# Table des Matières

Avant-proposii
Remerciementsiii
Résumév
Mots Clésvi
Liste des Figuresix
Liste des Tableauxxi
Liste des équationsxii
Introduction
1.1 Problématique
Chapitre 2 - Revue de la littérature
2.1 Développement des fibres
2.1.1 Intensité et énergie
<b>2.1.1.1</b> Théorie liée à l'intensité
2.1.1.2 Relation entre l'énergie spécifique et l'intensité
<b>2.1.1.3</b> Intensité à basse consistance (BC)
2.1.1.4 Intensité à haute consistance (HC)
2.2 Le raffinage à haute consistance10
<b>2.2.1</b> Impact de la production10
<b>2.2.2</b> Qualité des pâtes
<b>2.2.2.1</b> Inter-relation entre les propriétés de la pâte et du papier10
2.2.2.2 Énergie spécifique et qualité des fibres
2.3 Le raffinage à basse consistance
<b>2.3.1</b> Le concept
2.3.2 Variables d'opération

2.3.3 Développement des fibres	13
2.3.4 Fractionnement des fibres	
2.3.4.1 Principe de base	
2.3.4.2 Les types de fractionnement	
2.3.4.3 Fractionnement par tamisage sous pression	19
2.3.4.4 Les traitements après fractionnement	20
2.3.4.5 Applications du fractionnement	21
Chapitre 3 - Objectifs et approche expérimentale	
3.1 Objectifs	
3.2 Approche expérimentale	23
3.2.1 Plan d'essais	23
3.2.2 Méthodologie expérimentale	
3.2.2.1 Fractionnement des pâtes	
3.2.2.2 Raffinage des pâtes	
3.2.2.3 Évaluation des pâtes et des papiers	29
Chapitre 4 - Contribution à la recherche	
Chapitre 5 - Résultats et discussion. Partie 1	
Chapitre 6 - Résultats et discussion. Partie 2.	
Chapitre 7 - Résultats et discussion. Partie 3.	
Chapitre 8 - Conclusion.	
III- En matière de délamination de la structure interne de la fibre	

# Liste des Figures

Figure 2.1	Relation entre l'énergie spécifique et l'intensité	8
Figure 2.2	Schéma d'une fibre de bois mou	14
Figure 2.3	Rupture de la fibre lors de la mise en pâte selon différents procédés	14
Figure 2.4	Illustration du procédé global de raffinage étudié HB/BC/BC	18
Figure 2.5	Convention de représentation pour un tamis sous pression et un hydrocyclone	19
Figure 2.6	Les écoulements présents dans le procédé de tamisage	20
Figure 3.1	Schéma des principaux procédés conventionnels de raffinage	24
Figure 3.2	Schéma du nouveau procédé de raffinage étudié	25
Figure 3.3	Schéma de fractionnement des pâtes.	26
Figure 3.4	Raffineur Valmet CD300 installé au CRML	28
Figure 3.5	Raffineur conique Valmet RF-0	28
Figure 5.1	Fractionation process (PP: primary pulp, SF: short fibres, LF: long fibres)	41
Figure 5.2	Specific refining energy versus freeness	43
Figure 5.3	Tensile index versus freeness	45
Figure 5.4	Tear index versus freeness	46
Figure 5.5	Tear index versus tensile index	47
Figure 5.6	Burst index versus freeness	47
Figure 5.7	Light scattering coefficient versus tensile index	48
Figure 5.8	Light scattering coefficient versus freeness	49
Figure 5.9	Mean Fibre length versus freeness	50
Figure 6.1	Fractionation process	61
Figure 6.2	Tensile index as a function of the specific refining energy	64
Figure 6.3	Mean fibre length as a function of the specific refining energy	64
Figure 6.4	Coarseness of fractions as function of the bonding index	66
Figure 6.5	Comparison of SEM images for some pulps at 100 mL CSF	68
Figure 6.6	Scott bond with and without fines at 100 mL CSF	70
Figure 6.7	WRV at CSF 100 mL with and without addition of fines	71

Figure 6.8	Zero span with and without addition of fines at 100 mL CSF	73			
Figure 7.1	Experimental process	85			
Figure 7.2	Tensile index as a function of specific refining energy. (a) Refining curve for different freeness and (b) values interpolated at freeness 100 mL	87			
Figure 7.3	Tensile index as a function of mean fibre length	88			
Figure 7.4	Tensile index as a function of carboxylic acid group content				
Figure 7.5	Tensile index as a function of bonding index90				
Figure 7.6	P14/R28 and P28/R48 coarseness				
Figure 7.7	Sedimented volume of fines as a function of fines content				
Figure 7.8	Tensile as a function of sheet density.	95			

# Liste des Tableaux

Tableau 2.1	Caractéristiques d'une pâte PCTM en comparaison	15
Tableau 3.1	Caractéristiques du raffineur conique Optifiner de Valmet	29
Tableau 5.1	Fibre fractions	41
Tableau 5.2	Pulp properties at 100 mL of freeness	51
Tableau 6.1	Fibre fractions	
Tableau 7.1	Fibre fractions	85
Tableau 7.2	Some other properties at CSF 100.	

# Liste des équations

$\tau = \frac{M}{m}$	Équation 2.1	. 6
$C = \frac{M}{N \times L_a}$	Équation 3.1	30
$VRE = \frac{W1 - W2}{W2}$	Équation 3.2	30
$V_s = \frac{V}{P}$	Équation 3.3	31

# Introduction

Avec des coûts croissants de l'énergie au niveau mondial, la survie de la mise en pâte mécanique industrielle dépend de la capacité des usines à réduire la consommation d'énergie dans leurs raffineurs. Comme la majorité de l'énergie consommée se transforme en vapeur et ne sert pas au développement de la fibre, le potentiel de réduction énergétique est important mais la recherche actuelle ne progresse que très peu vers cet objectif. Malgré l'efficacité énergétique du raffinage à basse consistance, son potentiel à couper les fibres est cependant important et indésirable. Le raffinage de la pâte mécanique est un processus dans lequel la morphologie de la fibre est modifiée par l'imposition de contraintes mécaniques à la fibre.

Pour améliorer l'efficacité du procédé de raffinage à basse consistance, il est important de mieux comprendre les relations entre l'énergie consommée et le développement physique de la fibre. Nous serons ainsi plus en mesure de contrôler la coupe des fibres et leur développement, tout en maximisant le gain énergétique.

Plusieurs auteurs ont étudié ce sujet sous différents angles, et en sont venus à une série de conclusions. Le remplacement du deuxième stade RHC par un stade RBC a réduit la demande totale d'énergie pour un indice de traction de 40 N.m/g, de 300 kWh/t pour l'épinette de Norvège [1,2]. Les différentes fractions de fibres peuvent être utilisées séparément dans différents produits ou améliorées par un traitement approprié et recombinées dans une certaine forme afin d'améliorer la qualité des produits et /ou obtenir une économie d'énergie [3,4,5,6].

Des études sur le procédé ATMP à l'échelle pilote ont montré une réduction de 100 à 200 kWh/t sur l'énergie totale de raffinage, à un indice de traction similaire de 40 N.m/g, lorsque la seconde étape de raffinage HC est remplacée par un raffinage multiple RBC. L'énergie de raffinage totale était inférieure à 1000 kWh/t [7,8]. Des études récentes sur une deuxième étape BC de raffinage à l'échelle industrielle ont montré qu'il est possible de réduire la demande d'énergie brute d'environ 100 kWh/t en introduisant une étape de raffinage à basse consistance [9,10].

Les gains de consommation d'énergie du RBC et du fractionnement et le suivi des propriétés physiques du papier sont les principaux outils utilisés dans cette étude pour confirmer si oui ou non en combinant leurs avantages en matière de consommation d'énergie, ceux-ci sont efficacement ajoutés au cours du processus proposé consistant à fusionner les deux procédés.

La morphologie de la fibre change tout au long du processus de raffinage thermomécanique sachant que les fibres subissent une série de contraintes mécaniques. La grande efficacité énergétique du RBC apporte cependant un grand potentiel de coupe indésirable des fibres. La connaissance sur le développement des propriétés ouvre la voie à une possibilité d'amélioration du processus de raffinage. Le RBC est un procédé connu pour être un bon moyen en matière de rendement énergétique d'amélioration de certaines propriétés de la pâte [11, 12]. Bien qu'ils soient plus efficaces énergétiquement, les raffineurs BC ont cependant le potentiel de couper les fibres [13].

La littérature [14, 15] montre qu'il y a une série de paramètres impliqués dans le fractionnement des fibres et de leurs interactions. Le fractionnement peut produire deux ou plusieurs fractions présentant des caractéristiques morphologiques différentes. Ces fractions réagissent différemment au raffinage ultérieur.

Au lieu d'utiliser seulement de la pâte entière, l'idée de fractionnement est de profiter au mieux de toutes les économies d'énergie tout en essayant de maximiser la protection de fibres [16].

Nous étudions, ici, de manière systématique les propriétés de développement des fibres au cours d'une combinaison complète de RBC et de RHC. Une meilleure connaissance des impacts impliqués nous conduira à une plus grande efficacité globale du processus de fabrication de la pâte. Notre objectif principal est de maximiser l'efficacité énergétique tout en minimisant la coupe des fibres lors du raffinage. Pour atteindre l'objectif principal, l'étude comprend plusieurs objectifs spécifiques:

- Comprendre le processus de développement des fibres selon la variation de la consistance et l'utilisation ou non d'une étape de fractionnement.
- Étudier l'impact de ces deux types de raffinage (RBC et RHC) sur le développement de la morphologie de la fibre, en relation avec le développement des propriétés du papier.

Dans la première partie de notre recherche, nous allons établir que certaines propriétés sont maintenues même pour les économies d'énergie se rapprochant de 50% avec le RBC [17].

D'autres propriétés sont modifiées, même lorsque le RHC s'effectue sur les fibres longues. Les procédés étudiés ont pour but d'élaborer une pâte qui requiert moins d'énergie, par rapport aux procédés classiques. Nos multiples combinaisons RBC/RHC conduisent à une variété de pâtes avec différentes propriétés. Ceci suggère la possibilité de réduire l'apport d'énergie, tout en maintenant la qualité de la pâte finale.

Dans la deuxième partie de cette recherche nous tenterons d'évaluer les changements morphologiques causés par la consistance de la pâte à la fois pour le raffinage de la pâte entière et celui sélectif des fibres longues. Aussi bien la consistance que le fractionnement conduisent à des différences importantes en termes de développement de la fibre [18].

Pour comprendre comment la morphologie de la fibre influe sur les propriétés du papier nous effectuerons une étude détaillée de l'évolution de la résistance à la traction en tant que propriété principale, à un CSF de 100 mL, en fonction de l'énergie de raffinage et certaines variables ayant un impact connu sur la résistance à la traction. C'est l'objectif de la troisième partie de notre recherche. Pour ce faire, nous étudierons la relation qui peut exister entre les propriétés de la fibre et les variations des propriétés physiques d'une feuille.

Le RBC est aujourd'hui utilisé dans la fabrication de pâte mécanique commerciale en combinaison avec une étape primaire de raffinage haute consistance (RHC) [19]. Le



degré de fibrillation externe de la surface des fibres a été jugé plus faible pour les pâtes raffinées à BC en comparaison avec celles raffinées à HC à indice de traction égal [20].

## 1.1 Problématique

L'industrie fait ainsi face à deux défis majeurs :

- Le premier est d'ordre énergétique : La mise en pâte thermomécanique est un procédé énergivore qui représente une grande part des coûts de production. Pour maintenir la rentabilité d'une usine, il faut impérativement rechercher une meilleure performance à cet égard.
- Le second est d'ordre qualitatif : La qualité des pâtes doit être conservée si le produit visé est le papier journal, mais une plus grande utilisation est possible pour des papiers dits de spécialité, lorsque nous pouvons augmenter la qualité de la pâte produite. La diminution de la quantité de pâte kraft requise par ces papiers représente une économie importante.

Pour faire face à ces défis, le procédé doit évoluer de façon à devenir plus performant en terme d'énergie consommée aussi bien qu'en terme de qualité du produit final.

Les possibilités d'amélioration du processus de raffinage à haute ou à basse consistance doivent nécessairement passer par une plus grande connaissance du développement des propriétés des fibres lors du raffinage.

Ce projet propose donc une étude systématique du développement des fibres lors du processus de raffinage, que ce soit à haute ou à basse consistance ou par une combinaison judicieuse de ces deux procédés. Une plus grande connaissance des phénomènes en cause pourra nous conduire à une plus grande efficacité globale du procédé de mise en pâte thermomécanique.

# Chapitre 2 - Revue de la littérature

#### 2.1 Développement des fibres

À haute consistance, les impacts mécaniques se produisent entre les plaques et l'amas de fibres, tandis que les compressions et les cisaillements s'effectuent principalement entre les fibres.

Ces impacts, compressions et cisaillements, tout en facilitant le développement des fibres, occasionnent en même temps une grosse perte d'énergie due à l'effet d'écrasement des fibres qui en résulte. En effet, la fibre est un matériel viscoélastique et une partie de l'énergie transmise par chaque compression est perdue à combattre la partie élastique de la déformation. Lorsque l'intensité de raffinage augmente, il y a plus de travail fait dans la partie plastique, ce qui résulte souvent en une énergie globale plus basse. En même temps, il y a cependant un plus grand risque de briser la fibre lorsque le travail se fait dans la partie plastique.

À haute consistance et haute intensité, les impacts sont forts, rendant les opportunités de couper et d'abimer les fibres plus importantes et plus fréquentes. Par contre, les propriétés des fibres se développent plus facilement lorsqu'elles ont besoin de cette intensité. À basse intensité, le transfert d'énergie est moindre à chaque impact. Plus d'énergie est requise, mais moins de facilité ou d'opportunité de coupe en résulte. Ainsi, les propriétés des fibres se développent d'autant mieux.

Ainsi le raffinage à haute consistance s'effectue à basse ou à haute intensité pour transférer à la fibre une énergie différente produisant un développement de propriétés différent. L'indice d'égouttage et la longueur de la fibre sont suffisants pour prédire l'indice de rupture et l'indice de déchirure suite à un raffinage à basse consistance [21].

#### 2.1.1 Intensité et énergie

Sachant d'une part que le raffinage à basse consistance fait intervenir une grande intensité sur la fibre, et que par conséquent l'énergie est moindre, il demeure que cette forte intensité risque en même temps de couper les fibres.

#### 2.1.1.1 Théorie liée à l'intensité

En 1987, Danforth [22] a développé une nouvelle théorie basée sur le temps de résidence de la pâte dans le raffineur. De nouveaux termes sont définis dont le nombre d'impacts que les fibres subissent lors du raffinage et l'intensité qui est définie comme étant l'énergie appliquée par impact. C'est en fait une mesure de la façon dont l'énergie est appliquée sur les fibres. Afin de déterminer le nombre d'impacts, le temps de résidence de la pâte entre les deux plaques doit être calculé. Plusieurs études ont porté sur ce sujet [23, 24], conduisant à la définition d'un temps de résidence :

$$\tau = \frac{M}{m}$$
 Équation 2.1

 $\tau$  = temps de résidence

- M = masse de pâte entre les deux plaques
- m = débit de pâte.

Les équations modifiées se retrouvent dans le mémoire de Lanouette [25].

Selon Karnis *et al.* [26], une intensité élevée ne peut pas s'appliquer aux deux stades. Ces chercheur affirment que la combinaison d'une basse énergie appliquée à haute intensité au premier stade suivi d'un second stade à basse intensité serait une amélioration au procédé. On doit toujours garder comme limite l'application d'une haute intensité sans pour autant casser les fibres. Harkonen et ses collaborateurs [27, 28] ont poursuivi des recherches sur l'intensité. Ils ont développé un modèle mathématique afin de décrire l'écoulement des fibres/eau et de la vapeur entre deux plaques d'un raffineur. Ils mentionnent que selon eux, les équations de Miles et May sont incomplètes puisqu'elles ne tiennent compte que des forces dans le sens radial. Leur modèle inclut donc les forces dans le sens radial mais également dans les sens tangentiel et axial. De plus, ils incluent un bilan de masse, un bilan d'énergie et des équations de phénomène de transport. Les équations sont résolues par itération et ils obtiennent les valeurs suivantes: les vitesses d'écoulement du mélange fibre/eau et de la vapeur, les fractions volumiques fibre/eau et vapeur, la température, la pression, la puissance dissipée et l'intensité. Les valeurs obtenues grâce au modèle sont validées avec des tests effectués en laboratoire et par une mesure de l'intensité au moyen d'un traceur radioactif.

#### 2.1.1.2 Relation entre l'énergie spécifique et l'intensité

L'intensité est définie comme étant l'énergie appliquée par d'impact, les unités sont GJ/tonne/impact. La figure 2.2 présente sous forme d'organigramme les liens entre l'énergie spécifique et l'intensité [29].



Figure 2.1 Relation entre l'énergie spécifique et l'intensité

On peut faire varier l'intensité de deux façons: Soit en changeant **le patron des plaques** des raffineurs, soit en variant **le temps de résidence** de la pâte entre les deux plaques de raffineur. Dans ce dernier cas, les paramètres impliqués sont:

Le différentiel de pression: Cette différence existe entre l'entrée du raffineur et le bâti. Lorsque le différentiel de pression diminue, la pâte est évacuée plus rapidement ce qui diminue le temps de résidence.

La consistance de la pâte: Une fibre mouillée sera plus facile à déplacer qu'une fibre sèche étant donné que le déplacement radial se fait par la force centrifuge. Le contrôle de l'ajout d'eau de dilution est très difficile, principalement dû au fait que la plupart des usines n'ont pas de capteur de consistance en ligne. On peut mesurer la consistance par

un analyseur à infrarouge placé en aval du procédé, il est également possible de mesurer la consistance au moyen de bilan de masse et d'énergie [30].

La vitesse de rotation: Plus les disques du raffineur tournent rapidement, plus la pâte est évacuée rapidement. À l'usine pilote, il est possible de faire varier la vitesse de rotation des plaques. C'est donc souvent ce type de contrôle de l'intensité qui est utilisé.

#### **2.1.1.3** Intensité à basse consistance (BC)

La déformation subie par la fibre est composée d'une partie élastique et d'une partie plastique et la majorité de l'énergie est appliquée sur la fibre dans la zone élastique, ce qui est la principale raison de la grande dépense énergétique requise par le procédé. L'objectif de la BC est de travailler assez vite, pour appliquer plus d'énergie dans la zone plastique et moins dans la zone élastique (donc à haute intensité et énergie consommée moindre). En effet le RBC permet d'éviter d'appliquer l'énergie à faible intensité, évitant ainsi des dispersions d'énergie dans la zone élastique de la fibre, et par la même occasion évitant des dépenses énergétiques. Cependant, plus l'intensité est grande plus le risque de couper la fibre est grand. C'est ainsi que, tout en protégeant la fibre, nous avons intérêt à travailler à plus haute intensité et donc à basse consistance.

Un de nos buts est ainsi d'étudier toutes les possibilités et les mécanismes qui permettraient de maximiser l'intensité, tout en protégeant la fibre.

#### 2.1.1.4 Intensité à haute consistance (HC)

Lors d'un raffinage à HC, l'énergie est appliquée à plus basse intensité, la dépense énergétique est par conséquent plus grande. Par contre, il est beaucoup plus facile d'éviter de couper la fibre.

Devant les différences d'énergie requises entre la HC et la BC, il est intéressant d'étudier les combinaisons possibles de ces deux procédés.

#### 2.2 Le raffinage à haute consistance

#### 2.2.1 Impact de la production

Le taux de production lors du raffinage a un impact direct sur la qualité ainsi que l'énergie spécifique consommée. En l'an 2000, l'usine de Papiers Masson était le 1<sup>er</sup> fabricant de pâte à papier à construire une nouvelle ligne de raffineurs unique. Cette ligne de raffinage, d'une capacité nominale de 800tonnes/jour, comprends 2 raffineurs RGP82 à disques coniques dans la ligne principale, un raffineur de rejets du même type, suivi de 3 raffineurs parallèles à basse consistance [31]. Elle alimente une machine à papier journal utilisant uniquement la pâte thermomécanique (PTM). La vitesse de cette machine a augmenté de façon continue par rapport à ses débuts, ce qui a poussé l'usine à concentrer ses efforts pour augmenter la capacité de production de leur PTM. La production initiale en 2000 était de 640 tonnes/jour. Elle dépasse actuellement les 800 tonnes/jour, sans que la qualité n'ait été compromise. La qualité de la pâte a été maintenue à un haut niveau, ce qui a nécessité de nombreux efforts.

La haute production en PTM a un double avantage :

- Réduction des investissements et des coûts de production.
- Réduction de la consommation d'énergie.

Ceci est excessivement important étant donné l'augmentation continue du prix de l'énergie.

#### 2.2.2 Qualité des pâtes

#### 2.2.2.1 Inter-relation entre les propriétés de la pâte et du papier

La puissance nette est liée à l'entrefer des plaques de raffineur. Avec une valeur inférieure à la valeur critique, une diminution de la longueur des fibres devient évidente. De même, les changements dans l'indice d'égouttage sont liés à la puissance nette et les changements dans la fraction de fibres longues sont liés à l'écart de l'entrefer. Bien que le mécanisme physique de ce comportement soit inconnu, l'analyse statistique effectuée indique une forte corrélation entre ces variables.

Suite aux travaux de Forgacs [32] sur un raffineur à haute consistance et de la pâte de meule, une corrélation existe entre la longueur des fibres et l'indice d'égouttage et un certain nombre de propriétés du papier, telles que l'Indice de déchirure et l'indice de traction. La résistance à la déchirure est bien en corrélation avec la distribution de la longueur des fibres. Cette corrélation indique un comportement exponentiel entre ces deux variables. Ces résultats montrent que la résistance à la déchirure est assez sensible à la distribution de longueur des fibres. De petits changements dans la distribution initiale de la fraction de fibres longues causent une diminution importante de la résistance à la déchirure du papier.

De la même manière, l'épaisseur des fibres est assez bien reliée à l'indice d'égouttage; la diminution d'épaisseur étant linéaire avec la diminution de l'indice d'égouttage. Ce résultat est indépendant des conditions particulières du raffinage pour l'obtention d'une quelconque valeur d'indice d'égouttage.

L'indice de traction des pâtes testées montre aussi une bonne corrélation avec le CSF. Cette relation a été acquise auprès d'un ajustement des moindres carrés à partir des données des propriétés de la pâte. À partir de cette méthode de corrélation en trois étapes, il est possible de créer des règles "de base" qui relient les variables d'exploitation directement aux propriétés finales du papier. C'est le type le plus utile de corrélation, car il lie directement les conditions d'exploitation aux propriétés finales du papier. L'exemple type est donné par la relation entre l'entrefer et l'augmentation de l'indice de traction. Ainsi, une augmentation de l'entrefer optimal est observée pour un indice d'égouttage accru. Pour chaque type de pâte, la moindre augmentation de la force de traction viendra raccourcir la longueur de la fibre. La baisse de la force de traction est le résultat d'un manque d'énergie transférée à la fibre, à savoir, pas assez de force est imposée pour briser la paroi cellulaire et causer d'importantes déformations plastiques. Ce résultat indique clairement la nécessité à contrôler le processus afin de maximiser la force de traction du produit final (le papier) avec le minimum d'énergie appliquée.

## 2.2.2.2 Énergie spécifique et qualité des fibres

La tendance actuelle vers les catégories de papier à plus grande valeur ajoutée exige l'application d'une énergie spécifique suffisante pour produire une pâte dont les fibres sont bien développées, souples et adaptables. Il se produit sinon des coupures dans la fibre et l'on obtient une pâte médiocre. L'analyse d'un mécanisme qui permettrait l'interaction du raffineur sur les fibres a permis de prévoir que, pour une pâte donnée, la contrainte lors du raffinage dépend à la fois de la densité du matelas fibreux à un point donné du procédé et de l'énergie spécifique par impact ou de l'intensité de fonctionnement du raffineur. Cela peut aussi expliquer pourquoi, pour une même charge de moteur, l'écart entre les plaques est plus faible dans le raffineur secondaire que dans le raffineur primaire et pourquoi des rainures moins profondes peuvent entraîner un écart plus faible à une énergie spécifique donnée. L'analyse suggère que, à mesure que la densité de la pâte s'accroit lorsque l'énergie spécifique augmente, la contrainte par impact peut augmenter à une intensité donnée, ce qui pourrait en pratique limiter l'application d'énergie additionnelle [33].

#### 2.3 Le raffinage à basse consistance

#### 2.3.1 Le concept

À basse consistance, le raffinage s'effectue dans un milieu aqueux de 3 à 5% de consistance [34]. Dans ces conditions, des contacts vont se faire plus souvent entre les barres et les fibres que de fibres à fibres, et vont être très efficaces pour la transmission de l'énergie aux fibres. L'énergie spécifique de raffinage nécessaire pour l'obtention d'une qualité donnée, peut-être réduite en augmentant l'intensité de raffinage. L'approche la plus simple est de réduire la consistance. Les résultats suggèrent que l'économie d'énergie dépend de la consistance utilisée et de l'indice d'égouttage (CSF) final de la pâte. Les bénéfices potentiels diminuent pour les unités opérant déjà à BC, et ces bénéfices diminuent d'avantage proportionnellement à la baisse du CSF désiré.

Il y a moins de consommation d'énergie à une intensité très élevée résultant en beaucoup de possibilités de coupe. Pour éviter de trop couper les fibres, le raffinage doit s'effectuer en douceur. Seule une opération de raffinage en douceur permettra de développer ces fibres. De même, un raffinage trop doux, ne réussira pas à réaliser le développement voulu. C'est le principal problème relié à l'utilisation de la basse consistance. Ainsi, à basse consistance, pour transmettre l'énergie requise aux fibres, il devient nécessaire d'effectuer un certain nombre d'étapes de raffinage.

#### 2.3.2 Variables d'opération

Il y a une corrélation prévisionnelle de l'entrefer avec une large gamme de variables du procédé et de la conception du patron des plaques du raffineur. L'entrefer et l'énergie spécifique sont suffisants pour prédire les changements de l'indice d'égouttage et de la longueur des fibres. L'indice d'égouttage et la longueur de la fibre sont suffisants pour prédire l'indice de déchirure [21].

#### 2.3.3 Développement des fibres

La Figure 2.2 illustre la cellule d'une fibre de bois mou. Elle est constituée de plusieurs couches dont la lamelle mitoyenne (LM), la paroi primaire (P) et la paroi secondaire (S<sub>1</sub>, S<sub>2</sub>, S<sub>3</sub>) [35]. La structure finale de la fibre dépend des propriétés physiques de la fibre et des conditions de mise en pâte. Autour de la fibre, il y a la lamelle mitoyenne (LM) qui est constituée principalement de lignine et d'hémicelluloses. Lorsque le bois est chauffé à haute température (comme pour le procédé PTM), il se ramollit et lorsqu'il est soumis à des forces de cisaillement, il cède en libérant la fibre. Dans la plupart des cas, les couches extérieures P et S<sub>1</sub> sont brisées lors de la mise en pâte. Elle est constituée de fibrilles qui sont des molécules de cellulose. Les couches S<sub>1</sub> et S<sub>3</sub> sont elles aussi constituées de fibrilles mais elles sont moins importantes en terme de volume.





Figure 2.2 Schéma d'une fibre de bois mou

La rupture de la fibre lors du raffinage ne se fait pas de la même façon pour une fibre raffinée selon le procédé thermomécanique versus chimico-thermomécanique, cette différence est présentée à la Figure 2.3 [35].



Figure 2.3 Rupture de la fibre lors de la mise en pâte selon différents procédés

Pour une pâte mécanique de raffineur (PMR), la fracture dans la fibre se fait un peu partout dans la fibre, de la lamelle mitoyenne, aux parois primaire et secondaire ( $S_1$ ,  $S_2$  et  $S_3$ ). Les fibres obtenues sont donc plus courtes et ont un moins bon potentiel de liaison.

Lorsqu'il y a addition de vapeur (PTM) ou un traitement chimique qui se fait avant le raffinage (PCTM), il y a assouplissement de la lignine contenue dans la paroi de la fibre et la lamelle mitoyenne, ce qui permet la séparation de toutes les composantes de la fibre de façon plus ciblée ainsi que le gonflement de la paroi de la fibre, ce qui améliore le potentiel de liaison. Les fibres ne sont pas détruites mais plutôt séparées, elles sont donc plus longues et une moins grande quantité de fines est produite. Le Tableau 2.1 présente certaines propriétés d'une pâte PCTM.

Tableau 2.1Caractéristiques d'une pâte PCTM en comparaisonavec une pâte PTM

	Fibres longues	Fines	Bûchettes	Indice de Rupture	Indice de Déchirure	Main	Diff. Lum.	Blancheur	Énergie	Densité
РСТМ	$\uparrow$	$\downarrow$	$\downarrow$	$\uparrow$	<b>←</b>	$\downarrow$	$\uparrow\downarrow$	$\downarrow$	$\uparrow\downarrow$	$\uparrow$

Les plus importantes différences entre la basse et la haute consistance sont que :

- La pâte raffinée à basse consistance a une fraction de fibres longues moins importante que la pâte raffinée à haute consistance
- Le procédé de raffinage à basse consistance est exigeant en raison de la limite opérationnelle causée par l'entrefer dont l'ouverture est de l'ordre de quelques fibres de large.

L'intérêt principal est associé à l'entrefer, au phénomène d'écoulement, à la couverture des barres et aux contraintes de cisaillement appliquées sur les fibres [1].

Une importante réduction d'énergie de raffinage (plus de 40% ou 1 MWh/t) a été rapportée en utilisant le procédé ATMP en comparaison à des pâtes de qualité similaire soumises à un raffinage utilisant le procédé thermomécanique classique [36, 37]. Une autre façon de réduire la demande en énergie électrique est obtenue en utilisant le raffinage à basse consistance après la première étape de raffinage à haute consistance. Le remplacement de la deuxième étape de raffinage à haute consistance par un raffinage à basse consistance a permis une réduction de la demande totale d'énergie pour atteindre un indice de traction de 40 Nm/g de 300 kWh/t pour l'épinette de Norvège [1,2]

Des études sur le procédé ATMP à l'échelle pilote ont démontré une réduction de 100-200 kWh/t d'énergie totale de raffinage, à un indice de traction similaire de 40 Nm/g, lorsque la deuxième étape de raffinage HC est remplacée par de multiples étapes de raffinage BC; l'énergie totale de raffinage a été inférieure à 1000kWh/t [7, 8]. Pour un même indice de traction, les pâtes raffinées à BC avaient un coefficient de diffusion de la lumière et indice d'égouttage semblables, mais la déchirure et la longueur moyenne des fibres ont été plus faibles par rapport aux pâtes raffinées à HC.

Une autre étude sur l'épinette de Norvège, où la deuxième étape de raffinage à HC a été remplacée par un raffinage à BC, signale environ 15% de réduction d'énergie dans le raffinage, pour un même indice de traction [38]. Comme dans les études antérieures, les pâtes raffinées à BC ont une longueur de fibres réduite par rapport aux pâtes raffinées à HC.

Des études récentes sur le raffinage à BC en deuxième étape et à l'échelle industrielle ont montré qu'il est possible de réduire la demande brute d'énergie par environ 100 kWh/t utilisant la BC, même si les pâtes raffinées à BC n'ont montré aucun développement dans le coefficient de diffusion de la lumière [9, 19]. Cette étude a comparé des pâtes raffinées au primaire avec le procédé ATMP et qui ont été traitées par un raffinage secondaire à HC et un raffinage secondaire à BC. L'objectif était d'atteindre un indice de traction de 40 Nm/g (objectif commun des fabricants de papier journal), et de comparer les autres propriétés des pâtes raffinées à HC et à BC à un même indice de traction. Les propriétés de la pâte évaluées incluent l'indice d'égouttage, le coefficient de diffusion de la lumière, la densité, l'indice de déchirure, l'indice de traction, l'indice d'absorption d'énergie, et la longueur moyenne pondérée de la fibre.

Une étude de Gorski [39] avait comme objectif de réduire la demande énergétique dans le processus de raffinage de la pâte mécanique en substituant la deuxième étape à haute consistance (HC) de raffinage avec deux étapes de raffinage optimisées à basse consistance (BC). Un raffinage primaire d'un mélange de copeaux de bois d'épinette-pin-sapin a été réalisé en utilisant le procédé de raffinage avancé de pâte thermomécanique (ATMP) utilisant le prétraitement mécanique dans le RT Pressafiner<sup>™</sup> et un Fiberizer<sup>™</sup> avant le raffinage à haute intensité avec l'addition de 3,1% de bisulfite. Une partie de la pâte brute est soumise à une deuxième étape de raffinage à HC, et l'autre partie soumise à deux étapes de raffinage à BC (Figure 2.4). Les résultats indiquent que les deux étapes de raffinage secondaire optimisées à basse consistance ont réduit l'énergie de raffinage brut par environ 300 kWh/t par rapport à l'étape de raffinage secondaire à haute consistance. L'indice de traction cible de 40 Nm/g requiert environ 1450 kWh/t d'énergie brute de raffinage à HC, et seulement 1150 kWh/t en utilisant un raffinage primaire à haute consistance suivi par un raffinage secondaire à basse consistance. Par rapport aux pâtes raffinées à haute consistance, à un indice de traction de 40 Nm/g, les pâtes raffinées à basse consistance ont le même indice d'égouttage, le même coefficient de diffusion de la lumière et de la densité, mais le TEA, l'allongement, l'indice de déchirure et la longueur moyenne des fibres, sont inférieurs. Les différentes propriétés de la pâte semblent provenir de différentes distributions de longueur des fibres résultant de ces deux méthodes de raffinage. Le raffinage à BC produit une répartition de longueur de fibres plus homogène par rapport au raffinage à HC. Une analyse détaillée de la morphologie des fibres aiderait à mieux comprendre la différence fondamentale entre les raffinages HC et BC. Une meilleure compréhension de la morphologie de la fibre optimale permettrait le développement de méthodes pour faire réduire d'avantage la demande d'énergie dans la mise en pâte mécanique.



Figure 2.4 Illustration du procédé global de raffinage étudié HB/BC/BC

## 2.3.4 Fractionnement des fibres

#### 2.3.4.1 Principe de base

Le fractionnement consiste à séparer des fractions de fibres ayant des propriétés différentes (les fibres longues et courtes ou les fibres grossières et fines). Les diverses fractions peuvent être utilisées séparément dans des produits différents ou améliorées par les traitements appropriés et recombinées sous certaines formes afin d'améliorer la qualité des produits et/ou obtenir une économie d'énergie [3, 4, 5, 6]

## 2.3.4.2 Les types de fractionnement

À l'heure actuelle dans l'industrie des pâtes et papiers, le fractionnement est principalement effectué par deux types des séparateurs : le tamis sous pression et l'hydrocyclone. Le tamis sous pression fractionne la pâte essentiellement suivant la longueur des fibres et leur flexibilité. Par contre, l'hydrocyclone, réagit rarement à une différence de longueur des fibres, mais sépare plutôt les fibres selon leur densité et leur surface spécifique (surface par unité de masse) [40]. Ces équipements (Figure 2.5) sont communément utilisés dans l'industrie pour des opérations d'épuration des pâtes: les tamis sont employés pour retirer les bûchettes tandis que les hydrocyclones sont employés pour retirer des impuretés telles que le sable, les particules d'écorce de bois, etc.



# Figure 2.5 Convention de représentation pour un tamis sous pression et un hydrocyclone

#### 2.3.4.3 Fractionnement par tamisage sous pression

Le tamisage sous pression, une opération importante dans l'industrie des pâtes et papiers, a d'abord été introduit sur le marché pendant les années 1940 ou 1950 pour remplacer le tamisage vibratoire et le tamisage centrifuge sans pression [41, 42]. Depuis ce temps, le tamisage sous pression, grâce à sa configuration unique ou multiple de fractionnement, a gagné une réputation enviable pour la pâte chimique [43], la pâte mécanique [44] et le papier recyclé [45, 46].

Les principaux écoulements à l'intérieur du tamis sous pression sont l'écoulement tangentiel induit par l'élément rotatif, l'écoulement axial induit par l'enlèvement des rejets, et le mouvement radial vers le panier causé par l'enlèvement de la pâte acceptée, comme illustré par la Figure 2.6 [47]. En plus de ces écoulements principaux, il y a aussi un mouvement entre les matières solides et l'eau causé par la force centrifuge. La force centrifuge et l'enlèvement de la fraction acceptée forcent le passage des fibres au travers du panier. La pâte n'entre dans la chambre des acceptées par le panier que lorsque la pression à l'intérieur de la surface du panier est plus élevée que celle dans la chambre des acceptés.



Figure 2.6 Les écoulements présents dans le procédé de tamisage

Lors du fractionnement par tamisage, plusieurs paramètres peuvent affecter la performance du fractionnement. Ces paramètres peuvent généralement se diviser suivant les groupes suivants : les paramètres de conception, les paramètres opératoires et les paramètres reliés à la pâte [48]. La description détaillée de l'influence de ces paramètres sur le fractionnement peut être trouvée dans la littérature [49, 50].

#### 2.3.4.4 Les traitements après fractionnement

Comme mentionné ci-dessus, le fractionnement des fibres peut produire deux fractions ou plus possédant des caractéristiques différentes qui réagissent différemment aux processus subséquents. Pour cette raison, il semble logique de profiter du traitement séparé des fractions au lieu de cibler un traitement de la pâte entière, ce qui induit moins de consommation énergétique et chimique et évite des dommages excessifs sur les fibres [16].

Donc, un fractionnement suivi d'un traitement spécifique à chaque fraction serait sans doute bénéfique et mérite que l'on y porte attention au niveau de la recherche, comme par exemple par une sulfonation ou une oxydation [51]. En comparaison avec un raffinage purement mécanique, le traitement chimique sur les pâtes augmente la conformabilité des fibres, qui augmente la surface de contact entre les fibres, ce qui promeut une hausse des propriétés de résistance des pâtes. L'utilisation de produits chimiques présente aussi certains inconvénients tels qu'une baisse de rendement, d'opacité ou de bouffant des pâtes. Donc en appliquant un traitement plus ciblé à certaines fractions dont les fibres plus grossières sont peu ou pas développées, il devrait être possible d'optimiser les gains en minimisant les inconvénients. Par rapport aux pâtes entières, les fractions grossières reçoivent le traitement chimique tandis que les fractions fines demeurent non traitées. Ce processus minimise l'impact négatif sur les propriétés optiques des pâtes, particulièrement le coefficient de diffusion et l'opacité, tout en évitant le gaspillage de produits chimiques puisque les fractions fines consomment beaucoup de produits chimiques en raison de leur grande surface accessible.

Généralement, le fractionnement des fibres vise plusieurs buts, incluant l'amélioration de qualité du produit, l'utilisation plus efficace de matières premières et l'économie d'énergie. Les fibres sont hétérogènes dans la pâte et sont distribuées largement en fonction de leurs propriétés telle que leur morphologie, leurs propriétés mécaniques et leur composition chimique, ce qui cause des différences potentielles pour la fabrication du papier. De plus, les coûts d'énergie et de matières premières deviennent de plus en plus grands, combinés avec plus d'exigence au niveau de la qualité des papiers. Donc la combinaison d'un fractionnement et d'un traitement des fibres fournit une approche possible pour réaliser une réduction énergétique, une baisse des coûts ou une amélioration des produits par un traitement sélectif ou une utilisation séparée des fibres résultant du fractionnement.

#### 2.3.4.5 Applications du fractionnement

Le fractionnement à l'aide de tamis ou d'hydrocyclone est adopté dans le recyclage des vieux papiers comme le MOW (Mix Office Waste) et l'OCC (Old Corrugated Container) pour améliorer les fibres recyclées de façon à fabriquer des produits à plus forte valeur ajoutée et remplacer les fibres vierges plus dispendieuses [52, 53, 54]. Le fractionnement peut aussi être appliqué dans la fabrication des produits multicouches.

Cette approche est proposée pour produire un meilleur carton multicouches [55] et pour le papier à journal [56]. Selon le brevet de Vinson, le fractionnement peut être combiné avec la fabrication du papier tissu à moindre coût [57]. Olson et al. [58] ont employé la technologie du fractionnement afin d'augmenter la résistance et la porosité des sacs à base de pâte kraft. Du côté des pâtes mécaniques, les processus d'un fractionnement en un stade ou multi-stades sont utilisés dans la production de papiers super calandrés (SC) ou couchés légers (LWC) pour améliorer les résistances des papiers et réduire la rugosité [59, 60]. Le fractionnement a aussi été employé pour contrôler la qualité des pâtes végétales comme la bagasse [61].

# Chapitre 3 - Objectifs et approche expérimentale

# 3.1 Objectifs

L'objectif principal de cette thèse est d'étudier l'impact d'une combinaison de raffinage à haute consistance et à basse consistance, pour ainsi permettre de maximiser l'efficacité énergétique en minimisant la coupe des fibres.

Pour atteindre cet objectif principal, plusieurs objectifs spécifiques ont été définis :

- Étudier diverses combinaisons de raffinage à haute et basse consistances dans le procédé pour vérifier si le procédé actuel peut être amélioré en terme d'énergie consommée ou de propriétés des pâtes. Nous chercherons dans le cadre de cette étude à combiner les deux types de raffinage (BC et HC) pour effectuer une plus grande partie du raffinage à basse consistance, de façon à minimiser l'énergie requise tout en atteignant l'indice d'égouttage voulu avec une quantité raisonnable d'énergie, en évitant de trop couper les fibres, pour ainsi maintenir les propriétés de résistance.
- Étudier l'impact de ces deux types de raffinage sur le développement de la morphologie des fibres.
- Comprendre le processus de développement des fibres en fonction de la consistance.

# 3.2 Approche expérimentale

## 3.2.1 Plan d'essais

Pour atteindre notre objectif principal et nos objectifs spécifiques décrits ci-dessus, nous examinerons de nouvelles combinaisons de procédés qui seront comparés aux 3 principaux procédés de raffinage standards connus, considérés comme nos raffinages de références. Ces procédés, présentés à la Figure 3.1, peuvent être décrits comme suit :

S1 : Raffinage conventionnel durant lequel 2 stades à HC se suivent de manière standard.



S2 : Composé de 2 stades à HC et d'un troisième stade en BC. L'énergie y est savamment distribuée entre les 2 stades HC et le 3<sup>ième</sup> stade à BC selon les besoins d'une qualité optimale.

S3 : Ce procédé consiste en 2 stades, le 1<sup>er</sup> à HC et le second à BC. Le risque de briser les fibres rend ce procédé difficilement applicable. La protection de la fibre par les chimiques, facilite l'application de ce procédé au CTMP. De même une modification du raffineur à BC, permettant une meilleure protection est à l'étude.



Figure 3.1 Schéma des principaux procédés conventionnels de raffinage

Ces trois procédés sont parmi les procédés les plus connus et les plus pratiqués actuellement selon les besoins de l'industrie. Nous nous proposons d'expérimenter de nouveaux procédés. Nous cherchons à comparer les raffinages à HC et à BC, et leurs combinaisons et voir la différence entre les procédés

En considérant les procédés S1, S2 et S3 comme référentiel de comparaison, nous nous proposons de fractionner et d'étudier le comportement des différentes fractions, à la recherche ainsi d'un procédé alternatif éventuel.



#### Figure 3.2 Schéma du nouveau procédé de raffinage étudié.

La procédure S4 consiste en un raffinage primaire HC suivi d'un fractionnement puis d'un secondaire en BC, et enfin en  $4^{ieme}$  étape HC, Figure 3.2. Étant donné que le fractionnement s'effectue toujours en BC (autour de 1%), le procédé S4 s'en trouve facilité puisque l'on doit diluer la pâte juste après la HC, pour arriver en BC et au système d'épuration. Aucune augmentation de consistance n'est requise. La consistance lors du fractionnement est de l'ordre de 1%, et celle des rejets est de l'ordre de 2 à 3% ce qui est proche de la basse consistance (5 à 6 %).

Il nous suffirait de considérer une étape de pré-épaississement pour arriver en BC et de continuer par la suite l'étape de raffinage en HC, après un deuxième épaississement à 40%.

L'étude comparative du procédé S4 prendra en considération tout aussi bien les deux extrêmes (fractionnement fait entièrement à BC et celui entièrement fait à HC) ainsi que les procédures intermédiaires. A indice d'égouttage donné, nous ferons varier l'énergie, et procéderons aux analyses des variations de différentes propriétés physiques et optiques de la fibre soumise à ces procédés.

#### 3.2.2 Méthodologie expérimentale

#### 3.2.2.1 Fractionnement des pâtes

Le fractionnement sera effectué sur un tamis Black Clawson, suivant le schéma de fractionnement présenté à la Figure 3.3. La pâte acceptée et constituée de fibres courtes et de fines. Cette fraction est conservée intacte et utilisée à la fin comme eau de dilution de façon à éviter la perte de fines qui résulterait d'un épaississage.



Figure 3.3 Schéma de fractionnement des pâtes.

Après le fractionnement et les divers raffinages sur la fraction de fibres longues, le mélange initial sera reconstitué suivant les mêmes proportions que celles obtenues lors du fractionnement puis les propriétés de la pâte reconstituée pourront être comparées avec la pâte initiale raffinée à un même niveau de développement en termes d'indice d'égouttage. Un indice d'égouttage de 100 mL a été choisi pour cette étude car c'est une valeur communément utilisée pour la fabrication du papier journal.

#### **3.2.2.2** Raffinage des pâtes

Les pâtes seront raffinées au CRML à haute et basse consistances.

Les essais de raffinage à haute consistance sont réalisés à pression atmosphérique à l'aide de l'un des deux raffineurs Valmet CD300 du CRML (Figure 3.4) à disques plats

et coniques (200 chevaux vapeur, 150 kW), qui ont une capacité journalière de 2 tonnes métriques. Ils peuvent être utilisés en série, avec ou sans imprégnation chimique, à pression atmosphérique ou sous pression pour reproduire les procédés en une ou deux étapes. Un troisième stade à basse consistance peut aussi être effectué soit avec un raffineur conique Valmet RF-0 ou un raffineur à doubles disques GL&V. Pour ce projet, nous utiliserons le raffineur conique.

L'usin pilote offre la possibilité d'étudier le fractionnement des pâtes et le raffinage sélectif des fractions obtenues grâce à des unités de tamis pressurisés et des épurateurs, suivi d'un raffinage à haute ou basse consistance.

La pâte est préalablement épaissie par centrifugation à la consistance requise pour le raffinage, entre 20% et 30% pour le raffinage à haute consistance et entre 6% et 10% pour le raffinage à basse consistance.

Pour le raffinage à haute consistance (Figure 3.4), la pâte est introduite dans la presse à vis par l'intermédiaire d'un tapis roulant qui permet de maintenir une alimentation constante. La distance d'entrefer est ajustée à des valeurs décroissantes. Pour chacune de ces valeurs et lorsque la puissance du raffineur est stabilisée, la pâte sortant du raffineur pendant une durée déterminée est conservée puis pesée. Pendant le même temps, la puissance consommée par le moteur est enregistrée. Ceci permet de calculer la puissance spécifique reçue par la pâte pendant la durée du raffinage.



Figure 3.4 Raffineur Valmet CD300 installé au CRML

Le raffinage à basse consistance (Figure 3.5) se fait en passes multiples et l'énergie est enregistrée en continu pour chaque essai.



Figure 3.5 Raffineur conique Valmet RF-0

Les caractéristiques de ce raffineur sont présentés au tableau ci-dessous (Tableau 3.1).

Manufacturier	Valmet			
Modèle	RF-0 conique			
Débit	90-870 L/min			
Consistance	2-6%			
Moteur	150 kW, 1800 t/min, vitesse variable			
Patrons de cône	Codes : SM, SF, LF, LC			

 Tableau 3.1
 Caractéristiques du raffineur conique Optifiner de Valmet.

## 3.2.2.3 Évaluation des pâtes et des papiers

Les mesures des propriétés des fibres pourraient donner directement les informations des propriétés physiques des fibres et les variations entre les fibres. L'analyse des résultats aidera à mieux comprendre comment on pourrait améliorer les propriétés des pâtes et papiers pour accroître les propriétés des fibres.

Les essais ont été effectués selon les normes PAPTAC.

#### Classage des pâtes

Le classage des fibres est réalisé par l'appareil Bauer McNett qui sépare les fibres en six fractions pour caractériser la distribution de longueur des fibres : R14, R28, R48, R100, R200 et P200. Dans cette étude, l'appareil Bauer McNett est aussi utilisé pour extraire les fractions individuelles requises sur lesquelles des mesures additionnelles sont réalisées.

#### Longueur des fibres

La longueur moyenne des fibres est mesurée par l'appareil FQA (Fibre Quality Analyser, Optest Equipment). Trois longueurs moyennes peuvent être calculées : la longueur moyenne arithmétique  $(L_a)$ , la longueur moyenne pondérée en longueur  $(L_w)$ , et la longueur moyenne pondérée en poids  $(L_w)$ . La longueur des fibres des pâtes entières et des fibres dans les fractions classées par Bauer McNett seront mesurées.

#### Masse linéique des fibres

La masse linéique des fibres correspond à la mesure de la masse de fibres par unité de longueur, comme montré dans l'Équation 4.1. En effet, pendant le raffinage, la masse linéique diminue en raison des effets de délaminage de la paroi des fibres. Un échantillon de masse connue est introduit dans l'appareil FQA puis la longueur de chacune des fibres est mesurée. Ceci permet de connaître la longueur totale cumulée des fibres correspondant à la masse de l'échantillon. La masse linéique peut alors être calculée.

$$C = \frac{M}{N \times L_a}$$
 Équation 3.1

Où C est la masse linéique (mg/m)

M est la masse des fibres anhydres (mg)

 $L_a$  est la longueur moyenne arithmétique des fibres (m)

N est le nombre total de fibres

#### Valeur de rétention d'eau

La valeur de rétention d'eau (VRE) est l'indication du potentiel des fibres à retenir l'eau et à gonfler. Le VRE est aussi en relation avec la liaison des fibres. Au cours de raffinage, les parois des fibres se segmentent et se délaminent, ce qui facilite l'absorption d'eau. Donc, la mesure de VRE peut refléter le dommage que subissent les fibres lors du raffinage.

$$VRE = \frac{W1 - W2}{W2}$$
Équation 3.2

Où *W*1 est le poids humide de l'échantillon

W2 est le poids sec de l'échantillon
#### Volume spécifique de sédimentation des fines

Le volume spécifique de sédimentation des fibres mesure le volume occupé par une quantité déterminée de fibre après décantation. Ce volume fournit une indication importante relative au niveau de développement des fines, de leur forme, floconneuse ou fibrillaire, et de leur composition, cellulosique ou lignifiée. La méthode de mesure se compose de trois étapes principales : la collection des fines, leur conditionnement et leur décantation. Le volume spécifique est alors calculé par la relation suivante :



## Équation 3.3

Où *V* est Volume des fines décantées (mL)

P est la masse de fines (g)

## Les propriétés physiques suivantes sont mesurées :

- la résistance à la rupture par traction (longueur de rupture, absorption d'énergie de traction, allongement à la traction)
- la résistance à l'éclatement
- la résistance à la déchirure
- la résistance intrinsèque à la traction (zero-span tensile strength)
- la rugosité et la porosité

Les propriétés optiques suivantes sont mesurées à l'aide d'un spectrophotomètre Technidyne ColorTouch PC Model ISO :

- blancheur et opacité,
- couleur (espace colorimétrique CIELAB),
- coefficients de Kubelka-Munk (absorption K, diffusion S).

## Chapitre 4 - Contribution à la recherche

Connaissant les procédés actuels de raffinage conventionnel, à HC et à BC, nous nous proposons d'étudier les possibilités de raffinage en utilisant les fractionnements en combinaisons diverses et nouvelles (voir innovantes) entre le RHC et le RBC, en vue d'obtenir une pâte à basse énergie qui :

- Se développe bien en minimisant la coupe des fibres
- Économise le plus d'énergie possible
- Développe le meilleur produit possible

En testant les différentes quantités d'énergie à transférer de différentes manières, et en étudiant l'action du raffinage sur la morphologie de la fibre de différents traitements et /ou impacts, nous chercherons les possibilités de moduler l'intensité et l'énergie consommée, lors de l'un ou de l'autre des procédés antagonistes à explorer, ce qui présenteraient des avantages par rapport à ce qui se pratique aujourd'hui.

Les mesures des variations des différentes propriétés physiques et optiques des fibres soumises aux essais de laboratoire du CRML, permettent de confirmer ou d'infirmer les avantages éventuels de tels procédés.

Nous tenterons ainsi, de comprendre pour pouvoir les comparer, les mécanismes qui se produisent lors des nouveaux raffinages HC et BC et de leur combinaisons, par rapport aux raffinages standards, et qui sont produits par les différents impacts sur les propriétés des pâtes, des papiers et des surfaces des fibres.

En effet, c'est l'ensemble des essais expérimentaux et tests ainsi requis, et leur interprétation, grâce notamment aux évaluations de leurs propriétés qui nous donnera les possibilités d'expliquer pourquoi et comment une certaine combinaison HC/BC, ou BC/HC plus qu'un autre, présenterait ou non des avantages qualitatifs et/ou énergétiques, et dans quelles conditions. Les explications de ces différentes interactions constitueront par conséquent une partie essentielle de la recherche proprement dite.

Rapport-gratuit.com

## Chapitre 5 - Résultats et discussion. Partie 1.

Les gains de consommation d'énergie lors du raffinage à BC et de l'utilisation d'une étape de fractionnement ainsi que l'amélioration des propriétés sont les principaux outils de suivi utilisés dans cette étude pour confirmer les avantages du processus développé qui se propose de fusionner les deux procédés. En effet, avec le RBC, le fractionnement est connu pour contribuer aux économies d'énergie et l'amélioration des propriétés de la pâte. Différentes fractions de fibres peuvent être utilisées dans un produit spécifique, ou améliorées grâce à divers traitements, ou recombinées, de manière à améliorer la qualité du produit ou de réduire la consommation d'énergie [3, 4, 5, 6].

Le RBC est aujourd'hui utilisé dans la fabrication commerciale de pâte mécanique en combinaison avec des étapes primaire de RHC [10]. Les procédés étudiés ont pour but d'élaborer une pâte qui requiert moins d'énergie, par rapport aux procédés classiques. Nos multiples combinaisons LCR / HCR conduiront à une variété de pâtes avec différentes propriétés l'une de l'autre.

Nous essayerons, lors de cette première partie, d'étudier quelles sont les possibilités de réduire l'apport d'énergie, tout en maintenant la qualité de la pâte finale. Nous analyse-rons, grâce à nos combinaisons :

- Les possibilités de réajustement des ratios énergétiques et les limites d'économie d'énergie correspondantes pour un indice de rupture donné.
- Si une certaine économie d'énergie est néanmoins permise, lorsqu'un CSF 100 mL, devrait être maintenu.
- Ceci permettrait également de faire une étude comparative relative, entre tout gain énergétique, et les éventuelles pertes de propriétés qui en découleraient.

La pâte utilisée pour les besoins de cette recherche est issue d'un raffinage primaire au Canada et présente les caractéristiques suivantes: 580 mL d'égouttage; 1,73 mm de longueur des fibres (pondérée en longueur). Ce processus de raffinage expérimental comprend les quatre étapes suivantes: une étape primaire à haute consistance, suivie d'une étape de fractionnement avec un panier à faibles ouvertures, un raffinage à basse consistance comme troisième étape, puis une dernière étape à haute consistance.

Pour cette étude, nous avons raffiné à différents niveaux d'énergie en répartissant l'énergie entre le raffineur BC et le raffineur HC (de100%/BC/ et 0%/HC jusqu'à 0%BC et 100%HC) avec une des valeurs intermédiaires. Les principales propriétés de la pâte et du papier résultant de ce processus sont ensuite soigneusement mesurées au laboratoire et analysées.

Les fractions A1 et A2 ont été concentrées pour faciliter la manipulation et le stockage. La fraction de fibres longues (LF) a été transférée dans le réservoir d'alimentation du raffineur à faible consistance. Un volume de cinq cents litres à environ 4% (rejet du tamisage) de cette fraction a été échantillonné et épaissi avec une centrifugeuse pour être raffiné à haute consistance. La partie restante dans le réservoir a été raffinée à faible consistance. Des échantillons ont été prélevés à intervalles de temps constants.

L'objectif principal de ces essais est de voir lors de l'application d'un ratio d'énergie à basse consistance suivie d'une RHC, avec une combinaison appropriée de fractionnement, comment les propriétés de la pâte peuvent être développées et à quel coût énergétique.

Pour explorer de manière satisfaisante ces possibilités, deux raffinages séparés de pâte entière l'un à HC et l'autre à BC sans aucune étape de fractionnement ont été réalisés, comme procédés de comparaison. Ils serviront comme référence lors de la comparaison avec les procédés ultérieurs impliquant des étapes de fractionnement.

Suivront ensuite un ensemble d'essais RHC et/ou RBC où notre fraction de fibres longues subira divers impacts en combinaison avec l'étape de fractionnement. Le stade de RBC nécessite beaucoup moins d'énergie que le RHC; de l'ordre de 50% d'économie d'énergie. Cette tendance est particulièrement confirmée dans les procédés combinant

RHC et RBC avec le fractionnement, qui montre une réduction d'énergie intermédiaire. Cette réduction peut bien constituer un moyen efficace d'économiser de l'énergie.

Nous devrions évaluer si les propriétés des pâtes et papiers seraient mieux développées par rapport au RBC seul, ce qui est certainement l'un des objectifs principal de ce projet.

Tout au long du processus intermédiaire avec 5 différents niveaux d'énergie, peu de perte d'indice de rupture ont eu lieu, tandis que les économies d'énergie ont été importantes.

L'économie d'énergie avec ces combinaisons de procédés demeure suffisamment importante, devant une certaine diminution négligeable de la traction, et qui mériterait d'être explorée.

À un CSF de 100 mL, les variations de l'indice de déchirure tout au long des sept processus expérimentaux montrent une tendance similaire aux variations constatées pour l'indice de rupture vis-à-vis de l'énergie spécifique.

Une combinaison LCR / HCR appropriée avec un fractionnement ne semble pas seulement bénéfique pour les économies d'énergie et des gains de l'indice de traction, mais aussi bénéfique pour l'indice de déchirure. À un CSF de 100 mL, l'indice d'éclatement réagit comme les indices de traction et de déchirure. Le fractionnement, suivi d'une combinaison de LCR et HCR, modifie peu la longueur des fibres.

L'article couvrant cette section s'intitule "Merging Interstage Fractionation & Low Consistency Advantages during TMP Refining Process: Energy consumption and Pulp's Properties Improvement". Il a été présenté à la conférence PACWEST 2013, Sun Peaks, BC, puis soumis à Appita Journal.

# Merging Interstage Fractionation & Low Consistency Advantages during TMP Refining Process: Energy consumption and Pulp's Properties Improvement

My-Mustapha Lemrini\* and Robert Lanouette, Lignocellulosic Material Research Center (LMRC), UQTR, C.P 500, Trois-Rivières, QC, G9A 5H7 Canada.

Gaston Michaud, Innofibre, Cégep de Trois-Rivières, CP.97, Trois-Rivières, Qc, Canada, G9A 5E6.

#### Abstract

The aim of this research is to study the impact of an interstage fractionation followed by a low consistency refining (LCR) stage prior to a high consistency refining (HCR). We will discuss the resulting energy consumption and pulp properties changes when different LCR/HCR ratios are applied on the long fibres fraction obtained by interstage screening.

This experimental refining process involves the following 4 stages: A primary stage at high consistency, followed by a fractionation stage with small aperture basket, a low consistency refining as a third stage, then a 4th stage at high consistency. For this study, we refined the long fibre fraction at different energy splits between the LC refiner and the HC refiner (100% at LC / 0% at HC, 0% at LC / 100% at HC and intermediate energy splits in between). The major pulp's mechanical properties resulting from such process at given energy level were then thoroughly analysed at the LMRC Lab.

In this article we first of all, establish an overall listing of the improved properties, versus the non-improved or decreased ones, resulting from noticeable inter-actions between the energy load in our experimental process and every one of the pulp properties targeted. This allows us to find out the most suitable efficient interstage fractionation and low consistency refining process.

#### **INTRODUCTION**

The constantly increasing energy cost issue makes it necessary to reduce the TMP energy consumption. Numerous studies showed that LCR is one of the most promising ways of reducing energy. Replacement of a second stage refining of Norway spruce at high consistency by a low consistency refining has reduced the total energy demand by 1.08 MJ/kg to achieve a tensile index of 40 Nm/g [1, 2]. Pilot scale ATMP (Advanced Thermo-Mechanical Pulp) studies showed a 0.36 – 0.72 MJ/kg reduction of total refining energy at a similar tensile index of 40 Nm/g when the second HC refining step is replaced by multiple LCR steps. Sabourin et al. found that the total energy refining was less than 3.6 MJ/kg [7, 8]. The study of Gorski et al. [39] aimed to reduce energy demand in the refining process of mechanical pulp by substituting the second high consistency (HC) refining stage with two optimized low consistency (LC) stages. The results indicate that the two stages of optimized low consistency secondary refining reduced total refining energy by about 1,08 MJ/kg relatively to the step of secondary refining at high consistency. The tensile index of 40 Nm/g target required about 5.22 MJ/kg of gross refining energy at HC, and only 4.14 MJ/kg using a high consistency primary refining followed by secondary refining at low consistency. A study on Norway spruce indicated about 15% energy reduction for a given tensile index, when the second stage HCR has been replaced by a LCR [38].

Recent studies with industrial scale second stage LC refining showed that it is possible to reduce the gross energy demand by approximately 0.36 MJ/kg, utilising LC concept although the LC-refined pulps showed no development in light scattering coefficient [9,19]. One method of reducing mechanical pulping specific energy is to diminish energy at the high consistency refiners, and increase the treatments with LC refiners. LC refining has been shown to be a more energy efficient mean of improving pulp quality [11,12]. Although more energy efficient, LC refiners have the potential to cut the fibres [13, 38]. This is a deleterious effect.

Together with LCR, fractionation is known to contribute to energy saving and pulp properties improvement. Different fractions of fibres can be used in a specific product, or improved thanks to various treatments, or recombined, in such manner to improve product quality or reduce energy consumption [3, 4, 5, 6]. The LCR and fractionation energy consumption gains and property improvement are the main tools used in this study to confirm whether or not, combining the energy consumption benefits of an LCR and a fractionation process, are efficiently added during the proposed process, to merge the former's and the latter's advantages.

Among the 60% total Canadian industrial energy consumption, the pulp and paper industry is leading with 14%. This is higher than petroleum (13%), Chemical and fertilisers (11%), siderurgy (5%) and cement industries (1%) [11].

#### MATERIALS AND METHODS

The pulp used in this experiment is resulting from a Canadian primary refining and had the following characteristics: 555 mL freeness; 1.73 mm length weighted fibre length.

This experimental refining process involves the following 4 stages: a primary stage at high consistency, followed by a fractionation stage with small aperture basket, a low consistency refining as a third stage, then a last stage at high consistency. For this study, we refined the pulps at different energy splits between the LC refiner and the HC refiner (100% at LC / 0% at HC, 0% at LC / 100% at HC and intermediate energy splits in between). The major pulp and paper properties resulting from such process at given energy level are then thoroughly analysed at lab center.

#### **Fractionation & Recombination**

Fractioning is a selective process, which fraction fibres having different properties (long fibres and the fines). The primary pulp was fractionated with a Black Clawson model 8P pressure screen equipped with a two-foil open rotor rotating at a tangential speed of 20 m/s to obtain two fractions: a short and a long fibre fraction. The fractionation process

consists of a two-stage cascade with a 0.25 mm smooth holes basket as illustrated in Figure 5.1. The P1A test was achieved by refining the primary thermomechanical pulp (about 20 kg) as received from the mill. For the P1B testing, the primary pulp was diluted and then transferred to the supply tank of the LCR where consistency (about 4%) and temperature (50 °C) were adjusted. For the P1C trials, the latency was removed in the high consistency pulper where it has stayed for at least 1 hour at a consistency of 4.33% and a temperature of 80 °C. The pulp was transferred to a tank where it was diluted to a consistency of 1% and kept at a temperature of 50 °C. Then it has been split, through a 0.25 mm smooth holes basket. The short fibre fraction from primary stage (fraction A1) was collected in a tank while the long fiber fraction of the first screening stage was accumulated in another. This fraction was then transferred to a tank and diluted to 1% and kept at 50 °C. It was then split again in the same screen. The fraction of short fibres of the secondary stage (fraction A2) was stored in a tank while the long fraction (LF) was accumulated in another. Primary TMP was fractionated according to the mass proportions listed in The P1A test was achieved by refining the primary thermomechanical pulp (about 20 kg) as received from the mill. For the P1B testing, the primary pulp was diluted and then transferred to the supply tank of the LCR where consistency (about 4%) and temperature (50 °C) were adjusted. For the P1C trials, the latency was removed in the high consistency pulper where it has stayed for at least 1 hour at a consistency of 4.33% and a temperature of 80 °C. The pulp was transferred to a tank where it was diluted to a consistency of 1% and kept at a temperature of 50 °C. Then it has been split, through a 0.25 mm smooth holes basket. The short fibre fraction from primary stage (fraction A1) was collected in a tank while the long fiber fraction of the first screening stage was accumulated in another. This fraction was then transferred to a tank and diluted to 1% and kept at 50 °C. It was then split again in the same screen. The fraction of short fibres of the secondary stage (fraction A2) was stored in a tank while the long fraction (LF) was accumulated in another. Primary TMP was fractionated according to the mass proportions listed in Table 5.1.



**Tableau 5.1** Fibre fractions



fibres)

this fraction was sampled and thickened with a centrifuge to be refined at high consistency. The remaining part in the tank was refined at low consistency. Samples were taken at a steady time interval corresponding to the retention time of the pulp in the tank. Five hundred litres samples were collected and thickened for testing P1C-0, P1C-1, P1C-2 and P1C-3 in order to be refined subsequently at HC. As the refining was done in a closed circuit, the temperature rose with time. It varied between 56 and 74 °C.

This method was proven to be an efficient way to separate primary pulp into two fractions after testing several fractionation strategies by Ferluc *et al.* [62]. The short fibre fraction is neither treated nor refined, so it goes directly to final pulp with the LF fraction which is refined prior to recombination through LCR, HCR or some LCR/HCR combinations processes. The fractionation stage gives 82,5% of long fibres and 17,5% of short fibres (Table 5.1). Pulp industries for newsprint do select the 100 mL freeness for its use, which we choose as well for the purpose of this study.

#### Refining

Long fibre fraction has been refined on LCR and HCR. The LCR and HCR were conducted at the LMRC. The HC refining was performed on a Metso CD300 pilot refiner, with a 2 metric tons daily capacity, under atmospheric condition.

A LCR using a conical Metso Optifiner RF-0 was selected for this study. The gap was adjusted to decreasing values. For each of these values and when the power was stabilized, the pulp refined during a specified period of time was retained and weighed. During the same time, the energy consumption was registered.

#### **RESULTS AND DISCUSSIONS**

The main goal of this experiment is to see, when applying part of energy at low consistency followed by an HCR, together with a suitable fractionation process combination, if pulp properties can be developed properly and at what energy cost. To satisfactorily explore these possibilities, two separate LCR and HCR pulp refinings, without any fractionation stage were conducted, as primary experiments to be referred to when comparing following experimental processes involving fractionation stages. We then experimented various LCR and/or HCR together with fractionation stage where the long fibre fraction was obviously affected.

Figure 5.2 shows the LCR stage (P1B) needed far less energy than HCR (P1A), which is up to the extent of 50% energy saving. This trend is especially confirmed around 100 mL freeness. As a baseline, an experimental HCR processing (P1A) at fixed 100 mL freeness, consuming 10.7 MJ/kg was considered, for this energy analysis. Subsequent LF refining at HC shows moderate energy gain (9%), as it took 9.7 MJ/kg. In the same time, straight LCR showed up to 47% energy saving when compared to our baseline.



Figure 5.2 Specific refining energy versus freeness

When processing the long fibre fraction at LCR (P1C-4 = 5.97MJ/kg), this particular stage showed no relevant energy gain either relatively to LCR without fractionation. During LCR, the fines were suspended in water and they possibly tended to flow around long fibres, which seem to be mainly affected during a LCR, as mentioned by Gorski [39]. They did not impact the total energy in our experiments. Fractionation coupled with LCR / HCR energy application at different ratios showed an intermediate energy reduction. This reduction may well be a way to save energy. We should find if pulp and



paper properties will be better developed compared to LCR alone, which is certainly a main purpose on this project. This graphic shows that energy consumption can be adjusted accordingly to the mill needs, regarding some compromise to do in terms of quality. By adjusting LCR/HCR energy ratio, the process also allows monitoring energy input within these two limits, which went up to 50% reduction when using LCR only, and 10% using only HCR. With consideration to the sole energy consumption, this experiment help confirming that freeness reduction is a fairly possible action within those limits. The process involved may include fractionation ways.

Overall best tensile strength value (Figure 5.3) at CSF 100 mL was achieved during the P1A (straight HCR) stage, at 49 N.m/g, and the lowest at P1B (straight LCR) stage with 43 N.m/g, making 15% strength variation gap in between the two experiments. The five other refining processes show similar tensile strength, ranges over the variation spectrum along all the 5 experiments, with a non-significant difference, from a minimum of 43.7 N.m/g, on the P1C-4 (LF-LCR), to a high of 7% variation on tensile strength, making 45 N.m/g as an average tensile strength value and only 2 N.m/g as the maximum variation between the highest and the lowest. This shows how tensile strength value can still remain steady with far less energy input for a wide range of LCR combined within a suitable fractionation and HCR.

All along the intermediate P1C process (P1C-0 to P1C-4) with 5 different energy levels, little loss on this particular developing pulp property had occurred, while energy saving was kept significant. This trend was valid on the other intermediate stages, as loss on tensile was even smaller than 10%, while the overall energy saving is still significant. Two more tests P1C-2, and P1C-3 showed 17% and 29% energy saving for as little as 6% to 9% loss on tensile strength only.



Figure 5.3 Tensile index versus freeness

Energy difference and tensile strength variation followed this very trend, during the P1C-1 process but remained insignificant when compared to the above processes. All above tensile strength showed that LCR / HCR combination process may maintain strong property strength for less energy. The energy saving with this process combination was still significant even when some tensile alteration occurred, as they appeared to be too small to be considered, and therefore worthwhile exploring.

At 100 mL freeness, tear index (Figure 5.4) variations all along the 7 experimental processes showed a similar trend of the one noticed for the specific energy and the tensile index pulp's properties discussed above with a slight disturbance. While being strong on the P1A taken as the basic comparative reference the tear strength went down during the P1B process, to 27% loss. This tear index alteration was continuing but became less aggressive for P1C-4 and the P1C-3 stages with only 9% and 5%, respectively. But it resulted even to a higher strength when the 3 remaining process P1C-0, P1C-1 and P1C-2 are concerned. This increase went up to 3%, 6% and 9%.

With fractionation and an appropriate LCR/HCR combination with fractionation and HCR stages seemed not only beneficial for energy saving, and some tensile index gains,

as seen above, but also beneficial for the tear index, especially the P1C-2, where this gain neared the 10% ratio when compared to our reference HCR stage, i.e. 17% energy saving was made together with 10% gain on tear index for this later stage.



Figure 5.4 Tear index versus freeness

When comparing the tear index evolution versus the tensile variation at 100 mL freeness (Figure 5.5), the straight LCR stage have a quite dramatic influence on the tear index which dropped (26%) when the tensile went down (15%). For this specific process, tear index loss did not follow the dramatic loss proportion of the tensile index. Apart from P1C-3 and P1C-4 where tear index suffered slightly, the 3 other combinations P1C-0, PIC-1, and P1C-2 tear index did maintain a comparatively fairly strong tensile index. This analysis confirmed tear index did react evenly, to CSF and tensile index variations. Some of the tear index good performances obtained under some of these LCR/HCR combinations could be beneficial when adapted accordingly



Figure 5.5 Tear index versus tensile index

At 100 mL freeness, the burst index (Figure 5.6) reacted almost as much as tensile and tear index to all our 7 LCR combined with HCR and fractionation experiments, with an LCR burst index not as remote from the HCR one, as the LCR tensile and tear index were from the HCR ones. In fact the loss here was much more gradual, but at the same time quite important in the process.



Figure 5.6 Burst index versus freeness

The tensile index is strongly related to the development of the fibre surface. At the same time, the refining process is developing the bonding ability so the tensile index and the scattering coefficient went up. The development of these two parameters is often proportional for similar mechanical pulps. The LCR produced about the same effect of HCR, as they removed similarly fines and short fibres by fractionation, but seemed to bring a separate development, with low light scattering for the same tensile index, which shows some differences in the structure of the fibre surface, as shown in Figure 5.7.



Figure 5.7 Light scattering coefficient versus tensile index

At 100 mL freeness, the light scattering coefficient dropped even more (Figure 5.8), with any of the 5 LCR/HCR combinations, than the straight LCR versus HCR stages where the drop was 5% only. While straight LCR losses versus straight HCR were not severe but they did worsen for the P1C-0 P1C-1 and P1C-2 at an average loss of 9%. These losses dropped even further for P1C-3 and P1C-4. Obviously, no further LCR/HCR combinations seems to be of interest, for the light scattering coefficient improvement when compared to this coefficient values obtained during the straight LCR. The use of fractionation brought for this experiment always lower scattering coefficient. Previous study [63]shows a different result, with an increase of light scattering when the

flake-like fines were reintroduced with the long fibres after selective refining. Results seemed to depend on some other external factors which have not been identified.

The low consistency refining is well known for its facility to cut fibres when too small plate gap is used. At 100 mL freeness, Figure 5.9 shows that fibre length has suffered a dramatic cut (24%) at straight LCR versus straight HCR. However, for the trials where a combination of LC and HC refining was applied to long fibres, no relevant fibre length reduction occurred when HC is used while about 7% reduction was recorded if 100% of energy is applied at LC. This trend was maintained at a similar but smaller fibre length loss of a merely 4% in the 3 other LCR/HCR combinations at various energy inputs.

Fractionation, followed by a combination of LCR and HCR, did not seem to alter fibre length (less than 4%), even for 30% energy consumption drop. Energy saving being so significant, for a minor loss of fibre length, within the conditions of this experiment, makes this combining refining stages LF-LCR-HCR, not only energy friendly, but appropriate for more consideration when it comes to this particular pulp property.



Figure 5.8 Light scattering coefficient versus freeness



Figure 5.9 Mean Fibre length versus freeness

Assembled in Table 5.2, the pulp properties listing gives a quick look at the pulp property and its own relational behaviour over the other pulp properties. LCR / HCR specific energy ratios can be adjusted and monitored, thanks to stages combination within 10 to 50% energy saving limit, for a suitable freeness level, assuming total LCR and total HCR are involved in the combined process. Equally, less energy input may be required around 100 mL freeness, when the tensile index is to be maintained for such process combinations. The tear index may benefit too, when appropriate LCR combination with fractionation and HCR stages is applied, at the 100 mL freeness. This gain nears the 10% ratio when compared to our reference HCR stage, as seen when we discussed the tear index, does react similarly to tensile index variations. Energy saving being so significant, for a minor loss of fibre length, and a lower scattering coefficient, makes this LCR/HCR combination appropriate within the other pulp properties such as tensile index and tear index.

	Specific	Tensile	Burst	Tear	Pulmac	FL	Light	
	Energy	Index	Index	Index	0,004"	(lw)	Scattering	
	MJ/kg	N.m/g	kPa.m <sup>2</sup> /g	mN.m <sup>2</sup> /g	%	mm	m²/g	
					•			
PIA	10,66	48,87	2,91	8,77	1,12	1,64	57,7	
PIB	5,70	43,72	2,11	6,82	1,28	1,24	54,8	
P1C	5,97	44,66	2,34	7,96	2,49	1,52	50,5	
PIC	9.75	47,17	2,80	9,07	2,32	1,63	52,3	
P1C-1	9.05	46,07	2,75	9,28	2,28	1,57	52,2	
P1C-2	8.85	46,04	2,65	9,54	2,22	1,57	53,2	
P1C-3	7.45	44,36	2,47	8,29	2,89	1,56	49,5	

Tableau 5.2 Pulp properties at 100 mL of freeness

## CONCLUSIONS

The pulp properties studied in this work were analysed around the 100mL freeness, as it's the standard mark for the industry (table 5.2). Our LCR/HCR combinations, pulp testing and paper property measurements at this CSF show that some properties are maintained even for energy saving nears 50% with LCR. Some other properties are altered, even when HC refining is used with fractionation.

The studied processes aimed to develop a pulp that requires less energy, when compared to conventional methods. However, these processes have reduced papermaking pulp properties. The seven tests have generated pulp with varied properties. This suggests a possibility to obtain other useful varieties of pulp when adjusting and changing the refining sequences. Low consistency refining provides a very substantial reduction in energy consumption. However, it is accompanied by a loss of quality. Our multiple LCR/HCR combinations lead to a variety of pulps with different properties one from each other. Nevertheless, this suggests the possibility of reducing the energy input while maintaining the quality of the final pulp.

## Chapitre 6 - Résultats et discussion. Partie 2.

La morphologie de la fibre change tout au long du processus de raffinage sous l'effet de contraintes mécaniques. La grande efficacité énergétique du RBC apporte cependant un grand potentiel de coupe indésirable des fibres. La connaissance sur le développement des propriétés ouvre la voie à une possibilité d'amélioration du processus de raffinage pour toute consistance. Le RBC est un procédé connu pour être un bon moyen de maximiser le rendement énergétique pour améliorer la qualité de la pâte [11, 12]. Bien qu'ils soient plus efficaces énergétiquement, les raffineurs BC ont le potentiel de couper les fibres [13]. La littérature [14, 15] montre qu'il y a une série de paramètres impliqués dans le fractionnement et que de nombreuses interactions sont en cause. Le fractionnement peut produire deux ou plusieurs fractions présentant des caractéristiques différentes. Ces fractions réagissent différemment au raffinage ultérieur. Au lieu d'utiliser seulement de la pâte entière, l'idée du fractionnement est de profiter au mieux de toutes les économies d'énergie tout en tentant de protéger les fibres [16].

L'étude systématique du développement des propriétés des fibres au cours d'une combinaison de RBC et de RHC est le principal objectif de cette deuxième partie de notre recherche. Une meilleure connaissance des effets nous conduira à une plus grande efficacité globale du processus de fabrication de la pâte. Notre objectif principal est de maximiser l'efficacité énergétique tout en évitant de couper les fibres lors du raffinage pour maintenir ou maximiser les propriétés physiques de la feuille. Pour atteindre l'objectif principal, l'étude comprend plusieurs objectifs spécifiques, y compris:

- Comprendre le processus de développement des fibres selon la variation de la consistance et l'impact du fractionnement.
- Étudier l'impact des deux types de raffinage (BC et HC) sur le développement de la morphologie de la fibre.

Dans la deuxième partie de notre recherche, nous tenterons d'évaluer les changements morphologiques causés par la consistance à la fois pour le raffinage de la pâte entière ainsi que pour celui sélectif des fibres longues.



En particulier nous essayerons de répondre aux questions suivantes :

- Quel changement survient-il au niveau de la masse linéique, en fonction du potentiel de liaison ou du moins sa tendance générale pendant tout le processus de fractionnement ?
- Quel rôle jouerait, de manière complémentaire :
  - La délamination et la fibrillation;
  - La déstructuration des fibres longues;
  - La fibrillation interne;
  - La flexibilité des fibres;
  - Les micros-fissures;
  - Les liaisons hydrogène.

La méthodologie a déjà été décrite au chapitre 5. Nous nous concentrerons ici plus spécifiquement sur les mesures morphologiques des fibres et leurs changements durant le processus de raffinage sous diverses conditions.

Le degré de développement des liaisons de surface des fibres longues dans un processus de raffinage, quelle qu'en soit la consistance, est caractérisé par la force de traction nécessaire pour rompre la fibrillation de surface. Le transfert d'énergie spécifique de raffinage à la pâte pour atteindre un indice de traction fixe, est le point de départ de cette analyse. Les résultats ainsi obtenus peuvent s'avérer utiles pour expliquer comment et pourquoi les ratios d'énergie influencent le développement de fibres longues à un indice de traction donné. Ces résultats conduisent à la conclusion que la quantité d'énergie nécessaire pour obtenir une résistance à la traction donnée dépend fortement de la consistance et très peu du fractionnement. Par conséquent, notre objectif est de maximiser la fibrillation, en s'assurant qu'aucun changement significatif n'est subit ni au niveau de la résistance à la mâchoire jointive (zero-span) ni par la longueur moyenne des fibres. Cela n'est possible que par un raffinage doux. En général toute diminution de l'énergie induit une diminution de la longueur de fibres. En revanche, la consistance a un effet négatif sur la longueur des fibres car plus elle baisse plus elle cause une augmentation de coupe des fibres. Ce test permet de déterminer, dans ces étapes, et le niveau de la découpe de la fibre et le degré de délamination atteint.

Après avoir analysé les changements d'indice de traction et de longueur des fibres, en fonction de l'apport énergétique variable, l'analyse de la variation de la force de liaison vis-à-vis de l'impact de la masse linéique nous fournira des connaissances complémentaires et utiles sur le développement global des fibres longues. À ce propos, nous découvrirons que le développement de la liaison ne peut pas être associé à une variation de la masse linéique sur l'une des trois fractions proposées. Alors que les forces de liaison augmentent significativement grâce au fractionnement, il serait intéressant de déterminer quels impacts morphologiques probables ont été impliqués dans ce processus. Probablement que des microfissures ayant facilité la souplesse de la fibre expliquent cette amélioration de la liaison lorsque le fractionnement est introduit?

Nous constatons que le raffinage de la pâte entière améliore grandement la réduction de la masse linéique des fibres longues. Ce qu'il fait sur la fraction à fibres courtes ne donne toujours pas de participation directe sur le renforcement de la liaison. En théorie, lorsque les fibres sont délaminées et que la fibrillation se développe, la masse linéique diminue, et les forces de liaison devraient augmenter. Cependant, dans nos conditions expérimentales, il n'en est rien. C'est le fractionnement qui favorise les forces de liaison. Bien que la diminution de la masse linéique des fractions aurait pu expliquer les bons résultats de liaison, grâce à ses impacts mécaniques tels que la délamination et la fibrillation ultérieure, les résultats des tests et l'analyse graphique ne font que confirmer le contraire. Nous sommes ainsi amenés à penser que cette amélioration des forces de liaison, provient d'autres impacts morphologiques plus probables.

Les variations de liaison interne (Scott bond), de la valeur de rétention d'eau (VRE) et de la force intrinsèque des fibres (Zero span), avant et après l'ajout de fibres courtes, sont étudiées à un indice d'égouttage de 100 mL. Elles seront étroitement associées à cette recherche. Le Scott Bond défini la cohésion interne de la fibre. Sa mesure permet d'évaluer les liaisons internes qui maintiennent ensemble la structure de la fibre. Elles peuvent être des liaisons chimiques telles que des liaisons hydrogène ou des liaisons physiques externes telles que la fibrillation de surface. L'ajout de 20% de fines qui sont des matières sans cohésion, sans fibrillation, ayant très peu de fibrilles et constituées de flocons essentiellement légères et de fines particules et qui ne sont impliquées que dans la diffusion et l'opacité peut expliquer pourquoi le Scott-Bond diminue sur ce mélange de pâte.

Concernant la valeur de rétention d'eau (VRE), le raffinage produit des microfissures et une fibrillation de surface qui augmentent leur flexibilité et les rendent plus absorbantes. Bien que nous ne pouvons pas distinguer clairement qui des fines supplémentaires ou de la fibrillation externe influence le plus la VRE, nous pouvons certainement supposer que ces deux facteurs sont directement impliqués.

Le Zéro span défini précisément la force intrinsèque de la fibre. Il montre comment la structure même de la fibre pourrait avoir été affectée par les impacts au cours du processus de raffinage. Plus la masse linéique est réduite, plus la fibre s'affaiblie jusqu'à un point où elle se brise, et sa résistance intrinsèque est réduite. Nous constatons que le Zéro span des feuilles de fibres longues est à juste titre plus élevé que le mélange de la pâte qui comprend des fines. Plus la valeur du Zero span est grande, plus la force globale de la structure de la fibre est forte. Les seules modifications qui ont été constatées à ce niveau proviennent des variations de la consistance.

Il en résulte un changement morphologique dû à la variation de la consistance. Après avoir incorporé les mêmes matières fines, l'impact théorique devrait être similaire à la pâte fractionnée, mais les résultats se révèlent meilleurs que prévu.

Cette amélioration de la résistance pourrait bien être due à un changement de comportement morphologique, probablement au niveau de la structure interne des fibres, comme elle peut très bien avoir des liens avec la variation de la consistance, la masse linéique, le potentiel de liaison ou encore la longueur des fibres.

L'article traitant de cette partie est intitulé « Merging Interstage Fractionation and Low Consistency Advantages during the TMP Refining Process: Fibre Develop**ment** » a été présenté à la conférence internationale sur les pâtes mécaniques (IMPC), Helsinki, Finlande, en juin 2014, puis soumis à Appita Journal.

## Merging Interstage Fractionation and Low Consistency Advantages during the TMP Refining Process: Fibre Development

My-Mustapha Lemrini\* and Robert Lanouette, Lignocellulosic Material Research Center (LMRC), UQTR, C.P 500, Trois-Rivières, QC, G9A 5H7 Canada.

Gaston Michaud, Innofibre, Cégep de Trois-Rivières, CP.97, Trois-Rivières, QC, Canada, G9A 5E6.

#### Abstract

The aim of this research is to study the impact of various energy levels on fibre development at a given tensile index with an interstage fractionation followed by a low consistency refining (LCR) stage prior to a high consistency stage. We will discuss fibre development at the given tensile index when different ratios of LCR are applied on the long-fibre fraction obtained by interstage screening fractionation. This experimental refining process involves the following 4 stages: (1) a primary stage at high consistency (HC), (2) a fractionation stage with a small aperture basket, (3) a low consistency (LC) refining stage, (4) a final high consistency refining (HCR) stage. For this study, we applied different energy levels on the long fibre fraction at low consistency prior to HCR from 0% energy loaded on LC (100% of energy applied at HC) to 100% load on LC. Results show that both fractionation and refining consistency have an impact on fibre morphology, resulting in a change in the bonding ability of fibres.

#### Introduction

Thermomechanical pulp (TMP) is an energy intensive process. Energy consumption represents a large share of production costs. To maintain the profitability of a plant, increasing performance is imperative. Most of the energy consumed is converted into steam. This share of energy is therefore not used for fibre development. Saving energy in this regard has potential, but current research is progressing too slowly towards this goal. Fibre morphology changes throughout the TMP refining process as fibres undergo

a range of mechanical stress. Greater energy efficiency during LCR brings a greater potential of unwanted fibre cutting. Knowledge about fibre property development leads the way to improving the refining process at any consistency.

LCR has been shown to be a more energy efficient means of improving pulp quality [11, 12]. Although more energy efficient, LC refiners have the potential to cut fibres [13].

Fractionation dissociates fibres with different properties (long or short fibres, fine and coarse fibres). The different fractions can then be used separately or in different products. These fractions can be improved by appropriate treatments and under recombinant forms to improve product quality and/or to achieve energy savings [3, 4, 5, 6]. Literature [14, 15] shows a range of parameters involved in fractionation and their interactions. Fibre fractionation can produce two or more fractions with different characteristics. These fractions react differently to subsequent refining.

Instead of only using pulp as a whole, the idea of fractionation is to take the most advantage of any energy savings and fibre protection available [16]. Together with LCR, fractionation is known to contribute to saving energy and improving pulp properties. Fractions of fibres can be used in a specific product or improved thanks to various treatments; however, they can also be recombined in such manner to improve product quality or reduce energy consumption [3, 4, 5, 6]. HCR is carried out at high or low intensity to transfer a different energy ratio to the fibre, resulting in different fibre property development. During LCR, CSF and fibre length values may predict tensile and tear indices [21]. A systematic study of fibre property development during a comprehensive combination of LCR and HCR is the main purpose of our research. A greater knowledge of the impacts involved will only lead us to greater overall efficiency in the pulping process. Our main objective is to maximize energy efficiency while avoiding fibre cutting during refining. To reach the main objective, the study includes several specific objectives, including:

- Understanding the development process of the fibres according to consistency and fractionation;
- Studying the impact of these two types of refining on the development of fibre morphology.

#### **Materials and Methods**

The pulp used in this experiment is from a primary refining stage at a Canadian facility. It had the following characteristics: 567mL freeness and 1.78 mm weighted fibre length. This experimental refining process involves the following 4 stages: (1) a primary stage at high consistency (HC), (2) a fractionation stage with a small aperture basket, (3) a low consistency (LC) refining stage, (4) a final high consistency refining (HCR) stage. For this study, we applied different energy levels (from 100% of secondary stage refining energy at LC and 0% at HC, to 0% applied at LC and 100% at HC, including three intermediate ratios of energy applied at LC). The major pulp and paper properties resulting from this process at given energy levels are then thoroughly identified in the lab and analysed. Fractioning is the process of selecting fractions of fibres having different properties (long fibres and fines). The primary pulp was fractionated with a Black Clawson model 8P pressure screen equipped with a two-foil open rotor with a tangential speed of 20 m/s to obtain two fractions: a short-fibre fraction and a long-fibre fraction. The fractionation process consists of a two-stage cascade with a 0.25 mm smooth-hole basket as illustrated in Figure 6.1.



This method was proven to be an efficient way to separate primary pulp into two fractions after testing several fractionation strategies by Ferluc et al [62]. The short-fibre fraction is neither treated nor refined, so it goes directly into the final pulp with the longfibre fraction which is refined prior to recombination through LCR, HCR or some LCR/HCR processes. The fractionation stage gives 82.5% long fibres and 17.5% short fibres (Table 6.1). The newsprint industry uses pulp at 100 mL CSF; therefore, we choose this level as well for the purpose of this study.

The long-fibre fraction is the only fraction that underwent LCR and HCR. The LCR and HCR were conducted at the LMRC. The HCR was performed on one of the two Valmet CD300 pilot refiners each with a 2 metric ton daily capacity. To reproduce the one- or two-stage processes, they can be used in line, under atmospheric or pressurised conditions. Chemical additives are optional. LCR using a conical Valmet Optifiner was selected for this study. The gap was adjusted to reach decreasing values.

The primary TMP was fed directly to HC refiner to get the P1A pulp. The same primary pulp was transferred to the supply tank for LCR (about 4% consistency and 50°C). The latency was removed in the high consistency pulper where it rested for at least 1 hour at a consistency of 4.33% and a temperature of 80°C. The pulp was transferred to a tank where it was diluted to a consistency of 1% and kept at a temperature of 50°C. For P1B test, the pulp was then fed to LC refiner. For the P1C test, the pulp was fractionated through a 0.25 mm smooth-hole basket. The short-fibre fraction from the primary stage (fraction A1) was collected in a tank while the rejects of the first screening stage were accumulated in another. Rejects was then transferred to a tank, diluted to 1% and kept at 50°C. It was then split again using the same screen. The short-fibre fraction of the secondary stage (fraction A2) was stored in a tank while the long-fibre fraction was accumulated in another. Primary TMP was fractionated according to the mass proportions listed in Table 6.1.

Fractions	CSF, mL	Mean Fibre length (lw),mm	Fines FQA (lw), %
Primary pulp	567	1.78	7.58
A1- Short fibres (12,1%)	265	0.39	42.0
A2- Short fibres (5,4%)	175	0.40	37.5
LF- Long fibres (82,5%)	694	1.81	4.53

**Tableau 6.1** Fibre fractions

Fractions A1 and A2 were left in their tank for settling. They were concentrated for easy handling and storage. The long-fibre fraction (LF) was transferred into the feed tank of the low consistency refiner. Five hundred liters of this fraction was sampled and thick-ened with a centrifuge for high consistency refining.

The remaining part in the tank was refined at low consistency. Samples were taken at regular time intervals corresponding to the retention time of the pulp in the tank. 500-L samples were collected and thickened for P1C-1, P1C-2 and P1C-3 testing in order to be refined subsequently at HC. Since the refining is done in a closed circuit, the temperature increases with time. It varied between 56 and 74°C.

#### **Results and Discussion**

The level of development of the surface bonds of the long fibres in a refining process at any consistency is characterized by the tensile strength required for breaking the surface fibrillation. Specific refining energy transfer to the pulp to reach a fixed tensile index, Figure 6.2, would be the starting point in this investigation, as results may prove useful on how and why energy ratios could impact long fibre development at any given tensile index. For a given tensile index, the range is quite large in terms of applied energy between LCR and HCR. Thus, the tensile strength mainly depends on the consistency. In contrast, the fractionation itself does not generate any major difference in terms of energy. Thus fractionation does not have a big impact on the tensile index for a given energy level. These findings lead to the conclusion that the amount of energy required to achieve a given tensile strength depends heavily on the consistency and very little on fractionation. Compared to HC, LC enables obtaining the same specific tensile strength with less energy. For the same tensile strength, fractionation enables only a small energy savings, and it only has a little influence on energy savings in both HC that in LC. In fact, while developing tensile index by fibrillation, there is always risk in breaking a lot of fibres and altering the fibre structure.

Therefore, our goal is to maximize fibrillation, assuming no significant alteration is incurred by the zero span or by the fibre length. This is only possible with a gentle refining. Tests and graphics help us monitoring tensile index, fibre length and zero span, accordingly.





Figure 6.2 Tensile index as a function of the specific refining energy

Within the same refining processes, thorough analysis of the specific energy versus fibre length is then made possible over graph on Figure 6.3.



Figure 6.3 Mean fibre length as a function of the specific refining energy

Overall, a large range of refining energy is shown over the consistency range. Any downward of energy ratio induced a decrease in fibre length. As consistency goes down, the angle of slope of the fibre length gradually decreases, becoming steeper in LC. Thus, while having an impact on fibre length, the impact of the energy ratio (LC to total) varies depending on the consistency. Fractionation in HC helps to decrease fibre cutting and to better preserve fibre length. Therefore, fractionation provides a positive effect on fibre length. Furthermore, the fibre length increases significantly for LC, making fractionation even more effective and more useful than in HC. In between these two extremes - HC and LC - there is a significant energy range, which is illustrated by a change in the fibre length together with a virtual boundary refining curve line (Green bullets). These energy variations, the line boundaries, as well as the trend of the slope angle of fibre length helps explain why fibre cutting is faster in LC. This trend slows down with combinations for both consistencies. Overall, the fractionation had a very beneficial effect on both consistencies. In contrast, consistency ultimately has a negative effect, the lower the consistency, the more fibre cutting increases. This test allows us to determine, in these stages, both the level of fibre cutting and the level of delamination reached.

Having settled tensile index and fibre length changes within energy ratio inputs, bonding versus coarseness impact analyses would provide closing arguments on the overall long fibre development. Three fibre fractions were subjected to these last tests. Figure 6.4 summarizes R28, R48 and R100 behaviour during the same refining circumstances.

Bonding index is a rather peculiar long-fibre property, as it concerns the pulp composed of both fractions R14 and R28. This particularity makes it different and independent from the other fibre properties. The R100 fraction is exclusively composed of short-fibre segments. Coarseness is another fibre property which defines the level of delamination of the primary wall, exposing the secondary wall and getting out the most of the fibrillation, while preserving fibre length and increasing flexibility. This explains the importance of reducing the coarseness during refining. The proposals here are to study the fibre development of these three fractions. We will analyze changes in their coarseness and subsequent impacts on bonding index on each of them separately and then compare one fraction to each other. We will investigate whether the development of these fractions is then coherent with the bonding of the long-fibre fraction for the whole pulp.



Figure 6.4 Coarseness of fractions as function of the bonding index

While bonding increases, we see that the coarseness of the R100 fraction did not change. For the R48 fraction, fairly small coarseness variations happen for the LC tests and a fairly low bonding area. Moreover, even when bonding thrives at higher levels, no variation in coarseness appears. The R28 fraction shows some coarseness reduction, but this reduction cannot be associated with bonding development on an overall perspective. For a given pulp, increasing energy consumption produces R28 coarseness reduction and bonding improvement, but a smaller coarseness such as for P1A (HCR) is not a sufficient condition to get bonding.

Therefore, bonding development cannot be associated with a coarseness variation on any of the three suggested fractions. Figure 6.4 clearly shows that there is only a little bonding development when HC or LC refining are solely applied. Even if a small relative increase in the bonding does results from the significant decrease in coarseness between fractions, this decline has not helped increasing bonding levels. High bonding levels
appear only when fractionation is introduced. A general trend shows a little coarseness level change during any given fraction process. The degree of this change gradually decreases from long fibres toward short ones. Since fractionation does help developing bonding index and provides no coarseness decrease, then bonding seems not to be related to coarseness but to other more complex impacts. For each of the three fractions, there has not been much change in terms of coarseness for higher bonding. However, there is significant change in coarseness between fractions themselves. The high coarseness is achieved due to a higher fibre length and less altered fibres on the higher fractions.

A general trend emerges where coarseness on the long fibres is greatly reduced, with no contribution to bonding improvement. While bonding obviously increases thanks to fractioning, it would be interesting to determine what probable morphological impacts have been involved in this process. Would micro cracks that ease the fibre flexibility explain this bonding improvement when fractioning is introduced?

Figure 6.4 shows that refining the whole pulp greatly improves the coarseness reduction of long fibres. What it does on the short-fibre fraction still gives no direct involvement on the bonding increase. In theory, when fibres are peeled off and fibrillation is developed coarseness decreases, and bonding should subsequently increase; however, in these experimental circumstances, it does not. The fractioning does produce a greater effect than peeling itself.

Some scanning electron micrographs are presented in Figure 6.5. Micrographs are not to formally prove our point, but they do help visualise what could be a possible. The Figure 5 did compare five trials at CSF 100 mL. When studying coarseness versus bonding at around CSF 100 mL (Figure 4), we can extract five refining tests, which are indicated on the graph. Results on the graph show that the coarseness of trials from fractionated long fibers is ranged between the HCR (the lowest) and the LCR (the highest). Therefore, we ultimately can say that external delamination (coarseness decrease) does follow a normal trend, as almost expected, for anyone of above processes.



Figure 6.5 Comparison of SEM images for some pulps at 100 mL CSF

When it comes to bonding, SEM images on the HCR at 100 mL CSF (P1A) shows much more round fibers, than the other images. This finding shows that the fibers while being more delaminated (lower coarseness) remain clearly rounder and less collapsed. For the P1C1 test, the fibers are slightly more crushed than what they are during the P1A process. Then the P1C2 and P1C3 pulps wherein the fibers whilst being similar to those of P1C1 are slightly crushed. Finally, the P1B pulp (LCR) presents fibers which are not delaminated but have collapsed.

The changes observed throughout the coarseness changes versus bonding variations lead us to conclude that the refining after fractionation tends to increase the degree of collapsibility of the fibers. At the same time we observe a clear progressive decrease in coarseness. This decrease does match with the external delamination showed by the SEM images). Without being formal demonstration SEM photographs visually support the data obtained by the test results.

Fractioning appears to have major impacts on bonding development. In addition, the Figure 6.4 shows that during fractionation, consistency helps the bonding development as well. Fractionation brings higher fibre length, which certainly helps to get a higher tensile index, but the difference seems too low to explain the tensile improvement. The data represented by red dots confirms this. Finally, good bonding values under these refining conditions where fractioning and consistency undergo a major impact could well be equally associated with the interesting results shown in WRV (and/or Scott bond and zero span) under the same conditions (see corresponding graphs). While the decrease in the coarseness of fractions could have explained the good bonding results, thanks to its mechanical impacts such as delamination and subsequent fibrillation, tests results and graph analysis confirm that fractionation produced more impact than delamination did. We believe that this improved bonding results from other more probable morphological impacts.

These are two completely different means to help us understand all the impacts involved in this process. They may both help us understand how fibre bonding does actually develop. Finally, while bonding undergoes considerable variations depending on refining condition impacts, (fractionation, consistency), and other fibre properties (such as coarseness), bonding development could well be similarly sustained and associated with that of other properties (WRV, Scott bond, zero span). Our interpretation and analyses would be therefore checked twice and considered as a fairly probable demonstration.

WRV, Scott bond and zero span values, before and after short fibre addition at CSF 100, will be equally studied in the next part because they may well be closely associated with this research. Complementary analysis at CSF 100 of these three final long fibre properties (Figure 6.6, Figure 6.7 and Figure 6.8) would confirm if any associated correlation can be made over energy, tensile, coarseness, bonding, fractionation and consistency. As

we know, the portion of fines can be as high as 20% of the total pulp batch. To understand the impact of such a significant portion, our experimental refining tests are, first of all, performed on long-fibre fractions only and then repeated under similar circumstances but with additional short fibres and fines reintroduced at the ratio extracted during the fractionation process.



Figure 6.6 Scott bond with and without fines at 100 mL CSF

Fines added are primary fines - pieces of fibrous wall that are composed of pieces of spring wood fibres which were ripped at the very beginning of the process but were not ultimately developed, and they are still flexible enough to enable better structural cohesion. The long-fibre fraction is rather made of unbroken summer wood fibres, with a small spring wood fibre portion. The short-fibre portion is made of pieces of wall containing lignin; however, while it does yield optical properties, it does not help the bond. Therefore, predictions are that these added portions will impact every one of the various fibre properties, including Scott bond, water retention value and zero span.

Scott bond, Figure 6.6, is a matter of internal cohesion. Its measurement helps assess the internal fibre bond (link) structure that holds the fibre together. They may be chemical

bonds such as hydrogen bonds or external physical bonds such as surface fibrillation. When spring wood short fibres are added, it would theoretically increase cohesion, as they will interpose through the long fibres and help retain them. Adding 20% of such material with no cohesion, no fibrillation, only very few fibrils and mostly light flakes and fine particles that are only involved in scattering and opacity may explain why Scott bond decreases on this pulp mixture. There is a part of P1C-0 to P1C-3, our long-fibre fraction, where we had an interesting improvement with an even higher Scott bond than HC alone (P1A).





However, this favourable trend is lost as soon as fines are added. Moreover, the (P1C-1 and P1C-2) mixture Scott bond levels can still be equally compared to the levels of the P1A and P1B. When fines are added at HC, we obtain a better overall cohesion (P1C-0) than when it is only whole HC pulp. Finally, the internal cohesion level attained initially at LC alone is lost when fractionation is introduced, decreasing Scott bond (P1C-4, Blue).

71

Similar tests have been made regarding the water retention value, Figure 6.7. Usually a WRV level increases when the fines portion is added, as this new material then mingles with long fibres and helps capture water inside. Theoretically, long fibres should be retaining less water before fines are added. But, WRV has roughly maintained the same level all long the experimental long fibre testing, including during interstage tests. If water has been kept within this pulp mixture, it may well be that a more fibrillated surface, or micro cracks in the wall, has the capacity to absorb this water. This may well be an indication that the long fibres were slightly unstructured. During intermediate refining, except for LC, the bonding has indeed increased as a result. The fibres were eventually getting micro cracks, leading to surface fibrillation which increased flexibility and made it more absorbent. Therefore, that supplementary fibrillation develops a certain increase in WRV as well. Then when fine material is added, WRV still keeps increasing. While we cannot clearly distinguish which of the added fines or the external fibrillation is influencing WRV the most, we definitely can assume these are the two factors that are directly involved, each impacting WRV differently.

Zero span, Figure 6.8, specifically defines the fibre's intrinsic strength, as it shows how a fibre's own structure might have been affected by probable impacts during the refining process. The more the coarseness is reduced, the more the fibre weakens up to a point where it breaks and its intrinsic strength is exhausted. That is why fibre strength drops steadily within bonding development. That is why zero span varies inversely to fibre coarseness. Ideally, the zero span level should be kept as high as possible while the fibre bonding develops steadily.

This graph shows that the zero span of long fibres is rightfully higher than the pulp mixture which includes fines. An extra 20% of the long fibre portion has taken place of the 20% fine portion that was removed. For the same weight of materials, the pulp has more long fibres. Overall strength of the structure is stronger with a higher zero span. When fines are added, the zero span is maintained at the same level then P1A for some of the fractionation trials (Red P1C-0 and P1C-3). Then, by mixing HC and LC (P1C-1 and P1C-2 Red), we seem to have a stronger structural strength than a single HC or LC refining process alone (P1A and P1B). Adding the same amount of short fibres seems to have a different impact on zero span. The only changes which have been applied deal with the consistency portion under these circumstances. Four long fibre processes retain the same strength level (blue P1C-O to P1C-4). Then when fines are added, P1C-1 and P1C-2 prove to be even stronger than P1A or P1B.



Figure 6.8 Zero span with and without addition of fines at 100 mL CSF

Therefore, a morphological change has occurred due to the change in consistency portion. Having incorporated the same fines material, the theoretical impact should be similar to P1C-0 (red), but results prove to be far better than expected (P1C-1, P1C-2 and P1C-3). This strength improvement may well be due to a morphological behavioural change, probably on the internal fibre structure, as it may well have links to the consistency portion, coarseness, bonding or even the fibre length as well.

### Conclusions

This experimental work has attempted to evaluate the morphological changes caused by refining consistency for both whole pulp refining and long-fibre selective refining. Both consistency and fractionation lead to important differences in terms of tensile develop-



ment. We tried to better understand the fibre modification that took place to produce these results.

- A general trend shows a little coarseness level change during any given fractionation process. Since fractionation does help develop bonding index and provides no coarseness decrease, then bonding seems not to be related to coarseness but to other more complex impacts.

- Another trend emerges where coarseness on the long fibres is greatly reduced, with no contribution to bonding improvement.

- While the decrease in the coarseness of fractions could have explained the good results of the bonding, thanks to its mechanical impacts such as delimitation and subsequent fibrillation, test results and graphic analyses confirm the opposite. It is the fractionation that have a more important impact.

- The more the coarseness is reduced, the more the fibre weakens up to a point where it breaks and its intrinsic strength is exhausted. That is why fibre strength (tensile index) drops steadily, within its bonding development. That is why zero span varies inversely to the fibre coarseness.

- We believe that this improved bonding results from other more probable morphological impacts. This may well be an indication that the long fibres were slightly unstructured. During the intermediate refining, except for LC, bonding has indeed increased as a result. The fibres were eventually getting micro cracks, leading to an internal fibrillation which increased their flexibility and made them more absorbent. A supplementary fibrillation develops a certain increase in WRV as well. Then, when fine material is added, WRV still keeps increasing.

Overall, with no decrease in coarseness, there would not be much delaminated surface available, meaning an improvement in tensile index, if any, is most probably due to changes in the microstructure of the fibre itself (such as cracks in the wall or internal delamination). These microstructure changes increase fibre flexibility and therefore develop the bonding area. This is what in turn promotes hydrogen bonding.

## Acknowledgments

The authors wish to acknowledge the financial support of the National Sciences and Engineering Research Council (NSERC) and the Government of Québec through its "Ministère de l'Enseignement supérieur, Recherche, Science et Technologie" (MESRST).

# Chapitre 7 - Résultats et discussion. Partie 3.

Cette troisième et dernière partie de notre recherche est dédiée à l'étude de l'influence de la morphologie de la fibre (étudiée lors de la 2<sup>ième</sup> partie), sur les propriétés du papier (étudiées en première partie).

Pour comprendre comment la morphologie de la fibre influe sur les propriétés du papier, nous avons effectué une étude détaillée de l'évolution de la résistance à la traction en tant que propriété principale, à un indice d'égouttage de 100 mL, en fonction de l'énergie de raffinage et de certaines variables ayant un impact connu sur la résistance à la traction. L'indice de rupture a été choisi car il représente, parmi les propriétés importantes, celle qui a le plus changée durant les essais. C'est l'objectif de cette troisième partie de notre recherche. Pour ce faire, nous avons étudié la relation qui peut exister entre les propriétés de la fibre et les variations des propriétés physiques d'une feuille.

Dans la première partie de notre recherche, nous avons établi que certaines propriétés sont maintenues même pour les économies d'énergie se rapprochant de 50% avec le RBC. Le degré de fibrillation externe de la surface des fibres a été jugé plus faible pour les pâtes raffinées à BC en comparaison aux pâtes raffinées à HC à indice de traction égal.

Nous essayerons dans le présent chapitre de voir en particulier :

- Quelle influence aurait la baisse de la consistance de raffinage sur la résistance à la traction?
- Quelle est la réponse des valeurs intermédiaires ?
- Quel bénéfice y aurait-il à combiner le RBC et le fractionnement en matière de propriétés des fibres et du papier?
- Quelle action le RBC va-t-il avoir sur la délamination des fibres et sur la densité du papier ?
- Enfin y aurait-il des gains d'énergie et qu'elle en est l'explication éventuelle.

La méthodologie a déjà été décrite au chapitre 5. Nous nous concentrerons ici plus spécifiquement sur la relation existant entre les propriétés des fibres et celles des pâtes.

Le développement des propriétés de la pâte pendant le processus de raffinage peut être observé par l'élaboration de l'indice de traction, tout en maintenant la longueur des fibres. Le transfert de l'énergie spécifique à la pâte lors du raffinage, pour atteindre un indice de traction, sera le point de départ de cette troisième partie de l'analyse. Les résultats peuvent s'avérer utiles pour comprendre comment et pourquoi les ratios d'énergie influencent le développement de la fibre à tout indice de traction. Pour un indice de traction donné, la gamme est très large en termes d'énergie appliquée entre les deux types de raffinage (HC et BC). Ainsi, la traction dépend principalement de la consistance de raffinage. En revanche, le fractionnement lui-même ne génère pas de différence aussi grande en termes d'énergie pour un indice de traction donné que la réduction de la consistance de raffinage. Ces résultats permettent de conclure que la quantité d'énergie nécessaire pour obtenir une résistance à la traction donnée dépend fortement de la consistance de raffinage et relativement moins du fractionnement.

Par conséquent, notre objectif est évidemment de maximiser la fibrillation, sans pour cela faire subir de brusques modifications à la force intrinsèque des fibres. Lorsque le fractionnement est introduit, nous voyons qu'il est important de maintenir la longueur des fibres à faible consistance de raffinage. Le fractionnement aide beaucoup à maintenir une longueur de fibre plus élevé lorsque le raffinage intermédiaire comprend la BC.

Le fractionnement n'a pas beaucoup d'influence sur la longueur de la fibre à HC, mais il a un impact à BC.

Le raffinage en BC, est très différent du raffinage en HC car il s'effectue dans un milieu quasiment aqueux. Dans cet environnement quasi liquide, le contact fibre à barre est plus fréquent, et les fines produites au cours du RBC sont dans l'eau. Dans une telle consistance, les fibres longues sont pour la plupart piégées et des fines ont tendance à passer autour de longues fibres. C'est ce qui les empêche probablement de recevoir autant d'impacts que les fibres longues.

D'autre part, le fractionnement supprime des fines évidemment, ce qui aura une influence sur le RHC. Les fines et des fibres courtes absorbent une partie des forces lors du contact de la barre. Par conséquent, la suppression des fines pourrait faire augmenter la force reçue par les fibres longues à chaque impact. Nous nous attendions à ne pas avoir beaucoup de différence dans les conditions de RBC, mais c'est exactement l'inverse qui se produit avec un énorme avantage pour le fractionnement en RBC. Une explication possible pourrait être la présence d'une plus grande quantité de fibres longues dans la rainure de la plaque pour une consistance donnée. Plus de fibres reçoivent l'impact de la barre en même temps, ce qui semble avantageux pour la longueur moyenne des fibres. Même si une longueur moyenne des fibres plus importante est obtenue à BC avec fractionnement, l'indice de traction, quant à lui, n'a pas suivi cette augmentation. Ceci indique clairement que d'autres facteurs doivent être pris en compte, pour expliquer un tel développement.

L'un d'eux pourrait être la génération de groupes carboxyliques, ce qui devrait augmenter la force de liaison, et par voie de conséquence l'indice de traction aussi. La génération de groupes carboxyliques n'a cependant pas affecté l'indice de traction suffisamment pour expliquer le comportement des propriétés mécaniques. Le Fractionnement semble avoir un impact majeur sur le développement de la liaison des fibres longues. Le fractionnement favorise l'obtention d'une plus grande longueur moyenne des fibres lorsque le RBC est utilisé, mais la différence semble trop faible pour expliquer l'amélioration de traction.

Au cours du processus de raffinage, les propriétés de liaison sont développées par deux voies différentes: la délamination de la paroi externe de la fibre, ce qui peut libérer la couche S2 pour augmenter le processus de fibrillation; ou par délamination interne qui augmente l'effondrement des parois de la fibre. Les résultats montrent clairement que l'augmentation de la proportion du raffinage BC réduit le processus de délamination.

Ainsi, et puisque le raffinage des fibres longues après fractionnement favorise le développement de l'indice de liaison interne qui ne peut être expliquer par le seul fait de la diminution de la masse linéique, alors la force de liaison ne semble pas être liée seulement à la modification de la surface mais à d'autres raisons plus complexes.

Enfin, la variation de la densité du papier au cours du processus a un impact majeur sur les propriétés des papiers en général, et en particulier envers l'indice de traction. Cette variation de densité pourrait représenter un changement de la microstructure des fibres, qui à son tour modifie le niveau d'effondrement des parois de la fibre.

Les résultats montrent que la consistance du raffinage change beaucoup plus cet aspect que le fractionnement. Pour toutes ces raisons une amélioration de la délamination interne, qui augmente l'effondrement des parois devrait être considérée.

L'article couvrant cette section s'intitule "Merging Interstage Fractionation & Low Consistency Advantages during TMP Refining Process: Part. III – How Fibre Morphology Impacts the Paper Properties ?". Il a été publié dans la revue Bioressources (Bioressources 10(1), 1048-1059).

# Merging Interstage Fractionation & Low Consistency Advantages During the TMP Refining Process: Part III – How Fibre Morphology Impacts Paper Properties

My-Mustapha Lemrini<sup>a</sup>, Robert Lanouette<sup>a\*</sup> and Gaston Michaud<sup>b</sup>

### Abstract

Fibre morphology and its evolution during refining and fractionation at low consistency were studied to understand the key relationships between the mechanical properties of paper and those of fibres. A broad analysis is presented on the physical and mechanical properties characterising the intrinsic morphological properties of fibres. The experimental refining process involved a primary stage at high consistency (HC), a fractionation stage with a small aperture basket, a low consistency (LC) refining stage, and a final high consistency refining (HCR) stage. The idea was to benefit from the pulp already being at low consistency following the screening step. Using a higher proportion of low consistency refining (LCR) tended to lower the tensile strength at 100 mL CSF, but some intermediate values did exhibit better responses to refining. Fractionation permits the use of LCR to retain fibre length and to develop additional long fibre bonding. The net gain remains even with energy reduction. It is believed, among other things, that a greater number or greater intensity of fibre-to-bar contacts would help increase internal delamination of the fibre structure.

Keywords: Low consistency refining; fractionation; selective refining; TMP; energy reduction; properties

Contact information: a: Lignocellulosic Material Research Center (LMRC), UQTR, CP 500, Trois-Rivières, QC, G9A 5H7 Canada; b: Innofibre, Cégep de Trois-Rivières, CP 97, Trois-Rivières, QC, Canada, G9A 5E6; \*Corresponding author: <u>Robert.Lanouette@uqtr.ca</u>

#### **INTRODUCTION**

This research aims to understand how fibre morphology impacts paper properties. In order to do so, the relationships that may exist between fibre properties and variations of the physical properties of a sheet were studied.

Several authors have studied this topic from various angles and have come to a range of conclusions. Replacement of high-consistency refining (HCR) in the second stage with a low consistency refining (LCR) stage reduces total energy demand to achieve a tensile index of 40 Nm/g at 1.1 MJ/kg for Norway spruce [1, 2]. The various fractions can be used separately in different products or can be further improved by appropriate treatment and recombination. This can improve the quality of products and generate energy savings [3,4,5,6].

ATMP studies at pilot scale also demonstrated a reduction of 0.4 to 0.7 MJ/kg of total refining energy, compared at a similar tensile index of 40 Nm/g when the second HC refining stage was replaced by multiple LC refining stages; the total refining energy was less than 3.6 MJ/kg [7,8].

Recent studies on a second LC refining stage at an industrial scale have shown that it is possible to reduce the gross energy demand by about 0.4 MJ/kg by using an LC stage [9,10]. Low consistency refining is employed nowadays in commercial mechanical pulping in combination with primary-stage HC refining [10]. The degree of external fibrillation of the fibre surface was found to be lower for LC-refined pulp compared to HC-refined pulp at equal tensile indices [20].

The influence of low-consistency refining on the surface chemical and morphological properties of softwood chemical pulp was investigated by Mou *et al.* [64] using a special laboratory refining station and advanced topochemical analysis. They showed that refining modifies the surface chemistry and morphology of fibres, presumably by making structural changes in the fibre cell wall composition.

Gorski *et al.* [65] proposed that, while HC refining resulted in a significant reduction in fibre wall thickness associated with fibre collapse and increase in external fibrillation, LC refining mainly generated structural changes, which may be seen in fibre straightening and increased flexibility. Extensive internal fibrillation of the straighter LC refined fibres appeared to have compensated for lower fines content and external fibrillation, producing well-bonded sheets with good tensile strength.

In Part I of this research series, it was established that some properties are maintained with energy savings nearing 50% when using LCR [17]. Other properties are altered even when HC is used with fractionation. The processes studied were aimed to develop a pulp that requires less refining energy compared to pulp produced using conventional methods. The multiple LCR/HCR combinations used in this study yield a variety of pulps with different properties. This suggests the possibility of reducing energy input while maintaining the quality of the final pulp. In Part II of this research series, the morphological changes caused by varying refining consistency for both whole pulp refining and long fibre selective refining were evaluated [18]. Both consistency and fractionation cause important changes in fibre development.

To understand how fibre morphology impacts paper properties, this research is concentrated on thoroughly studying tensile development. At a freeness (CSF) of 100 mL, tensile is studied as function of refining energy considering certain other variables with known impacts on tensile. When compared to other mechanicals properties which did not vary that much, tensile has shown greater variations. To better understand the cause of these variations we do rely the tensile variations to morphological changes which may subsequently occur. That is why we thought it would be of unique interest to deepen our research, especially toward the morphological fibre behaviour when using these tensile variations versus the others properties.

#### **EXPERIMENTAL**

The pulp used in this experiment resulted from a Canadian primary refining from Kruger mill located in Trois-Rivières, Québec and had the following characteristics: 75% (average) spruce and 25% (average) balsam fir with 555 mL freeness and 1.73 mm length-weighted fibre length. The long fibre fraction was refined under LCR and HCR conditions. The LCR and HCR were conducted at the LMRC center. The HC refining was performed on a Valmet CD300 pilot refiner, 12 inches single disc with a conical section, with a 2 metric tons daily capacity, under atmospheric conditions. The consistency was 12.2% to 16. Based on numerous trials done for various Canadian mills in our centre, and considering the small size of this refiner, this used consistency has been found to impart a similar effect to the pulp as a larger-size industrial refiner, even though the consistency is much lower. Paper physical properties as well as fibre morphology resulting from the refining have been found to be similar.

An LCR using a conical Valmet Optifiner RF-0 was selected for this study. The gap was adjusted to decreasing values. For each of these values and when the power was stabilized, pulp refined during a specified period of time was retained and weighed. During the same time, the energy consumption was registered. The primary pulp was refined conventionally (P1A and P1B in Figure 1). The primary TMP was fed directly to the HC refiner for the P1A trial. In the case of the P1B trial, the pulp was suspended with the aid of a high consistency pulper and was transferred to the low consistency refiner feed tank, where the consistency and temperature were adjusted to 4% and 50 °C, respectively. These two basic processes were compared to an experimental refining process involving a fractionation stage with a small aperture basket, a low consistency refining stage, and a final high consistency refining stage (P1C, Figure 7.1). The idea is to benefit from the pulp already being at low consistency following the screening step. It is convenient to do a low consistency refining stage prior to thickening before the high consistency refining stage. Since the low consistency refining is more aggressive, a reduction in energy expenditure is expected, possibly without a reduction in quality. This fractionation method has proven to be an efficient way to separate primary pulp

Rapport-gratuit.com ( Le numero 1 mondial du mémoires

into two fractions after several fractionation strategies were tested by Ferluc et al [62]. The primary pulp was fractionated with a Black Clawson model 8P pressure screen equipped with a two-foil open rotor rotating at a tangential speed of 20 m/s to obtain two fractions: a short and a long fibre fraction. The fractionation process consists of a twostage cascade with a 0,25 mm smooth holes basket. The short-fibre fraction is neither treated nor refined so it goes directly into the final pulp with the long-fibre fraction (which is refined prior to recombination through LCR, HCR, or some LCR/HCR combination). For the P1C test, the latency was removed from the primary pulp in a high consistency pulper where it rested for at least 1 h at a consistency of 4.33% and a temperature of 80 °C. The pulp was transferred to a tank where it was diluted to a consistency of 1% and kept at a temperature of 50 °C. The pulp was then fractionated through a 0.25-mm smooth-hole basket. The short-fibre fraction from the primary stage (fraction A1) was collected in a tank while the rejects of the first screening stage were accumulated in another. Rejects were then transferred to a tank, diluted to 1%, and held at 50 °C. They were then split again using the same screen. The short-fibre fraction of the secondary stage (fraction A2) was stored in a tank while the long-fibre fraction was accumulated in another. Primary TMP was fractionated according to the mass proportions listed in Table 7.1. The fractionation stage gives 82.5% long fibres and 17.5% short fibres (Table 7.1). No wasted fines nor short fibre loss is suffered as fines and short fibre are kept secure and are added to the long fibre portion at the final stage, where they are used as a dilution water.

The long-fibre fraction is the only fraction that underwent LCR and HCR. The LCR and HCR processes were conducted at the LMRC. The HCR was performed on one of the two Valmet CD300 pilot refiners (Valmet, Finland), each with a 2-metric-ton daily capacity. Low consistency refining using a conical Valmet conical refiner RF0 was carried out for this study. The gap was adjusted to reach the desired CSF values.

For the P1C pulps, different energy levels were applied from 100% of the secondary stage refining energy at LC and 0% at HC to 0% applied at LC and 100% at

HC, including three intermediate ratios of energy applied at LC, as illustrated in Figure 7.1.





	1			
Fractions	Mass proportion, %	CSF, mL	Mean fibre length (lw), mm	
Primary pulp		567	1.78	
A1 - Short fibres	12.1	265	0.39	
A2 - Short fibres	5.4	175	0.40	
LF - Long fibres	82.5	694	1.81	

**Tableau 7.1** Fibre fractions

Pulp properties were evaluated on 60  $g/m^2$  handsheets prepared with a British sheetmould former according to PAPTAC method C.4. Scott internal bond strength was measured according to TAPPI T833. Handsheet physical properties were measured according to PAPTAC methods D.34, D.9, and D.8. The optical instrument Fibre Quality Analyzer (OpTest Equipment, Canada, TAPPI T61 method) was used to test the mean fibre length and fibre coarseness. The carboxylic group content was determined by the Metrohm (Brinkmann) titrator and conductivity meter (Thermo Orion, model 150), using a conductometric technique. Scott internal bond strength was measured according to TAPPI T833. Zero-span tensile strength was measured according to PAPTAC standard D.27U (Pulmac Zero-span Method). Water retention value (WRV) was achieved according to TAPPI Useful method UM 256. The measurement of sedimentation volume of fines is determined as described by Marton and Robie [66].

#### **RESULTS AND DISCUSSION**

The portion of fines can be as high as 80% of the accepted pulp after fractionation. The long fibre fraction consists of summer wood fibres with a small portion of spring wood fibres not broken during the refining process. The short fibre fraction consists mostly of spring wood fibres, which can contribute to bonding and surface properties, and primary fines such as flake-like particles which contribute to optical properties but little to bonding.

The development of the pulp characteristics during the refining process can be observed by studying the development of the tensile index while maintaining a constant fibre length. The specific refining energy transfer to the pulp to reach a fixed tensile index is the starting point of this investigation, as that information may prove useful in determining how and why energy ratios impact fibre development at any given tensile index. For a given tensile index, the range is quite large in terms of applied energy between the two refining methods, LC and HC (Figure 7.2a). Thus, the tensile strength mainly depends on the consistency (Figure 7.2b). In contrast, the fractionation itself does not cause a major difference in terms of refining energy for a given tensile index. These findings reinforce the conclusion that the amount of energy required to achieve a given tensile index depends heavily on the consistency and very little on fractionation. Compared to HC, LC reaches the same tensile index using less energy. For the same tensile index, fractionation enables only a small energy savings and has only a small

influence on energy savings in both HC and LC. Therefore, the goal, here, is to maximise fibrillation (external or/and internal one) assuming no sharp decrease in the intrinsic strength (zero-span) of the fibres is suffered, as this can ultimately cause the fibre to break. This can surely be made possible by adequately controlling the refining process, by means of adjusting the energy ratios input.



Figure 7.2 Tensile index as a function of specific refining energy. (a) Refining curve for different freeness and (b) values interpolated at freeness 100 mL

What is the explanation for the tensile development differences when low consistency refining is used with or without fractionation? The first possibility to investigate is the fibre length, as shown in Figure 7.3. LCR is often associated with fibre cutting when going from HCR toward LCR. Low consistency refining is often associated with fibre cutting when going from HCR towards LCR.

When fractioning is introduced, fibre length is largely maintained during low consistency refining. Fractioning helps maintain a higher fibre length when intermediary refining includes LC. Fractioning does not have as much of an influence on the fibre length for HC as it does for LC. Refining at LC is quite different from refining at HC in that it takes place in an environment where there is plenty of water. In this quasi-liquid environment, fibre-to-bar contact is more frequent and the fines produced during LCR

are present in the water too. At such consistency, the long fibres are mostly trapped and fines tend to flow around long fibres with water. They so receive less bar impacts than long fibres. On the other hand, fractionation removes fines, which has an influence on HC because under these conditions, the fines and short fibres absorb some of the forces generated during contact with the bar. Therefore, removing them will increase the force exerted on long fibres with each bar impact. Therefore, one would expect a large difference in LC and HC conditions, but the results of this study indicate the reverse: a huge benefit of fractionation in LC. A possible explanation could be the higher amount of long fibres in the plate gap at a given consistency. More fibres are impacted by the bar at the same time, which seems beneficial to the mean fibre length. The HCR gap at CSF 100 was in the range from 0.32 mm to 0.45 mm. In the case of LCR, the gap for whole pulp was from 0.13 mm to 0.18 mm. In other words, there was a gap range increase of +.05 mm when changing from whole pulp to long fibres only. This gap increase in LCR would subsequently reduce the intensity in LCR.



Figure 7.3 Tensile index as a function of mean fibre length.

However, even if the mean fibre length is maintained using LC with fractionation, the tensile index is not developed under either LC or HC conditions. Other factors must be taken into account. The effect of fractionation could be better surface development at HC or a higher generation of carboxylic acid groups, increasing bonding and subsequently the tensile index. During refining, delamination gives more fibrillation, which increases the specific surface area, and in turn gives more carboxylic group content in the fiber surface area. This is how increasing delamination gives rise to an increase in the specific surface area. Following the generation trend of accessible carboxyl groups makes it possible to see if there is more disposable outer surface and thus monitor the development of the surface area. However, in the same way, fractionation strongly reduces, in the course of our tests, the access to carboxylic groups' acid content on the fibre surface, by reducing the external delamination, which in turn reduces the available surface. The generation of carboxylic groups did not affect the tensile index, as shown in Figure 7.4. There were no major differences due to the consistency. However, fractionation strongly reduced acid content on the fibre surface. Refining of whole pulp seems more appropriate, but more carboxylic acid groups did not yield tensile improvement in this trial.

The tensile index of the R28 fraction can be related to the surface development of long fibres and therefore may represent an evaluation of bonding. As shown in Fig. 5, fractionation enables better bonding development when a part of the energy was applied at LC but had a negative impact at HC or when a large proportion of low consistency pulp was used. One can take advantage of this phenomenon to better develop the long fibres at LC before a final HC stage, leading to interesting energy reduction (Figure 7.2) with acceptable tensile strength using an intermediate LCR/total energy ratio (P1C-1 and P1C-2).



Figure 7.4 Tensile index as a function of carboxylic acid group content.



Figure 7.5 Tensile index as a function of bonding index.

Fractionation appeared to have a major impact on long fibre bonding development. In addition, the graph shows that during fractionation, increased consistency helped bonding development as well. Fractionation yielded greater fibre length when LC refining is used (Figure 7.3), which gave higher tensile index, but the difference seems too small to explain the tensile improvement. The same bonding level

gave a higher tensile index in HC conditions than it did in LCR. Otherwise fractionation greatly improved bonding elsewhere.

The washing effect also may have an impact on the tensile index, which may explain the results because addition of water will reduce the amount of extractives on the fibre surface when extractives are taken away from the fibre surface, and more sites are released. These sites will help bonding.

During the refining process, bonding is developed through two different pathways: the delamination of the external fibre wall which can liberate the S2 layer to increase the fibrillation process or by internal delamination which increases the collapsibility of the fibre. The coarseness of long fibres indicates which pathway they would undergo. Also in the course of a previous publication on this study [18], when relating to fibre morphology, it was noticed that while in theory, when fibres are peeled off, and fibrillation is developed, coarseness decreases and bonding should subsequently increase. In our experimental circumstances, while the coarseness did not decrease significantly, bonding showed consistent improvement. It is assumed that the fractioning has a greater impact than the part attributed to coarseness decrease. Actually in that previous chapter, a general trend showed relatively little coarseness level change during any of the fraction processes. The degree of this change gradually decreased from long fibres toward the short ones. Since fractionation did help develop bonding index and provided no coarseness decrease, bonding seemed not to be related to coarseness, but to other more complex impacts. Figure 7.6 shows the coarseness of long and intermediate fibres. The figure clearly demonstrates that increasing the ratio of LC refining reduced the prevalence of the delamination process. Because fractionation helped develop bonding index and did not decrease coarseness, bonding seems unrelated to coarseness and instead related to other more complex factors.



Figure 7.6 P14/R28 and P28/R48 coarseness.

The generation of fines and their quality can also impact bonding and the tensile index. Figure 7.7 shows that there was no huge difference in terms of fines quality or quantity. Low consistency refining did produce slightly more fines with roughly the same quality.



Figure 7.7 Sedimented volume of fines as a function of fines content.

Some other properties can help to confirm or understand the above analysis. They are presented in Table 7.2 for whole pulp and long fibres only (before fines are reintroduced to refined long fibres).

	LCR/ Total, %	Tensile index, Nm/g	Scott Bond (with fines), J/m <sup>2</sup>	Scott Bond (Long fibre only), J/m <sup>2</sup>	WRV (with fines), mL	WRV (Long fibre only), mL	Zero Span (with fines), km	Zero Span (Long fibre only), km
PIA	0	48.9	110		206		11.5	
P1B	100	43.7	110		191		11.2	
P1C-0	0	47.2	126	118	206	255	12.5	11.5
P1C-1	3	46.1	125	107	205	236	12.4	12.2
P1C-2	6	46.0	140	112	204	240	12.4	11.9
P1C-3	21	44.4	138	111	210	240	12.4	11.4
P1C-4	40	44.7	113	92	197	184	12.1	10.4

Tableau 7.2Some other properties at CSF 100.

Scott bond is a measure of internal cohesion. Its measurement helps assess the fibre internal bond (link) structure that holds fibres together. It can be attributed to both chemical bonds (e.g., hydrogen bonds or surface fibrillation) and external physical bonds. Consistency has an impact on Scott bond only during LCR. Fractionation also has an impact. This impact increases with higher consistency of long fibres with somewhat of a maximum for P1C-2 corresponding to the peak observed for the bonding index. This confirms that a combination of LCR prior to HCR benefits fibre development.



The water retention value (WRV) level usually increases when the fines portion is added, as this new material mingles with long fibres and helps retain water. Theoretically, long fibres should retain less water before fines are added. However, WRV was maintained at the same level throughout the experimental long fibre testing even during interstage tests. If water was kept within this pulp mixture, it may well be that a more fibrillated surface, or one with micro-cracks in the wall, has the capacity to absorb this water. This may be an indication that the internal structure of the long fibres were loosened. In the course of refining, the fibres eventually develop micro-cracks in their structure, leading to internal fibrillation which increases flexibility, making them more absorbent. Thus, the supplementary fibrillation causes an increase in WRV as well. When the fines are added, the WRV strongly decreases. The nature of the short material could explain this reduction. The fines fraction contains a high proportion of primary fines. That is why it is assumed that flake-like particles do not contribute to water absorption, being lignin rich materials. Overall, the water retention value is not significantly affected by either fractionation or consistency. The zero-span did not show large differences. That is why the intrinsic strength of the fibre seems to have been preserved.

The density variability during the process has a major impact on paper properties in general and especially on the tensile index. It indicates a change in the microstructure of wood which in turn changes the collapsibility of the fibres. Figure 7.8 shows that refining consistency changed this aspect and fractionation did not. For the whole pulp, the use of LCR led to increased coarseness of long fibres with a direct effect on sheet density. The refining of the long fibre fraction alone exhibited a different behaviour. The coarseness followed the same tendency but did not lead to a reduction in density. An improvement of internal delamination to achieve higher collapsibility should be considered.



Figure 7.8 Tensile as a function of sheet density.

### CONCLUSION

- Using a higher portion of energy amount of LC over HC tended to lower the tensile index at CSF 100, but some intermediate values exhibited a better response to global refining
- 2. Fractionation made it possible to use LCR to preserve fibre length and develop more extensive long fibre bonding.
- 3. Low consistency refining on the long fibre fraction reduces external delamination, as shown by higher coarseness for long fibres, and proportionally reduced the impact on sheet density. An explanation could be that a greater number or intensity of fibre-to-bar contacts helped increase internal delamination of the fibre structure. However, less external delamination with more internal changes did not change the final tensile index of the sheet. The net gain remains in terms of energy reduction.

## ACKNOWLEDGMENTS

The authors are grateful for the support of the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the Government of Québec through its "Ministère de l'Enseignement supérieur, Recherche, Science et Technologie" (MERST).

# Chapitre 8 - Conclusion.

# I- En matière d'énergie spécifique

Les procédés étudiés ont pour but d'élaborer une pâte qui requiert moins d'énergie, par rapport aux procédés classiques. Les propriétés de la pâte étudiée ont été analysées principalement autour de CSF 100 mL, un standard accepté par l'industrie.

Ce travail expérimental a, d'autre part, tenté d'évaluer les changements morphologiques causés par la consistance de raffinage à la fois pour le raffinage de la pâte entière ainsi que pour le raffinage sélectif des fibres longues.

Les modifications de la structure interne de la fibre participent, en fin de cette recherche, à la connaissance des impacts possibles qui interviennent lors de ces combinaisons de procédés de raffinage :

- Certaines propriétés telles que l'éclatement, la déchirure et la longueur des fibres sont maintenues même pour des économies d'énergie se rapprochant de 50% avec le RBC.
- D'autres propriétés comme l'indice de rupture sont modifiées, même lorsque le RHC est utilisé avec fractionnement.
- Il existe une possibilité d'obtenir des variétés utiles de pâte par un réglage et une modification des séquences de raffinage
- Le RBC permet une réduction très substantielle de la consommation d'énergie.
   Cependant, elle est accompagnée d'une perte de qualité au niveau de certaines propriétés dont l'indice de rupture.
- Les ratios énergétiques spécifiques RHC/RBC peuvent être contrôlés grâce à la combinaison d'étapes de raffinage dans la limite de 10 à 50% d'économie d'énergie.
- L'économie d'énergie étant très importante, par rapport à une perte mineure de la longueur des fibres, et d'un coefficient de diffusion plus faible.

## II- En matière de développement de la fibre

- Une tendance générale montre peu de changement au niveau de la masse linéique pendant tout le processus de fractionnement.
- Une autre tendance émerge où la masse linéique des fibres longues est fortement réduite, sans aucune contribution à l'amélioration de la liaison.
- Bien que la diminution de la grossièreté des fractions aurait pu expliquer les bons résultats de la liaison, grâce à ses impacts mécaniques tels que la délimitation et la fibrillation ultérieure, les résultats des tests et l'analyse graphique confirment le contraire. Ces mêmes analyses montrent que ces bons résultats ont été atteints grâce au fractionnement. Nous pensons que cette amélioration des résultats de liaison proviendrait d'autres impacts morphologiques plus probables. C'est peutêtre une indication que les fibres longues ont été légèrement déstructurées.
- Les fibres ont dû subir des micros fissures, conduisant à une fibrillation interne qui a augmenté leur flexibilité augmentant ainsi leur capacité de rétention d'eau et résultant en une amélioration de l'indice de traction. Ces modifications augmentent la flexibilité de la microstructure de la fibre et par conséquent, développent la zone de liaison. C'est ce qui en retour favorise la création de liaisons hydrogène

## III- En matière de délamination de la structure interne de la fibre

- L'utilisation d'une plus forte proportion de RBC tend à réduire la résistance à la traction à 100 mL de CSF, mais une certaine valeur intermédiaire a montré une meilleure réponse au raffinage.
- Le RBC semble bénéficier du fractionnement pour préserver une meilleure longueur des fibres et développer plus de liaison fibres longues que lorsque la pâte entière est raffinée à BC.
- Le RBC sur la fraction longue de fibres conduit à une délamination réduite comme indiqué par une masse linéique plus élevé, mais réduit proportionnellement l'impact sur la densité de la feuille.
- Le gain net reste en terme de réduction de l'énergie

• L'explication pourrait être qu'un plus grand nombre d'impacts ou l'intensité de la fibre à la barre des plaques de raffineurs de contact favoriseraient le délamination de la structure interne de la fibre.

#### **Bibliographie**

- Eriksen, O., and Hammar, L.-A. (2007). "Refining mechanisms and development of TMP properties in a low-consistency refiner". IMPC Proceedings, Minneapolis, MN, United states, TAPPI Press, 62-75.
- 2 Hammar, L.-Å., Htun, M., and Svensson, B. (1997). "A two-stage refining process to save energy for mechanical pulps". IMPC Proceedings, SPCI, Stockholm, Sweden, 257-262.
- 3 Corson, S.R., Wakelin, R.F., and Lloyd, M.D. (1995). "TMP Furnish Development Strategies for Contrasting Fibre Types", IMPC Proceedings, Ottawa, Canada, 189-195.
- Ouellet, D., Beaulieu, S., Roberts, N., Rompre, A., and Gooding, R. (2003).
   "Comparison of Slotted Screen and Hydrocyclone Fractionation Systems for the Manufacture of Newsprint TMP", IMPC Proceedings, Quebec, Canada, 21-32.
- 5 Sandberg, C., Nilsson, L., and Nikko, A. (1997). "Fibre fractionation A Way to Improve Paper Quality", IMPC Proceedings, Stockholm, Sweden, 167-171.
- Wakelin, R.F., Jackman, J. K., and Bawden, A.D. (1999). "Changes in Mechanical Pulp Fibre Cross-Sectional Dimension Distributions Caused by Screens, Hydrocyclones and Reject Refining", APPITA 53rd Annual Conference, Rotorua, New Zealand, 211-220.
- Sabourin M. (2007). "Minimizing TMP energy consumption of chip pre-treatment, RTS and multiple stage low consistency refining", IMPC Proceedings, TAPPI, Vol. 2, 839-893

- 8 Sabourin M., Antensteiner. P., and Luukkonen A. (2011). "Aggressive low consistency refining in thermomechanical pulping: energy consumption and fibre developmen", IMPC Proceedings, China Light Industry Press, Xi`an, China, 248-252.
- 9 Andersson S., and Sandberg, C. (2011). "Mill experiences from a 72" LC refiner at Holmen Paper Braviken mill", IMPC Proceedings, Xi'an, China, China Light Industry Press, 138-143.
- 10 Sandberg, A. (2011). "Low consistency refining of mechanical pulp- process conditions and energy efficiency", Department of natural Sciences, Licentiate of Technology, Mid Sweden University, SE-851 70 Sundsvall, Sweden
- 11 Sandberg, C., Sundström, L. and Nilsson, L. (2009). "Potential of Low Consistency Refining of TMP – Mill Evaluation", Proc. Intl. Mech. Pulping Conf., SPCI.
- 12 Wood, J.R., "Reject Refining", TECH 99 Mechanical Pulping (1999).
- 13 Klinga, N., Höglund, H. and Sandberg, C., "Energy Efficient High Quality CTMP for Paperboard", Intl. Mech. Pulping Conf., TAPPI (2007)
- 14 Ferluc, A., (2008), "Raffinage Optimal des Pâtes Thermomécaniques par Fractionnement", Université du Québec à Trois-Rivières, Thèse Doctorat, 328 pages.
- 15 Ämmälä, A., (2001), "Fractionation of Thermomechanical Pulp in Pressure Screening", University of Oulu, Doctoral Thesis, 107 Pages.

- Kohrs, M., Selder, H., (1991) "Fractionation Technology, Part 1. Applications for Fractionation Technology", in APPITA Annual Conference-Environment.: Leatherhead, UK. p. 43.
- 17 Lemrini, M.M., Lanouette, R., and Michaud, G. (2013). "Merging Interstage Fractionation & Low Consistency Advantages during TMP Refining Process: Energy consumption and Paper's Properties Improvement", PACWEST Conference Proceedings, Kamloops, BC, Canada, 6 pages.
- 18 Lemrini, M.M., Lanouette, R., and Michaud, G. (2014). "Merging Interstage Fractionation & Low Consistency Advantages during TMP Refining Process: The Fiber Developpent", IMPC Proceedings, Helsinki, Finland, 11 pages.
- 19 Sandberg C., Sundström, L., Andersson S. and Nelsson E. (2011). "New TMP line improves pulp quality and reduces energy consumption". IMPC Proceedings, Xi`an, China, p. 472-475
- Hafrén, J., Fernando, D., Gorski, D., Daniel, G., and Salomons, F.A. (2014).
   "Fiber- and fine fractions-derived effects on pulp quality as a result of mechanical pulp refining consistency". Wood Science and Technology 48(4), 737-753.
- 21 Luukkonen, A., J.A. Olson, and D.M. Martinez. (2009) "Predicting refiner gap and pulp quality in LC refining of mechanical pulp". in IMPC 2009. Sundsvall, Sweden, SPCI.
- Danforth, D.W. (1987). "Effect of Refining Parameters on Paper Properties".
  Paper Technol. Ind. 28(5): p. 547-548, 550, 553.

- 23 Poirier, D.M. and May W.D. (1990). "The measurement of pulp distribution and residence Time in a chip refiner". PPR. 799.
- 24 Miles, K.B., and Karnis A. (1991). "Response of Mechanical and Chemical Pulps to Refining". Tappi 74(1): p. 157-164.
- 25 Lanouette, R. (1993). "Raffinage de copeaux provenant de cuissons au bissulfite (procédé à très haut rendement): optimisation et modélisation". mémoire de maîtrise, UQTR, 156 pages.
- 26 Karnis, A., et al., (1986). "What Happens in Refining". Pulp and Paper Canada,.
  87(11): p. 54-59, 61-62.
- 27 Harkonen, E., et al. (1997). "A theoretical model for a TMP-refiner". in IMPC, Stockholm, Sweden.
- 28 Harkonen, E. (2003). "Fiber development in TMP main line". in IMPC, Québec, Canada.
- 29 Delisle, C. (2008). "Effets du contrôle de l'Intensité de raffinage sur les propriétés finales des pâtes et l'énergie totale consommée". mémoire de maîtrise., UQTR. p. 12.
- 30 Alami, R. (1997). "Impact of refining intensity on energy reduction in commercial refiners: Effect of primary-stage consistencyC. Tappi Journal **80(1)**: p. 185-192.
- 31 Bussiere, S., et al. (2007). "Mill scale development towards high-production, lowenergy TMP refining line". in IMPC, Minneapolis, MN, United States, TAPPI Press.
- 32 Forgacs, O.L. (1963). "The Characterisation of Mechanical Pulps". Pulp & Paper Mag. Can. 64(C): p. T89-T118.
- 33 Miles, K.B. and Omholt I. (2008). "The origin and control of pulp stress during high-consistency refining". Journal of Pulp and Paper Science 34(3): p. 169-173.
- 34 Ström, G., Carlsson, G. (1992). "Wetability of Kraft Pulps: Effect of Surface Composition and Oxygen Plasma Treatment". Journal of Adhesion Science and Technology, 6(6): p. 745-761.
- 35 Salmén L, et al. (1999). "Fundamentals of mechanical pulping", dans Mechanical Pulping, in Papermaking Science and Technology 5, G.J. Sundholm J. (Book editor), Paulapuro H. (Series editor), Editor, Fapet Oy, Helsinki.
- 36 Gorski D., Mörseburg, K., Johansson L. (2011). "Influence of process conditions and addition of chemicals on energy efficiency and development of spruce fibers in peroxide based ATMP refining". Nordic Pulp and Paper Research Journal,. 26(2): p. 232-247.
- Johansson, L., et al. (2011). "Improvement of energy efficiency in TMP refining by selective wood disintegration and targeted application of chemicals". Nordic Pulp and Paper Research Journal 26(1)(1): p. 31-46.
- 38 Hammar L.-Å., Salmen, L., Sandberg C. and Sundström L. (2009). "The effect of process conditions on pulp quality development in low consistency refining of mechanical pulp – TMP", Proc. in IMPC, Sundsvall, Sweden.
- 39 Gorski D., A.L., M. Sabourin., James Olson. (2012). "Two-stage low-consistency refining of mechanical pulp". APPITA 65(3)(3): p. 244-249.
- 40 Karnis, A. (1997). "Pulp Fractionation by Fibre Characteristics Paperi ja Puu-Paper and Timber". **79(7)**: p. 480-482, 484-486, 488.



- Halonen, L., Ljokkoi, R. (1989). "Improved Screening Concepts", in TAPPI Pulping Conference, Atlanta, USA, p. 61-66.
- 42 Le Blanc, P.E. (1977). "Screening Technology and Methods". Tappi Journal,.60(10): p. 61-62.
- 43 Sloane, C.M. (1999). "Kraft Pulp Processing Pressure Screen Fractionation", in APPITA 53rd Annual General Conference, Rotorua, New Zealand, p. 221-227.
- 44 Wakelin, R.F. and S.R. Corson (1995) "TMP Long Fibre Fractionation with Pressure Screens", in IMPC, Ottawa, Canada. p. 257-265.
- 45 Pimley, J.J. (1999). "Fractionation of Recycled Paper and Board", in Appita Conference, p. 795-801.
- Marko, J.J., Friberg, T., Smith, J., Beck, D. (1998). "Fractionation of Mixed OfficeWaste Part 1", in Recycling Symposium, New Orleans, USA. p. 389-394.
- Hautala J., H.I., Jussila T., Pitkänen M. (1999). "Screening and Cleaning, Mechanical Pulping", in Papermaking Science and Technology 5, G.J. Sundholm J. (Book editor), Paulapuro H. (Series editor), Editor. Fapet Oy, Helsinki.
- Yu, C.J., DeFoe, R.J. (1994). "Fundamental study of screening hydraulics, Part 1: Flow Patterns at the Feed-Side Surface of Screen Baskets; Mechanism of Fiber-Mat Formation and Remixing". Tappi Journal,. 77(9): p. 119-124.
- 49 Ferluc, A. (2008) "Raffinage Optimal des Pâtes Thermomécaniques par Fractionnement", Université du Québec à Trois-Rivières, Thèse Doctorat. p. 328 pages.

- 50 Ämmälä, A. (2001) "Fractionation of Thermomechanical Pulp in Pressure Screening", University of Oulu, Doctoral Thesis. p. 107 Pages.
- 51 Duffy, G.G. (1999). "Increasing Profit through Selective Fiber Treatment", in APPITA 53rd Annual General Conference.: Rotorua, New Zealand. p. 205-209.
- 52 Vinson, K., Byrd, M., Jameel, H., Chang, H.-M., Venditti, R., Heitmann, J., Kirkman, A. (2001) "Fiber Fractionation of Mixed Office Waste for Production of Value-added Products", in TAPPI Pulping Conference.: Seattle, USA. p. 1116-1129.
- 53 Abubakr, S.M., Scott, G.M., Klungness, J.H. (1995) "Fiber, Fractionation as a Method of Improving Handsheet Properties after Repeated Recycling". Tappi Journal, 78(5): p. 123-126.
- 54 Mayovsky, J., (1998) "Fractionation of OCC, in How can it help you?", Recycling Symposium. New Orleans, USA. p. 407-416.
- 55 Vollmer, H., Fredlund, M. (1999) "Fibre Fractionation for Quality Improvement of Multiply Paper". in 5th International Paper and Board Industry Conference. Vienna, Austria.
- 56 Tubek-Lindblom, A., Salmén, L., (2002). "Wood Containing Multi-ply Paper-Improved Properties", in 7th International Conference on New Available Technologies.: Stockholm, Sweden. p. 169-172.
- 57 Vinson, K.D., (1996) "Method for Producing a Cellulose Pulp of Selected Fiber Length and Coarseness by a Two-Stage Fractionation",

- 58 Olson, J.A., Allison, B.J., Freisen, T., Peters, C.,(2001) "Fibre Fractionation for High Porosity Sack Kraft". Tappi Journal, 2001. 84(6): p. 1-10.
- 59 Hoydahl, H.E., Dahlqvist, G., (1997) "The Dual Demand on Fibres in SC Papers", in IMPC. 1997: Stockholm, Sweden. p. 337-344.
- 60 Shagaev, O., Bergström, B., (2005) "Advanced Process for Production of High Quality Mechanical Pulps for Value-added Grades", in IMPC. 2005: Oslo, Norway. p. 169-179.
- 61 El-Sharkawy, K., Rousu, P., Haavisto, S., Paulapuro, H., "Control of Bagasse Pulp Quality by Fractionation and Refining". Appita Journal. **60(5)**: p. 404-409, 415.
- 62 Ferluc, A., Lanouette, R., Bousquet, J. P., Bussières, S. (2007) "Optimum Refining of TMP Pulp by Fractionation after the First Refining Stage", International Mechanical Pulping Conference, Minneapolis, USA, CD-ROM, 11 Pages
- 63 Zha, Q., Ferluc, A., Lanouette, R., Law, K.N., Bousquet, J-P., Bussières, S., (2009) "Selective Refining of TMP Long Fibre Fractions", International Mechanical Pulping Conference, Sundsvall, Sweden, pp132-136.
- 64 Mou, H., Iamazaki, E., Zhan, H., Orblin, E., and Fardim, P. (2013). "Advanced studies on the topochemistry of softwood fibres in low-consistency refining as analyzed by FE-SEM, XPS, and ToF-SIMS," BioResources 8(2), 2325-2336.
- 65 Gorski, D., Mörseburg, K., Olson, J., Luukkonen, A. (2012). "Fibre and fines quality development in pilot scale high and low consistency refining of ATMP," Nordic Pulp & Paper Research Journal 27(5), 872-881.

66 Marton, R., and Robie, J. D. (1969). "Characterization of mechanical pulps by a settling technique," TAPPI Journal 52(12), 2400-2406.