

Analyse des charges minérales dans les papiers au MEB

SEMPA, 13 - 15 mars 2024, Caen.

Raphaël Passas - Karine Janel - Julien Mugnier—Daguet

Laboratoire de Génie des Procédés pour la Bioraffinerie, les Matériaux Bio-sourcés et l'Impression Fonctionnelle

I - La fabrication du papier

II - Analyse de surface

III - Analyse des coupes

IV - Conclusions et perspectives

- | - La fabrication du papier

Qu'est-ce que le papier ?



Papier : matériaux se présentant sous forme de bandes ou de feuilles fabriquées par dépôt de fibres (végétales, animales, minérales ou synthétiques).

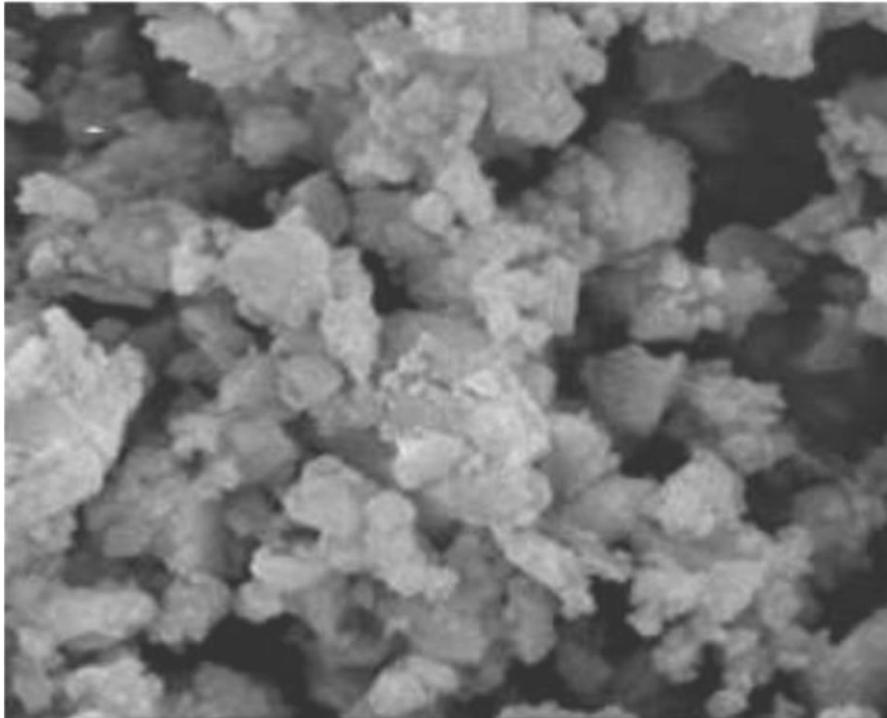
Composition : 93% en masse de fibres végétales (niveau mondial)

Possibilité d'utiliser d'autres additifs chimiques ou minéraux afin d'améliorer les propriétés du papier ou la productivité de la machine à papier.

Les charges minérales

Impact des charges minérales

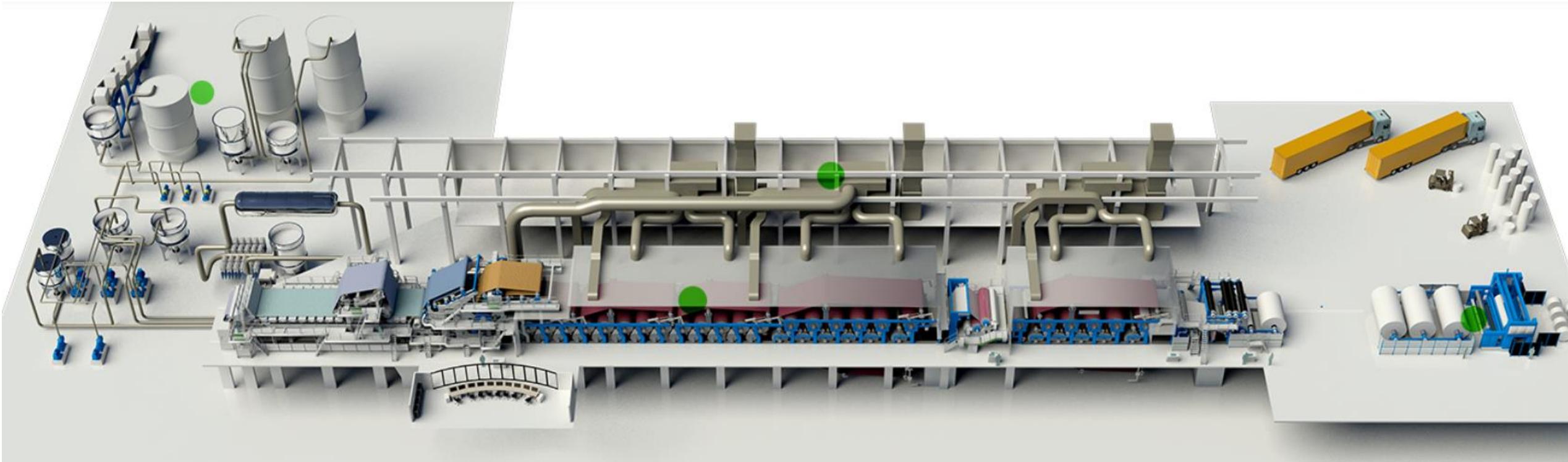
- meilleure imprimabilité,
- meilleure stabilité dimensionnelle
- baisse des coûts de la matière première



**mais diminution des propriétés
mécaniques !!**

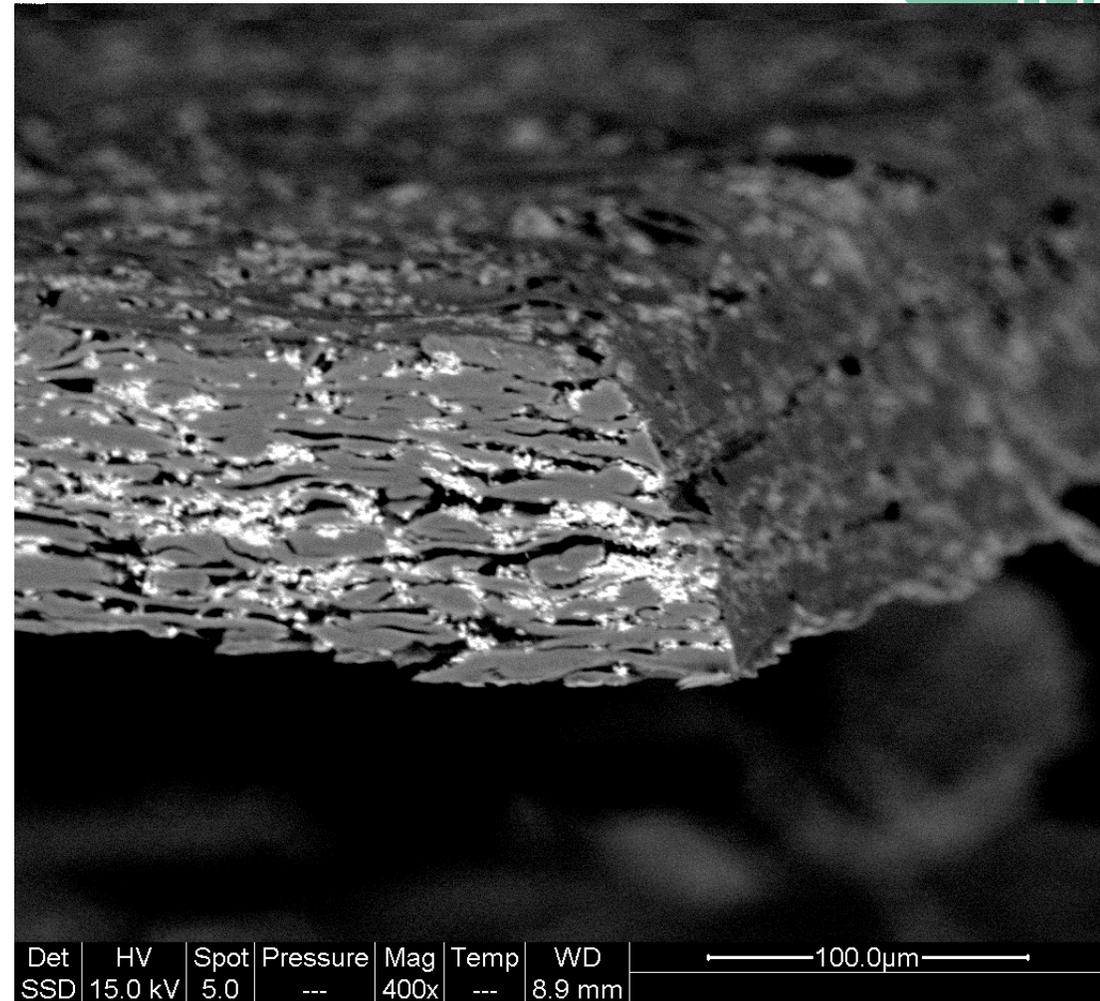
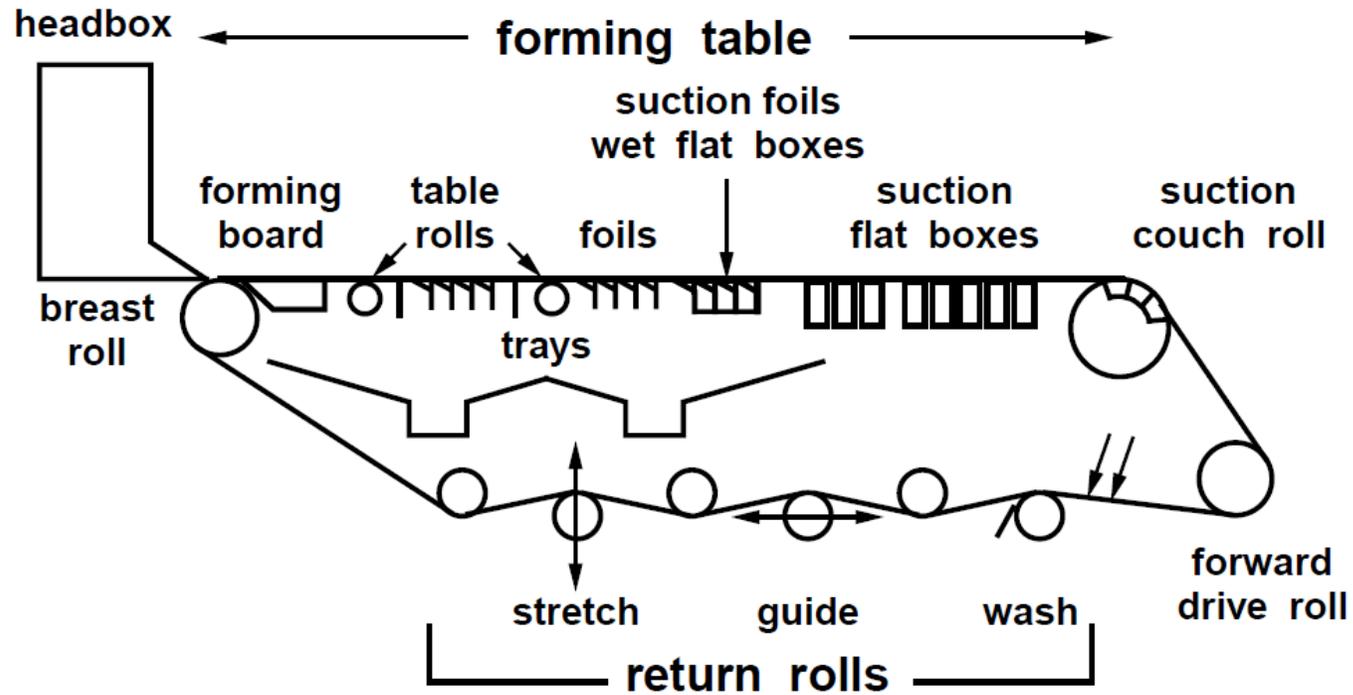
Dioxyde de titane, Kaolin, Talc
carbonate de calcium.

De la fibre au papier



Allimand

Formation de la feuille



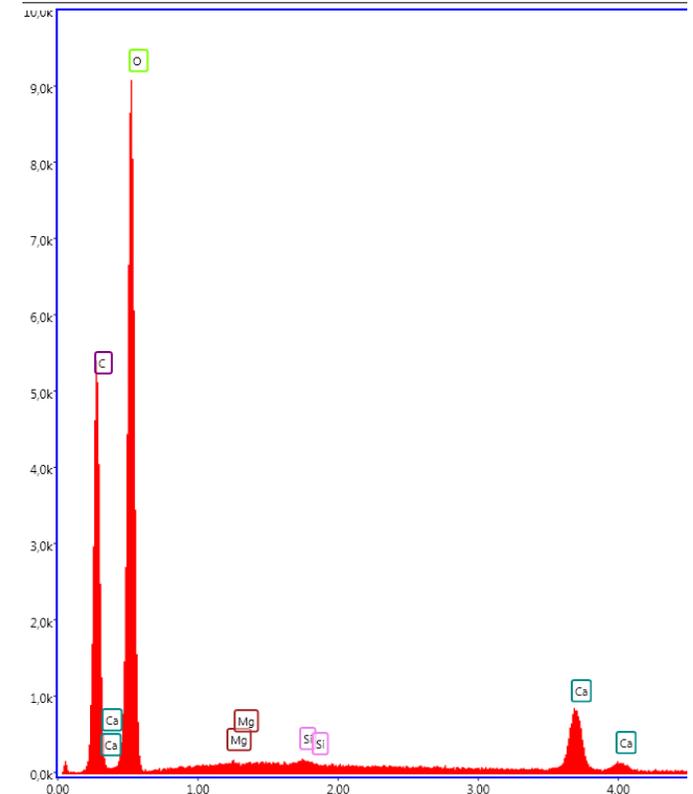
=> Hétérogénéité du matériau à la surface et dans l'épaisseur

Papiers utilisés

Composition fibreuse :

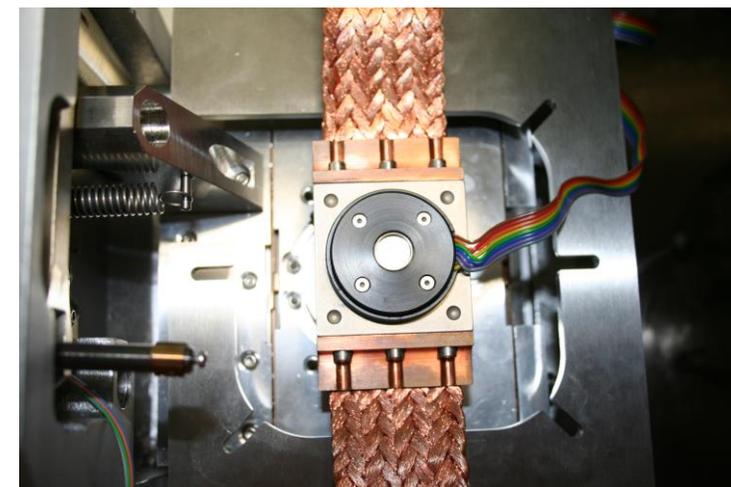
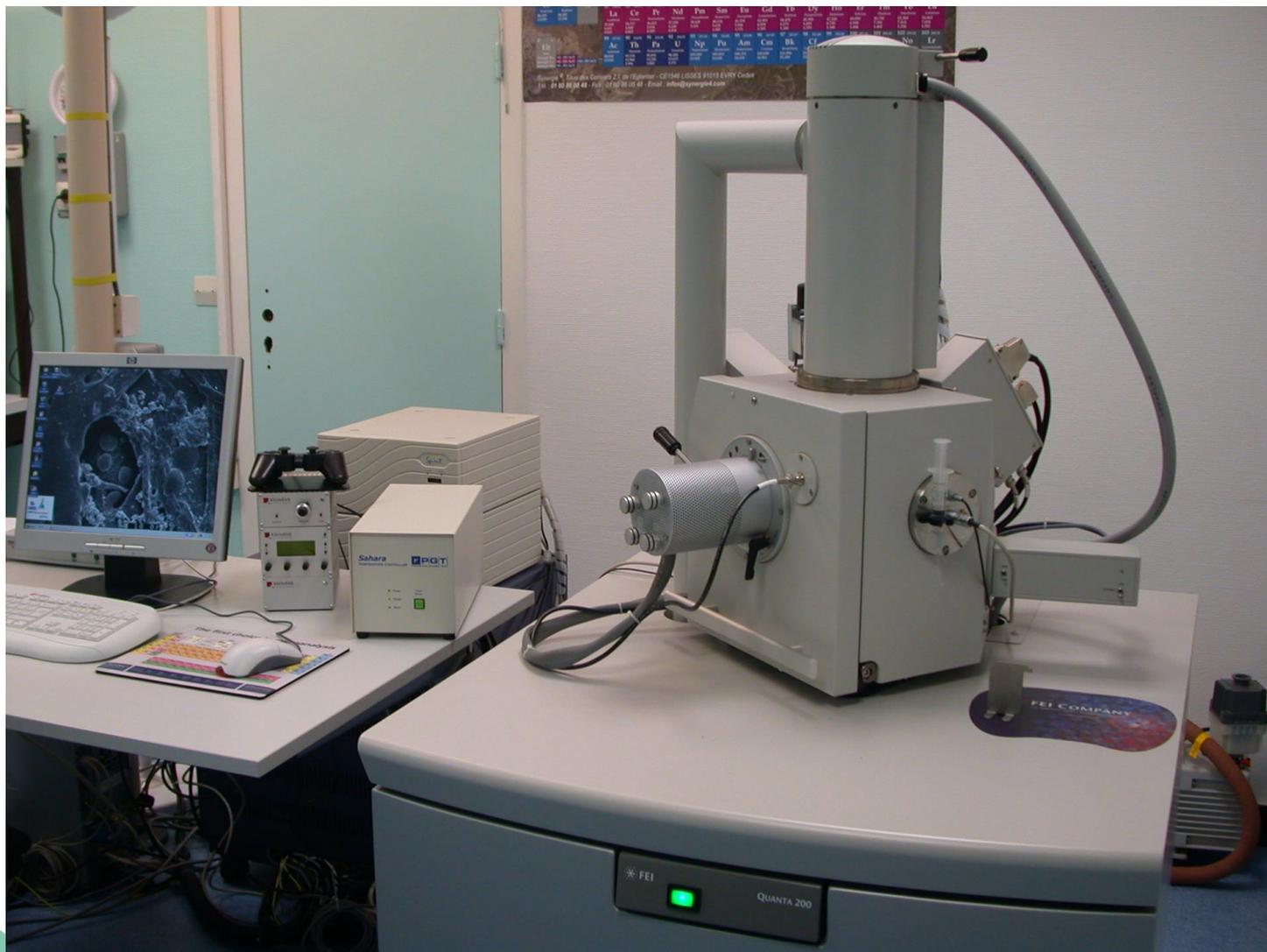
- feuillus en pâte blanchie (60%)
- résineux en pâte blanchie (40%)

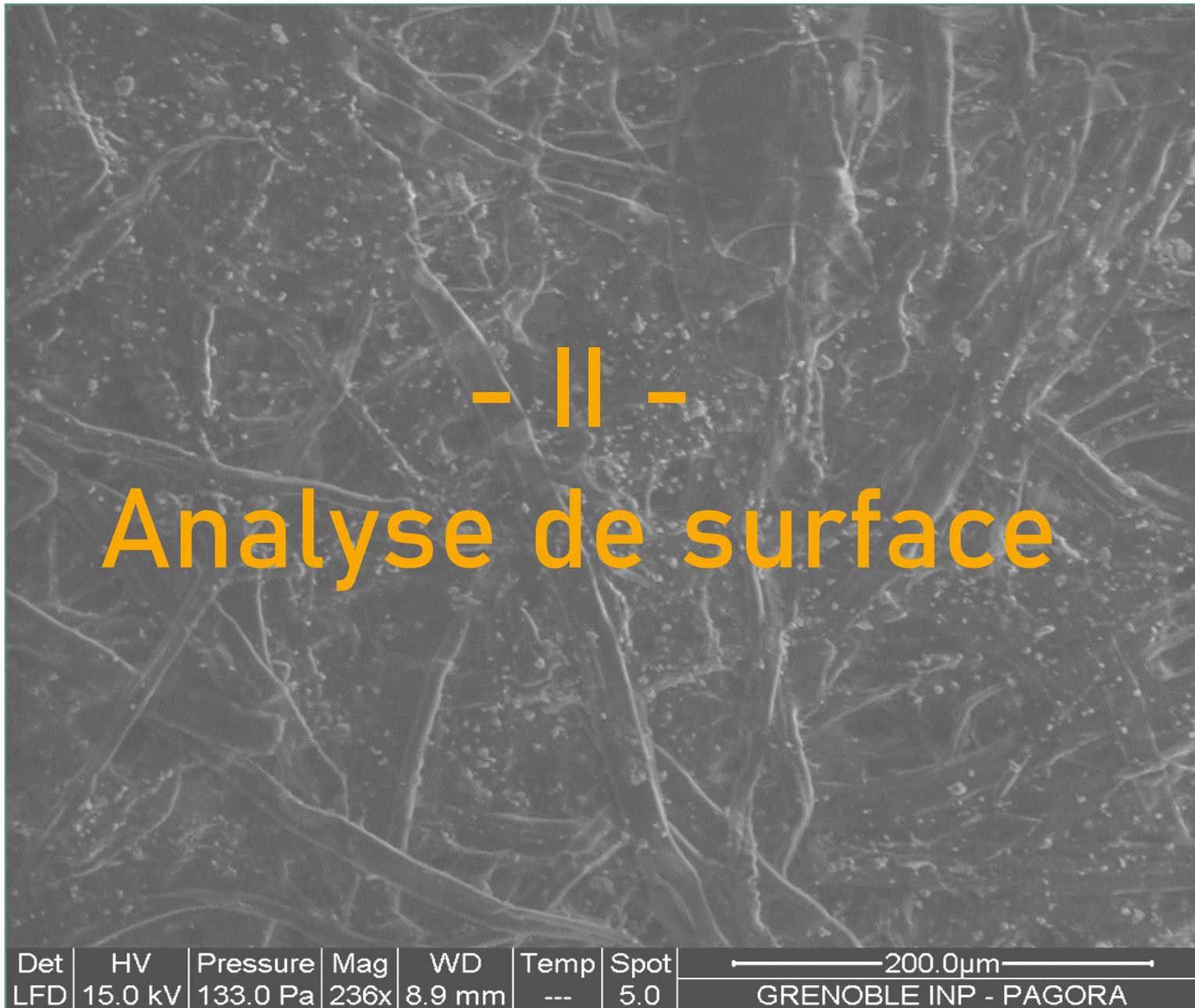
Référence papier	Témoin	Papier 1	Papier 2	Papier 3
Grammage (g.m ⁻²)	74 (±1)	71 (±1)	69 (±1)	74 (±1)
Epaisseur (µm)	110 (±3)	112 (±4)	107 (±2)	114 (±3)
Taux de charge à 525°C (%)	0,5 (±0,5)	5,0 (±0,5)	7,0 (±0,5)	12,5 (±0,5)



Carbonate de calcium

Moyens disponibles au LGP2





Imagerie

Contraste chimique => détection des électrons retro-diffusés

Gain de temps => pas de métallisation => travail à 133 Pa

Temps de prise d'image = 56 s afin de réduire le bruit

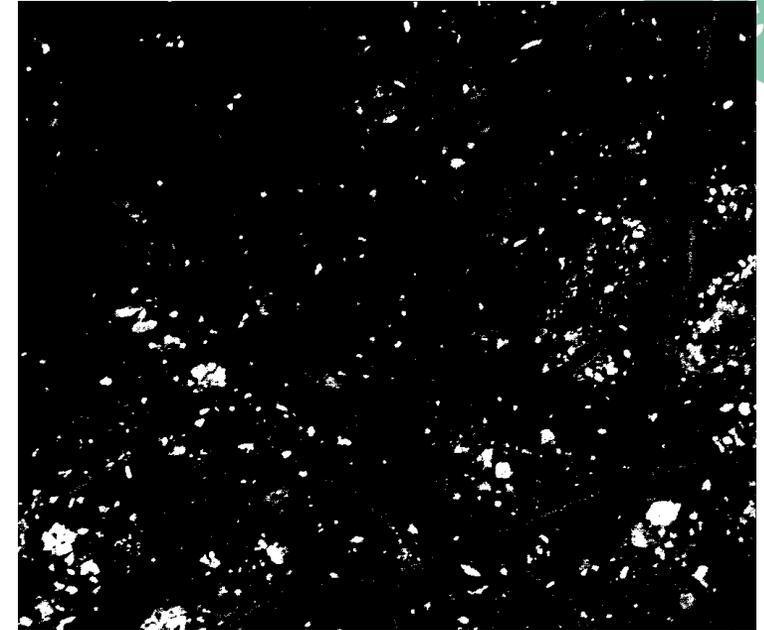
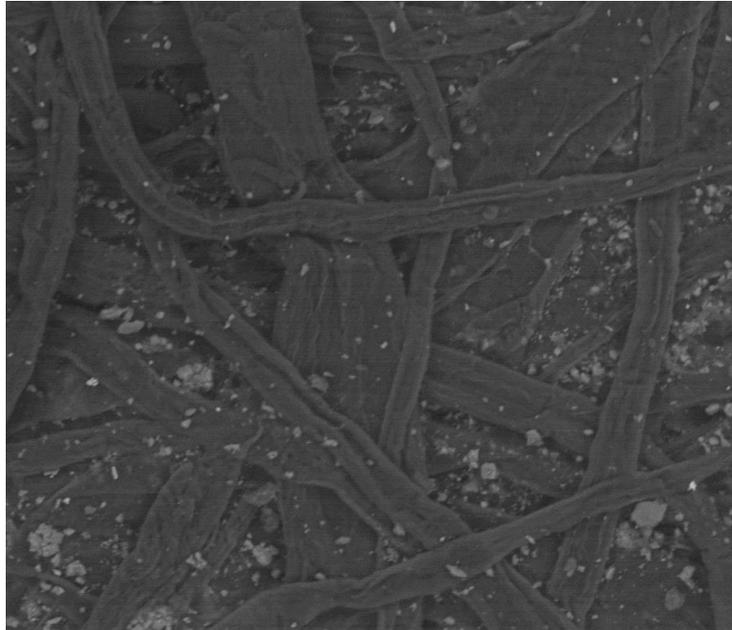
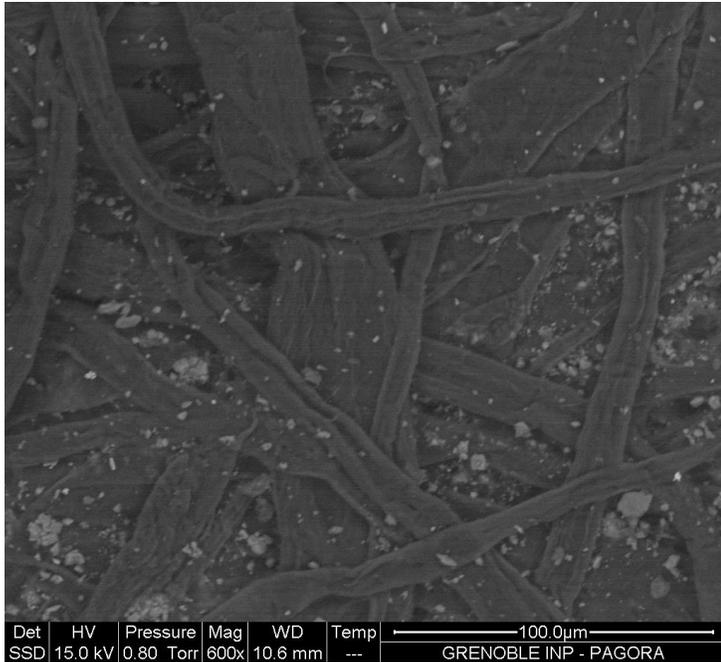
Résolution de l'image = 1024 x 943

Spot size = 4 à 5

Tension d'accélération = 15 kV

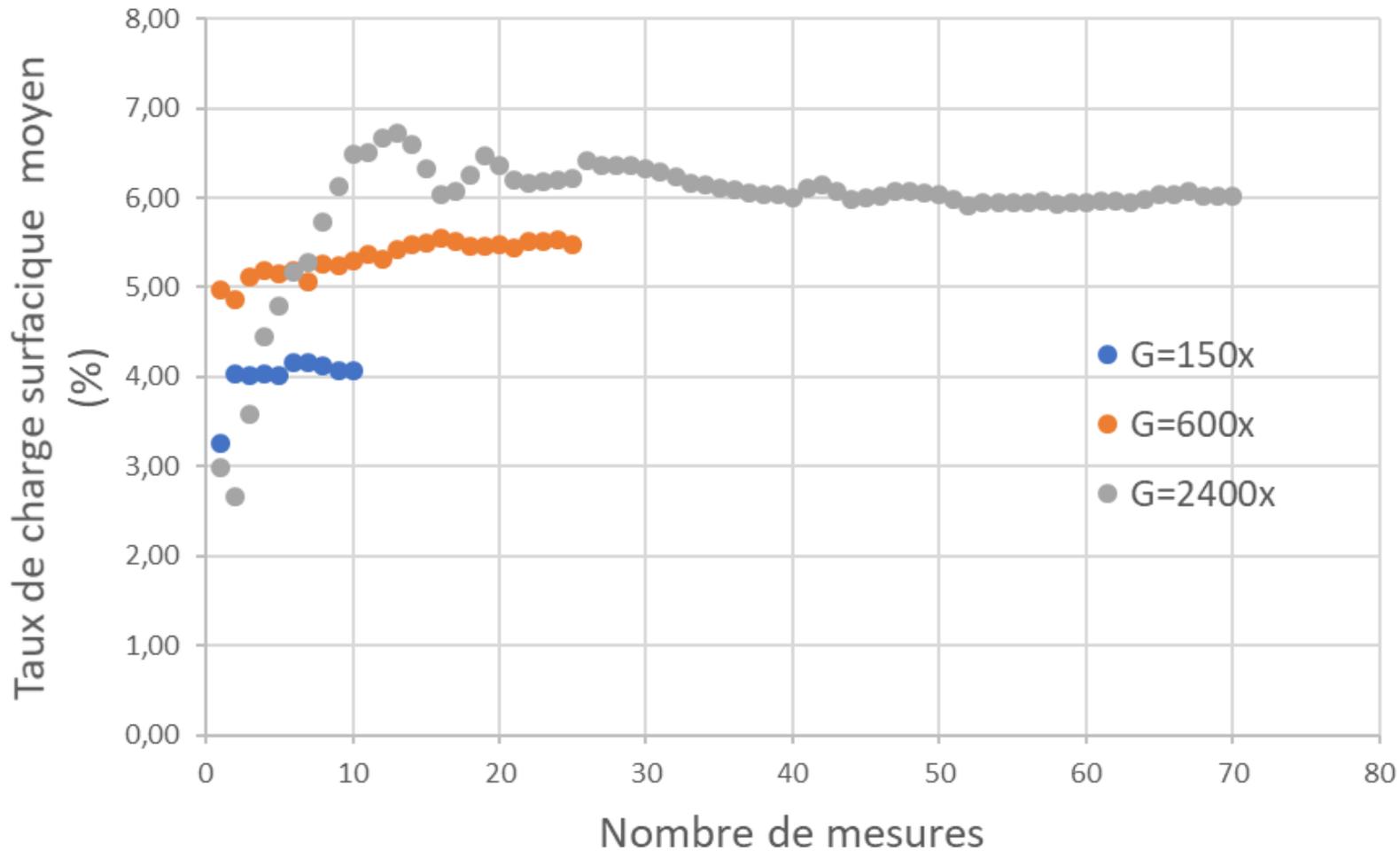
Distance de travail = 10 à 10,5 mm

Protocole d'analyse d'image



$$\text{Taux de charge surfacique} = 100. \frac{\text{nombre de pixels blancs}}{\text{nombre de pixels total}}$$

Choix du grandissement

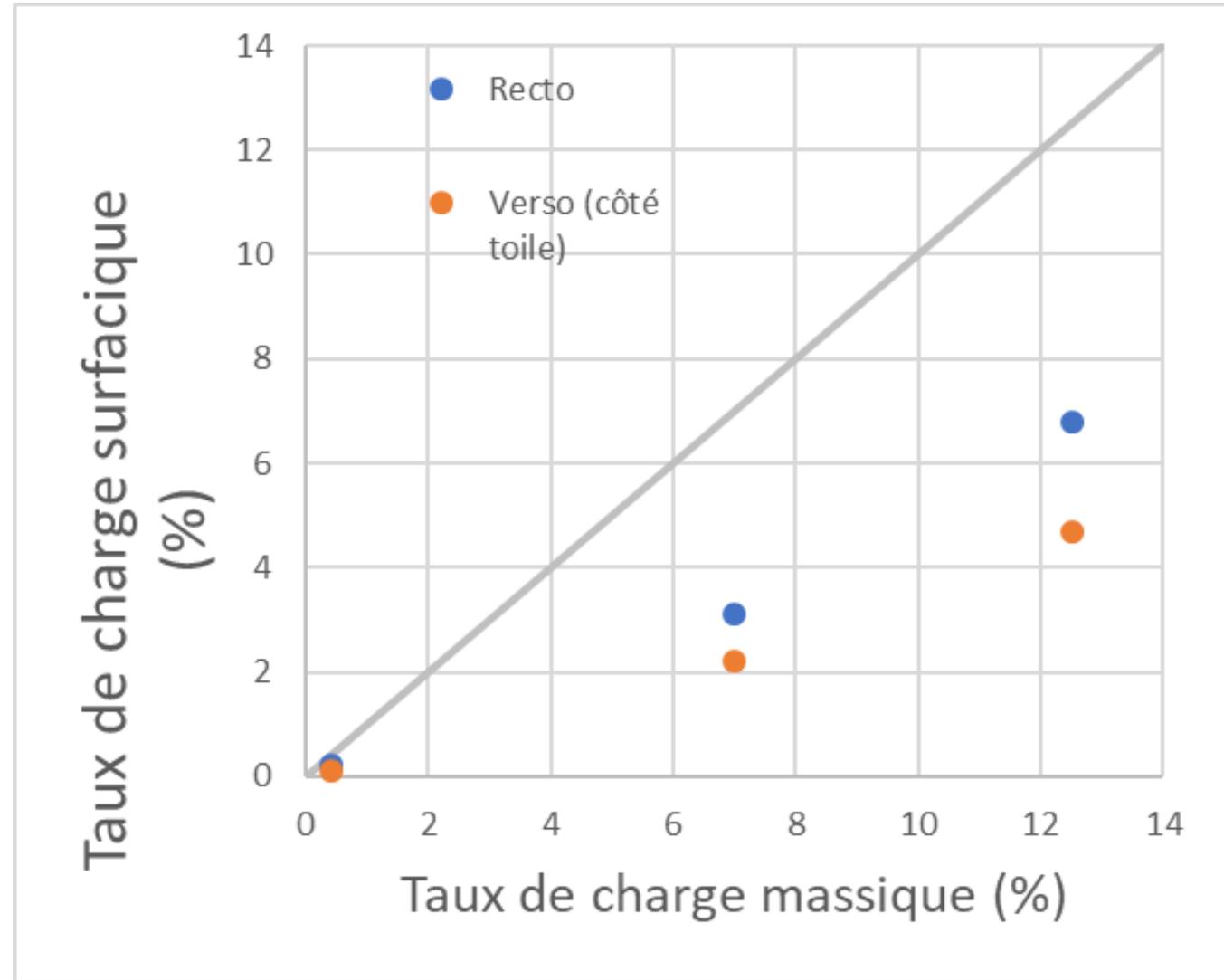


- Si le grandissement est trop faible alors les charges ne sont pas bien détectées.
- Si le grandissement augmente alors il faut un grand nombre d'images à analyser
=> Hétérogénéité du matériau

Grandissement	Nombre d'images à analyser
150	8
600	22
2400	50

Pour l'étude : G = 600 X

Différence recto-verso



Mise en évidence de la perte de charge côté toile.

- III -

Répartition des charges dans l'épaisseur des papiers

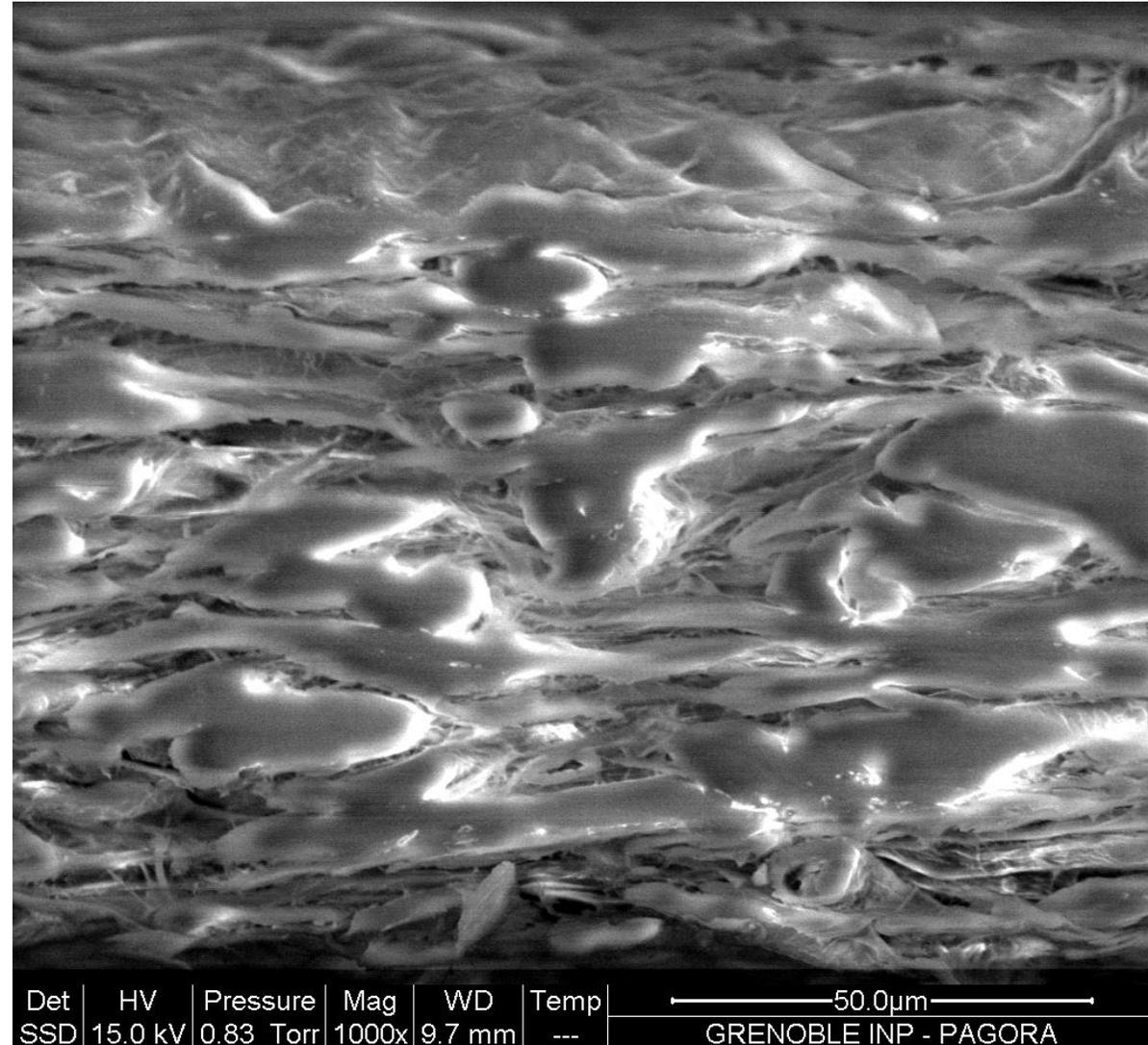
Méthodologie simple

Coupe lame de rasoir

Coupe lame de rasoir entre 2
plastiques.

Travail en mode "faible pression"

=> 110 Pa

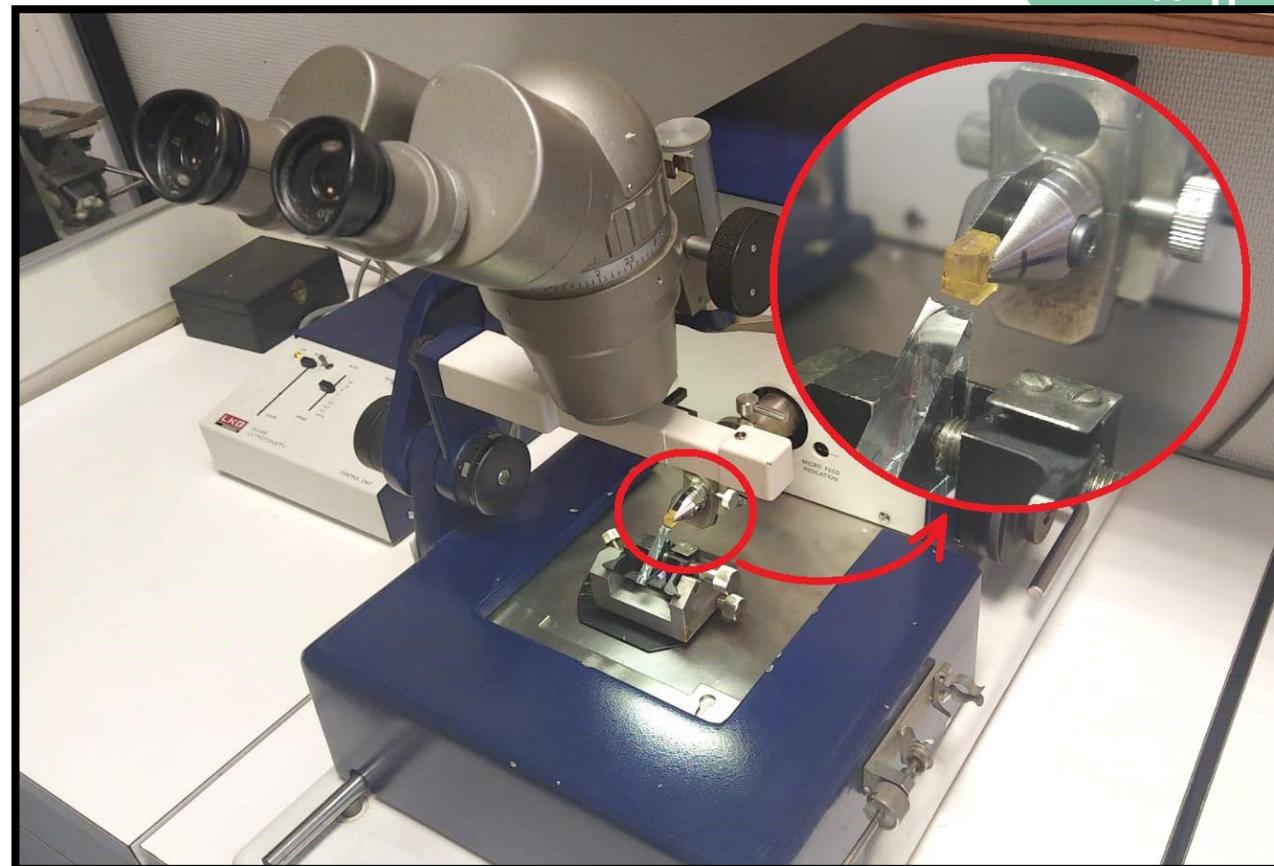


A 133 Pa , artefacts présents => seuillage difficile

Inclusion + microtomie

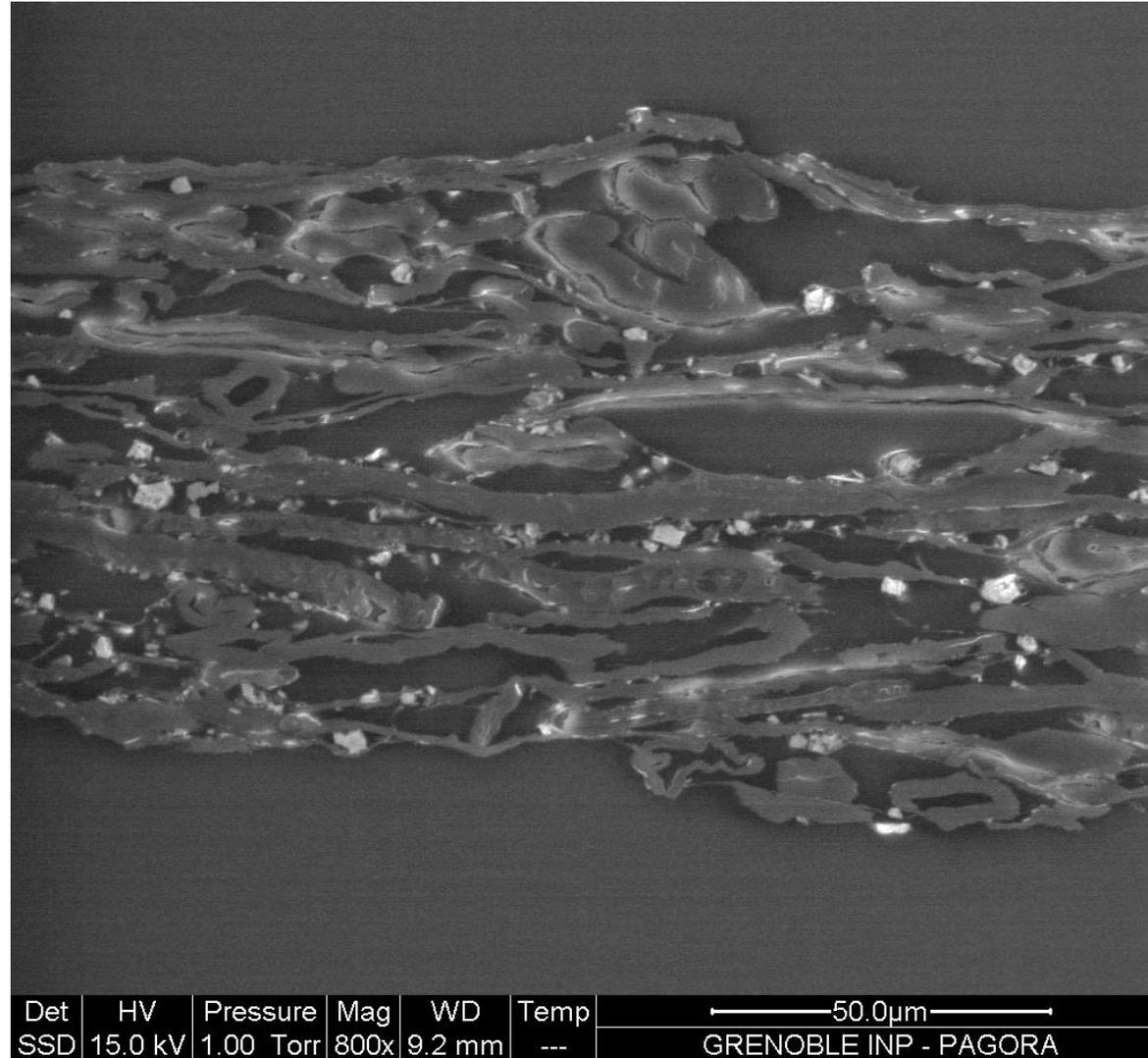
Agar Low Viscosity Resin (LV) Kit – AGR1078

- 48,0 g de résine AGAR 100
- 16,0 g de Nonenyl Succinic Anhydride (durcisseur)
- 36,0 g de Methyl Nadic Anhydride (durcisseur)
- 2,5 g de Benzyl Dimethylamine (accélérateur)



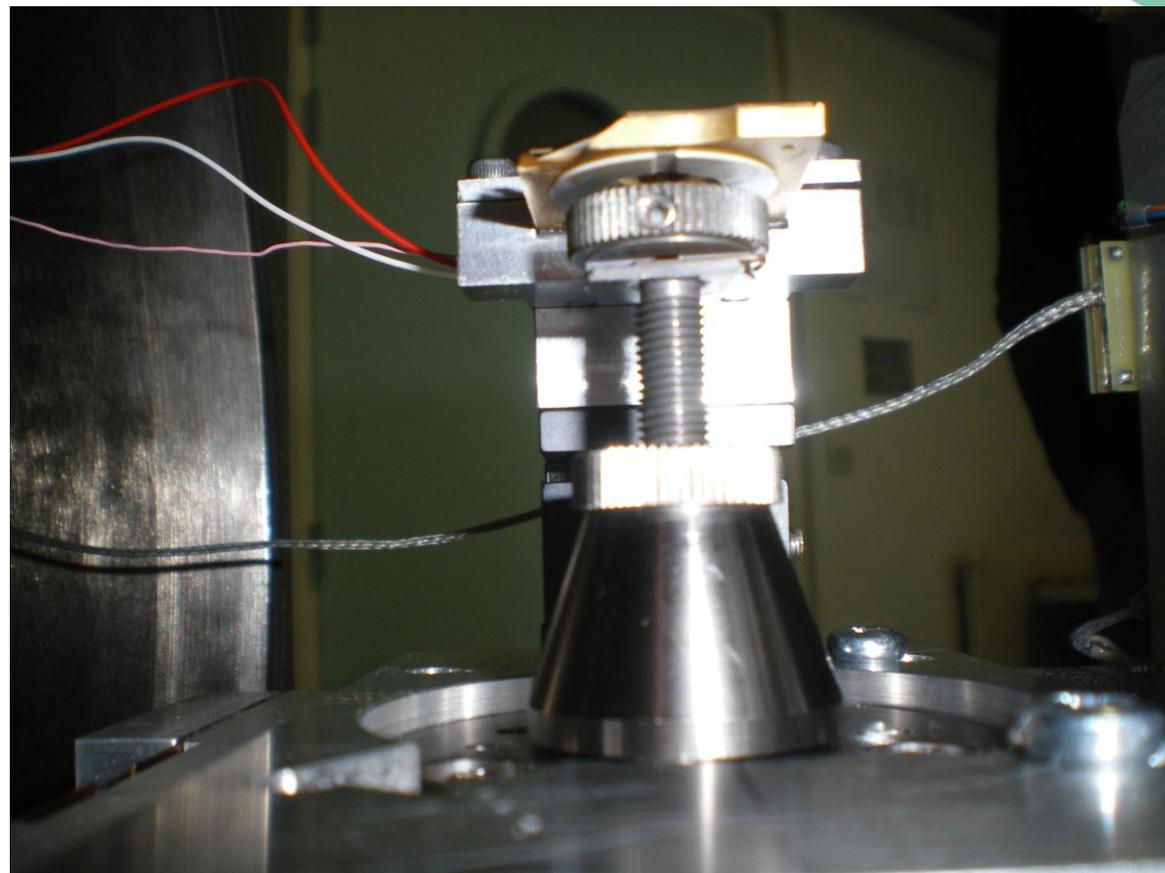
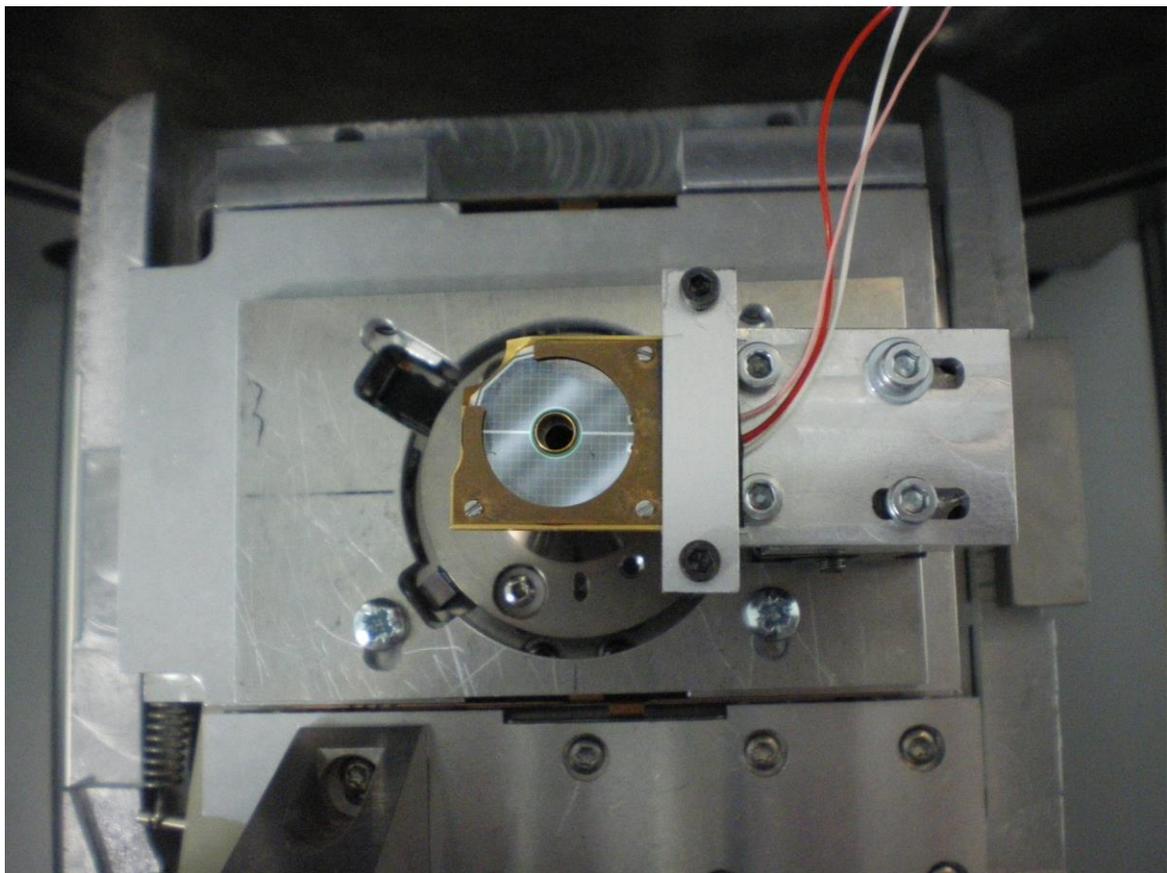
Inclusion + microtomie

Bloc d'inclusion

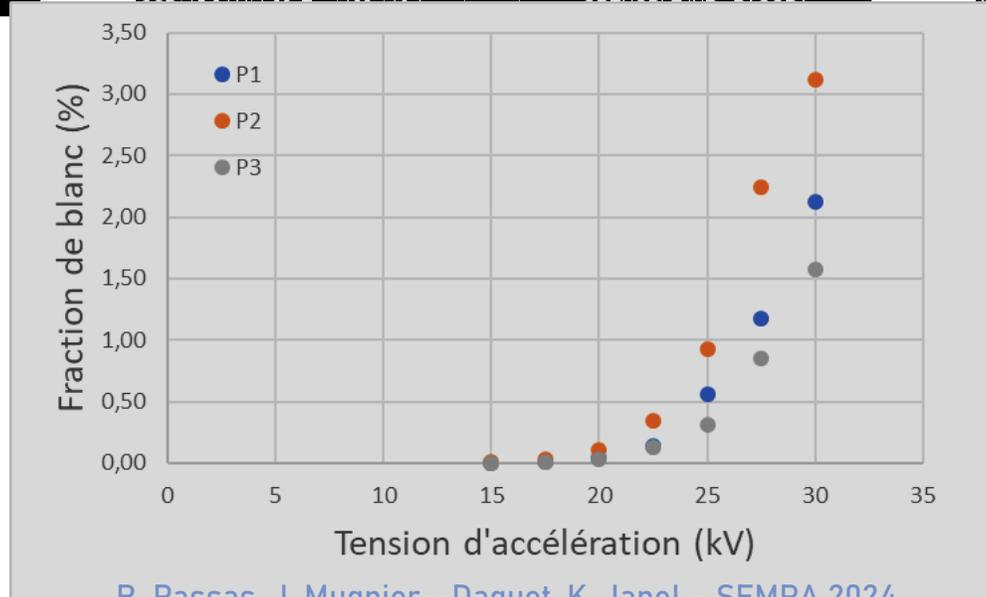
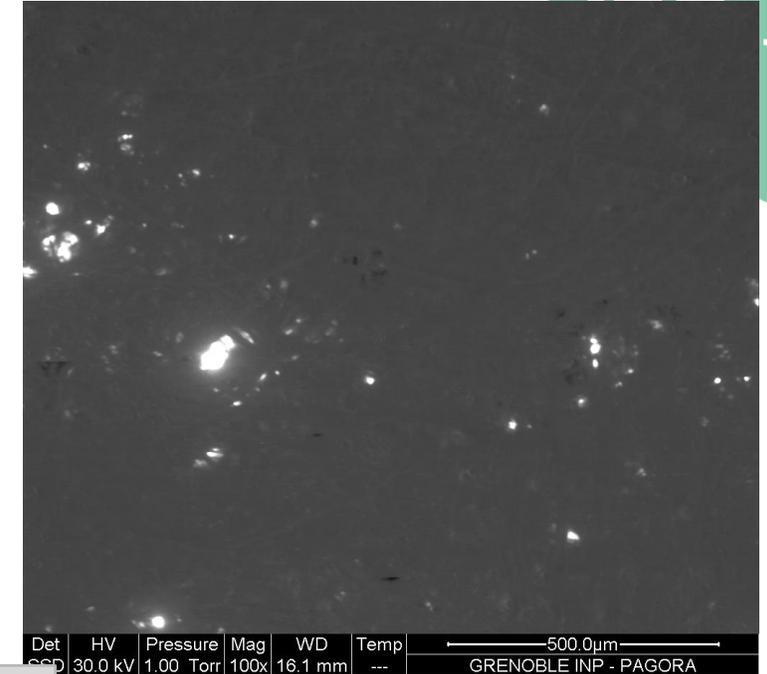
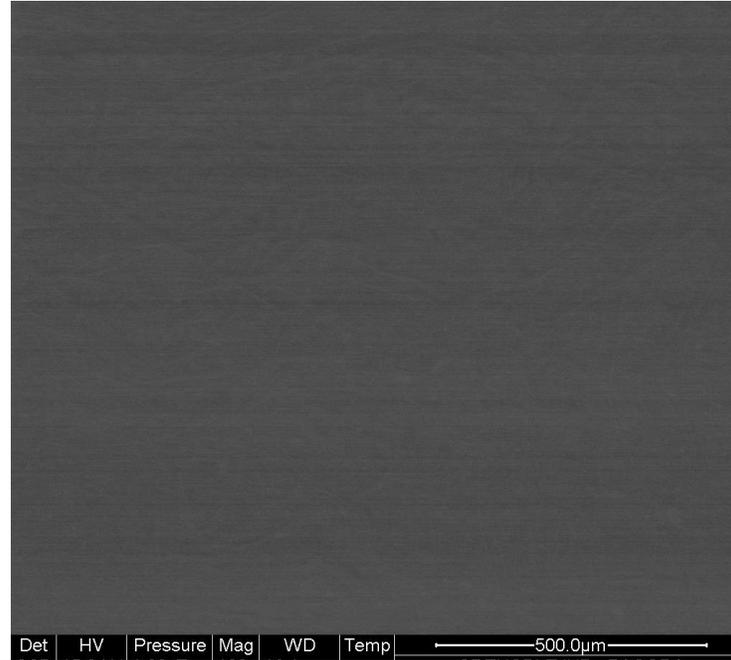
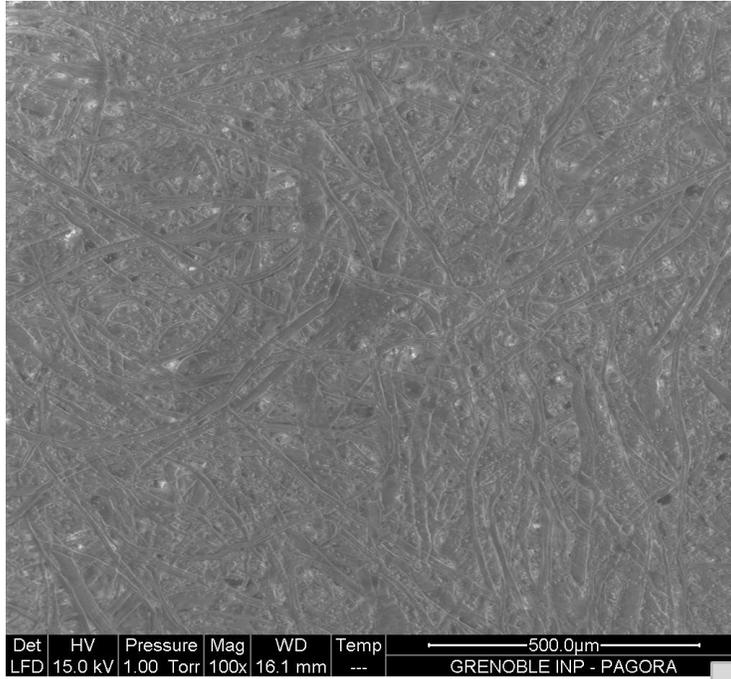


Artefacts => seuillage difficile

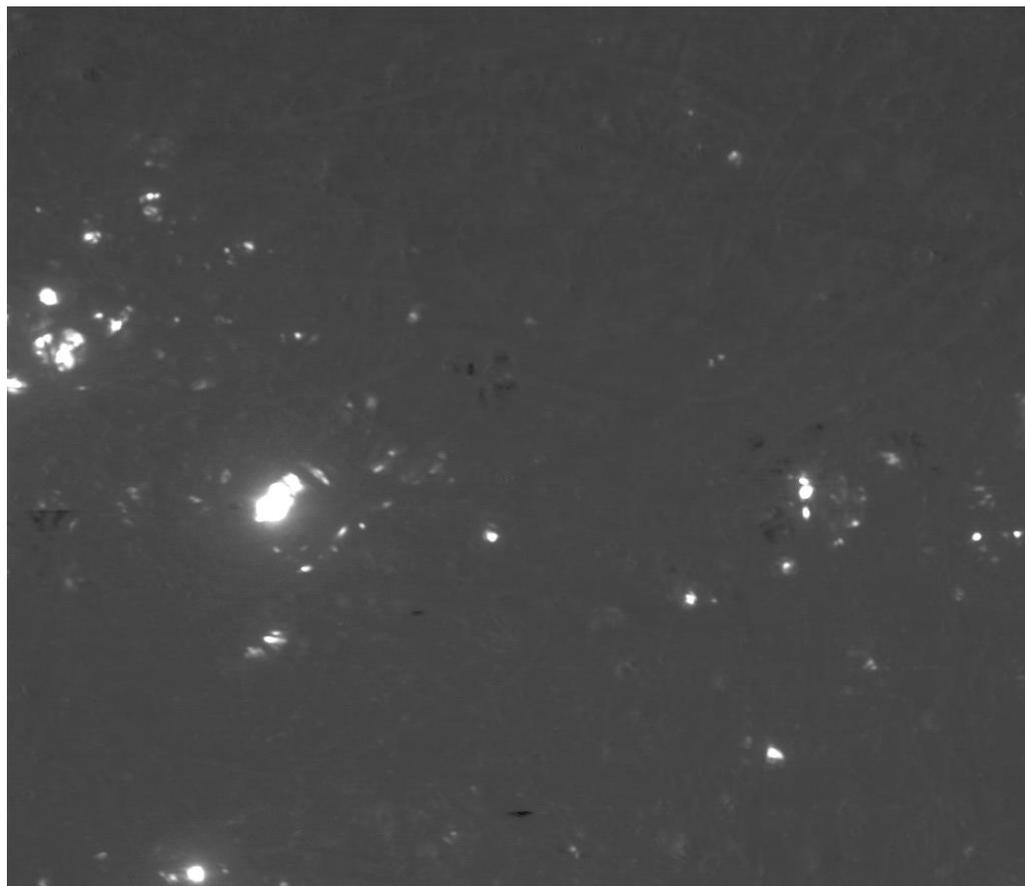
Idée : le STEM



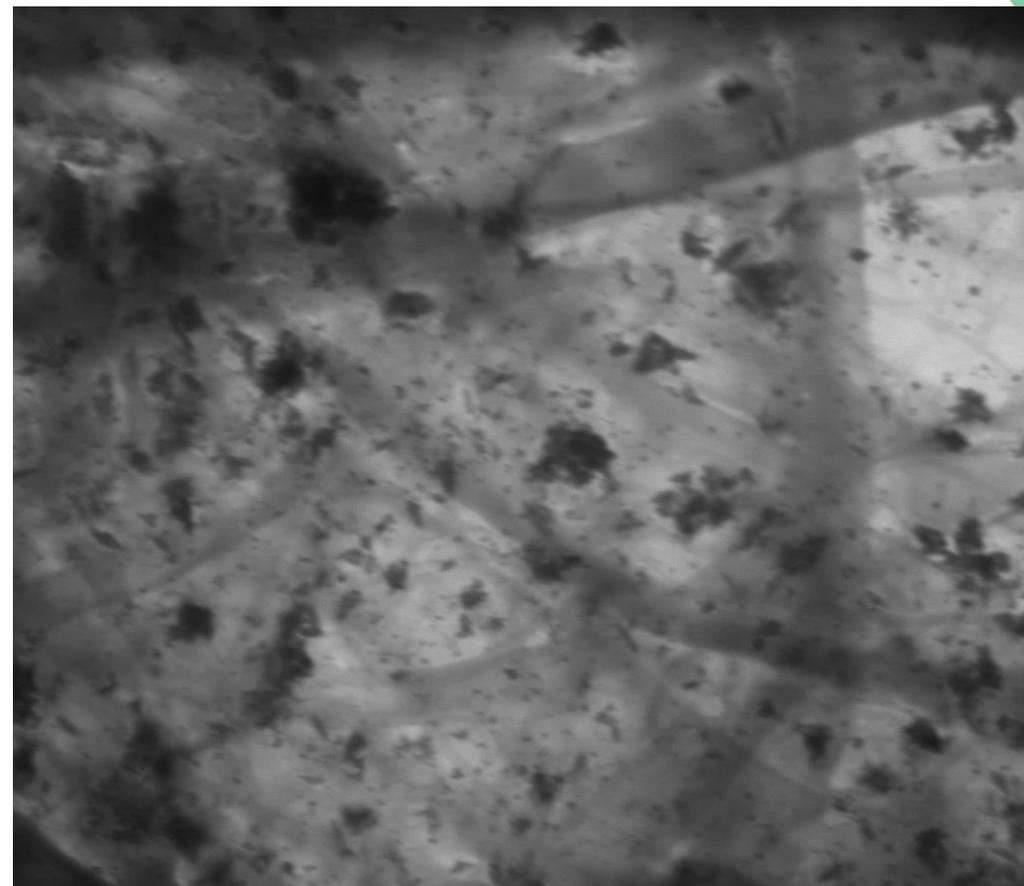
STEM => Tension d'accélération



Compréhension des contrastes



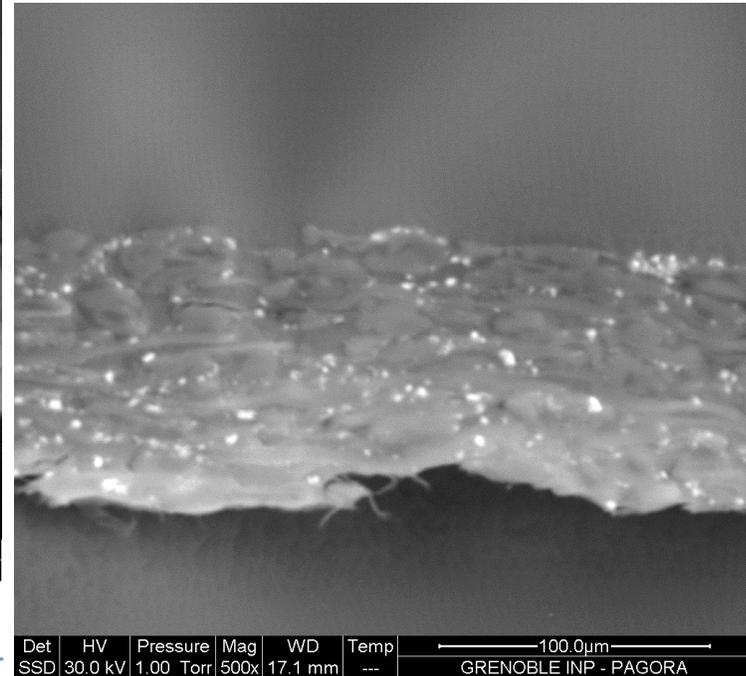
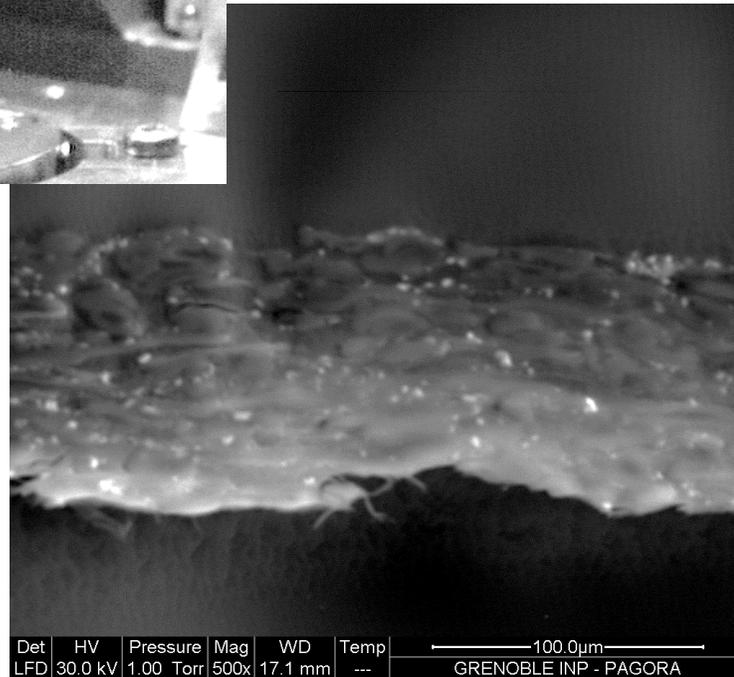
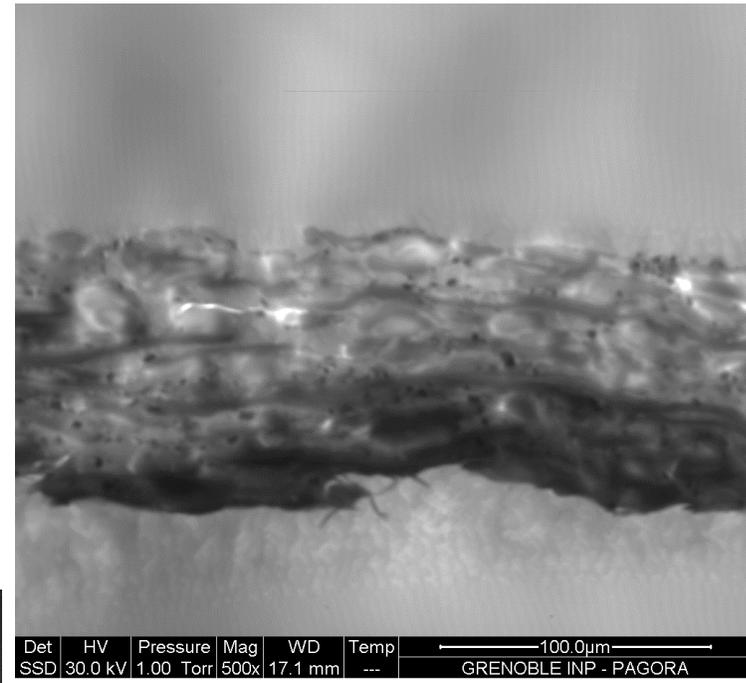
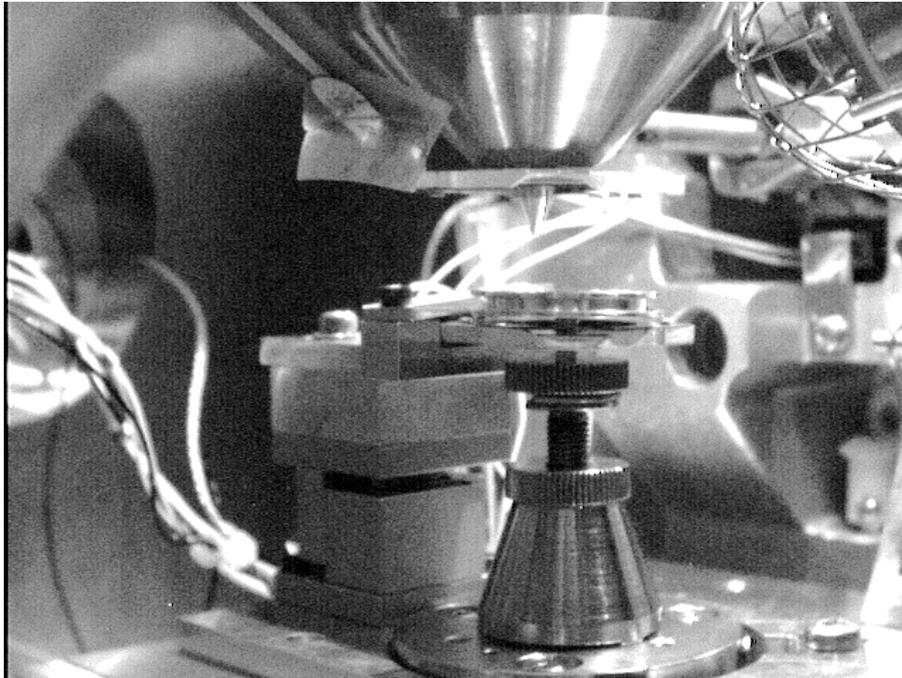
Det	HV	Pressure	Mag	WD	Temp	500.0µm	
SSD	30.0 kV	1.00 Torr	100x	16.1 mm	---	GRENOBLE INP - PAGORA	



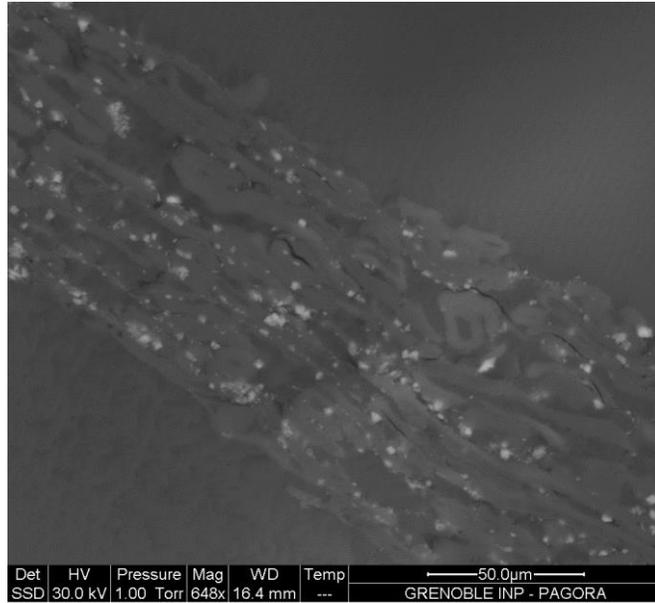
HV	Spot	Mag	Det	Pressure	Temp	WD	20.0µm	
30.0 kV	4.6	2400x	SSD	1.00 Torr	---	9.0 mm	GRENOBLE INP - PAGORA	

Papiers trop épais => nouvelle idée

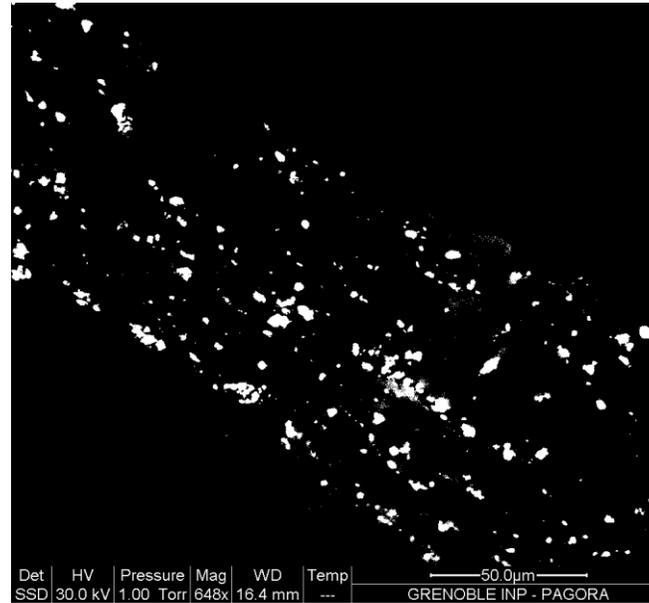
STEM sur les coupes



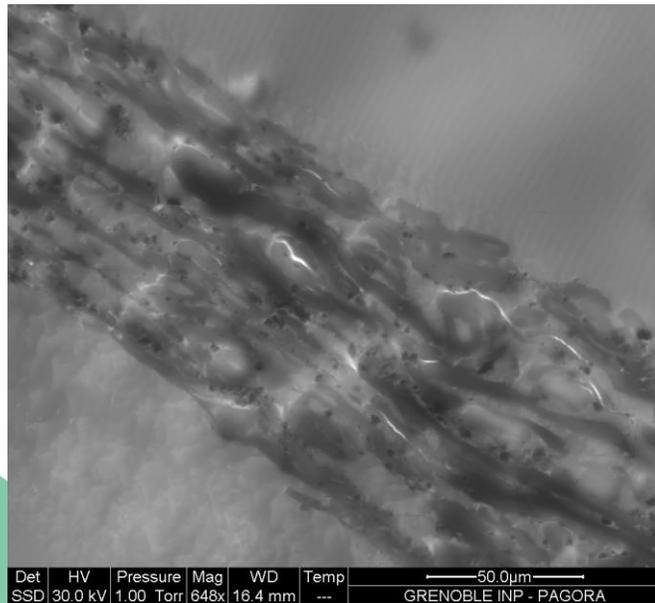
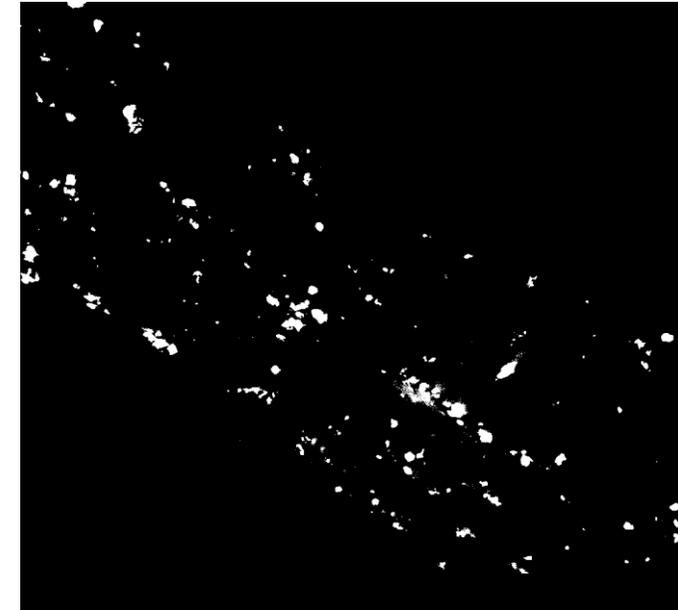
STEM sur coupes



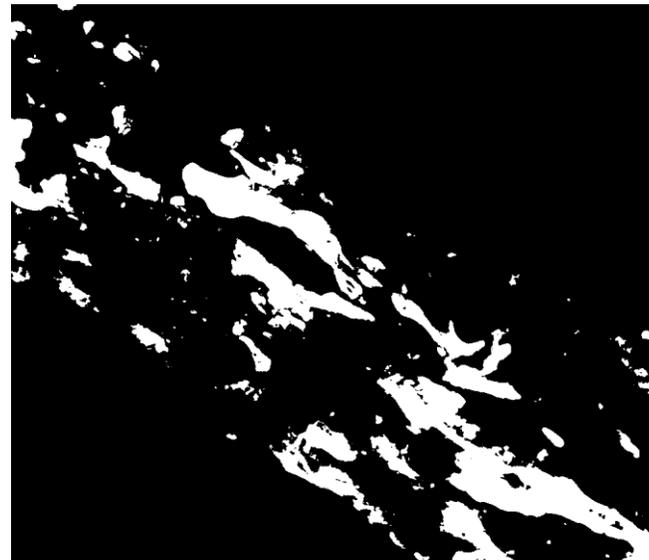
seuillage



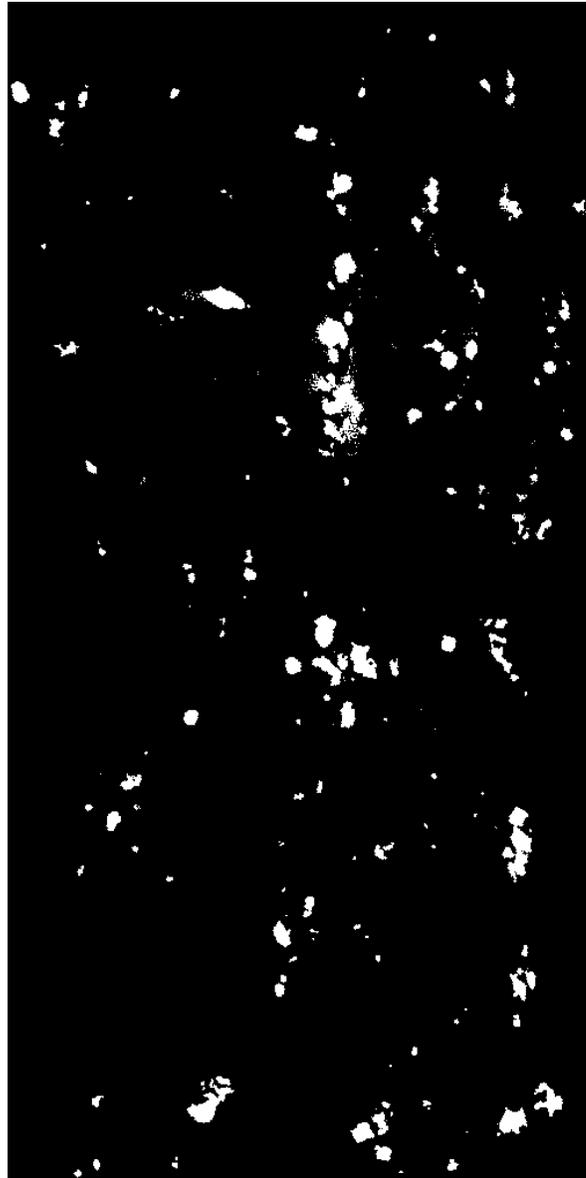
And



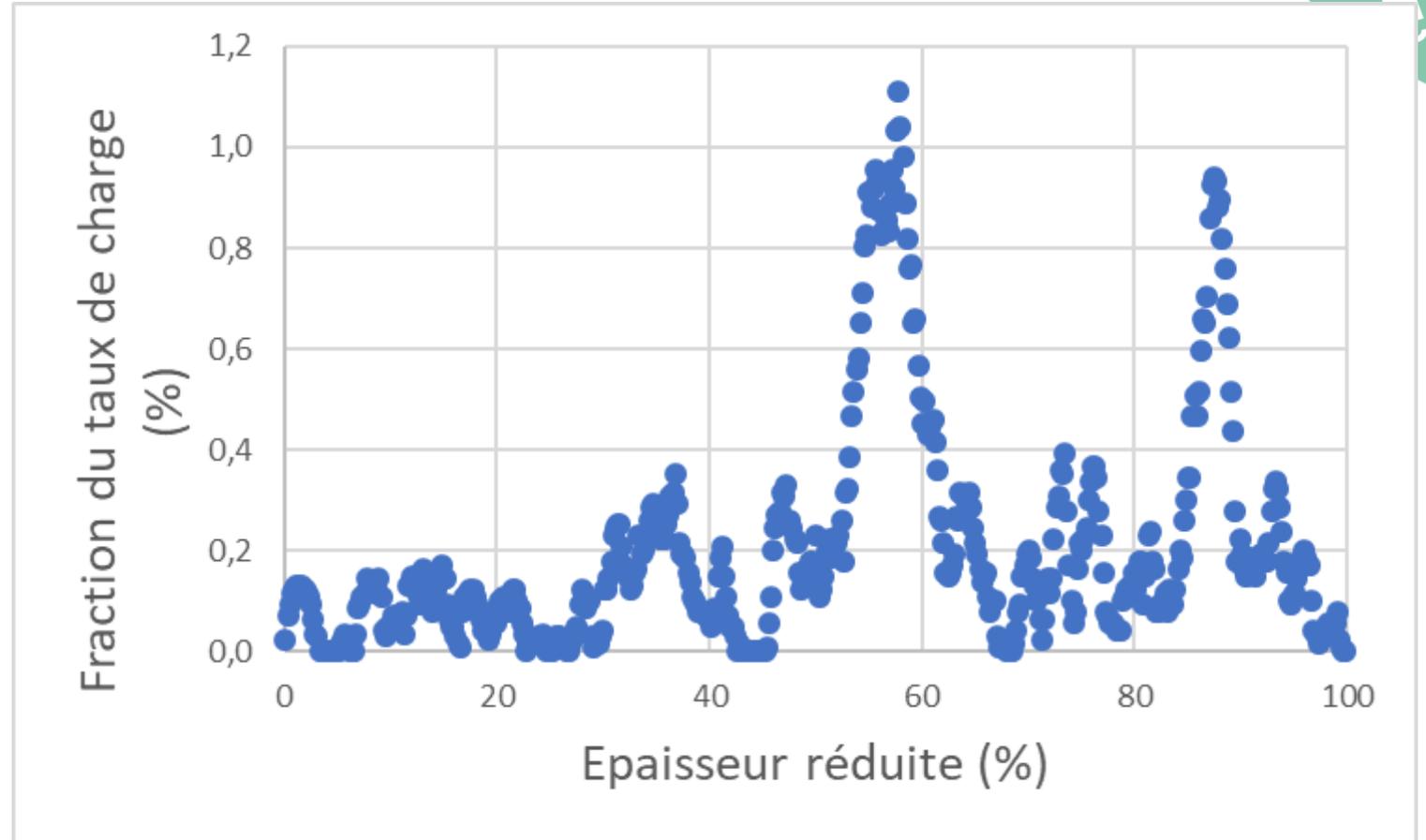
seuillage



STEM sur coupes



Projection sur l'axe de l'épaisseur



0% Epaisseur 100%

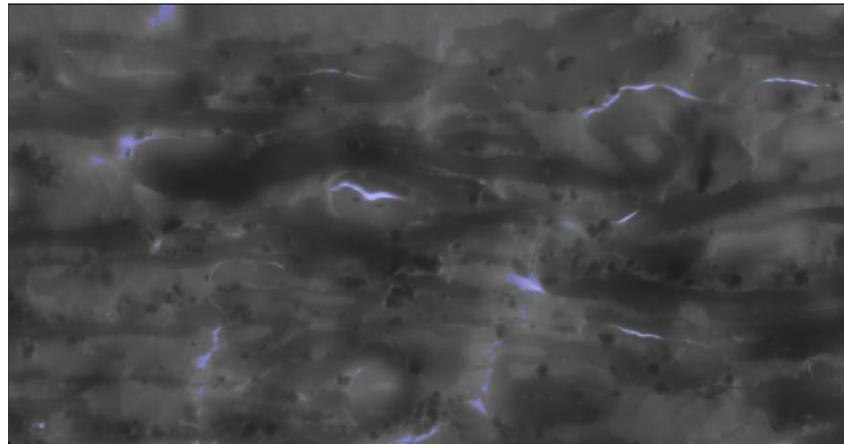
Gestion des variations d'épaisseur sur une image ?

STEM : taux de charge

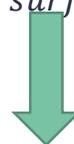
$$Taux\ de\ charge\ massique\ (\%) = 100 \cdot \frac{masse\ de\ charge}{masse\ fibre + masse\ de\ charge}$$

Image de la répartition des charges => surface papier + surface charge

Seuillage image STEM (particule blanc) => zone où il n'y a pas de paroi fibreuse ni de charge



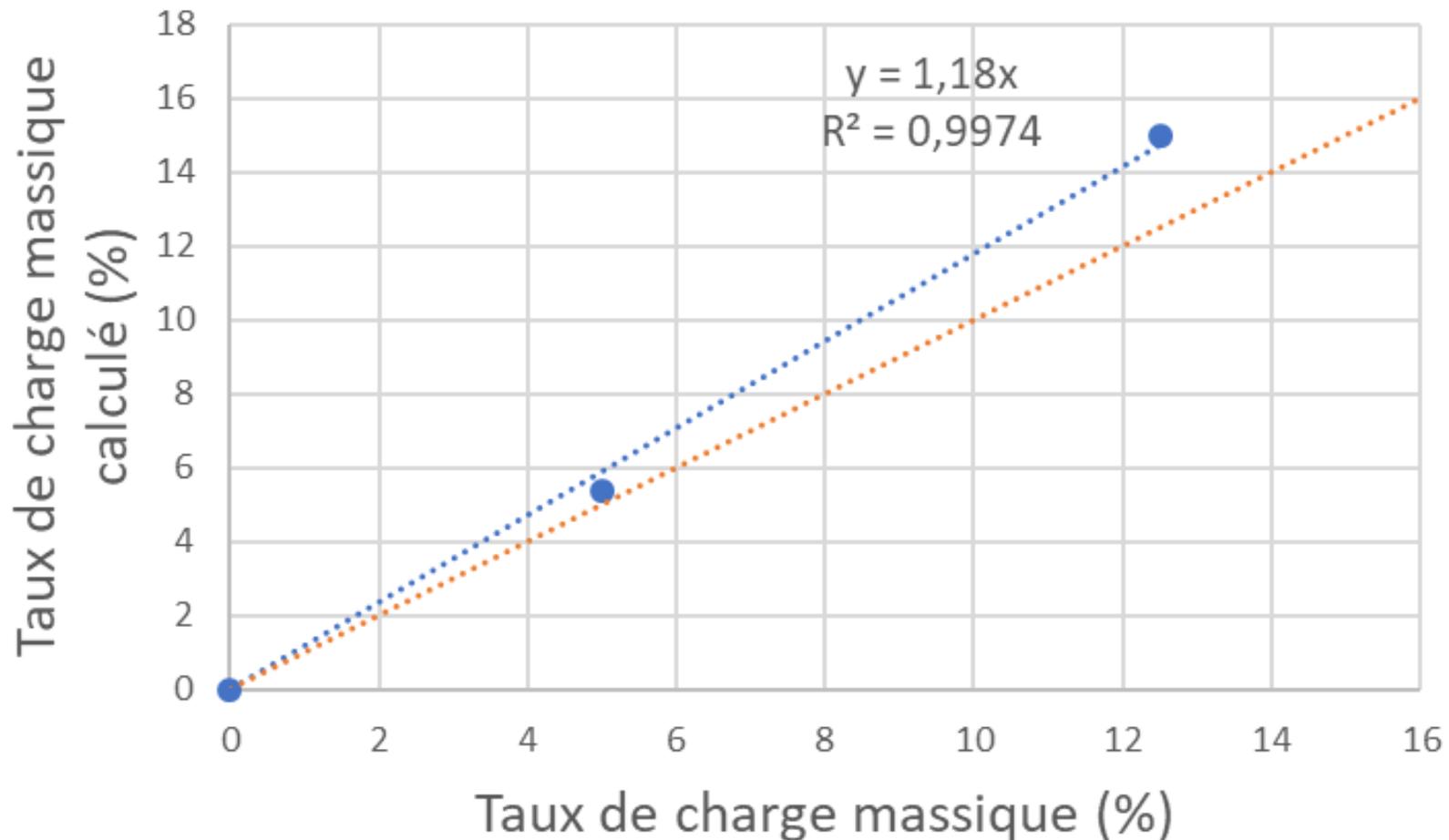
$$T_{charge\ massique}\ (\%) = 100 \cdot \frac{N_{px\ charge} \cdot M_{surfacique\ charge}}{N_{px\ charge} \cdot M_{surfacique\ charge} + N_{px\ fibre} \cdot M_{surfacique\ fibre}}$$



Solveur => **détermination des masses surfaciques**

STEM : taux de charge

masse surfacique charge =	1,262
masse surfacique fibre =	1,054



Rapport masse surfacique
1,2
Rapport masse volumique
1,8

**A ne pas
rater**

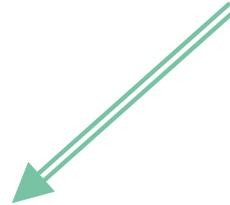


- IV -

Conclusions Et perspectives

Principaux résultats

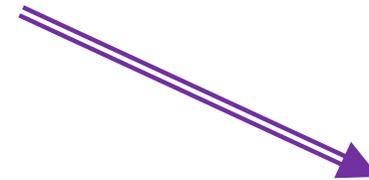
Préparation des échantillons



Utilisation de l'imagerie STEM



Protocole d'analyse automatique de détermination de taux de charge et de la répartition des charges dans l'épaisseur du matériau.



Utilisation de l'IA
(à évaluer)

Perspectives

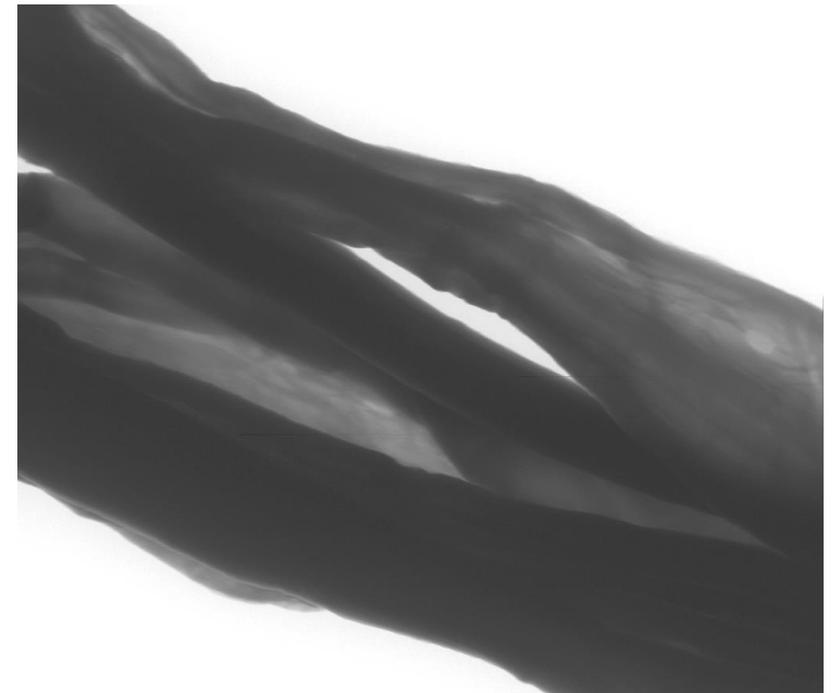
Liaisons inter-fibres

Est-on capable de savoir si les fibres sont en contact ou non ?

10 kV

30 kV

Caractérisation de l'endommagement de l'ultra-structure des fibres



HV	Spot	Mag	Det	Pressure	Temp	WD	Scale
30.0 kV	5.0	1200x	SSD	1.00 Torr	---	9.7 mm	20.0µm

GRENOBLE INP - PAGORA

Merci pour votre attention ...



... merci aux organisateurs,
... merci à Christine,

et très bonne future retraite à Olivier.

Det	HV	Pressure	Mag	WD	Temp	50.0 μm
SSD	15.0 kV	1.00 Torr	800x	9.2 mm	---	

GRENOBLE INP - PAGORA