

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

21 Numéro de dépôt: 86402533.3

51 Int. Cl.⁴: **D 21 C 9/147**
B 01 F 5/00

22 Date de dépôt: 14.11.86

30 Priorité: 15.11.85 US 798286
18.04.86 CA 507000

43 Date de publication de la demande:
24.06.87 Bulletin 87/26

84 Etats contractants désignés:
AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

71 Demandeur: **CANADIAN LIQUID AIR LTD AIR LIQUIDE**
CANADA LTEE
1155, Sherbrooke Street, West
Montreal Quebec, H3A 1H8(CA)

72 Inventeur: **Perkins, Arthur S.**
76 Marie Place
Morega California(US)

72 Inventeur: **Davidson, Jack A.**
2611 N.E. 113 th Street
Vancouver Washington(US)

72 Inventeur: **Gum Hong Lee, Robert**
3464, Avenue du Musée
Montréal Québec(CA)

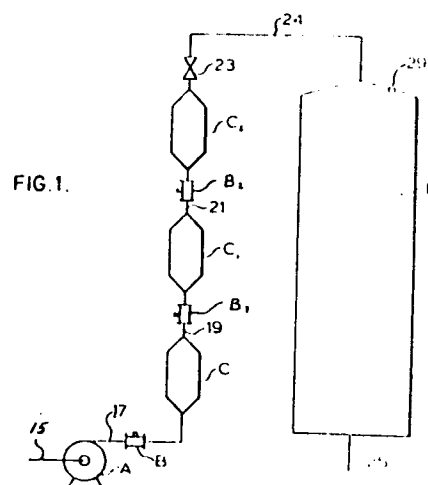
72 Inventeur: **Horney, Derek**
152 Beacon Hill Road
Beaconsfield Québec(CA)

74 Mandataire: **Bouton Neuvy, Liliane et al,**
L'Air liquide, Société Anonyme pour L'Etude et
L'Exploitation des Procédés Georges Claude 75, Quai
d'Orsay
F-75321 Paris Cedex 07(FR)

54 Procédé et appareil pour le blanchiment de la pâte à papier.

57 Dans ce procédé, on fait réagir de l'oxygène avec une suspension de pâte cellulosique ayant une consistance de 8 à 16% pour effectuer la délignification ou le blanchiment. La suspension est additionnée d'oxygène dosé par paliers en introduisant un courant de cette suspension sous pression dans un système réactionnel composé de plusieurs étages. Dans chaque étage, le courant circule d'abord dans une section restreinte essentiellement non obstruée (B, B₁, B₂, etc.) dans laquelle il acquiert une vitesse suffisante pour lui donner un écoulement liquide turbulent et il circule ensuite dans une section élargie (C, C₁, C₂, etc.) dans laquelle il acquiert une vitesse appropriée pour donner un écoulement bouchon. Dans chaque étage, on introduit de l'oxygène dans l'écoulement de liquide sous pression sous la forme d'une grande quantité de fines bulles pour disperser ces bulles dans tout le courant liquide, de sorte que l'oxygène soit mis en contact intime avec la pâte qui s'écoule en bouchon pour réagir avec cette pâte. La suspension traitée est récupérée dans l'étage final.

Plusieurs variantes de diffuseurs fluidiseurs (B) sont décrites.



DESCRIPTION

L'invention concerne la dispersion et la dissolution d'un gaz ou de plusieurs gaz dans une suspension de pâte.

Elle concerne plus particulièrement un procédé dans lequel on disperse de l'oxygène dans une pâte de cellulose en tant qu'agent de délignification ou de blanchiment, pour réduire la quantité de produits chimiques plus coûteux utilisés pour ces traitements.

On a déjà effectué un travail considérable sur l'utilisation de l'oxygène conjointement avec d'autres produits chimiques, ainsi que ceci ressort du compte rendu d'un Symposium de l'Association Technique de l'Industrie de la Pâte et du Papier ("Technical Association of the Pulp and Paper Industry Inc.") (TAPPI) qui s'est tenu en Novembre 1984 et a été exclusivement consacré à la délignification et au blanchiment de la pâte chimique par l'oxygène, l'ozone et le peroxyde d'hydrogène.

Le président du Symposium a souligné que la chimie de cette nouvelle technologie était relativement complexe et mal connue et qu'elle représentait des domaines de recherche extrêmement intéressants du point de vue scientifique. Les principes classiques actuels d'élimination de la lignine ne sont plus valides. Bien que la commercialisation soit en cours, la chimie de base de ces procédés n'est pas largement connue.

On recherche dans l'utilisation de l'oxygène, un moyen d'introduction de ce gaz dans la suspension de pâte pour obtenir une bonne dispersion en vue d'une dissolution conduisant à la délignification ou au blanchiment. Selon un dispositif de mélange, on utilise des malaxeurs à grande vitesse, compliqués et coûteux, tels que ceux décrits dans les brevets U.S. n° 4 295 925, 4 295 926, 4 295 927, 4 298 426 et 4 198 427. Dans un autre dispositif, on utilise un disque tournant à orifices intercalé dans le trajet de circulation de la suspension, comme décrit dans le brevet U.S. n° 4 427 489 au nom de Jacobsen (1984).

Un autre dispositif de mélange est décrit dans "EO Mixing Breakthrough", paru dans la revue "TAPPI Journal" Août 1984, page 6, au nom de Komax Systems Inc. Ici, on utilise un mélangeur statique pour mélanger l'oxygène dans la pâte. Les bulles et la pâte sont mélangées par huit chicanes internes disposées excentriquement, dont on dit qu'elles fluidisent, rebrassent et mélangent les bulles et la pâte de façon à réaliser un mélange supérieur à celui des mélangeurs mécaniques, en faisant en sorte que les bulles soient dispersées dans les fibres.

L'appareil mélangeur décrit dans ces brevets est relativement compliqué et coûteux, et comporte des parties mobiles qui peuvent

provoquer des pannes ou des parties statiques situées sur le trajet de l'écoulement, qui peuvent conduire à un bouchage.

Un objet de la présente invention est donc de réaliser un appareil capable de disperser et de malaxer efficacement l'oxygène dans une suspension de pâte, simplifié et économique comparativement à l'appareillage déjà existant.

Il a été constaté que l'on peut réaliser un malaxage efficace de l'oxygène avec une suspension de pâte cellulosique aqueuse ayant une consistance d'environ 8 à environ 16%, de préférence de 10 à 12%, en définissant pour la pâte un trajet d'écoulement relativement non obstrué passant au droit d'une zone d'introduction de l'oxygène et au-delà, et en faisant circuler la suspension sur le trajet d'écoulement à une vitesse à laquelle elle est entièrement fluidisée et complètement turbulente, de façon à présenter des propriétés sensiblement "Newtoniennes", conditions dans lesquelles elle se comporte sensiblement comme de l'eau, et qui produit un malaxage très efficace. De préférence, l'oxygène est introduit dans la suspension à travers des moyens de diffusion qui possèdent une surface poreuse fixe en contact avec la suspension en mouvement rapide, dans la zone d'introduction de l'oxygène, sous une forme finement divisée, de préférence sous la forme d'une masse de fines bulles ayant un diamètre au plus égal à environ 2 à environ 10 microns, par exemple. Ceci provoque la dispersion des bulles dans toute la suspension sans coalescence notable telle qu'elle se produirait avec des bulles plus grosses.

Des moyens préférés de diffusion de l'oxygène comprennent un élément en métal fritté du type normalement utilisé pour la filtration. Un diffuseur type est constitué par un élément en acier inoxydable fritté produit par le procédé du brevet U.S. 2 554 343. Selon ce procédé, on fait passer la poudre métallique alliée d'une dimension de particules choisies dans un four de frittage à atmosphère contrôlée pour produire des feuilles ou corps de forme faits de milieux poreux. Les particules métalliques pulvérulentes fondent à leurs points de contact, avec pour résultat une masse liée possédant une structure cristalline homogène. On n'introduit ni liant ni autres matières étrangères, ce qui conserve les propriétés de base des métaux ou alliages utilisés. L'élément a de préférence une épaisseur comprise dans l'intervalle allant d'environ 0,8 mm à environ 6,5 mm. Les pores doivent avoir un diamètre inférieur à environ 10 microns, de préférence dans l'intervalle allant d'environ 2 à environ 10 microns, et

la porosité doit être sensiblement uniforme sur toute la surface de la paroi poreuse et de préférence dans l'intervalle d'environ 40 à environ 50 %.

Les métaux poreux dans lesquels jusqu'à 50 % du volume est fait de vides ou pores intercommunicants faisant partie d'une large gamme de matériaux comprenant le nickel, le "Monel" (marque déposée), "Inconel" (marque déposée) et un grand nombre d'alliages inoxydables des séries 300 et 400. Un type largement utilisé est l'acier inoxydable 316L (0,03% de carbone au maximum). Des dimensions de pores variables conviennent.

Le dispositif diffuseur a pour action de produire une masse de bulles très fines conformément au principe exposé dans le brevet U.S 3 545 731, à l'exception du fait que, pour mélanger correctement de l'oxygène dans une suspension de pâte, on doit observer des conditions spéciales, qui ont été découvertes et qui sont décrites dans la présente invention.

L'élément diffuseur comprend de préférence un cylindre à travers lequel passe la suspension, et les parois du cylindre définissent le trajet d'écoulement. L'élément diffuseur peut former une partie de la paroi du cylindre, il peut prendre la forme d'un tube poreux placé transversalement à l'axe du cylindre, ou il peut prendre la forme d'un tube poreux selon l'axe du cylindre. Dans tous les cas, le trajet de la suspension est relativement non obstrué. Dans le cas où le cylindre a une paroi poreuse, la suspension passe directement à travers le cylindre sans aucune obstruction. Dans le cas d'un tube placé dans le cylindre, ce tube occupe un petit espace, de sorte que la majeure partie de l'espace intérieur du cylindre est occupée par la suspension qui le traverse en restant en contact avec la surface du diffuseur poreux.

Selon une variante préférée de réalisation, l'appareil diffuseur comprend un conduit présentant une paroi cylindrique qui définit les limites extérieures du passage et une capacité fermée maintenue à l'intérieur de la conduite, et possédant une paroi cylindrique qui définit les limites intérieures du passage. Une surface de production de bulles ayant un grand nombre de sorties de gaz, de dimensions microscopiques est disposée sur la paroi du conduit ainsi que sur la paroi de la capacité. Un collecteur de gaz entoure la face externe de la paroi du conduit et est relié à une source de gaz sous pression qui fournit le gaz. La capacité fermée est elle aussi reliée

à une source de gaz. Avec cet agencement, il se forme un passage annulaire à travers lequel on fait circuler un courant de suspension de pâte à la vitesse de fluidisation, en même temps qu'on introduit le gaz dans le courant par diffusion à travers les surfaces micro-poreuses situées des deux côtés du passage annulaire.

La nature de l'écoulement de la suspension dans les passages, est décrite dans un article intitulé "Medium Consistency Technology" "Journal of the Technical Association of the Pulp and paper Industry", volume 64, n°6, Juin 1981, de Gullichsen et Haerkoenen. Avant qu'il ne puisse se produire un mouvement de la suspension dans un tube, on doit désagréger par une force de cisaillement le bouchon de fibres dispersées qui est en contact avec la paroi du tube. La mise en mouvement commence lorsque cette contrainte limite a été dépassée. La suspension se déplace tout d'abord sous la forme d'un corps cisailé, visco-élastique, en contact direct avec la paroi. Lorsqu'on augmente la vitesse, des fibres et des flocons retenus de façon lâche se détachent du bouchon et pénètrent dans l'espace annulaire compris entre la paroi et le bouchon. La décroissance de la courbe de friction indique une autre modification du mécanisme d'écoulement. Il s'est formé un corps annulaire continu et purement liquide entre le bouchon et la paroi. L'écoulement dans cet anneau est laminaire. Lorsque le débit s'accroît, on atteint une vitesse au-delà de laquelle l'écoulement devient turbulent. L'accroissement de la vitesse intensifie la turbulence et le bouchon de fibres diminue de dimension. De nouvelles fibres se détachent du bouchon. L'ensemble de la suspension devient turbulent lorsque la vitesse est augmentée au-delà du point où les courbes d'écoulement de la suspension de fibres et de l'eau, après s'être croisées, deviennent parallèles. Tous les gradients de vitesse et de consistance ont disparu et la suspension se comporte comme un liquide turbulent. Le champ de cisaillement imposé dans toute la masse de fibres excède maintenant la valeur de contrainte de cisaillement qui est nécessaire pour désagréger totalement le réseau fibreux.

Il a également été constaté que, lorsque la suspension liquide dans laquelle l'oxygène a été dispersé, parvient directement à un réacteur dans lequel elle se rassemble et se déplace à une vitesse beaucoup plus réduite, à la façon d'un bouchon, on obtient une bonne réaction entre l'oxygène et la pâte.

L'invention se prête particulièrement bien à un dosage d'oxygène par paliers dans la suspension de pâte. Ceci est obtenu en

introduisant un courant d'une suspension de pâte cellulosique sous pression, fournie par une alimentation, dans un système réactionnel composé d'une pluralité d'étages successifs, dans chacun desquels le courant circule d'abord dans une section restreinte dans laquelle il acquiert une vitesse appropriée pour le fluidiser et lui conférer un écoulement liquide et, ensuite, il circule dans une section élargie dans laquelle il acquiert une vitesse telle qu'il se produit un écoulement en bouchon. Dans chaque étage, de l'oxygène est injecté dans l'écoulement de liquide sous pression, sous la forme d'une grande quantité de petites bulles pour disperser ces bulles dans toute la masse du liquide, et il en résulte que la majeure partie de l'oxygène entre en réaction avec la pâte dans l'écoulement en bouchon à ce stade. La suspension traitée est ensuite récupérée à la sortie de l'étage final.

L'invention a également pour objet un autre mode préféré de malaxage de la suspension qui sort du diffuseur d'oxygène en la faisant passer dans un mélangeur de fluidisation de la pâte. Ce mélangeur peut être placé adjacent au diffuseur ou placé à une certaine distance en aval. Ce mélangeur assure efficacement un nouveau malaxage et une nouvelle dispersion des éventuelles agglomérations d'oxygène, de sorte que l'oxygène reste sous une forme finement divisée et est mélangé plus intimement avec la suspension. Un mélangeur statique préféré est composé d'un tube qui se rétrécit pour former un étranglement, suivi d'un tube qui s'évase pour atteindre le diamètre du tube dans lequel la suspension de pâte circule. La vitesse à travers l'étranglement sera à peu près la même que celle qu'on observe dans le diffuseur.

L'invention a également pour objet des moyens pour coordonner l'écoulement de l'oxygène avec l'écoulement de la suspension de pâte de manière à conserver le dosage approprié d'oxygène. Ceci peut être obtenu par un appareil qui comprend un dispositif de mesure du débit, par exemple une plaque à orifice intercalée sur le trajet de la suspension, en amont du diffuseur, la plaque à orifice étant reliée à une cellule à pression différentielle qui, à son tour, est reliée à un contrôleur.

Le contrôleur envoie un signal à une valve de réglage du débit d'oxygène, qui règle la fourniture d'oxygène au diffuseur. Il y a une plaque à orifice ou un autre dispositif dans la conduite d'alimentation en oxygène, pour mesurer le débit d'oxygène. Le mécanisme de réglage peut comprendre un ordinateur qui maintient un rapport cons-

tant, prédéterminé et fixé, entre l'oxygène et la pâte, de façon à faire croître ou réduire le dosage pour compenser les variations de débit de la suspension de pâte.

L'injection d'oxygène dans une suspension de pâte cellulosique selon l'invention peut être utilisée à différents stades des processus de délignification et de blanchiment. Le but visé consiste à diminuer l'indice Kappa de la pâte. Pour la délignification, l'indice Kappa peut être ramené de l'intervalle de 50 à 60 à l'intervalle de 20 à 30. Pour le blanchiment, l'indice Kappa peut être ramené de l'intervalle de 5 à 10 à l'intervalle de 2,3 à 3,5.

Habituellement, la vitesse de la pâte qui traverse la zone d'introduction de l'oxygène est de 0,5 à 50 mètres par seconde, un intervalle préféré étant de 5 à 40 mètres par seconde. La surface du diffuseur fixe peut avoir une aire d'environ 0,0033 à 0,00033 dm^2 par unité de débit de gaz oxygène de 1 dm^3 par minute, ou un débit de 30 à 300 mètres cube normaux d'oxygène par mètre carré de surface poreuse.

Le taux de dosage peut varier de 2,5 à 25 kg, de préférence de 5 à 7,5 kg par tonne de pâte, sur la base d'air sec (AD) pour le blanchiment et de 10 à 50 kg par tonne pour la délignification.

L'oxygène utilisé peut être de l'oxygène moléculaire, tel qu'on le trouve dans le commerce, qui contient 90 % ou plus et de préférence 98 % ou plus d'oxygène. Ou encore, l'oxygène peut être sous la forme d'un gaz contenant plus de 50 % d'oxygène. La suspension de pâte de départ peut contenir environ 10 à environ 20 % d'air en volume de pâte dispersée, qui dilue l'oxygène ajouté. Pour une pâte contenant peu ou pas d'air, la concentration du gaz contenant de l'oxygène ajouté peut être à l'extrémité inférieure de l'intervalle de teneur en oxygène et, pour une pâte contenant beaucoup d'air, le gaz ajouté peut contenir de l'oxygène à une valeur proche de la limite supérieure de l'intervalle de teneur en oxygène.

Pour régler le dosage de l'oxygène de façon à satisfaire les conditions, on mesure la teneur en oxygène du gaz résiduel qui sort de l'évent de la cuve de traitement final. En se basant sur cette teneur, on peut déterminer si l'on a obtenu un bon malaxage. On peut exécuter des réglages en conséquence et modifier le dosage par paliers de façon à obtenir les meilleurs résultats.

Dans un processus à étages multiples tel que celui décrit, on peut ainsi ajouter de grandes quantités totales d'oxygène, par paliers, à une suspension de pâte, en ajoutant de petites quantités à

chaque stade conformément à la formule suivante :

$$\frac{\text{volume d'oxygène + gaz}}{\text{Volume (oxygène + gaz + pâte)}} < 0,1$$

Cette formule est calculée à la pression de travail du stade particulier considéré.

Le dosage peut être proportionné uniformément à chaque stade ou il peut être modifié de façon à s'adapter aux variations des conditions telles que les variations de la nature de la pâte, ou autrement.

L'invention est particulièrement souple en ce qui concerne l'équipement et le procédé, de sorte qu'elle peut être utilisée pour équiper économiquement après coup une papeterie. Les éléments diffuseurs sont relativement peu compliqués et peu coûteux et peuvent être installés facilement dans l'installation.

Chaque usine a une certaine capacité nominale de production. La présente invention se prête à être ajustée pour s'adapter à cette capacité nominale. Les variations des débits de la suspension de pâte et, par conséquent, de l'oxygène, sont en relation avec les variations de la demande en pâte, ainsi le débit peut être réduit en raison d'un arrêt lorsque les réservoirs de pâte sont pleins.

Dans un appareil préféré, la suspension de pâte traverse un premier diffuseur d'oxygène et une pluralité de réacteurs dont chacun est précédé d'un diffuseur d'oxygène. Une fraction ou la totalité de la suspension peut être introduite dans une tour de réaction pour permettre une extraction complémentaire par la soude caustique.

L'invention ayant été décrite de manière générale, on se reporte de façon plus détaillée aux dessins annexés, qui illustrent des formes préférées de réalisation et sur lesquels :

La Fig. 1 est une vue schématique d'une installation type pour la mise en oeuvre du procédé de l'invention ;

La Fig. 2 est une vue en élévation de côté agrandie, en partie en coupe, qui illustre de façon plus détaillée une forme de diffuseur fluidiseur de pâte tel que celui représenté sur la Fig. 1, en série avec un mélangeur fluidiseur de pâte ;

Les Fig. 3, 4, 5, 6 et 7 sont des vues représentant des variantes de diffuseurs fluidiseurs de pâte.

L'installation type représentée sera comprise à la lecture de la description du trajet de la suspension de pâte qui circule dans cette installation. A titre d'exemple le stade particulier représenté,

dans le processus de blanchiment, est le premier étage d'extraction alcaline.

Une suspension aqueuse de pâte cellulosique contenant de la soude caustique est pompée à une grande vitesse superficielle, qui arrive par le tube 15 en provenance d'une source d'alimentation (non représentée), à travers la pompe A, dans une conduite 17 qui pénètre dans un diffuseur d'oxygène B fluidiseur de pâte dans lequel de l'oxygène est diffusé et dispersé en bulles fines dans le courant de suspension. Le courant de suspension est pompé depuis une source d'alimentation, par la conduite 17, par la pompe A, à une vitesse telle que le courant se comporte comme de l'eau et qu'il se manifeste une forte turbulence dans toute sa masse. L'oxygène est diffusé dans le courant à travers un diffuseur B, en fines bulles, ainsi que décrit ci-après, de manière plus détaillée, et il procure un rapide malaxage de l'oxygène dans tout le courant de pâte.

Le courant de pâte en mouvement rapide qui circule dans la conduite 17 en aval du diffuseur d'oxygène, et qui contient maintenant de l'oxygène dispersé, est introduit dans le fond d'une première chambre de réaction verticale C, dans laquelle il circule à une vitesse beaucoup plus faible sous la forme d'un bouchon. A cette vitesse plus faible, la suspension perd sa fluidité, en emprisonnant l'oxygène dispersé dans le bouchon, ce qui permet à l'oxygène et à la soude caustique de réagir avec la pâte pendant le temps où la suspension contenant de l'oxygène reste dans la chambre C.

La suspension est ensuite envoyée rapidement, en écoulement turbulent, par un tube 19, dans un deuxième diffuseur d'oxygène B₁ qu'elle traverse et dans le fond d'une deuxième chambre de réaction C₁ dans laquelle elle séjourne pendant une certaine période pour permettre à l'oxygène et aux produits chimiques de blanchiment de continuer à réagir avec la cellulose.

De la colonne C₁, la suspension est envoyée, par un tube 21 et à travers un troisième diffuseur d'oxygène B₂, dans une troisième chambre de réaction C₂.

La pâte passe ensuite à travers une valve 23 de réglage de la pression et, dans un tube 24, pour pénétrer dans l'extrémité supérieure d'une tour de réaction D. La pâte séjourne dans la tour D pour donner plus de temps au produit chimique de blanchiment pour réagir avec la cellulose.

En variante, la pâte peut circuler dans le sens inverse,

c'est-à-dire de haut en bas à travers les chambres pour aboutir à la base ou au sommet de la tour de réaction, ou encore certaines ou la totalité des cuves de réaction peuvent être horizontales.

La suspension de pâte sortant de la tour D est ensuite récupérée à la sortie d'un tube de sortie 25 et elle est lavée pour éliminer les produits chimiques de blanchiment et les impuretés, ou encore, selon le stade du processus de blanchiment, la suspension traitée peut être envoyée à un autre traitement.

Un évent 29 pour les effluents gazeux permet de surveiller l'excès d'oxygène, en vue de régler le processus de manière à assurer un plus grand rendement.

De préférence, comme représenté sur la Fig.2, il y a un mélangeur statique fluidiseur de pâte ou étranglement E, en série avec le diffuseur B, entre ce diffuseur et la première colonne de réaction à travers laquelle on fait passer le courant de suspension contenant de l'oxygène. L'étranglement présente un col étranglé qui rétrécit le courant et accroît sa vitesse. Ceci assure une meilleure dispersion des bulles d'oxygène gazeux dans toute la masse de suspension de pâte.

Le diffuseur d'oxygène fluidiseur de pâte B est composé, comme on l'a représenté à plus grande échelle sur la Fig.3, d'un cylindre 31 qui forme un passage 32 pour la suspension de pâte. Le cylindre présente des brides 33, 34 sur ses extrémités, pour le raccordement à une canalisation. Un tube de métal poreux 35 est placé diamétralement en travers du passage 32 qui, à cette exception près, est libre ; ce tube pénètre dans une ouverture ménagée dans le côté du cylindre 31, à travers un raccord 31a qui est fixé et scellé en place par un raccord de tube 6 du type "SWAGELOK" (marque déposée). Sur le côté opposé du cylindre 31, se trouve une ouverture fermée par un bouchon 31b dans lequel est insérée l'extrémité inférieure du diffuseur. La paroi du tube 35 est de préférence faite de métal fritté.

La pâte est continuellement introduite à grande vitesse à travers le passage 32 tandis que l'oxygène est fourni au tube poreux 35 et qu'il diffuse dans la pâte à travers la paroi de ce tube.

Une variante de diffuseur est représentée sur la Fig.4. Dans ce cas, la paroi du cylindre 41 possède une section centrale cylindrique poreuse 45. Un collecteur 47 enferme cette section de l'extérieur et il est prévu un raccord d'oxygène 48 aboutissant au collecteur. Le passage de la suspension de pâte est ainsi entièrement libre.

Une autre forme de diffuseur est représentée sur la Fig.5.

Ici, un dispositif 55 en forme de couronne annulaire est placée contre le cylindre 51 et entoure le passage 52. Le tube 55 est muni de petits orifices appropriés 56 à travers lesquels l'oxygène est diffusé. Le passage 52 est entièrement libre.

Une autre forme de diffuseur est représentée sur la Fig. 6. Ici, un tube poreux 65 s'étend axialement et en position centrale le long du passage 62 et est maintenu dans ce passage par des supports ou croisillons appropriés 69 qui sont reliés à l'intérieur de la paroi du cylindre 61. Un tube à oxygène 68 est placé de l'extérieur du cylindre à l'extrémité du tube de diffusion 65.

La figure 7 montre encore une autre forme préférée de diffuseur. Ce diffuseur est monté entre des brides de montage 100 et 101, d'où partent de courtes sections de tubes cylindriques 102 et 103 respectivement, qui se raccordent à des brides tronconiques obliques 104 et 105. Une double paroi J, composée d'une paroi intérieure cylindrique poreuse 111, est placée entre les extrémités des brides 104 et 105, une paroi extérieure cylindrique 107 non perforée et les parois d'extrémités annulaires perforées 108 et 109. La paroi intérieure microporeuse 111 est de préférence faite de métal fritté, comme précédemment décrit.

Les sections de tubes 102 et 103, les brides 104 et 105 et la paroi poreuse 111 forment une enceinte.

Dans cette enceinte, est monté axialement un cylindre K possédant une paroi microporeuse 116 (de préférence en métal fritté), coiffé à ses extrémités de chapeaux tronconiques imperméables 115 et 117. Le cylindre K est convenablement supporté par un dispositif de croisillons S non représenté, pour conserver sa position dans le conduit. La paroi 113 du cylindre K et la paroi 111 de la double paroi J forment entre elles un passage annulaire P. Un tuyau 119 d'alimentation de gaz oxydant relie une source de gaz oxydant sous pression à l'espace intérieur de la double paroi J. Un tube 121 d'alimentation en gaz oxydant relie une source de gaz oxydant sous pression au volume intérieur du cylindre K.

Le diffuseur est raccordé, de la même façon que dans le raccordement des autres formes de réalisation décrites plus haut, par la bride 100, à un tube d'arrivée de la suspension de pâte et, par la bride 101, à un tube qui transporte la suspension de pâte sortante.

En fonctionnement, la suspension de pâte est introduite dans l'extrémité de gauche du dispositif, à une vitesse de fluidisation, et s'écoule à grande vitesse à travers le passage P compris entre les

parois microporeuses 111 et 113, et elle sort à travers l'extrémité de droite. Un gaz oxydant sous pression est introduit à travers les tubes 119 et 121 et diffusé en bulles fines à travers les parois poreuses opposées 111 et 113, dans la suspension de pâte fluidisée qui circule rapidement dans le passage C, comme précédemment décrit. La diffusion du gaz dans la suspension est extrêmement efficace en raison de la grande surface de diffusion formée aux deux limites du courant de pâte fluidisée.

Le mélangeur statique fluidiseur de pâte E, représenté sur la Fig. 2, raccordé en série avec le diffuseur d'oxygène B, comprend un tube allongé d'une seule pièce de section circulaire, entre les brides 81 et 82. Une première partie tronconique 83 se rétrécit à partir de la bride 81 pour se raccorder, au niveau d'un col 84, à la petite extrémité d'une partie tronconique 85 plus longue, qui s'évase, et qui se termine au niveau de la bride 82. Le mélangeur E est raccordé à une pièce de raccordement F qui possède une bride amont 90 reliée à la bride 34 avec interposition d'un joint. La pièce de transition F possède une bride aval 91 assemblée à la bride 81 du mélangeur. La suspension de pâte circule momentanément dans une section plus large puis dans une section restreinte sensiblement à la section du tube diffuseur.

La dimension (le diamètre intérieur) du cylindre 31 dans lequel la suspension de pâte est pompée et mise en contact avec l'oxygène varie en fonction de la capacité de l'usine à pâte. Les diamètres types vont d'environ 50 à environ 300 mm et, habituellement, d'environ 75 à environ 150 mm.

On a représenté trois chambres de réaction C, C₁ et C₂. On peut utiliser un nombre de chambres de réaction plus grand ou plus petit, selon la matière à traiter, la quantité d'oxygène ajouté et l'effet de blanchiment désiré. Les effets de plusieurs diffuseurs dont chacun est équipé d'une chambre de réaction consistent en l'ajout par paliers de grandes additions d'oxygène, en ajoutant de petites quantités dans chaque diffuseur, de manière à obtenir :

$$\frac{\text{Volume d'oxygène + gaz}}{\text{Volume (oxygène + gaz + pâte)}} < 0,1$$

Cette expression est calculée à la pression du stade particulier considéré.

La vitesse à laquelle la suspension de pâte est refoulée à travers le cylindre diffuseur 31 est une vitesse élevée qui fait que

le courant se comporte comme de l'eau et rend plus facile la dispersion de petites bulles d'oxygène qui sont mélangées dans toute la masse du courant.

La pression de la suspension de pâte peut être d'environ 0,1 à 1 mégapascals (Mpa), et la pression de l'oxygène d'environ 0,14 à 1,4 Mpa.

Le temps de séjour de la pâte dans le cylindre 31 du diffuseur est habituellement dans l'intervalle d'environ 0,001 à environ 0,120 seconde.

Le temps de séjour dans chacun des réacteurs C, C_1 et C_2 est habituellement dans l'intervalle d'environ 1 minute à environ 5 minutes et le temps de séjour dans la tour D est dans l'intervalle d'environ 30 à environ 90 minutes.

La pression dans chaque réacteur est d'environ 0,1 à 1 Mpa.

L'invention n'exclut pas l'utilisation ni la combinaison avec les diffuseurs pour l'introduction de l'oxygène dans la pâte, de mélangeurs à grande vitesse tels que, par exemple, ceux qui sont décrits dans le brevet U.S. n°4 295 926, au nom de WEYERHAEUSER, ou d'une pompe "KAMYR MC" marque déposée).

La nature de la pâte traitée peut être du bois de résineux, du bois de feuillus ou un mélange ayant une consistance dans l'intervalle de 5 à 16 %. On peut traiter selon l'invention des pâtes à différents stades du processus de délignification-blanchiment. Par exemple, la pâte de départ dans le stade d'extraction caustique d'une opération de blanchiment peut avoir un indice Kappa dans l'intervalle de 5,0 à 10,0 et la pâte blanchie sortant de la cuve D peut avoir, après lavage, un indice de 2,5 à 3,5.

Par suite de la grande vitesse de la suspension de pâte qui passe dans le passage 32 en contact avec les éléments de diffusion 35, 45, 56 ou 65, la suspension prend les caractéristiques de l'eau. La suspension passe en contact étroit avec l'élément diffuseur et l'oxygène sort par les pores de cet élément sous la forme de bulles de très petit diamètre. Ces bulles sont bien dispersées en raison de la turbulence de la pâte et elles présentent une grande surface spécifique, comparativement à leur volume, pour assurer le transfert de masse à travers l'interface gaz/liquide. A des gradients élevés de concentration de l'oxygène et avec un grand rapport surface/volume, le transfert de masse d'oxygène est considérablement renforcé par ce procédé de dispersion avec fluidisation.

La suspension peut être soumise à un pré et post-traitement avant d'être refoulée dans le premier diffuseur B, la suspension a subi des traitements normaux dans une opération de délignification-blanchiment. Par exemple, la suspension contient de petites concentrations d'autres produits chimiques blanchissants. En outre, la suspension est fournie à une température dans l'intervalle d'environ 40°C à à environ 90°C.

La suspension sortant de la tour de blanchiment D sera lavée pour l'élimination des produits chimiques de blanchiment et des autres impuretés.

Une installation de blanchiment type pourrait avoir une capacité de traitement de 1000 tonnes de pâte par jour, d'une consistance de 10% avec une quantité d'oxygène de 5kg par tonne, ou de 5000 kg d'oxygène. Dans ces conditions, ce débit pourrait être de 6.321 litres par minute, avec une vitesse de circulation de la suspension à travers le diffuseur de 40 mètres par seconde, et un débit d'oxygène de 3,13kg par minute. La surface de diffusion serait d'environ 0,26 décimètres carrés.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de réaction de l'oxygène avec une suspension de pâte cellulosique ayant une consistance de 8% à 16%, en vue de la dé-lignification ou du blanchiment, caractérisé en ce qu'il consiste

à donner à la suspension de pâte un dosage d'oxygène variant par paliers et, pour cela,

faire passer un courant de la suspension de pâte cellulosique sous pression arrivant d'une source dans un système réactionnel composé d'une pluralité de stades dans chacun desquels le courant circule d'abord dans une section restreinte dans laquelle il acquiert une vitesse appropriée pour donner naissance à un écoulement liquide turbulent, puis il circule ensuite dans une section élargie dans laquelle il acquiert une vitesse de nature à établir un écoulement en bouchon,

à chaque stade, injecter de l'oxygène dans l'écoulement liquide sous pression sous la forme d'une grande quantité de petites bulles pour disperser ces bulles dans toute la masse du courant liquide, de sorte que l'oxygène reste en contact intime avec la pâte dans le courant bouchon,

et récupérer la suspension traitée à la sortie du stade final.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, à chaque stade, l'oxygène est injecté en quantité appropriée selon la formule :

$$\frac{\text{volume d'oxygène} + \text{gaz}}{\text{volume (oxygène} + \text{gaz} + \text{pâte})} < 0,1$$

calculée à la pression de travail de ce stade.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que l'oxygène est injecté sous la forme d'une grande quantité de bulles ayant un diamètre initial de moins environ 10 microns.

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le courant de suspension circulant dans la section restreinte est à une pression contenue dans l'intervalle allant d'environ 0,1 à 1 MPa.

5. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'oxygène est injecté à une pression d'environ 0,14 à 1,4 MPa.

6. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le taux de dosage total d'oxygène est de 2,5 à 25 Kgs par tonne de pâte sèche.

7. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'oxygène est introduit à travers une surface poreuse ayant une aire telle que le débit d'injection de l'oxygène soit dans l'interval-

le de 30 à 300 mètres cubes normaux par minute et par mètre carré de surface poreuse.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la vitesse de la suspension de pâte dans ledit écoulement liquide est de 0,5 à 50 mètres par seconde.

9. Procédé pour mélanger de l'oxygène dans une suspension de pâte cellulosique ayant une consistance de 8 % à 16 % pour délignifier ou blanchir la pâte, caractérisé en ce qu'il consiste à :

définir un mode d'écoulement substantiellement libre renfermant un courant de suspension sous pression,

faire passer le courant, provenant d'une source d'alimentation, dans ledit mode d'écoulement à une vitesse superficielle qui a pour effet de produire un écoulement liquide en même temps qu'on injecte de l'oxygène sous pression dans ledit courant sous la forme d'une grande quantité de fines bulles, de sorte que l'oxygène soit dispersé dans toute la suspension,

envoyer immédiatement le courant et l'oxygène dispersé dans une zone de réaction confiné de plus grande section pour permettre à la pâte et à la suspension de s'épaissir pour prendre la forme d'un bouchon et pour laisser à l'oxygène le temps de réagir avec la pâte, et récupérer la pâte ainsi traitée.

10. Procédé pour disperser un gaz réactif dans tout le volume d'une suspension de pâte, qui est une suspension épaisse au repos, caractérisé en ce qu'il consiste à :

faire circuler la pâte en un courant de section restreinte à une vitesse telle qu'elle se comporte comme un liquide turbulent en même temps qu'on injecte de l'oxygène dans le courant sous la forme d'une grande quantité de fines bulles, de manière que ces dernières soient dispersées dans toute la suspension liquide.

et immédiatement après, en faisant circuler le courant dans une section élargie qui procure une vitesse réduite de telle manière que la suspension et les bulles de gaz entraînées prennent la forme de bouchon pendant une durée qui permette au gaz de réagir avec la pâte.

11. Procédé pour faire réagir l'oxygène avec une suspension de pâte cellulosique ayant une consistance de 8 % à 16 % pour effectuer la délignification ou le blanchiment, caractérisé en ce qu'il consiste à :

fournir à la suspension de pâte un dosage d'oxygène variant par paliers et pour cela,

faire passer un courant de suspension de pâte cellulosique sous pression arrivant d'une alimentation dans un système réactionnel composé d'au moins un stade dans lequel le courant circule tout d'abord dans une section restreinte dans laquelle il acquiert une vitesse capable de donner lieu à un écoulement liquide turbulent et il circule ensuite dans une section élargie dans laquelle il acquiert une vitesse capable de donner un écoulement en bouchon,

à chaque stade, injecter de l'oxygène dans l'écoulement liquide sous pression sous la forme d'une grande quantité de fines bulles pour disperser ces bulles dans tout le volume, de manière que l'oxygène reste en contact intime avec la pâte dans l'écoulement en bouchon, et récupérer la suspension traitée à la sortie dudit étage.

12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que l'oxygène est injecté dans ledit stade en une quantité selon la formule :

$$\frac{\text{volume d'oxygène} + \text{gaz}}{\text{volume (oxygène} + \text{gaz} + \text{pâte})} < 0,1$$

calculée à la pression du travail dudit stade.

13. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que le courant de suspension de section restreinte est à une pression de l'intervalle d'environ 0,35 à 1 MPa, l'oxygène étant injecté à une pression d'environ 0,14 à 1,4 Mpa.

14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que l'oxygène est injecté dans ledit stade en une quantité selon la formule :

$$\frac{\text{volume d'oxygène} + \text{gaz}}{\text{volume (oxygène} + \text{gaz} + \text{pâte})} < 0,1$$

calculée à la pression de travail dudit stade.

15. Appareil pour faire réagir de l'oxygène avec une pâte cellulosique, caractérisé en ce qu'il comprend :

une série d'unités raccordées qui forment un circuit de réaction,

chaque unité étant composée d'un conduit étranglé menant à une cuve de réaction (C, C₁) possédant une section égale à plusieurs fois la section transversale du conduit, et une unité finale ayant une sortie (C₂),

et, dans chaque étage, des moyens (B, B₁, B₂) permettant d'injecter de l'oxygène dans le conduit sous la forme d'une grande quantité de petites bulles,

une source d'alimentation de suspension,

des moyens (15) servant à faire passer ladite suspension

provenant de ladite source d'alimentation sous pression dans ledit circuit de réaction (17), de sorte que la suspension possède une vitesse dans chaque conduit telle qu'elle soit liquide lorsqu'elle passe dans ce conduit, et telle qu'elle soit sous la forme d'un bouchon lorsqu'elle passe dans la cuve de réaction adjacente,

des moyens permettant de régler l'introduction d'oxygène dans chaque étage de telle manière qu'une dose d'oxygène soit dispersée dans toute la suspension liquide et que la majeure partie de l'oxygène réagisse avec la pâte sous la forme de bouchon au cours du passage de cette pâte dans la cuve de réaction.

16. Appareil pour introduire un gaz oxydant dans une suspension de pâte, caractérisé en ce qu'il comprend :

des moyens formant un passage étranglé (17,19,21) pour la suspension ;

des moyens (A) servant à faire passer la suspension dans le passage à une pression telle qu'elle traverse le passage sous la forme d'un courant à la vitesse de fluidisation ;

une surface productrice de bulles (B, B_1, B_2) ayant un grand nombre de sorties de gaz de dimensions microscopiques exposées au courant qui circule dans ledit passage ;

des moyens servant à acheminer le gaz sous pression auxdites sorties de manière que les bulles de gaz soient dispersées dans ladite pâte fluidisée.

17. Appareil selon la revendication 16, caractérisé en ce que le passage est formé par un conduit (32) et la surface productrice de bulles (35) est située sur un tube qui s'étend transversalement au conduit (32) sur le trajet du courant de suspension.

18. Appareil selon la revendication 16, caractérisé en ce que le passage est formé par un conduit (42), la surface productrice de bulles (45) est située sur une partie de la surface du conduit, et un collecteur (47) entoure ladite partie de la surface pour recevoir ledit gaz sous pression.

19. Appareil selon la revendication 16, caractérisé en ce que le passage est formé par un conduit (62) et la surface productrice de bulles se trouve sur un tube (65) qui s'étend longitudinalement dans le conduit (62), et des moyens (69) étant prévus pour supporter le tube et le conduit sur le trajet dudit courant.

20. Appareil selon la revendication 16, caractérisé en ce que le trajet est formé par un conduit ayant une paroi cylindrique (107)

et une capacité fermée (K) disposée en son centre et présentant une paroi cylindrique concentrique à la paroi du conduit et espacée de cette paroi,

la surface productrice de bulles est prévue à la fois sur la surface du conduit (111) et sur la surface de ladite capacité (113).

La partie poreuse du cylindre (111) étant entourée par un collecteur (J) destiné à recevoir et à fournir le gaz à travers la paroi poreuse du conduit,

et des moyens servant à raccorder le collecteur et le cylindre à une source de gaz oxydant sous pression (119).

FIG.1.

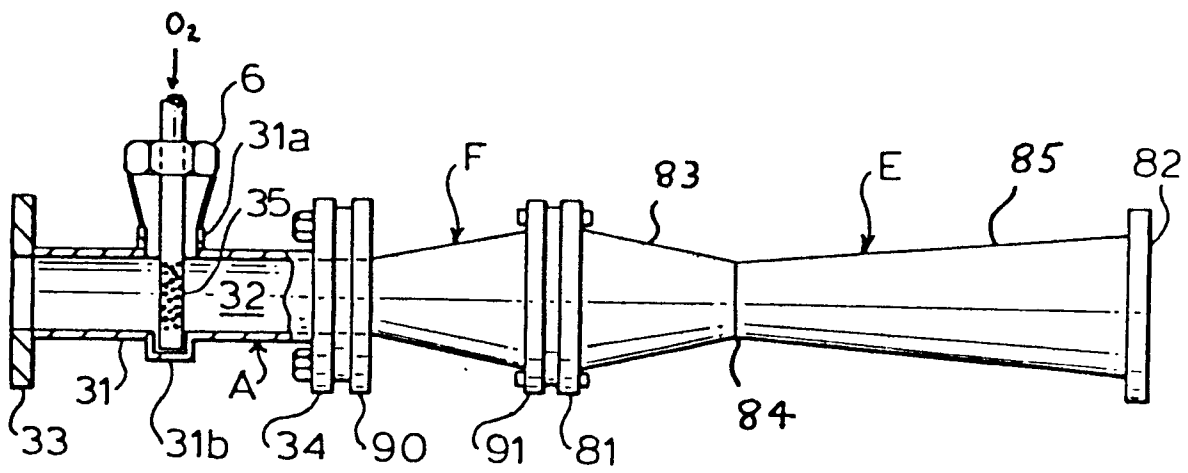
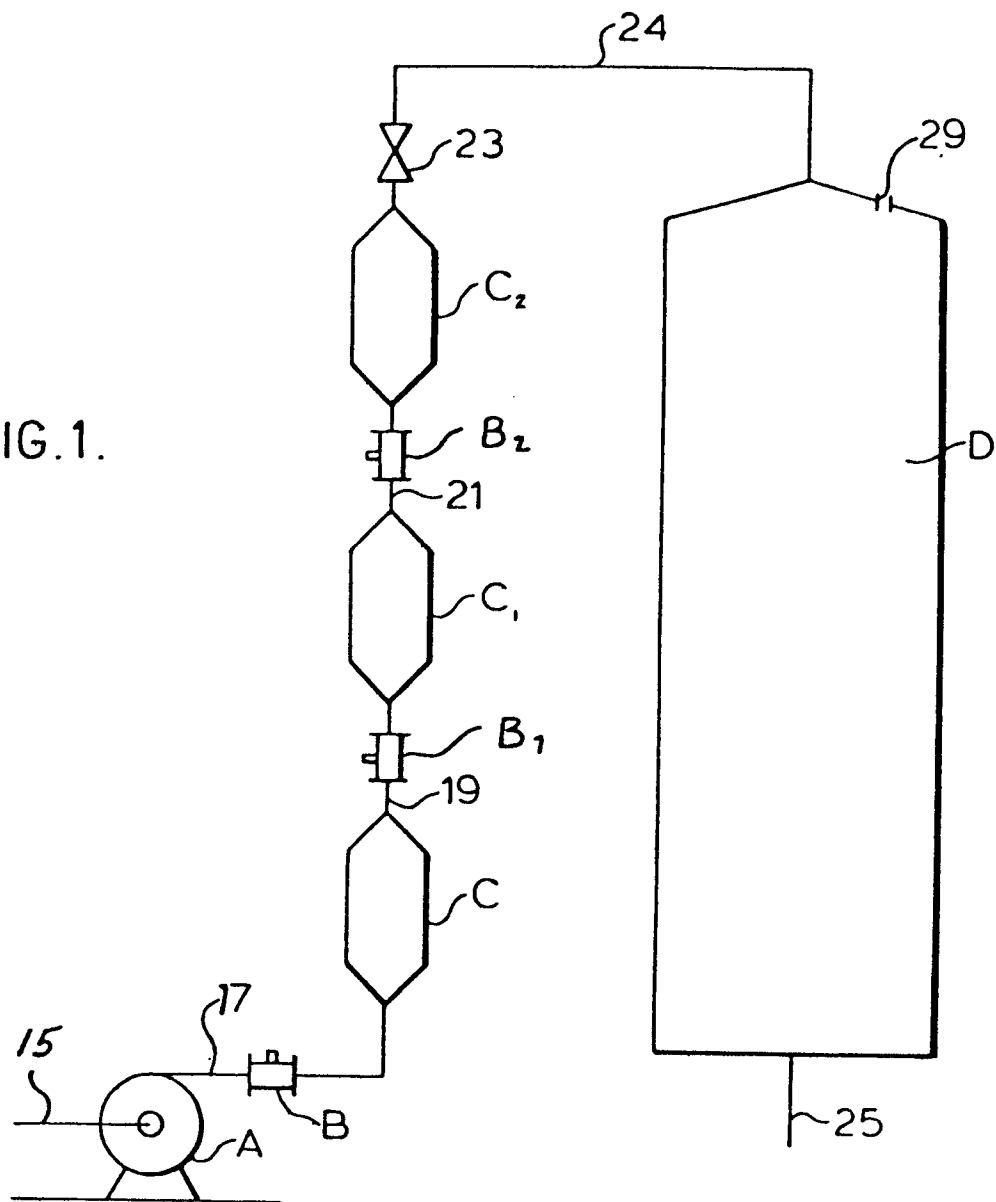


FIG.2.

FIG. 3.

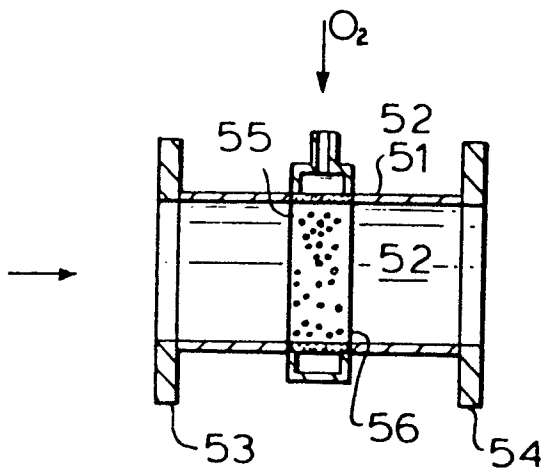
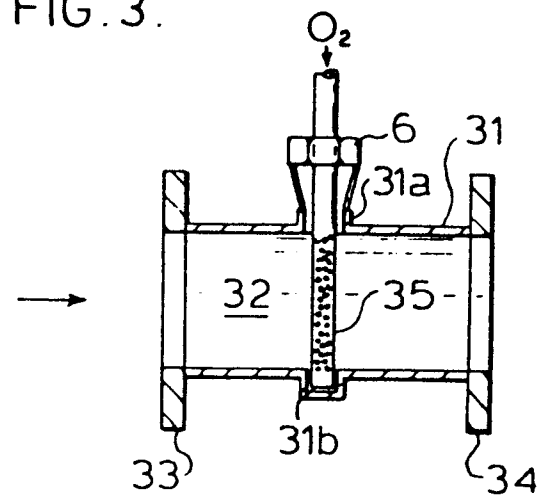


FIG. 5.

FIG. 4.

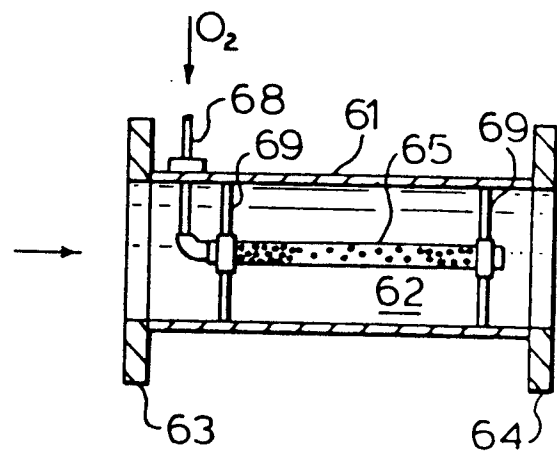
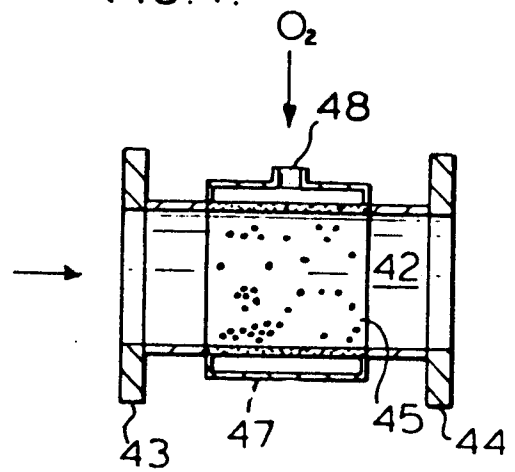


FIG. 6.

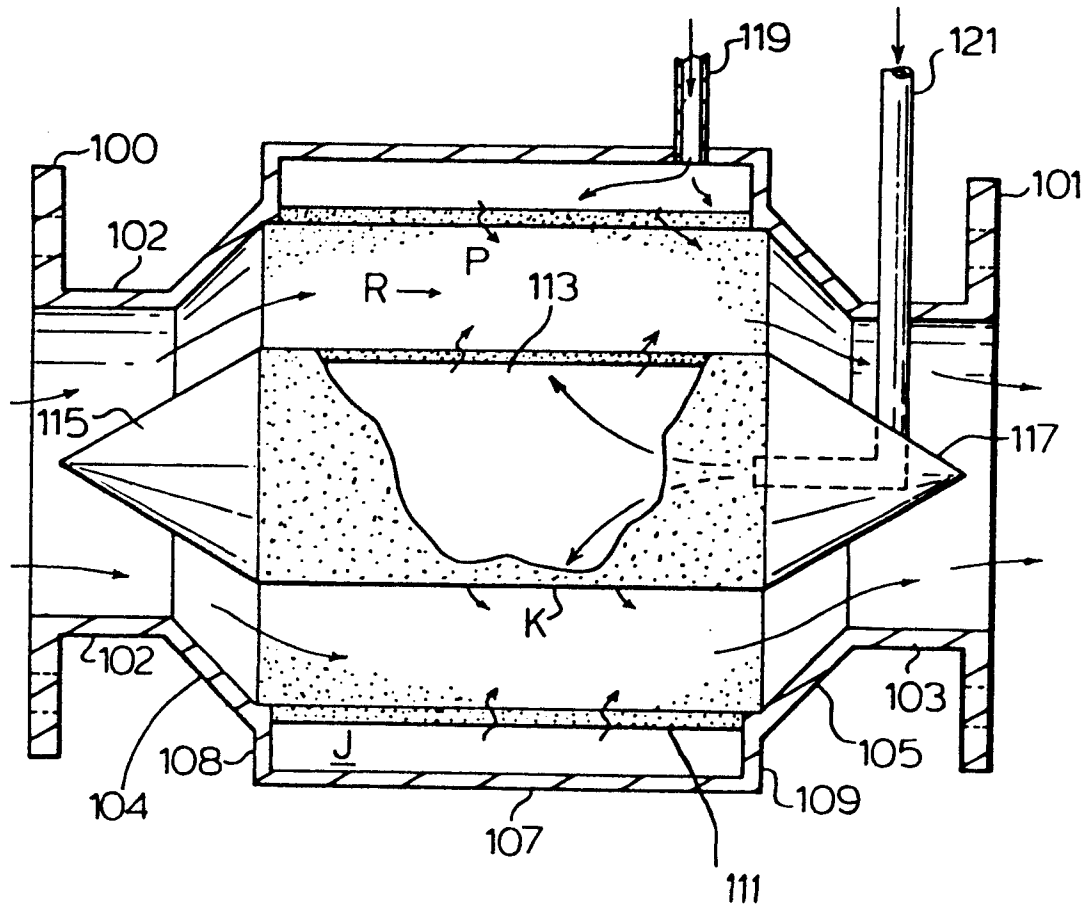


FIG. 7.



EP 86 40 2533

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int Cl 4)
X	GB-A-2 006 852 (AIRCO INC.) * Figure 4; revendications 1,3,4,6,9,10; page 4, lignes 37-102 *	1,9-11 ,15	D 21 C 9/147 B 01 F 5/00
A	--- TAPPI, vol. 61, no. 5, mai 1978, pages 77-80, Atlanta, GA, US; B.S. KIRK et al.: "Low-consistency oxygen delignification in a pipeline reactor" * Pages 77,78 *	1,9,10 ,15	
A	--- US-A-3 892 659 (B.S. KIRK) * En entier *	1,9,10 ,15	
A	--- US-A-3 928 199 (B.S. KIRK)		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int Cl 4) B 01 F D 21 C
D,A	--- TAPPI, vol. 64, no. 6, juin 1981, pages 69-72, Atlanta, Georgia, US; J. GULLICHSEN et al.: "Medium consistency technology" --- -/-		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 09-02-1987	Examineur NESTBY K.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	



EP 86 40 2533

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	Page 2 CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int Cl 4)
A	TAPPI, vol. 63, no. 11, novembre 1980, pages 79-82, Atlanta, Georgia, US; E.F. ELTON et al.: "New technology for medium-consistency oxygen bleaching"		
A	EP-A-0 106 460 (THE BLACK CLAWSON CO. & AIR PRODUCTS AND CHEMICALS, INC.)		
A	US-A-4 259 150 (J.R. PROUGH)		
A	US-A-3 951 733 (R.B. PHILLIPS)		
A	US-A-2 968 589 (G.H. SAUNDERS et al.)		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int Cl 4)
A	FR-A-2 227 388 (MO OCH DOMSJÖ AB) * Figures 1-5; revendications 1-14; page 14, lignes 4-10 * -/-	18,19	
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 09-02-1987	Examineur NESTBY K.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			



EP 86 40 2533

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	Page 3 CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int Cl 4)
A	ABSTRACT BULLETIN OF THE INSTITUTE OF PAPER CHEMISTRY, vol. 55, no. 4, octobre 1984, page 462, résumé no. 4348, Appleton, Wisconsin, US; M. ST. JOHN et al.: "Abitibi-price implements oxidative extraction using a static mixer", & CPPA ANN. MTG. (MONTREAL) PREPRINTS 70A: 227-230 (JAN. 31-FEB. 1, 1984)		
P, A	--- ABSTRACT BULLETIN OF THE INSTITUTE OF PAPER CHEMISTRY, vol. 56, no. 7, janvier 1986, pages 843-844, résumé no. 7606, Appleton, Wisconsin, US; N.N. KALININ et al.: "Apparatus for mixing pulp suspensions with a liquid reagent", & MEZHVUZ. SB. NAUCH. TR., KHIM. TEKHNOL. VOLOKNISTYKH POLUTAB. (NEPENIN, YU. N., ET AL., ED.): 33-37 (1984 LENINGRAD) * En entier *	19	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int Cl 4)
A	--- GB-A-2 015 360 (KOMAX SYSTEMS INC.) * En entier *	16, 17	
A	--- US-A-3 834 982 (R. ALEXANDROVICH et al.) * En entier *	16, 20	
---		-/-	
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 09-02-1987	Examineur NESTBY K.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			



DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			Page 4
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 4)
A	GB-A-2 072 027 (WATER RESEARCH CENTRE) * Résumé; figure 1; page 2, lignes 65-96 *	16,18	
A	DE-A-3 224 961 (B. KUNST) * En entier *	16,20	
A	FR-A-2 062 295 (ATOMIC ENERGY OF CANADA LTD)		
D,A	US-A-3 545 731 (D.S. McMANUS)		
A	US-A-4 030 969 (A.J.A. ASPLUND et al.)		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 4)
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 09-02-1987	Examineur NESTBY K.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			