papier à partir des propriétés fondamentales des pâtes, nous avons utilisé une approche qui consiste à déterminer le degré de dépendance de la variable dépendante de chacune des variables indépendantes. Ceci est possible par analyse de régression multiple de la relation entre les logarithmes népériens des variables dépendantes ( $Y$ ) et indépendantes ( $X$ ). Les modèles trouvés par cette analyse sont équivalents aux modèles donnés par l'équation A3.2 et prennent alors la forme de l'équation A3.3. La transformation exponentielle de l'équation A3.3 permet de déterminer le degré de dépendance de  $Y$  des variables  $X_j$ . L'équation A3.4 montre le résultat de cette transformation.

$$\ln Y_i = \beta_0 + \beta_1 \ln X_{1i} + \beta_2 \ln X_{2i} + \dots + \beta_n \ln X_{ni} + \varepsilon_i \quad [\text{A3.3}]$$

$$Y_i = e^{(\beta_0 + \varepsilon_i)} X_{1i}^{\beta_1} X_{2i}^{\beta_2} X_{3i}^{\beta_3} \dots X_{ni}^{\beta_n} \quad [\text{A3.4}]$$

où;

$Y_i$ : variable dépendante qui représente les propriétés de résistance du papier;

$X_{ji}$ : représente la  $i^{\text{ème}}$  observation sur la variable indépendante  $X_j$ ;

$\beta_j$ : degré de dépendance de  $Y$  de  $X_j$  déterminé par l'analyse de régression;

$\varepsilon_i$ : terme stochastique qui indique la perturbation aléatoire d'erreur.

Nous avons utilisé la procédure *STEPWISE* du progiciel *SAS* pour l'analyse de régression linéaire multiple. Cette procédure fournit 5 méthodes d'analyse de régression. Parmi celles-ci, nous avons choisi la sélection *Forward*. Cette option permet d'introduire les variables indépendantes ( $X_j$ ) dans le modèle une par une (4). Pour chaque variable indépendante, la procédure *Forward* calcule les statistiques  $F$  qui reflètent la contribution

des variables si elles sont incluses dans le modèle. Les statistiques F sont alors comparées au niveau de signification choisi. Dans notre cas, on a choisi le niveau de signification de 5%. Si aucune variable ne montre une contribution significative au modèle la procédure *Forward* s'arrête. Autrement, *Forward* fait entrer dans le modèle la variable qui montre la statistique F la plus élevée. Par la suite, cette procédure calcule les statistiques F pour les variables qui sont encore en dehors du modèle et la procédure d'évaluation se répètent. Ces variables entrent dans les modèles une à la fois jusqu'à ce qu'il ne reste pas de variables à l'extérieur du modèle avec une statistique F significative. Une fois une variable est dans le modèle elle y reste.

Mallows (5) a proposé la statistique  $C_p$  comme un critère de sélection d'un modèle donné. On calcule  $C_p$  selon l'équation A3.5. Le modèle est non biaisé quand  $C_p$  se rapproche de  $p$ . Par contre, quand  $C_p$  s'écarte de  $p$ , le modèle est alors biaisé.

$$C_p = \frac{SCE_p}{s^2} - (N - 2) \quad [A3.5]$$

où;

$SCE_p$ : Somme des carrés des erreurs pour le modèle avec  $p$  variables et un intercepte;

$s^2$ : la moyenne des carrés du modèle complet;

$p$ : nombres de variables entrées dans le modèle;

$N$ : nombre d'observations.

### A3.2.1 Modélisation des effets des traitements

Les résultats des tableaux 3.6 à 3.10 présentent les modèles de prédiction des propriétés des pâtes en fonction des traitements appliqués soit, le raffinage, la température et la pression. Les figures A3.1 à A3.5 montrent la relation entre les propriétés mesurées et les propriétés prédites pour l'ensemble des pâtes. Ces illustrations montrent la validité des corrélations obtenus pour l'ensemble des propriétés étudiées.

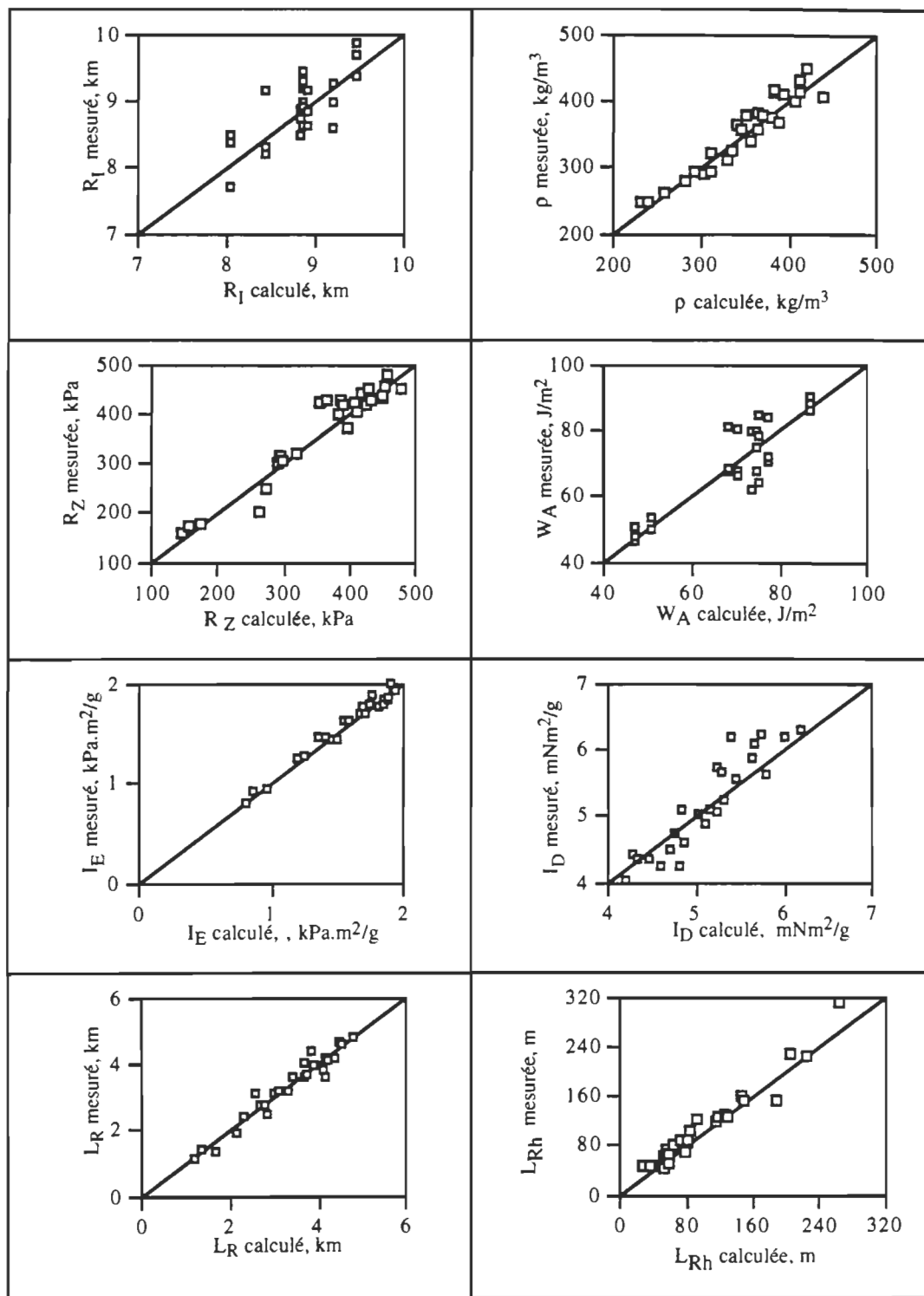


Figure A3.1: Relation entre les propriétés calculées (selon les modèles du tableau 3.6) et mesurées des PTM de résineux.

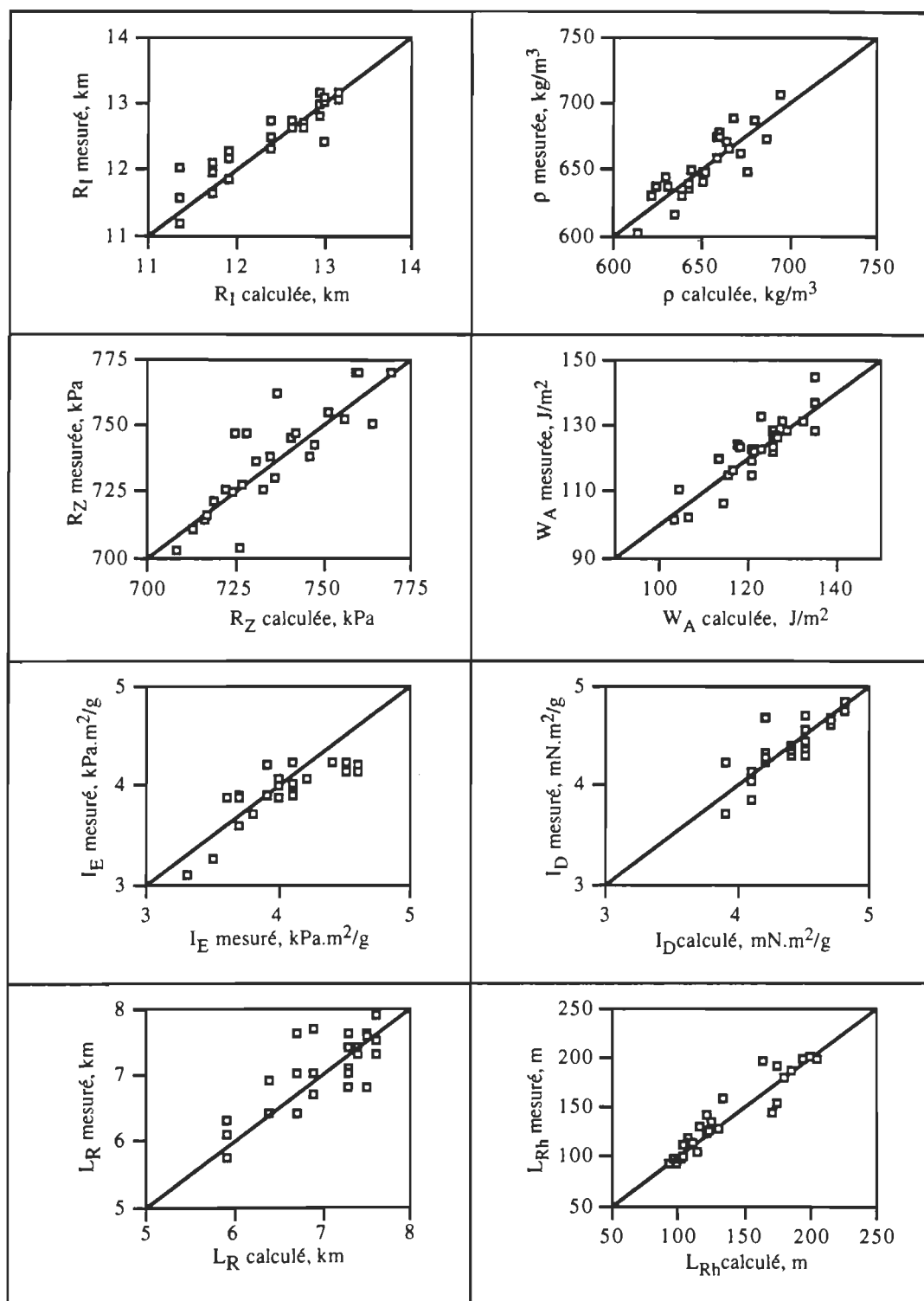
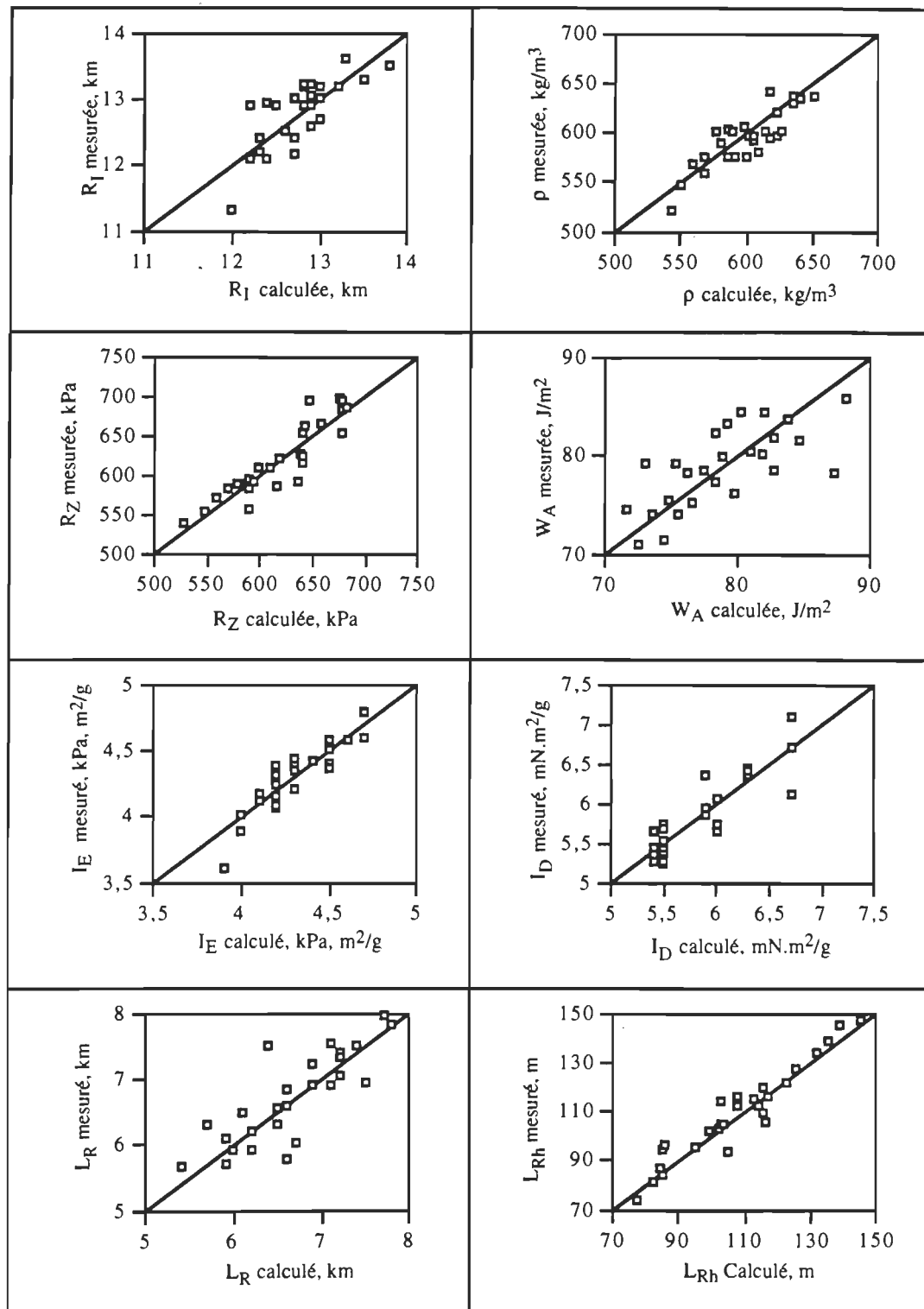
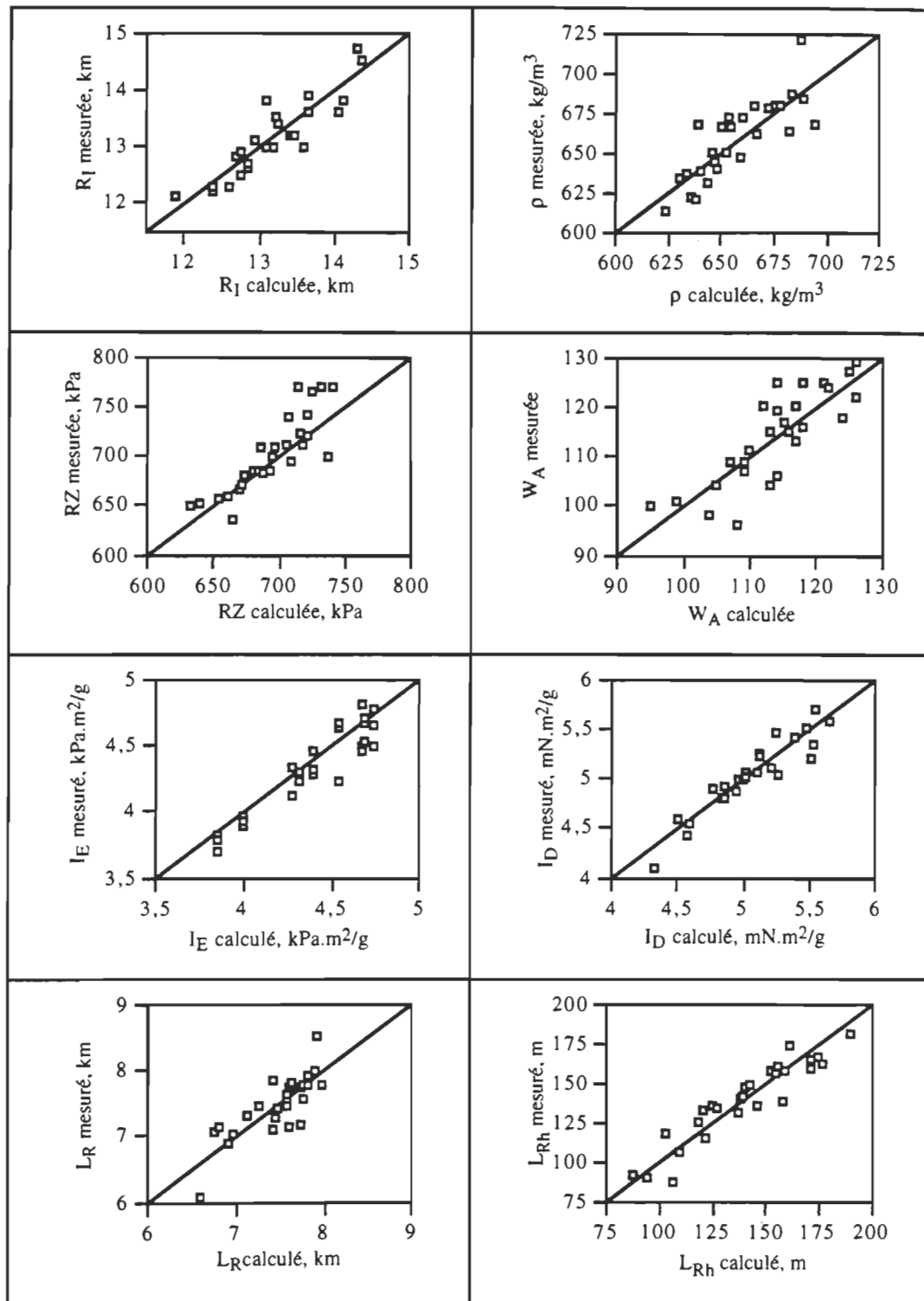


Figure A3.2: Relation entre les propriétés calculées (selon les modèles du tableau 3.7) et mesurées des PCTM de bouleau blanc.





**Figure A3.3:** Relation entre les propriétés calculées (selon les modèles du tableau 3.8) et mesurées des PCTM d'épinette blanche.



**Figure A3.4:** Relation entre les propriétés calculées (selon les modèles du tableau 3.9) et mesurées des PCTM de peuplier tremble.

### A 3.2 Modélisation des effets des propriétés fondamentales

#### *Procédure de sélection pour la variable dépendante lnID*

**Tableau A3.3** Sommaire de la sélection *Forward* pour la variable dépendante lnID

Étape #	Variable entrée	R <sup>2</sup> (partiel)	R <sup>2</sup> (modèle)	C(p)	F	Prob>F
1	lnL	0,19	0,19	177	31,4	0,0001
2	lnR <sub>I</sub>	0,16	0,35	119	31,7	0,0001
3	lnR <sub>Z</sub>	0,31	0,66	4,00	117	0,0001

**Tableau A3.4** Coefficients bêta pour la variable dépendante lnID

Variable	Estime	Écart-type	SC	F	Prob>F
Intercepte	2,10	0,19	1,08	122	0,0001
lnR <sub>I</sub>	1,10	0,08	1,57	177	0,0001
lnL	0,20	0,03	0,38	42,7	0,0001
lnR <sub>Z</sub>	-0,50	0,05	1,04	117	0,0001

#### *Procédure de sélection pour la variable dépendante lnIE*

**Tableau A3.5** Sommaire de la sélection *Forward* pour la variable dépendante lnIE

Étape #	Variable entrée	R <sup>2</sup> Partiel	R <sup>2</sup> du Modèle	C(p)	F	Prob>F
1	lnR <sub>I</sub>	0,847	0,85	211	726	0,0001
2	lnR <sub>Z</sub>	0,074	0,92	47,6	124	0,0001
3	ln <sub>L</sub>	0,021	0,94	4,0	45,6	0,0001

**Tableau A3.6** Coefficients bêta pour la variable dépendante lnIE

Variable	Estimé	Écart type	SC	F	Prob>F
Intercepte	-6,61	0,202	10,8	1070	0,0001
lnRI	1,32	0,09	2,26	225	0,0001
lnL	0,22	0,03	0,46	45,6	0,0001
lnR <sub>Z</sub>	0,71	0,05	2,07	206	0,0001

*Procédure de sélection pour la variable dépendante lnLR*

**Tableau A3.7** Sommaire de la sélection *Forward* pour la variable dépendante lnLR

Étape #	Variable entrée	R <sup>2</sup> Partiel	R <sup>2</sup> du Modèle	C(p)	F	Prob>F
1	lnRz	0,91	0,91	37,5	1355	0,0001
2	lnRl	0,01	0,92	16,1	21,3	0,0001
3	lnL	0,01	0,93	4,00	14,1	0,0003

**Tableau A3.8** Coefficients bêta pour la variable dépendante lnLR

Variable	Estimé	Écart type	SC	F	Prob>F
Intercepte	-5,77	0,20	8,19	834	0,0001
lnRl	0,40	0,09	0,21	21,0	0,0001
lnL	0,12	0,03	0,14	14,1	0,0003
lnRz	1,03	0,05	4,3	437	0,0001

### A3.4 Paramètres liés à la longueur moyenne des fibres

La matrice de corrélation (Tableau A3.9) montre que la longueur moyenne des fibres ( $\bar{L}$ ) est fortement corrélée aux autres paramètres décrivant la distribution de la longueur des fibres dans les pâtes. D'autre part, le tableau A3.10 montre que l'utilisation de l'un ou de l'autre des paramètres dans les modèles décrivant la relation entre les propriétés fondamentales de la fibre et les propriétés de résistance des pâtes donne des coefficients de corrélation comparables obtenus avec  $\bar{L}$ .

**Tableau A3.9: Matrice des corrélations**

	$\bar{L}$	L <sub>28</sub> , %	L <sub>48</sub> , %	L <sub>200</sub> , %
$\bar{L}$	1			
L <sub>28</sub> , %	0,97	1		
L <sub>48</sub> , %	0,96	0,94	1	
L <sub>200</sub> , %	-0,95	-0,94	-1	1

**Tableau A3.10: Coefficients de corrélation des modèles en utilisant les différents paramètres**

Propriété	Paramètres			
	$\bar{L}$	L <sub>28</sub> , %	L <sub>48</sub> , %	L <sub>200</sub> , %
I <sub>D</sub>	0,81	0,78	0,79	0,80
I <sub>E</sub>	0,97	0,97	0,97	0,97
L <sub>R</sub>	0,96	0,96	0,96	0,96

**Références**

1. Steel, R. G. D. et J. H. Torrie, "Principals and Procedures of Statistics". A Biometrical Approach. McGraw-Hill, Inc., 2ème éd. (1980).
2. Bliss, G. I., "Statistics in Biology", McGraw-Hill, Inc. New York (1967).
3. Salvatore, D., "Économétrie et statistique appliqués. Cours et problèmes". Série Schaum, McGraw-Hill, Édition originale (1985).
4. SAS Institute Inc., "SAS User's Guide: Statistics", Version 5ème éd., (1985).
5. Mallows, C. L., "Some Comments on C<sub>p</sub>" Technometrics, 15, 661-675 (1964).

## ANNEXE IV

### GROSSIÈRETÉ DES FIBRES

#### A4.1 Méthodes d'estimation de la grossièreté des fibres

Scallan et Green (1) ont calculé la grossièreté des fibres (G) selon la formule suivante:

$$G = W^2D \quad [A4.1]$$

Où;

G: la grossièreté des pâtes en mg/m;

W: le diamètre de la fibre en  $\mu\text{m}$ ;

D: la masse volumique basale du bois en  $\text{g/cm}^3$ .

D'autre part, Britt (2) a suggéré qu'il soit possible de calculer la grossièreté des fibres du bois selon l'équation suivante:

$$G = \frac{A\rho}{10} \quad [A4.2]$$

Où;

G: la grossièreté des pâtes en mg/100m;

$\rho$ : la masse volumique de la fibre en  $\text{g/cm}^3$ ;

A: la surface de la section transversale de la fibre.

La difficulté dans cette relation réside dans la détermination de  $\rho$ . Cependant, il est universellement reconnu que la densité de la cellulose est de 1,54. Cette valeur ne tient pas compte des pores, dont les ponctuations à l'intérieur des fibres. Britt (2) suggère l'utilisation de la densité du coton solide comme approximation de la densité de la paroi des fibres soit 1,05.

Nous avons utilisé ces deux équations pour calculer G des fibres des essences utilisées dans la présente étude. Nous avons tiré W, A et D de la littérature. Le tableau A4.1 présente ces données ainsi que G calculée. Ces données montrent un assez bon accord entre les valeurs de G calculées selon ces deux équations.

**Tableau A4.1: Données pour le calcul de la grossièreté du bois.**

Espèce de bois	D, g/cm <sup>3</sup>	W, $\mu\text{m}$	A, $\mu\text{m}^2$	G (éq. A4.1), mg/100 m	G (éq. A4.2), mg/100 m
Bouleau blanc	0,540 (3)	19 (3)	180 (5)	19,5	18,9
Peuplier tremble	0,354 (3)	20 (3)	149 (5)	14,2	15,6
Épinette blanche	0,330 (4)	35 (4)	348-458 (6)	40,4	36,5-48,1 (42,3)
Sapin baumier	0,330 (4)	35 (4)	272-484 (6)	40,4	28,6-50,8 (39,7)

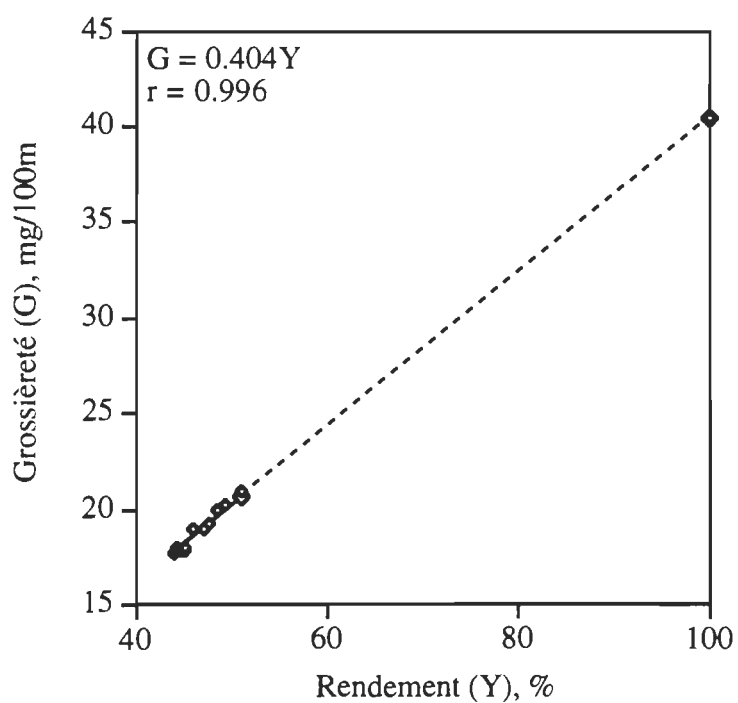
#### *Correction de la grossièreté par rapport au rendement des pâtes*

Pour les pâtes à haut rendement, nous n'avons pas les rendements compte tenu que ces pâtes sont commerciales. En général, le rendement des PTM se situe entre 90 et 95%. Nous avons retenu cette dernière valeur pour calculer G. D'autre part, le rendement des PCTM après blanchiment est généralement d'environ 85% ou plus. Nous avons retenu la valeur de 85% comme rendement pour ces pâtes.

Nous avons utilisé les données de Paavilainen (4) pour corriger G par rapport au rendement des pâtes. Cet auteur (4) a trouvé une relation linéaire entre le rendement des

pâtes chimiques d'épinette blanche et G. En utilisant les données de cette relation et celles de la grossièreté des fibres calculée pour le bois de l'épinette blanche (Tableau A4.1), nous avons établie une relation linéaire entre G et le rendement des pâtes (Figure A4.1). L'équation A4.3 montre le modèle qui caractérise cette variation.

En introduisant la grossièreté des fibres du bois ( $G_b$ ) dans ce modèle, nous obtenons l'équation A4.4. L'utilisation de cette équation permet d'estimer la grossièreté corrigée pour l'ensemble des pâtes à haut rendement. Le tableau A4.2 présente les valeurs corrigées de G pour ces pâtes.



**Figure A4.1:** Variation de la grossièreté en fonction du rendement.



$$G = 0,404Y \quad [A4.3]$$

$$G = \frac{G_b \times Y}{100} \quad [A4.4]$$

Où;

G: Grossièreté corrigée, mg/100m;

G<sub>b</sub>: Grossièreté du bois calculée, mg/100m;

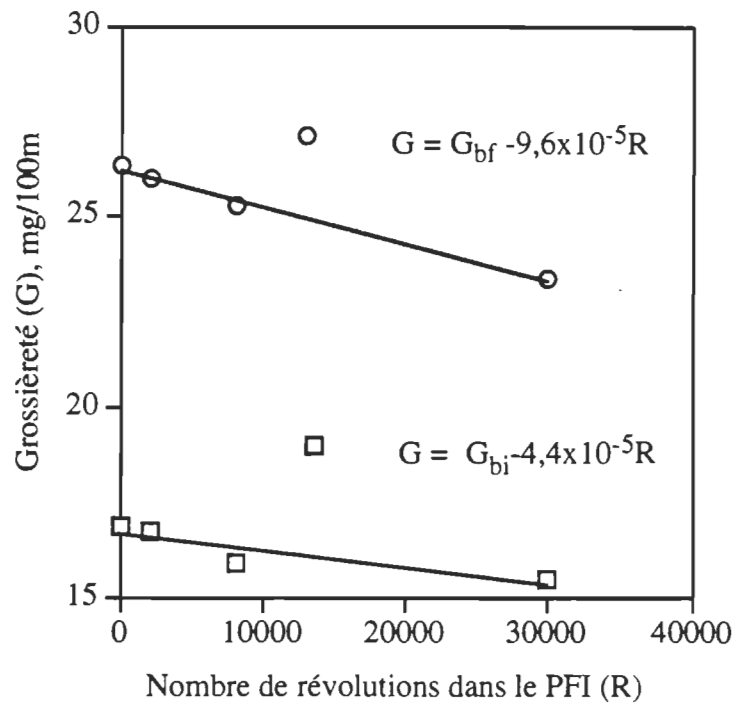
Y: Rendement des pâtes, %.

**Tableau A4.2 : Grossièreté corrigée selon le rendement des pâtes.**

Type de pâte	Rendement, %	G du bois, mg/100m	G corrigée, mg/100
PTM de résineux (1)	95	40,4	38,4
PCTM de bouleau (2)	85	19,5	16,6
PCTM d'épinette (3)	85	40,4	34,3
PCTM de peuplier (4)	85	14,2	12,1

#### *Estimation des effets du raffinage sur la grossièreté des fibres*

Pour estimer les effets du raffinage dans le PFI, nous avons utilisé les données de Paavalainen (4) qui a trouvé que ce traitement cause une diminution linéaire de G. La figure A4.2 montre cette relation pour les bois d'été de printemps. Les équations A4.5 et A4.6 donnent les modèles de variations de G en fonction du raffinage pour ces deux bois, respectivement. Nous avons appliqué ces modèles pour estimer les effets du raffinage sur G des PHR.



**Figure A4.2: Variation de la grossièreté en fonction du raffinage.**

Par ailleurs, le tableau A4.3 dresse la variation de G estimée en fonction du raffinage pour l'ensemble des PHR. Nous avons utilisé ces valeurs pour la modélisation des effets des propriétés mécaniques en fonction des propriétés fondamentales de la fibre.

$$G = G_{bi} - 4,4 \times 10^{-7} R \quad [A4.5]$$

$$G = G_{bf} - 9,6 \times 10^{-7} R \quad [A4.6]$$

Où;

$G_{bi}$ : Grossièreté du bois initial avant raffinage, en mg/100m;

$G_{bf}$ : Grossièreté du bois initial avant raffinage, en mg/100m;

$G_c$ : Grossièreté corrigée avant raffinage, en mg/100m;

G: Grossièreté estimée après raffinage, en mg/100m;

R: Nombre de révolutions dans le PFI.

**Tableau A4.3: Estimation de l'effet du raffinage des PHR sur la grossièreté.**

Types de pâte	Nombre de révolution dans le PFI				
	0	4000	12000	18000	42000
PTM-R (1)	38,4	38,0	37,2	36,7	34,4
PCTM-B (2)	16,6	16,4	16,1	15,8	-
PCTM-E (3)	34,3	33,9	33,1	32,6	-
PCTM-P (4)	12,1	11,9	11,6	11,3	-

#### A4.2 Introduction de la grossièreté dans les modèles

L'équation A4.7 présente la forme générale des modèles statistiques obtenus après l'introduction de la grossièreté. Le tableau A4.4 présente les coefficients de régression de ces modèles.

$$PR = k\bar{L}^{\alpha}R_Z^{\beta}R_I^{\gamma}G^{\chi}$$

où;

PR: propriété de résistance;

k: constante de proportionnalité;

$\bar{L}$ : longueur moyenne des fibres, mm;

$R_Z$ : résistance Z, kPa;

$R_I$ : résistance intrinsèque de la fibre, km;

G: grossièreté de la fibre en mg/100m;

$\alpha, \beta, \gamma, \chi$ : paramètres estimés par l'analyse de régression qui déterminent le degré de dépendance des PR des variables  $\bar{L}$ ,  $R_Z$ ,  $R_I$  et G, respectivement.

L'examen de ces modèles montre que dans le cas des FPSS, les fibres plus grossières ont tendance à diminuer  $I_D$ ,  $I_E$ , et  $L_R$ . Les corrélations obtenues sont légèrement plus élevées

que celles présentées dans le tableau 4.4 du chapitre 4. Par contre, dans le cas des FSTD, la grossièreté des fibres n'influe pas sur  $I_D$ ,  $I_E$  et  $L_R$ .

**Tableau A4.4 Coefficients des régressions linéaires pour la prédiction des résistances à la déchirure, à l'éclatement et à la rupture.**

PR	FSTD						FPSS					
	k	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	$\chi$	r	k	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	$\chi$	r
$I_D$	2,12 (0,08)	0,47 (0,09)	-0,50 (0,18)	1,66	n.s.	0,98	1940 (0,21)	1,12 (0,07)	-0,82 (0,16)	0,56 (0,15)	-0,74	0,86
$I_E$	0,002 (0,20)	0,57 (0,20)	0,51 (0,57)	1,66	n.s.	0,95	0,20 (0,19)	1,45 (0,04)	0,71 (0,16)	0,38 (0,14)	-0,91	0,98
$L_R$	0,006 (0,12)	0,41 (0,13)	0,60 (0,35)	1,20	n.s.	0,98	0,025 (0,10)	0,63 (0,04)	1,03	n.s.	-0,38 (0,07)	0,97

#### Références:

1. Scallan A. M., et H. V. Green, "A Technique for Determining the Transverse Dimensions of the Fibres in Wood", *Wood and Fiber*, 5 (4): 323-333 (1974).
2. Britt, K. W., "Fiber Coarsness in Wood", *Tappi*, 49 (5):202-206, (1965).
3. Gurnagul, N., D. H. Page et R. S. Seth, "Dry Sheet Properties of Canadian Hardwood Kraft Pulps", *J.P.P.S.* 16 (1): J36-J40 (1990).
4. Paavilainen, L. "Importance of Cross-Dimensional Fibre Properties and Coarsness for the Characterisation of Softwood Sulphate Pulp", *Paperi Ja Puu*, 75 (5): 343-351, 1993.
5. Horn, R. A., "Morphology of Pulp Fiber From Hardwoods and Influence on Paper Strength", *U.S.D.A. FS Res. Pap., F.P.L. Res., Madison, Wis.*, pp. 312-321 (1978).
6. Panshin, A. J. et C. de Zeeuw, "Textbook of Wood Technology", McGraw-Hill, Inc. (1980).

**UNIVERSITÉ DU QUÉBEC**

**THÈSE PRÉSENTÉE À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES**

**COMME EXIGEANCE PARTIELLE DU DOCTORAT EN GÉNIE  
PAPETIER**

**PAR  
AHMED KOUBAA**

**AMÉLIORATION DE LA RÉSISTANCE DES LIAISONS DANS  
LE PAPIER ET LE CARTON PAR RAFFINAGE ET PAR  
PRESSAGE ET SÉCHAGE SIMULTANÉS**

**AVRIL 1996**