

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DE L'ENCHEVÊTREMENT ET DE L'EFFICACITÉ  
DE L'OXYDE DE POLYÉTHYLÈNE UTILISÉ  
COMME AGENT DE RÉTENTION SUR DES MACHINES À PAPIER

ALAIN HERMANN  
DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES  
(GÉNIE CHIMIQUE)  
JUILLET 2004



Library and  
Archives Canada

Published Heritage  
Branch

395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

Bibliothèque et  
Archives Canada

Direction du  
Patrimoine de l'édition

395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

*Your file    Votre référence*

*ISBN: 978-0-494-48922-2*

*Our file    Notre référence*

*ISBN: 978-0-494-48922-2*

#### NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

#### AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

---

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

ÉTUDE DE L'ENCHEVÊTREMENT ET DE L'EFFICACITÉ DE L'OXYDE DE  
POLYÉTHYLÈNE UTILISÉ COMME AGENT DE RÉTENTION SUR DES  
MACHINES À PAPIER

présenté par : HERMANN Alain

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. DUBOIS Charles, Ph.D, président

M. PERRIER Michel, Ph.D, membre et directeur de recherche

M. PARIS Jean René, Ph.D, membre et codirecteur de recherche

M. ROCHE Alain, Ph.D, membre

*À Bertrand et à ses proches*

## REMERCIEMENTS

Au moment d'écrire les dernières lignes de ce mémoire, il convient de remercier les nombreuses personnes qui m'ont aidé pendant ce projet très enrichissant, varié, et même quelque peu itinérant, de Masson-Angers à Trois-Rivières en passant par Montréal :

- Mon directeur de recherche Michel Perrier et mon codirecteur Jean Paris, qui m'ont accueilli et proposé de participer au «projet PEO» et qui m'ont guidé dans les étapes importantes du projet.
- Fero Bednár pour sa créativité (sans elle, le chapitre 5 de ce mémoire n'aurait sans doute pas existé...) et sa rigueur au plan expérimental et dans la présentation des résultats.
- Theo van de Ven pour son implication dans le projet et ses explications sur la physico-chimie de la partie humide.
- Le personnel d'E.Q.U.I.P. International et en particulier Dave Aston, Pierre Langevin, Alain Gauthier, Joseph Vu et Jean-François Naud.
- Le personnel de Papier-Masson Limitée et en particulier Bernard Lupien, Eric Lauzon, Danielle Major, Tim Lean et son équipe et les techniciens du laboratoire.
- L'équipe du CSPP de Trois-Rivières : Jean Paradis, pour sa collaboration (y compris pendant de longues conversations téléphoniques...), Jenny, Isabelle, Albert, Daniel et Bernard pour leur précieux savoir-faire.
- Louise Bernier, pour son efficacité, sa gentillesse et nos nombreuses discussions sur les beautés de la nature québécoise.
- Colleen, Loisa, Christopher et Byoung-Uk, du Centre de Recherche en Pâtes et Papiers de McGill.
- Zoé pour nos discussions sur le PEO et de nombreux autres sujets...
- Mes compagnons actuels et passés du pavillon Aisenstadt : Andrea, Andréane, Anna, David, Fatiha, François, Hughes, JJ, Monica, Vanessa, Xevi, William.
- Astrid, Eric, les membres de la "gang" et tous ceux dont j'ai croisé le chemin, pour m'avoir accompagné dans les joies et les peines tout au long de mon séjour à Montréal.

## RÉSUMÉ

La quantité de particules fines retenues sur la feuille de papier est un paramètre essentiel de la fabrication du papier, car les fines améliorent les propriétés optiques et mécaniques de la feuille. De plus, une rétention constante des fines permet de stabiliser l'opération de la partie humide de la machine à papier. L'oxyde de polyéthylène (PEO) est un polymère synthétique neutre de haut poids moléculaire et est utilisé comme agent de rétention en compagnie d'un cofacteur. Si le PEO est efficace dans des milieux contaminés, il se désenchevêtre sous l'effet du cisaillement, ce qui diminue sa capacité à flocculer les fines. Un capteur mesurant la perte de charge d'une solution de PEO passant au travers d'un capillaire a été développé et permet d'estimer indirectement la taille des enchevêtrements du PEO en solution. Des expériences sur un formeur à double-toile de laboratoire ont montré une bonne corrélation entre la perte de charge du PEO et la rétention des fines.

Un des objectifs était d'étudier l'effet de l'état d'enchevêtrement du PEO sur la rétention des fines sur deux types de machines à papier, une machine pilote à faible vitesse et une machine industrielle rapide, et de comparer cet effet avec celui d'autres variables importantes de la partie humide. L'autre objectif était de suivre l'évolution de l'état d'enchevêtrement du PEO au cours de son procédé industriel de fabrication afin d'optimiser l'état d'enchevêtrement du PEO injecté dans la pâte.

Dans un premier temps, des tests ont été menés sur la machine à papier pilote de type Fourdrinier du Centre Spécialisé en Pâtes et Papiers (Trois-Rivières, QC). Sur cette machine à faible vitesse, des perturbations de type échelon sur 3 variables de la partie humide (état d'enchevêtrement du PEO, dosage du PEO et ratio CF-PEO) ont été réalisées. Les consistances de l'eau blanche et de la caisse d'arrivée, ainsi que les propriétés optiques et mécaniques du papier ont été mesurées. Les résultats reproductibles ont montré que le PEO enchevêtré retient environ 15% de fines de plus

que le PEO désenchevêtré et que l'augmentation du ratio CF-PEO permet d'augmenter la rétention des fines sans trop affecter la formation de la feuille. Les variations dynamiques de la consistance de l'eau blanche ont été enregistrées et identifiées avec des fonctions de transfert du premier ordre. Les dynamiques observées sont en bon accord avec celles obtenues par une simulation dynamique de la partie humide conçue à partir de bilans de masse.

Ensuite, la variabilité de la perte de charge du PEO injecté dans la pâte d'une usine de papier journal a été enregistrée en continu par le capteur de perte de charge du PEO. Des variations d'amplitude d'environ 20% ont été observées et peuvent être dues à des inhomogénéités de l'état d'enchevêtrement du PEO dans le réservoir de stockage. Une partie des fluctuations de la perte de charge du PEO ont ensuite été comparées avec celles du débit de PEO et de cassés. Un modèle numérique dynamique décrivant les variations de la consistance de l'eau blanche a ensuite été créé et validé. Les fonctions de transfert obtenues montrent que l'effet de l'enchevêtrement du PEO sur la consistance de l'eau blanche est assez faible par rapport aux 2 autres variables (de l'ordre de 10%) mais non négligeable.

Enfin, des échantillons de solution de PEO ont été prélevés à différents points du procédé industriel de fabrication et mesurés par le capteur de perte de charge du PEO. Quatre séries de tests ont été effectuées à différentes périodes de l'année (à différentes températures et avec différents lots de polymère). Il a été observé que la perte de charge du PEO diminuait de manière significative entre la dissolution des granules de PEO et l'injection du PEO dans la pâte. L'analyse détaillée de l'effet des différentes étapes du procédé a montré que la pompe d'injection et, à un degré moindre, la pompe de transfert, étaient les principaux facteurs du désenchevêtrement du PEO, alors que le temps de mélange dans le réservoir de dissolution et le temps de résidence dans le réservoir de stockage ne semblent pas affecter de manière significative l'état d'enchevêtrement du PEO.

## ABSTRACT

The retention of the fines particles on the paper sheet is a crucial parameter in papermaking, because fines improve the optical and mechanical properties of the paper. Moreover, a constant fines retention value contributes to the stabilization of the wet-end and to the runnability of the paper machine. Polyethylene oxide (PEO), a synthetic neutral polymer with a high molecular weight, is used as a retention aid with a cofactor. While PEO is efficient in contaminated systems, it disentangles under the effect of shear, which decreases its ability to flocculate fines. An experimental sensor that measures the pressure drop of a PEO solution passing through a capillary has been developed and gives an indirect indication of the size of the PEO entanglements. Experiments on a laboratory twin-wire former have shown a good correlation between PEO pressure drop and fines retention.

One of the objectives of the study was to investigate the effect of PEO state of entanglement on fines retention on two types of paper machines, a slow pilot paper machine and a fast industrial machine, and to compare it with the influence of other important wet-end variables. The other goal was to monitor the evolution of the PEO state of entanglement along its industrial makedown process in order to optimize the PEO state of entanglement when it is injected to the pulp.

Trials have been performed on the Fourdrinier-type pilot paper machine of the Centre Spécialisé en Pâtes et Papiers (Trois-Rivières, QC). Steps changes have been made on 3 wet-end variables (PEO state of entanglement, PEO dosage and CF-PEO ratio). Headbox and whitewater consistencies have been measured, along with optical and mechanical properties of the paper. Reproducible results have shown that the fines retention is about 15% higher with entangled PEO than with disentangled PEO and that increasing the CF-PEO ratio leads to an increase of fines retention without harming significantly the sheet formation. Dynamic variations of the whitewater consistency

have been recorded and identified with first order transfer functions. Whitewater consistencies obtained using a dynamic simulation based on mass balances fit well with real values.

Subsequently, the variability of the PEO pressure drop prior to its injection to the pulp in a newsprint mill has been recorded online with the PEO pressure drop sensor. Fluctuations with a 20% amplitude have been observed and might be due to PEO entanglement inhomogeneities in the storage tank. A part of these variations have then been compared with those of the broke flow and the polymer flow. A dynamic numerical model that describes the variations of the whitewater consistency has been created and validated. The obtained transfer functions have shown that the effect of PEO entanglement on whitewater consistency is quite small compared to the influence of the other variables (about 10%) but cannot be neglected.

Finally, PEO samples have been taken at several points of its industrial makedown process and have been measured with the PEO pressure drop sensor. Four series of tests have been performed at several periods of the year (at different temperatures and different batches of PEO granules). It has been observed that the PEO pressure drop decreased significantly between the dissolution of the PEO granules and the PEO injection into the pulp. A detailed investigation of the effect of the various process units on PEO disentanglement have shown that the injection pump and, to a lesser extent, the transfer pump, are the main factors of PEO disentanglement. On the other hand, the mixing time in the dissolution tank and the residence time in the storage tank don't seem to affect the PEO state of entanglement in a significant way.

## TABLE DES MATIÈRES

|                                                                                   |      |
|-----------------------------------------------------------------------------------|------|
| DÉDICACE .....                                                                    | iv   |
| REMERCIEMENTS.....                                                                | v    |
| RÉSUMÉ .....                                                                      | vi   |
| ABSTRACT .....                                                                    | viii |
| TABLE DES MATIÈRES .....                                                          | x    |
| LISTE DES TABLEAUX .....                                                          | xiii |
| LISTE DES FIGURES .....                                                           | xiv  |
| LISTE DES ANNEXES .....                                                           | xvi  |
| LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....                                            | xvii |
| CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....                                                      | 1    |
| 1.1 Problématique .....                                                           | 1    |
| 1.2 Objectifs de l'étude.....                                                     | 2    |
| 1.3 Résumé de la méthodologie.....                                                | 3    |
| 1.4 Organisation du mémoire .....                                                 | 3    |
| CHAPITRE 2 CADRE GÉNÉRAL DE L'ÉTUDE .....                                         | 6    |
| 2.1 Présentation de l'industrie papetière.....                                    | 6    |
| 2.2 La composition du papier .....                                                | 6    |
| 2.3 Les grandes étapes de la fabrication du papier .....                          | 8    |
| 2.4 Importance de la partie humide de la machine à papier et de la rétention..... | 9    |
| CHAPITRE 3 REVUE DE LITTÉRATURE .....                                             | 11   |
| 3.1 Les agents de rétention .....                                                 | 11   |
| 3.2 Propriétés générales du PEO .....                                             | 12   |
| 3.3 Les mécanismes de floculation du PEO dans la fabrication du papier .....      | 13   |
| 3.4 Avantages du PEO .....                                                        | 14   |
| 3.5 Désenchevêtrement et perte d'efficacité du PEO .....                          | 15   |
| 3.6 La modélisation de la rétention.....                                          | 15   |
| 3.7 Les stratégies de contrôle de la partie humide .....                          | 16   |

|                                                                                                                            |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| CHAPITRE 4 EFFET DE L'ENCHEVÊTREMENT DU PEO SUR LA PARTIE HUMIDE D'UNE MACHINE À PAPIER PILOTE.....                        | 18 |
| 4.1 Introduction.....                                                                                                      | 18 |
| 4.2 Conditions expérimentales.....                                                                                         | 19 |
| 4.2.1 Description du procédé.....                                                                                          | 19 |
| 4.2.2 Techniques de mesure.....                                                                                            | 20 |
| 4.2.3 Matières premières utilisées .....                                                                                   | 21 |
| 4.2.4 Expériences préliminaires.....                                                                                       | 22 |
| 4.2.5 Plan expérimental .....                                                                                              | 24 |
| 4.3 Résultats et discussion .....                                                                                          | 26 |
| 4.3.1 Conditions d'opération .....                                                                                         | 26 |
| 4.3.2 Valeurs de la rétention de première passe à l'état stationnaire.....                                                 | 27 |
| 4.3.3 Rétention des fines.....                                                                                             | 29 |
| 4.3.4 Effets des variables de la partie humide sur les propriétés finales du papier .                                      | 33 |
| 4.3.5 Étude des variations dynamiques de la consistance de l'eau blanche .....                                             | 40 |
| 4.3.6 Simulation dynamique de la partie humide .....                                                                       | 47 |
| 4.4 Conclusions.....                                                                                                       | 52 |
| 4.4.1 Récapitulatif des résultats obtenus.....                                                                             | 52 |
| 4.4.2 Restrictions de l'étude.....                                                                                         | 53 |
| 4.4.3 Perspectives pour de futures expériences .....                                                                       | 53 |
| CHAPITRE 5 VARIABILITÉ ET EFFET DE L'ÉTAT D'ENCHEVÊTREMENT DU PEO SUR LA PARTIE HUMIDE D'UNE MACHINE À PAPIER INDUSTRIELLE | 55 |
| 5.1 Présentation.....                                                                                                      | 55 |
| 5.2 Introduction.....                                                                                                      | 56 |
| 5.3 Méthodologie.....                                                                                                      | 57 |
| 5.3.1 Conditions expérimentales.....                                                                                       | 57 |
| 5.3.2 Principe général de l'identification de procédé.....                                                                 | 62 |
| 5.3.3 Choix des variables et des ensembles de données .....                                                                | 62 |
| 5.3.4 Type de modèle utilisé.....                                                                                          | 65 |

|                                                                                              |                                                                              |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|----|
| 5.3.5                                                                                        | Critères de choix du modèle .....                                            | 66 |
| 5.4                                                                                          | Résultats et discussion .....                                                | 67 |
| 5.4.1                                                                                        | Variations de la perte de charge du PEO au cours du temps .....              | 67 |
| 5.4.2                                                                                        | Obtention du modèle.....                                                     | 69 |
| 5.4.3                                                                                        | Analyse du modèle .....                                                      | 72 |
| 5.5                                                                                          | Conclusions.....                                                             | 74 |
| 5.5.1                                                                                        | Récapitulatif des résultats obtenus.....                                     | 74 |
| 5.5.2                                                                                        | Limitations de l'étude .....                                                 | 74 |
| CHAPITRE 6 ÉTUDE DE L'ENCHEVÊTREMENT DU PEO DANS SON PROCÉDÉ INDUSTRIEL DE PRÉPARATION ..... |                                                                              | 76 |
| 6.1                                                                                          | Présentation.....                                                            | 76 |
| 6.2                                                                                          | Introduction.....                                                            | 77 |
| 6.3                                                                                          | Méthodologie .....                                                           | 78 |
| 6.3.1                                                                                        | Description du procédé .....                                                 | 78 |
| 6.3.2                                                                                        | Procédure d'échantillonnage et de mesure .....                               | 79 |
| 6.3.3                                                                                        | Procédure de mesure en continu .....                                         | 80 |
| 6.4                                                                                          | Résultats et discussion .....                                                | 81 |
| 6.4.1                                                                                        | Évolution de l'état d'enchevêtrement au cours du procédé de fabrication..... | 81 |
| 6.4.2                                                                                        | Analyse des unités du procédé.....                                           | 82 |
| 6.4.3                                                                                        | Variations de l'enchevêtrement du PEO au point d'injection .....             | 88 |
| 6.5                                                                                          | Conclusions.....                                                             | 89 |
| CHAPITRE 7 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS.....                                               |                                                                              | 90 |
| 7.1                                                                                          | Conclusions des résultats obtenus .....                                      | 90 |
| 7.2                                                                                          | Recommandations et perspectives .....                                        | 92 |
| RÉFÉRENCES .....                                                                             |                                                                              | 94 |
| ANNEXES.....                                                                                 |                                                                              | 99 |

## LISTE DES TABLEAUX

|                                                                                                                |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Tableau 4.1 : Expériences de PDA .....                                                                         | 22  |
| Tableau 4.2 : Plan expérimental du premier jour de tests.....                                                  | 25  |
| Tableau 4.3 : Plan expérimental du second jour de tests .....                                                  | 25  |
| Tableau 4.4 : Valeurs extrêmes des paramètres d'opération .....                                                | 26  |
| Tableau 4.5 : Mesures optiques et gravimétriques de la fraction de fines dans la pâte..                        | 30  |
| Tableau 4.6 : Fonctions de transfert obtenues par la méthode d'identification .....                            | 45  |
| Tableau 5.1 : Caractéristiques des fonctions de transfert obtenues .....                                       | 72  |
| Tableau A.1 : Mesures de perte de charge du PEO à Trois-Rivières .....                                         | 100 |
| Tableau A.2 : Mesures des consistances en laboratoire .....                                                    | 101 |
| Tableau A.3 : Mesures en ligne des propriétés de la feuille et du débit de pâte.....                           | 102 |
| Tableau A.4 : Propriétés optiques et mécaniques des échantillons de papier (1 <sup>er</sup> j.)....            | 102 |
| Tableau A.5 : Prop.optiques et mécaniques des échantillons de papier (2 <sup>eme</sup> j.-1 <sup>ère</sup> p.) | 103 |
| Tableau A.6 : Prop.optiques et mécaniques des échantillons de papier (2 <sup>eme</sup> j.-2 <sup>ème</sup> p.) | 104 |
| Tableau C.1 : Feuille d'observation (23 avril 2003).....                                                       | 114 |
| Tableau C.2 : Feuille d'observation (24 avril 2003).....                                                       | 115 |
| Tableau C.3 : Feuille d'observation (25 avril 2003).....                                                       | 116 |
| Tableau C.4 : Feuille d'observation (20 août 2003).....                                                        | 117 |
| Tableau C.5 : Feuille d'observation (21 août 2003).....                                                        | 117 |
| Tableau C.6 : Feuille d'observation (22 août 2003).....                                                        | 118 |
| Tableau C.7 : Feuille d'observation (6 Octobre 2003).....                                                      | 119 |
| Tableau C.8 : Feuille d'observation (23 février 2004) .....                                                    | 120 |
| Tableau C.9 : Feuille d'observation (24 février 2004) .....                                                    | 121 |

## LISTE DES FIGURES

|                                                                                          |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 4.1 : Schéma simplifié de la machine à papier pilote.....                         | 21 |
| Figure 4.2 : Perte de charge du PEO vs. débit de la pompe Moyno.....                     | 23 |
| Figure 4.3 : Rétention de première passe et indice de formation (première journée) ....  | 27 |
| Figure 4.4 : Rétention de première passe et indice de formation (deuxième journée) ...   | 29 |
| Figure 4.5 : Rétention des fines en fonction du dosage et de l'enchevêtrement du PEO     | 31 |
| Figure 4.6 : Rétention des fines en fonction du ratio CF-PEO et de l'état du PEO. ....   | 32 |
| Figure 4.7 : Formation de la feuille en fonction de la rétention de première passe.....  | 33 |
| Figure 4.8 : Effets comparés du dosage de PEO et du ratio CF-PEO sur la formation..      | 35 |
| Figure 4.9 : Relation entre indice de formation et longueur de rupture sens machine ...  | 36 |
| Figure 4.10:Relation entre l'indice de formation et l'indice d'éclatement.....           | 36 |
| Figure 4.11:Effet de l'enchevêtrement et du dosage de PEO sur le grammage .....          | 38 |
| Figure 4.12:Effet du dosage et de l'enchevêtrement du PEO sur la brillance .....         | 39 |
| Figure 4.13:Courbe de calibration du capteur KajaaniRMI, deuxième jour de tests .....    | 40 |
| Figure 4.14:Réponse de la consistance de l'eau blanche à un échelon .....                | 42 |
| Figure 4.15:Variations de la consistance de l'eau blanche (1 <sup>ère</sup> partie)..... | 43 |
| Figure 4.16:Variations de la consistance de l'eau blanche (2 <sup>ème</sup> partie)..... | 43 |
| Figure 4.17:Représentation simplifiée de la partie humide .....                          | 47 |
| Figure 4.18:Schéma de la simulation Simulink.....                                        | 50 |
| Figure 4.19:Consistances réelles et simulées, 1 <sup>ère</sup> partie .....              | 51 |
| Figure 4.20:Consistances réelles et simulées, 2 <sup>ème</sup> partie .....              | 51 |
| Figure 5.1 : Schéma du capteur de perte de pression du PEO.....                          | 58 |
| Figure 5.2 : Photo du capteur de perte de charge du PEO.....                             | 59 |
| Figure 5.3 : Schéma du montage expérimental .....                                        | 60 |
| Figure 5.4 : Vue d'une partie du montage expérimental (sans le capteur).....             | 60 |
| Figure 5.5 : Principe de l'identification de procédé .....                               | 62 |
| Figure 5.6 : Premier ensemble de données (création du modèle).....                       | 64 |
| Figure 5.7 : Deuxième ensemble de données (validation du modèle).....                    | 64 |

|                                                                                          |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figure 5.8 : Principe du choix du modèle.....                                            | 66 |
| Figure 5.9 : Variations de la perte de charge du PEO (1 <sup>ère</sup> expérience) ..... | 67 |
| Figure 5.10: Variations de la perte de charge du PEO (1 <sup>ère</sup> expérience) ..... | 68 |
| Figure 5.11:Création du modèle .....                                                     | 69 |
| Figure 5.12:Validation du modèle .....                                                   | 70 |
| Figure 5.13:Corrélation croisée entre les entrées et l'erreur sur la consistance .....   | 71 |
| Figure 6.1 : Procédé industriel de préparation du PEO .....                              | 78 |
| Figure 6.2 : Schéma du procédé et des points d'échantillonnage.....                      | 79 |
| Figure 6.3 : Désenchevêtrement du PEO en fonction du point d'échantillonnage.....        | 81 |
| Figure 6.4 : Effet du temps de mélange .....                                             | 82 |
| Figure 6.5 : Effet de la pompe à diaphragme.....                                         | 83 |
| Figure 6.6 : Perte de charge du PEO à la sortie du réservoir de stockage .....           | 84 |
| Figure 6.7 : Perte de charge du PEO au niveau de la pompe d'injection .....              | 86 |
| Figure 6.8 : Corrélation entre perte de charge du PEO et débit de polymère.....          | 86 |
| Figure 6.9 : Effet du filtre sur la perte de charge du PEO .....                         | 88 |

## LISTE DES ANNEXES

|      |                                                                               |     |
|------|-------------------------------------------------------------------------------|-----|
| A.   | Expériences sur la machine pilote de Trois-Rivières .....                     | 99  |
| A.1. | Procédure de préparation du PEO.....                                          | 99  |
| A.2  | Données sur la partie humide et les propriétés du papier produit.....         | 100 |
| A.3  | Fichier MATLAB utilisé pour l'identification des fonctions de transfert ..... | 104 |
| A.4  | Fichiers MATLAB utilisés comme «s-fonctions » dans la simulation.....         | 105 |
| B.   | Modélisation dynamique de la partie humide d'une machine industrielle .....   | 109 |
| B.1  | Filtration des fluctuations de l'état d'enchevêtrement du PEO .....           | 109 |
| B.2  | Obtention des fonctions de transfert discrètes .....                          | 110 |
| C.   | Etude du procédé industriel de fabrication du PEO.....                        | 113 |
| C.1  | Première série de tests (23-25 avril 2003) .....                              | 113 |
| C.2  | Deuxième série de tests (20-22 août 2003).....                                | 117 |
| C.3  | Troisième série de tests (6 Octobre 2003) .....                               | 119 |
| C.4  | Quatrième série de tests (23-24 février 2004) .....                           | 120 |

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

|                       |                                                                                                       |
|-----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| PEO                   | oxyde de polyéthylène                                                                                 |
| FAO                   | Food and Agriculture Organization (dépendant des Nations Unies)                                       |
| FPR                   | First Pass Retention (Rétention de première passe) [%]                                                |
| PTM                   | Pâte Thermo-Mécanique                                                                                 |
| DDJ                   | Dynamic Drainage Jar                                                                                  |
| $\theta$              | Fraction de la surface de la fibre couverte de PEO                                                    |
| $\delta_p$            | épaisseur de la couche de polymère adsorbé                                                            |
| $\delta_{el}$         | épaisseur de la couche de répulsion électrique                                                        |
| DCS                   | Matières colloïdales dissoutes                                                                        |
| MPC                   | Commande Prédictive                                                                                   |
| $\mu\text{eq/L}$      | concentration de polyélectrolyte chargé positivement nécessaire pour annuler la charge de la solution |
| $C_{EB}$              | consistance de l'eau blanche [%]                                                                      |
| $C_{CA}$              | consistance de la caisse d'arrivée [%]                                                                |
| ROD                   | Relative Optical Density                                                                              |
| $\text{g/t}$          | masse de granules de PEO [g] par masse de fibres dans la pâte séchée au four [t]                      |
| $m_{\text{fibres}}$   | masse de fibres séchées au four dans l'échantillon                                                    |
| $C_{\text{solution}}$ | consistance totale de la solution [g/L]                                                               |
| $V_{\text{sol}}$      | volume de la solution [L]                                                                             |
| % num.                | fraction numérique de fines                                                                           |
| % mass.               | fraction massique de fines                                                                            |
| $f_{\text{fines EB}}$ | fraction massique de fines dans l'eau blanche [%]                                                     |
| $f_{\text{fines CA}}$ | fraction massique de fines dans la caisse d'arrivée [%]                                               |
| $\text{g/m}^2$        | poids de la feuille de papier [g] par unité de surface [ $\text{m}^2$ ]                               |

|                  |                                                                                |
|------------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| $y$              | variable de sortie : consistance de l'eau blanche                              |
| $u$              | variable manipulée: état d'enchevêtrement du PEO, dosage de PEO, ratio CF-PEO. |
| $K$              | gain à l'état stationnaire                                                     |
| $\tau$           | constante de temps                                                             |
| $\theta$         | retard dans le procédé                                                         |
| $s$              | variable dans l'espace de Laplace                                              |
| DCS              | Distributed Control System:                                                    |
| PI               | Process Information                                                            |
| $X$              | variable non filtrée                                                           |
| $Y$              | variable filtrée                                                               |
| $z$              | variable de la transformée de Laplace discrète                                 |
| $\Delta t$       | période d'échantillonnage                                                      |
| $\tau$           | constante de temps                                                             |
| $q$              | opérateur de décalage reliant 2 valeurs consécutives d'une variable            |
| $cons_{EB}$      | consistance de l'eau blanche [%]                                               |
| $\Delta P$       | perte de charge du PEO [kPa]                                                   |
| $pol$            | débit de PEO concentré [L/min]                                                 |
| $cas$            | débit de cassés [kL/min]                                                       |
| indice $_0$      | valeur initiale du set de données                                              |
| $H$              | fonction de transfert                                                          |
| $a_{ij}, b_{ij}$ | coefficients numériques des fonctions de transfert                             |
| $N_{ki}$         | retard dans le procédé [sans dim.]                                             |
| $N$              | nombre d'éléments dans le set de données                                       |
| $y_s$            | valeur simulée de la consistance de l'eau blanche [%]                          |
| $y_r$            | valeur réelle de la consistance de l'eau blanche [%]                           |
| $R^2$            | coefficient de corrélation [%]                                                 |
| $p$              | pôle de la fonction de transfert                                               |

|               |                   |
|---------------|-------------------|
| $M_w$         | poids moléculaire |
| Rés.          | réservoir         |
| HP            | haute pression    |
| BP            | basse pression    |
| av.dev. et AD | écart moyen       |

## CHAPITRE 1 INTRODUCTION

### 1.1 Problématique

Dans un contexte économique de plus en plus concurrentiel, les entreprises du secteur des pâtes et papiers cherchent à produire en quantité de plus en plus importante du papier de meilleure qualité possible. Ces 2 exigences nécessitent une opération de la machine à papier la plus performante et la plus stable possible. Au cours des dernières années, la stabilisation de la partie humide de la machine à papier a été identifiée comme essentielle au bon fonctionnement de la machine à papier et cette stabilité passe en particulier par le contrôle de la quantité de petites particules (fines et charges minérales) retenues dans la feuille de papier à l'aide de composés chimiques nommés agents de rétention. L'oxyde de polyéthylène (PEO), un polymère synthétique de haut poids moléculaire soluble dans l'eau, est un agent de rétention efficace, en particulier dans des systèmes contaminés (Lawrence et al, 1999). Toutefois, des études précédentes en laboratoire (Abdallah, 2002 et Bednár et al, 2003) ont montré que sous l'effet d'un cisaillement, le PEO se désenchevêtre, perdant ainsi une partie de sa capacité à flocculer et à retenir les fines. Un capteur expérimental de perte de charge du PEO dans un capillaire a été mis au point (Bednár et al, 2002) afin de déterminer de manière indirecte la taille des enchevêtrements de PEO et ainsi l'efficacité du PEO à retenir les fines.

En milieu industriel, le PEO est livré sous forme de granules, avant d'être mis en solution pour être injecté à la pâte. Une précédente étude (Brine et al, 1992) a montré, à partir de mesures en laboratoire de viscosité du PEO et de rétention des fines, que la viscosité du PEO diminuait au cours des différentes étapes de son procédé de dissolution, entraînant ainsi une baisse de son efficacité comme agent de rétention.

## 1.2 Objectifs de l'étude

Les observations réalisées au cours des études précédentes laissent envisager que le suivi et le contrôle de l'état d'enchevêtrement du PEO en milieu industriel pourraient contribuer à optimiser l'utilisation du PEO comme agent de rétention et à stabiliser la partie humide. Cette hypothèse constitue la trame de la présente étude.

Le premier objectif était d'abord d'observer si l'effet de l'état d'enchevêtrement du PEO sur la rétention des fines, constaté à l'échelle du laboratoire, se confirmait sur une machine à papier pilote. La machine considérée est plus petite et plus lente qu'une machine commerciale, ce qui permet d'étudier la physico-chimie de la partie humide. Ces expériences avaient également pour but d'observer les effets de l'enchevêtrement du PEO sur les propriétés finales du papier produit, ce qui n'avait pas encore pu être fait au cours des études précédentes en laboratoire.

La seconde étape de l'étude a été réalisée dans le cadre de l'usine de papier journal Papier Masson Limitée (Masson Angers, QC) qui utilise le système PEO-Cofacteur comme agent de rétention. Les effets hydrodynamiques étant plus importants sur cette machine à papier commerciale que sur la machine pilote de Trois-Rivières. Il s'agissait d'abord d'étudier la variabilité avec le temps de l'état d'enchevêtrement du PEO. Ensuite, l'effet de ces variations sur la rétention des fines doit être modélisé et comparé avec celui des autres variables importantes de la partie humide. L'objectif était ainsi d'estimer l'intérêt de l'intégration de la mesure de l'efficacité du PEO dans la stratégie de contrôle existante de la partie humide.

Dans la troisième partie de l'étude, l'évolution de l'état d'enchevêtrement du PEO au cours des différentes étapes du procédé industriel de mise en solution du PEO a été analysée. L'objectif était ainsi de suggérer des améliorations à apporter au procédé permettant de stabiliser et d'optimiser l'état d'enchevêtrement du PEO injecté dans la pâte.

### 1.3 Résumé de la méthodologie

Les expériences sur la machine à papier pilote ont été réalisées au Centre Spécialisé en Pâtes et Papiers (CSPP) de Trois-Rivières. Dans une démarche analogue à celle utilisée lors de tests sur la même machine avec un autre système d'agents de rétention (Cho et al, 2001), trois variables d'intérêt pour la partie humide ont été choisies (état d'enchevêtrement du PEO, dosage du PEO et ratio Cofacteur-PEO) et ont été changées successivement par des tests de type échelon. Leurs effets respectifs sur la rétention des fines a été mesuré en-ligne et par la prise d'échantillons de pâte. Parallèlement, les variations des propriétés finales du papier ont été enregistrées par des capteurs en-ligne et mesurées par des tests en laboratoire sur des échantillons de papier prélevés.

Pour réaliser la deuxième partie de l'étude, les variations au cours du temps de l'enchevêtrement du PEO ont été mesurées à l'aide du capteur de perte de charge du PEO conçu par Bednár et al et comparées avec les fluctuations des autres variables de la partie humide. Des modèles numériques dynamiques ont alors été conçus et validés à l'aide du logiciel MATLAB puis leurs caractéristiques (gains, constantes de temps et retards) ont été analysées.

Pendant la troisième partie de l'étude, le polymère a été échantillonné à différents points du procédé de fabrication et sa viscosité, et par conséquent son enchevêtrement, a été mesurée par le capteur de perte de charge du PEO. Certains paramètres de fonctionnement du procédé ont également été modifiés temporairement, afin de déterminer leur influence sur l'état d'enchevêtrement du PEO.

### 1.4 Organisation du mémoire

Le chapitre 2 présente le cadre général de l'étude, en particulier la composition du papier et les grandes étapes de son procédé de fabrication. La partie humide de la machine à papier et la rétention des fines sont ensuite définies, ainsi que les raisons de leur importance.

Le chapitre 3 englobe une revue de la littérature sur les domaines traités dans les différentes parties de l'étude. Les propriétés du PEO sont présentées, ainsi que les mécanismes physico-chimiques de sa floculation avec les fines et les conséquences de son désenchevêtrement sur son efficacité comme floculant. Ensuite, différentes approches de modélisation de la rétention sont présentées, ainsi que des stratégies de contrôle de la partie humide qui ont été mises en place sur des machines à papier pilote ou commerciales.

Le chapitre 4 présente les essais effectués sur la machine pilote de Trois-Rivières. Les objectifs et le plan expérimental y sont décrits succinctement, puis les résultats des essais au niveau de la partie humide de la machine à papier et des propriétés finales du papier sont présentés. Les valeurs mesurées sont comparées avec celles obtenues par simulation.

Le chapitre 5 décrit l'étude réalisée à partir des données prélevées sur la machine à papier journal commerciale de Papier Masson Limitée. Les variations au cours du temps de l'enchevêtrement du PEO sont présentées. L'approche de modélisation numérique sur des ensembles de données pertinents permet d'estimer l'effet de ce paramètre sur la rétention des fines sur la feuille de papier et de le comparer avec d'autres variables de la partie humide. Les conséquences ainsi que les limites de cette étude sont ensuite présentées.

Le chapitre 6 décrit l'étude du procédé industriel de préparation du PEO dans l'usine PML déjà considérée dans le chapitre 5. L'état d'enchevêtrement du PEO au cours des étapes successives de dissolution est suivi à l'aide de la mesure d'échantillons de PEO, ce qui permet d'étudier l'effet des différents paramètres du procédé sur l'enchevêtrement du PEO.

Le chapitre 7 présente les conclusions de l'étude et ses implications concernant l'optimisation de l'utilisation du PEO comme agent de rétention. De possibles changements à apporter à la stratégie de contrôle de la partie humide ainsi qu'au procédé industriel de fabrication du PEO, ainsi que de futures expériences et pistes de recherche, sont suggérées.

## CHAPITRE 2 CADRE GÉNÉRAL DE L'ÉTUDE

### 2.1 Présentation de l'industrie papetière

Même si le développement exponentiel de l'informatique annonçait selon certains analystes le déclin de l'utilisation du papier dans la vie quotidienne, la production mondiale de papier a continué d'augmenter au cours des dernières années. Ainsi, 324 millions de tonnes de papier et cartons ont été produits dans le monde en 2002, contre 246 millions de tonnes en 1992 (FAO Stat, 2004). Au Canada seulement, la production a été de 20 millions de tonnes en 2002, l'industrie papetière employant 100 000 personnes en 2001 et réalisant un chiffre d'affaires de 35,9 milliards de \$ CAN (Banque de données Strategis, 2004).

Parallèlement, on assiste à une diversification des grades de papier produits. La production mondiale de papier et de carton se compose de 45 % de papier journal et autres papiers d'écriture et d'impression, 40 % d'emballages et 15 % de papier hygiénique, de santé et de spécialité (Smook, 2002).

### 2.2 La composition du papier

Le papier est, quelque soit son grade, majoritairement constitué de fibres. Celles-ci proviennent de copeaux de bois, de papier recyclé et dans une moindre mesure de fibres non sylvestres. Les composants chimiques du bois sont les suivants : la cellulose, polymère glucidique non branché de formule  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , où le degré de polymérisation  $n$  varie entre 600 et 1500, l'hemicellulose, polymère de formule identique mais plus court et davantage ramifié, la lignine, polymère amorphe tridimensionnel de structure

complexe et différentes substances regroupées sous le nom d'"extractibles". La part relative de chaque groupe varie selon le type d'arbre et en particulier selon que l'on considère les essences feuillues (peuplier, bouleau, hêtre, chêne) ou résineuses (pins, épinette, sapin, pruche). Toutefois, on peut considérer que le bois est constitué en moyenne, sur une base sèche, de 43 % de cellulose, de 29 % d'hemicellulose, de 24 % de lignine et 4 % d'extractifs (d'après Smook, 2002).

Les fibres sont ensuite mises en pâte pour donner une pâte avec une consistance (masse de solides/masse totale) d'environ 1 %. De préférence à la classification chimique mentionnée ci-dessus, les composants de la pâte sont répartis selon les catégories suivantes :

- Les fibres cellulosiques de forme cylindrique de diamètre extérieur environ 40 microns et de longueur de l'ordre de 1-2 mm (pour les bois durs) et 3-4 mm (pour les bois tendres)
- Les fines, qui sont les fibres de dimensions suffisamment petites pour passer au travers d'un tamis de taille 200-mesh (ou 76 microns de côté). Les fines sont surtout présentes dans la pâte mécanique, où elles constituent typiquement entre 20 et 35 % du poids de matières solides. On distingue les fines primaires, présentes initialement dans le bois, et les fines secondaires créées lors de la mise en pâte mécanique (Seth, 2003). Les fines augmentent l'opacité et les propriétés mécaniques de la feuille.
- Les charges minérales, comme l'argile, le carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$  ou le dioxyde de titane  $\text{TiO}_2$ , qui sont introduites dans la pâte pour modifier les propriétés mécaniques et optiques du papier, en particulier pour les papiers de spécialité.
- Les additifs chimiques, ajoutés à différents moments de la fabrication du papier, pour en améliorer les propriétés souhaitées. On peut citer les agents de blanchiment, les agents de drainage, les colorants, les agents d'encollage (pour limiter la pénétration des liquides dans la feuille), les additifs qui améliorent la résistance de la feuille sèche ou humide ainsi que les agents de rétention, chargés d'améliorer la rétention des fines et des charges minérales sur la feuille de papier (Smook, 2002)

### 2.3 Les grandes étapes de la fabrication du papier

La première étape de la fabrication du papier consiste à préparer la pâte, qui est une suspension diluée de fibres dans l'eau. Ces fibres proviennent principalement de copeaux de bois mais aussi de vieux papiers et magazines recyclés et désencrés. Les copeaux de bois sont mis en pâte selon différents types de procédés :

- La mise en pâte mécanique, où les copeaux de bois passent au travers d'un ou de plusieurs raffineurs pour donner une pâte à haute consistance. Ce procédé a l'avantage de donner un haut rendement (entre 85 et 95 %). Par contre, il nécessite beaucoup d'énergie et les fibres obtenues sont de faible longueur (en particulier, la pâte contient habituellement environ 30 % en poids de fines). La pâte thermo-mécanique (PTM) produite par ce procédé est principalement utilisée pour la fabrication du papier journal.
- La mise en pâte chimique, au cours de laquelle les copeaux sont "cuits" avec des produits chimiques (comme l'hydroxyde de sodium NaOH et le sulfide de sodium NaS<sub>2</sub>). Ce procédé permet de dissoudre la lignine (responsable du jaunissement du papier sous l'effet de la lumière) et d'obtenir de longues fibres de cellulose et d'hémicellulose et très peu de fines. Ce procédé est moins coûteux en énergie mais son rendement (de l'ordre de 45 %) est plus faible que le procédé mécanique.

La pâte est ensuite raffinée, tamisée et lavée. Les additifs destinés à améliorer les propriétés du papier sont injectés au cours de ces étapes. La pâte est diluée à la consistance d'environ 1 % avant d'atteindre la machine à papier.

Même si les machines à papier actuelles sont de plusieurs types, leur opération peut se décomposer en 3 parties : la zone de formation, la section des presses et la sécherie. La pâte passe d'abord par la caisse d'arrivée dans laquelle se produit la floculation des fibres, des fines et des additifs. Le jet de pâte est ensuite dirigé vers une toile horizontale (dans le cas d'une machine de type Fourdrinier) ou entre 2 toiles (dans le cas des machines plus modernes à double-toile). Sous l'effet de la gravité ou des forces centrifuges, respectivement, une grande partie de l'eau est drainée avec les particules de petite taille qui n'ont pas été retenues sur la toile pour former l' "eau blanche".

Le matelas fibreux présent sur la toile passe ensuite dans la section des presses, où des organes aspirants contribuent à l'élimination de l'eau. Toutefois, à la sortie de la section des presses, la feuille contient encore 50 à 60% d'eau et doit donc encore passer par la sécherie. Celle-ci consiste en une série d'environ 30 cylindres chauffés à la vapeur qui permettent d'évaporer l'eau restant dans la feuille, pour atteindre un taux d'humidité final de l'ordre de 8 %. La feuille est ensuite calandree pour réduire son épaisseur et rendre sa surface plus lisse, puis mise en rouleaux et emballée selon son usage final.

## **2.4 Importance de la partie humide de la machine à papier et de la rétention**

La partie humide de la machine à papier englobe la caisse d'arrivée, la zone de formation et la section des presses. Même si elle semble ne représenter qu'une petite partie du procédé de fabrication du papier, son comportement influe de manière importante le fonctionnement de la machine à papier et les propriétés finales du papier et il est important d'avoir une partie humide aussi stable que possible.

En effet, c'est dans cette partie qu'a lieu la floculation des fibres avec les composés de petite taille (fines et additifs), ce qui permet à une partie de ces derniers d'être retenus dans le matelas fibreux. La variation de la fraction retenue a des conséquences sur les propriétés du papier (grammage, formation, humidité) qu'il n'est souvent possible de détecter qu'à la sortie de la sécherie, ce qui rend la rectification du problème délicate voire impossible. De plus, les particules non retenues dans la feuille se retrouvent dans l'eau blanche qui est ensuite mélangée avec la pâte épaisse avant la caisse d'arrivée. Ainsi, des fluctuations dans la consistance de l'eau blanche vont se répercuter sur la consistance de la caisse d'arrivée et ainsi induire des oscillations de la consistance de la pâte dommageables pour l'opération de la machine.

De plus, plusieurs tendances récentes ont été identifiées (Renaud et Olsson, 2003) pour justifier un suivi strict de la partie humide :

- La fermeture de plus en plus poussée des systèmes d'eau blanche, afin de limiter la consommation d'eau fraîche des usines.
- L'utilisation croissante de fibres recyclées

- L'augmentation de la vitesse des machines à papier (jusqu'à 1800 m/min pour les machines les plus récentes)
- Des exigences de qualité de produit de plus en plus hautes.

Pour les raisons ci-dessus, la rétention stable des fines et autres additifs est devenu une préoccupation importante des compagnies papetières. La rétention de première passe (ou FPR, First Pass Retention) est un nombre sans dimension fréquemment utilisé pour quantifier cette rétention :

$$FPR (\%) = \frac{\text{solides retenus dans la feuille}}{\text{solides présents dans la caisse d'arrivée}} \times 100 \quad (1)$$

Cette formule peut être appliquée à l'ensemble des solides ou alors à chaque composant (fibres, fines, charges minérales) séparément. Alors que la rétention des fibres longues est proche de 100 % quelque soit le type de machine considéré, celle des fines et charges minérales est nettement plus faible (typiquement de l'ordre de 50 %) et dépend entre autres de la nature et du dosage des agents de rétention employés. Plusieurs exemples d'usine ont montré qu'un dosage optimal et contrôlé des agents de rétention avait des conséquences bénéfiques sur le fonctionnement de la machine et le papier produit. (Renaud et Olsson, 2003).

De plus, la rétention des fines est liée à un autre paramètre crucial de la partie humide, le drainage de la feuille de papier. Une quantité maximale d'eau doit être évacuée du matelas fibreux dès la zone de formation et la section des presses, afin de limiter la quantité de vapeur requise dans la sécherie. De plus, un drainage insuffisant fragilise la feuille de papier et entraîne des casses de la feuille, occasionnant ainsi des pertes de production. (Jaycock et Swales, 1994) modélisent la feuille de papier comme un assemblage de pores cylindriques. Ainsi, les fines retenues dans le matelas fibreux contribuent à diminuer la taille de ces pores et donc à diminuer le débit d'eau évacué. L'objectif du fabricant de papier n'est donc pas d'atteindre le plus haut niveau de rétention de fines possible, mais plutôt de réaliser le meilleur compromis entre rétention et drainage.

## CHAPITRE 3 REVUE DE LITTÉRATURE

### 3.1 Les agents de rétention

La section 2.4 a montré l'importance de contrôler la quantité de fines et de charges minérales retenues dans la feuille de papier. Or la proportion de particules retenues par simple mécanisme de filtration (par interception mécanique) diminue avec la taille des particules et n'est que de l'ordre de quelques pourcents pour les charges minérales. Ainsi, la rétention des particules fines nécessite l'ajout d'agents de rétention, en particulier sur les machines à papier modernes de plus en plus rapides et à haut cisaillement. (Smook, 2002).

Les agents de rétention sont utilisés seuls ou en association avec un autre composé. On peut classer les agents de rétention dans les catégories suivantes (Jaycock et Swales, 1994) :

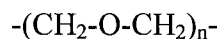
- Les agents de rétention inorganiques, en particulier les sels d'aluminium, comme l'alum  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  ou plus récemment des espèces polymérisées comme  $[-\text{Al}^+-\text{O}-\text{Al}^+-\text{O}-]_n$ . Ces composés sont couramment utilisés quand la rosine est employée comme agent d'encollage.
- Les amidons cationiques et amphotères, qui sont également employés pour augmenter la résistance mécanique de la feuille.
- Les polyacrylamides (PAM) cationiques ou anioniques, qui sont les agents de rétention les plus communément utilisés. Ils sont obtenus par copolymérisation entre l'acrylamide et un monomère vinylique ionique ou cationique.
- Les systèmes à micro-particules, qui sont l'association d'un polymère de haut poids moléculaire (de type amidon cationique ou PAM) et de microparticules comme la silice colloïdale ou la bentonite. (Beaudoin et al, 1998) ont montré que l'ajout de bentonite

permettait d'augmenter la rétention des fines tout en maintenant un drainage constant et en diminuant le nombre de dépôts sur les rouleaux de la machine.

- L'oxyde de polyéthylène (PEO), un polymère neutre de haut poids moléculaire, employé avec un cofacteur.

### 3.2 Propriétés générales du PEO

L'oxyde de polyéthylène PEO est un polymère linéaire de motif :



Le PEO est produit par polymérisation de l'éthylène glycol et son poids moléculaire peut varier entre  $10^5$  et  $7 \times 10^6$  (Back et al, 1995). Le PEO est soluble dans l'eau à la température ambiante, ainsi que dans des solvants organiques comme le méthanol. La solubilité du PEO décroît lorsque son poids moléculaire augmente, ainsi le PEO de poids moléculaire  $5 \times 10^6$  (soit l'ordre de grandeur de celui utilisé dans la fabrication du papier) est soluble dans l'eau jusqu'à hauteur de 1%. La viscosité d'une solution de PEO de concentration 0,2% à 25°C est de l'ordre de 200 mPa.s (La viscosité dépend fortement du cisaillement appliqué au cours de la mesure).

La solubilité du PEO provient de la présence des atomes d'oxygène qui établissent des liaisons hydrogène avec les atomes d'hydrogène de l'eau. De telles liaisons peuvent également se produire avec des composés accepteurs d'électrons, en particulier l'acide tannique et des composés phénoliques, qui sont utilisés avec le PEO comme cofacteurs dans la fabrication du papier.

Les liaisons C-O du PEO sont susceptibles d'une dégradation oxydante par certains peroxydes ou des cations métalliques comme  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$  ou  $\text{Ni}^{2+}$ , ce qui occasionne des ruptures de la chaîne de monomères et ainsi une baisse du poids moléculaire et de la viscosité du PEO. Néanmoins, cette dégradation peut être maintenant contenue par l'ajout de faibles quantités de composés stabilisants.

En raison de sa grande solubilité dans l'eau, de sa faible toxicité et de ses propriétés rhéologiques uniques, le PEO est utilisé dans de nombreuses applications :

pharmaceutiques et biomédicales, comme flocculant dans les industries minière et papetière, comme réducteur de traînée, comme additif dans les détergents, les batteries...

### 3.3 Les mécanismes de floculation du PEO dans la fabrication du papier

Afin de retenir les particules fines de petite taille sur le matelas fibreux, il est nécessaire de les flocculer entre elles (homo-floculation) ou avec des fibres longues (hétéro-floculation). Or, les fibres et les fines sont chargées négativement en surface, en raison de la présence des groupes carboxyles de la cellulose à la surface des fibres, ce qui entraîne une répulsion électrostatique. Même si le PEO ne contient pas de groupes cationiques, il est susceptible de s'adsorber sur la surface des particules par des liaisons hydrogène et de réaliser un pontage entre elles. Des études en laboratoire (Abdallah, 2002 ; Kratochvil, 1999 ; van de Ven, 1997) sur des fines, des charges minérales et des particules de latex ont permis d'établir un mécanisme de floculation des particules fines par le PEO.

Lorsque le PEO est dissous dans l'eau, (van de Ven, 1997) explique que le PEO est d'abord présent sous forme de gros enchevêtrements de molécules, qui ne sont pas à l'équilibre thermodynamique. Lorsque celui-ci est atteint, le PEO existe sous la forme d'amas (clusters) de molécules et de molécules isolées (free coils), qui sont moins efficaces pour s'adsorber sur les fibres et les charges. (van de Ven, 1997 ; Kratochvil et al, 1999) considèrent que la capacité du PEO à réaliser un pontage entre les particules fines est une fonction de 3 paramètres: la fraction  $\theta$  de la surface de la particule couverte par le polymère, l'épaisseur  $\delta_{el}$  de la couche électrique autour de la particule et l'épaisseur  $\delta_p$  de la couche de polymère adsorbé sur la surface:

- On doit avoir  $0 < \theta < 1$ . Si  $\theta = 0$  (pas de polymère adsorbé), la répulsion électrique empêche la floculation des particules. Par contre, si  $\theta = 1$  (le polymère recouvre toute la

surface), le système ne floccule pas non plus, en raison de la répulsion stérique créée par la couche de polymère.

- On doit avoir  $\delta_p > \delta_{el}$ , afin que le pontage induit par le PEO puisse dominer la répulsion électrostatique.

Même si, dans certains cas, le PEO seul est capable de s'adsorber sur les particules fines, sa performance est augmentée par l'ajout d'un composé de type phénolique, utilisé comme cofacteur (CF), qui se lie au PEO par des liaisons hydrogène. Parmi les cofacteurs, on trouve la lignine kraft sulphonatée (SKL), l'acide tannique (TA), la résine phénolformaldéhyde (PFR). Le complexe PEO-CF formé est plus rigide que le PEO seul et adsorbe plus facilement sur les particules fines, car la perte d'entropie associée est plus faible (van de Ven, 1997).

### 3.4 Avantages du PEO

Au cours des dernières années, la fermeture de plus en plus grande des circuits d'eau blanche ainsi que l'augmentation de l'utilisation de la pâte désencrée a entraîné une hausse de la concentration des composés colloïdaux et dissous (DCS) présents dans la pâte. Comme la plupart de ces impuretés sont anioniques, elles s'associent aux agents de rétention cationiques, au lieu que ces derniers s'adsorbent sur les particules fines et les fibres. (Polverari et al, 2001) ont montré par des tests de rétention en laboratoire que le PEO, qui est non-ionique, est plus performant que des agents de rétention cationiques dans des milieux contaminés. Toutefois, (Laivins et al, 2001) précisent que certains cofacteurs peuvent précipiter et perdre de leur efficacité en présence de composés utilisés dans le recyclage de la pâte. Il est alors important de choisir correctement le cofacteur employé.

### 3.5 Désenchevêtrement et perte d'efficacité du PEO

Il est couramment observé en laboratoire et en usine que le PEO perd une partie de sa viscosité avec le temps ou lorsqu'il est soumis à du cisaillement. Ce phénomène, attribué autrefois à la diminution du poids moléculaire du PEO induit par la dégradation oxydante et au cisaillement (Brine et al, 1992), semble en fait être dû au désenchevêtrement des amas de molécules présentes peu après la dissolution du PEO dans l'eau (van de Ven, 1997). (Abdallah, 2002) a montré que le PEO enchevêtré est plus efficace que le PEO désenchevêtré pour flocculer les fines et que les paramètres affectant l'état d'enchevêtrement du PEO sont la durée et l'intensité de l'agitation pendant la dissolution, le temps de stockage et l'intensité du cisaillement au cours de l'injection. (Brine et al, 1992) ont observé une diminution de la viscosité du PEO au cours des différentes étapes du procédé industriel de fabrication, qui s'accompagne d'une baisse d'efficacité du PEO pour retenir les fines sur un Dynamic Drainage Jar (DDJ) de laboratoire. (Bednár et al, 2003) ont confirmé cette corrélation entre état d'enchevêtrement du PEO et rétention des fines sur le formeur double-toile de laboratoire de l'Université McGill. Le capteur mis au point par (Bednár et al, 2004) mesure la perte de charge d'une solution de PEO passant au travers d'un capillaire. La contribution principale à la perte de charge est la contraction à l'entrée du capillaire et est reliée à la viscosité extensionnelle de la solution de PEO. Le capteur permet le suivi de l'état d'enchevêtrement du PEO en fonction des conditions de dissolution et de stockage.

### 3.6 La modélisation de la rétention

En raison de la complexité de la physico-chimie de la partie humide de la machine à papier et du nombre de paramètres impliqués, il n'existe pas encore de modèle physique permettant de décrire la rétention totale ou celle des particules fines sur la machine à papier, c'est pourquoi plusieurs approches semi-empiriques ont été adoptées dans la littérature.

D'un côté, la rétention des fines peut être exprimée en fonction des paramètres hydrodynamiques de la zone de formation (Samkocwa et al, 2002) ou comme une fonction de l'efficacité de collision entre les agents de rétention et les fibres (Cho et al, 2001b).

D'un autre côté, (Donat et al, 2000) calculent la rétention des fines dans la zone de formation comme une fonction linéaire du dosage des agents de rétention, à des fins de simulation. (Yap et al, 2001) modélisent la rétention sous la forme de facteurs de séparation des fibres, fines et charges entre le matelas fibreux et l'eau blanche. Dans les deux cas, les paramètres du modèle sont ajustés de manière empirique.

La rétention peut également être modélisée de manière dynamique : (Rantala et al, 1994a) ont appliqué des perturbations de type échelon sur plusieurs variables affectant la partie humide et les variations de la rétention globale au cours du temps ont été mesurées, ce qui permet l'obtention d'un modèle empirique utilisable pour concevoir une stratégie de contrôle de la partie humide.

### **3.7 Les stratégies de contrôle de la partie humide**

Le développement au début des années 90 de capteurs mesurant en continu la consistance de la pâte de manière fiable et précise a permis la mise en place de stratégie de contrôle de la rétention. (Rantala et al, 1994b) recommandent de laisser le système déterminer son niveau de rétention naturel et de maintenir ensuite la consistance de l'eau blanche constante en manipulant le dosage des agents de rétention utilisés. De plus, une stratégie de contrôle adaptatif est suggérée afin d'ajuster au fur et à mesure le modèle de la partie humide utilisé. Le contrôle de la rétention a permis de stabiliser la partie humide et de diminuer le nombre de casses sur la machine, néanmoins dans certains cas, les boucles de contrôle de la rétention, du grammage et du taux de cendres interagissent négativement (Lang et al, 2001). Une stratégie de contrôle multivariable de type MPC (Model Predictive Control) est alors proposée. La commande prédictive MPC est également utilisée pour limiter les perturbations dues au débit de cassés et de pâte

désencrée (Austin et al, 2002) ou lors d'un changement de grade de papier (Kuusisto et al, 2002). Lorsque des polymères cationiques sont utilisés comme agents de rétention, (Rantala et al, 2002) montrent que le contrôle de la charge dans la partie humide (en mesurant en-ligne la demande cationique) permet de stabiliser l'efficacité des agents de rétention et l'opération de la machine à papier.

## **CHAPITRE 4 EFFET DE L'ENCHEVÊTREMENT DU PEO SUR LA PARTIE HUMIDE D'UNE MACHINE À PAPIER PILOTE**

### **4.1 Introduction**

Il est actuellement largement reconnu que maintenir la stabilité de la partie humide de la machine à papier stable est nécessaire pour permettre un bon fonctionnement de la machine et obtenir des propriétés finales du papier optimales, étant donné que les perturbations qui se produisent dans la partie humide sont difficiles, voire impossibles, à corriger ensuite. Le suivi et le contrôle de la consistance de l'eau blanche en manipulant le dosage des agents de rétention sont des outils efficaces pour stabiliser la partie humide (Renaud et Olsson, 2003).

Parallèlement, on assiste actuellement à l'augmentation de degré de fermeture des systèmes dans les usines, ce qui augmente la concentration des impuretés anioniques présentes dans les eaux blanches. L'oxyde de polyéthylène (PEO), un polymère neutre de haut poids moléculaire, est utilisé comme agent de rétention en association avec un cofacteur (CF) et il a été observé (Lawrence et al, 1999 ; Lawrence et Lapointe, 2003) que ce système à deux composants est plus efficace dans des milieux contaminés que des systèmes comprenant des polymères cationiques.

Une des caractéristiques du PEO est qu'il peut perdre une partie de sa viscosité lorsqu'il est soumis à du cisaillement. Des études précédentes menées en laboratoire ont montré que le PEO présent en solution sous forme de gros enchevêtrements de molécules est plus efficace pour flocculer les fines que le PEO désenchevêtré (Abdallah, 2002). Un capteur expérimental qui mesure la perte de charge d'une solution de PEO passant par un capillaire a été développé par la suite. Ce capteur donne une indication indirecte de la taille des enchevêtrements de PEO. Plus la perte de charge est élevée, plus la taille des enchevêtrements est grande (Bednár et al, 2002). Des expériences de rétention effectuées sur le formeur à double-toile dans le laboratoire de l'université McGill avec

un système d'agents de retention PEO-CF ont montré une bonne corrélation entre la perte de charge du PEO et la rétention des fines (Bednár et al, 2003). Un plan expérimental fractionnel factoriel réalisé sur la même machine a montré que le dosage de PEO et le ratio CF-PEO ont l'effet le plus important sur la rétention des fines (Périn-Levasseur, 2004)

L'objectif de la présente étude était d'observer, sur une machine à papier de type Fourdrinier, l'effet de l'état d'enchevêtrement du PEO sur la rétention des fines et les propriétés optiques et mécaniques du papier produit, et de comparer cet effet avec l'influence d'autres variables importantes de la partie humide (dosage du PEO et ratio CF-PEO). Des perturbations de type échelon ont été réalisées sur les variables ci-dessus et les effets ont été mesurés lorsque le système avait atteint l'état stationnaire. Les variations au cours du temps de la consistance de l'eau blanche ont également été enregistrées pour identifier les dynamiques du système, qui ont ensuite été comparées aux valeurs obtenues par une simulation dynamique de la partie humide.

## **4.2 Conditions expérimentales**

### **4.2.1 Description du procédé**

Les expériences ont été réalisées pendant 2 jours sur la machine à papier pilote du Centre Spécialisé en Pâtes et Papiers (CSPP) de Trois-Rivières, QC. La machine à papier pilote est de type Fourdrinier, de largeur 76 cm avec une caisse d'arrivée atmosphérique et une vitesse d'opération de 25 m/min. Le niveau de cisaillement sur cette machine est donc nettement plus bas que sur une machine à papier industrielle, ce qui permet d'observer les phénomènes colloïdaux sans qu'ils soient masqués par les effets hydrodynamiques.

La pâte épaisse des cuvières machine est diluée avec de l'eau blanche de la fosse sous toile et passe ensuite par des épurateurs centrifuges et un tamis pressurisé pour retirer les impuretés. Le drainage est réalisé par 18 pontuseaux, 4 caisses aspirantes et un

cylindre aspirant. Le matelas fibreux est pressé par 2 pinces, séché par 12 cylindres sécheurs et calandré.

#### **4.2.2 Techniques de mesure**

Les consistances des échantillons de la caisse d'arrivée et de l'eau blanche ont été mesurées en ligne avec l'analyseur de consistance (KajaaniRMI, Metso Automation). L'eau blanche a été échantillonnée juste sous la toile avant d'arriver dans la fosse sous toile. Des échantillons supplémentaires ont été pris aux mêmes points pour des mesures de consistance en laboratoire par des méthodes gravimétriques, ce qui a permis de calibrer le capteur KajaaniRMI. À la fin de chaque échelon, lorsque le régime stationnaire était atteint, les caractéristiques suivantes des prélèvements de l'eau blanche et de la caisse d'arrivée ont été mesurées : température, pH, conductivité, demande cationique et teneur en fines. Ce dernier paramètre a été déterminé de manière gravimétrique (en séparant l'échantillon à l'aide d'un tamis 200-mesh, ce qui correspond à la définition couramment utilisée des fines) et optique en utilisant le FQA (Fiber Quality Analyzer, OpTest), qui mesure la distribution de longueur des fibres dans la solution. Dans ce cas, sont considérées comme fines les fibres de longueur inférieure à 0,2 mm.

Les propriétés pertinentes du papier (indice de formation, grammage, humidité, brillance et opacité) ont été mesurées en-ligne à la partie sèche (scanner Accuray 1190, ABB). La boucle de contrôle du grammage était désactivée et un débit constant de pâte épaisse a été injecté à la machine à papier. Des échantillons de papier produit ont également été prélevés à chaque état stationnaire : les paramètres ci-dessus, ainsi que les propriétés mécaniques de la feuille (indice d'éclatement, longueur de rupture, élongation et élasticité) ont ensuite été analysées en laboratoire.

### 4.2.3 Matières premières utilisées

La pâte était composée à 100% de pâte thermo-mécanique, blanchie à l'hydrosulfite, sans additifs ni charges minérales et raffinée jusqu'à un indice d'égouttage de 136 mL CSF.

Pour chaque jour de tests, le PEO (E.Q.U.I.P, Maxifloc 998, poids moléculaire  $\sim 6 \times 10^6$ ) a été dissous dans l'eau du robinet (conductivité :  $85,2 \mu\text{S/cm}$ ) pour donner deux solutions de 150 L de concentration 0,02%. La première cuve contenait du PEO auquel un niveau optimal de cisaillement a été appliqué au cours de la dissolution pour obtenir une solution contenant des enchevêtrements de PEO de grande taille. Cette solution est nommée par la suite "PEO enchevêtré". Dans la seconde cuve, un niveau excessif de cisaillement a été appliqué intentionnellement par une agitation prolongée pour obtenir une solution nommée "PEO désenchevêtré". Le cofacteur (E.Q.U.I.P, Equipap 1345) a été dilué à la concentration de 0,035 %. Le cofacteur et le PEO ont été injectés avec des pompes Moyno de débit variable, respectivement à l'entrée du tamis pressurisé (temps de résidence 1 min) et au drain de la caisse d'arrivée (temps de résidence 5 s).

La Figure 4.1 ci-dessous est une représentation simplifiée de la machine à papier, des points d'injection et des points d'échantillonnage et de mesure.

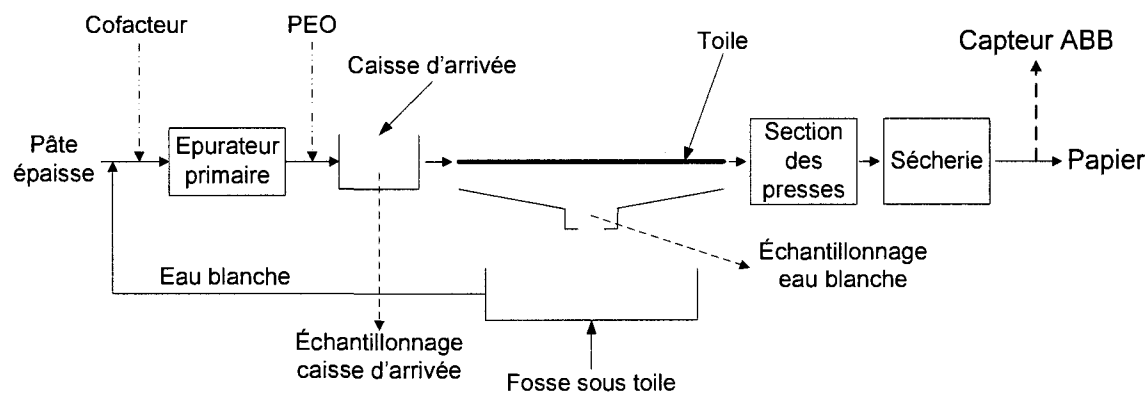


Figure 4.1 : Schéma simplifié de la machine à papier pilote

#### 4.2.4 Expériences préliminaires

##### PDA (Photometric dispersion analyser)

Une expérience de floculation des fines a été réalisée avant les tests sur la machine à papier de Trois-Rivières, afin de valider la procédure de mise en solution du PEO. En particulier, il s'agissait d'observer l'effet de l'utilisation d'éthanol sur l'efficacité du PEO comme floculant et la différence d'efficacité entre les 2 solutions de PEO "enchevêtré" et "déshenchevêtré" préparées.

En laboratoire, quatre solutions de PEO (deux de PEO "enchevêtré" et deux de PEO "déshenchevêtré") ont été préparées selon une procédure proche de celle utilisée au CSPP (les seules différences étant que la concentration du PEO est de 0,01 % en laboratoire contre 0,02 % au CSPP et que pour chaque type de PEO, une des solutions a été préparée sans éthanol). Le PEO est utilisé avec une solution de cofacteur pour floculer 1 L de solution de fines de consistance 0,05 %. Le dosage de PEO était de 120 g/t de fines, le ratio CF - PEO de 10:1, la vitesse d'agitation dans le bécher de 130 rpm et l'expérience a été répétée 3 fois pour chaque type de PEO utilisé.

Le taux de floculation et la transmittance (reliée à la taille des floes de fines formés) sont mesurés par le Photometric Dispersion Analyzer (PDA 2000, Rank Brothers Ltd.) et indiqués sur le Tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Expériences de PDA

|                                           |              | PEO enchevêtré | PEO déshenchevêtré |
|-------------------------------------------|--------------|----------------|--------------------|
| Taux de floculation<br>(s <sup>-1</sup> ) | Avec éthanol | 1,3 (± 0,02)   | 0,41(± 0,03)       |
|                                           | Sans éthanol | 1,2 (± 0,02)   | 0,45 (± 0,01)      |
| Transmittance<br>(sans dimension)         | Avec éthanol | 9,2 (± 0,2)    | 4,3 (± 0,2)        |
|                                           | Sans éthanol | 7,5 (± 0,1)    | 4,4 (± 0,1)        |

On remarque donc que le PEO enchevêtré flocule les fines 3 fois plus rapidement et avec une amplitude 2 fois plus élevée que le PEO déshenchevêtré. De plus, l'utilisation d'éthanol n'a pas d'effet négatif sur l'efficacité du PEO comme floculant. Cette

expérience confirme donc que la procédure de préparation du PEO employée permet d'obtenir deux solutions de PEO d'efficacités très distinctes.

### Effet du cisaillement de la pompe d'injection

Il était également nécessaire de s'assurer que l'état d'enchevêtrement du PEO n'était pas affecté de manière excessive par le cisaillement subi lors du pompage préalable à l'injection dans la pâte. Deux solutions de PEO ("enchevêtré" et "désenchevêtré") ont été préparés et leur état d'enchevêtrement a été mesuré avant et après la pompe par le capteur de perte de charge du PEO mis au point par (Bednár *et al.*, 2002), en fonction du débit de la pompe Moyno. La température était de 22°C, le débit de mesure du capteur de 450 mL/min et le PEO a été préparé avec de l'eau du robinet et de l'éthanol.

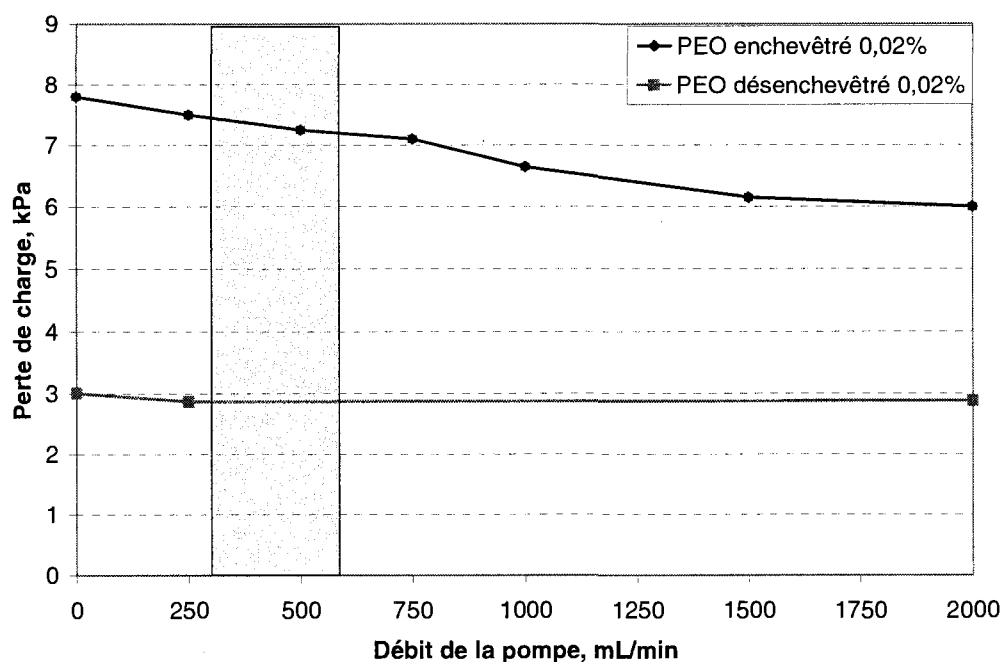


Figure 4.2: Perte de charge du PEO vs. débit de la pompe Moyno

On observe sur la Figure 4.2 que la perte de charge du PEO enchevêtré diminue quand le débit de la pompe augmente en raison du cisaillement appliqué au PEO, mais que cette diminution est limitée (moins de 10 %) pour les débits de la pompe utilisés pour

les essais (en gris sur la Figure). La différence d'enchevêtrement entre les deux types de PEO reste de toute façon significative après le pompage.

#### **4.2.5 Plan expérimental**

Des changements de type échelon ont été appliqués sur les variables de la partie humide considérées : l'enchevêtrement du PEO, le dosage de PEO et le ratio CF-PEO. Seule une variable était changée à la fois. Les cassés n'étaient pas recirculés afin de ne pas introduire une variable additionnelle pouvant affecter la partie humide. La machine a été démarrée chaque jour avec un échelon "sans agent" afin de déterminer la valeur de la rétention de la machine à papier sans utilisation d'agents de rétention.

L'état d'enchevêtrement du PEO injecté à la pâte était changé en utilisant en alternance les 2 solutions de PEO préparées. Le dosage de PEO a été manipulé en changeant le débit de la pompe de polymère et en ajustant le débit de la pompe de cofacteur pour maintenir un ratio constant. Enfin, le ratio CF-PEO a été modifié en ajustant uniquement le débit de cofacteur, le débit de polymère étant maintenu constant.

Au cours du premier jour de tests, l'effet du PEO "enchevêtré" et "désenchevêtré" sur la rétention des fines et les propriétés du papier a été comparé dans une large gamme de dosages de PEO (120 g de PEO/t de fibres séchées au four, 90 g/t et 60 g/t), en maintenant le ratio CF-PEO constant (9:1 en poids). Pendant les 4 derniers échelons de la journée, le ratio CF-PEO a été changé en utilisant uniquement du PEO désenchevêtré et en gardant un dosage de PEO constant de 60 g/t.



### 4.3 Résultats et discussion

#### 4.3.1 Conditions d'opération

Lorsque l'état stationnaire est atteint à la fin de chaque échelon, la température, le pH, la conductivité et la demande cationique ont été mesurées en laboratoire pour les échantillons de pâte de la caisse d'arrivée et d'eau blanche prélevés.

Les valeurs minimales et maximales de ces paramètres pour les deux journées de tests sont résumées dans le Tableau 4.4.

Tableau 4.4 : Valeurs extrêmes des paramètres d'opération

|                                        |                  | Valeur minimale | Valeur maximale |
|----------------------------------------|------------------|-----------------|-----------------|
| Température<br>(° C)                   | Caisse d'arrivée | 41              | 44              |
|                                        | Eau blanche      | 39              | 42              |
| pH                                     | Caisse d'arrivée | 5,0             | 5,4             |
|                                        | Eau blanche      | 5,0             | 5,4             |
| Conductivité<br>(mS.cm <sup>-1</sup> ) | Caisse d'arrivée | 1,01            | 1,18            |
|                                        | Eau blanche      | 0,98            | 1,12            |
| Demande cationique<br>(µeq/L)          | Caisse d'arrivée | -630            | -525            |
|                                        | Eau blanche      | -600            | -690            |

On remarque que l'écart entre les valeurs extrêmes de la température, du pH et de la conductivité et de la demande cationique est limité, de l'ordre de 15 % en valeur relative, ce qui indique des conditions stables d'opération de la partie humide. De plus, le PEO étant un polymère non-ionique, son efficacité dépend peu des paramètres ci-dessus.

### 4.3.2 Valeurs de la rétention de première passe à l'état stationnaire

À la fin de chaque échelon, la consistance de la caisse d'arrivée et de l'eau blanche ont été mesurées en laboratoire par une méthode gravimétrique, et la valeur de la rétention de première passe, exprimée en %, est calculée selon la formule suivante :

$$FPR = 100 \times \left( 1 - \frac{C_{EB}}{C_{CA}} \right) \quad (1)$$

L'indice de formation est une mesure de l'uniformité de la distribution spatiale des matériaux solides sur la feuille de papier. L'indice mesuré avec le scanner Accuray 1190 (ABB) est exprimé en termes de ROD (Relative Optical Density), qui est la variance des différences de densités optiques à 2 échelles de mesure: 30 mm et 1 mm. Plus l'indice de formation est élevé, plus les fibres sont réparties de manière hétérogène sur la feuille, et plus la feuille est de mauvaise qualité.

### Première journée de tests

Les valeurs de la rétention de première passe et de l'indice de formation lors du premier jour sont présentées sur la Figure 4.3.

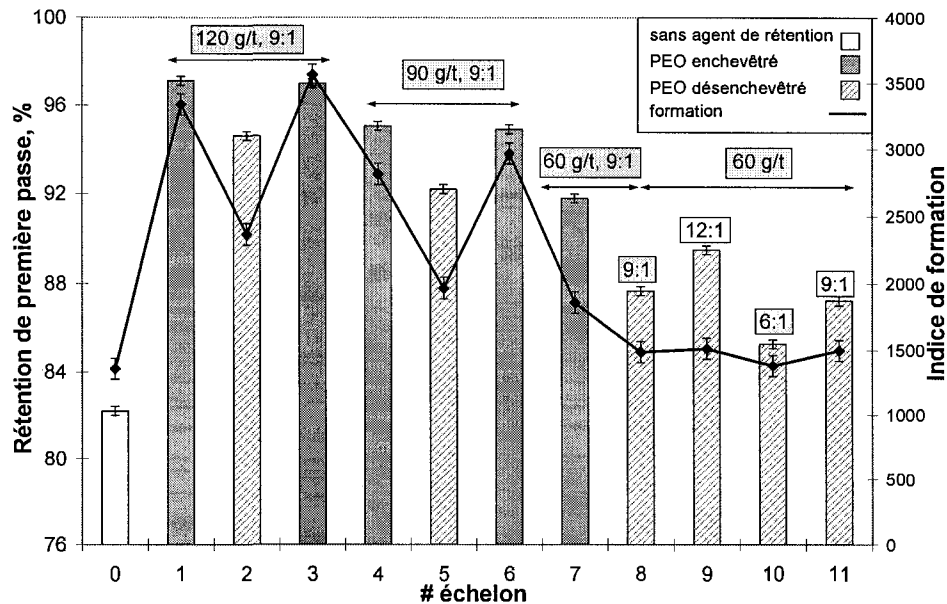


Figure 4.3 : Rétention de première passe et indice de formation (première journée)

La comparaison des échelons 1 et 3, 4 et 6 ainsi que 8 et 11, pour lesquels les mêmes paramètres ont été appliqués, montrent la bonne reproductibilité des résultats. On constate aussi que les valeurs de rétention sont très élevées par rapport aux valeurs habituellement observées sur les machines à papier industrielles (de l'ordre de 50%), ce qui est probablement dû à la faible vitesse de la machine pilote, sur laquelle les floes de fibres et de fines ne sont pas rompus par le cisaillement dans la caisse d'arrivée et la zone de formation. Malgré la faible vitesse de la machine pilote, des différences significatives entre les valeurs de rétention ont pu être observées.

On remarque ainsi que pour un dosage de PEO donné, la différence en rétention entre le PEO enchevêtré et le PEO désenchevêtré est de plusieurs % (2,5% à 120 g/t, 2,8% à 90 g/t et 3,9% à 60g/t). Le dosage de 60g/t a donc été choisi comme dosage de référence pour le deuxième jour de tests, afin d'obtenir la meilleure sensibilité dans les mesures de l'effet de l'efficacité du PEO.

On constate également une corrélation entre le niveau de rétention de première passe et l'indice de formation, en particulier lorsque le dosage de PEO est élevé. Ce point est repris plus en détail dans la section 4.3.4.

### **Deuxième journée de tests**

Les valeurs de la rétention de première passe et de l'indice de formation lors du deuxième jour de tests sont présentées sur la Figure 4.4.

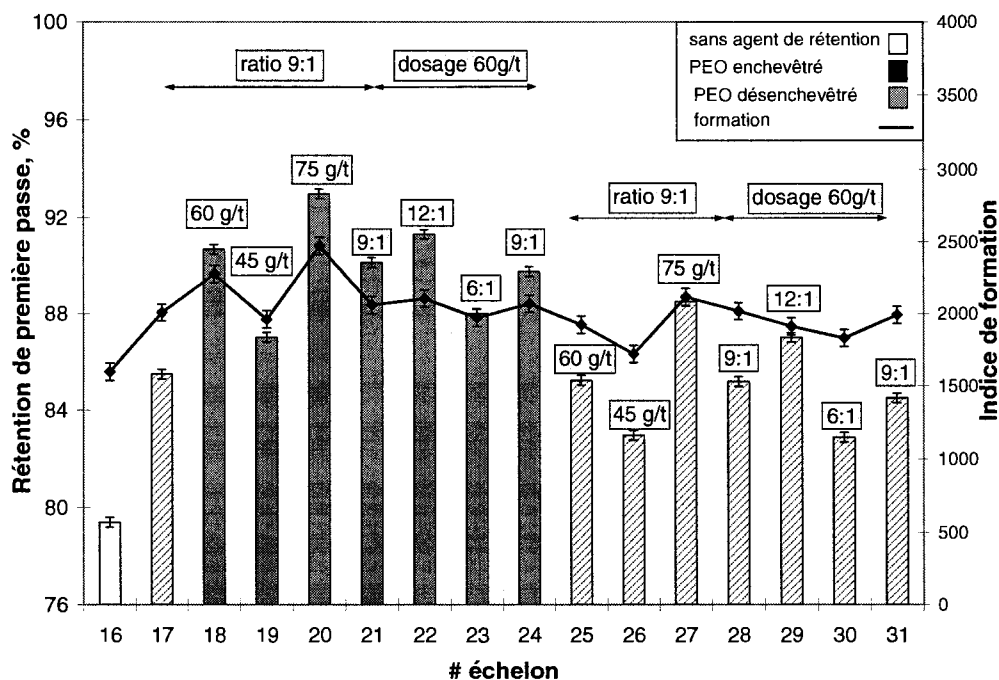


Figure 4.4 : Rétention de première passe et indice de formation (deuxième journée)

Les variations du dosage de PEO et du ratio CF-PEO ont toutes un effet observable sur la rétention de première passe, que le PEO utilisé soit enchevêtré ou désenchevêtré. La corrélation entre niveau de rétention et indice de formation est de nouveau constatée, mais les écarts entre les différents échelons sont de plus faible amplitude que lors du premier jour de tests, car les écarts entre les différents dosages de PEO utilisés le deuxième jour étaient plus faibles donc moins susceptibles de déstabiliser la partie humide de la machine.

#### 4.3.3 Rétention des fines

##### Calcul de la fraction de fines

La proportion de particules fines dans les échantillons prélevés dans la caisse d'arrivée et dans l'eau blanche a été mesurée par méthode optique, à l'aide du FQA (Fibres Quality Analyzer, Optest) ainsi que par une méthode gravimétrique, en passant les

solutions au travers d'un tamis de 76  $\mu\text{m}$  de côté. La classification entre fines et fibres est très différente entre les méthodes optiques et gravimétriques. La méthode gravimétrique (procédure TAPPI 261-90) permet de déterminer la proportion massique de fines dans la solution en pesant la quantité de fibres retenues par le tamis et en utilisant l'équation suivante :

$$\text{fraction de fines (\%)} = 100 \times \left( 1 - \frac{m_{\text{fibres}}}{V_{\text{sol}} \times c_{\text{solution}}} \right) \quad (2)$$

Étant donné que la masse linéique des fibres est différente de celle des fines, il n'est pas possible de comparer directement les valeurs obtenues par les 2 méthodes. Néanmoins, elles sont complémentaires et le FQA permet notamment d'estimer rapidement si la fraction de fines varie selon les échelons considérés.

Les résultats des 2 méthodes sont compilés dans le Tableau 4.5. Pour chaque journée, les valeurs moyennes de la fraction de fines dans la caisse d'arrivée et l'eau blanche sont indiquées, ainsi que l'écart moyen de chaque série de mesures.

Tableau 4.5 : Mesures optiques et gravimétriques de la fraction de fines dans la pâte

|                       | Caisse d'arrivée      | Eau blanche           |
|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
|                       | Premier jour          |                       |
| FQA (% num.)          | 46,9 % ( $\pm 1,2$ %) | 76,2 % ( $\pm 2,5$ %) |
| Gravimétrie (% mass.) | 27,4 % ( $\pm 2,3$ %) | 85 % ( $\pm 1$ %)     |
|                       | Deuxième jour         |                       |
| FQA (% num.)          | 48,5 % ( $\pm 1,2$ %) | 77,8 % ( $\pm 1,4$ %) |
| Gravimétrie (% mass.) | 29,5 % ( $\pm 2,0$ %) | 85 % ( $\pm 1$ %)     |

Les deux types de mesure utilisés montrent que la fraction de fines dans la caisse d'arrivée et dans l'eau blanche varie peu au cours d'une journée. Il est donc raisonnable de prendre une fraction de fines constant pour chaque journée, à savoir 27,4 % (pour la caisse d'arrivée) et 85 % (pour l'eau blanche) pour le premier jour et 29,5 % et 85 % pour le deuxième jour. La mesure de type gravimétrique a été retenue car elle permet de

calculer la rétention des fines à l'aide d'un bilan de matière, à l'aide de l'équation suivante :

$$R_{fines}(\%) = 100 \times \left( 1 - \frac{c_{EB} \times f_{fines EB}}{c_{CA} \times f_{fines CA}} \right) \quad (3)$$

### Effet de l'enchevêtrement et du dosage du PEO sur la rétention des fines

La Figure 4.5 montre les variations de la rétention des fines sur la feuille en fonction du dosage de PEO appliqué (en g de PEO/t de fibres) et ce, pour du PEO enchevêtré et désenchevêtré, avec un ratio CF-PEO de 9:1 dans tous les cas. La rétention des fines sans utilisation d'agents de rétention était de 43 %.

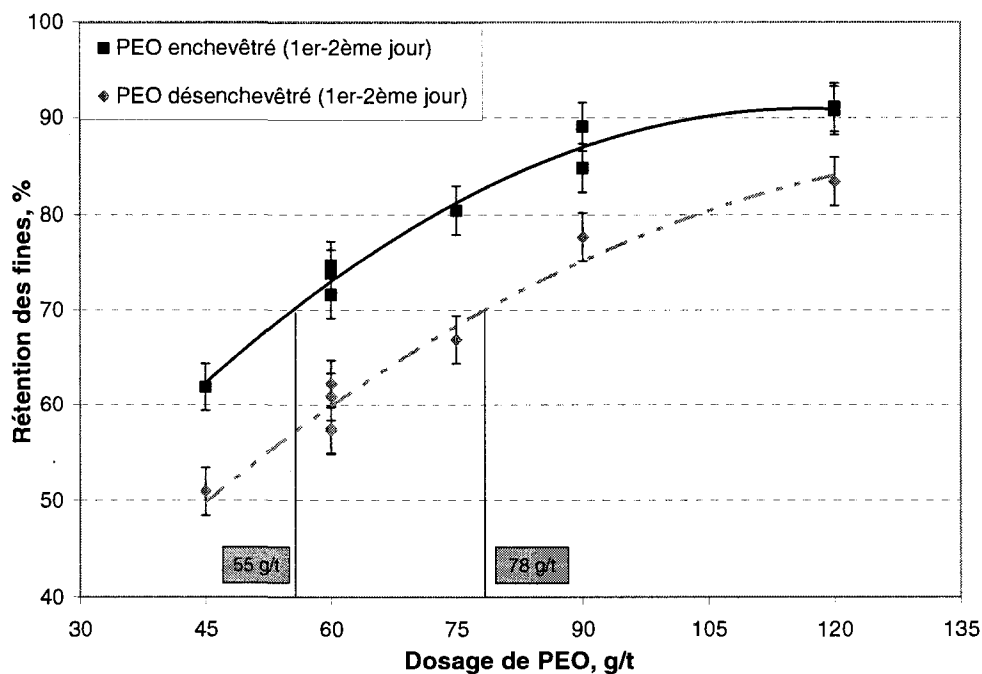


Figure 4.5 : Rétention des fines en fonction du dosage et de l'enchevêtrement du PEO

Le taux de rétention des fines augmente lorsque le dosage de PEO augmente, ce qui est dû à une couverture plus étendue de la surface des fibres, qui favorise l'hétéroflocculation entre fibres et fines (van de Ven, 1997).

De plus, on peut constater que pour des dosages de PEO allant jusqu'à 75 g/t, pour un dosage de PEO donné, la rétention des fines varie de 10 à 15 % selon que l'on injecte du

PEO enchevêtré ou désenchevêtré. Ce résultat est similaire à celui obtenu sur le formeur à double-toile de l'université McGill par (Bednár et al, 2003), même s'il est difficile de comparer les deux systèmes qui ont des conditions hydrodynamiques très différentes. Cette différence d'efficacité entre les deux états d'enchevêtrement du PEO apparaît au niveau de la consommation de PEO : Pour atteindre par exemple un niveau de rétention des fines de 70%, un dosage de 55g/t de PEO enchevêtré serait nécessaire alors qu'il faudrait utiliser un dosage de 78 g/t de PEO désenchevêtré pour atteindre le même objectif.

#### Effet du ratio CF-PEO et de l'enchevêtrement du PEO sur la rétention des fines

De manière similaire, la Figure 4.6 montre les variations de la rétention des fines en fonction du ratio CF-PEO pour les deux états d'enchevêtrement du PEO. Le dosage de PEO utilisé pour toutes les mesures était de 60 g/t.

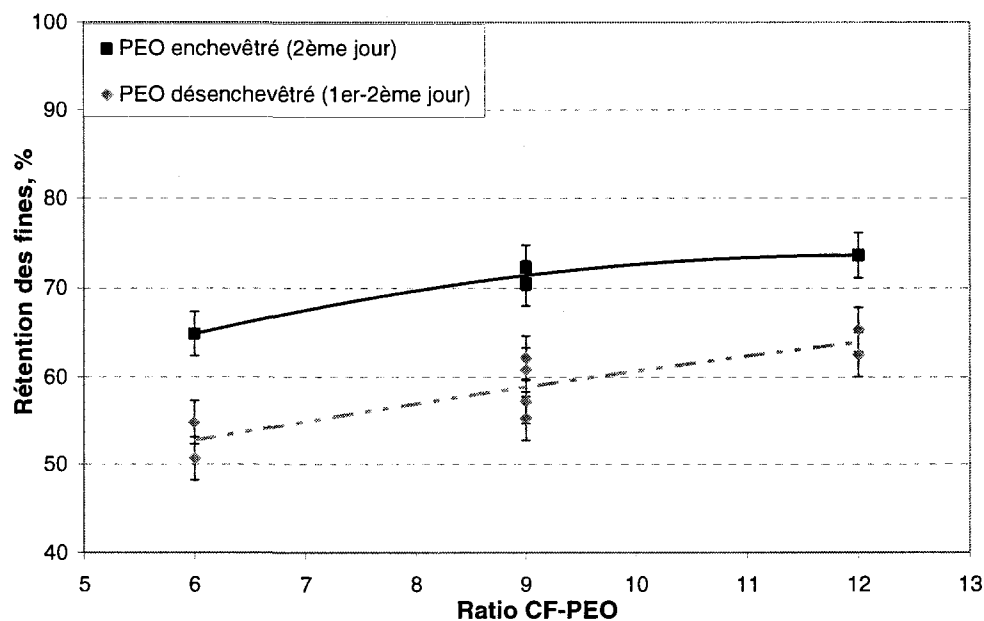


Figure 4.6 : Rétention des fines en fonction du ratio CF-PEO et de l'état du PEO.

La différence de 10 à 15 % dans la rétention des fines entre le PEO enchevêtré et le PEO désenchevêtré est aussi observée quand on fait varier le ratio CF-PEO. Toutefois, il est intéressant de constater que l'on peut augmenter la rétention des fines d'environ 10

% en doublant le ratio CF-PEO de 6:1 à 12:1. Le cofacteur s'associe avec le PEO en formant un complexe qui permet l'hétérofloculation des fines et des fibres par une liaison de type pontage. Le cofacteur "rigidifie" la molécule de PEO en diminuant son entropie de configuration. (van de Ven, 1997). Cette propriété est particulièrement utile lorsque le PEO est désenchevêtré. L'effet comparé du ratio CF-PEO pour les deux états d'enchevêtrement utilisé est repris dans la section 4.3.5.

#### 4.3.4 Effets des variables de la partie humide sur les propriétés finales du papier

##### Variations de l'indice de formation

Afin d'améliorer les propriétés optiques et mécaniques de la feuille, ainsi que pour des raisons économiques, il peut être intéressant d'avoir une rétention élevée. Toutefois, il convient de s'assurer qu'une haute valeur de rétention ne s'accompagne pas d'un indice de formation élevé et donc d'une mauvaise qualité de la feuille. La Figure 4.7 montre ainsi l'évolution de la formation de la feuille produite en fonction de la rétention de première passe, lorsque le dosage de PEO est changé. La formation de la feuille produite sans agent de rétention est de 1200 pour le premier jour et de 1600 pour le deuxième jour.

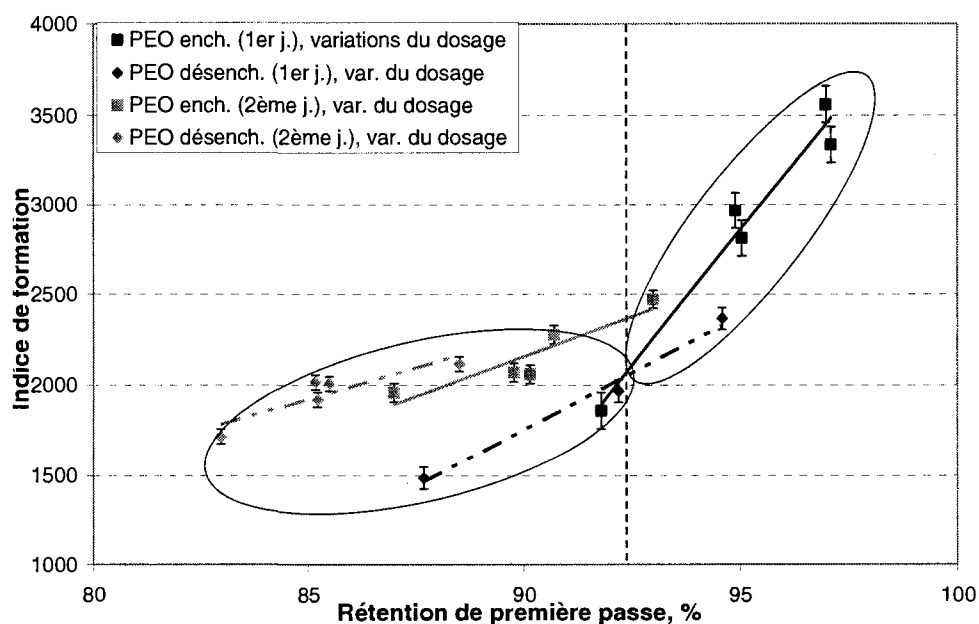


Figure 4.7 : Formation de la feuille en fonction de la rétention de première passe

Ce graphe pour être divisé en 2 parties :

- Pour des valeurs de rétention inférieures à environ 92 %, la formation de la feuille varie seulement dans l'intervalle [1900 ; 2100].
- Lorsque la rétention est supérieure à environ 92 %, la formation empire de manière importante, la feuille est donc de mauvaise qualité et plusieurs casses du matelas fibreux sont observées.

On peut donc supposer qu'il existe une valeur seuil de rétention (qui dépend du système considéré et des conditions d'opération) au-delà de laquelle toute augmentation de la rétention se traduit par une détérioration importante de la qualité de la feuille.

On remarque également que pour les 4 premières séries de données, l'augmentation de la rétention avec le dosage de polymère, déjà observée sur la Figure 4.5, s'accompagne d'une hausse de l'indice de formation. Cette tendance est observée pour le PEO enchevêtré et aussi, dans une moindre mesure, pour le PEO désenchevêtré. (Swerin et Ödberg, 1997) attribuent cet effet au fait que les agents de rétention induisent non seulement la flocculation des fibres et des fines mais aussi l'homoflocculation des fibres, qui favorise la mauvaise répartition des fibres sur la feuille. Cet effet négatif est particulièrement problématique sur une machine lente, car le cisaillement est insuffisant pour briser les flocs de fibres créés.

L'effet du ratio CF-PEO sur la rétention et la formation est comparé avec celui du dosage de PEO lors du deuxième jour de tests sur la Figure 4.8.

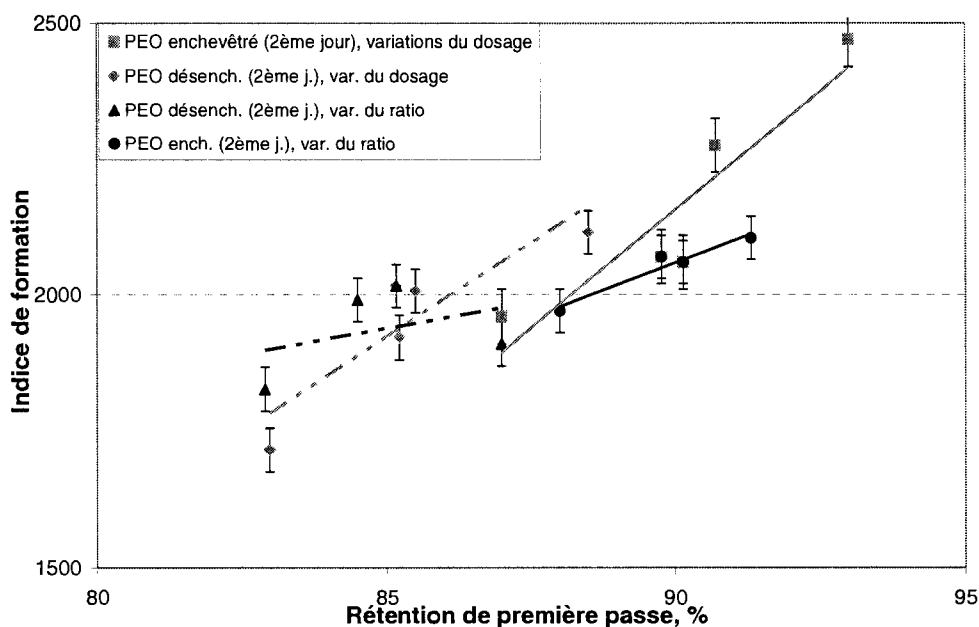


Figure 4.8 : Effets comparés du dosage de PEO et du ratio CF-PEO sur la formation

Lors de la deuxième journée de tests, l'indice de formation a varié de manière moins importante que le premier jour, car les dosages de PEO appliqués étaient plus faibles, ce qui a limité la floculation excessive des fibres entre elles. Toutefois, pour des valeurs similaires de rétention, on remarque que les pentes des droites de régression sont plus élevées lorsque le dosage de PEO, plutôt que le ratio CF-PEO, est changé. Autrement dit, une hausse de la rétention au moyen du ratio CF-PEO s'accompagne d'une hausse de l'indice de formation plus limitée que si le dosage de PEO est manipulé.

### Conséquences sur les propriétés mécaniques de la feuille

Les propriétés mécaniques de la feuille, en particulier celles indiquant la résistance de la feuille, ont été mesurées sur des échantillons de papier prélevés à chaque état stationnaire. Les valeurs de l'indice de formation mesurées ont été comparées à différentes propriétés mécaniques de la feuille, la longueur de rupture dans le sens machine sur la Figure 4.9, ainsi que l'indice d'éclatement sur la Figure 4.10.

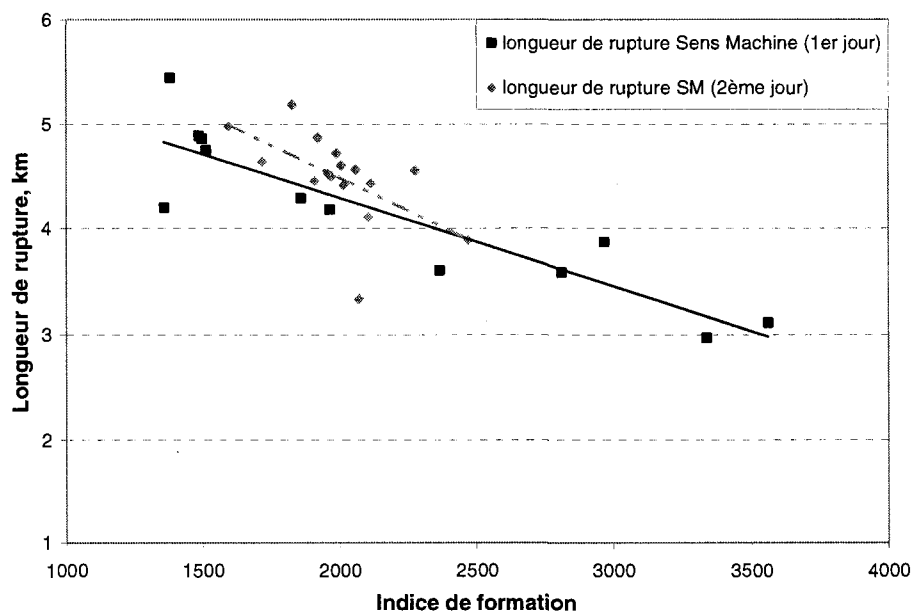


Figure 4.9 : Relation entre indice de formation et longueur de rupture sens machine

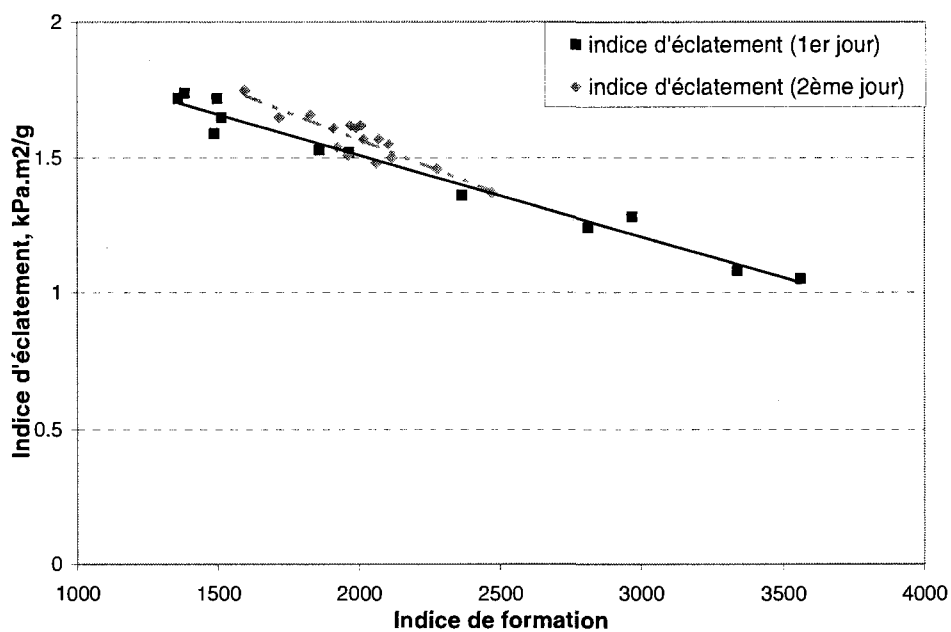


Figure 4.10 : Relation entre l'indice de formation et l'indice d'éclatement

La longueur de rupture, qui mesure la résistance de la feuille à la traction et l'indice d'éclatement, qui indique la pression apportée à la feuille pour induire son éclatement, ne dépendent pas du grammage de la feuille et sont des indicateurs de la résistance

mécanique de la feuille. On remarque une bonne corrélation entre les valeurs de la formation (mesurée en-ligne ou hors-ligne, les deux indices de formation étant bien corrélés entre eux) et la résistance mécanique de la feuille, en particulier au cours du premier jour de tests, lorsque les écarts entre les valeurs de la formation étaient plus extrêmes que pendant le deuxième jour. Lorsque les dosages de PEO les plus élevés (90 g/t et 120 g/t) étaient employés, la répartition des fibres sur la feuille était très hétérogène, produisant ainsi un papier de faible résistance mécanique.

Ces mesures confirment que l'indice de formation est un indicateur pertinent de la qualité de la feuille formée et qu'il est donc important de maintenir la formation la plus homogène possible.

### **Variations du grammage de la feuille**

Le grammage représente le poids de la feuille par unité de surface et est une des spécifications importantes du papier produit en usine. Dans le procédé industriel, le grammage de la feuille est habituellement mesuré optiquement à la partie sèche de la machine à papier et un algorithme de contrôle ajuste le débit de pâte épaisse injecté à la caisse d'arrivée pour maintenir le grammage proche du point de consigne. Toutefois, dans les expériences effectuées à Trois-Rivières, le débit de pâte épaisse a été maintenu constant. La Figure 4.11 présente donc l'influence que les variations des trois paramètres de la partie humide (enchevêtrement du PEO, dosage de PEO, ratio CF-PEO) ont eu sur le grammage sec de la feuille.

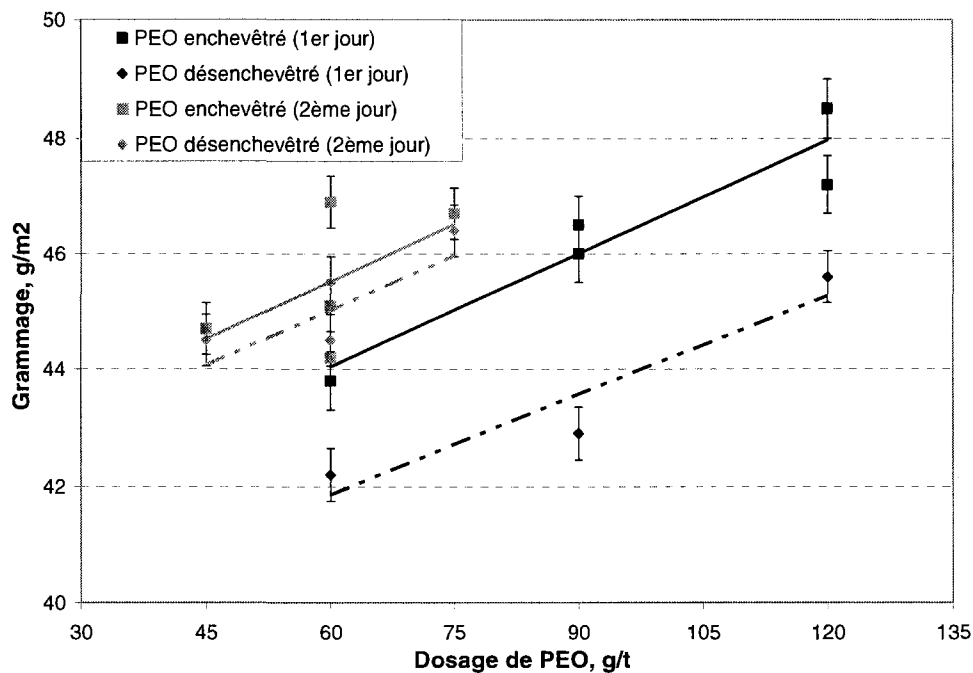


Figure 4.11 : Effet de l'enchevêtrement et du dosage de PEO sur le grammage

Une augmentation du dosage de PEO peut donc augmenter le grammage sec d'environ 2 à 3 g/m<sup>2</sup>, ce qui est significatif. Cette hausse est reliée à l'augmentation avec le dosage de PEO de la rétention des fines dans le matelas fibreux observé sur la Figure 4.5.

Pour un dosage de PEO donné, le grammage dépend de l'état d'enchevêtrement du PEO, on remarque que, lors de la première journée de tests, le grammage est inférieur d'environ 2 g/m<sup>2</sup> lorsque le PEO est désenchevêtré.

On observe une plus grande dispersion des valeurs lors de la deuxième journée de tests, l'écart moyen de grammage entre les deux états de PEO est ainsi plus limité. On peut interpréter ce résultat par le fait que les variations du grammage dans le sens travers étaient conséquentes pour certains échelons, c'est pourquoi les échantillons prélevés (au milieu de la bobine, sur une largeur de 10 cm) ne reflétaient pas toujours correctement le grammage moyen de la feuille.

On peut déduire des résultats de la Figure 4.11 que l'utilisation d'un PEO désenchevêtré a un effet négatif sur le grammage, qui devra être compensé par l'ajout d'une quantité

supplémentaire de pâte épaisse (si le contrôle du grammage est activé) ou de polymère (dans le cas contraire).

### Variations de la blancheur

De la même manière que pour le grammage, la blancheur du papier produit à chaque état stationnaire a été mesurée en laboratoire et tracée sur la Figure 4.12 en fonction du dosage et de l'enchevêtrement du PEO.

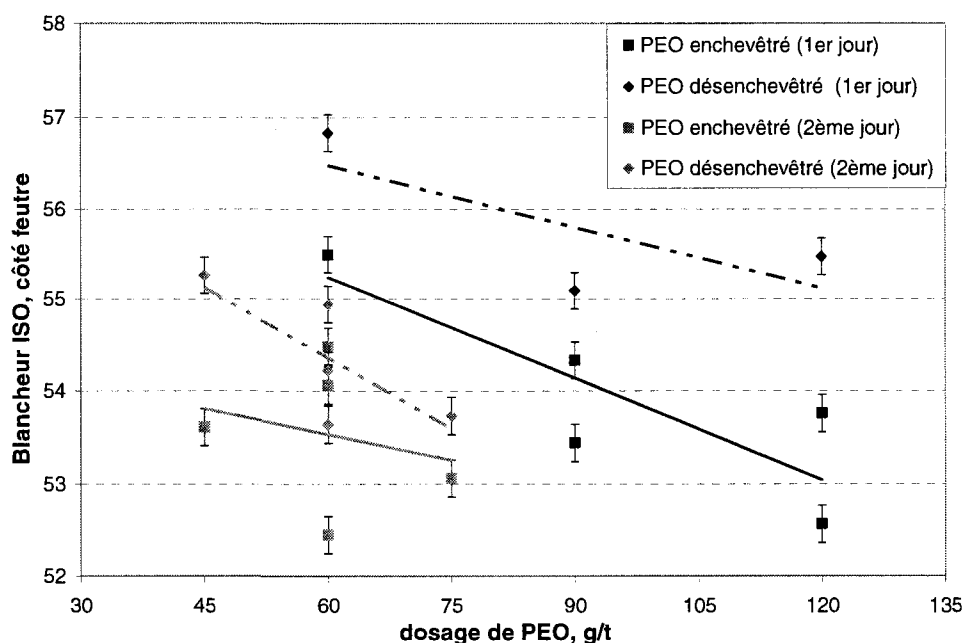


Figure 4.12 : Effet du dosage et de l'enchevêtrement du PEO sur la brillance

La tendance est analogue à celle observée pour le grammage, à savoir un effet important du dosage de PEO et une différence appréciable de la brillance entre les PEO enchevêtré et désenchevêtré, pour un dosage de PEO donné. Ces variations peuvent être expliquées par le fait que davantage de fines sont retenues dans la feuille de papier quand le dosage de PEO augmente ou que du PEO enchevêtré est utilisé. En raison de leur grande surface spécifique, les fines sont plus difficiles à blanchir, c'est pourquoi la présence d'une plus grande quantité de fines dans la feuille diminue la blancheur

moyenne de la feuille.

#### 4.3.5 Étude des variations dynamiques de la consistance de l'eau blanche

La prise et la mesure d'échantillons d'eau blanche dans la fosse sous toile ont permis de déterminer la rétention de première passe ainsi que la rétention des fines à l'état stationnaire. Ces informations sont toutefois insuffisantes pour déterminer les dynamiques des fluctuations de la consistance de l'eau blanche pour chaque nouvel échelon, qui sont des données nécessaires à la conception de stratégies de contrôle.

La consistance de l'eau blanche a été mesurée pendant la deuxième journée de tests par méthode optique toutes les 11 ou 12 secondes par le capteur KajaaniRMI. La distribution massique des fibres est spécifique à chaque type de pâte, c'est pourquoi il était nécessaire de calibrer les valeurs obtenues par le capteur à l'aide des mesures de consistance réalisées en laboratoire à chaque état stationnaire. La conversion entre les deux types de mesures est présentée sur la Figure 4.13.

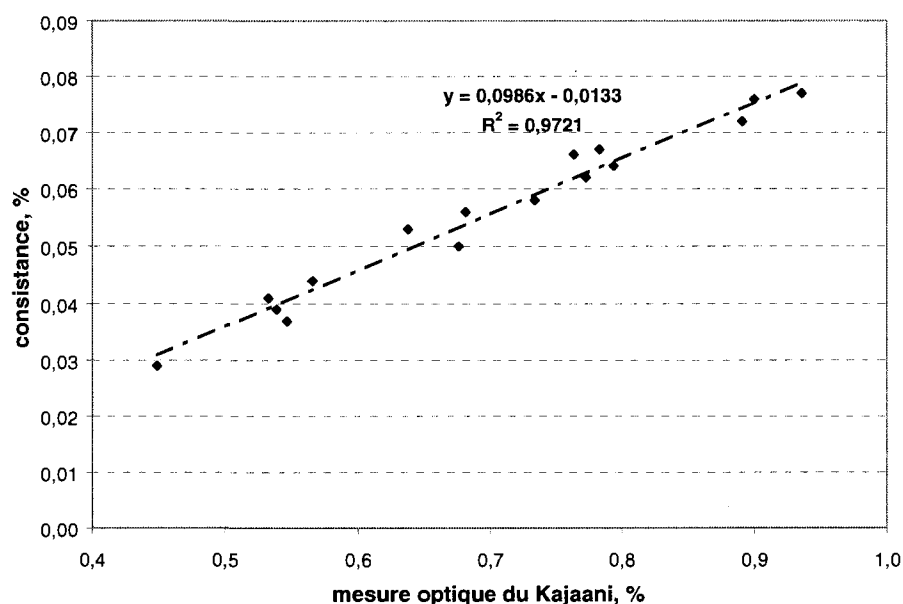


Figure 4.13 Courbe de calibration du capteur KajaaniRMI, deuxième jour de tests

Les variations de la consistance obtenue après calibration ont ensuite été analysées échelon par échelon. Dans chaque cas, un modèle décrivant la réponse de la consistance de l'eau blanche à une perturbation de type échelon a été recherché. Une observation préliminaire des données a montré que ces variations pouvaient vraisemblablement être décrites par un modèle simple de type premier ordre avec retard:

$$y(s) = \frac{K}{\tau s + 1} \exp(-\theta s) \times u(s) \quad (4)$$

y est la consistance de l'eau blanche

u est l'état d'enchevêtrement du PEO, le dosage de PEO ou le ratio CF-PEO.

En raison de données peu précises sur le moment exact où ont été réalisées les manipulations des variables d'entrée, les retards ne peuvent être déterminés exactement. Néanmoins, on peut considérer qu'un délai d'environ 20 s était nécessaire pour que, dans le cas d'un changement de dosage de PEO ou de ratio CF-PEO, les débits des pompes d'injection de PEO et de CF s'ajustent à leur nouveau point de consigne ou que, dans le cas d'un changement d'état d'enchevêtrement du PEO, le PEO de la nouvelle solution utilisée soit effectivement injecté dans la pâte.

Le gain K et la constante de temps  $\tau$  ont ensuite été déterminés par identification à l'aide du logiciel MATLAB (cf. programme en annexe). Pour un couple de paramètres (K,  $\tau$ ), la réponse du modèle de premier ordre à un échelon a été générée et comparée avec la réponse réelle, jusqu'à obtenir un accord satisfaisant. La Figure 4.14 présente un exemple de modèle retenu pour un échelon donné.

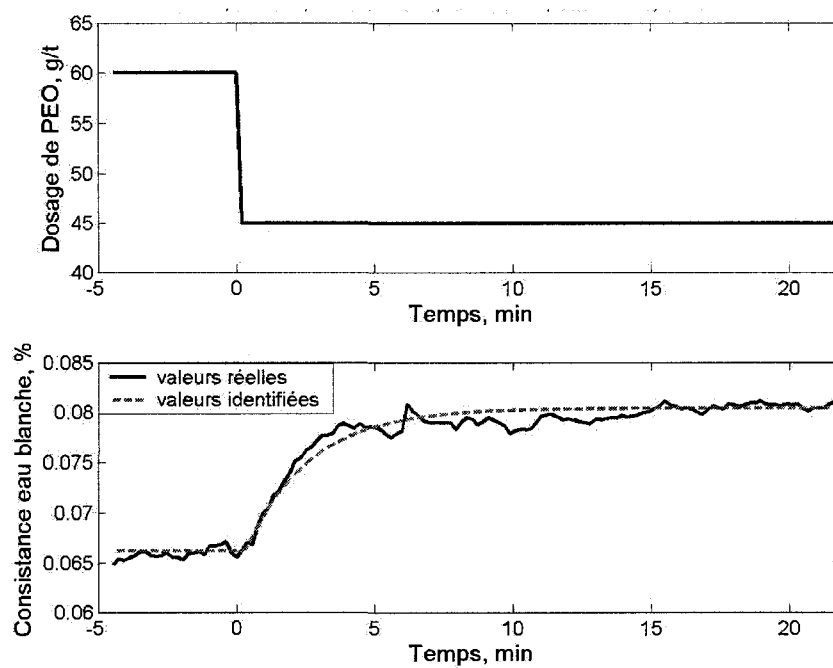


Figure 4.14 : Réponse de la consistance de l'eau blanche à un échelon

L'ensemble des modèles obtenus est comparé avec les variations réelles sur la Figure 4.15 et la Figure 4.16.

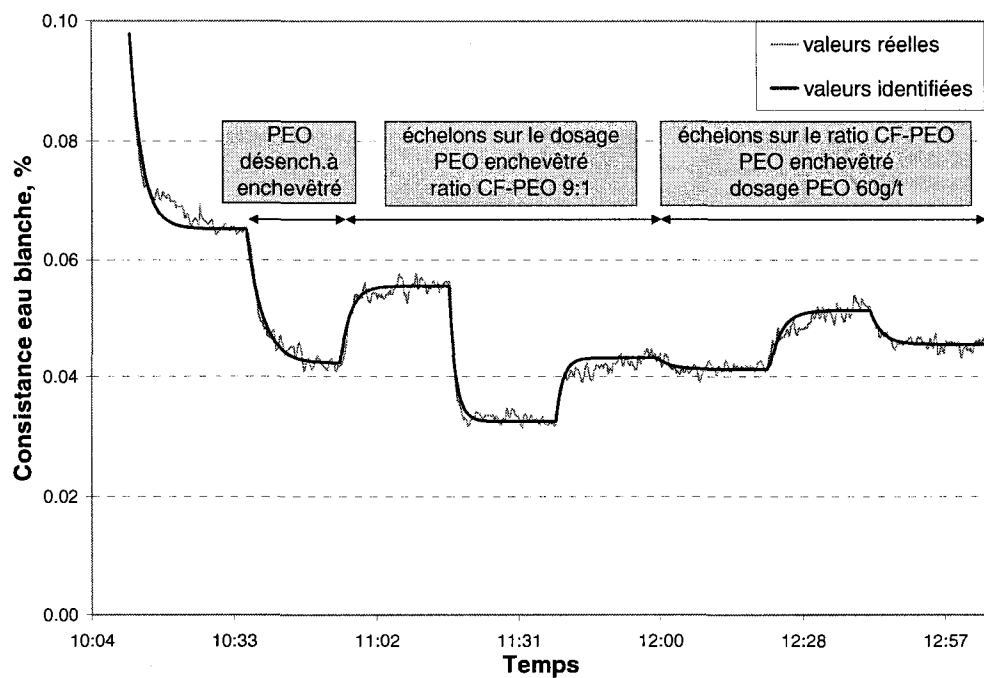


Figure 4.15 : Variations de la consistance de l'eau blanche (1<sup>ère</sup> partie)

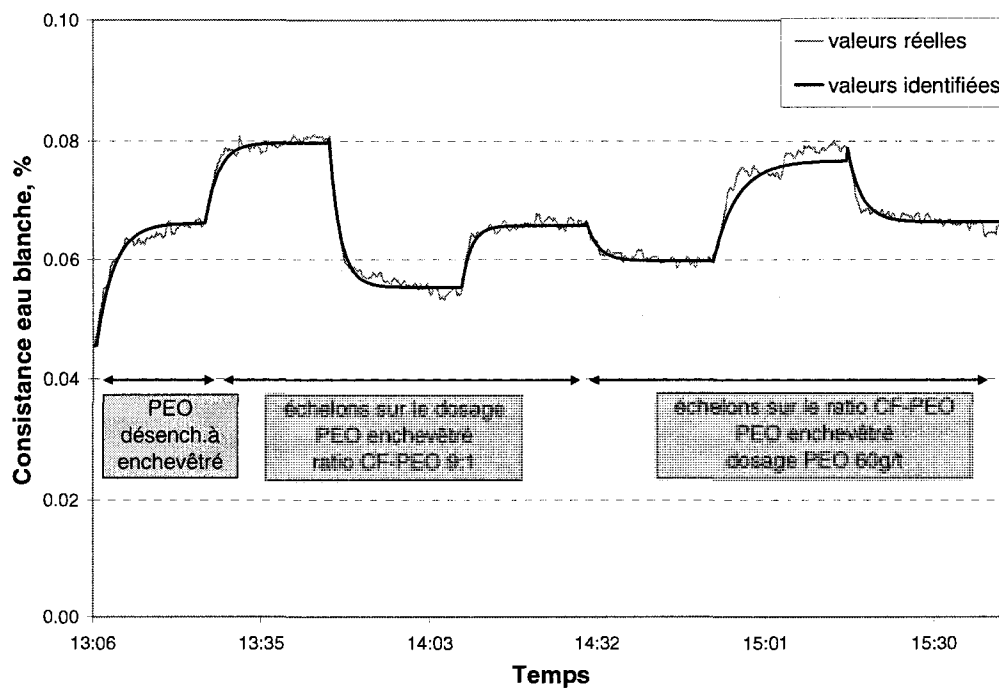


Figure 4.16 : Variations de la consistance de l'eau blanche (2<sup>ème</sup> partie)

On remarque ainsi que la plupart des variations de consistance de l'eau blanche peuvent être correctement décrites par des modèles de premier ordre avec retard. Les fonctions de transfert obtenues par la méthode d'identification sont résumées dans le Tableau 4.6. Afin de faciliter la comparaison entre les différentes fonctions de transfert obtenues, les valeurs des gains ont été calculées en utilisant des variables d'entrée et de sortie sans dimension. (Les valeurs des écarts de consistance ont été divisés par 0,0679 %, soit l'écart entre les valeurs extrêmes de la journée), alors que les valeurs suivantes ont été attribuées aux variables d'entrée:

- . État d'enchevêtrement du PEO : 0 (PEO désenchevêtré) et 1 (PEO enchevêtré)
- . Dosage de PEO : -0.5 (45 g/t), 0 (60 g/t) et 0.5 (75 g/t)
- . Ratio CF-PEO : -0.5 (6:1), 0 (9:1) et 0.5 (12:1)

De plus, pour alléger le tableau, le délai de 20 s n'a pas été inclus dans les fonctions de transfert du tableau.

Tableau 4.6: Fonctions de transfert obtenues par la méthode d'identification

| <b>Effet de l'enchevêtrement du PEO</b>           |                         |                                    |
|---------------------------------------------------|-------------------------|------------------------------------|
| PEO enchevêtré → PEO désenchevêtré                |                         | PEO désenchevêtré → PEO enchevêtré |
| $\frac{-0,341}{180s+1}$                           |                         | $\frac{-0,349}{180s+1}$            |
| <b>Effet du dosage de PEO (PEO enchevêtré)</b>    |                         |                                    |
| 60 g/t → 45 g/t                                   | 75 g/t → 60 g/t         | 45 g/t → 75 g/t                    |
| $\frac{-0,423}{100s+1}$                           | $\frac{-0,335}{70s+1}$  | $\frac{-0,355}{60s+1}$             |
| <b>Effet du dosage de PEO (PEO désenchevêtré)</b> |                         |                                    |
| 60 g/t → 45 g/t                                   | 75 g/t → 60 g/t         | 45 g/t → 75 g/t                    |
| $\frac{-0,429}{140s+1}$                           | $\frac{-0,329}{90s+1}$  | $\frac{-0,387}{90s+1}$             |
| <b>Effet du ratio CF-PEO (PEO enchevêtré)</b>     |                         |                                    |
| 12:1 → 6:1                                        | 6:1 → 9:1               | 9:1 → 12:1                         |
| $\frac{-0,143}{140s+1}$                           | $\frac{-0,201}{110s+1}$ | $\frac{-0,058}{110s+1}$            |
| <b>Effet du ratio CF-PEO (PEO désenchevêtré)</b>  |                         |                                    |
| 12:1 → 6:1                                        | 6:1 → 9:1               | 9:1 → 12:1                         |
| $\frac{-0,288}{150s+1}$                           | $\frac{-0,371}{140s+1}$ | $\frac{-0,155}{100s+1}$            |

### Gains des fonctions de transfert

L'analyse des gains obtenus montre que les gains liés au dosage de PEO ont le même ordre de grandeur, que le PEO soit enchevêtré ou désenchevêtré. Mais il convient de constater que les gains indiquent une variation relative et que, pour un dosage de PEO donné, les consistances absolues diffèrent de manière significative (de l'ordre de 0,04% pour le PEO enchevêtré, 0,07% pour le PEO désenchevêtré). On constate également que, dans le domaine de dosages considéré, le gain dépend assez peu des valeurs

initiales et finales du dosage de PEO (La consistance de l'eau blanche varie alors linéairement avec le dosage)

Par contre, si on fait varier le ratio CF-PEO, on remarque que les gains sont environ 2 fois moins élevés lorsque le PEO est enchevêtré. De plus, on remarque que faire varier le ratio CF-PEO entre 6:1 et 9:1 a plus d'effet que de le faire entre 9:1 et 12:1. Dans les conditions considérées, la consistance de l'eau blanche est donc une fonction asymptotique du ratio CF-PEO.

Même s'il est difficile de comparer les gains obtenus en faisant varier des paramètres différents, car ils dépendent de la manière de rendre les variables d'entrée sans dimension, on peut constater que les gains de l'état d'enchevêtrement du PEO sont du même ordre de grandeur que ceux sur le dosage de PEO, en particulier dans le cas du PEO désenchevêtré.

Ces observations sont conformes à celles réalisées à partir de la Figure 4.5 et de la Figure 4.6.

### **Constantes de temps des fonctions de transfert**

On constate que les constantes de temps sont de l'ordre de 60 à 100 s lorsque le dosage de PEO est changé et de l'ordre de 100 à 150 s lorsqu'on varie le ratio CF-PEO.

Ces ordres de grandeur ne correspondent pas à la dynamique de floculation induite par le PEO entre les fibres et les fines, qui est de l'ordre de la seconde. Ils ne correspondent pas non plus à la dynamique de la recirculation de l'eau blanche, car le temps de résidence dans la fosse sous toile est de l'ordre de 4 min (volume 1200 L, débit d'eau blanche 300 L/min). De plus, en raison des hautes valeurs de rétention observées, les fines recirculées ne représentent qu'une fraction limitée (de l'ordre de 15%) de la pâte injectée à la caisse d'arrivée. On peut donc supposer que ces constantes de temps dépendent de l'homogénéisation de la concentration de PEO et de Cofacteur dans la caisse d'arrivée (Volume 90 L, débit à la caisse d'arrivée 280 L/min). De plus, le cofacteur étant injecté à l'entrée du tamis primaire (temps de résidence de l'ordre d'une

minute), un temps de mélange est nécessaire avant que la valeur du ratio CF-PEO à l'état stationnaire soit atteinte. Ceci peut expliquer les ordres de grandeur obtenus et le fait que la dynamique soit plus lente lorsque le ratio CF-PEO est manipulé.

#### 4.3.6 Simulation dynamique de la partie humide

##### Modélisation et principe de la simulation

Afin de valider les observations effectuées sur les variations dynamiques de la consistance de l'eau blanche, un modèle de la partie humide a été établi à partir de bilans matières dans la caisse d'arrivée et la fosse sous toile, de manière similaire à l'approche adoptée par (Cho *et al*, 2001).

La Figure 4.17 représente une simplification de la partie humide de la machine à papier.

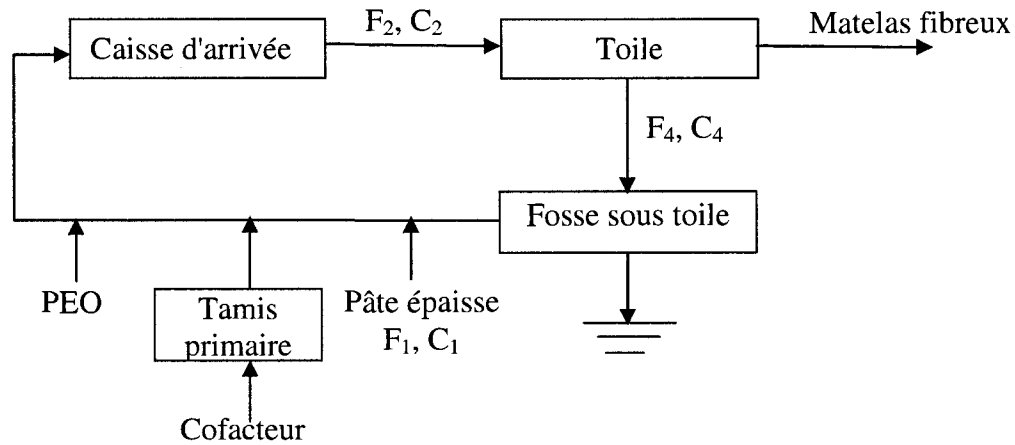


Figure 4.17 : Représentation simplifiée de la partie humide

La pâte épaisse est composée de fibres et de fines. La consistance totale  $C_{1\text{totale}}$ , le débit de pâte épaisse  $F_1$  et la fraction de fines  $\varphi_{\text{fines}}$  ont été considérés comme constants au cours des expériences. On a donc :

$$\begin{aligned} C_1^{\text{fibres}} &= C_{1\text{totale}} \times (1 - \varphi_{\text{fines}}) \\ C_1^{\text{fines}} &= C_{1\text{totale}} \times \varphi_{\text{fines}} \end{aligned} \quad (5)$$

Un bilan de matière sur la caisse d'arrivée donne le système d'équations suivant :

$$\begin{aligned}\frac{dC_2^{fibres}}{dt} &= \frac{1}{V_{CA}} (F_1 C_1^{fibres} + F_5 C_5^{fibres}) - \frac{F_2}{V_{CA}} C_2^{fibres} \\ \frac{dC_2^{fines}}{dt} &= \frac{1}{V_{CA}} (F_1 C_1^{fines} + F_5 C_5^{fines}) - \frac{F_2}{V_{CA}} C_2^{fines}\end{aligned}\quad (6)$$

$V_{CA}$  est le volume de la caisse d'arrivée,  $F_2$  est le débit sortant de la caisse d'arrivée et  $F_5$  est le débit de recirculation de l'eau blanche (on a donc  $F_1 + F_5 = F_2$ )

Les fibres et les fines sont séparées au niveau de la toile entre le courant du matelas fibreux se dirigeant vers la zone des presses, de débit  $F_3$  et le courant d'eau blanche de débit  $F_4$  qui se dirige vers la fosse sous toile. On a rigoureusement  $F_2 = F_3 + F_4$ , mais comme  $F_4 \gg F_3$ , on détermine les consistances sous la fosse sous toile avec les relations suivantes :

$$\begin{aligned}C_4^{fibres} &= (1 - R_{fibres}) \times C_2^{fibres} \\ C_4^{fines} &= (1 - R_{fines}) \times C_2^{fines}\end{aligned}\quad (7)$$

La rétention des fibres est supposée constante et égale à 99 %, alors que la rétention des fines est une fonction du dosage de PEO, du ratio CF-PEO et de l'état d'enchevêtrement du PEO, obtenue par régression à partir de la Figure 4.5 et de la Figure 4.6.

Ainsi, si le PEO est enchevêtré, on prend :

$$R_{fines} = 71,939 + 18,577 X_1 + 8,73 X_2 - 8,5527 (X_2)^2 \quad (8)$$

De même, si le PEO est désenchevêtré, on prend :

$$R_{fines} = 58,1 + 15,966 X_1 + 11,85 X_2 \quad (9)$$

$X_1$  représente le dosage de PEO et  $X_2$  le ratio CF-PEO en variables adimensionnelles (cf. 4.3.5)

Enfin, on réalise un bilan de matière sur la fosse sous toile :

$$\begin{aligned}\frac{dC_5^{fibres}}{dt} &= \frac{1}{V_{WP}} (F_4 C_4^{fibres}) - \frac{F_4}{V_{WP}} C_5^{fibres} \\ \frac{dC_5^{fines}}{dt} &= \frac{1}{V_{WP}} (F_4 C_4^{fines}) - \frac{F_4}{V_{WP}} C_5^{fines}\end{aligned}\quad (10)$$

$V_{WP}$  est le volume de la fosse sous toile et  $C_5^{fibres}$  et  $C_5^{fines}$  sont les consistances en fibres et en fines dans la fosse sous toile (en supposant en première approximation, que la fosse, de volume 1172 L, est parfaitement mélangée).

Au début de chaque échelon où le débit de polymère et/ou de cofacteur sont changés, il faut tenir compte de la dynamique de mélange :

- Dans la caisse d'arrivée pour le polymère, ce qui donne la fonction de transfert suivante :

$$g_{pol}(s) = \frac{1}{\left(\frac{V_{CA}}{F_2}\right)s + 1} \quad (11)$$

- Dans le tamis pressurisé et dans la caisse d'arrivée pour le cofacteur, ce qui donne la fonction de transfert suivante :

$$g_{CF}(s) = \frac{1}{\left(\frac{V_T}{F_2}\right)s + 1} \times \frac{1}{\left(\frac{V_{CA}}{F_2}\right)s + 1} \quad (12)$$

$V_T$  est le volume du tamis pressurisé, soit 266 L. On suppose ici aussi que la caisse d'arrivée et le tamis pressurisé sont parfaitement mélangés.

La consistance mesurée par le capteur KajaaniRMI est la consistance totale sous la fosse sous toile, à savoir la grandeur  $C_4^{fibres} + C_4^{fines}$ .

Le modèle ci-dessus permet de prédire les dynamiques des perturbations appliquées sur le dosage de PEO et le ratio CF-PEO, mais pas celui entre les PEO enchevêtré et désenchevêtré, car la dynamique de l'état d'enchevêtrement du PEO dans la caisse d'arrivée ne peut être modélisée par des bilans matière.

Le schéma de la simulation effectuée avec le logiciel MATLAB-Simulink est présenté sur la Figure 4.18 et les fonctions MATLAB de type .m associées à la simulation sont présentées en annexe.



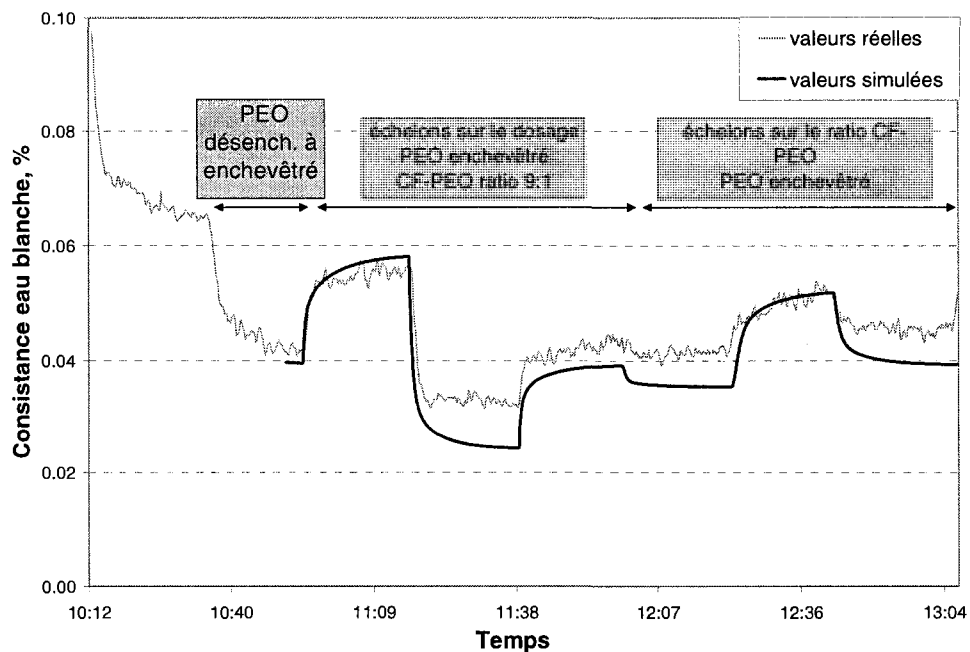


Figure 4.19 : Consistances réelles et simulées, 1<sup>ère</sup> partie

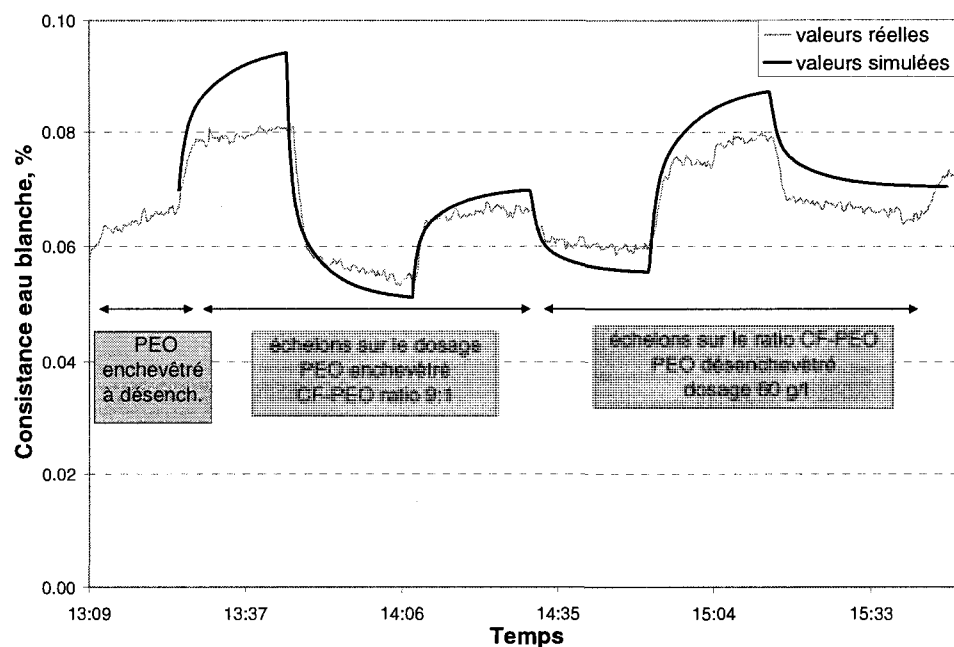


Figure 4.20 : Consistances réelles et simulées, 2<sup>ème</sup> partie

On constate que les consistances de l'eau blanche obtenues par simulation sont proches des valeurs réelles et ont en particulier les mêmes dynamiques que les variations réelles.

Ceci valide donc le modèle présenté ci-dessous et en particulier l'hypothèse énoncée dans la section 4.3.5 selon laquelle la dynamique des variations de l'eau blanche sur la machine pilote provient des dynamiques de mélange du PEO dans la caisse d'arrivée et du cofacteur dans le tamis primaire et la caisse d'arrivée, respectivement.

## **4.4 Conclusions**

### **4.4.1 Récapitulatif des résultats obtenus**

En raison de ses conditions d'opération et en particulier de sa vitesse lente, la machine à papier pilote de Trois-Rivières permet d'étudier les effets physico-chimiques du système d'agents de rétention PEO-Cofacteur. L'objectif principal, qui était l'étude de l'effet du désenchevêtrement du PEO sur la rétention des fines, a été atteint. Au cours d'expériences reproductibles, il a été observé que pour un même dosage de PEO et un même ratio CF-PEO, un PEO désenchevêtré retient 10 à 15 % moins de fines qu'un PEO enchevêtré. Les mesures en ligne et en laboratoire des consistances de l'eau blanche et de la caisse d'arrivée ont montré que le dosage de PEO et le ratio CF-PEO jouent également un rôle important dans la rétention des fines. Une augmentation du ratio CF-PEO est particulièrement efficace lorsque le PEO est désenchevêtré, ce qui est conforme aux mécanismes de fixation du système de rétention PEO-Cofacteur sur les fines et les fibres.

Les mesures des propriétés du papier produit ont montré que certaines caractéristiques du papier (grammage, blancheur, opacité) dépendaient de la quantité de fines retenues dans la feuille, c'est pourquoi l'effet de l'enchevêtrement du PEO a pu également être constaté sur la partie sèche de la machine et qu'un dosage plus important de PEO désenchevêtré est requis pour atteindre les mêmes propriétés que lorsque du PEO enchevêtré est injecté. L'indice de formation est quant à lui relié à la floculation des fibres longues entre elles et l'utilisation d'un dosage excessif de PEO, si elle permet un haut niveau de rétention, avait des conséquences néfastes sur la formation de la feuille (et par conséquent sur sa résistance mécanique). Il a par contre été constaté que

l'augmentation du ratio CF-PEO permet d'augmenter la rétention de première passe (et des fines en particulier), tout en affectant peu la formation de la feuille.

Si le dosage de PEO reste une des variables ayant le plus d'effet sur la partie humide, les différentes observations réalisées permettent de suggérer que le ratio CF-PEO, qui est souvent gardé constant dans les machines à papier industrielles, pourrait également être manipulé afin de limiter la consommation de PEO (le cofacteur étant de plus un produit moins coûteux que le PEO). Dans cette approche, le suivi de l'état d'enchevêtrement du PEO permettrait de coordonner le dosage de PEO et le ratio CF-PEO à employer pour contrôler la partie humide.

#### **4.4.2 Restrictions de l'étude**

Les conditions d'opération de la machine à papier du CSPP rendent difficiles toute extrapolation sur une machine commerciale rapide (y compris de type Fourdrinier) des résultats obtenus, qu'il s'agisse de la rétention des fines ou des propriétés du papier (comme l'indice de formation, qui dépend fortement du cisaillement appliqué sur les floes de fibres).

De plus, l'amplitude des changements appliqués sur les variables manipulées de la partie humide (enchevêtrement du PEO, dosage du PEO, ratio CF-PEO) était plus grande que celle rencontrée au cours d'une opération normale d'une machine à papier. Ainsi, si les dosages de PEO utilisés au cours de la deuxième journée étaient assez proches les uns des autres, l'écart entre les valeurs extrêmes des ratios de CF-PEO était assez élevé (100% entre 6:1 et 12:1 au lieu de 30 à 40% pour des tests en échelons traditionnels). Enfin, l'alternance entre les deux solutions de PEO enchevêtrés et désenchevêtrés ne correspond pas non plus à des conditions d'opérations réalistes.

#### **4.4.3 Perspectives pour de futures expériences**

Les restrictions énoncées ci-dessus permettent de suggérer deux types d'expériences futures.

Dans le premier cas, il s'agirait de répéter le même type d'expérience sur la même machine, mais en intégrant d'autres variables d'importance pour la partie humide, comme le taux de recirculation des cassés, et de les comparer avec les variables déjà étudiés. Il serait également intéressant, à des fins de contrôle de procédés, de faire varier les mêmes paramètres, mais avec davantage de modalités. Ainsi, on pourrait par exemple considérer quatre degrés d'enchevêtrement du PEO distincts au lieu de deux seulement. Cela contribuerait à la conception de stratégies de contrôle robustes et multivariables de la partie humide.

Dans le deuxième cas, des tests de même nature seraient menés sur une machine commerciale rapide en manipulant les mêmes paramètres que sur la machine de Trois-Rivières. Les effets sur la partie humide et les propriétés du papier produit pourraient ainsi être analysés simultanément, et l'effet de la recirculation des fines dans l'eau blanche, peu important sur la machine du CSPP, pourrait être pris en compte.

## **CHAPITRE 5 VARIABILITÉ ET EFFET DE L'ÉTAT D'ENCHEVÊTREMENT DU PEO SUR LA PARTIE HUMIDE D'UNE MACHINE À PAPIER INDUSTRIELLE**

### **5.1 Présentation<sup>1</sup>**

Dans le chapitre précédent, les résultats des expériences menées sur une machine à papier pilote de type Fourdrinier et de faible vitesse ont montré que l'état d'enchevêtrement du PEO avait un effet significatif sur la rétention des fines et sur les propriétés finales du papier. Cet effet était d'importance comparable à celui des autres variables de la partie humide considérées, à savoir le dosage de PEO et le ratio CF-PEO.

Afin de déterminer l'intérêt d'intégrer le signal de l'état d'enchevêtrement du PEO dans une stratégie de contrôle de la partie humide d'une machine à papier industrielle, il était nécessaire d'observer la variabilité de l'enchevêtrement du PEO injecté dans la pâte avant la caisse d'arrivée. L'effet de ces variations sur la rétention a ensuite été déterminé et comparé avec celui des autres paramètres importants de la partie humide. La méthodologie et les résultats obtenus sont présentés dans le présent chapitre.

---

<sup>1</sup> Cette section est une transition entre le chapitre 4 et le présent chapitre

## 5.2 Introduction

Même si la partie humide de la machine à papier ne représente qu'une petite partie du procédé de fabrication du papier, il est largement reconnu que sa stabilité est nécessaire à une bonne opération de la machine et à l'obtention de propriétés finales du papier constantes et optimales. (Renaud et Olsson, 2003) montrent qu'un dosage optimal et contrôlé des agents de rétention permet de contrôler la consistance de l'eau blanche et la rétention des fines et ainsi de stabiliser la partie humide.

Parmi les agents de rétention couramment utilisés, on trouve l'oxyde de polyéthylène (PEO), un polymère neutre de haut poids moléculaire, qui est utilisé en association avec un cofacteur (CF), celui-ci étant souvent un mélange de résines phénoliques.

Il a été constaté (Lawrence et al, 1999 ; Lawrence et Lapointe, 2003) que ce système à deux composants est plus efficace dans des milieux contaminés que des systèmes comprenant des polymères cationiques. Par contre, le PEO peut perdre une partie de sa viscosité au cours de sa préparation et de son stockage, ce qui peut altérer son efficacité comme floculant (Abdallah, 2002). En effet, le PEO est initialement présent sous forme de gros enchevêtrements de molécules mais se désenchevêtre sous l'effet de la dilution et du cisaillement subis. Un capteur expérimental qui mesure la perte de charge d'une solution de PEO passant par un capillaire a été développé par la suite. Ce capteur donne une indication indirecte de la taille des enchevêtrements de PEO. Plus la perte de charge est élevée, plus la taille des enchevêtrements est grande (Bednár et al, 2002). Des expériences de rétention effectuées sur le formeur à double-toile dans le laboratoire de l'université McGill avec un système d'agents de rétention PEO-CF ont montré une bonne corrélation entre la perte de charge du PEO et la rétention des fines (Bednár et al, 2003).

L'expérience menée sur la machine pilote du CSPP de Trois-Rivières et dont les résultats sont présentés au chapitre IV ont confirmé que l'état d'enchevêtrement du PEO avait un effet significatif sur son efficacité pour retenir les fines.

L'objectif de l'étude présentée dans ce chapitre est d'observer, sur une machine industrielle rapide, les variations au cours du temps de l'état d'enchevêtrement du PEO injecté à la pâte et ses effets éventuels sur la rétention des fines. À cette fin, une modélisation dynamique de l'effet des différentes variables de la partie humide a été menée à partir de données normales d'opération.

En raison de la complexité de la physico-chimie de la partie humide et de l'absence d'un modèle phénoménologique de la rétention des fines tenant compte de tous les paramètres de la partie humide, une approche numérique a été adoptée, comme l'ont fait précédemment (e.g. Rantala et al, 1994 ; Chen, 1995 ; Yap et al, 2001).

### **5.3 Méthodologie**

#### **5.3.1 Conditions expérimentales**

##### **Description du procédé**

L'usine de Papier Masson Limitée (PML), située à Masson-Angers, QC, produit 230 000 tonnes de papier journal par an sur une machine à papier avec un formeur double-toile (Beloit, 1985), de 8,6 m de largeur et opérant à la vitesse d'environ 1230 m/min. La pâte utilisée est de la pâte thermo-mécanique à 100% sans charges minérales ajoutées (Site Web de PML).

Le PEO (Maxifloc 998, E.Q.U.I.P) est utilisé comme agent de rétention avec un cofacteur (Equipap 1345). La description détaillée du procédé de dissolution de PEO est présentée au chapitre VI.

Le polymère est préparé à la concentration de 0,2 % et injecté par une pompe Moyno de débit variable (le débit de polymère est déterminé par la boucle de contrôle de la consistance de l'eau blanche). Le débit de cofacteur est également ajusté afin de maintenir le ratio CF-PEO constant. Le PEO est dilué environ 10 fois avec de l'eau chaude juste avant son injection dans la pâte (après le tamis primaire et juste avant la caisse d'arrivée), afin de favoriser la répartition homogène du PEO dans la pâte.

### Présentation du capteur de perte de charge du PEO

Le capteur de perte de charge du PEO a été conçu par (Bednar et al, 2003). Une solution de PEO est pompée par une pompe péristaltique (MASTERFLEX L/S), de débit réglable, au travers d'un capillaire. La perte de pression entre les extrémités du capillaire est mesurée par un capteur de pression différentielle (E+H DELTABAR S) et la valeur obtenue est transformée en signal électrique 4-20 mA par le protocole HART puis envoyée au DCS (Distributed Control System) de l'usine avant d'être archivée dans le système PI (Process Information). La période d'échantillonnage est de 10 s.

La mesure de la perte de pression est liée à la viscosité extensionnelle de la solution et fournit donc une indication indirecte sur la taille des enchevêtrements de PEO. Plus le PEO est enchevêtré, plus la perte de pression est élevée.

Un schéma du principe du capteur de perte de pression du PEO est présenté sur la Figure 5.1 et la Figure 5.2 est une photo du capteur au cours de son utilisation en milieu industriel.

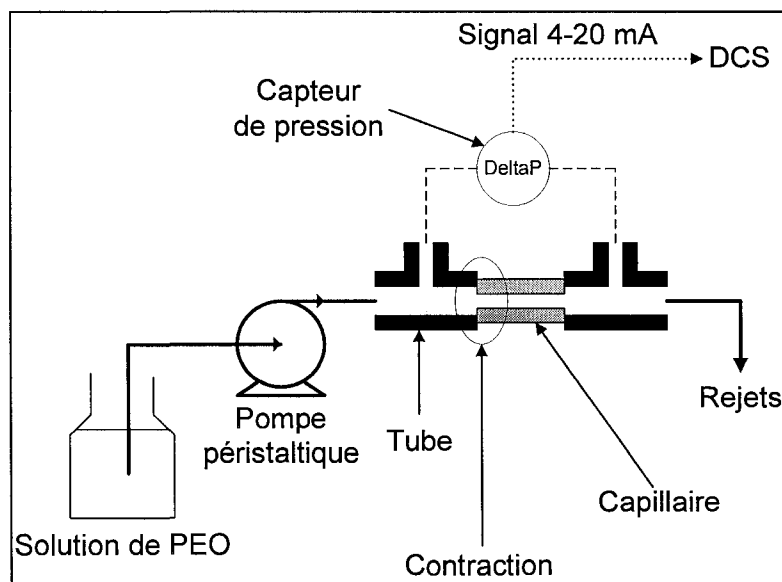


Figure 5.1 : Schéma du capteur de perte de pression du PEO

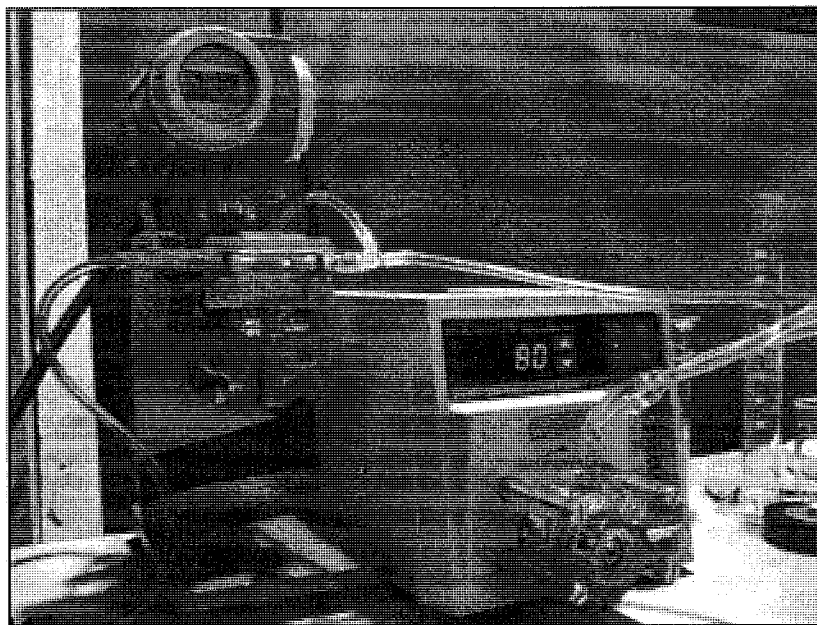


Figure 5.2 : Photo du capteur de perte de charge du PEO

### **Montage expérimental**

Le débit et la température de l'eau chaude utilisée pour la dilution du PEO avant l'injection ne sont pas mesurés. Comme la perte de charge du PEO est une fonction de la température et de la concentration de PEO, le PEO a dû être échantillonné à la concentration de 0,2 % après son passage par la pompe Moyno, où la concentration et la température de la solution de PEO sont stables.

Le schéma expérimental est présenté sur la Figure 5.3, ainsi qu'une photo sur la Figure 5.4.

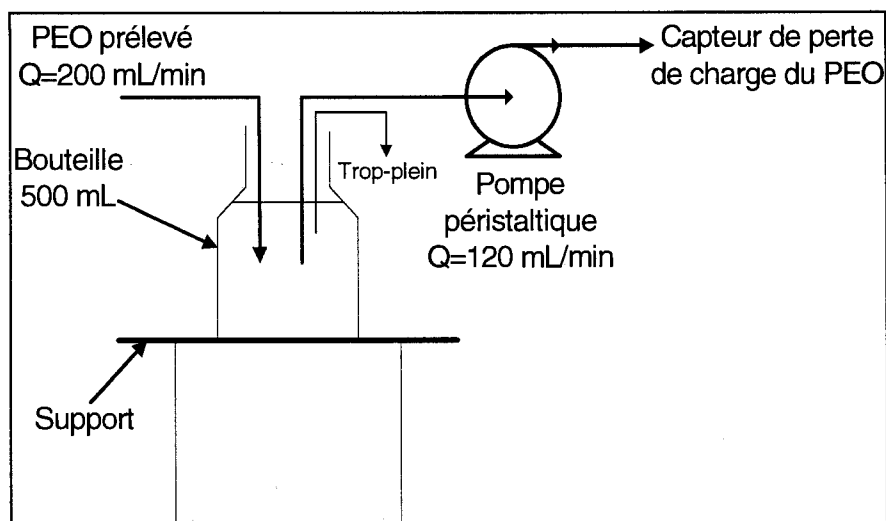


Figure 5.3 : Schéma du montage expérimental

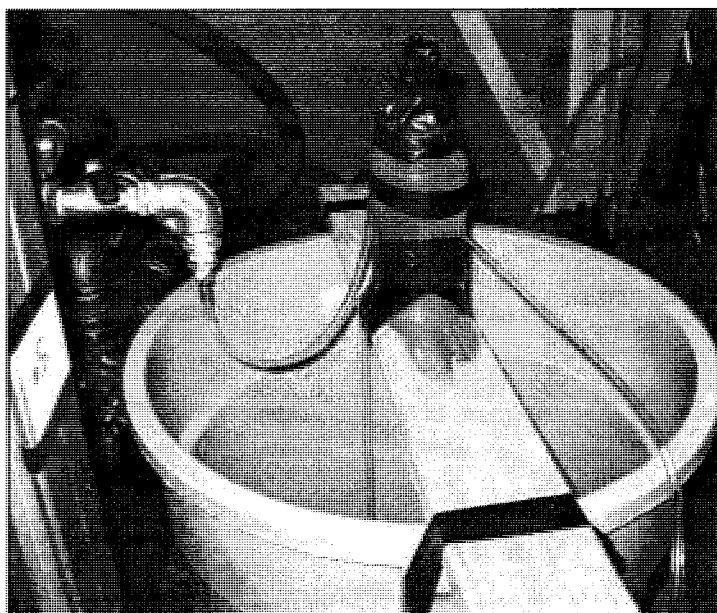


Figure 5.4 : Vue d'une partie du montage expérimental (sans le capteur)

Le PEO a été prélevé en continu avec un débit approximatif de  $200 \text{ mL/min}$  et introduit dans une bouteille de  $500 \text{ mL}$  dont la surface était à la pression atmosphérique. L'objectif était d'éliminer les fluctuations de pression de la solution de PEO au niveau de la valve d'échantillonnage, qui auraient pu perturber les mesures de la différence de

pression entre les extrémités du capillaire. Le PEO présent dans la bouteille a alors été pompé par la pompe péristaltique, avec un débit fixé à 120 mL/min, vers le capteur de perte de pression décrit ci-dessus. Le PEO n'a pas été recirculé après la mesure.

Au cours des 2 expériences effectuées, de durées respectives 12 et 14h, la différence de température entre le début et la fin de l'expérience a été de 1°C et la calibration du débit de la pompe péristaltique à la fin de l'acquisition de données a indiqué un écart de 1 % par rapport au point de consigne. C'est pourquoi les fluctuations enregistrées peuvent être attribuées à des variations avec le temps de la concentration de PEO, le cas échéant, ou de l'état d'enchevêtrement du PEO.

### Acquisition et traitement des données

Le signal de perte de charge du PEO a été échantillonné toutes les 10 s puis filtré à l'aide d'un filtre passe-bas du second ordre (Ogunnaike et Ray, 1994):

$$Y(q) = \frac{\left(1 - \left(1 + \frac{\Delta t}{\tau}\right) \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right)\right) q^{-1} + \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right) \times \left(\exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right) + \frac{\Delta t}{\tau} - 1\right) q^{-2}}{1 - 2 \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right) q^{-1} + \exp\left(-\frac{2\Delta t}{\tau}\right) q^{-2}} X(q) \quad (1)$$

Le choix de la constante de temps de filtrage  $\tau = 3$  min permet d'éliminer les fluctuations à court terme de l'état d'enchevêtrement du PEO et également l'effet du temps de résidence moyen dans la bouteille de 500 mL, qui est de l'ordre de 2 min 30s.

Étant donné que les dynamiques du système considéré sont de l'ordre de 30 min, une période d'échantillonnage de 1 min est suffisante. On ne retient donc qu'une valeur sur 6, tout en appliquant un filtre anti-recouvrement (aliasing), afin que l'échantillonnage n'entraîne pas de perte d'information sur la dynamique du système (la fonction decimate de MATLAB applique un filtre passe-bas avant d'échantillonner)

### 5.3.2 Principe général de l'identification de procédé

Afin de déterminer l'influence dynamique de chaque variable de la partie humide sur la rétention des fines, il est nécessaire d'établir un modèle reliant les variables d'entrée et de sortie. En raison de la complexité de la physico-chimie de la rétention, un modèle de type boîte noire a été choisi, selon le principe présenté sur la Figure 5.5.

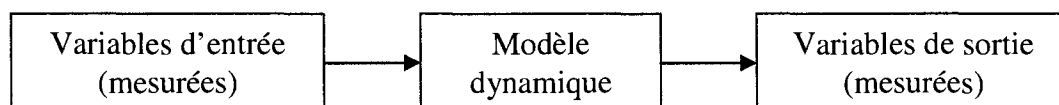


Figure 5.5 : Principe de l'identification de procédé

### 5.3.3 Choix des variables et des ensembles de données

De nombreux paramètres interviennent dans la rétention des fines sur une machine à papier. Toutefois, dans le cadre d'un modèle dynamique, on sélectionne uniquement les variables qui pourraient avoir un effet significatif sur la partie humide et qui subissent des variations au cours de la période d'acquisition des données. Ainsi par exemple, la vitesse de la machine et le grammage de la feuille, qui ont un effet significatif sur la rétention (Smook, 2002) sont restés constants pendant l'expérience et n'ont donc pas été inclus dans le modèle dynamique. De même, le débit de pâte thermo-mécanique concentrée et le ratio CF-PEO sont restés constants et n'ont donc pas été pris en compte. Les variables d'entrée retenues ont donc été :

- Le débit de polymère concentré à 0,2 % (L/min)
- Le débit de pâte cassée injectée à la machine (kL/min)
- L'état d'enchevêtrement du PEO avant son injection (kPa)

La variable de sortie retenue a été la consistance de l'eau blanche, exprimée en pourcentage.

Comme pratiquement 100% des fibres longues sont retenues sur la toile, l'eau blanche ne contient pratiquement que des fines, c'est pourquoi sa consistance est un bon indicateur de la rétention des fines sur la machine.

Dans le chapitre IV, l'identification des dynamiques des variations de la consistance de l'eau blanche avait été faite à l'aide d'un plan expérimental spécifique, au cours duquel les variables d'entrée étaient changées une par une afin de déterminer leurs effets respectifs. Dans le cas présent, en raison des contraintes de production et du caractère encore exploratoire de la démarche, les données proviennent de conditions normales d'opération, au cours desquelles les valeurs des variables d'entrée ont évolué simultanément. De plus, la boucle de contrôle de la consistance de l'eau blanche était en mode automatique donc le débit de polymère (variable d'entrée) dépendait de la consistance de l'eau blanche (variable de sortie).

Deux ensembles de données ont donc été sélectionnés, l'un afin de déterminer les paramètres du modèle (création du modèle) et l'autre afin de tester leur validité (validation du modèle). Le critère principal pour le choix des ensembles de données a été l'amplitude des fluctuations des variables d'entrée, qui devait être de l'ordre de 15%. Des variations plus faibles n'auraient pas assez perturbé le système et l'influence du bruit de mesure aurait été significative. D'un autre côté, des variations de d'amplitude supérieure à 15% auraient eu des effets non-linéaires sur le système plus difficiles à modéliser. Les deux ensembles de données sont présentés sur la Figure 5.6 et Figure 5.7, respectivement :

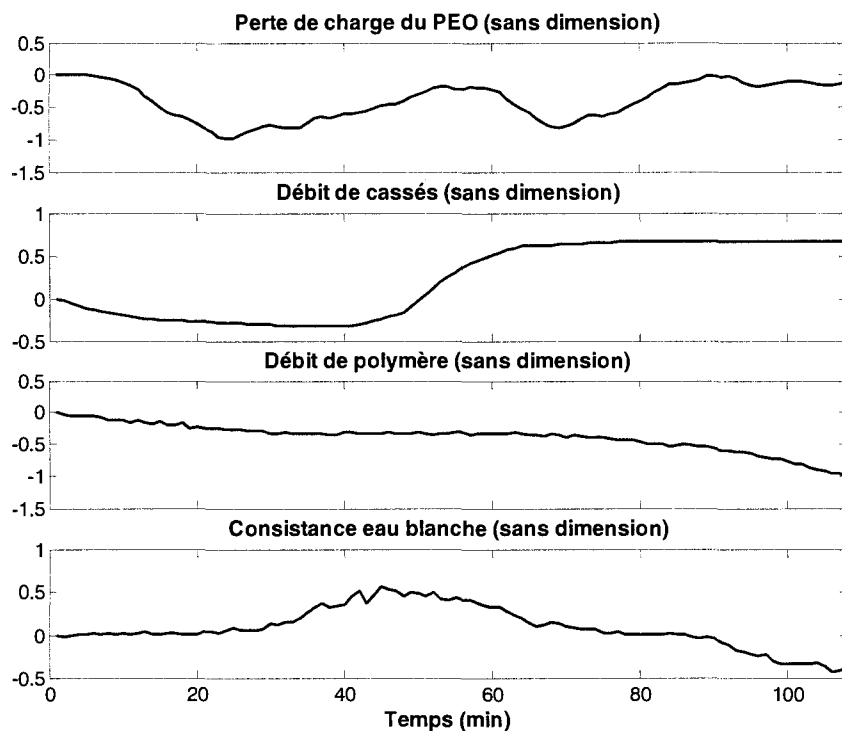


Figure 5.6 : Premier ensemble de données (création du modèle)

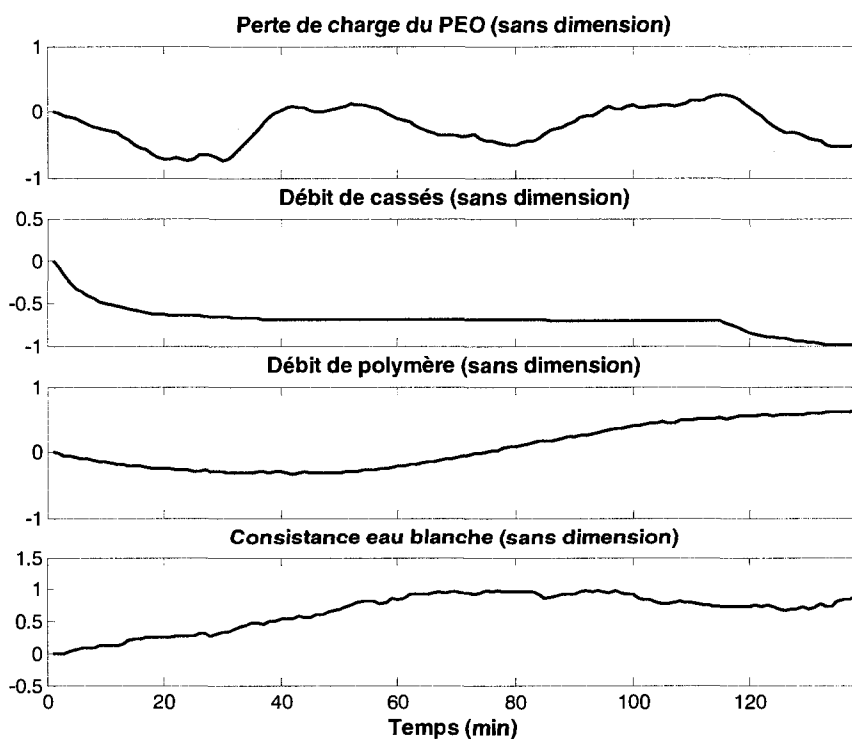


Figure 5.7 : Deuxième ensemble de données (validation du modèle)

### 5.3.4 Type de modèle utilisé

En toute rigueur, la consistance de l'eau blanche est une fonction complexe et inconnue des différents paramètres de la partie humide:

$$cons_{EB} = f(\Delta P, pol, cas, \dots) \quad (2)$$

Néanmoins, si on considère que l'amplitude des fluctuations des variables d'entrée par rapport à l'état initial de référence est limitée (jusqu'à 15%), on obtient l'équation suivante linéarisée, caractéristique du modèle "erreur sur la sortie" (output-error) (Ljung, 1987) :

$$y(t) = H_1(q) \times u_1(t) + H_2(q) \times u_2(t) + H_3(q) \times u_3(t) + e(t) \quad (3)$$

Comme les données sont de type discret, on recherche des fonctions de transfert de la forme suivante:

$$H_i(q) = \frac{a_{1i} q^{-1} + a_{2i} q^{-2}}{1 + b_{1i} q^{-1} + b_{2i} q^{-2}} \times q^{-N_{ki}}, i = 1, 2 \text{ ou } 3 \quad (4)$$

Les coefficients  $a_{ji}$  et les  $b_{ji}$  sont les paramètres numériques à déterminer,  $N_{ki}$  est le retard dans le procédé (exprimé en nombre de périodes d'échantillonnage) et  $q^{-1}$  est l'opérateur de décalage, tel que :

$$y(t = (k-1)\Delta t) = q^{-1} \times y(t = k\Delta t) \quad (5)$$

Autrement dit, les fonctions de transfert discrètes permettent d'exprimer la consistance de l'eau blanche au temps  $t$  en fonction de ses valeurs précédentes ainsi que des valeurs actuelles et précédentes des variables d'entrée.

L'algorithme de la fonction *oe* (output-error) de MATLAB a pour but de trouver les paramètres de chaque fonction de transfert qui minimisent la somme des erreurs quadratiques.

### 5.3.5 Critères de choix du modèle

En l'absence de perturbations appliquées spécifiquement sur les variables d'entrée, il est difficile d'estimer a priori les retards du procédé. Ces derniers font pourtant partie, avec l'ordre des fonctions de transfert, des spécifications à apporter à l'algorithme *oe*. On procède donc par essai-erreur. De nombreux modèles sont générés et on cherche le modèle qui simule, à partir des variables d'entrée mesurées, la valeur de la consistance de l'eau blanche se rapprochant le plus des valeurs mesurées, comme le montre la Figure 5.8.

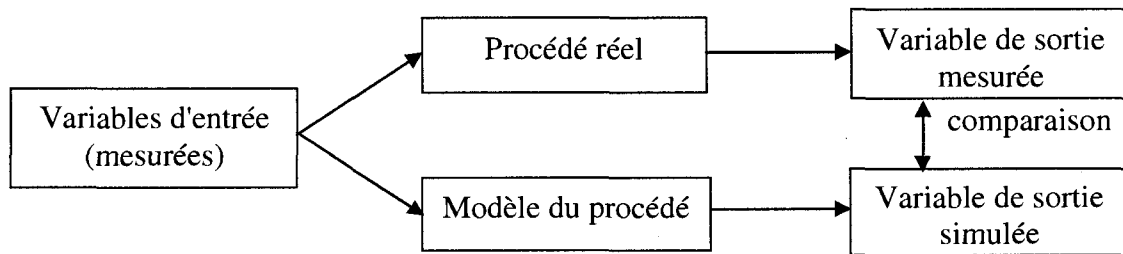


Figure 5.8 : Principe du choix du modèle

La correspondance entre la valeur simulée et la valeur mesurée de la consistance de l'eau blanche est estimée, pour les deux ensembles de données, visuellement et à l'aide du coefficient de corrélation  $R^2$  défini comme:

$$R^2 = 100 \times \left( 1 - \frac{\sqrt{\sum_{k=1}^N (y_s(k) - y_r(k))^2}}{\sqrt{\sum_{k=1}^N y_r(k)^2}} \right) \quad (6)$$

$N$  est le nombre d'éléments de l'ensemble de données,  $y_s$ : valeur simulée de la consistance et  $y_r$ : valeur réelle. Le coefficient de corrélation  $R^2$  doit s'approcher le plus possible de 100%.

## 5.4 Résultats et discussion

### 5.4.1 Variations de la perte de charge du PEO au cours du temps

Les valeurs de la perte de charge du PEO au cours des 2 acquisitions en continu à l'aide du montage expérimental décrit en 5.3.1 sont présentées sur la Figure 5.9 et la Figure 5.10

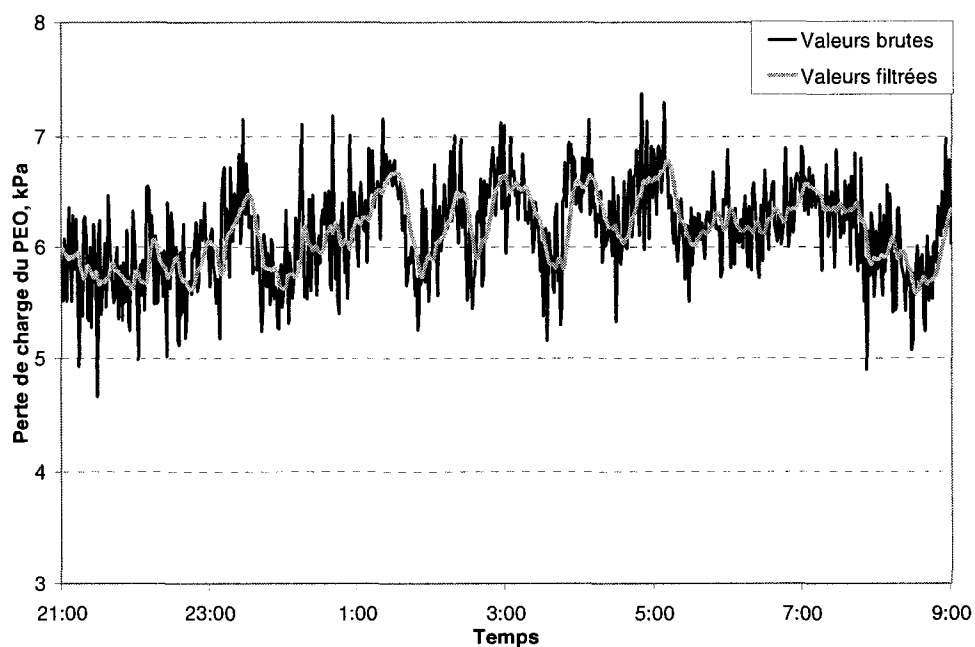


Figure 5.9 : Variations de la perte de charge du PEO (1<sup>ère</sup> expérience)

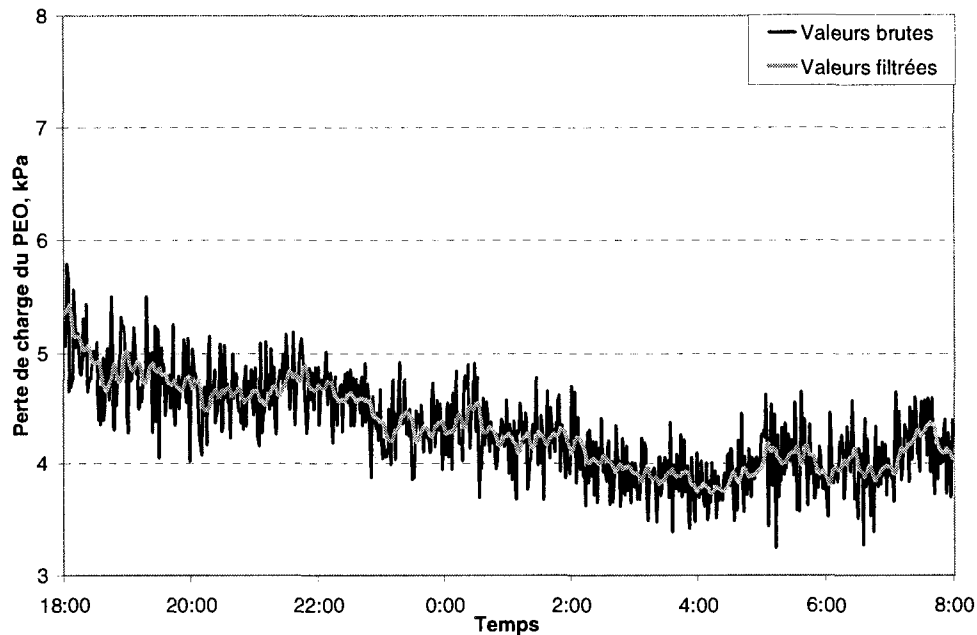


Figure 5.10 : Variations de la perte de charge du PEO (1<sup>ère</sup> expérience)

Au cours de la première expérience, la perte de charge du PEO fluctue avec une amplitude de l'ordre de 20 % et une échelle de temps d'environ 45 à 60 minutes. Une diminution de la perte de charge d'environ 30 % est observée au cours de la deuxième expérience. Ces variations peuvent être expliquées par deux facteurs : le manque d'homogénéité de la taille des enchevêtrements de PEO injectés dans la pâte et la variation du débit de polymère concentré.

- Le PEO est stocké pendant une dizaine d'heures dans un réservoir de stockage avant son injection. Ce réservoir contient du PEO préparé lors de plusieurs dissolutions. En l'absence d'agitation dans le réservoir de stockage, le temps de résidence peut être insuffisant pour homogénéiser la solution de PEO et obtenir une distribution homogène de la taille des enchevêtrements de PEO.
- Les changements de débit de la pompe entraînent des variations de la vitesse de la pompe Moyno et donc du niveau de cisaillement subi par le PEO. Ceci est particulièrement le cas lors de la deuxième expérience, au cours de laquelle le débit de la pompe a varié entre 4 et 12 L/min, car la partie humide avait été déstabilisée par plusieurs casses sur la machine. Les données utilisées pour l'identification des

dynamiques de la partie humide ont donc été prises lors de la première expérience, lorsque les conditions d'opération étaient proches des points de consigne.

#### 5.4.2 Obtention du modèle

##### Comparaison entre valeurs simulées et réelles

L'accord entre la consistance de l'eau blanche obtenue par simulation à partir du modèle retenu et la consistance mesurée est présenté sur la Figure 5.11 pour le jeu de données utilisé pour la création du modèle et sur la Figure 5.12 pour celui utilisé pour la validation du modèle. Le facteur de corrélation pour l'ensemble de création du modèle est de 82,7 % et celui de validation du modèle est de 71,8 %.

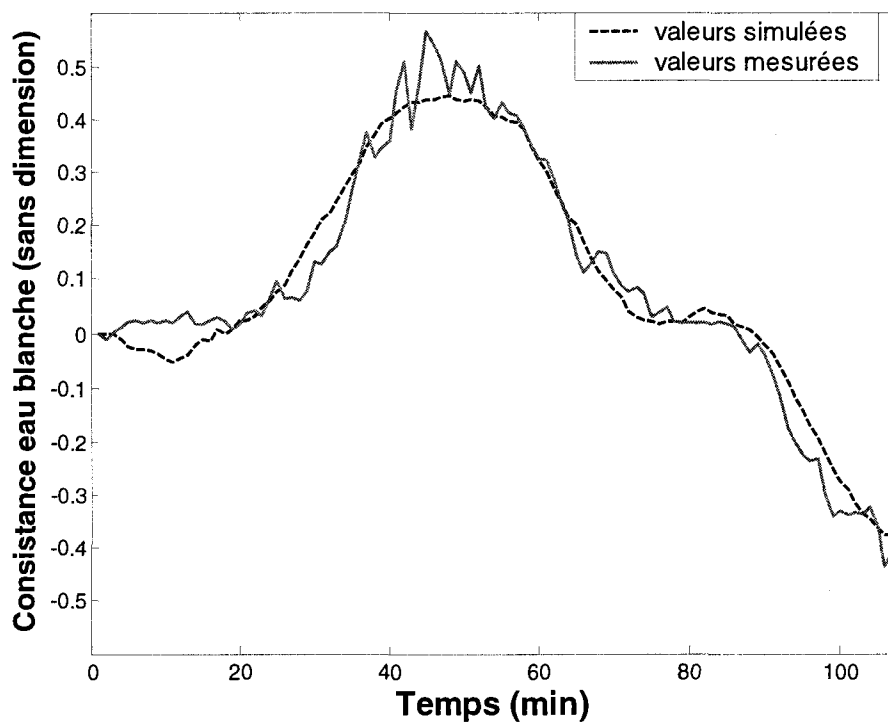


Figure 5.11 : Création du modèle

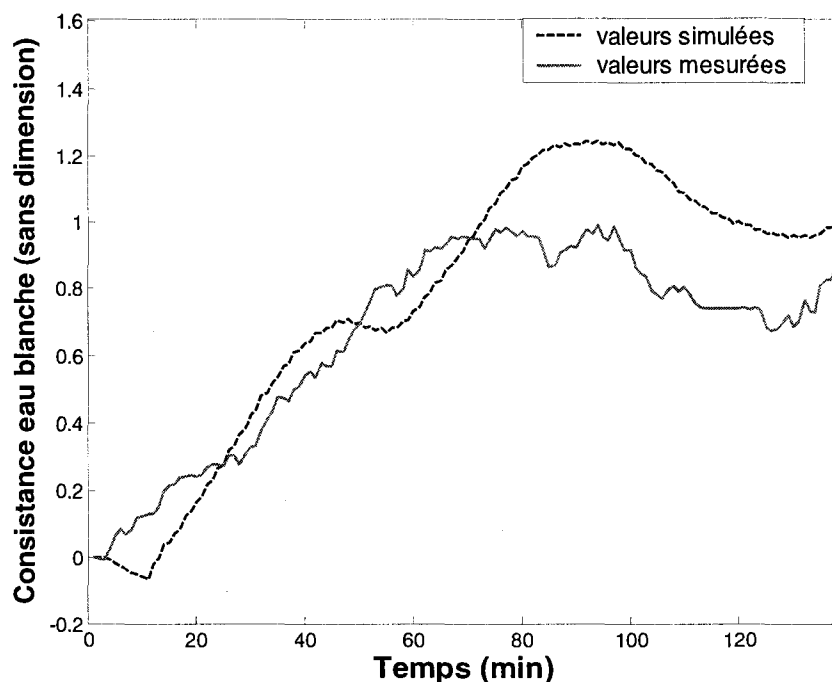


Figure 5.12 : Validation du modèle

La concordance des courbes de consistance est donc très satisfaisant pour le premier ensemble de données, car il s'agit de celui utilisé pour créer le modèle. La corrélation est un peu moins bonne pour le set de validation avec en particulier un dépassement à 80 min. Outre le fait que les données de ce deuxième ensemble de données n'ont pas été utilisées pour créer le modèle, ces différences peuvent être attribuées au fait que l'amplitude de la variation de la consistance de l'eau blanche dans le deuxième set était de 0,025 % contre 0,015 % dans le premier set. Ainsi, l'hypothèse de linéarité est peut-être moins appropriée pour l'étape de validation du modèle.

Néanmoins, la courbe simulée reflète adéquatement l'évolution de la consistance de l'eau blanche.

### Modèle des résidus

Le modèle de type "erreur sur la sortie" part de la supposition que l'erreur obtenue est indépendante des variables d'entrée. Dans le cas contraire, cela signifie qu'une partie de l'information contenue dans les entrées n'a pas été incluse dans le modèle. On calcule

ainsi la covariance entre chaque entrée et l'erreur en fonction du décalage  $\tau$  (Ljung, 1987)

$$R_{eu}^N(\tau) = \frac{1}{N} \sum_{k=\tau}^N e(k)u(k-\tau) \quad (7)$$

La Figure 5.13 montre les valeurs de la corrélation croisée entre les 3 entrées et la consistance de l'eau blanche ainsi que l'intervalle de confiance de 99 % (rectangle gris). Comme toutes les valeurs se trouvent à l'intérieur de ces rectangles, on peut déduire que le résidu obtenu ne dépend pas des variables d'entrée.

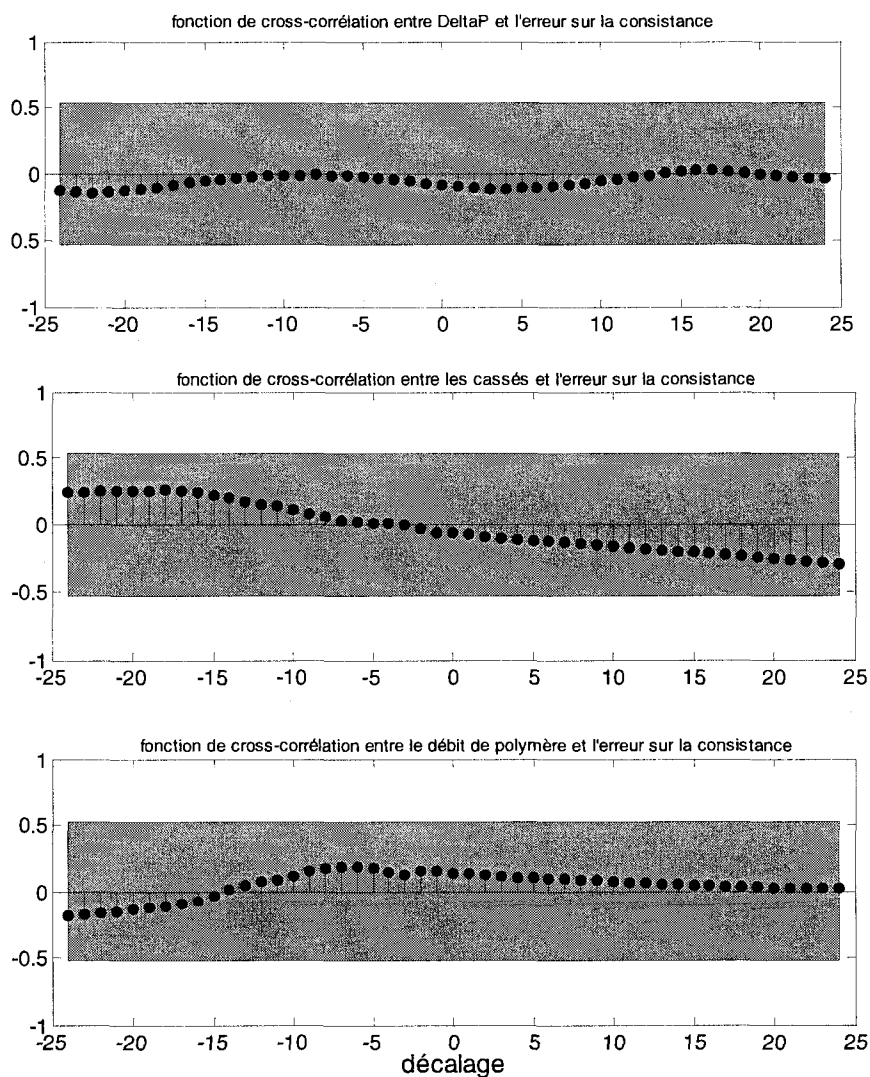


Figure 5.13 : Corrélation croisée entre les entrées et l'erreur sur la consistance

### 5.4.3 Analyse du modèle

Le système de fonctions de transfert obtenues (en utilisant des variables adimensionnelles) est le suivant :

$$\begin{aligned}
 H_{\Delta P}(q) &= \frac{-0,03252 + 0,02768q^{-1}}{1 - 1,85q^{-1} + 0,8817q^{-2}} q^{-13} \\
 H_{cas}(q) &= \frac{-0,6814 + 0,6306q^{-1}}{1 + 0,01269q^{-1} - 0,9773q^{-2}} q^{-10} \\
 H_{pol}(q) &= \frac{0,2814 - 0,2923q^{-1}}{1 - 1,541q^{-1} + 0,5477q^{-2}} q^{-2}
 \end{aligned} \tag{8}$$

Les éléments importants des fonctions de transfert ci-dessus sont résumés dans le Tableau 5.1

Tableau 5.1 : Caractéristiques des fonctions de transfert obtenues

| Entrées    | Gains<br>(q=1) | Pôles              | Constante<br>temps (min) | Retard (min) |
|------------|----------------|--------------------|--------------------------|--------------|
| $\Delta P$ | - 0,153        | $0,925 \pm 0,16 i$ | 13                       | 13           |
| Cassés     | - 1,435        | -0,994 ; 0,982     | 55                       | 10           |
| Polymère   | - 1,627        | 0,556 ; 0,985      | 66                       | 2            |

Les retards sont dus au délai entre la mesure de la variable d'entrée et son effet sur la variable de sortie. Ainsi, la perte de charge du PEO est mesurée après la pompe Moyno mais avant le tuyau d'environ 30 m de long et 5 cm de diamètre menant jusqu'à la dilution et l'injection. Le débit de polymère étant de l'ordre de 8 L/min au moment de l'expérience, le temps de résidence dans le tube est d'environ 10 min. Par contre, les variations du débit de polymère ont un effet presque instantané sur la floculation des fines (le temps de résidence du PEO dans la pâte avant la caisse d'arrivée est de l'ordre de 5 s), le retard est donc dû dans ce cas au capteur de mesure de la consistance de l'eau blanche. Enfin, le retard du débit de cassés provient du fait que les cassés doivent traverser 2 cuiviers avant d'être injectés dans la pâte.

Les pôles des fonctions de transfert (qui sont les racines du dénominateur) compris entre 0 et 1 permettent de connaître la constante du temps du système à l'aide de la relation :

$$p = \exp\left(-\frac{\Delta t}{\tau}\right), \text{ soit } \tau = -\frac{\Delta t}{\ln p} \quad (9)$$

Les constantes de temps obtenues pour le débit de cassés et le débit de polymère sont plus élevées que le temps de résidence dans le cuvier d'eau blanche situé sous la zone de formation, qui est de l'ordre de 15 min. Néanmoins, comme les valeurs des pôles sont proches de 1, les valeurs de  $\tau$ , proportionnelles à  $1/(\ln p)$ , dépendent fortement des imprécisions sur les valeurs de  $p$ . De plus, étant donnée le grand volume du cuvier d'eau blanche (environ 250 m<sup>3</sup>), on peut supposer que l'eau blanche n'est pas parfaitement mélangée, ce qui peut contribuer à ralentir les dynamiques des variations de la consistance de l'eau blanche. On peut donc simplement constater que l'ordre de grandeur des constantes de temps obtenues est conforme aux dimensions et aux conditions d'opération de la machine.

Les gains indiquent l'effet de chaque variable d'entrée sur la variable de sortie à l'état stationnaire (en posant  $q = 1$ ). On constate d'abord que les 3 gains sont de signe négatif : une augmentation de la variable d'entrée entraîne une diminution de la variable de sortie. Ceci est couramment observé pour le débit de cassés (comme les cassés sont pauvres en fines, la consistance de l'eau blanche, presque exclusivement composée de fines, diminue) et le débit de polymère (le PEO favorise la rétention des fines sur la feuille de papier, ce qui entraîne une baisse de la quantité de fines présente dans l'eau blanche). Une augmentation de la perte de charge du PEO signifie que la taille des enchevêtrements de PEO augmente, donc que le PEO est plus efficace pour retenir les fines. Cela entraîne donc une baisse de la consistance de l'eau blanche, ce qui justifie le signe négatif obtenu.

Enfin, même s'il convient d'être prudent car les gains obtenus dépendent de la manière dont ont été obtenues les variables adimensionnelles, la comparaison des valeurs absolues des 3 gains montre que le débit de polymère et le débit de cassés ont une

influence similaire sur la consistance de l'eau blanche, alors que la perte de charge du PEO, et donc son état d'enchevêtrement, a un effet de l'ordre de 10% de ceux des deux autres variables.

## **5.5 Conclusions**

### **5.5.1 Récapitulatif des résultats obtenus**

L'état d'enchevêtrement du PEO avant son injection a été enregistré en continu pendant 2 périodes de 12h et 14h, respectivement, et des variations de 15 à 30% ont été mesurées. Ces fluctuations sont probablement dues à des inhomogénéités de l'état d'enchevêtrement du PEO présent dans le réservoir de stockage et à des variations de la vitesse de la pompe d'injection, dont le débit est déterminé par la boucle de contrôle de la consistance de l'eau blanche.

À partir des variations de l'état d'enchevêtrement du PEO et de celles du débit de cassés et du débit de polymère, une modélisation numérique des variations dynamiques de la consistance de l'eau blanche a été réalisée. Les fonctions de transfert discrètes obtenues ont montré que l'état d'enchevêtrement du PEO a un effet non négligeable sur la consistance de l'eau blanche et donc sur la rétention des fines, mais que cette influence est limitée par rapport à celles des débits de cassés et de polymère.

### **5.5.2 Limitations de l'étude**

Afin d'obtenir un modèle simple comprenant un nombre limité de variables, plusieurs hypothèses simplificatrices ont été posées :

- L'effet de la dilution du PEO juste avant l'injection a été négligé, car le PEO ne reste dilué que quelques secondes avant son injection et (Périn-Levasseur, 2004) a montré que la dilution du PEO n'a qu'un effet limité sur la rétention des fines à l'échelle du laboratoire.

- La qualité de la pâte a été supposée constante pendant la période comprenant les deux ensembles de données choisis pour l'identification des dynamiques de la partie humide.

Par principe, l'approche numérique de type "boîte noire" choisie ne comporte pas de modélisation physique et les résultats obtenus ne sont donc valables que pour une machine et des conditions d'opération données, ce qui rend délicate leur extrapolation à d'autres systèmes.

Enfin, selon (Zhu, 2001), la création de modèles numériques à partir de données d'opération normale permet seulement d'avoir une première connaissance des interactions du système. L'obtention de modèles plus robustes passe par l'application d'un plan expérimental, dans lequel les variables d'entrée (y compris l'état d'enchevêtrement du PEO) seraient changées successivement par des perturbations de type impulsion ou échelon.

## **CHAPITRE 6 ÉTUDE DE L'ENCHEVÊTREMENT DU PEO DANS SON PROCÉDÉ INDUSTRIEL DE PRÉPARATION**

### **6.1 Présentation<sup>2</sup>**

Dans le chapitre précédent, les variations au cours du temps de l'état d'enchevêtrement du PEO injecté dans la pâte sur un procédé industriel ont été enregistrées et l'effet de ces variations sur la rétention des fines a été modélisé et comparé avec celui d'autres variables de la partie humide. Des fluctuations d'environ 20 % en amplitude ont été observées et la modélisation effectuée à partir de ces données a montré que l'état d'enchevêtrement du PEO avait une importance moindre que le débit de PEO et le débit de cassés, mais non négligeable.

Ainsi, l'optimisation et la stabilisation de l'état d'enchevêtrement du PEO à son injection contribueraient à la stabilité de la partie humide et permettraient de diminuer la consommation de PEO. Ceci passe par l'étude détaillée du procédé industriel de dissolution du PEO, dont la méthodologie et les résultats font l'objet du présent chapitre.

---

<sup>2</sup> Cette section est une transition entre le chapitre 5 et le présent chapitre.

## 6.2 Introduction

La rétention des fines est un point important dans le procédé de fabrication du papier, car les fines peuvent constituer jusqu'à 30% du poids de la pâte thermo-mécanique (PTM) communément utilisée dans la fabrication du papier journal. Les fines retenues dans la feuille améliorent les propriétés du papier comme la résistance mécanique et l'opacité.

La tendance actuelle dans les usines est d'augmenter la fermeture des systèmes, c'est pourquoi la concentration des impuretés ioniques augmente également. Il a été observé (Lawrence et al, 1999) que les systèmes d'agent de rétention composés de PEO et d'un cofacteur sont plus efficaces dans des milieux contaminés que des systèmes contenant des polymères cationiques.

Un inconvénient potentiel du PEO est qu'il est susceptible de perdre une partie de sa viscosité à cause du désenchevêtrement des molécules de PEO sous l'effet du cisaillement. (Abdallah, 2002) a montré que le PEO présent en solution sous forme de gros enchevêtrements est plus efficace que le PEO désenchevêtré pour flocculer les fines. Un capteur expérimental qui mesure la perte de charge d'une solution de PEO passant par un capillaire a été conçu par (Bednár et al, 2002). Des expériences menées sur le formeur de laboratoire à double-toile de l'Université McGill en utilisant un système PEO-CF comme agent de rétention a montré une bonne corrélation entre la perte de charge du PEO et la rétention des fines (Bednár et al, 2003).

L'objectif du travail présenté dans le présent chapitre était de suivre le procédé industriel de préparation du PEO à l'aide du capteur de perte de charge du PEO. Des échantillons ont été prélevés et mesurés à différents points de mesure afin d'étudier l'effet des étapes du procédé sur le désenchevêtrement du PEO. Le signal de perte de charge de PEO a été aussi enregistré en continu pendant plusieurs heures pour observer les variations avec le temps de l'état d'enchevêtrement du PEO dans des conditions normales d'opération.

## 6.3 Méthodologie

### 6.3.1 Description du procédé

Le PEO (E.Q.U.I.P, Maxifloc 998,  $M_w \approx 5-6 \times 10^6$ ) est fourni sous forme de granules. La dissolution du PEO dans l'eau est un procédé de type batch : les granules de PEO et l'eau sont introduits simultanément dans le réservoir de dissolution (capacité d'opération de 3500 L) et sont mélangés par un agitateur à 3 pales pendant environ 25 min. Dans le procédé étudié, la concentration du PEO est de 0,2 %. Ensuite, la solution de PEO est transférée avec une pompe à diaphragme vers le réservoir de stockage (capacité d'opération de 7000 L, temps de résidence compris entre 10 et 20 heures), où la solution de PEO est stockée sans agitation. Le PEO présent dans le fond du réservoir de stockage est ensuite pompé avec une pompe Moyno (de type pompe à vis). Le débit de la pompe est déterminé par la boucle de contrôle de la consistance de l'eau blanche et peut varier entre 4 et 12 L/min. Après la pompe, la solution de PEO est filtrée par un filtre de type 50-mesh pour éliminer les impuretés. Le PEO est ensuite transporté jusqu'à proximité du point d'injection, où il est dilué environ 8 fois avec de l'eau chaude et injecté dans la ligne de pâte par 4 points d'injection, afin de favoriser la répartition homogène du PEO dans la pâte. La Figure 6.1 représente le procédé de préparation du PEO, à l'exception des points d'injection.

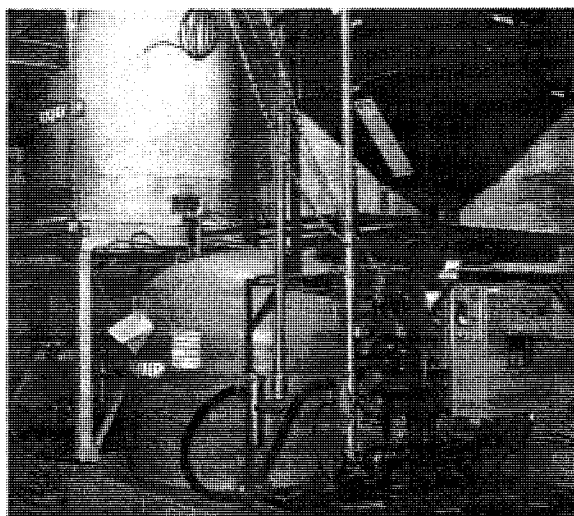


Figure 6.1 : Procédé industriel de préparation du PEO

### 6.3.2 Procédure d'échantillonnage et de mesure

Quatre séries de tests en usine ont été effectuées en avril, août et octobre 2003, ainsi qu'en février 2004. Afin d'étudier l'effet des étapes successives du procédé sur l'état d'enchevêtrement du PEO, 4 points d'échantillonnage ont été choisis:

Point 1 : à la sortie du réservoir de dissolution,

Point 2 : entre la pompe de transfert (pompe à diaphragme) et l'entrée du réservoir de stockage,

Point 3 : à la sortie du réservoir de stockage,

Point 4 : après la pompe Moyno et le filtre et avant la dilution et l'injection.

La Figure 6.2 ci-dessous représente le procédé de dissolution et les points d'échantillonnage.

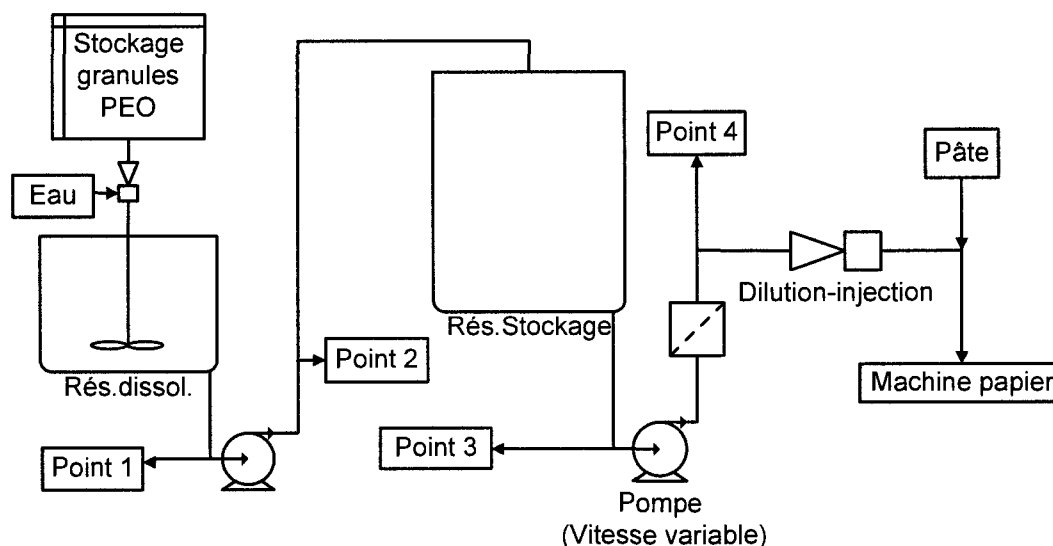


Figure 6.2 : Schéma du procédé et des points d'échantillonnage

Dans chaque cas, un échantillon de 1L a été prélevé après avoir éliminé le volume stagnant de PEO dans le tube. Afin d'étudier l'effet des deux pompes, les échantillons ont été pris presque simultanément aux points 1 et 2, et 3 et 4, respectivement. La perte de charge du PEO a été mesurée à l'aide du capteur présenté dans la section 5.3.1 et la température de l'échantillon a également été notée. Le PEO passant par le capteur a été éliminé après la mesure. La durée de mesure des échantillons est d'environ 2 min 30 s

en moyenne avec une période d'échantillonnage de 10 s, ce qui donne environ 15 valeurs de la perte de charge du PEO, dont on calcule la moyenne et l'écart type.

La valeur de la perte de charge du PEO dépend de facteurs comme le débit de la pompe péristaltique du capteur, la concentration du PEO, la température de l'échantillon ainsi que le poids moléculaire du PEO (qui peut varier selon les batchs de granules de PEO utilisés). Ces deux derniers paramètres varient entre les différentes séries de tests, c'est pourquoi les mesures effectuées ne doivent pas être comparées de manière absolue. La concentration du PEO est par contre constante et comprise entre 0,20% et 0,21 % (déterminée par mesures gravimétriques en laboratoire).

En revanche, l'augmentation de la température de la solution de PEO le long du procédé a été limitée (entre 1°C et 3°C, selon les séries de tests), ce qui montre que la dissipation visqueuse induite par les unités du procédé, en particulier les pompes, n'a pas été significative.

### **6.3.3 Procédure de mesure en continu**

Les mesures en continu de la perte de charge du PEO ont été réalisées à la sortie du réservoir de stockage (point 3) et avant l'injection (point 4), avec le montage expérimental et la procédure de traitement des données décrits dans la section 5.3.1.

La mesure en-ligne au point 4 a été réalisée en avril 2003 durant une période d'opération normale de la machine. Par contre, l'acquisition de données au point 3 a été réalisée en août 2003 pendant un arrêt de la machine à papier, au cours duquel le PEO est resté dans le réservoir de stockage pendant plus de 30 heures sans être consommé et sans que de nouvelles cuvées de PEO ne soient produites.

## 6.4 Résultats et discussion

### 6.4.1 Évolution de l'état d'enchevêtrement au cours du procédé de fabrication

Pendant les 4 tests en usine, 3 ou 4 échantillons ont été pris à chaque point de mesure. La Figure 6.3 résume les valeurs moyennes obtenues à chaque point pour les 4 essais. Le débit de la pompe péristaltique du capteur a été à chaque fois de 80 mL/min.

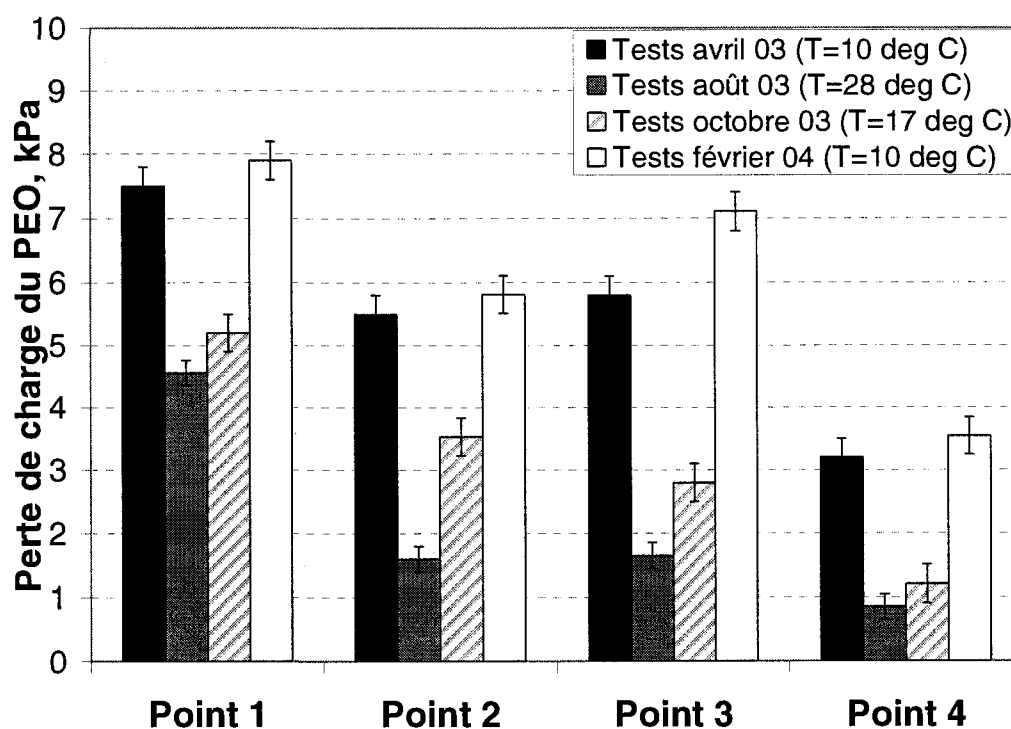


Figure 6.3 : Désenchevêtrement du PEO en fonction du point d'échantillonnage

Même si les valeurs absolues obtenues diffèrent selon les tests, on remarque que dans chaque cas la perte de charge du PEO concentré diminue de plus de 50 % entre le réservoir de dissolution et le point d'injection. Ces résultats sont en accord avec (Brine *et al*, 1992), même si les conditions du procédé (en particulier la concentration de PEO) et l'instrument de mesure de la viscosité (un viscosimètre) étaient différents lors de l'étude précédente.

Les différences en valeur absolue entre les différentes séries de tests sont principalement dues aux différences de températures de la solution de PEO selon la

période de l'année (la viscosité des liquides décroît avec la température). Le poids moléculaire moyen des granules de PEO (qui est susceptible de varier entre les lots de PEO utilisés) peut également contribuer à la variabilité des résultats.

#### 6.4.2 Analyse des unités du procédé

##### Effet du temps de mélange dans le réservoir de dissolution

Pendant la quatrième série de tests, la solution de PEO contenue dans le réservoir de dissolution, soit environ 2500 L (dont environ 80% venait d'être injecté dans le réservoir sous forme d'eau et de granules) a été agitée pendant 60 minutes (au lieu de 20 minutes habituellement) et des échantillons ont été prélevés à la sortie du réservoir toutes les 10 minutes. Cette expérience a été répétée pendant deux jours consécutifs et les résultats sont présentés sur la Figure 6.4.

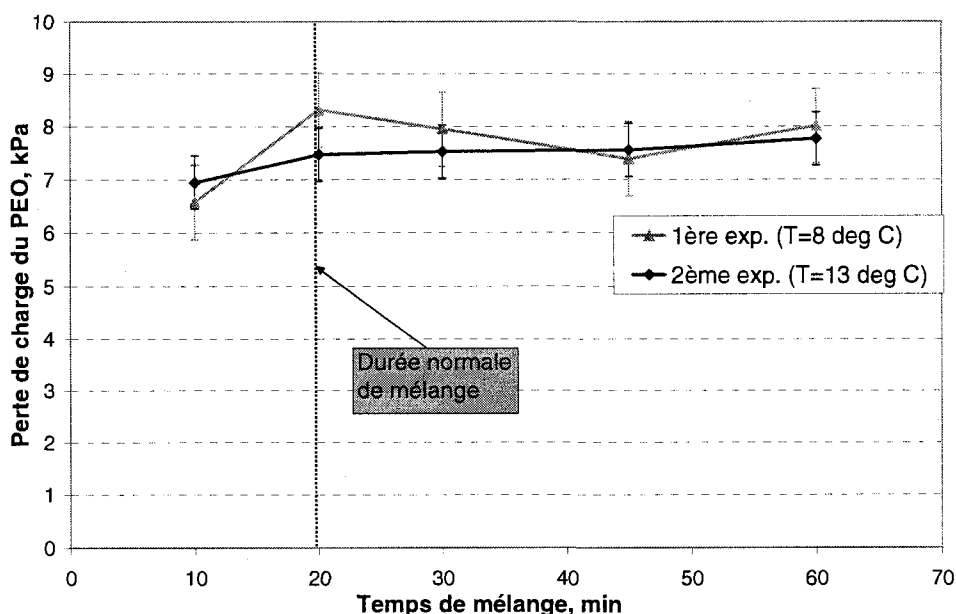


Figure 6.4 : Effet du temps de mélange

On remarque que la perte de charge du PEO ne subit pas de changements significatifs pendant une agitation prolongée. Ce résultat semble montrer que le cisaillement induit par l'agitateur est relativement limité et ne contribue pas à désenchevêtrer le PEO. En effet, l'agitateur utilisé n'est pas situé au milieu du réservoir (à 50 cm du bord, alors que le rayon est de l'ordre de 1 m) et comprend 3 pales ovales de 15 cm de longueur. La

vitesse d'agitation est estimée à environ 100 RPM. L'agitation dans le réservoir est donc assez douce et peu dommageable pour l'enchevêtrement du PEO.

### Effet de la pompe à diaphragme

Lorsque l'agitation dans le réservoir de dissolution est terminée, le PEO est pompé jusqu'en haut du réservoir de stockage. Un pompage peut également être enclenché lorsque le remplissage du réservoir de stockage descend en dessous d'un certain seuil (de l'ordre de 80 % de la capacité totale). La pompe utilisée est une pompe à diaphragme de débit environ 300 L/min et de pression 550 kPa (80 psi) en fonctionnement normal. La pompe délivre alors environ 2 impulsions par seconde. Il est néanmoins possible de baisser la pression d'opération à 310 kPa (45 psi), le pompage devient alors plus lent (environ 1.5 impulsions par seconde).

La Figure 6.5 montre la différence de perte de charge du PEO entre la sortie du réservoir de dissolution et la valve d'échantillonnage située après la première pompe, selon que la pression soit haute (HP) ou basse (BP), pour les différentes séries de tests. Dans tous les cas, le débit de l'appareil de mesure est de 80 mL/min.

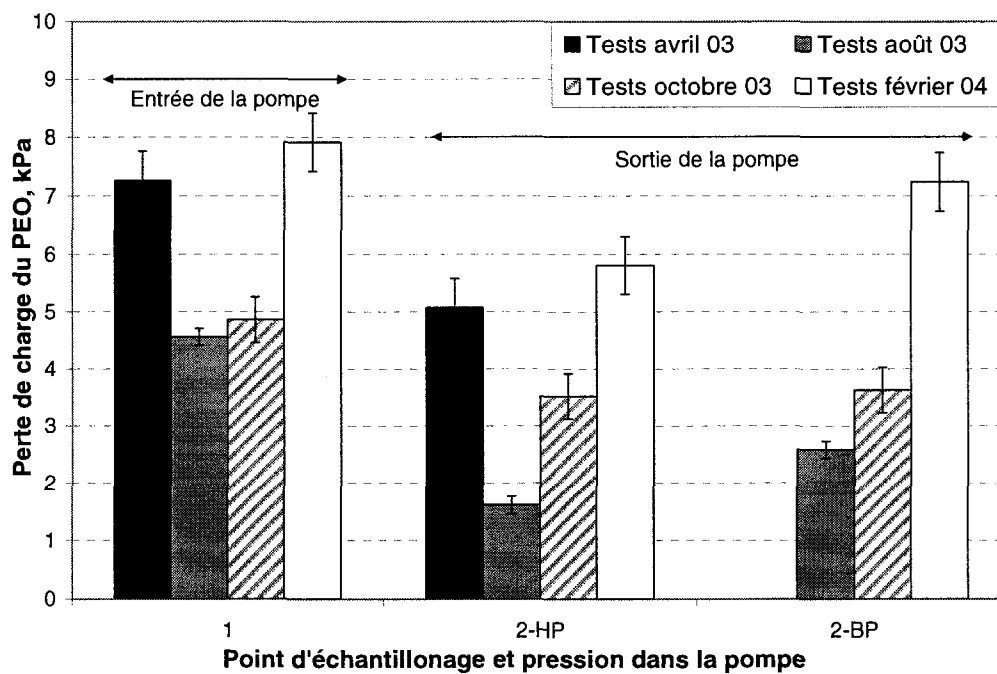


Figure 6.5 : Effet de la pompe à diaphragme

On constate que dans l'ensemble, la perte de charge du PEO diminue d'environ 30 % entre l'entrée et la sortie de la pompe à diaphragme, lorsque la pression habituelle de 550 kPa est utilisée. Par contre, la différence existant entre le PEO pompé à haute et basse pression n'est pas la même selon les tests : Le désenchevêtrement est plus marqué à haute pression lors des tests d'août 2003 et février 2004, alors que la différence est à peine perceptible pour les tests d'octobre 2003. Il est donc difficile de conclure sur l'effet de la pression appliquée à la pompe à diaphragme sur le désenchevêtrement du PEO, d'autant qu'en raison du fort débit de pompage, la contraction au niveau de la valve d'échantillonnage peut avoir une contribution sur le désenchevêtrement du PEO.

#### Effet du temps de résidence dans le réservoir de stockage

La Figure 6.6 montre les variations de la perte de charge du PEO à la sortie du réservoir de stockage pendant un arrêt prolongé de la machine, au cours duquel aucun PEO n'a été consommé ni produit. Afin d'augmenter la sensibilité de la mesure, le débit de mesure a été fixé à 120 mL/min. La température du PEO pendant l'expérience était de 28°C.

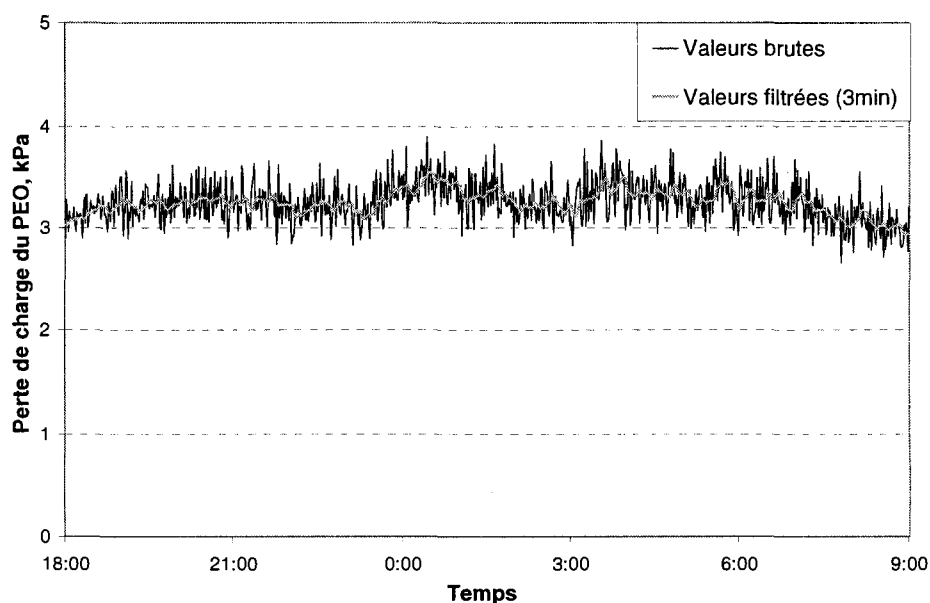


Figure 6.6 : Perte de charge du PEO à la sortie du réservoir de stockage

On remarque quelques fluctuations de faible amplitude (maximum 0.5 kPa) sur une échelle de temps de quelques heures. Ceci confirme l'hypothèse de la présence d'inhomogénéités de l'enchevêtrement du PEO dans le réservoir de stockage. Par contre, il n'y a pas de diminution régulière de la perte de charge du PEO pendant les 15 heures de l'expérience, ce qui montre que le stockage du PEO pendant une période prolongée n'a pas d'effet significatif sur l'enchevêtrement du PEO. Cette expérience est conforme aux mesures prises aux points 2 et 3 (cf. Figure 6.3).

### **Effet de la pompe d'injection**

Le PEO est pompé à partir du réservoir de stockage à l'aide d'une pompe Moyno qui déplace le fluide axialement (et non radialement comme une pompe centrifuge), dont le débit est déterminé par la boucle de contrôle de la consistance de l'eau blanche. Ce débit de polymère sert de point de consigne à la boucle interne de la pompe, qui ajuste la vitesse de la pompe (boucle en cascade). Ainsi, si on augmente l'ouverture de la valve d'échantillonnage, la pompe doit tourner plus vite pour maintenir le même débit de PEO, ce qui permet de simuler un débit élevé de polymère sans modifier la quantité de PEO effectivement injectée dans la pâte.

La perte de pression du PEO entre le point 3 à la sortie du réservoir de stockage et le point 4 avant l'injection, en fonction du débit de la pompe est indiquée sur la Figure 6.7. Le débit de mesure du capteur a été de 80 mL/min pour les deux acquisitions de données concernées. Le débit nul correspond à la perte de charge au point 3.

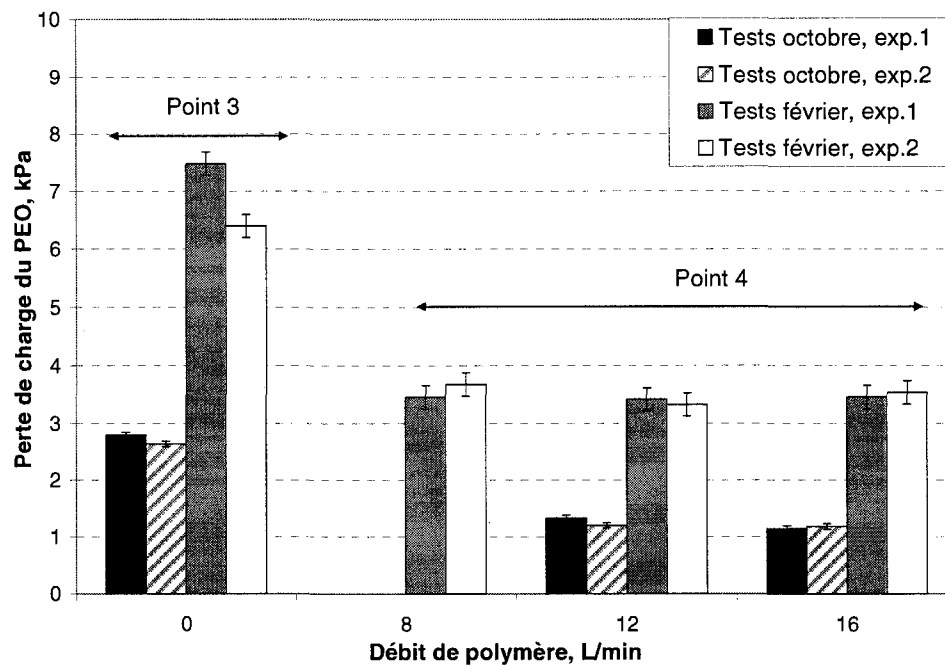


Figure 6.7 : Perte de charge du PEO au niveau de la pompe d'injection

On peut également utiliser les données acquises en continu pendant plusieurs heures et comparer la perte de charge du PEO et le débit de polymère injecté dans la pâte, comme le montre la Figure 6.8.

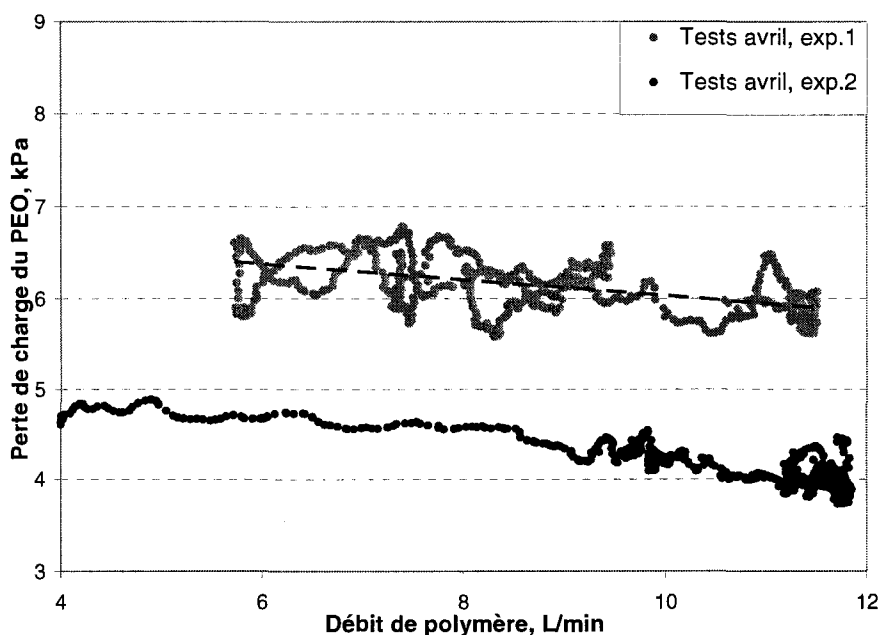


Figure 6.8 : Corrélation entre perte de charge du PEO et débit de polymère

La Figure 6.7 montre qu'il existe une nette diminution de la perte de charge du PEO entre les points 3 et 4, ce qui montre que la pompe Moyno contribue au désenchevêtrement du PEO. Par contre, la diminution de l'état d'enchevêtrement semble être peu affectée par la vitesse de la pompe. Si l'acquisition de données en continu semble montrer une légère corrélation négative entre la perte de charge du PEO et le débit de polymère (donc la vitesse de la pompe), en particulier pour la deuxième expérience, ce lien n'est pas confirmé par la mesure des échantillons de PEO prélevés au point 4 pour différentes vitesses de la pompe. On peut imaginer que l'enchevêtrement du PEO ayant déjà diminué au cours du procédé, le PEO est moins sensible à la différence de cisaillement entre une haute et une basse vitesse de la pompe. Il est également possible que l'ouverture de la valve d'échantillonnage ait modifié un peu l'enchevêtrement du PEO : Lorsque la vitesse de la pompe est basse, la valve est peu ouverte (sinon, la boucle interne de contrôle augmenterait la vitesse de la pompe), cette contraction peut contribuer à désenchevêtrer un peu le PEO et ainsi à niveler les différences de perte de charge entre les différentes valeurs de la vitesse de la pompe.

### **Effet du filtre**

Pour une vitesse de la pompe donnée (correspondant à un débit de PEO de 8 L/min), la différence de perte de charge du PEO entre les points 3 et 4 a été comparée lorsque le filtre à impuretés était en place ou non et les résultats sont présentés sur la Figure 6.9. Le débit de mesure était de 80 mL/min dans les 4 séries d'expériences, alors que la température des échantillons était de 18°C et de 12°C pendant les tests d'octobre et de février, respectivement.

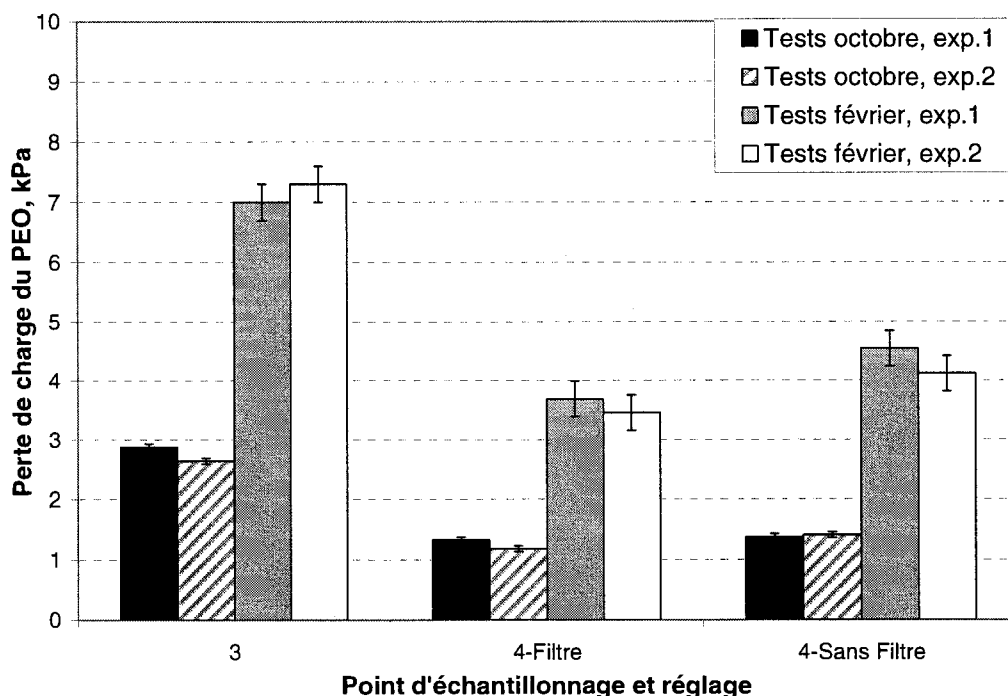


Figure 6.9 : Effet du filtre sur la perte de charge du PEO

On peut constater que l'absence du filtre augmente légèrement l'enchevêtrement du PEO avant l'injection pendant les tests de février, alors qu'il n'y a pas vraiment d'effet perceptible du filtre lors des tests d'octobre. La différence d'enchevêtrement entre les points 3 et 4 reste significative même en retirant le filtre. La Figure 6.2 montre que la pompe Moyno et le filtre peuvent être responsables du désenchevêtrement du PEO entre les points 3 et 4. La Figure 6.9 ci-dessus semble donc montrer que le PEO est davantage sensible à l'effet du pompage qu'à celui du filtrage.

#### 6.4.3 Variations de l'enchevêtrement du PEO au point d'injection

Les fluctuations au cours du temps de la perte de charge du PEO mesurée avant son injection dans la pâte sont présentées dans la section 5.4.1 du chapitre V.

## 6.5 Conclusions

Même si le contrôle des paramètres expérimentaux en milieu industriel est plus limité qu'en laboratoire, l'état d'enchevêtrement du PEO au cours de son procédé de dissolution et de préparation a pu être suivi à l'aide du capteur de perte de charge du PEO.

Pour chaque série de tests, il a été observé que l'enchevêtrement du PEO diminuait de manière significative entre la dissolution des granules de PEO dans l'eau et l'injection du PEO dans la pâte. Chaque unité du procédé a ensuite été observée séparément afin de déterminer lesquelles soumettaient le PEO à un cisaillement suffisamment fort pour induire le désenchevêtrement des molécules de PEO. Il semblerait que la pompe d'injection de type Moyno soit la cause principale de la perte d'enchevêtrement du PEO, mais son influence semble dépendre peu du débit de pompage. La pompe à diaphragme utilisée pour transférer le PEO entre les deux réservoirs contribue également à désenchevêtrer le PEO, mais il semble possible dans certains cas de limiter cette perte en diminuant la pression appliquée sur les diaphragmes. Enfin, le temps d'agitation dans le réservoir de dissolution, le temps de résidence dans le réservoir de stockage ainsi que le filtre à impuretés ne semblent pas influencer de manière significative sur l'enchevêtrement du PEO.

Il est donc possible que des modifications dans le type ou les réglages des équipements de pompage permettent donc de limiter le cisaillement auquel est soumis le PEO pendant sa préparation et donc d'optimiser son état d'enchevêtrement au point d'injection à la pâte.

D'autre part, les mesures en continu de l'état d'enchevêtrement du PEO à la sortie du réservoir de stockage et au point d'injection ont montré que le temps de résidence dans le réservoir de stockage ne suffit pas à homogénéiser l'état d'enchevêtrement du PEO dans le réservoir. Il est donc envisageable de limiter cette variabilité en agitant en continu et à faible vitesse le PEO dans le réservoir de mélange.

## CHAPITRE 7 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

### 7.1 Conclusions des résultats obtenus

Les études réalisées précédemment ont montré que l'efficacité du PEO comme agent de rétention des particules fines dépend de son état d'enchevêtrement : le PEO présent en solution sous forme de gros enchevêtrements de molécules est plus efficace pour flocculer les fines et les retenir sur le matelas fibreux. La conception du capteur de perte de charge du PEO a permis de déterminer de manière indirecte la taille des enchevêtrements de PEO présents en solution, y compris par des mesures en continu. L'objectif de la présente étude était d'investiguer l'effet de l'état d'enchevêtrement sur une machine à papier, pilote et commerciale, ainsi que d'étudier le procédé industriel de dissolution du PEO à l'aide du capteur de perte de charge du PEO.

Dans un premier temps, les expériences menées sur la machine à papier pilote du CSPP de Trois-Rivières, de type Fourdrinier et de faible vitesse, ont montré un écart significatif et reproductible dans la rétention des fines (entre 10 et 15 %) selon que du PEO enchevêtré ou désenchevêtré est utilisé et ce, pour plusieurs dosages de PEO utilisés. Le ratio CF-PEO semble également avoir de l'influence sur la rétention des fines, en particulier lorsque le PEO est désenchevêtré. L'étude des variations dynamiques de la consistance de l'eau blanche a montré que les constantes de temps de ces variations sont comprises entre 60 et 150 s. Une simulation dynamique menée sur Matlab/Simulink et basée sur des bilans de masse a montré que ces dynamiques sont dues au mélange du PEO et du cofacteur dans la caisse d'arrivée et le tamis primaire et non au mélange de l'eau blanche dans la fosse sous toile, en raison des hautes valeurs de rétention sur cette machine pilote. Enfin, l'analyse des propriétés finales du papier a

montré que l'état d'enchevêtrement du PEO avait un effet sur le grammage et la blancheur du papier produit à cause des changements dans la quantité de fines retenues sur la feuille de papier. Il a aussi été observé qu'une forte rétention des fines (provenant d'un dosage élevé de PEO) entraînait une dégradation de la formation de la feuille. Par contre, l'augmentation du ratio CF-PEO permet d'augmenter la rétention sans trop affecter la formation.

Dans un deuxième temps, l'état d'enchevêtrement du PEO injecté à la pâte dans une machine à papier journal commerciale et à grande vitesse a été mesuré en continu, à l'aide du capteur de perte de charge du PEO, pendant une opération normale de la machine (pas de tests spécifiques). Des fluctuations de la perte de charge d'amplitude 15 à 30 % ont été observées et sont probablement dues à des inhomogénéités de l'état d'enchevêtrement du PEO à la sortie du réservoir de stockage.

Une partie de ces variations, ainsi que celles du débit de PEO et du débit de cassés, ont été utilisées pour concevoir un modèle numérique décrivant les variations de la consistance de l'eau blanche, cette dernière étant un bon indicateur de la rétention des fines sur la machine. Les fonctions de transfert de type discret obtenues montrent que les débits de polymère et de cassés ont une influence comparable sur la consistance de l'eau blanche, alors que l'état d'enchevêtrement du PEO a un effet plus faible (de l'ordre de 10 %) mais non négligeable, sur la rétention des fines.

Dans un troisième temps, l'état d'enchevêtrement de la solution de PEO au cours de son procédé industriel de préparation a été mesuré. Les différentes séries de tests ont montré que le PEO se désenchevêtrait de manière significative entre la dissolution des granules de PEO et l'injection du PEO dans la pâte. Les principales contributions à ce désenchevêtrement semblent être la pompe de transfert entre le réservoir de dissolution et le réservoir de transfert ainsi que la pompe d'injection, alors que le temps de mélange, le temps de stockage et le filtre à impuretés semblent jouer un rôle mineur.

## 7.2 Recommandations et perspectives

La présente étude permet de suggérer des améliorations à apporter dans le domaine de l'optimisation et du contrôle de la partie humide, ainsi que dans celui de l'optimisation de l'état d'enchevêtrement du PEO utilisé comme agent de rétention.

Les résultats des tests menés sur la machine pilote semblent montrer que l'état d'enchevêtrement du PEO et le ratio CF-PEO pourraient être intégrés dans une stratégie de contrôle multivariable de la partie humide, le premier comme une perturbation mesurée et le second comme une variable manipulée (le ratio est maintenu constant dans la plupart des usines). Un contrôleur de type commande prédictive MPC permettrait de déterminer de manière optimale les dosages respectifs de PEO et de CF à appliquer, en tenant également compte de contraintes externes économiques (comme le coût respectif des 2 agents de rétention) ou sur les propriétés du papier (comme la formation de la feuille).

Néanmoins, il n'est pas certain à ce stade que ces suggestions formulées à partir de résultats obtenus sur une machine lente à bas cisaillement soient également valables sur une machine commerciale rapide. En effet, la première approche de modélisation numérique semble montrer que l'état d'enchevêtrement du PEO n'affecte que modérément la rétention des fines. Toutefois, des tests spécifiques similaires à ceux effectués sur la machine pilote (en variant les mêmes paramètres, voire d'autres comme le débit de cassés) fourniraient des modèles de la partie humide plus robustes qui permettraient d'implémenter de possibles améliorations à la stratégie de contrôle de la partie humide. De plus, la comparaison de ces résultats avec ceux obtenus à Trois-Rivières pourrait donner des indications utiles sur la part relative des effets hydrodynamiques et colloïdaux sur la partie humide d'une machine à papier industrielle. Les suggestions ci-dessus se rapportent aux possibles moyens de compenser pour l'injection de PEO désenchevêtré dans la pâte. Il est également possible d'améliorer l'état d'enchevêtrement du PEO dès son procédé de fabrication en limitant le niveau de cisaillement auquel il est soumis au cours du procédé. L'étude réalisée semble montrer que l'utilisation d'autres types de pompes permettrait de limiter le désenchevêtrement

du PEO, alors qu'une légère agitation de la solution de PEO dans le réservoir de stockage pourrait permettre de diminuer la variabilité en fonction du temps de l'enchevêtrement du PEO. Il pourrait également être intéressant de mesurer le poids moléculaire moyen et la polydispersité des différents lots de granules de PEO, car ces paramètres pourraient être susceptibles de faire varier la taille des enchevêtrements de PEO.

## RÉFÉRENCES

ABDALLAH, M. (2002). *The Role of Polymer Entanglements in Polyethylene oxide (PEO) Induced Fines Flocculation*. 173p. PhD Thesis in Chemical Engineering, McGill University, Canada.

AUSTIN, P., MACK, J., LOVETT, D., WRIGHT, M., TERRY, M. (2002). «Aylesford PM 14 - Improved wet-end Stability using Model Predictive Control». *Paper Technology*. 43:5. 41-44.

BACK, D.M., CLARK, E.M., RAMACHANDRAN, R. (1995). «Ethylene Oxide Polymers». *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 4<sup>th</sup> edition. New York: John Wiley and Sons. 19. 701-722.

BEAUDOIN, R., DUBÉ, G., LUPIEN, B., LAUZON, E., VINES, M., BLAIS, S. (1998). «Increased Retention and Drainage and controlling Stickies Deposition with Bentonite in combination with Polyethylene Oxide and a Cofactor - a Mill Experience». *Proceedings of the 84<sup>th</sup> Annual Meeting of the Technical Section of the Canadian Pulp and Paper Association*. Montréal: PAPTAC. B, B293-297.

BEDNÁR, F., ABDALLAH, M., PÉRIN-LEVASSEUR, Z., van de VEN, T.G.M., PARIS, J. (2002). «Détermination Expérimentale de l'État d'Enchevêtrement de l'Oxyde de Polyéthylène». *Prétirés Congrès Francophone du Papier*. Montréal: Association Technique de Pâtes et Papiers du Canada, 85-88.

BEDNÁR, F., PÉRIN-LEVASSEUR, Z., QASAMEH, M.A., van de VEN, T.G.M., PARIS, J. (2003). «Fines Flocculation and Fines Retention on a Laboratory Twin-Wire

Former with a PEO Retention Aid System». *Proceedings of the International Conference "Chemical Technology of Wood, Pulp & Paper"*, Bratislava, Slovakia. Bratislava, Slovakia: Slovak University of Technology. 149-154.

BRINE, S.R., BRAUER, R.M., WISEMAN, N. (1992). «Polyethylene Oxide Makedown Procedures and Their Effect on Paper Machine Retention». *Appita J.* 45:2. 118-20.

CHEN S.C. (1995). «Modeling of Paper Machines for Control: Theory and Practice», *Pulp and Paper Canada*. 96:1. T17-21.

CHO, B.U., GARNIER, G., PARADIS, J., PERRIER, M. (2001). «Filler Retention with a CPAM/Bentonite Retention System - Effect of Collision Efficiency». *Nordic Pulp and Paper Research Journal*. 16:3. 188-194.

CHO B.U., GARNIER, G., PARADIS, J., PERRIER, M. (2001). «The Process Dynamics of Filler Retention in Paper using a CPAM/Bentonite Retention Aid System». *Canadian Journal of Chemical Engineering*. 79:6. 923-930.

DONAT, V., PARIS, J., van de VEN, T.G.M. (2000). «Simulation of a Paper Machine Twin-Wire Forming Section». *Journal of Pulp and Paper Science*. 26:8. 284-288.

JAYCOCK, M.J., SWALES, D.K. (1994). «The theory of retention». *Paper Technology*, 35:8. 26-33.

KRATOCHVIL, D., ALINCE, B., van de VEN, T.G.M. (1999). «Flocculation of Clay Particles with poorly and well-dissolved Polyethylene Oxide». *Journal of Pulp and Paper Science*. 25:9. J331-335.

KUUSISTO, R., KOSONEN, M., SHAKESPEARE, J., HUHTELIN, T. (2002). «Multivariable Control of Paper Machine Grade Changes». *Pulp and Paper Canada*. 103:10. 28-31.

LAIVINS, G., POLVERARI, M., ALLEN, L. (2001). «Effects of residual Deinking Chemicals on Poly(Ethylene Oxide)/Cofactor Retention Systems». *Journal of Pulp and Paper Science*. 27:6. 190-195.

LANG, D., KOSONEN, M., KUUSISTO, R. (2001). «Coordinating wet-end and dry-end Controls on a fine Paper Machine». *Pulp and Paper Canada*. 102:8. 21-25.

LAWRENCE, A., POLVERARI, M., LEVESQUE, B., FRANCIS, W. (1999). «Effects of System Closure on Retention-and-Drainage-Aid Performance in TMP Newsprint Manufacture». *TAPPI J.* 82:4. 188-195.

LAWRENCE, A., LAPOINTE, C. (2003). «Effectiveness of retention aids for pitch control in TMP newsprint manufacture. Part I: low shear». *Preprints – International Paper and Coating Chemistry Symposium*. Montréal: Pulp and Paper Technical Association of Canada, 179-186.

LJUNG, L. (1987). *System Identification: Theory for the User*. Englewood Cliffs: Prentice-Hall Inc. 519p.

OGUNNAIKE, B.A., RAY, W.H. (1994). *Process dynamics, modeling and control*. New York: Oxford University Press. 1260p.

PÉRIN-LEVASSEUR, Z. 2004. *Étude expérimentale d'un système de rétention des particules fines dans un formeur de laboratoire*. 96p. Mémoire de maîtrise en génie chimique, Ecole Polytechnique de Montréal, Canada.

RANTALA, T., OJALA, T., NOKELAINEN, J., KUMPULAINEN, H., VAMPEMBROOK, K. 2002. «Wet end management concept: key measurements for control solutions in one analyzer platform». *Pulp and Paper Canada*. 103:4. 22-25.

RANTALA, T., TARHONEN, P., KOIVO, H.N. 1994. «Adaptive Retention Control in a Paper Machine», *Pulp and Paper Canada*. 95:8. 20-23.

RANTALA, T., TARHONEN, P., KOIVO, H.N. 1994. «Control of Paper Machine Wire Retention». *TAPPI Journal*. 77:12. 125-131.

RENAUD, S., OLSSON, B. 2003. «Improvements in Boardmaking Applications through better Wet-End Control and Understanding». *Pulp and Paper Canada*. 104:6. 43-46

SAMKOCWA, D., RUIZ, J., van de VEN, T.G.M., PARIS, J. 2002. «Modélisation de la rétention des particules fines sur la table plate d'une machine à papier». *Journal of Pulp and Paper Science*. 28:1. 1-5.

SETH, R.S. 2003. «The measurement and significance of fines». *Pulp and Paper Canada*, 104:2 , 41-44

SMOOK, G.A. 2002. *Handbook for Pulp and Paper Technologists*, 3<sup>rd</sup> ed. Vancouver: Angus Wilde Publications. 425p.

SWERIN, A., ÖDBERG, L. 1997. «Some aspects of Retention Aids». *Fundamentals of Papermaking Materials, Transactions 11<sup>th</sup> Fundamental Research Symposium, Cambridge, England*. Leatherhead, UK : Pira International.1, 265-350.

van de VEN, T.G.M. 1997. «Mechanisms of Fines and Filler Retention with PEO/Cofactor dual Retention Systems». *Journal of Pulp and Paper Science*. 23:9. J447-451.

YAP, E., KWOK, K., DUMONT, G. 2001. «Dynamic Simulation and Control of a Paper Machine Wet End». *Canadian Journal of Chemical Engineering*. 79:2. 296-303.

ZHU, Y. 2001. *Multivariable System Identification for Process Control*, 1<sup>st</sup> ed. Amsterdam: Pergamon. 349p.

Ressources sur Internet :

PAPIER-MASSON LIMITÉE. 2004. Machine à papier. In. *Site de Papier Masson Ltée*. [En ligne].  
[http://www.papiermasson.com/asp/milltour/machine/index\\_f.asp](http://www.papiermasson.com/asp/milltour/machine/index_f.asp) (Page consultée le 31 mars 2004)

FAO FORESTRY. 2004. FAO STAT Database Collections. In. Site de FAO Forestry. [En ligne].  
<http://faostat.fao.org/faostat/collections?subset=forestry> (Page consultée le 16 avril 2004)

STRATEGIS. 2004. Tableaux de données – SCIAN 322. In. *Strategis : Le site canadien des entreprises et des consommateurs*. [En ligne].  
[http://strategis.ic.gc.ca/canadian\\_industry\\_statistics/cis.nsf/idF/cis322datF.html](http://strategis.ic.gc.ca/canadian_industry_statistics/cis.nsf/idF/cis322datF.html) (Page consultée le 16 avril 2004)

## ANNEXES

### A. Expériences sur la machine pilote de Trois-Rivières

#### A.1. Procédure de préparation du PEO

##### Moment de préparation :

- . Bon PEO: le matin avant les tests (durée totale: 1 heure environ)
- . Mauvais PEO: l'après-midi précédent les tests (durée totale: 3 heures environ)

##### Protocole

Peser 30 g de poudre de PEO - Verser 75 mL d'éthanol dans le becher, suffisamment d'éthanol pour que le mélange PEO-éthanol reste liquide.

Introduire le mélange PEO- éthanol puis dans une chaudière de 15 L remplie d'eau du robinet. On agite à 900 rpm (L'eau doit être en mouvement au moment de l'introduction).

À t = 5 min, passer l'agitateur de 900 à 550 rpm

À t = 25 min, arrêter l'agitateur,

##### Préparation du bon PEO

- . A t = 25 min, vérifier visuellement qu'il n'y a pas de floccs, mesurer DeltaP (débit de la pompe péristaltique : 200 mL/min)
- . Dilution du PEO: on verse environ 120 L d'eau du robinet dans les réservoirs de 180 L et on ajoute ensuite le PEO concentré. On complète à 150 L en rinçant la chaudière qui a servi à préparer le PEO concentré. Il faut éviter de brasser inutilement la solution de PEO pendant cette opération.
- . On agite ensuite légèrement la solution de PEO diluée (potentiomètre à 30 pendant 5 min), afin d'homogénéiser la solution.
- . On mesure un échantillon de 500 mL de PEO à l'aide du capteur (débit de la pompe péristaltique: 450 mL/min) puis on recouvre le réservoir de PEO par une feuille plastique (afin de limiter l'évaporation)

##### Préparation du mauvais PEO

- . A t = 25 min, on agite le PEO pendant 90 minutes supplémentaires, avec une agitation de 700 rpm.
  - . A t = 115 min, on mesure un échantillon de mauvais PEO concentré à l'aide du capteur (débit de la pompe péristaltique: 200 mL/min)
  - . Dilution du PEO: même procédure que pour le bon PEO, sauf les précautions concernant l'agitation.
  - . On agite ensuite la solution de PEO diluée (sans potentiomètre, donc plus intensément que le bon PEO), pendant 20-30 min, afin de poursuivre le désenchevêtrement.
  - . Le PEO est ensuite stocké pour la nuit sans agitation. Le matin, le PEO est brassé de nouveau pendant 20 minutes environ (même intensité) puis un échantillon est mesuré avec le capteur (débit de la pompe : 450 mL/min)
  - . On recouvre avec une feuille de plastique pour limiter l'évaporation
-

Le Tableau A.1 récapitule les mesures de perte de charge du PEO préparé pendant les tests de Trois-Rivières selon la procédure ci-dessus. Le «bon PEO» est le PEO enchevêtré et le «mauvais PEO» est le PEO désenchevêtré. Les tests sur la machine ont été réalisés le mercredi 21 et le jeudi 22 janvier 2004.

Tableau A.1 : Mesures de perte de charge du PEO à Trois-Rivières

| jour                                                            | heure | c (%)  | T (deg C) | qualité | débit senseur (mL/min) | DeltaP (kPa)  | remarques                                |
|-----------------------------------------------------------------|-------|--------|-----------|---------|------------------------|---------------|------------------------------------------|
| <b>mauvais PEO utilisé pendant la première journée de tests</b> |       |        |           |         |                        |               |                                          |
| mardi 20                                                        | 15h50 | 0.2 %  |           | mauvais | 200                    | 5.8           | PEO "en cours de désenchevêtrement"      |
| mardi 20                                                        | 17h20 | 0.2%   | 24        | mauvais | 200                    | 2.44          | PEO concentré désenchevêtré              |
| mercredi 21                                                     | 8h00  | 0.02 % |           | mauvais | 450                    | 2.62          | avant la seconde agitation du PEO dilué  |
| mercredi 21                                                     | 8h20  | 0.02%  |           | mauvais | 450                    | 2.40          | après la seconde agitation du PEO dilué  |
| mercredi 21                                                     | 15h20 | 0.02%  | 25        | mauvais | 450                    | 2.32          | mauvais PEO échantillonné dans le batch  |
| <b>bon PEO utilisé pendant la première journée de tests</b>     |       |        |           |         |                        |               |                                          |
| mercredi 21                                                     | 8h15  | 0.2%   |           | bon     | 200                    | 8 (approx.)   |                                          |
| mercredi 21                                                     | 8h45  | 0.02%  |           | bon     | 450                    | 5.71          |                                          |
| mercredi 21                                                     | 13h30 | 0.02%  | 25        | bon     | 450                    | 4.95          | bon PEO échantillonné dans le batch      |
| mercredi 21                                                     | 17h15 | 0.02%  |           | bon     | 450                    | 4.42          | bon PEO échantillonné dans le batch      |
| <b>mauvais PEO utilisé pendant la deuxième journée de tests</b> |       |        |           |         |                        |               |                                          |
| mercredi 21                                                     | 13h00 | 0.2 %  | 24        | mauvais | 200                    | 7.5           | PEO "en cours de désenchevêtrement"      |
| mercredi 21                                                     | 17h15 | 0.2%   |           | mauvais | 200                    | 1.94          | PEO concentré désenchevêtré              |
| mercredi 21                                                     | 18h15 | 0.02%  |           | mauvais | 450                    | 2.42          | après la première agitation du PEO dilué |
| jeudi 22                                                        | 9h30  | 0.02%  | 27        | mauvais | 450                    | 2.45          | après la seconde agitation du PEO dilué  |
| jeudi 22                                                        | 13h15 | 0.02%  | 27        | mauvais | 450                    | 2.50          | mauvais PEO échantillonné dans le batch  |
| <b>bon PEO utilisé pendant la deuxième série de tests</b>       |       |        |           |         |                        |               |                                          |
| jeudi 22                                                        | 8h20  | 0.2%   | 26        | bon     | 200                    | 7.0 (approx.) |                                          |
| jeudi 22                                                        | 9h40  | 0.02%  | 26        | bon     | 450                    | 6.00          |                                          |
| jeudi 22                                                        | 13h15 | 0.02%  | 26        | bon     | 450                    | 5.2           | bon PEO échantillonné dans le batch      |

## A.2 Données sur la partie humide et les propriétés du papier produit

### Notes:

. «good PEO» : PEO enchevêtré

. «bad PEO» : PEO désenchevêtré

. «recovered PEO» : PEO désenchevêtré auquel du cofacteur a été ajouté dans le réservoir

. La première option correspond au calcul de la rétention des fines en prenant le taux de fines mesuré pour chaque échelon, dans la deuxième option la moyenne des valeurs de chaque journée a été utilisée.

. Au cours de l'échelon 1, le bon PEO a été injecté au dosage de 120 g/t mais la valve présente avant la caisse d'arrivée brisait les floes formés. A partir de l'échelon 1B, le PEO a été injecté au drain juste avant la caisse d'arrivée.

. Les mesures de consistance de la caisse d'arrivée et de l'eau blanche ont été effectuées par Isabelle Gagné et les mesures des propriétés du papier ont été réalisées par Isabelle Gagné et Bernard Gilbert (CSPP Trois-Rivières).

Tableau A.2 : Mesures des consistances en laboratoire

Day 1 : January 21st 2004

| Trial<br>Identification | PEO<br>state | PEO<br>dosage | CF-PEO<br>ratio | Consistencies (%) |       | FPR (%) | fines content HB |          | fines retention |          |
|-------------------------|--------------|---------------|-----------------|-------------------|-------|---------|------------------|----------|-----------------|----------|
|                         |              |               |                 | HB                | WW    |         | 1st opt.         | 2nd opt. | 1st opt.        | 2nd opt. |
| 0 30                    |              | blank         |                 | 0.474             | 0.082 | 82.7    | 23.4             | 27.7     | 37.16           | 46.91    |
| 30B                     |              | blank         |                 | 0.484             | 0.086 | 82.2    | 23.3             | 27.7     | 35.18           | 45.48    |
| 1 30                    | good         | 120 g/t       | 9 to 1          | 0.449             | 0.080 | 82.2    | 28.5             | 27.7     | 46.86           | 45.33    |
| 1B 30                   | good         | 120 g/t       | 9 to 1          | 0.413             | 0.012 | 97.1    | 31.0             | 27.7     | 92.03           | 91.08    |
| 2 30                    | bad          | 120 g/t       | 9 to 1          | 0.407             | 0.022 | 94.6    | 28.0             | 27.7     | 83.59           | 83.41    |
| 3 30                    | good         | 120 g/t       | 9 to 1          | 0.397             | 0.012 | 97.0    | 27.2             | 27.7     | 90.55           | 90.72    |
| 4 30                    | good         | 90 g/t        | 9 to 1          | 0.404             | 0.020 | 95.0    | 23.0             | 27.7     | 81.70           | 84.81    |
| 5 20                    | bad          | 90 g/t        | 9 to 1          | 0.440             | 0.032 | 92.2    | 30.2             | 27.7     | 79.54           | 77.69    |
| 6 20                    | good         | 90 g/t        | 9 to 1          | 0.393             | 0.014 | 94.9    | 25.0             | 27.7     | 87.89           | 89.07    |
| 7 20                    | good         | 60 g/t        | 9 to 1          | 0.425             | 0.035 | 91.8    | 28.4             | 27.7     | 75.35           | 74.73    |
| 8 20                    | bad          | 60 g/t        | 9 to 1          | 0.422             | 0.052 | 87.7    | 28.8             | 27.7     | 63.63           | 62.19    |
| 13 20                   | bad          | 60 g/t        | 12 to 1         | 0.425             | 0.048 | 89.5    | 29.4             | 27.7     | 67.35           | 65.34    |
| 14 20                   | bad          | 60 g/t        | 6 to 1          | 0.435             | 0.064 | 85.3    | 30.2             | 27.7     | 58.59           | 54.85    |
| 15 20                   | bad          | 60 g/t        | 9 to 1          | 0.423             | 0.054 | 87.2    | 27.1             | 27.7     | 59.96           | 60.83    |

Day 2 : January 22nd 2004

|       |           |        |         |       |       |      |      |      |       |       |
|-------|-----------|--------|---------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|
| 16 20 |           | blank  |         | 0.452 | 0.093 | 79.4 | 25.2 | 29.5 | 30.60 | 40.72 |
| 17 20 | bad       | 60 g/t | 9 to 1  | 0.427 | 0.062 | 85.5 | 31.2 | 29.5 | 60.44 | 58.16 |
| 18 20 | good      | 60 g/t | 9 to 1  | 0.430 | 0.039 | 90.7 | 30.2 | 29.5 | 74.47 | 73.87 |
| 19 20 | good      | 45 g/t | 9 to 1  | 0.423 | 0.056 | 87.0 | 31.4 | 29.5 | 64.16 | 61.85 |
| 20 20 | good      | 75 g/t | 9 to 1  | 0.427 | 0.029 | 93.0 | 27.4 | 29.5 | 78.93 | 80.43 |
| 21 20 | good      | 60 g/t | 9 to 1  | 0.416 | 0.041 | 90.1 | 27.2 | 29.5 | 69.20 | 71.60 |
| 22 20 | good      | 60 g/t | 12 to 1 | 0.426 | 0.037 | 91.3 | 28.2 | 29.5 | 73.82 | 74.97 |
| 23 20 | good      | 60 g/t | 6 to 1  | 0.442 | 0.053 | 88.0 | 30.8 | 29.5 | 66.91 | 65.45 |
| 24 20 | good      | 60 g/t | 9 to 1  | 0.430 | 0.044 | 89.8 | 27.9 | 29.5 | 68.83 | 70.52 |
| 25 20 | bad       | 60 g/t | 9 to 1  | 0.433 | 0.064 | 85.2 | 29.7 | 29.5 | 57.70 | 57.41 |
| 26 20 | bad       | 45 g/t | 9 to 1  | 0.452 | 0.077 | 83.0 | 24.0 | 29.5 | 39.67 | 50.91 |
| 27 20 | bad       | 75 g/t | 9 to 1  | 0.435 | 0.050 | 88.5 | 29.8 | 29.5 | 67.21 | 66.88 |
| 28 20 | bad       | 60 g/t | 9 to 1  | 0.445 | 0.066 | 85.2 | 31.4 | 29.5 | 59.85 | 57.27 |
| 29 20 | bad       | 60 g/t | 12 to 1 | 0.446 | 0.058 | 87.0 | 32.6 | 29.5 | 66.09 | 62.53 |
| 30 20 | bad       | 60 g/t | 6 to 1  | 0.444 | 0.076 | 82.9 | 31.3 | 29.5 | 53.52 | 50.68 |
| 31 20 | bad       | 60 g/t | 9 to 1  | 0.432 | 0.067 | 84.5 | 30.0 | 29.5 | 56.06 | 55.31 |
| 32 30 | recovered | 60 g/t | 9 to 1  | 0.435 | 0.072 | 83.4 | 32.8 | 29.5 | 57.11 | 52.31 |

Tableau A.3 : Mesures en ligne des propriétés de la feuille et du débit de pâte

Day 1 : January 21st 2004

| Day 1 - January 21st 2004 |       |        |         |            |      |            |      |              |      |                     |       |            |       |            |       |                |       |      |
|---------------------------|-------|--------|---------|------------|------|------------|------|--------------|------|---------------------|-------|------------|-------|------------|-------|----------------|-------|------|
| Trial                     | PEO   | PEO    | CF-PEO  | Formation  |      | BW (g/m2)  |      | moisture (%) |      | caliper (*10^-3 in) |       | brightness |       | opacity    |       | pulp flow rate |       |      |
| Identification            | state | dosage | ratio   | (+av.dev.) |      | (+av.dev.) |      | (+av.dev.)   |      | (+av.dev.)          |       | (+av.dev.) |       | (+av.dev.) |       | (L/min) + AD   |       |      |
| 0                         | 30    |        | blank   |            |      |            |      |              |      |                     |       |            |       |            |       |                |       |      |
|                           | 30B   |        | blank   | 1193       | 37   | 49.9       | 0.54 | 5.07         | 0.32 | 126.0               | 1.60  | 59.60      | 0.11  | 88.10      | 0.42  | 40.35          | 1.21  |      |
| 1                         | 30    | good   | 120 g/t | 9 to 1     | 1359 | 34         | 46.8 | 0.51         | 2.45 | 0.62                | 119.6 | 2.20       | 58.22 | 0.06       | 88.90 | 0.31           | 38.53 | 0.93 |
| 1B                        | 30    | good   | 120 g/t | 9 to 1     | 3338 | 112        | 50.6 | 0.81         | 4.99 | 0.17                | 139.2 | 2.30       | 56.03 | 0.25       | 91.80 | 0.85           | 39.57 | 0.00 |
| 2                         | 30    | bad    | 120 g/t | 9 to 1     | 2365 | 77         | 46.6 | 0.51         | 4.94 | 0.09                | 142.3 | 1.33       | 57.69 | 0.04       | 90.58 | 0.21           | 39.56 | 0.92 |
| 3                         | 30    | good   | 120 g/t | 9 to 1     | 3561 | 117        | 49.6 | 0.71         | 5.21 | 0.22                | 158.7 | 1.44       | 55.76 | 0.08       | 91.93 | 0.24           | 39.50 | 0.95 |
| 4                         | 30    | good   | 90 g/t  | 9 to 1     | 2813 | 106        | 48.3 | 0.58         | 5.00 | 0.11                | 155.9 | 1.16       | 56.28 | 0.13       | 91.53 | 0.21           | 39.64 | 0.91 |
| 5                         | 20    | bad    | 90 g/t  | 9 to 1     | 2427 | 50         | 45.3 | 0.33         | 4.42 | 0.07                | 150.1 | 0.64       | 57.24 | 0.08       | 89.90 | 0.20           | 39.43 | 0.92 |
| 6                         | 20    | good   | 90 g/t  | 9 to 1     | 2968 | 123        | 48.0 | 0.49         | 4.98 | 0.14                | 156.5 | 0.95       | 55.29 | 0.15       | 92.00 | 0.22           | 39.56 | 0.68 |
| 7                         | 20    | good   | 60 g/t  | 9 to 1     | 1860 | 66         | 46.7 | 0.43         | 4.73 | 0.07                | 155.7 | 1.28       | 57.70 | 0.08       | 90.00 | 0.21           | 39.60 | 0.67 |
| 8                         | 20    | bad    | 60 g/t  | 9 to 1     | 1487 | 30         | 45.2 | 0.24         | 4.37 | 0.06                | 149.0 | 0.61       | 58.82 | 0.07       | 88.24 | 0.16           | 39.55 | 0.94 |
| 13                        | 20    | bad    | 60 g/t  | 12 to 1    | 1513 | 30         | 46.4 | 0.40         | 4.64 | 0.08                | 151.5 | 0.98       | 58.51 | 0.09       | 89.13 | 0.22           | 39.63 | 0.57 |
| 14                        | 20    | bad    | 60 g/t  | 6 to 1     | 1382 | 34         | 45.6 | 0.39         | 4.49 | 0.06                | 149.5 | 0.78       | 58.72 | 0.08       | 88.42 | 0.22           | 39.52 | 0.97 |
| 15                        | 20    | bad    | 60 g/t  | 9 to 1     | 1498 | 40         | 46.7 | 0.35         | 4.69 | 0.06                | 151.6 | 1.01       | 58.15 | 0.06       | 89.58 | 0.19           | 39.66 | 0.97 |

Day 2 : January 22nd 2004

|                           |    |           |        |         |      |      |      |      |      |       |       |       |       |       |       |       |       |      |
|---------------------------|----|-----------|--------|---------|------|------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|
| Day 2 : January 22nd 2004 |    |           |        |         |      |      |      |      |      |       |       |       |       |       |       |       |       |      |
| 16                        | 20 | blank     |        | 1595    | 61   | 46.1 | 0.53 | 3.77 | 0.5  | 125.0 | 0.72  | 56.78 | 0.13  | 88.68 | 0.53  | 39.74 | 0.84  |      |
| 17                        | 20 | bad       | 60 g/t | 9 to 1  | 2007 | 42   | 47.3 | 0.54 | 4.44 | 0.11  | 118.2 | 1.02  | 55.77 | 0.05  | 92.22 | 0.22  | 39.76 | 0.71 |
| 18                        | 20 | good      | 60 g/t | 9 to 1  | 2277 | 40   | 48.5 | 0.31 | 4.63 | 0.08  | 122.7 | 0.49  | 54.31 | 0.05  | 93.54 | 0.11  | 39.63 | 0.93 |
| 19                        | 20 | good      | 45 g/t | 9 to 1  | 1960 | 45   | 47.5 | 0.47 | 4.43 | 0.08  | 121.2 | 0.69  | 55.00 | 0.21  | 92.36 | 0.16  | 39.79 | 0.63 |
| 20                        | 20 | good      | 75 g/t | 9 to 1  | 2471 | 60   | 50.8 | 0.38 | 4.88 | 0.12  | 130.6 | 0.54  | 55.51 | 0.21  | 93.76 | 0.15  | 39.72 | 0.98 |
| 21                        | 20 | good      | 60 g/t | 9 to 1  | 2060 | 46   | 48.6 | 0.48 | 4.27 | 0.08  | 126.0 | 1.09  | 56.56 | 0.11  | 92.40 | 0.23  | 39.73 | 0.89 |
| 22                        | 20 | good      | 60 g/t | 12 to 1 | 2105 | 40   | 49.3 | 0.45 | 4.39 | 0.11  | 125.7 | 1.01  | 56.22 | 0.05  | 92.82 | 0.19  | 39.64 | 0.92 |
| 23                        | 20 | good      | 60 g/t | 6 to 1  | 1970 | 69   | 48.1 | 0.48 | 4.25 | 0.09  | 121.7 | 0.94  | 56.25 | 0.10  | 92.44 | 0.20  | 39.40 | 1.11 |
| 24                        | 20 | good      | 60 g/t | 9 to 1  | 2070 | 44   | 49.3 | 0.56 | 4.56 | 0.09  | 122.2 | 0.59  | 55.91 | 0.09  | 93.12 | 0.18  | 39.56 | 0.91 |
| 25                        | 20 | bad       | 60 g/t | 9 to 1  | 1922 | 55   | 47.3 | 0.45 | 3.95 | 0.56  | 120.6 | 1.60  | 56.20 | 0.07  | 91.60 | 0.14  | 39.80 | 0.63 |
| 26                        | 20 | bad       | 45 g/t | 9 to 1  | 1718 | 38   | 46.1 | 0.32 | 4.54 | 0.11  | 120.1 | 1.30  | 56.67 | 0.09  | 90.27 | 0.10  | 39.79 | 0.30 |
| 27                        | 20 | bad       | 75 g/t | 9 to 1  | 2116 | 38   | 48.7 | 0.49 | 5.55 | 0.49  | 117.6 | 1.26  | 55.21 | 0.12  | 92.95 | 0.10  | 39.59 | 0.74 |
| 28                        | 20 | bad       | 60 g/t | 9 to 1  | 2016 | 66   | 47.5 | 0.44 | 4.82 | 0.19  | 117.4 | 0.85  | 55.57 | 0.08  | 92.08 | 0.15  | 39.57 | 0.74 |
| 29                        | 20 | bad       | 60 g/t | 12 to 1 | 1910 | 45   | 47.9 | 0.47 | 5.51 | 0.38  | 118.1 | 1.94  | 55.33 | 0.09  | 92.39 | 0.09  | 39.71 | 0.94 |
| 30                        | 20 | bad       | 60 g/t | 6 to 1  | 1828 | 21   | 45.9 | 0.24 | 3.68 | 0.13  | 116.0 | 1.57  | 55.37 | 0.06  | 91.41 | 0.06  | 39.58 | 0.70 |
| 31                        | 20 | bad       | 60 g/t | 9 to 1  | 1990 | 30   | 46.6 | 0.48 | 4.78 | 0.2   | 111.9 | 1.30  | 54.82 | 0.05  | 92.24 | 0.15  | 39.43 | 1.08 |
| 32                        | 30 | recovered | 60 g/t | 9 to 1  | 1766 | 40   | 45.8 | 0.32 | 6.18 | 0.26  | 110.5 | 2.00  | 54.75 | 0.10  | 90.90 | 0.16  | 39.70 | 0.97 |

Tableau A.4 : Mesures des propriétés optiques et mécaniques des échantillons de papier prélevés (1<sup>er</sup> jour)

| No. ECHANTILLON                     |        | 0      | 1      | 1B     | 2      | 3      | 4      | 5      | 6      | 7      | 8      | 13     | 14     | 15    |
|-------------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|
| Grammage humide (g/m²)              |        | 48.42  | 47.76  | 51.05  | 49.30  | 52.52  | 50.38  | 46.41  | 49.78  | 47.46  | 45.54  | 46.94  | 45.85  | 46.75 |
| Grammage sec (g/m²)                 |        | 44.74  | 44.11  | 47.21  | 45.57  | 48.51  | 46.52  | 42.91  | 46.03  | 43.84  | 42.16  | 43.41  | 42.42  | 43.20 |
| Humidité (%)                        |        | 7.59   | 7.65   | 7.53   | 7.57   | 7.63   | 7.65   | 7.54   | 7.53   | 7.63   | 7.43   | 7.51   | 7.48   | 7.60  |
| Blancheur ISO (%)                   | toile  | 56.36  | 54.32  | 53.57  | 54.73  | 53.34  | 53.78  | 54.26  | 52.83  | 54.66  | 55.64  | 54.95  | 54.83  | 54.51 |
|                                     | feutre | 55.42  | 53.83  | 52.57  | 55.47  | 53.76  | 54.33  | 55.09  | 53.44  | 55.49  | 56.83  | 56.09  | 56.31  | 55.82 |
| Couleur Lab (%)                     | L*     | 85.36  | 84.49  | 83.88  | 84.48  | 83.76  | 83.91  | 84.19  | 83.35  | 84.56  | 85.05  | 84.77  | 84.68  | 84.42 |
|                                     | a*     | -1.2   | -1.17  | -1.1   | -1.15  | -1.05  | -1.03  | -1.03  | -0.97  | -1.18  | -1.22  | -1.15  | -1.12  | -1.09 |
|                                     | b*     | 10.19  | 10.46  | 10.34  | 10.24  | 10.37  | 10.19  | 10.2   | 10.17  | 10.45  | 10.33  | 10.53  | 10.48  | 10.34 |
| Opacité ISO (%)                     |        | 92.02  | 93.91  | 94.39  | 94.01  | 94.03  | 94     | 93.71  | 95.09  | 93.5   | 92.23  | 93.28  | 92.77  | 93.25 |
| Opacité TAPPI (%)                   |        | 86.92  | 89.51  | 90.14  | 89.67  | 89.5   | 89.49  | 89.1   | 91.12  | 89.89  | 87.11  | 88.61  | 87.79  | 88.44 |
| Coefficient de diffusion (m²/kg)    |        | 53.87  | 58.72  | 55.50  | 57.06  | 51.94  | 54.39  | 58.49  | 57.57  | 57.72  | 56.93  | 58.05  | 57.04  | 56.95 |
| Coefficient d'absorption (m²/kg)    |        | 4.47   | 5.44   | 5.72   | 5.49   | 5.36   | 5.59   | 5.83   | 6.30   | 5.47   | 4.98   | 5.30   | 5.19   | 5.32  |
| Indice de formation Kaptra (IFK)    |        | 78     | 114    | 187    | 135    | 192    | 155    | 115    | 156    | 107    | 89     | 95     | 87     | 95    |
| Bouffant (cm³/g)                    |        | 2.83   | 2.70   | 2.75   | 2.67   | 2.68   | 2.68   | 2.72   | 2.68   | 2.72   | 2.73   | 2.64   | 2.65   | 2.71  |
| Épaisseur (µm)                      |        | 126.6  | 119.2  | 129.8  | 121.5  | 129.8  | 124.6  | 116.6  | 123.2  | 119.4  | 115    | 114.8  | 112.4  | 117.1 |
| Indice de déchirure (mN·m²/g)       | SM     | 5.04   | 5.50   | 6.23   | 5.38   | 5.91   | 5.74   | 5.25   | 5.59   | 5.25   | 5.58   | 4.97   | 5.49   | 5.50  |
|                                     | ST     | 6.63   | 7.39   | 6.27   | 6.45   | 7.07   | 6.79   | 7.31   | 6.87   | 7.27   | 6.63   | 7.05   | 6.81   | 6.58  |
| Indice d'écatement (kPa·m²/g)       |        | 2.11   | 1.72   | 1.08   | 1.36   | 1.05   | 1.24   | 1.52   | 1.26   | 1.53   | 1.59   | 1.65   | 1.74   | 1.72  |
| Longueur de rupture (km)            | SM     | 5.23   | 4.20   | 2.97   | 3.60   | 3.11   | 3.58   | 4.18   | 3.67   | 4.29   | 4.89   | 4.75   | 5.45   | 4.86  |
|                                     | ST     | 2.46   | 2.28   | 1.89   | 2.17   | 1.99   | 2.04   | 2.08   | 2.19   | 2.33   | 2.26   | 2.33   | 2.17   | 2.25  |
| Élongation (%)                      | SM     | 1.37   | 1.02   | 0.79   | 0.92   | 0.84   | 0.95   | 1.01   | 0.98   | 1.07   | 1.12   | 1.15   | 1.34   | 1.17  |
|                                     | ST     | 2.12   | 2.07   | 1.36   | 1.73   | 1.41   | 1.61   | 1.74   | 1.7    | 2.14   | 2.2    | 2.29   | 2.2    | 2.43  |
| TEA (J/m²)                          | SM     | 18.71  | 10.67  | 6.16   | 8.40   | 7.09   | 8.86   | 10.20  | 9.76   | 11.29  | 13.26  | 13.53  | 18.39  | 14.10 |
|                                     | ST     | 14.58  | 12.79  | 7.22   | 10.28  | 8.14   | 9.08   | 9.22   | 10.27  | 13.35  | 12.89  | 14.34  | 12.59  | 14.78 |
| Module d'élasticité (MPa)           | SM     | 1482.8 | 1425   | 1272.5 | 1320.1 | 1315   | 1353.2 | 1384.3 | 1405   | 1388.4 | 1482.6 | 1473.8 | 1557.1 | 1481  |
|                                     | ST     | 530.4  | 482.5  | 572.6  | 538    | 613.6  | 530.1  | 463.5  | 562.3  | 477.7  | 440.9  | 463.3  | 435.2  | 433.9 |
| Résistance à l'air Gurley (s/100ml) |        | 26.59  | 5.73   | 2.50   | 4.35   | 2.50   | 3.40   | 5.93   | 4.11   | 5.69   | 9.40   | 9.26   | 13.20  | 11.69 |
| Rugosité PPS S-10 (µm)              | toile  | 6.99   | 6.54   | 7.02   | 6.47   | 6.58   | 6.57   | 6.60   | 6.66   | 6.37   | 6.18   | 6.37   | 6.17   | 6.21  |
|                                     | feutre | 7.16   | 6.39   | 6.58   | 6.30   | 6.85   | 6.48   | 6.46   | 6.51   | 6.48   | 6.44   | 6.35   | 6.55   | 6.40  |
| Test de la goutte d'eau (sec.)      |        | 19.20  | 120.44 | 109.14 | 90.72  | 134.37 | 146.01 | 235.44 | 162.98 | 74.12  | 40.39  | 89.26  | 91.45  | 71.01 |

Tableau A.5 : Prop.optiques et mécaniques des échantillons de papier (2<sup>ème</sup> j.-1<sup>ère</sup> p.)

| No. ECHANTILLON                               |        | 16     | 17     | 18     | 19     | 20     | 21     | 22     | 23     | 24     |
|-----------------------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Grammage humide (g/m <sup>2</sup> )           |        | 44.38  | 48.63  | 48.79  | 48.49  | 50.67  | 47.85  | 50.62  | 49.92  | 50.79  |
| Grammage sec (g/m <sup>2</sup> )              |        | 41.14  | 44.91  | 45.09  | 44.74  | 46.75  | 44.18  | 46.76  | 46.09  | 46.88  |
| Humidité (%)                                  |        | 7.31   | 7.66   | 7.58   | 7.74   | 7.74   | 7.67   | 7.62   | 7.66   | 7.70   |
| Blancheur ISO (%)                             | toile  | 54.05  | 52.56  | 51.26  | 52.32  | 52.28  | 53.26  | 52.88  | 52.91  | 52.73  |
|                                               | feutre | 55.13  | 54.16  | 52.45  | 53.61  | 53.06  | 54.48  | 54.06  | 54.23  | 54.06  |
| Couleur Lab (%)                               | L*     | 83.88  | 82.88  | 82.18  | 82.65  | 82.80  | 83.36  | 83.14  | 83.12  | 83.01  |
|                                               | a*     | -1.06  | -0.96  | -0.89  | -0.94  | -1.03  | -1.09  | -1.05  | -1.05  | -1.05  |
|                                               | b*     | 9.9    | 9.63   | 9.75   | 9.47   | 9.77   | 9.76   | 9.77   | 9.7    | 9.69   |
| Opacité ISO (%)                               |        | 90.87  | 95.17  | 95.79  | 95.19  | 95.64  | 95.34  | 95.83  | 95.48  | 95.74  |
| Opacité TAPPI (%)                             |        | 84.58  | 91.13  | 92.04  | 91.09  | 91.91  | 91.54  | 92.33  | 91.72  | 92.13  |
| Coefficient de diffusion (m <sup>2</sup> /kg) |        | 50.56  | 57.67  | 58.33  | 57.22  | 57.33  | 61.11  | 59.45  | 58.36  | 58.24  |
| Coefficient d'absorption (m <sup>2</sup> /kg) |        | 5.11   | 6.68   | 7.54   | 6.93   | 6.85   | 6.79   | 6.63   | 6.73   | 6.61   |
| Indice de formation Kaptra (IFK)              |        | 83     | 117    | 130    | 118    | 144    | 122    | 127    | 117    | 120    |
| Bouffant (cm <sup>3</sup> /g)                 |        | 3.03   | 2.63   | 2.65   | 2.69   | 2.79   | 2.85   | 2.69   | 2.67   | 2.66   |
| Épaisseur (µm)                                |        | 124.7  | 118.3  | 119.6  | 120.4  | 130.5  | 126    | 126    | 123.3  | 124.9  |
| Indice de déchirure (mN*m <sup>2</sup> /g)    | SM     | 5.55   | 5.13   | 5.22   | 5.09   | 5.82   | 5.93   | 5.40   | 5.53   | 5.28   |
|                                               | ST     | 6.91   | 6.76   | 6.63   | 6.63   | 7.39   | 7.27   | 6.50   | 7.44   | 6.79   |
| Indice d'éclatement (kPa*m <sup>2</sup> /g)   |        | 1.75   | 1.62   | 1.46   | 1.51   | 1.37   | 1.48   | 1.55   | 1.62   | 1.57   |
| Longueur de rupture (km)                      | SM     | 4.98   | 4.60   | 4.55   | 4.52   | 3.89   | 4.56   | 4.11   | 4.50   | 3.33   |
|                                               | ST     | 2.22   | 2.27   | 2.23   | 2.21   | 2.27   | 2.40   | 2.31   | 2.14   | 2.26   |
| Élongation (%)                                | SM     | 1.2    | 1.19   | 1.13   | 1.11   | 1.04   | 1.13   | 1.12   | 1.14   | 0.88   |
|                                               | ST     | 2.13   | 2.19   | 1.96   | 2.05   | 1.93   | 2.04   | 2.09   | 2.02   | 2.11   |
| TEA (J/m <sup>2</sup> )                       | SM     | 13.97  | 14.11  | 13.34  | 12.81  | 10.77  | 13.18  | 12.36  | 13.68  | 7.58   |
|                                               | ST     | 12.13  | 13.75  | 11.83  | 12.43  | 12.46  | 12.98  | 13.94  | 12.07  | 13.64  |
| Module d'élasticité (MPa)                     | SM     | 1358.4 | 1430.9 | 1475   | 1472.9 | 1399.1 | 1462.1 | 1405.7 | 1522.6 | 1308.6 |
|                                               | ST     | 433    | 478.8  | 492.9  | 467.9  | 541.6  | 506.5  | 524.6  | 473.4  | 496.1  |
| Résistance à l'air Gurley (s/100mL)           |        | 17.995 | 15.169 | 8.567  | 10.833 | 5.669  | 7.724  | 7.604  | 9.648  | 8.912  |
| Rugosité PPS S-10 (µm)                        | toile  | 7.03   | 6.51   | 6.29   | 6.31   | 6.58   | 6.19   | 6.42   | 6.49   | 6.29   |
|                                               | feutre | 7.83   | 6.56   | 6.30   | 6.53   | 6.46   | 6.21   | 6.44   | 6.53   | 6.51   |
| Test de la goutte d'eau (sec.)                |        | 26.94  | 57.00  | 206.67 | 62.45  | 147.08 | 108.95 | 171.13 | 170.69 | 170.92 |

Tableau A.6 : Prop.optiques et mécaniques des échantillons de papier (2<sup>ème</sup> j.-2<sup>ème</sup> p.)

| No. ECHANTILLON                               |        | 24     | 25     | 26     | 27     | 28     | 29     | 30     | 31     | 32     |
|-----------------------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Grammage humide (g/m <sup>2</sup> )           |        | 50.79  | 48.22  | 48.20  | 50.37  | 49.49  | 49.18  | 47.49  | 47.99  | 46.08  |
| Grammage sec (g/m <sup>2</sup> )              |        | 46.88  | 44.53  | 44.52  | 46.38  | 45.50  | 45.40  | 43.84  | 44.20  | 42.37  |
| Humidité (%)                                  |        | 7.70   | 7.66   | 7.63   | 7.92   | 8.06   | 7.69   | 7.68   | 7.89   | 8.06   |
| Blancheur ISO (%)                             | toile  | 52.73  | 53.22  | 53.36  | 52.19  | 52.52  | 52.66  | 52.13  | 52.04  | 51.98  |
|                                               | feutre | 54.06  | 54.94  | 55.26  | 53.73  | 54.22  | 54.13  | 54.11  | 53.64  | 53.26  |
| Couleur Lab (%)                               | L*     | 83.01  | 83.24  | 83.27  | 82.55  | 82.69  | 82.7   | 82.47  | 82.25  | 82.07  |
|                                               | a*     | -1.05  | -1.03  | -1.07  | -1.02  | -1.02  | -1     | -0.97  | -0.99  | -0.98  |
|                                               | b*     | 9.69   | 9.6    | 9.51   | 9.44   | 9.35   | 9.23   | 9.39   | 9.08   | 8.83   |
| Opacité ISO (%)                               |        | 95.74  | 94.34  | 93.82  | 95.46  | 95     | 95.23  | 94.67  | 95.08  | 94.35  |
| Opacité TAPPI (%)                             |        | 92.13  | 89.83  | 88.98  | 91.54  | 90.79  | 91.19  | 90.16  | 90.8   | 89.5   |
| Coefficient de diffusion (m <sup>2</sup> /kg) |        | 58.24  | 55.92  | 53.90  | 56.05  | 55.60  | 56.83  | 55.66  | 56.11  | 55.23  |
| Coefficient d'absorption (m <sup>2</sup> /kg) |        | 6.61   | 6.29   | 6.06   | 6.90   | 6.59   | 6.83   | 6.84   | 7.01   | 7.08   |
| Indice de formation Kaptra (IFK)              |        | 120    | 104    | 103    | 116    | 113    | 113    | 108    | 114    | 107    |
| Bouffant (cm <sup>3</sup> /g)                 |        | 2.66   | 2.90   | 2.78   | 2.49   | 2.65   | 2.68   | 2.73   | 2.66   | 2.55   |
| Épaisseur (µm)                                |        | 124.9  | 129.1  | 123.9  | 115.7  | 120.4  | 121.5  | 119.5  | 117.7  | 108.2  |
| Indice de déchirure (mN*m <sup>2</sup> /g)    | SM     | 5.28   | 5.72   | 5.06   | 5.02   | 5.28   | 5.18   | 5.36   | 5.15   | 4.92   |
|                                               | ST     | 6.79   | 7.11   | 6.55   | 6.39   | 6.84   | 6.58   | 6.98   | 7.59   | 6.94   |
| Indice d'éclatement (kPa*m <sup>2</sup> /g)   |        | 1.57   | 1.54   | 1.65   | 1.50   | 1.57   | 1.61   | 1.66   | 1.61   | 1.62   |
| Longueur de rupture (km)                      | SM     | 3.33   | 4.87   | 4.64   | 4.43   | 4.41   | 4.45   | 5.19   | 4.72   | 4.33   |
|                                               | ST     | 2.26   | 2.35   | 2.07   | 2.40   | 2.26   | 2.31   | 2.25   | 2.23   | 2.25   |
| Élongation (%)                                | SM     | 0.88   | 1.2    | 1.26   | 1.22   | 1.22   | 1.18   | 1.32   | 1.14   | 1.07   |
|                                               | ST     | 2.11   | 1.95   | 1.8    | 2.2    | 2.01   | 2.13   | 2.09   | 2.04   | 2.14   |
| TEA (J/m <sup>2</sup> )                       | SM     | 7.58   | 15.00  | 15.24  | 14.64  | 14.25  | 13.85  | 17.69  | 13.59  | 11.07  |
|                                               | ST     | 13.64  | 12.33  | 9.75   | 15.15  | 12.53  | 13.62  | 12.54  | 12.04  | 12.43  |
| Module d'élasticité (MPa)                     | SM     | 1308.6 | 1525   | 1417.1 | 1428.7 | 1378.8 | 1438.8 | 1528.3 | 1485.9 | 1333.8 |
|                                               | ST     | 496.1  | 521.3  | 459.6  | 525.9  | 507.3  | 499.8  | 469.3  | 466.1  | 445.9  |
| Résistance à l'air Gurley (s/100mL)           |        | 8.912  | 10.864 | 13.102 | 11.694 | 13.179 | 12.003 | 12.995 | 11.662 | 14.087 |
| Rugosité PPS S-10 (µm)                        | toile  | 6.29   | 6.74   | 6.64   | 5.91   | 6.15   | 6.42   | 6.50   | 6.27   | 5.92   |
|                                               | feutre | 6.51   | 6.84   | 6.85   | 6.04   | 6.35   | 6.54   | 6.72   | 6.55   | 6.53   |
| Test de la goutte d'eau (sec.)                |        | 170.92 | 63.43  | 26.89  | 37.80  | 34.65  | 45.71  | 50.65  | 47.65  | 32.54  |

### A.3 Fichier MATLAB utilisé pour l'identification des fonctions de transfert

#### function [I]=identTR(RUN,n,DeltaT,K,tau,theta)

% RUN : valeurs de la consistance de l'eau blanche pendant l'échelon considéré

% n : numéro de l'échelon (entre 17 et 32)

% DeltaT : intervalle de temps moyen entre les mesures (dépend des échelons, compris entre 11 et 12 s)

% K : gain supposé

% tau : constante de temps supposée

% theta : retard supposé

N=length(RUN(:,1)); %nombre de points de l'échantillon

t=1:N;

tb=t\*DeltaT/60; %temps, en minutes

RUN0(:,2)=RUN(:,2)-RUN(1,2)\*ones(N,1); % on enleve la valeur initiale

mod=tf([K],[tau 1],'OutputDelay',theta); % fonction transfert premier ordre

[Y,T]=step(mod,0:DeltaT:(N-1)\*DeltaT); % consistance eau blanche obtenue à partir du modèle créé

```

plot(tb,RUN0(:,2),'b-',T/60,Y,'r--','LineWidth',2),legend('measured','simulated') % trace des consistances
réelles et simulées
xlabel('time (min)'),ylabel('relative WW consistency, %')
title(['TF id., run #',num2str(n),', DeltaT = ',num2str(DeltaT),', K = ',num2str(K),', tau = ',num2str(tau),', theta = ',num2str(theta),',s']);

donnees30=[T,Y];
csvwrite('donnees30.csv',donnees30) % transfert sur Excel de la consistance modélisée

```

#### A.4 Fichiers MATLAB utilisés comme «s-functions» dans la simulation

. La fonction *caissearrivee2* décrit le fonctionnement de la caisse d'arrivée

**function [sys,x0,str,ts]=caissearrivee2(t,x,u,flag,F2,Vhb,Phifines,C1)**

```

% F2: débit traversant la caisse d'arrivée (environ 280 L/min)
% Vhb : volume de la caisse d'arrivée (environ 90 L)
% Phifines : fraction massique de fines dans la pate épaisse (environ 25.5%)
% C1 : consistance totale de la pate épaisse (environ 2.55%)
switch flag
case 0 %initialisation
    sizes=simsizes;
    sizes.NumContStates=2;
    sizes.NumDiscStates=0;
    sizes.NumOutputs=2;
    sizes.NumInputs=4;
    sizes.DirFeedthrough=1;
    sizes.NumSampleTimes=1;
    sys=simsizes(sizes);
    x0=[0.3;0.12]; %estimation des valeurs initiales
    str=[];
    ts=[0 0];

case 1 %derivatives
    F1=u(1); %débit de pate épaisse
    C5f=u(2); %consistance en fibres dans la fosse sous toile
    C5n=u(3); %consistance en fines dans la fosse sous toile
    F5=u(4); %debit d'eau blanche recirculée
    C2f=x(1); %consistance en fibres dans la HB
    C2n=x(2); %consistance en fines dans la HB
    dC2f=1/Vhb*(F1*C1*(1-Phifines)+F5*C5f-F2*C2f); %bilan matière sur les fibres
    dC2n=1/Vhb*(F1*C1*Phifines+F5*C5n-F2*C2n); %bilan matière sur les fines
    sys=[dC2f;dC2n];

case 3 %outputs
    F1=u(1);
    C5f=u(2);
    C5n=u(3);
    F5=u(4);

```

```

C2f=x(1); %consistance en fibres dans la caisse d'arrivée
C2n=x(2); %consistance en fines dans la caisse d'arrivée
sys=[x(1);x(2)]; %variables de sortie C2f et C2n

```

```

case { 2, 4, 9}
    sys=[];

```

```

end

```

. La fonction *agentsretention* donne la valeur de la rétention des fines en fonction de l'état du PEO, de son dosage et du ratio CF-PEO dans la caisse d'arrivée (La rétention a été calculée par régression linéaire ou polynomiale des données à l'état stationnaire)

**function [sys,x0,str,ts]=agentsretention(t,x,u,flag,Cpeo,Ccf)**

```

% Cpeo: concentration de la solution de PEO : 0.02%
% Ccf: concentration de la solution de PEO : 0.035%

```

```

switch flag

```

```

case 0
    sizes=simsizes;
    sizes.NumContStates=0;
    sizes.NumDiscStates=0;
    sizes.NumOutputs=1; %Rétention des fines
    sizes.NumInputs=3; %etat PEO, debit PEO, debit cofacteur
    sizes.DirFeedthrough=2;
    sizes.NumSampleTimes=1;
    sys=simsizes(sizes);

```

```

    x0=[];
    str=[];
    ts=[0 0];

```

```

case 3

```

```

    FPEO=u(1); %débit de PEO, en mL/min
    etatPEO=u(2); %état d'enchevêtrement du PEO (0: désenchevêtré, 1: enchevêtré)
    Fcof=u(3); %débit de CF, en mL/min

```

```

    X1=((FPEO*Cpeo*1e4/(48.8*25*0.76))-60)/30; %dosage de PEO normalisé
    X2=(Fcof*Ccf/(FPEO*Cpeo)-9)/6; %ratio CF-PEO normalisé
    X3=etatPEO; %0 ou 1

```

```

    if X3==1 %PEO enchevêtré

```

```

        sys=18.577*(X1)+71.939-8.5527*(X2)^2+8.73*(X2); %Rétention des fines en fct du dosage et du
        ratio

```

```

    elseif X3==0 %PEO désenchevêtré

```

```

        sys=15.966*(X1)+58.1+11.85*(X2); %idem

```

```

    else

```

```

        sys=[];

```

```

end
case {1, 2, 4, 9}
    sys=[];

```

```

end

```

---

La fonction *Fourdrinier* détermine la consistance en fibres et fines sous la fosse sous toile (C'est la somme de ces 2 consistances qui est mesurée par le capteur Kajjaani)

**function [sys,x0,str,ts]=Fourdrinier(t,x,u,flag,F2,Rfibres)**

% F2 : débit à la sortie de la caisse d'arrivée (environ 280 L/min)

% Rfibres: rétention des fibres longues (environ 99%)

switch flag

case 0

    sizes=simsizes;

    sizes.NumContStates=0;

    sizes.NumDiscStates=0;

    sizes.NumOutputs=4; % Consistances en fibres et fines dans l'EB + débit fibres et fines dans matelas fibreux

    sizes.NumInputs=3; % Consistances en fibres et fines dans la CA + valeur de Rfines

    sizes.DirFeedthrough=3;

    sizes.NumSampleTimes=1;

    sys=simsizes(sizes);

    x0=[];

    str=[];

    ts=[0 0];

case 3 %outputs

    C2f=u(1); %consistance en fibres dans la HB

    C2n=u(2); %consistance en fines dans la HB

    Rnl=u(3)/100; %rétention des fines et fillers

    C4f=(1-Rfibres)\*C2f; %consistance en fibres dans l'eau blanche

    C4n=(1-Rnl)\*C2n; %consistance en fines dans l'eau blanche

    F3C3f=Rfibres\*F2\*C2f\*10; %quantité de fibres retenues

    F3C3n=Rnl\*F2\*C2n\*10; %quantité de fines retenues

    sys=[C4f;C4n;F3C3f;F3C3n];

case {1, 2, 4, 9}

    sys=[];

```

end

```

---

La fonction *Fossetoile* décrit le fonctionnement de la fosse sous toile

**function [sys,x0,str,ts]=Fossetoile(t,x,u,flag,F2,Vwp)**

%F2 : débit à la sortie de la caisse d'arrivée (environ 280 L/min)

%Vwp : volume de la fosse sous toile (environ 1172 L)

switch flag

case 0 %initialisation

sizes=simsizes;

sizes.NumContStates=2; %Consistances en fibres et fines dans la fosse

sizes.NumDiscStates=0;

sizes.NumOutputs=3; %Les consistances et le débit d'eau blanche

sizes.NumInputs=3; %Consistances sous toile et débit pate épaisse

sizes.DirFeedthrough=1;

sizes.NumSampleTimes=1;

sys=simsizes(sizes);

x0=[0.01;0.05]; %estimation initiale des consistances dans la fosse

str=[];

ts=[0 0];

case 1 %derivatives

F1=u(1); %débit pate épaisse

C4f=u(2);

C4n=u(3);

C5f=x(1);

C5n=x(2);

dC5f=1/Vwp\*F2\*(C4f-C5f); %bilan matière sur les fibres

dC5n=1/Vwp\*F2\*(C4n-C5n); %bilan matière sur les fines

sys=[dC5f;dC5n];

case 3 %outputs

F1=u(3);

C5f=x(1);

C5n=x(2);

F5=F2-F1; %debit eau blanche

sys=[x(1);x(2);F5];

case { 2, 4, 9 }

sys=[];

end

La fonction *papier* calcule le grammage de la feuille formée

**function [sys,x0,str,ts]=papier(t,x,u,flag,rs,W,ms)**

%rs: facteur de rétrécissement (0.9352)

%W: largeur de la machine (78.74 cm)

%ms: vitesse de la machine (25 m/min)

switch flag

```

case 0
    sizes=simsizes;
    sizes.NumContStates=0;
    sizes.NumDiscStates=0;
    sizes.NumOutputs=1; %grammage
    sizes.NumInputs=2; %débit de fibres et de fines dans le matelas fibreux
    sizes.DirFeedthrough=2;
    sizes.NumSampleTimes=1;
    sys=simsizes(sizes);

    x0=[];
    str=[];
    ts=[0 0];

case 3
    F3C3f=u(1);
    F3C3n=u(2);

    BW=(F3C3f+F3C3n)/(ms*0.76); %grammage en g/m2
    sys=[BW];

case {1, 2, 4, 9}
    sys=[];

end

```

---

## B. Modélisation dynamique de la partie humide d'une machine industrielle

### B.1 Filtration des fluctuations de l'état d'enchevêtrement du PEO

```

function []=filtrepassebas()

[DPb,headertext]=xlsread('storage 20-21.xls'); % transformation de fichier Excel en Matlab
DeltaP=[DPb(:,1),DPb(:,2)];
ValeursDP=DPb(:,2); % valeurs de la perte de charge
ExTime=DPb(:,1); % temps Excel
MatTime=datetime('30-dec-1899')+ExTime; % passage du temps Excel au temps Matlab
MatTimebis=datestr(MatTime,13);
N=length(MatTime); %nombre de valeurs
dT=10; %période d'échantillonnage

T1=180; %T1 constante de temps du filtrage
a1=[1 -2*exp(-dT/T1) exp(-2*dT/T1)];
b1=[1-(1+dT/T1)*exp(-dT/T1) exp(-dT/T1)*(exp(-dT/T1)+dT/T1-1)];
Y1=filter(b1,a1,ValeursDP); %conception d'un filtre passe-bas du 2eme ordre

T2=300;
a2=[1 -2*exp(-dT/T2) exp(-2*dT/T2)];
b2=[1-(1+dT/T2)*exp(-dT/T2) exp(-dT/T2)*(exp(-dT/T2)+dT/T2-1)];

```

```

Y2=filter(b2,a2,ValeursDP);
Y=[Y1,Y2];
csvwrite('storage 20-21 modifié',Y); %retransformation en fichier Excel (via un fichier .csv)

```

---

## B.2 Obtention des fonctions de transfert discrètes

La fonction *identification* permet de créer un modèle discret à partir d'un set de données et de spécifications sur l'ordre du modèle et les retards, à l'aide de la méthode *oe* (output-error). La consistance simulée est alors comparée graphiquement avec la consistance réelle.

**function [Mcree,R2]=identification(Donnees,nb,nf,nkDP,nkC,nkP)**

```

% Donnees: matrice de données (var. entrée+sortie)
% nb et nf: ordre des polynomes au numérateur et au dénominateur des fcts de transfert
% nkDP, nkC, nkP : retard dans procédé pour la perte de charge du PEO,
% le débit de cassés et le débit de polymère, respectivement
N=length(Donnees); % nombre de points de l'echantillon

InitDPfiltre3min=(Donnees(1,2));
EcartMaxDP=max(Donnees(:,2))-min(Donnees(:,2));
DeltaPfiltre3min=(Donnees(:,2)-InitDPfiltre3min)/EcartMaxDP; % DeltaP filtre 3 min, adimensionnel
InitCasses=(Donnees(1,4));
EcartMaxC=max(Donnees(:,4))-min(Donnees(:,4));
Casses=(Donnees(:,4)-InitCasses)/EcartMaxC; %casses, adimensionnel
InitConsEB=(Donnees(1,5));
EcartMaxEB=max(Donnees(:,5))-min(Donnees(:,5));
ConsEB=(Donnees(:,5)-InitConsEB)/EcartMaxEB; % consistance EB, adimensionnel
InitPolymere=(Donnees(1,6));
EcartMaxP=max(Donnees(:,6))-min(Donnees(:,6));
Polymere=(Donnees(:,6)-InitPolymere)/EcartMaxP; % debit polymere, adimensionnel

dataIO=iddata(ConsEB,[DeltaPfiltre3min,Casses,Polymere],1); %donnees utilisées pour créer le
modèle
dataIO.OutputName='consistance EB';
dataIO.OutputUnit='%';
dataIO.InputName={'DeltaPfiltre3min','casses','polymere'};
dataIO.InputUnit={'kPa','kL/min','L/min'};

Nb=[nb,nb,nb]; %ordre des polynomes au numérateur des fcts de transfert
Nf=[nf,nf,nf]; %ordre des polynomes au dénominateur des fcts de transfert
Nk0=[nkDP,nkC,nkP]; %retards dans le procédé

m0=[Nb Nf Nk0];
Mcree=oe(dataIO,m0) %creation du modèle discret

U=[DeltaPfiltre3min,Casses,Polymere];
T=1:N;

```

```

Y=idsim(U,Mcree); %simulation de la variable de sortie à partir des variables d'entrée et du modèle
créé
E=ConsEB-Y; %différence entre les valeurs réelles et simulées de la consistance

figure(2) %trace de la consistance réelle et de la consistance simulée de l'EB
plot(T,Y,'-r',T,ConsEB,'-b','LineWidth',2),legend('valeurs simulées','valeurs mesurées'),
set(gca,'XTick',0:20:100,'FontSize',12)
axis([0 N -0.6 0.6])
xlabel('Temps (min)','FontSize',18,'FontWeight','bold');
ylabel('Consistance eau blanche (sans dimension)','FontSize',18,'FontWeight','bold');

figure(6) %corrélation entre l'erreur et les variables d'entrée
c1=xcorr(E,DeltaPfiltre3min,25)
subplot(3,1,1),plot(-25:25,c1), title ('milieudebut24251 min,correl.DeltaP-erreur')
c2=xcorr(E,Casses,25)
subplot(3,1,2),plot(-25:25,c2),title('correl.Casses-erreur')
subplot(3,1,3),plot(xcorr(E,Polymere,25,'coeff')),title ('correl.Polymere-erreur')

figure(5) %trace des variables d'entrée adimensionnelles
subplot(4,1,1),plot(T,DeltaPfiltre3min), axis([0 N -1 1]),
set(gca,'XTick',0:20:140,'FontSize',12),title('Perte de charge du PEO (sans
dimension)','FontSize',13,'FontWeight','bold')
subplot(4,1,2),plot(T,Casses), axis([0 N -1 0.5]), set(gca,'XTick',0:20:140,'FontSize',12),title('Débit de
cassés (sans dimension)','FontSize',13,'FontWeight','bold')
subplot(4,1,3),plot(T,Polymere), axis([0 N -1 1]), set(gca,'XTick',0:20:140,'FontSize',12),title('Débit de
polymère (sans dimension)','FontSize',13,'FontWeight','bold')
subplot(4,1,4),plot(T,ConsEB), axis([0 N -0.5
1.5]),set(gca,'XTick',0:20:140,'FontSize',12),xlabel('Temps
(min)','FontSize',13,'FontWeight','bold'),title('Consistance eau blanche (sans
dimension)','FontSize',13,'FontWeight','bold')

```

---

La fonction *validation* utilise un modèle déjà créé et le set de données de validation et compare la valeur de la consistance de l'eau blanche obtenue à l'aide du modèle et des variables d'entrée, avec la consistance réelle.

#### **function [R2v]=validation(Donnees,M)**

```

% Donnees : matrice de données du set de validation
% M : modèle discret déjà créé

```

```

N=length(Donnees); % nombre de points de l'échantillon
InitDPfiltre3min=(Donnees(1,2));
EcartMaxDP=max(Donnees(:,2))-min(Donnees(:,2));
DeltaPfiltre3min=(Donnees(:,2)-InitDPfiltre3min)/EcartMaxDP; % filtre 3 min, adimensionnel
InitCasses=(Donnees(1,4));
EcartMaxC=max(Donnees(:,4))-min(Donnees(:,4));
Casses=(Donnees(:,4)-InitCasses)/EcartMaxC; %casses, adimensionnel
InitConsEB=(Donnees(1,5));
EcartMaxEB=max(Donnees(:,5))-min(Donnees(:,5));
ConsEB=(Donnees(:,5)-InitConsEB)/EcartMaxEB; % consistance EB, adimensionnel
InitPolymere=(Donnees(1,6));

```

```

EcartMaxP=max(Donnees(:,6))-min(Donnees(:,6));
Polymere=(Donnees(:,6)-InitPolymere)/EcartMaxP;
%dans tous les cas, on enlève la valeur initiale

U=[DeltaPfiltre3min,Casses,Polymere];
Ytest=idsim(U,M); %simulation de la consistance à partir des variables d'entrée et du modèle

figure(4) %tracé et comparaison des consistances réelles et simulées
T=1:N;
plot(T,Ytest,'-r',T,ConsEB,'-b','LineWidth',2), set(gca,'XTick',0:20:140,'FontSize',12),legend('valeurs
simulées','valeurs mesurées')
axis([0 N -0.2 1.6])
xlabel('Temps (min)','FontSize',18,'FontWeight','bold');
ylabel('Consistance eau blanche (sans dimension)','FontSize',16,'FontWeight','bold');

R2v=100*(1-norm((Ytest-ConsEB),2)/norm(ConsEB,2)); %coefficient de régression, en %

```

---

La fonction *testbatterie* permet de générer de nombreux modèles, en faisant varier l'ordre des modèles et les retards, et de vérifier leur validité, en utilisant respectivement les fonctions *identification* et *validation*. Un tableau contenant les coefficients de régression pour les sets de création et de validation du modèle a été généré et les modèles dont les valeurs de régression sont supérieures à 60% pour les 2 sets ont été présélectionnés, avant d'être analysés visuellement.

#### **function [Tableau]=testbatterie(Donnees1,Donnees2)**

```

% Donnees1: set de création du modèle
% Donnees2: set de validation du modèle
k=1;
for nB=1:2 %ordre B: 1 ou 2
    for nF=1:2 %ordre F: 1 ou 2
        for nkDP=10:20 %retard sur DeltaP
            for nkC=9:25 %retard sur les cassés
                for nkP=0:2 %retard sur le polymere
                    Tableau(k,1)=nB;
                    Tableau(k,2)=nF;
                    Tableau(k,3)=nkDP;
                    Tableau(k,4)=nkC;
                    Tableau(k,5)=nkP;
                    [Mcree,R2]=identification(Donnees1,nB,nF,nkC,nkP);
                    [R2v]=validation(Donnees2,Mcree);
                    Tableau(k,6)=R2;
                    Tableau(k,7)=R2v;
                    k=k+1;
                end
            end
        end
    end
end

```

```

        end
    end
end
N=length(Tableau);
j=1:N;
subplot(2,1,1), plot(j,Tableau(j,6)); %trace des coeff. de regression du set de création de modèle
axis([0 N 0 100])
subplot(2,1,2), plot(j,Tableau(j,7)); %trace des coeff. de regression du set de validation de modèle
axis([0 N 0 100])
%Il est recommandé de désactiver les fonctions de tracé de graphe des
%fonctions identification et validation pendant l'algorithme, sous peine de
%faire planter Matlab...

```

### C. Etude du procédé industriel de fabrication du PEO

Les tableaux ci-dessous sont les feuilles d'observation utilisées pendant la prise d'échantillons sur le procédé de fabrication du PEO de l'usine de Papier-Masson.

Notes :

. O : *observation* ou *other*, M : *measurement* et S : *sampling*

. Le premier chiffre sur l'identification des échantillons correspond au point d'échantillonnage : à la sortie du réservoir de mélange (point 1), après la pompe de transfert (point 2), à la sortie du réservoir de stockage (point 3), au niveau du filtre (point 4), avant l'injection (point 5). Néanmoins, le point 4 n'a finalement pas été pris en compte en raison de difficultés d'échantillonnage, c'est pourquoi le point 4 mentionné dans les chapitres V et VI est en fait le point 5 mentionné dans les feuilles d'observation.

. Quand 2 valeurs de la température sont écrites, la première correspond à la température au début de la mesure et la deuxième à la fin de la mesure.

#### C.1 Première série de tests (23-25 avril 2003)

Tableau C.1 : Feuille d'observation (23 avril 2003)

| Day              |                      | Wednesday 23rd April |             |          | Page             |                                                                     |
|------------------|----------------------|----------------------|-------------|----------|------------------|---------------------------------------------------------------------|
| Activity (M,S,O) | Start Time, hh:mm:ss | End Time, hh:mm:ss   | Point-ID    | Temp (C) | dp+Q (80 mL/min) | Comments, events, f.i. start of new batch, ...                      |
| S                | 13:16:00             |                      | 2-A         | 13       |                  |                                                                     |
| S                | 13:25:00             |                      | 1-A         | 13       |                  |                                                                     |
| O                | 15:12:00             | 15:17:00             |             |          |                  | transfer DT-ST (initial: DT=60%-ST=80% final: DT=38% - ST:94%)      |
| S                | 16:13:10             |                      | 1-B         |          |                  |                                                                     |
| M                | 16:14:30             |                      | 1-B         | 12-13.5  | 7.613 / 0.610    | mill time of meas.: 16:15:10 - 16:26:25                             |
| M                | 16:27:00             |                      | 2-B         | 18-19    | 4.864 / 0.376    | mill time of meas.: 16:28:20 - 16:39:40                             |
| S                | 16:53:25             |                      | 3-B         |          |                  |                                                                     |
| M                | 16:55:00             |                      | 3-B         | 11-13.0  | 6.056 / 0.536    | removing bubbles at 16:56 / mill time of meas.: 16:54:50 - 17:05:58 |
| M                | 17:08:00             |                      | 4-B         | 22       | 1.498 / 0.05     | 17:09 cleaning bubbles (ca1.5 kPa)                                  |
|                  |                      |                      |             |          |                  | / mill time of meas.: 17:10:10 - 17:19:41                           |
| O                | 17:19:00             |                      |             |          |                  | transfer DT-ST (initial: DT=32%-ST=84% final: DT=26% - ST:88%)      |
| O                | 17:21:00             |                      |             |          |                  | new batch (DT level: 28%)                                           |
| M                | 17:21:00             | 17:33:00             | 5-B         | 12 -15.0 | 3.511 / 0.522    | sampled before new batch / mill time of meas.: 17:23:10 - 17:35:40  |
| O                | 17:25:00             |                      |             |          |                  | stirrer starts (DT level: 55%)                                      |
| S                | 17:35:06             |                      | 1-C-1       |          |                  | end of PEO+water addition (final DT level: 84% - ST level:86%)      |
| M                | 17:43:00             | 17:47:00             | 1-C-1       | 10-12.0  | 7.69 / 0.591     | mill time of meas.: 17:45:01 - 17:49:40                             |
| S                | 17:45:00             |                      | 1-C-2 + 2-C |          |                  | end of mixing + transfer DT-ST                                      |
| O                | 18:10:00             |                      |             |          |                  | sensor cleaning with water                                          |
| O                | 18:23:00             |                      |             |          |                  | pump calibration 61.9 mL                                            |
| M                | 18:24:00             | 18:28:00             | 1-C-2       | 13-13    | 8.102 / 0.528    |                                                                     |
| M                | 18:29:00             | 18:33:30             | 2-C         | 12       | 6.053 / 0.638    | bubbles removed , mill time of meas. 18:30:40-18:36:00              |
| M                | 18:39:00             | 18:44:00             | 1-A         | 25       | 6.149 / 0.526    | mill time of meas.: 18:40:59 - 18:45:40                             |
| M                | 18:44:30             | 18:53:00             | 2-A         | 25       | 4.054 / 0.274    | mill time of meas.: 18:46:47 - 18:53:40                             |
| M                | 18:55:00             | 18:59:00             | 4-B         | 25       | 1.396 / 0.05     | cleaning at 18:58, mill time of meas. : 18:58:30 - 19:01:00         |
| M                | 18:59:30             | 19:01:00             | 5-B         | 22       | 2.349 / 0.05     | mill time of meas.: 19:02:10 - 19:03:07                             |
| O                | 20:06:00             |                      |             |          |                  | transfer DT-ST                                                      |
| M                | 20:05:00             | 9:00:00              | point #5    |          | 120 mL/min       | on-line measurement before injection                                |

Tableau C.2 : Feuille d'observation (24 avril 2003)

| Day               |                      | Tuesday 24th April |           |               |                            | Page      |                                                                  |
|-------------------|----------------------|--------------------|-----------|---------------|----------------------------|-----------|------------------------------------------------------------------|
| Activity (M.S.O.) | Start Time, hh:mm:ss | End Time, hh:mm:ss | Point-ID  | Temp. (deg C) | DeltaP (moy. / av. dev.)   | conc. (%) | Comments, events, t.i. start of new batch, ...                   |
| O                 | 11:35:00             |                    |           |               | Q=80 mL/min                |           | cleaning of the sensor                                           |
| O                 | 12:05:00             |                    |           |               | unless otherwise specified |           | pump calibration : 60.5 g                                        |
| O                 | 12:25:00             |                    |           |               |                            |           | change of the tubing                                             |
| O                 | 12:26:00             |                    |           |               |                            |           | pump calibration: 65.7 g then 59.4 g                             |
| S                 | 12:50:00             |                    |           |               |                            |           | PEO powder sampling (2 small buckets)                            |
| S                 | 13:05:00             |                    | 3-C-2     | 12            |                            |           |                                                                  |
| M                 | 13:09:00             | 13:14:30           | 3-C-2     |               | 6.711 / 0.809              |           | mill time of meas.:13:10:10-13:15:30                             |
| S                 | 13:10:13             |                    | 1-A-1     |               |                            |           | during stirring in the DT (t=0 min)                              |
| S                 | 13:15:00             |                    | 1-A-2     |               |                            |           | during stirring in the DT (t=5 min)                              |
| M                 | 13:15:30             | 13:18:00           | 1-A-1     | 8.5           | 5.591 / 0.417              | 0.263     | mill time of meas.:13:17:51-13:21:00                             |
| S                 | 13:20:00             |                    | 1-A-3     |               |                            |           | during stirring in the DT (t=10 min)                             |
| M                 | 13:21:00             | 13:25:00           | 1-A-2     | 8.5-9         | 5.829 / 0.406              | 0.219     | mill time of meas.:13:23:00-13:26:50                             |
| S                 | 13:25:00             |                    | 1-A-4     |               |                            |           | during stirring in the DT (15 min)                               |
| M                 | 13:25:50             | 13:29:15           | 1-A-3     | 10-8          | 5.961 / 0.289              | 0.260     | mill time of meas.:13:28:10-13:31:10                             |
| O                 | 13:29:30             |                    |           |               |                            |           | transfer DT-ST                                                   |
| S                 | 13:30:00             |                    | 2-B       |               |                            |           | during stirring in the DT (25 min)                               |
| M                 | 13:31:15             | 13:35:00           | 1-A-4     | 8-9           | 6.065 / 0.372              | 0.213     | mill time of meas.:13:33:45-13:36:49                             |
| S                 | 13:35:00             |                    | 1-B-1     |               |                            |           | just after transfer DT-ST                                        |
| M                 | 13:38:00             | 13:44:00           | 2-B-1     | 9-10          | 5.429 / 0.321              | 0.191     | mill time of meas.:13:40:30-13:45:49                             |
| M                 | 13:45:00             | 13:51:00           | 1-B-1     | 8-10          | 7.076 / 0.476              | 0.191     | cleaning during first 30s - mill time of meas.:13:47:43-13:53:10 |
| S                 | 14:05:00             |                    | 1-B-2     |               |                            |           | no stirring between 1-B-1 and 1-B-2, 20 min after transfer DT-ST |
| M                 | 14:08:15             | 14:14:00           | 1-B-2     | 9             | 7.446 / 0.532              | 0.191     |                                                                  |
| S                 | 15:24:00             |                    | 3-D       |               |                            |           |                                                                  |
| M                 | 15:25:30             | 15:30:00           | 3-D       | 13            | 5.300 / 0.427              | 0.207     | mill time of meas.:15:27:41-15:32:00                             |
| S                 | 15:28:00             |                    | 4-D       |               |                            |           |                                                                  |
| S                 | 15:30:00             |                    | 1-B-3     |               |                            |           | 1 hr 25 min after 1-B-1, no stirring                             |
| M                 | 15:32:30             | 15:35:00           | 4-D       | 20            | 1.837 / 0.06               | 0.207     | mill time of meas.:15:34:40-15:37:00                             |
| S                 | 15:33:00             |                    | 5-D       |               |                            |           |                                                                  |
| M                 | 15:35:30             | 15:40:00           | 1-B-3     | 9             | 7.905 / 0.456              | 0.191     | mill time of meas.:15:38:00-15:42:00                             |
| M                 | 15:41:45             | 15:45:30           | 5-D       | 14            | 3.909 / 0.310              | 0.207     | mill time of meas.:15:44:20-15:47:30                             |
| M                 | 15:55:30             | 16:00:20           | 1-A-1     | 23            | 4.937 / 0.257              | 0.263     | mill time of meas.:15:58:00-16:02:00                             |
| O                 | 16:00:20             |                    | 1-A-1     |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:02:30             | 16:06:00           | 1-A-2     | 22            | 5.197 / 0.327              | 0.219     | mill time of meas.:16:05:51-16:08:00                             |
| O                 | 16:07:20             |                    | 1-A-2     |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:09:00             | 16:13:30           | 1-A-3     | 22            | 5.204 / 0.328              | 0.260     | mill time of meas.:16:11:30-16:15:30                             |
| O                 | 16:14:00             |                    | 1-A-3     |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:15:30             | 16:21:22           | 1-A-4     | 23            | 5.560 / 0.368              | 0.213     | mill time of meas.:16:18:01-16:21:12                             |
| O                 | 16:23:00             |                    | 1-A-4     |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:22:50             | 16:26:26           | 4-D       | 23            | 1.329 / 0.05               | 0.207     | mill time of meas.:16:25:21-16:28:51                             |
| O                 | 16:27:25             |                    | 4-D       |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:31:00             | 16:33:35           | 2-B       | 23            | 3.394 / 0.130              | 0.191     | mill time of meas.:16:33:26-16:34:25                             |
| O                 | 16:33:45             |                    | 2-B       |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:36:03             | 16:39:45           | 1-B-1     | 23            | 5.134 / 0.304              | 0.191     | mill time of meas.:16:38:26-16:41:26                             |
| O                 | 16:40:00             |                    | 1-B-1     |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:41:30             | 16:44:20           | 1-B-2     | 23            | 5.385 / 0.355              | 0.191     | mill time of meas.:16:43:45-16:46:50                             |
| O                 | 16:45:27             |                    | 1-B-2     |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:51:00             | 16:55:23           | 5-D       | 22            | 2.536 / 0.253              | 0.207     | mill time of meas.:16:53:14-16:58:08                             |
| O                 | 16:56:34             |                    | 5-D       |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 16:58:10             | 17:01:01           | 3-D       | 22            | 3.592 / 0.202              | 0.207     | mill time of meas.:17:00:25-17:02:54                             |
| O                 | 17:02:22             |                    | 3-D       |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 17:14:00             | 17:18:30           | 1-B-3     | 22            | 5.551 / 0.354              | 0.191     | mill time of meas.:17:16:20-17:20:30                             |
| O                 | 17:20                |                    | 1-B-3     |               |                            |           | end of sample taken for concentration measurement                |
| M                 | 17:32                |                    | 5 on-line | 11            | 120 mL/min                 |           | start of on-line overnight acquisition                           |

Tableau C.3 : Feuille d'observation (25 avril 2003)

| Activity<br>(M,S,O)                                         | Day               | Start Time<br>hh:mm:ss | End Time<br>hh:mm:ss | Point-ID  | Temp<br>(C) | Q<br>(mL/min) | Conc<br>(%) | DeltaP<br>(moy. + sv.dev.) | Page | Comments, events, f.i. start of new batch, ...                                   |
|-------------------------------------------------------------|-------------------|------------------------|----------------------|-----------|-------------|---------------|-------------|----------------------------|------|----------------------------------------------------------------------------------|
| O                                                           | Friday 25th April | 9:41:00                |                      | 5 on-line | 12          | 120           |             |                            |      | end of on-line acquisition- pump flow rate: 57.13 g                              |
| O                                                           |                   | 10:32:00               |                      |           |             |               |             |                            |      | setup cleaning, change of tubing, calibration: 57.8 mL/min                       |
| S                                                           |                   | 10:35:00               |                      | 3-A       |             |               |             |                            |      |                                                                                  |
| M                                                           |                   | 10:36:00               | 10:42:40             | 3-A       | 11-12       | 80            | 0.200       | 5.724 / 0.336              |      | mill time of meas.: 10:38:30-10:44:40                                            |
| S                                                           |                   | 10:42:00               |                      | 4-A       |             |               |             |                            |      |                                                                                  |
| M                                                           |                   | 10:45:00               | 10:51:40             | 4-A       | 20          | 80            | 0.200       | 2.872 / 0.263              |      | mill time of meas.: 10:49:17-10:53:13                                            |
| O                                                           |                   | 10:48:45               | 10:54:00             |           |             |               |             |                            |      | transfer DT-ST (initial levels DT:83%-ST:80%)<br>(final levels: DT:40% - ST:93%) |
| S                                                           |                   | 10:49                  | 10:50                | 2-A-1     | 9           |               |             |                            |      | taken just at the beginning of the transfer                                      |
| S                                                           |                   | 10:54:00               | 10:55:00             | 2-A-2     | 9           |               |             |                            |      | after the end of the transfer                                                    |
| S                                                           |                   | 10:54:00               |                      | 5-A       |             |               |             |                            |      | right after transfer DT-ST                                                       |
| S                                                           |                   | 10:56:00               | 10:58:00             | 1-A       | 9           |               |             |                            |      | when transfer DT-ST is finished                                                  |
| M                                                           |                   | 10:55:00               | 11:00:00             | 5-A       | 12          | 80            | 0.200       | 2.179 / 0.315              |      | mill time of meas.: 10:58:07-11:01:48                                            |
| M                                                           |                   | 11:01:00               | 11:05:00             | 5-A       | 12-14       | 120           | 0.200       | 4.426 / 0.519              |      | same sample, mill time of meas.: 11:03:31-11:06:29                               |
| M                                                           |                   | 11:07:00               | 11:13:00             | 2-A-1     | 10          | 80            | 0.190       | 4.904 / 0.514              |      | mill time of meas.: 11:09:51-11:15:08                                            |
| M                                                           |                   | 11:14:00               | 11:20:00             | 2-A-2     | 10-11       | 80            | 0.190       | 6.178 / 0.654              |      | mill time of meas.: 11:16:48-11:21:42                                            |
| M                                                           |                   | 11:21:00               | 11:25:00             | 1-A       | 10-11       | 80            | 0.190       | 7.031 / 0.394              |      | mill time of meas.: 11:24:11-11:27:10                                            |
| S                                                           |                   | 11:27:00               |                      | 5-B       |             |               |             |                            |      |                                                                                  |
| M                                                           |                   | 11:27:00               | 11:36:00             | 5-B       | 12-13       | 80            |             | 2.263 / 0.189              |      | after transfer DT-ST, mill time of meas.: 11:29:44-11:38:06                      |
| M                                                           |                   | 11:38:00               | 11:40:30             | 5-B       | 13          | 120           |             | 4.473 / 0.224              |      | same sample, time of meas.: 11:41:38-11:42:50 (very short meas.)                 |
| M                                                           |                   | 11:47:00               | 11:51:00             | 4-A       | 23          | 80            | 0.200       | 3.009 / 0.159              |      | mill time of meas.: 11:49:33-11:53:00                                            |
| S,M                                                         |                   | 11:56:00               | 12:01:50             | 5-C       | 12          | 80            |             | 2.462 / 0.205              |      | mill time of meas.: 11:58:33-12:03:05                                            |
| M                                                           |                   | 12:05:00               | 12:08:00             | 5-C       | 12          | 120           |             | 5.193 / 0.246              |      | mill time of meas.: 12:07:17-12:09:51                                            |
| M                                                           |                   | 12:09:00               | 12:13:00             | 3-A       | 22-23       | 80            | 0.200       | 4.360 / 0.212              |      | some bubbles, mill time of meas.: 12:12:02-12:14:59                              |
| M                                                           |                   | 12:24:00               | 12:29:00             | 5-A       | 21-22       | 80            | 0.200       | 1.591 / 0.08               |      | mill time of meas.: 12:26:53-12:31:00                                            |
| O                                                           |                   |                        |                      |           |             |               |             |                            |      | transfer DT-ST ()                                                                |
| M                                                           |                   | 12:37:32               | 12:40:35             | 1-A       | 22          | 80            | 0.190       | 5.861 / 0.304              |      | bubbles, mill time of meas.: 12:39:55-12:42:40                                   |
| O                                                           |                   | 12:41:00               |                      | 1-A       |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 12:43:00               | 12:46:45             | 2-A-1     | 22          | 80            | 0.190       | 3.097 / 0.222              |      | mill time of meas.: 12:45:22-12:49:00                                            |
| O                                                           |                   | 12:47:00               |                      | 2-A-2     |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 12:51:00               | 12:54:00             | 2-A-2     | 22          | 80            | 0.190       | 4.225 / 0.358              |      | mill time of meas.: 12:52:39-12:56:10                                            |
| O                                                           |                   | 12:54:30               |                      | 2-A-2     |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 12:55:39               | 13:01:00             | 1-B-1     | 7-9         | 80            | 0.211       | 5.528 / 0.361              |      | mill time of meas.: 12:57:54-13:02:53                                            |
| O                                                           |                   | 13:02:00               |                      | 1-B-1     |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 13:02:30               | 13:08:00             | 1-B-2     | 7-8         | 80            | 0.205       | 6.240 / 0.405              |      | mill time of meas.: 13:05:00-13:10:11                                            |
| O                                                           |                   | 13:08:30               |                      | 1-B-2     |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 13:10:00               | 13:15:00             | 1-B-3     | 7-9         | 80            | 0.213       | 6.308 / 0.448              |      | mill time of meas.: 13:12:17-13:16:50                                            |
| S                                                           |                   | 13:14:00               | 13:35:00             | 5X        |             |               |             |                            |      | sampling of 10 L of PEO (filling flow rate ca 500 mL/min)                        |
| O                                                           |                   | 13:15:30               |                      | 1-B-3     |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 13:17:50               | 13:23:00             | 1-B-4     | 7-10        | 80            | 0.210       | 6.709 / 0.440              |      | mill time of meas.: 13:19:52-13:24:29                                            |
| O                                                           |                   | 13:23:30               |                      | 1-B-4     |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 13:24:30               | 13:29:15             | 1-C-1     | 7-9         | 80            | 0.201       | 7.169 / 0.537              |      | mill time of meas.: 13:26:30-13:31:30                                            |
| O                                                           |                   | 13:29:45               |                      | 1-C-1     |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 13:30:45               | 13:35:50             | 2-C       | 6-11        | 80            | 0.201       | 5.329 / 0.416              |      | mill time of meas.: 13:33:17-13:38:00 (global decrease during meas.)             |
| O                                                           |                   | 13:36:00               |                      | 2-C       |             |               |             |                            |      | sample taken for concentration measurement                                       |
| M                                                           |                   | 13:36:30               | 13:41:00             | 2-C-1     | 8-8         | 80            | 7.531       | 0.396                      |      | 45 min after dissolution, mill time of meas.: 13:39:21-13:42:40                  |
| M                                                           |                   | 13:44:00               | 14:50:00             | 5X        | 12-15       | 120           |             | 4.849 / 0.523              |      | mill time of meas.: 13:50:00-14:48:46                                            |
| shutdown of PI acquisition system from 14:48:46 to 15:24:15 |                   |                        |                      |           |             |               |             |                            |      |                                                                                  |
| M                                                           |                   | 15:21:00               | 15:26:00             | water     | 12          | 494           |             | 3.083 / 0.05               |      | mill time of meas.: 15:24:15-15:28:12                                            |

## C.2 Deuxième série de tests (20-22 août 2003)

Tableau C.4 : Feuille d'observation (20 août 2003)

| Day              |                      | Wednesday August 20th |           | Page         |            |                         |                                                |
|------------------|----------------------|-----------------------|-----------|--------------|------------|-------------------------|------------------------------------------------|
| Activity (M,S,O) | Start Time, hh:mm:ss | End Time, hh:mm:ss    | Point+ ID | Temp (deg C) | Q (mL/min) | DeltaP (moy. + av.dev.) | Comments, events, f.i. start of new batch, ... |
|                  |                      |                       |           |              |            |                         |                                                |
| S,M              | 13:26                | 13:31                 | 20_5      | 28           | 80         | 0.822/0.02              | flow rate 9.2 L/min                            |
| M                | 13:34                | 13:38                 | 20_5      | 28           | 120        | 1.717 / 0.025           | flow rate 8.9 L/min                            |
| S,M              | 14:12                | 14:17                 | 20_4      | 27.5         | 80         | 1.280 / 0.02            |                                                |
| S                | 14:15                |                       | 20_4      |              |            |                         | for concentration measurement                  |
| M                | 14:20                | 14:24                 | 20_4      | 27.5         | 120        | 2.164 / 0.041           |                                                |
| S,M              | 14:30                | 14:36                 | 20_3      | 27.5         | 80         | 2.095 / 0.133           |                                                |
| S,M              | 14:38                | 14:42                 | 20_3      | 27.5         | 120        | 4.632 / 0.150           |                                                |
| S,M              | 14:46                | 14:50                 | 20_5      | 27.5         | 200        | 5.400 / 0.04            |                                                |
| S,M              | 14:52                | 14:54                 | 20_4      | 27.5         | 200        | 5.688 / 0.094           | same sample as before ?                        |
| S,M              | 15:03                | 15:06                 | 20_1H     | 27.5         | 80         | 4.811 / 0.182           |                                                |
| M                | 15:09                | 15:13                 | 20_1H     | 27.5         | 80         |                         | same sample                                    |
| M                | 15:15                | 15:15:30              | 20_1H     | 27.5         | 120        | 7.540 / 0.269           |                                                |
| S,M              | 15:18                | 15:22                 | 20_1H     | 27.5         | 120        |                         | another sample taken                           |
| S,M              | 15:25                | 15:30                 | 20_2H     | 27.5         | 80         | 1.618 / 0.017           | sampled in the same time as 20_1H              |
| M                | 15:35                | 15:38                 | 20_2H     | 28           | 120        | 2.887 / 0.231           |                                                |
| O                | 17:00                |                       |           |              |            |                         | shutdown of the paper machine                  |
| S,M              | 17:06                | 17:10                 | 20_2L     | 28           | 80         | 2.696 / 0.243           | pressure reduced from 80 to 43 psi             |
| M                | 17:12                | 17:15                 | 20_2L     | 28           | 120        | 4.923 / 0.417           |                                                |
| M                | 17:27                |                       | 20_3      | 27.5         | 120        | ab. 2.7                 | on-line measurement                            |
|                  |                      |                       |           |              |            |                         | DDJ experiments made from pulp bucket #1       |
|                  |                      |                       |           |              |            |                         | river temperature: 23 C                        |

Tableau C.5 : Feuille d'observation (21 août 2003)

| Day              |                      | Thursday 21st August |              | Comment      |            | Page                    |                                                |
|------------------|----------------------|----------------------|--------------|--------------|------------|-------------------------|------------------------------------------------|
| Activity (M,S,O) | Start Time, hh:mm:ss | End Time, hh:mm:ss   | Point+ID     | Temp (deg C) | Q (mL/min) | DeltaP (moy. + av.dev.) | Comments, events, f.i. start of new batch, ... |
| M                |                      | 9:34:00              | 20_3         | 27           | 120        |                         | end of on-line measurement                     |
| M                | 10:30:00             | 14:35:00             | 21_3         | 27           | 120        |                         | new on-line measurement (effect of storage)    |
| O                | 14:00:00             |                      |              |              |            |                         | restart of the paper machine                   |
| S,M              | 14:46:00             | 14:49:00             | 21_5         | 28           | 80         | 2.057 / 0.047           |                                                |
| M                | 14:50:00             | 14:53:00             | 21_5         | 28           | 120        | 3.613 / 0.086           | flow rate 4L/min                               |
| S,M              | 14:54:00             | 14:57:00             | 21_4 NF      | 28           | 80         | 0.875 / 0.061           | no filter, 500 mL dead volume before sampling  |
| M                | 14:58:00             | 15:00:00             | 21_4 NF      | 28           | 120        | 1.738 / 0.032           |                                                |
| S,M              | 15:05:00             | 15:07:00             | 21_3         | 28           | 80         | 1.866 / 0.009           |                                                |
| M                | 15:08:00             | 15:11:00             | 21_3         | 28           | 120        | 3.622 / 0.068           |                                                |
|                  |                      |                      |              |              |            |                         |                                                |
| S,M              | 15:16:00             | 15:19:00             | 21_4 NF bis  | 28           | 80         | 1.077 / 0.025           | no filter, 1 L dead volume before sampling     |
| M                | 15:20:00             | 15:25:00             | 21_4 NF bis  | 28           | 120        | 2.101 / 0.02            |                                                |
| O                | 15:26:00             |                      |              |              |            |                         | filter replaced                                |
| S,M              | 15:33:00             | 15:37:00             | 21_4F        | 28           | 80         | 1.762 / 0.029           |                                                |
| M                | 15:39:00             | 15:41:30             | 21_4F        | 28           | 120        | 3.544 / 0.143           |                                                |
| M                | 15:45:00             |                      | 21_5 ON-LINE | 28           | 120        |                         | with filter, polymer flow rate 4 L/min         |

Tableau C.6 : Feuille d'observation (22 août 2003)

| Activity<br>(M.S.O) | Start Time,<br>hh:mm:ss | End Time,<br>hh:mm:ss | Point+ID | Temp (C) | Q        | dp+Q           | Comments, events, i.e. start of new batch, ...  |
|---------------------|-------------------------|-----------------------|----------|----------|----------|----------------|-------------------------------------------------|
|                     |                         |                       |          |          | (mL/min) |                |                                                 |
| M                   |                         | 8:55:00               | 21_5     | 28       |          |                |                                                 |
| S,M                 | 9:39:00                 | 9:44:00               | 22_1H    | 27       | 80       | 4.312 / 0.231  | end of on-line measurement                      |
| M                   | 9:47:00                 | 9:49:00               | 22_1H    | 27.5     | 120      | 6.858 / 0.24   | but the paper machine was stopped from 11pm...  |
| O                   | 9:50:00                 |                       |          |          |          |                |                                                 |
| S,M                 | 10:01:00                | 10:04:00              | 22_2H    | 27.5     | 80       | 1.599 / 0.03   | restart of the paper machine                    |
| M                   | 10:05:00                | 10:09:00              | 22_2H    | 27.5     | 120      | 3.377 / 0.076  | transfer DT-ST manually induced                 |
| M                   | 10:10:00                | 10:11:00              | 22_2H    | 28       | 200      | 8.0655 / 0.061 |                                                 |
| S,M                 | 10:13:00                | 10:16:00              | 22_2L    | 28       | 80       | 2.457 / 0.07   |                                                 |
| M                   | 10:18:00                | 10:21:00              | 22_2L    | 27.5     | 120      | 4.491 / 0.133  | transfer DT-ST manually induced,                |
| M                   | 10:22:00                | 10:23:00              | 22_2L    | 28       | 200      | 9.401 / 0.276  | pressure reduced 80-40 psi                      |
| S,M                 | 11:09:00                | 11:11:00              | 22_4F    | 29       | 80       | 0.948 / 0.06   |                                                 |
| M                   | 11:12:00                | 11:14:00              | 22_4F    | 29       | 120      | 1.478 / 0.028  | second pump and second set of filters used      |
| M                   | 11:15:00                | 11:17:00              | 22_4F    | 29       | 200      | 3.890 / 0.06   |                                                 |
| S,M                 | 11:20:00                | 11:22:00              | 22_4NF   | 29       | 80       | 0.8256 / 0.06  |                                                 |
| M                   | 11:25:00                | 11:27:00              | 22_4NF   | 29       | 120      | 2.125 / 0.03   | no filter, sample taken directly from the inlet |
| M                   | 11:29:00                | 11:30:00              | 22_4NF   | 29       | 200      | 5.797 / 0.086  |                                                 |
| S,M                 | 11:39:00                | 11:42:00              | 22_3     | 29       | 80       | 1.219 / 0.02   |                                                 |
| M                   | 11:45:00                | 11:47:00              | 22_3     | 29       | 120      | 2.916 / 0.09   |                                                 |
| M                   | 11:49:00                | 11:51:00              | 22_3     | 29       | 200      | 7.039 / 0.365  |                                                 |
| S,M                 | 11:52:00                | 11:54:00              | 22_5     | 29       | 80       | 0.876 / 0.02   |                                                 |
| M                   | 11:56:00                | 11:58:00              | 22_5     | 29       | 120      | 1.430 / 0.03   |                                                 |
| M                   | 12:00:00                | 12:01:00              | 22_5     | 29       | 200      | 3.898 / 0.03   |                                                 |
| S,M                 | 12:24:00                | 12:25:00              | 22-5(4)  | 30       | 80       | 0.739 / 0.02   |                                                 |
| M                   | 12:27:00                | 12:28:00              | 22-5(4)  | 30       | 120      | 1.379 / 0.03   | pump at 18.2 %, corresponds to 4L/min           |
| M                   | 12:29:00                | 12:31:30              | 22-5(4)  | 30       | 200      | 3.853 / 0.03   |                                                 |
| M                   | 12:34:00                | 12:35:00              | 22-5(4)  | 30       | 300      | 8.596 / 0.09   |                                                 |
|                     |                         |                       |          |          |          |                |                                                 |
| S,M                 | 12:37:00                | 12:39:00              | 22-5(8)  | 30       | 80       | 0.734 / 0.02   |                                                 |
| M                   | 12:40:00                | 12:41:30              | 22-5(8)  | 30       | 120      | 1.246 / 0.03   | pump at 36.3 %, corresponds to 8L/min           |
| M                   | 12:43:00                | 12:45:00              | 22-5(8)  | 30       | 200      | 3.434 / 0.03   |                                                 |
| M                   | 12:46:00                | 12:47:00              | 22-5(8)  | 30       | 300      | 7.613 / 0.02   |                                                 |
|                     |                         |                       |          |          |          |                |                                                 |
| S,M                 | 12:51:00                | 12:53:00              | 22-5(12) | 30       | 80       | 0.688 / 0.02   |                                                 |
| M                   | 12:54:00                | 12:55:30              | 22-5(12) | 30       | 120      | 1.314 / 0.02   | pump at 54.5 %, corresponds to 12L/min          |
| M                   | 12:57:00                | 12:58:00              | 22-5(12) | 30       | 200      | 3.498 / 0.046  |                                                 |
| M                   | 12:59:00                | 13:00:00              | 22-5(12) | 30       | 300      | 7.980 / 0.02   |                                                 |
|                     |                         |                       |          |          |          |                |                                                 |
| S,M                 | 13:03:00                | 13:05:00              | 22-5(16) | 30       | 80       | 0.683 / 0.02   |                                                 |
| M                   | 13:07:00                | 13:09:00              | 22-5(16) | 30       | 120      | 1.446 / 0.02   | pump at 72.6 %, corresponds to 8L/min           |
|                     | 13:10:00                | 13:11:00              | 22-5(16) | 30       | 200      | 3.729 / 0.03   |                                                 |
|                     | 13:12:00                | 13:13:20              | 22-5(16) | 30       | 300      | 7.900 / 0.01   |                                                 |

### C.3 Troisième série de tests (6 Octobre 2003)

Tableau C.7 : Feuille d'observation (6 Octobre 2003)

| Day                  | Monday October 6th     |                                                                                                    |           | Comment         |               |                            | Page 1                                                          |
|----------------------|------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|-----------------|---------------|----------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| Activity<br>(M.S.O.) | Start Time<br>hh:mm:ss | End Time<br>hh:mm:ss                                                                               | Point+ ID | Temp<br>(deg C) | Q<br>(mL/min) | DeltaP<br>(moy. + av.dev.) | Comments, events, f.l. start of new batch, ...                  |
| O                    | 12:00                  |                                                                                                    |           |                 |               |                            |                                                                 |
| S,M                  | 13:18                  | 13:19                                                                                              | 1         | 17              | 80            | 6.59 / 0.96                | pump calibration 60.0 g (with new tubing changed in McGill)     |
|                      | 13:20                  | 13:21                                                                                              | 1         |                 | 120           | 8.20 / 0.55                | to check if pump flow rates were appropriate                    |
| S,M                  | 13:29                  | 13:32                                                                                              | 1         | 17              | 80            | 5.87/ 0.81                 |                                                                 |
|                      | 13:33                  | 13:37                                                                                              | 1         |                 | 120           | 9.38 / 0.61                |                                                                 |
| O                    | 13:34                  |                                                                                                    |           |                 |               |                            | new batch launched manually, DT:28-55%                          |
| O                    | 13:54                  |                                                                                                    |           |                 |               |                            | end of mixing, transfer DT-ST (DT level back to 31%)            |
| S,M                  | 13:42                  | 13:48                                                                                              | 3         | 18.5            | 80            | 2.88 / 0.28                |                                                                 |
|                      | 13:49                  | 13:51                                                                                              | 3         |                 | 120           | 6.01/ 0.35                 |                                                                 |
| S,M                  | 13:53                  | 13:56                                                                                              | 4FV       | 18.5            | 80            | 1.44/ 0                    | with filter and with valve                                      |
|                      | 13:56                  | 13:58                                                                                              | 4FV       |                 | 120           | 3.66 / 0.13                |                                                                 |
| S,M                  | 13:58                  | 14:01                                                                                              | 5         | 18.5            | 80            | 1.33 / 0.02                | sample taken for conc.measurement                               |
|                      | 14:01                  | 14:03                                                                                              | 5         |                 | 120           | 2.89 / 0.05                |                                                                 |
| S,M                  | 14:03                  | 14:06                                                                                              | 2H        | 17              | 80            | 3.71 / 0.27                | high pressure (80 psi)                                          |
|                      | 14:06                  | 14:12                                                                                              | 2H        |                 | 120           | 6.75 / 0.49                |                                                                 |
| S,M                  | 14:12                  | 14:15                                                                                              | 1         | 16.5            | 80            | 4.58 / 0.82                |                                                                 |
|                      | 14:17                  | 14:20                                                                                              | 1         |                 | 120           | 9.26 / 0.92                | bubbles removal at 14:15                                        |
| S,M                  | 14:27                  | 14:29                                                                                              | 2L        | 17              | 80            | 3.69 / 0.31                | low pressure (45 psi), transfer induced manually                |
|                      | 14:29                  | 14:32                                                                                              | 2L        |                 | 120           | 6.93 / 0.71                |                                                                 |
| S,M                  | 14:41                  | 14:45                                                                                              | 4 NFV     | 18.5            | 120           | 3.67 / 0.12                |                                                                 |
|                      | 14:45                  | 14:48                                                                                              | 4 NFV     |                 | 80            | 1.42 / 0.03                |                                                                 |
| M                    | 14:48                  | 14:51                                                                                              | 5 NF      | 19              | 80            | 1.38 / 0.07                | sampled without the filter removed at point 4                   |
|                      | 14:51                  | 14:55                                                                                              | 5 NF      |                 | 120           | 3.95 / 0.09                | bubbles removal at 14:51                                        |
| S,M                  | 14:58                  | 15:01                                                                                              | 4 NF NV   | 18.5            | 120           | 3.77 / 0.11                | no filter, no valve                                             |
|                      | 15:02                  | 15:04                                                                                              | 4 NF NV   |                 | 80            | 1.49 / 0.03                |                                                                 |
| S,M                  | 15:28                  | 15:30                                                                                              | 5         | 18              | 80            | 1.14 / 0.03                | centrifugal pump speed brought from 54% to 74%                  |
|                      | 15:30                  | 15:33                                                                                              | 5         |                 | 120           | 2.76 / 0.03                |                                                                 |
| S,M                  | 15:33                  | 15:36                                                                                              | 3         | 19              | 120           | 6.29 / 0.65                | pump at 74%                                                     |
|                      | 15:37                  | 15:40                                                                                              | 3         |                 | 80            | 2.76 / 0.26                |                                                                 |
| S,M                  | 15:41                  | 15:44                                                                                              | 4FV       | 19              | 80            | 1.58 / 0.08                | filter replaced, pump speed 80% (back to 54% after tap closure) |
|                      | 15:44                  | 15:50                                                                                              | 4FV       |                 | 120           | 3.80 / 0.11                |                                                                 |
| O                    | 15:46                  | 16:15                                                                                              |           |                 |               |                            | new batch prep. automatically,                                  |
|                      |                        |                                                                                                    |           |                 |               |                            | pumping high pressure: 42 kicks in 20s (DT: 81-57%)             |
| S,M                  | 16:18                  | 16:21                                                                                              | 2H        | 17              | 120           | 6.38 / 0.71                |                                                                 |
|                      | 16:21                  | 16:27                                                                                              | 2H        |                 | 80            | 3.34 / 0.25                |                                                                 |
| S,M                  | 16:28                  | 16:30                                                                                              | 1         | 17              | 80            | 5.14 / 0.85                |                                                                 |
|                      | 16:30                  | 16:34                                                                                              | 1         | 17              | 120           | 9.46 / 0.65                |                                                                 |
| S,M                  | 16:37                  | 16:40                                                                                              | 2L        | 16.5            | 120           | 6.64 / 0.42                | pumping induced manually : 45 psi, 46 kicks in 30s              |
|                      | 16:40                  | 16:42                                                                                              | 2L        |                 | 80            | 3.57 / 0.46                | sample taken for conc.measurement                               |
| S,M                  | 16:45                  | 16:49                                                                                              | 4FV       | 19              | 80            | 1.55 / 0.05                | filter, valve                                                   |
|                      | 16:49                  | 16:52                                                                                              | 4FV       |                 | 120           | 3.65 / 0.07                |                                                                 |
| S,M                  | 16:53                  | 16:55                                                                                              | 3         | 19              | 120           | 5.93 / 0.66                |                                                                 |
|                      | 16:55                  | 16:59                                                                                              | 3         |                 | 80            | 2.64 / 0.15                |                                                                 |
| S,M                  | 17:01                  | 17:05                                                                                              | 4NFV      | 18.5            | 80            | 1.66 / 0.06                | no filter, valve                                                |
|                      | 17:05                  | 17:07                                                                                              | 4NFV      |                 | 120           | 3.66 / 0.21                |                                                                 |
| S,M                  | 17:08                  | 17:10                                                                                              | 5F        | 20              | 120           | 2.71 / 0.06                | sampled with a filter at point 4, measured 5 min after sampling |
|                      | 17:11                  | 17:13                                                                                              | 5F        |                 | 80            | 1.18 / 0.02                |                                                                 |
| S,M                  | 17:13                  | 17:15                                                                                              | 5NF       | 19              | 80            | 1.41 / 0.03                | sampled without a filter at point 4                             |
|                      | 17:15                  | 17:20                                                                                              | 5NF       |                 | 120           | 2.99 / 0.03                |                                                                 |
| S,M                  | 17:22                  | 17:27                                                                                              | 4NFNV     | 18.5            | 120           | 4.75 / 0.23                | no filter no valve                                              |
|                      | 17:28                  | 17:31                                                                                              | 4NFNV     |                 | 80            | 2.20 / 0.09                |                                                                 |
| S,M                  | 17:32                  | 17:34                                                                                              | 3         | 18              | 80            | 2.92 / 0.25                | centrifugal pump speed brought to 77% (from 54%)                |
|                      | 17:34                  | 17:37                                                                                              | 3         |                 | 120           | 6.45 / 0.74                | with filter                                                     |
| S,M                  | 17:37                  | 17:39                                                                                              | 4         | 18.5            | 120           | 3.61 / 0.01                | with filter, high pump speed                                    |
|                      | 17:40                  | 17:42                                                                                              | 4         |                 | 80            | 1.40 / 0.03                |                                                                 |
| S,M                  | 17:43                  | 17:45                                                                                              | 5         | 19              | 80            | 1.20 / 0.03                | with filter, high pump speed                                    |
|                      | 17:46                  | 17:48                                                                                              | 5         |                 | 120           | 2.53 / 0.07                |                                                                 |
| O                    | 18:45                  | on-line experiment, 120 mL/min, 250 mL bottle, bubbles removed, T=18 C (beginning)                 |           |                 |               |                            |                                                                 |
| O                    | 7:00                   | shutdown of the paper machine                                                                      |           |                 |               |                            |                                                                 |
| O                    | 9:30                   | end of experiment, T =21 C and pump calibration: 58.1 g (but machine had been stopped for 2 hours) |           |                 |               |                            |                                                                 |

polymer references: Maxifloc 998, lot #5428

CF references: Equipap 1345, lot 5497

# C.4 Quatrième série de tests (23-24 février 2004)

Tableau C.8 : Feuille d'observation (23 février 2004)

| Activity<br>(M,S,O) | Day                    |                      | Point-ID   | Comment         |       | Conc.<br>(%)  | DeltaP<br>(moy. + av.dev.) | Q<br>(mL/min) | Page 1                                                       |
|---------------------|------------------------|----------------------|------------|-----------------|-------|---------------|----------------------------|---------------|--------------------------------------------------------------|
|                     | Start Time<br>hh:mm:ss | End Time<br>hh:mm:ss |            | Temp<br>(deg C) |       |               |                            |               |                                                              |
| O                   | 11:30:00               |                      | water      | 27              |       |               | 2.324 / 0.03               | 450           | removal of valve fitting (pt 5)                              |
| O                   |                        |                      |            |                 |       |               |                            |               | peris.pump calibration : 65.7 then 60.1 g                    |
| S,M                 | 12:17:00               | 12:20:00             | 1          | 6               |       |               | 10:11                      | 80            |                                                              |
|                     |                        |                      |            |                 |       |               | 7.726 / 1.36               | 60            |                                                              |
| S,M                 | 12:22:00               |                      | 5          | 10              |       |               | 3.115 / 0.63               | 80            | pump speed 24%                                               |
|                     |                        |                      |            |                 |       |               | 2.3-3.0                    | 60            |                                                              |
| O                   | 13:03:00               |                      |            |                 |       |               |                            |               | level of DT: 35% (ab. 150 gal.)                              |
|                     |                        |                      |            |                 |       |               |                            |               | manual emptying to 30%                                       |
| O                   | 13:20:00               |                      |            |                 |       |               |                            |               | t=0 min, start batching, t=4 min, start stirring (level 61%) |
|                     |                        |                      |            |                 |       |               |                            |               | t=5min, stop batching (level 65%, ab. 650 gal.)              |
| S,M                 | 13:38:00               | 13:40:00             | 1-10       | 6               | 0.213 | 4.935 / 0.61  |                            | 60            | 3 L dead volume before each sampling at point 1              |
|                     | 13:40:00               | 13:43:00             |            | 8               |       | 6.574 / 0.60  |                            | 80            |                                                              |
| S,M                 | 13:46:00               | 13:48:00             | 1-20       | 6.0-7           | 0.222 | 6.010 / 0.55  |                            | 60            | bubbles removal at end of 1 st meas.                         |
|                     | 13:49:00               | 13:52:00             |            | 8.0-9           |       | 8.311 / 0.84  |                            | 80            |                                                              |
| S,M                 | 14:01:00               |                      | 1-30       | 6               | 0.229 | 7.947 / 0.75  |                            | 80            |                                                              |
|                     |                        |                      |            |                 |       | 6.503 / 0.51  |                            | 60            |                                                              |
| S                   | 14:15:00               |                      | 1-45       |                 |       |               |                            |               | stored for 10 min, to decrease the amount of bubbles         |
| M                   | 14:33:00               | 14:36:30             | 1-45       | 6.0-7           | 0.215 | 5.710 / 0.97  |                            | 60            |                                                              |
|                     | 14:37:00               | 14:38:00             | 1-45       | 9               |       | 7.391 / 0.78  |                            | 80            |                                                              |
| M                   | 14:40:00               | 14:42:30             | 1-60       | 9               | 0.213 | 8.012 / 0.66  |                            | 80            |                                                              |
|                     | 14:43:00               | 14:44:00             |            | 8.0-9           |       | 5.565 / 0.46  |                            | 60            |                                                              |
| O                   | 14:45:00               |                      |            |                 |       |               |                            |               | induced transfer DT-ST (68%-52%), high pressure,             |
| M                   | 14:51:30               | 14:53:00             | 2-60 cl.   | 8.0-9           | 0.206 | 3.457 / 0.2   |                            | 60            | valve almost closed                                          |
|                     | 14:54:00               | 14:56:00             | 2-60 cl.   | 10              |       | 5.313 / 0.56  |                            | 80            |                                                              |
| M                   | 14:59:00               | 15:00:00             | 2-60 open  | 11              | 0.207 | 3.704 / 0.54  |                            | 60            | valve half-open                                              |
|                     |                        |                      |            | 11.5            |       | 5.023 / 0.35  |                            | 80            |                                                              |
| O                   | 15:20:00               |                      |            |                 |       |               |                            |               | cleaning-removal of filters (former point 4)                 |
| O                   | 15:32:00               |                      |            |                 |       |               |                            |               | switch to non-filter                                         |
| S                   | 15:45:00               |                      | 3          |                 |       |               |                            |               |                                                              |
| S                   | 15:46:00               |                      | 5-NF-24    |                 |       |               |                            |               | pump speed 24%                                               |
| M                   | 15:51:00               | 15:52:30             | 3          | 12              | 0.214 | 7.573 / 0.71  |                            | 80            | bubbles removal after meas.                                  |
|                     | 15:53:30               | 15:54:40             | 3          |                 |       | 5.235 / 0.43  |                            | 60            | less bubbles                                                 |
| M                   | 15:56:30               | 15:58                | 5-NF-24    | 10.0-11         |       | 3.038 / 0.26  |                            | 60            |                                                              |
|                     |                        |                      |            |                 |       | 4.611 / 0.24  |                            | 80            |                                                              |
| S                   | 15:58:00               |                      | 5-NF-36    |                 |       |               |                            |               |                                                              |
| S                   | 16:04:00               |                      | 5-NF-72    |                 |       |               |                            |               |                                                              |
| M                   | 16:07:30               | 16:08:30             | 5-NF-36    | 11              |       | 3.059 / 0.19  |                            | 60            |                                                              |
|                     | 16:09:00               | 16:11                | 5-NF-36    |                 |       | 4.539 / 0.23  |                            | 80            |                                                              |
| M                   | 16:16:00               | 16:18:00             | 5-NF-54    | 11.5            |       | 4.590 / 0.32  |                            | 80            |                                                              |
|                     | 16:19:00               | 16:21:00             | 5-NF-54    |                 |       | 2.836 / 0.17  |                            | 60            |                                                              |
| O                   | 16:15:00               |                      |            |                 |       |               |                            |               | filter in use again                                          |
| M                   | 16:23:00               | 16:25:00             | 5-NF-72    | 11-12.0         |       | 2.659 / 0.22  |                            | 60            |                                                              |
|                     | 16:26:00               | 16:29:00             | 5-NF-72    |                 |       | 4.150 / 0.25  |                            | 80            |                                                              |
| S                   | 16:40:00               |                      | 3          |                 |       |               |                            |               |                                                              |
|                     | 16:42:00               |                      | 5-F-24     |                 |       |               |                            |               | speed of the pump 25%                                        |
| M                   | 16:49:30               | 16:52:00             | 3          | 13              |       | 6.419 / 0.52  |                            | 80            |                                                              |
|                     | 16:52:30               | 16:55:00             | 3          |                 |       | 4.363 / 0.23  |                            | 60            |                                                              |
| S                   | 16:55:00               |                      | 5-F-36     |                 |       |               |                            |               |                                                              |
| M                   | 16:57:00               | 16:59:00             | 5-F-18     | 12              |       | 2.645 / 0.10  |                            | 60            |                                                              |
|                     |                        |                      |            |                 |       | 3.875 / 0.31  |                            | 80            |                                                              |
| S                   | 17:05:00               |                      | 5-F-54     |                 |       |               |                            |               |                                                              |
| M                   | 17:08:00               | 17:11:00             | 5-F-36     | 12              |       | 3.685 / 0.14  |                            | 80            |                                                              |
|                     | 17:12:00               | 17:15:00             | 5-F-36     | 13              |       | 2.106 / 0.11  |                            | 60            |                                                              |
| M                   | 17:19:00               | 17:21:00             | 5-F-54     | 11              |       | 1.979 / 0.06  |                            | 60            |                                                              |
|                     | 17:22:00               | 17:25:00             | 5-F-54     | 13              |       | 3.329 / 0.24  |                            | 80            |                                                              |
| M                   | 17:27:00               | 17:29:00             | 5-F-72     | 13              |       | 3.542 / 0.16  |                            | 80            |                                                              |
|                     | 17:30:00               | 17:32:00             | 5-F-72     | 14              |       | 2.012 / 0.10  |                            | 60            |                                                              |
| S                   | 17:45:00               |                      | 1,2LP,2HP  |                 |       |               |                            |               | induced transfer 45 psi, 1min "dead flow", 3L dead vol. pt1  |
| M                   | 17:55:30               | 17:57:00             | 2-LP open  | 9               | 0.206 | 4.873 / 0.52  |                            | 60            |                                                              |
|                     | 17:58:00               | 18:00:00             | 2-LP open  | 9.5             |       | 6.960 / 0.714 |                            | 80            |                                                              |
| M                   | 18:02                  | 18:05                | 2-LP clos. | 10              |       | 6.881 / 0.54  |                            | 80            |                                                              |
|                     | 18:06                  | 18:12                | 2-LP clos. | 10              |       | 4.253 / 0.38  |                            | 60            |                                                              |
| S,M                 | 18:13:30               | 18:15                | 2-LP no v. | 13-14           |       | 4.489 / 0.21  |                            | 60            |                                                              |
|                     | 18:16                  | 18:17                | 2-LP no v. | 13-14           |       | 6.461 / 0.41  |                            | 80            |                                                              |
| M                   | 18:19                  | 18:26                | 1-LP       |                 |       | 7.550 / 0.66  |                            | 80            | not enough sample left to measure properly at 60 mL/min      |
| M                   | 18:31                  | 18:33                | 2-HP op.   | 7               | 0.208 | 4.016 / 0.17  |                            | 60            |                                                              |
|                     | 18:34                  | 18:36                | 2-HP op.   | 8.5             |       | 6.090 / 0.53  |                            | 80            |                                                              |
| M                   | 18:37:30               | 18:40                | 2-HP cl.   | 9               |       | 5.888 / 0.40  |                            | 80            |                                                              |
|                     | 18:41                  | 18:44                | 2-HP cl.   | 10              |       | 3.542 / 0.26  |                            | 60            |                                                              |

Tableau C.9 : Feuille d'observation (24 février 2004)

| Day              |                      | Tuesday February 24st |                  |              |          |                         |            |                                                              |
|------------------|----------------------|-----------------------|------------------|--------------|----------|-------------------------|------------|--------------------------------------------------------------|
| Activity (M,S,O) | Start Time, hh:mm:ss | End Time, hh:mm:ss    | Point-ID         | Temp (deg C) | Conc (%) | DeltaP (moy. + av.dev.) | Q (mL/min) | Comments, events, i.e. start of new batch, ...               |
| O                | 9:20:00              |                       |                  |              |          |                         |            | pump switched on: 2 min at 60 mL/min: 113.8 g                |
|                  |                      |                       |                  |              |          |                         |            | change of tubing, but it was not very damaged                |
|                  |                      |                       |                  |              |          |                         |            | pump calibration: 59.9 g l                                   |
| O                | 9:46:00              |                       |                  |              |          |                         |            | manually induced new batch DT: 28%, ST: 84%                  |
|                  |                      |                       |                  |              |          |                         |            | t = 4 min, start stirring, level 51%                         |
|                  |                      |                       |                  |              |          |                         |            | t = 5 min 30s, stop batching, level 67%                      |
| S                | 10:05:00             |                       | 1-10             |              |          |                         |            | 3 L dead volume                                              |
| S                | 10:15:00             |                       | 1-20             |              |          |                         |            | after 30 min stirring, transfer DT-ST (ST level too low: 78- |
| S                | 10:25:00             |                       | 1-30             |              |          |                         |            |                                                              |
| S                | 10:40:00             |                       | 1-45             |              |          |                         |            |                                                              |
| S                | 10:55:00             |                       | 1-60             |              |          |                         |            |                                                              |
| M                | 10:59:00             | 11:01:00              | 1-10             | 13           | 0.240    | 5.305 / 0.49            | 60         | stored for 1 hour, to remove some bubbles                    |
|                  | 11:02:00             | 11:04:00              | 1-10             | 14           |          | 6.947 / 0.48            | 80         |                                                              |
| M                | 11:06:00             | 11:08:00              | 1-20             | 12.5         | 0.237    | 7.469 / 0.55            | 80         | bubbles removal at beginning                                 |
|                  | 11:09:00             | 11:11:00              | 1-20             | 14           |          | 6.054 / 0.39            | 60         |                                                              |
| M                | 11:12:30             | 11:15:30              | 1-30             | 12           | 0.229    | 6.159 / 0.45            | 60         |                                                              |
|                  | 11:16:30             | 11:19:00              | 1-30             | 13.5         |          | 7.522 / 0.35            | 80         |                                                              |
| M                | 11:30:00             | 11:31:00              | 1-45             | 13           | 0.215    | 7.557 / 0.58            | 80         | bubbles removal at beginning                                 |
|                  | 11:32:00             | 11:34:00              | 1-45             | 14.5         |          | 5.902 / 0.37            | 60         |                                                              |
| M                | 11:40:00             | 11:42:00              | 1-60             | 12           | 0.213    | 5.677 / 0.45            | 60         |                                                              |
|                  | 11:43:00             | 11:47:00              | 1-60             | 13.5         |          | 7.768 / 0.65            | 80         |                                                              |
| M                | 11:50:00             | 11:52:00              | 2-HP op.         | 12.5         | 0.208    | 5.120 / 0.44            | 80         |                                                              |
|                  | 11:53:30             | 11:55:00              | 2-HP op.         | 13           |          | 3.078 / 0.24            | 60         |                                                              |
| M                | 11:57:00             | 11:58:30              | 2-HP cl.         | 13.5         | 0.206    | 2.658 / 0.23            | 60         |                                                              |
|                  | 11:59:00             | 12:03:00              | 2-HP cl.         | 14.5         |          | 4.647 / 0.37            | 80         |                                                              |
| S                | 13:00:00             |                       | 3-F              |              |          |                         |            | with filter                                                  |
| M                | 13:06:30             | 13:10:00              | 3-F              | 13           | 0.214    | 7.482 / 0.71            | 80         |                                                              |
|                  | 13:11:00             | 13:15:00              | 3-F              | 14           |          | 5.198 / 0.33            | 60         |                                                              |
| S                | 13:13:00             |                       | 5-F-36           |              |          |                         |            | pump speed at 36% for more than 5 min                        |
| M                | 13:17:30             | 13:20:00              | 5-F-36           | 11.5         |          | 2.051 / 0.16            | 60         | bubbles removal at beginning                                 |
|                  | 13:21:00             | 13:26:00              | 5-F-36           | 12           |          | 3.464 / 0.20            | 80         |                                                              |
| S                | 13:20:00             |                       | 5-F-54           |              |          |                         |            | pump speed at 54% for 3 min                                  |
| M                | 13:29:30             | 13:34:00              | 5-F-54           | 11.5         |          | 3.424 / 0.22            | 80         |                                                              |
|                  | 13:36:00             | 13:41:00              | 5-F-54           | 13           |          | 1.725 / 0.09            | 60         |                                                              |
| S                | 13:40:00             |                       | 5-F-62           |              |          |                         |            |                                                              |
| M                | 13:43:00             | 13:46:00              | 5-F-62           | 11           |          | 2.257 / 0.15            | 60         |                                                              |
|                  | 13:47:00             | 13:49:00              | 5-F-62           | 12           |          | 3.460 / 0.18            | 80         |                                                              |
| O                | 13:50:00             | 14:10:00              |                  |              |          |                         |            | batch preparation : 30%-80%, then transfer (DT level 70%)    |
| M                | 13:53:00             | 13:56:00              | 5-NF-62          | 10           |          | 4.372 / 0.28            | 80         |                                                              |
|                  | 13:57:00             | 13:59:00              | 5-NF-62          | 12           |          | 2.560 / 0.11            | 60         |                                                              |
| M                | 14:03:00             | 14:08:00              | 5-NF-54          | 12           |          | 2.364 / 0.24            | 60         |                                                              |
|                  | 14:09:00             | 14:15:00              | 5-NF-54          | 12           |          | 3.498 / 0.32            | 80         |                                                              |
| M                | 14:19:00             | 14:23:00              | 5-NF-36          | 12           |          | 4.117 / 0.24            | 80         |                                                              |
|                  | 14:24:00             | 14:29:00              | 5-NF-36          | 13           |          | 2.146 / 0.10            | 60         | very quick bubbles removal                                   |
| S                | 14:20:00             |                       | 3-NF             |              |          |                         |            |                                                              |
| M                | 14:31:00             | 14:35:00              | 5-NF-24          | 13           |          | 2.928 / 0.16            | 60         |                                                              |
|                  | 14:35:00             | 14:40:00              | 5-NF-24          | 14           |          | 4.100 / 0.23            | 80         |                                                              |
| M                | 14:40:00             | 14:49:00              | 3-NF             | 12           |          | 6.965 / 0.54            | 80         |                                                              |
|                  | 14:50:00             | 14:53:00              | 3-NF             | 14           |          | 5.096 / 0.24            | 60         |                                                              |
| S                |                      |                       | 1-HP, 2HP<br>2LP |              |          |                         |            | high pressure (80 psi) then low pressure (45 psi), 1min 30s  |
|                  |                      |                       |                  |              |          |                         |            | "dead flow", new setup from Alain G: valve fully opened      |
|                  |                      |                       |                  |              |          |                         |            | with a smaller diameter (ab. 8 mm)                           |
| M                | 15:03:00             | 15:07:00              | 2-HP             | 9            |          | 5.307 / 0.31            | 60         |                                                              |
|                  | 15:10:00             | 15:13:00              | 2-HP             | 10           | 0.206    | 7.007 / 0.527           | 80         |                                                              |
| M                | 15:15:00             | 15:18:00              | 2-LP             | 10           |          | 7.521 / 0.38            | 80         |                                                              |
|                  | 15:19:00             | 15:24:00              | 2-LP             | 11           | 0.207    | 5.201 / 0.46            | 60         |                                                              |
| M                | 15:26:00             | 15:30:00              | 1-HP             | 9            |          | 7.134 / 0.52            | 60         |                                                              |
| O                | 15:31:00             | 15:35:00              | 1-HP             | 11           |          | 8.334 / 0.79            | 80         | pump calibration : 60.3 g                                    |