

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt: 88420160.9

⑤① Int. Cl.4: **D 21 C 3/00**

㉔ Date de dépôt: 17.05.88

③① Priorité: 25.05.87 FR 8707552

④③ Date de publication de la demande:
30.11.88 Bulletin 88/48

⑧④ Etats contractants désignés:
AT BE DE ES FR GB IT SE

⑦① Demandeur: **ATOCHEM**
4 & 8, Cours Michelet La Défense 10
F-92800 Puteaux (FR)

⑦② Inventeur: **Devic, Michel**
27, Chemin des Fonds
F-69110 Sainte-Foy-Les-Lyon (FR)

Angelier, Robert
CTP Domaine Universitaire BP 7110
F-38020 Grenoble Cedex (FR)

⑤④ Procédé de préparation de pâtes chimicothermomécaniques.

⑤⑦ Procédé de fabrication de pâtes CTMP, dans lequel un défilage mécanique de la matière lignocellulosique est adjoint à une cuisson de ladite matière à température égale ou supérieure à 100°C, sous pression de vapeur d'eau saturée, à l'aide de Na₂SO₃ ou NaHSO₃ ou SO₂-NaOH, et d'un agent réducteur plus électronégatif que l'ion SO₃, mis en oeuvre conjointement et en milieu de pH initial compris entre 7 et 12,5, et blanchiment de la pâte fabriquée, à l'aide de H₂O₂ en milieu aqueux alcalin.

Description

PROCEDE DE PREPARATION DE PATES CHIMICOTHERMOMECHANIQUES

La présente invention concerne un procédé de fabrication de pâtes chimicothermomécaniques et plus particulièrement de pâtes chimicothermomécaniques présentant une aptitude élevée à être blanchies à l'aide de peroxyde d'hydrogène en milieu aqueux alcalin.

Pour obtenir une pâte, la matière cellulosique, comme le bois sous forme de copeaux, est soumise à des actions séparées ou associées d'origine mécanique, chimique ou thermique.

Les pâtes de type mécanique ou pâtes à haut rendement sont fabriquées par défibrage mécanique de la matière lignocellulosique, par exemple dans un défibreux à meule ou un défibreux ou raffineur à disques.

Les pâtes chimicothermomécaniques dont la fabrication est visée par l'invention, désignées dans tout ce qui suit par pâtes CTMP, sont obtenues en adjoignant au processus ci-dessus une cuisson non destructrice de matière réalisée à température égale ou supérieure à 100°C sous pression de vapeur d'eau saturée en présence de sulfite de sodium, ou de bisulfite de sodium ou plus généralement d'un mélange de dioxyde de soufre SO₂ et d'hydroxyde de sodium NaOH, indistinctement désignés dans tout ce qui suit par sulfite, sauf précision.

Les pâtes CTMP sont d'un intérêt certain pour l'industrie car elles réalisent un compromis valable entre les pâtes mécaniques et les pâtes chimiques proprement dites.

Par exemple, le rendement en pâte CTMP, poids de pâte à l'état sec par rapport au poids de matière de départ à l'état sec, est généralement supérieur à 85 % et le plus souvent au moins égal à environ 90 %, ce qui les rend en cela très proches des pâtes d'origine purement mécanique et ce qui est traduit ici par l'expression cuisson non destructrice de la matière.

Toutefois le blanchiment des pâtes CTMP, nécessité par la qualité requise en ce domaine des produits marchands qui en dérivent, pose problème. En effet ce blanchiment, par exemple au moyen de peroxyde d'hydrogène en milieu alcalin, conduit à des résultats encore insuffisamment élevés, vraisemblablement à cause d'effets thermiques néfastes subis préalablement par la matière lignocellulosique notamment au cours de la cuisson définie plus haut.

L'exposé ci-dessus est développé par exemple dans l'ouvrage de James P. CASEY, "Pulp and Paper Chemistry and Chemical Technology", 3ème ed. vol. I, 1980, p.242-250, 654, 655.

La présente invention vise à obtenir des pâtes CTMP qu'un blanchiment à l'aide de peroxyde d'hydrogène amène, sauf cas particulier d'intérêt compréhensible par l'homme du métier, à un degré de blanc généralement supérieur à 80 %, ou 80°, quand il est mesuré de façon aujourd'hui usuelle à la longueur d'onde de 457 nm avec l'oxyde de magnésium comme standard de référence à l'aide du spectrophotomètre de type General Electric ou

Elrepho.

Diverses solutions ont déjà été proposées pour obtenir des pâtes de degré de blanc suffisamment élevé avec l'aide du sulfite.

Par exemple le brevet français publié sous le n° 1150451 préconise une cuisson à une température allant jusqu'à 150°C, au moyen de sulfite et d'hydrosulfite, en milieu acide. Un blanchiment éventuel de la pâte défibrée en serait facilité mais aucune précision n'est fournie à ce propos.

Le brevet français publié sous le n° 1389308 note qu'une amélioration du blanchiment peut être attendue quand on fait suivre un traitement au moyen d'une solution acide de l'ion bisulfite SO₃H⁻, d'un traitement, en milieu acide aussi, et sans pression de vapeur d'eau saturée, au moyen de sulfite en présence de borohydrure de sodium qui est préféré à l'hydrosulfite. La présence du borohydrure de sodium avec le sulfite dans le premier traitement est nuisible et conduit même à un résultat inférieur à celui procuré lorsque le sulfite est employé seul dans les deux traitements. Le blanchiment par H₂O₂ d'une pâte raffinée obtenue selon le mode recommandé coïncide à des degrés de blanc nettement inférieurs à 80 %.

Enfin le brevet des Etats Unis d'Amérique, publié sous le n° 3981765, qui précise et complète le brevet français correspondant publié sous le numéro 2186984, enseigne que lorsque l'intervention du borohydrure de sodium a lieu en milieu alcalin, avec ou sans sulfite, elle est réalisée nécessairement en milieu de pH initial supérieur à 13, et doit être suivie ou, de préférence, précédée de celle d'une solution aqueuse acide telle qu'une solution de SO₂ ou de bisulfite. Le procédé décrit ne présente d'intérêt en pratique que pour le bois de feuillus. Aucune indication n'est donnée sur ce que pourrait être l'effet sur la pâte du cumul du traitement alcalin décrit et d'un traitement alcalin en présence de peroxyde d'hydrogène.

Il ressort de la technique connue que, dans un procédé d'élaboration d'une pâte avant blanchiment qui comprend l'intervention du sulfite et d'un agent tel que l'hydrosulfite ou le borohydrure, une phase d'acidification est tenue de façon constante pour une nécessité.

Depuis que l'usage de H₂O₂ permet de blanchir jusqu'à un haut niveau de blanc des pâtes obtenues avec l'aide du sulfite, l'industrie s'est désintéressée de l'action combinée de ce dernier avec des agents comme l'hydrosulfite ou le borohydrure. Telle que connue, celle-ci entraîne en effet pour le moins une complication du processus, une consommation supplémentaire de SO₂ ou de bisulfite, une augmentation de la charge polluante. L'invention évite les inconvénients des procédés passés tout en améliorant le résultat des procédés actuels de fabrication de pâtes blanchies jusqu'à un haut niveau de blanc à l'aide de peroxyde d'hydrogène.

L'invention est d'abord un procédé de fabrication de pâtes CTMP dans lequel interviennent le sulfite

de sodium ou le bisulfite de sodium ou un mélange de dioxyde de soufre et d'hydroxyde de sodium, et un agent réducteur plus électronégatif que l'ion sulfite, qui consiste à joindre à un défilage mécanique de la matière cellulosique une cuisson non destructrice de ladite matière à température égale ou supérieure à 100°C sous pression de vapeur d'eau saturée, à l'aide desdits sulfite, bisulfite ou mélange et dudit agent réducteur, caractérisé en ce que lesdits sulfite, bisulfite ou mélange, et ledit agent réducteur interviennent sur la matière lignocellulosique conjointement et en milieu de pH initial compris entre 7 et 12,5, pour conduire à une pâte fabriquée apte au blanchiment à l'aide de peroxyde d'hydrogène en milieu aqueux alcalin.

L'agent réducteur est le plus souvent choisi parmi le dioxyde de thiourée ou acide formamidinesulfonique, le borohydrure de sodium et l'hydrosulfite de sodium ou dithionite de sodium.

On peut se reporter par exemple à la thèse soutenue le 6 décembre 1985 à l'Université Claude Bernard-Lyon-1 par Odile CHALMIN LOUIS-ANDRE : "Propriétés réductrices du dithionite de sodium dans des conditions de transfert de phase" pour juger de l'électronégativité du dithionite et du dioxyde de thiourée.

La quantité d'agent réducteur mis en oeuvre peut varier selon la nature de celui-ci. Elle est en général comprise entre 0,1 et 5 % dans le cas du dioxyde de thiourée ou du dithionite. Cette quantité comme toute quantité dans tout ce qui suit est exprimée en pour cent en poids par rapport au poids de matière lignocellulosique à l'état sec, sauf indication ou évidence. Le borohydrure de sodium est employé à raison d'environ 0,01 % à 0,5 %. Ce réducteur est commodément utilisé sous forme d'une solution aqueuse comme par exemple la solution renfermant 12 % en poids de borohydrure de sodium commercialisée sous le nom de BOROL® par la Société VENTRON Corporation.

La température de cuisson selon l'invention peut atteindre 200°C. Elle est le plus fréquemment choisie entre environ 120°C et 160°C.

La pression est pratiquement égale à celle correspondant à la pression de la vapeur d'eau à la température de cuisson.

Pendant la cuisson, la quantité d'oxygène moléculaire, comme l'oxygène de l'air, en particulier celui inclus dans la matière lignocellulosique doit être évidemment minimisée. Ceci est réalisé de façon connue par exemple à l'aide de la vapeur d'eau ou par compression comme l'indique entre autres l'ouvrage déjà cité de James P. CASEY, p 213, qui décrit en outre, p 219 -229, des équipements, en particulier résistants à la pression, convenant à l'élaboration de pâtes CTMP.

La quantité engagée de sulfite est celle habituellement mise en oeuvre dans les procédés n'incorporant pas l'invention et connus pour convenir à l'élaboration de pâtes CTMP. Elle est comprise en conséquence entre environ 0,1 % et 10 %, le plus souvent entre 1 % et 6 % en l'exprimant en SO₂.

La cuisson selon l'invention peut être réalisée avant, pendant ou après une action de défilage ou raffinage mécanique.

Par exemple une cuisson selon l'invention de la matière lignocellulosique de départ, comme des copeaux de bois, peut précéder un défilage mécanique qui poursuit l'action commencée ou qui est exécuté à basse température à pression atmosphérique.

Par exemple des copeaux de bois peuvent être imprégnés de façon connue à froid à l'aide d'une solution aqueuse des réactifs nécessaires à la réalisation de l'invention puis cuits selon l'invention et enfin défilés comme indiqué au paragraphe précédent.

Par exemple la cuisson selon l'invention débute dans le défilage ou raffinage mécanique qu'alimentent la matière lignocellulosique de départ, par exemple des copeaux de bois, ou ladite matière déjà mise sous forme d'une pâte par défilage, pour être achevée au-delà si nécessaire.

Par exemple la cuisson selon l'invention peut être appliquée à une pâte après défilage-raffinage de la matière lignocellulosique de départ, par exemple des copeaux de bois.

La consistance, pourcentage en poids de matière lignocellulosique comptée à l'état sec dans le milieu, n'est pas un facteur critique pour la réalisation de l'invention. Pratiquement, et selon les modes d'exécution adoptés, elle est comprise entre environ 5 % et 50 %, en général entre 5 % et 25 % dans le cas d'une matière déjà défilée.

La durée de la cuisson selon l'invention dépend des autres paramètres d'exécution y compris du type d'équipement utilisé. Elle n'excède pas le plus souvent environ 1 heure et est généralement comprise entre quelques dizaines de secondes et 30 minutes.

L'invention est encore le blanchiment de la pâte fabriquée comme décrit juste ci-dessus, qui comprend le lavage de ladite pâte pour en éliminer au mieux les ions sulfite et l'agent réducteur et l'action sur celle pâte lavée du peroxyde d'hydrogène en milieu aqueux alcalin.

L'avantage dont l'invention est la cause, l'amélioration de l'aptitude au blanchiment jusqu'à un niveau de blanc élevé, est ainsi constaté.

Le lavage est réalisé de façon connue par exemple dans une séquence répétée ou non de dilution de la pâte par l'eau et de reconcentration de la pâte par pressage ou filtration.

On pourra se reporter par exemple à l'article de H.KRUGER, H.U.SUSS - Tappi, 1982 International Sulfite Pulping Conference, Toronto, 20-22 octobre 1982, 143-148 -pour juger de l'importance attribuée à ce lavage.

Le blanchiment est par exemple réalisé en engageant une quantité de peroxyde d'hydrogène comprise entre environ 0,5 % et 10 %, de préférence entre 2 % et 6 %, en présence d'environ 1 % à 6 % d'une solution de silicate de sodium de densité 1,33, à pH compris entre environ 9 et 11, à une température comprise entre 40°C et 100°C durant environ 0,5 heure à 2 heures, avec une consistance comprise entre 10 % et 30 %. La solution de blanchiment peut contenir des additifs comme essentiellement un ou plusieurs agents complexants ou séquestrants comme par exemple

les acides diéthylènetriaminepentaacétique et éthylènediaminetétraacétique sous forme de sels de sodium en quantité généralement comprise entre environ 0,1 % et 1 %. La pâte à blanchir peut encore être soumise avant blanchiment à un traitement avec, en nature et en quantité, les agents complexants ou séquestrants tels que ci-dessus, à une température comprise entre 20°C et 100°C, de préférence entre 50°C et 100°C, de préférence entre 50°C et 95°C pour ne pas avoir à travailler sous pression en gardant une vitesse de complexation ou séquestration suffisamment rapide, à une consistance comprise entre environ 5 % et 30 % durant des périodes de temps pouvant varier entre environ 5 minutes et 2 heures, et suivie de préférence d'un lavage, par exemple par pressage.

La cuisson selon l'invention peut être elle-même précédée d'un traitement de la matière lignocellulosique à l'aide d'un agent complexant ou séquestrant, du type de celui décrit ci-dessus. La consistance peut alors être comprise entre environ 5 % et 50 % sans généralement être supérieure à environ 25 % à 30 % quand la matière traitée a au préalable été soumise à une action de défibrage mécanique. Un tel traitement contribue à accroître encore l'effet intrinsèque de l'invention sur le degré de blanc après blanchiment et sur l'efficacité d'action du peroxyde d'hydrogène.

Il est encore possible de mettre la matière lignocellulosique en présence de l'agent complexant ou séquestrant au moment de la cuisson selon l'invention.

Les exemples suivants, donnés à titre indicatif mais non limitatif permettent de juger de l'invention et de ses avantages.

Dans ces exemples :

- les quantités sont exprimées en pour cent en poids par rapport à la matière lignocellulosique à l'état sec, sauf précision ou évidence,

- quand, avant cuisson, est appliqué un traitement à l'aide d'un agent complexant ou séquestrant, désigné par traitement séquestrant, il est réalisé sauf exception précisée, à 90°C durant 15 minutes, à une consistance de 10 %, à l'aide de 0,5 % d'une solution aqueuse à 40 % en poids de sel de sodium de l'acide diéthylènetriaminepentaacétique, désignée par DTPA

- le pH initial du milieu de cuisson selon et, le cas échéant, celui de la solution aqueuse d'imprégnation contenant le sulfite et l'agent réducteur, est compris entre 7 et 12,5,

- le borohydrure de sodium est appliqué sous forme de BOROL® et la quantité indiquée est celle de cette présentation,

- par silicate est désignée une solution aqueuse de dilicate de sodium de densité égale à 1,33,

- le degré de blanc est mesuré (457 nm) à l'aide du spectrophotomètre de type ELREPHO, fabriqué par KARL ZEISS.

Exemple 1

Des copeaux de bois de résineux défibrés présentant un degré de blanc égal à 53,7 % sont soumis à une cuisson en autoclave sous pression de vapeur d'eau saturée, à 120°C durant 0,5 heure, à

une consistance de 20 %, en présence, conjointement, de 5,9 % de sulfite de sodium Na₂SO₃, 2,5 % d'hydrosulfite de sodium et de 2 % d'hydroxyde de sodium.

La cuisson est suivie d'un lavage à l'eau pour éliminer les ions sulfite et le réducteur. La pâte CTMP obtenue est alors blanchie à 90°C durant 2 heures, à une consistance de 20 %, au moyen de 5 % de peroxyde d'hydrogène H₂O₂, 2 % d'hydroxyde de sodium, 4 % de silicate et 0,5 % de DTPA.

Le degré de blanc ainsi atteint est égal à 82,8 %.

En procédant comme ci-dessus à l'exception de la cuisson qui est réalisée, dans un but de comparaison, sans hydrosulfite, à l'aide d'une quantité de bisulfite de sodium égale à 5 % et d'une quantité de NaOH égale à 1,2 %, soit un rapport SO₂/NaOH considéré comme pratiquement optimal en un tel cas, le degré de blanc atteint n'est que de 81 %, en consommant en outre 1,05 fois plus de H₂O₂.

Exemple 2

La même matière lignocellulosique de départ que dans l'exemple 1 est soumise au traitement séquestrant puis à un lavage à l'eau. Elle est ensuite traitée comme dans l'exemple 1.

Le degré de blanc finalement obtenu est de 83,3 % lorsque la cuisson avant blanchiment comporte l'action conjointe de l'hydrosulfite avec le sulfite. Il est de 81 % seulement en adoptant les conditions de cuisson définies pour comparaison dans l'exemple 1 avec de plus une consommation de H₂O₂ se trouvant multipliée par 1,12.

Exemple 3

L'exemple 2 est répété dans le cas de l'action conjointe de l'hydrosulfite avec le sulfite mais avec une température de cuisson de 140°C au lieu de 120°C.

Le degré de blanc ainsi atteint est toujours élevé et égal à 82,6 %.

Exemple 4

La matière lignocellulosique de départ de l'exemple 1 est successivement soumise au traitement séquestrant, à un lavage à l'eau, à une cuisson effectuée sous pression de vapeur d'eau saturée à 120° durant 0,5 heure, la consistance étant de 20 %, en présence, conjointement, de 1,5 % de BOROL® et de 5,9 % de sulfite de sodium, enfin à un lavage à l'eau pour éliminer le sulfite et le réducteur. La pâte CTMP obtenue est alors blanchie comme après action conjointe de l'hydrosulfite avec le sulfite dans l'exemple 1.

Le degré de blanc atteint alors est égal à 84,5 %.

Il est encore de 82 % lorsque le blanchiment est modifié en ce qui concerne les quantités de H₂O₂, de NaOH et de silicate qui deviennent égales respectivement à 2 %, 1 % et 3 %.

Exemple 5

L'exemple 4 est modifié en ce que la quantité de BOROL® passe de 1,5 % à 1 % et en ce que le bisulfite de sodium, engagé à raison de 5 %, remplace le sulfite de sodium.

La pâte CTMP obtenue est blanchie comme après action conjointe de l'hydrosulfite avec le sulfite dans l'exemple 1. Le degré de blanc atteint après blanchiment est égal à 82,7 %.

Exemple 6

L'exemple 5 est répété mais avec 3 % de BOROL® au lieu de 1 %. Le degré de blanc est égal alors à 83,8 %.

Exemple 7

250 kg/h de copeaux de bois de résineux défibrés sont soumis à un traitement complexant à 90°C à l'aide de 0,5 % de DTPA, la consistance étant de 40 %, puis lavés par pressage et cuits en autoclave sous pression de vapeur d'eau saturée par action conjointe de 1,5 % de BOROL® avec 2,5 % de bisulfite de sodium neutralisé à l'aide d'hydroxyde de sodium. La cuisson est commencée à une température de 140°C durant 5 minutes puis achevée à une température de 100°C durant 1 heure. Après lavage à l'eau pour éliminer les ions sulfite et le réducteur, la pâte CTMP obtenue est blanchie à une consistance de 28 %, à 80°C durant 1 heure au moyen de 5,1 % de H₂O₂, 2 % de NaOH, 4 % de silicate et 0,5 % de DTPA.

Après raffinage dans un raffineur à disques et classage le degré de blanc de la pâte CTMP obtenue est égal à 80 %. La résistance à la traction, ou longueur de rupture en mètres est de 3 835.

En répétant le processus décrit ci-dessus mais en omettant le BOROL®, le degré de blanc n'est plus égal qu'à 77 %, en engageant pourtant 5,4 % de H₂O₂, et la longueur de rupture qu'à 3 290 m.

Les copeaux de départ présentent, après défibrage-raffinage en l'absence de tout réactif chimique, un degré de blanc égal à 55,5 % et une longueur de rupture égale à 2 755 m.

Exemple 8

En répétant le procédé selon l'invention tel qu'il est décrit dans l'exemple 7 mais en réalisant la cuisson selon l'invention par action conjointe de 2,5 % d'hydrosulfite de sodium avec 5 % de bisulfite de sodium neutralisé à l'aide de NaOH et de 1 % de NaOH, la pâte CTMP blanchie comme dans l'exemple 7 mais en n'engageant que 4,7 % de H₂O₂ à un degré de blanc égal à 78,5 % et une longueur de rupture de 3 525 m.

Exemple 9

La même matière lignocellulosique de départ que dans l'exemple 1 est soumise au traitement séquestrant puis à un lavage à l'eau. Elle est ensuite soumise à une cuisson selon l'invention à 120°C durant 0,5 h, à une consistance de 20 %, en présence conjointement de 1 % de dioxyde de thiourée et de 5,9 % de sulfite de sodium.

La cuisson est suivie d'un lavage à l'eau pour éliminer les ions sulfite et le réducteur. La pâte lavée obtenue est alors blanchie comme après action conjointe de l'hydrosulfite avec le sulfite dans l'exemple 1, à 90°C durant 2 heures, à une consistance de 20 %, au moyen de 5 % de H₂O₂, 2 % d'hydroxyde de sodium, 4 % de silicate et

0,5 % de DTPA.

Le degré de blanc ainsi atteint est égal à 83,5 %.

Exemple 10

Des copeaux de bois de feuillu défibrés présentant un degré de blanc égal à 59,9 % sont soumis à une cuisson en autoclave sous pression de vapeur d'eau saturée, à 120°C durant 0,5 heure, à une consistance de 20 %, en présence, conjointement, de 1,5 % de BOROL® et de 5,9 % de sulfite de sodium, suivie d'un lavage à l'eau pour éliminer le sulfite et le réducteur. La pâte lavée obtenue est alors blanchie à 90°C durant 2 heures, à une consistance de 20 %, au moyen de 5 % de H₂O₂, 4 % de silicate et 0,5 % de DTPA.

Le degré de blanc atteint est égal à 86,6 %.

En procédant comme ci-dessus sauf pour la cuisson qui est réalisée, dans un but de comparaison, sans BOROL®, le degré de blanc atteint n'est plus que de 84,1 % en consommant de plus 1,05 fois plus de H₂O₂.

Exemple 11

250 kg/h de copeaux de bois de résineux ayant subi un défibrage sont traités par imprégnation à l'aide de 0,5 % de DTPA à 90°C à une consistance de 20 %, lavés à l'eau par dilutions et pressages successifs, puis soumis à une cuisson sous pression de vapeur d'eau saturée, à 120°C pendant le séjour d'une durée de 30 secondes environ dans un défibreux mécanique à une consistance de 28 % par action conjointe de 1,5 % de BOROL® et de 3 % de SO₂ en mélange de pH 8,4 avec de l'hydroxyde de sodium, se prolongeant à 100°C durant 30 minutes. La pâte, lavée à l'eau après cuisson par dilutions et pressages successifs pour éliminer les ions sulfite et le réducteur, est enfin blanchie à 80°C durant 2 heures à une consistance de 26,5 % au moyen de 5,2 % de H₂O₂, 2 % de NaOH, 4 % de silicate et 0,5 % de DTPA.

Après raffinage en raffineur à double disque et classage, le degré de blanc de la pâte lavée blanchie est de 83,6 %.

En opérant comme ci-dessus mais en omettant le BOROL® dans la cuisson, le degré de blanc de la pâte blanchie n'est plus que de 80,1 % en consommant 1,05 fois plus de H₂O₂.

Exemple 12

On opère comme dans l'exemple 11 mais en partant de copeaux de bois de feuillu et en réalisant la cuisson sous pression de vapeur d'eau saturée avec, conjointement au BOROL®, 2,45 % de SO₂ en mélange de pH 11,5 avec de l'hydroxyde de sodium.

Le degré de blanc de la pâte blanchie obtenue est égal à 87,3 % la longueur de la rupture, en mètres, égale à 3 235, et l'indice de déchirure à 352.

En opérant comme ci-dessus mais sans mettre en oeuvre le BOROL® le degré de blanc n'est plus que de 86 %, la longueur de rupture, en mètres, est égale à seulement 2 885 m et l'indice de déchirure à 310, à degré de raffinage identique.

Exemple 13

On répète l'exemple 4 sur des copeaux de bois de résineux défibrés de degré de blanc égal à 62 % sauf que le traitement séquestrant n'est pas effectué avant cuisson mais que cette dernière est réalisée en présence, en plus du sulfite et du BOROL®, de 0,5 % de DTPA.

Le degré de blanc de la pâte blanchie obtenue est égal à 86 % tandis qu'il n'est que de 84 % en opérant comme ci-dessus mais sans mettre en oeuvre le BOROL®.

Exemple 14

Après préchauffage à la vapeur d'eau, des copeaux de bois de résineux sont imprégnés, par immersion et égouttage, simultanément de 3 % de sulfite de sodium, 3 % de bisulfite de sodium, 1,5 % de BOROL®, 0,5 % de DTPA et sont cuits en autoclave sous pression de vapeur d'eau saturée durant 4 minutes à 190°C avant de subir un défibrage mécanique par éjection brutale hors de l'autoclave à travers une filière et un raffinage en raffineur à disques.

La pâte ainsi obtenue est blanchie, après lavage pour éliminer le sulfite et, à 90°C durant 2 heures à une consistance de 20 % au moyen de 5 % de H₂O₂, 2 % d'hydroxyde de sodium, 4 % de silicate et 0,5 % de DTPA.

Le degré de blanc de la pâte ainsi finalement obtenue est égal à 71 % tandis que les copeaux de départ raffinés n'avaient qu'un degré de blanc égal à 56 %.

En opérant comme ci-dessus mais sans mettre en oeuvre le BOROL®, le degré de blanc atteint n'est égal qu'à 66 % et la longueur de rupture, en mètres, est plus faible, 3 755 au lieu de 3 900, pour un indice de rupture pratiquement inchangé.

L'invention permet non seulement de fabriquer des pâtes CTMP blanchies de haut niveau de blanc à partir aussi bien de bois de résineux que de bois de feuillus avec une consommation réduite de H₂O₂ mais encore de conserver et même d'améliorer les propriétés mécaniques des pâtes blanchies usuelles.

Revendications

1. Procédé de fabrication de pâtes CTMP dans lequel interviennent le sulfite de sodium ou le bisulfite de sodium ou un mélange de dioxyde de soufre et d'hydroxyde de sodium, et un agent réducteur plus électronégatif que l'ion sulfite, qui consiste à adjoindre à un défibrage mécanique de la matière lignocellulosique une cuisson non destructrice de ladite matière à température égale ou supérieure à 100°C sous pression de vapeur d'eau saturée, à l'aide desdits sulfite, bisulfite ou mélange et dudit agent réducteur, caractérisé en ce que lesdits sulfite, bisulfite ou mélange, et ledit agent réducteur interviennent sur la matière lignocellulosique conjointement et en milieu de pH

initial compris entre 7 et 12,5, pour conduire à une pâte fabriquée apte au blanchiment à l'aide de peroxyde d'hydrogène en milieu aqueux alcalin.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent réducteur est choisi parmi le dioxyde de thiourée, le borohydrure de sodium ou le dithionite de sodium.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le dioxyde de thiourée ou l'hydrosulfite de sodium sont engagés à raison de 0,1 % à 5 %.

4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le borohydrure de sodium est engagé à raison de 0,01 % à 0,5 %.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la température de cuisson n'excède pas 200°C.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la température de cuisson est comprise entre 120°C et 160°C.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la quantité de sulfite de sodium, ou de bisulfite de sodium ou de mélange dioxyde de soufre-hydroxyde de sodium est telle qu'elle soit comprise entre 0,1 % et 10 % exprimée en dioxyde de soufre.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la matière lignocellulosique est traitée à l'aide d'un agent complexant ou séquestrant avant cuisson.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la matière lignocellulosique est mise en présence d'un agent complexant ou séquestrant au moment de la cuisson.

10. Procédé selon l'une des revendications 8 ou 9, caractérisé en ce que l'agent complexant ou séquestrant est le DTPA.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la cuisson est réalisée avant, pendant ou après le défibrage mécanique.

12. Blanchiment de la pâte fabriquée selon l'une des revendications 1 à 11 qui comprend le lavage de ladite pâte pour en éliminer les ions sulfite et l'agent réducteur, puis l'action sur cette pâte lavée du peroxyde d'hydrogène en milieu aqueux alcalin.

13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que le peroxyde d'hydrogène est engagé en milieu de pH compris entre 9 et 11.

14. Procédé selon l'une des revendications 12 et 13, caractérisé en ce que le peroxyde d'hydrogène est engagé à raison de 2 % à 6 %.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 88 42 0160

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)
A	LU-A- 59 701 (VITA MAYER & CO.) * Revendications 1-9; exemples 5,6; page 10 * & US-A-3 981 765 (Cat. D) ---	1,2,4-7 ,11	D 21 C 3/00
D,A	FR-A-1 389 308 (FMC CORP.) * En entier * ---	1,2,4,5 ,7,11- 14	
D,A	FR-A-1 150 451 (S.A. DES MANUFACTURES DES GLACES ET PRODUITS CHIMIQUES DE SAINT-GOBAIN, CHAUNY & CIREY) * Page 1, colonne de droite; exemples 2,3 * ---	1-3,5-7	
A	TAPPI JOURNAL, vol. 68, no. 2, février 1985, pages 64-68, Easton, Pennsylvania, US; M. JACKSON et al.: "Chemithermomechanical pulp production and end-uses in Scandinavia" * En entier * ---	1,5-8, 10-12	
A	EP-A-0 172 135 (R. VIT et al.) * Colonnes 2-5; figures 1,3 * ---	1,5-8, 10-14	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
A	FR-A-2 389 712 (MO OCH DOMSJO AKTIEBOLAG) * Revendications 1-5,8,9,12; figure 1; page 4, lignes 18-29; exemples 1-4; page 8 * ---	1-8,10- 14	D 21 B D 21 C
A	ABSTRACTS BULLETIN OF THE INSTITUTE OF PAPER CHEMISTRY, vol. 48, no. 11, mai 1978, page 1187, résumé no. 11073; B.I. FLEMING et al.: "Reducing agents as additives for soda pulping", & SVENSK PAPPERSTID. 81, no. 1: 13-18 (Jan. 25, 1978) -----		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 12-08-1988	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	