



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Numéro de publication:

0 421 843 A1

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

Numéro de dépôt: **90402657.2**

Int. Cl.⁵: **D21C 9/00**

Date de dépôt: **27.09.90**

Priorité: **02.10.89 FR 8912823**

Date de publication de la demande:
10.04.91 Bulletin 91/15

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

Demandeur: **LA CELLULOSE DU PIN**
353, bd du Président Wilson
F-33200 Bordeaux(FR)

Inventeur: **Fuentes, Jean-Luc**
94, Chemin de Couhins
F-33140 Villenave d'Ornon(FR)

Inventeur: **Rousset, Christian**
23, Avenue de la Côte d'Argent
F-33380 Biganos(FR)
Inventeur: **Goma, Gérard**
20, Rue de Salas
F-31520 Ramonville sur Agne(FR)
Inventeur: **Pommier, Jean-Claude**
35, Allée de Gascogne
F-33170 Gradignan(FR)

Mandataire: **Muller, René et al**
SAINT-GOBAIN RECHERCHE 39, quai Lucien
Lefranc-BP 135
F-93303 Aubervilliers Cédex(FR)

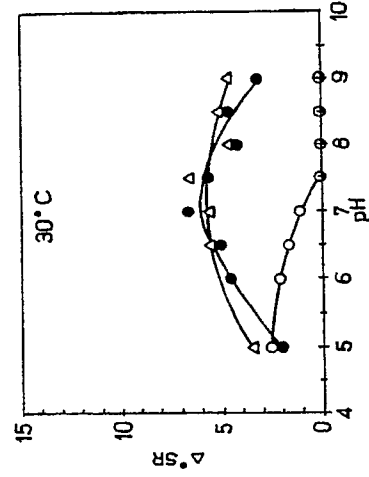
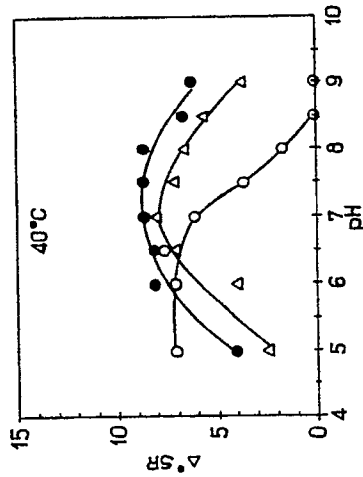
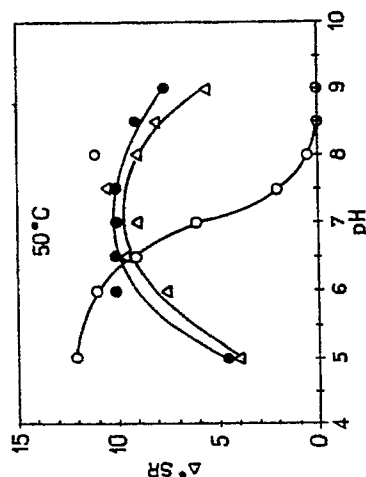
Procédé de traitement d'une pâte papetière par une préparation enzymatique pour la fabrication de papier ou de carton.

L'invention concerne un procédé de traitement d'une pâte papetière par une préparation enzymatique.

Selon le procédé, on fait agir sur une suspension aqueuse de ladite pâte présentant un degré Schopper-Riegler (SR) déterminé conformément à la norme NFAQ 50 003, au moins égal à 25, une préparation enzymatique contenant des cellulases et/ou des hémicellulases choisies parmi celles dérivées du champignon *Humicola insolens* et de la bactérie *cellulomonas*.

Application du procédé pour le traitement d'une pâte papetière à base de fibres recyclées, présentant un pH au moins égal à 5.

EP 0 421 843 A1



o : Lifase A40 ● : Celluzyme 1500T Δ : Celluzyme 0,7T

PROCEDE DE TRAITEMENT D'UNE PATE PAPETIERE PAR UNE PREPARATION ENZYMATIQUE POUR LA FABRICATION DE PAPIER OU CARTON.

La présente invention concerne l'industrie papetière et notamment l'industrie du papier recyclé et elle a plus précisément pour objet un nouveau procédé de traitement de pâtes papetières au moyen d'une préparation enzymatique, permettant notamment une bonne machinabilité de ladite pâte lors de la fabrication du papier.

5 L'industrie papetière utilise de plus en plus de papiers recyclés. Dans la fabrication du carton ondulé par exemple, on fait de plus en plus appel à des matières premières à base de fibres recyclées, et on augmente parallèlement le nombre des recyclages. Or, à chaque recyclage, la qualité des matières premières se dégrade davantage. Pour retrouver un niveau satisfaisant des caractéristiques mécaniques, on procède alors généralement à un raffinage des pâtes en suspension aqueuse, ce qui entraîne des difficultés de machinabilité, en particulier d'égouttabilité de la composition papetière.

10 Les pâtes en suspension aqueuse prêtes à être mises en oeuvre sur une machine à papier peuvent être caractérisées par divers paramètres, et l'un d'entre eux est particulièrement significatif pour la prévision de l'aptitude de la pâte à l'égouttage. On définit ainsi le degré Schopper-Riegler (SR) d'une pâte comme étant un élément d'appréciation de la qualité d'une pâte pour la fabrication du papier. Il exprime l'aptitude de l'eau à se séparer de la suspension dans les conditions définies par la norme NFQ 50 003. Sur une échelle allant de 0 à 100, une valeur élevée du SR traduit une faible vitesse d'égouttage de la suspension tandis qu'une valeur faible traduit une vitesse d'égouttage plus rapide. On a observé par exemple qu'une pâte qui a subi une opération de raffinage voit son SR plus ou moins augmenté selon le degré de raffinage subi, par rapport à une pâte qui n'a pas ou peu subi une telle opération.

20 Ce paramètre joue un rôle particulièrement important dans la productivité de la machine à papier. En effet, pour augmenter la productivité, il faut que la phase d'égouttage prenne le moins de temps possible. Pour des suspensions avec un degré SR élevé, on est obligé d'augmenter la concentration des pâtes pour conserver une même cadence de fabrication. Cela entraîne une moins bonne formation des feuilles car les fibres se répartissent plus difficilement. Il est donc particulièrement avantageux de disposer de suspensions présentant un degré SR assez faible.

25 Dès que des suspensions présentent un degré SR supérieur à 25, il devient souhaitable d'essayer de le faire baisser pour améliorer les conditions de fabrication du papier. Un tel abaissement est souhaitable suivant deux aspects : d'une part, on peut améliorer la productivité de la machine à papier grâce à l'accélération de l'égouttage ; d'autre part, on peut conserver les cadences de fabrication sans avoir à compenser la lenteur de l'égouttage par une moindre dilution de la suspension, avec les risques que cela entraînerait d'une mauvaise formation des feuilles.

30 Dans la publication de brevet européen 0 262 040, on a décrit un procédé de traitement de pâtes papetières en suspension aqueuse, notamment des pâtes à base de fibres recyclées, possédant un degré SR au moins égal à 25 qui, par utilisation de préparations enzymatiques à base de cellulases et/ou d'hémicellulases, permet d'abaisser le SR et donc d'améliorer l'égouttage de la suspension et la productivité de la machine à papier.

35 Les préparations enzymatiques contenant des cellulases et/ou des hémicellulases décrites sont de préférence celles qui possèdent une activité C_1 , une activité C_x et une activité xylanasiq. Ces trois activités sont définies par la nomenclature internationale des enzymes et elles peuvent être qualifiées et exprimées en unités du système international par milligramme de poudre de la préparation enzymatique considérée. L'activité C_1 est l'action de la cellobiohydrolase pouvant être dosée sur de la cellulose pure très organisée. Cette activité se manifeste par la production de cellobiose et le système international a retenu le substrat AVICEL comme substrat de référence. L'activité C_x est dosée sur de la cellulose modifiée, la carboxyméthylcellulose et elle est quantifiée par une chute de la viscosité de la carboxyméthylcellulose ou 45 une augmentation des extrémités réductrices. L'activité xylanasiq permet une hydrolyse des xylanes de liaison.

50 Comme décrit dans le document cité, le milieu réactionnel peut être plus ou moins approprié à l'action des enzymes. Des conditions de température et de pH conviennent plus particulièrement pour éviter tout risque de dénaturation des enzymes par le milieu. Le pH est ainsi avantageusement compris entre 3 et 7, et la température entre 20°C et 60°C. Au delà de 60°C, le milieu tend à dénaturer l'enzyme, et en dessous de 20°C, l'action des enzymes se manifeste particulièrement lentement.

Avec les préparations enzymatiques décrites dans ce document, il est recommandé de se placer à un pH compris entre 3 et 7 environ.

Certaines compositions papetières de fibres recyclées peuvent présenter un pH élevé et supérieur à 7.

Dans ce cas, on peut être amené à diminuer le pH pour se situer dans les conditions optimales d'action des préparations enzymatiques.

La diminution du pH s'effectue généralement par addition d'acide tel l'acide sulfurique. Outre l'inconvénient d'être une opération supplémentaire, l'addition d'un acide peut provoquer des perturbations au niveau de la formation de la feuille sur la machine à papier, par exemple diminuer l'efficacité de certains agents tels les agents de rétention.

De plus, dans le cas des papiers impression-écriture par exemple, il est nécessaire d'ajouter une quantité importante d'acide ce qui diminue l'intérêt économique du procédé de traitement par les enzymes.

L'invention obvie aux inconvénients cités.

On a maintenant trouvé selon l'invention des préparations enzymatiques à base de cellulases et/ou d'hémicellulases qui ne nécessitent pas de modifications du procédé de formage de la feuille et qui peuvent être utilisées à des pH supérieurs aux pH utilisés jusqu'à présent.

Le procédé selon l'invention consiste à utiliser en vue d'abaisser le SR des compositions papetières, notamment à base de fibres recyclées, présentant un SR supérieur à 25, des préparations enzymatiques contenant des cellulases dites alcalines, choisies parmi celles produites par la fermentation du champignon Humicola insolens et celles produites par la bactérie Cellulomonas.

Les cellulases alcalines utilisées de préférence sont celles obtenues à partir des souches déposées à une autorité de dépôt international de micro-organismes et référencées CBS 39 269, CBS 14 764, ATCC 16 454, ATCC 26 908, ATCC 34 627 pour le champignon Humicola insolens et UDA 8 200, FIMI 11 341, UDA 11 494 pour la bactérie Cellulomonas.

Toutes ces cellulases présentent une activité CMC (C_x) et une activité papier filtre plus élevées à pH 7 ou 9 qu'à pH 5. L'activité papier filtre correspond à la mesure des sucres réducteurs libérés par l'action de la préparation enzymatique à partir du papier filtre (papier filtre WHATMAN).

Sous un des aspects de l'invention, on traite une pâte papetière notamment une pâte papetière à base de fibres recyclées, par une préparation enzymatique présentant une activité maximale exprimée par rapport à l'abaissement du degré SR pour des valeurs de pH supérieures à 6.

Les préparations enzymatiques selon l'invention peuvent être utilisées à des concentrations comprises entre 0,01 % à 2 % en poids de la pâte papetière exprimés à sec.

On peut aussi utiliser dans le cadre de l'invention, des préparations enzymatiques désignées sous l'appellation Celluzyme[®] par la société NOVO, qui contiennent des cellulases produites par la fermentation du champignon Humicola insolens.

Après le traitement par les préparations enzymatiques selon l'invention, les compositions papetières en suspensions aqueuses sont mises en oeuvre sur une machine à papier usuelle qui comprend - une table de fabrication munie d'une caisse apportant un jet de pâte en suspension aqueuse pour la formation d'une feuille de papier, la table de fabrication étant recouverte d'une toile pour l'égouttage de la pâte, - une section de presse, - une section de séchage.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description détaillée suivante d'exemples de réalisation.

Dans tous les exemples rapportés, les caractéristiques indiquées sont définies de la façon suivante :

- degré Schopper-Rieger (SR) : conformément à la norme NFQ 50 003 (mesuré sur une pâte en suspension homogène à 2 g/l)

Exemples 1 A 15 :

On prépare une suspension aqueuse d'une pâte papetière à base de fibres recyclées de la façon suivante :

On pèse 1 kg sec d'une pâte constituée uniquement de fibres en provenance de caisses en carton recyclées. On en fait une suspension aqueuse à 3 % en poids en ajoutant de l'eau jusqu'à un poids total de 33,333 kg. On ajuste le pH, pour obtenir un pH de 5, 6, 7, 8, 9 selon les exemples, puis on porte la suspension fibreuse à la température désirée de 50, 40 ou 30 °C selon les exemples. Une fois cette température atteinte, on introduit 3 g d'une poudre à base de cellulases désignée sous l'appellation Celluzyme[®] 1500T par la société NOVO. On laisse réagir les enzymes sous agitation pendant 1/2 heure. On dilue la suspension aqueuse par addition d'eau pour obtenir une suspension à 7 g/l et on mesure le degré SR. Les valeurs obtenues sont indiquées dans le tableau ci-après. On réalise ainsi 15 exemples différents par la température et le pH.

Exemples 16 à 30 :

On opère comme dans les exemples précédents sauf qu'on change la préparation enzymatique, en utilisant ici une poudre à base de cellulases désignée sous l'appellation Celluzyme^R 0,7 T par la société
5 NOVO.

Exemples 31 à 33 :

10 On opère comme dans les exemples 6, 8 et 10 respectivement, en utilisant une préparation enzymatique à base de cellulases issues de la souche CBS 14 764 du champignon Humicola insolens.

La préparation enzymatique est obtenue de la façon suivante :

La souche telle que fournit par l'autorité de dépôt internationale Centraalbureau Voor Schimmelcultures (CBS) est transférée dans un milieu stérile contenant de la cellulose, à un pH 6. Après 7 jours de culture à
15 40 ° C, le mycelium est séparé du milieu de fermentation par filtration. Le filtrat obtenu est lyophilisé de manière à obtenir une poudre que l'on peut employer à raison de 0,01 à 2 % en poids, du poids en sec de la pâte papetière à traiter.

20 Exemples 34 à 36 :

On opère comme dans les exemples 6, 8 et 10 respectivement, en utilisant une préparation enzymatique à base de cellulases issues de la souche UDA 11 494 de la bactérie Cellulomonas.

La préparation enzymatique est obtenue de la façon suivante :

25 La souche telle que fournit par l'autorité de dépôt internationale est transférée dans un milieu stérile contenant de la cellulose, à pH 7. Après 7 jours de culture à 25 ° C, les cellules sont séparées du milieu de fermentation par filtration. Le filtrat est lyophilisé de manière à obtenir une poudre que l'on peut employer à raison de 0,01 à 2 % en poids du poids en sec de la pâte papetière à traiter.

30

Exemples comparatifs 37 à 51 :

On opère comme dans les exemples précédents sauf qu'on remplace les préparations enzymatiques selon l'invention par une préparation enzymatique commercialisée sous la référence Maxazyme^R CL 2000
35 par la société Rapidase qui est une préparation dérivée du microorganisme Trichoderma viride et décrite dans la publication de brevet européen déjà cité EP 0 262 040.

L'exemple témoin suivant sur le tableau n'utilise aucune préparation enzymatique.

Pour mieux mettre en évidence la réactivité des préparations enzymatiques selon l'invention, on a représenté sur les figures en annexe, les variations du degré SR en fonction du pH pour les trois
40 températures selon les exemples 1 à 30 et 37 à 51. SR est la différence des degrés Shopper des pâtes papetières mesurées avant et après le traitement enzymatique.

Les graphiques montrent les bonnes réactivité des enzymes utilisées selon l'invention pour des pH supérieurs à 6 alors que, pour les préparations enzymatiques utilisées dans l'art antérieur, cette réactivité décroît fortement pour des valeurs de pH supérieurs à 6. On peut encore noter l'efficacité inattendue des
45 préparations enzymatiques selon l'invention lorsqu'on effectue le traitement à 30 ° C.

L'action des enzymes va se traduire sur la machine à papier par une amélioration de l'égouttabilité et une augmentation de la vitesse de la machine. Elle permet une dilution plus importante de la composition papetière en caisse de tête.

50

55

TABLEAU

	Ex.	t ° C	pH	SR	SR	Ex.	t ° C	pH	SR	SR
5	1	50	5	39,5	4,5	26	30	5	40,5	3,5
	2	50	6	34	10	27	30	6	39,5	4,5
	3	50	7	34	10	28	30	7	38,5	5,5
	4	50	8	33	11	29	30	8	39,5	4,5
	5	50	9	36,5	7,5	30	30	9	39,5	4,5
10	6	40	5	40	4	31	40	5	42	2
	7	40	6	36	8	32	40	7	39	5
	8	40	7	35,5	8,5	33	40	9	39	4
	9	40	8	35,5	8,5	34	40	5	40	4
	10	40	9	38	6	35	40	7	34	10
15	11	30	5	42	2	36	40	9	34	8
	12	30	6	39,5	4,5	Comp.				
	13	30	7	37,5	6,5	37	50	5	32	12
	14	30	8	40	4	38	50	6	33	11
	15	30	9	41	3	39	50	7	38	6
20	16	50	5	40	4	40	50	8	43,5	0,5
	17	50	6	36,5	7,5	41	50	9	44	0
	18	50	7	35	9	42	40	5	37	7
	19	50	8	35	9	43	40	6	37	7
	20	50	9	38,5	5,5	44	40	7	38	6
25	21	40	5	41,5	2,5	45	40	8	42,5	1,5
	22	40	6	40	4	46	40	9	44	0
	23	40	7	36	8	47	30	5	41,5	2,5
	24	40	8	37,5	6,5	48	30	6	42	2
	25	40	9	40,5	3,5	49	30	7	43	1
30						50	30	8	44	0
						51	30	9	44	0
						Tem.			44	0

Revendications

1. Procédé de traitement d'une pâte papetière, notamment une pâte papetière à base de fibres recyclées, dans lequel on fait agir sur une suspension aqueuse de ladite pâte papetière présentant un degré Schopper-Riegler (SR), déterminé conformément à la norme NFQ 50 003 au moins égal à 25, en vue d'abaisser ce degré SR, une préparation enzymatique contenant des cellulases et/ou des hémicellulases, caractérisé en ce qu'on utilise une préparation enzymatique contenant des enzymes choisies parmi celles dérivées du champignon Humicola insolens et de la bactérie Cellulomonas.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les enzymes utilisées sont obtenus à partir des souches référencées CBS 39 269, CBS 14 764, ATCC 16 454, ATCC 26 908, ATCC 34 627 pour le champignon Humicola insolens et UDA 8 200, FIMI 11 341, UDA 11 494 pour la bactérie Cellulomonas.
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que les enzymes utilisées sont obtenues à partir des souches référencées CBS 14 764 et UDA 11 494.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la préparation enzymatique est choisie parmi les préparations commercialisées sous les appellations Celluzyme^R 1500 T et Celluzyme^R 0,7 T.
5. Procédé selon une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la composition papetière traitée présente un pH compris entre 5 et 9.
6. Procédé selon une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la température de traitement est comprise entre 20 et 60 °C.
7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la température de traitement est de 30 °C environ.
8. Procédé de traitement d'une pâte papetière, notamment une pâte papetière à base de fibres recyclées,

caractérisé en ce qu'on utilise une préparation enzymatique présentant une activité maximale exprimée par rapport à l'abaissement du degré SR de la pâte papetière pour des valeurs de pH supérieures à 6.

9. Procédé pour l'amélioration de l'égouttabilité d'une composition papetière, caractérisé en ce qu'on traite la pâte papetière selon une des revendications 1 à 8.

5

10

15

20

25

30

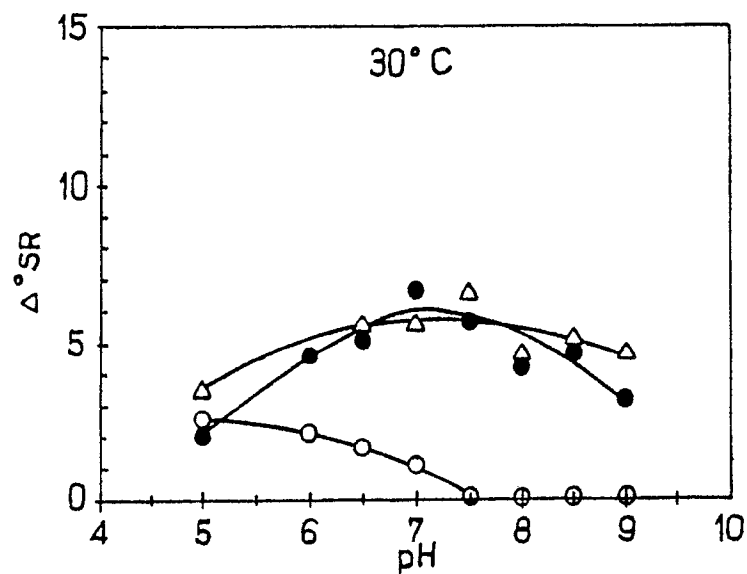
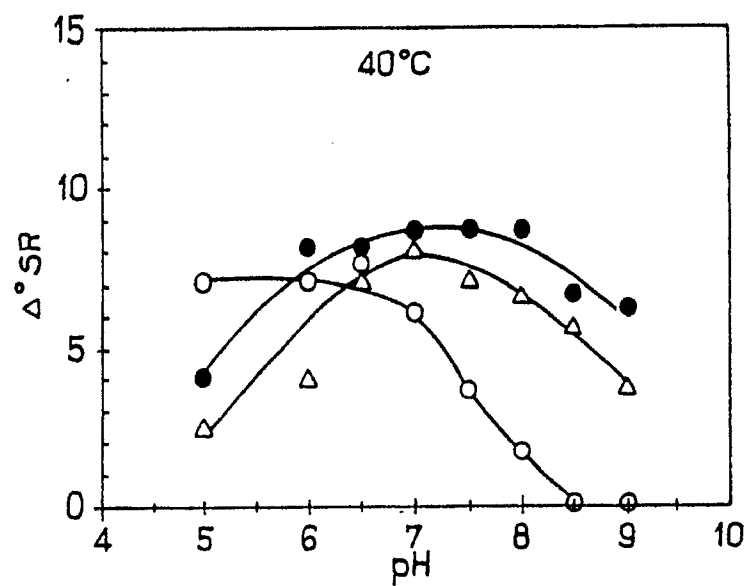
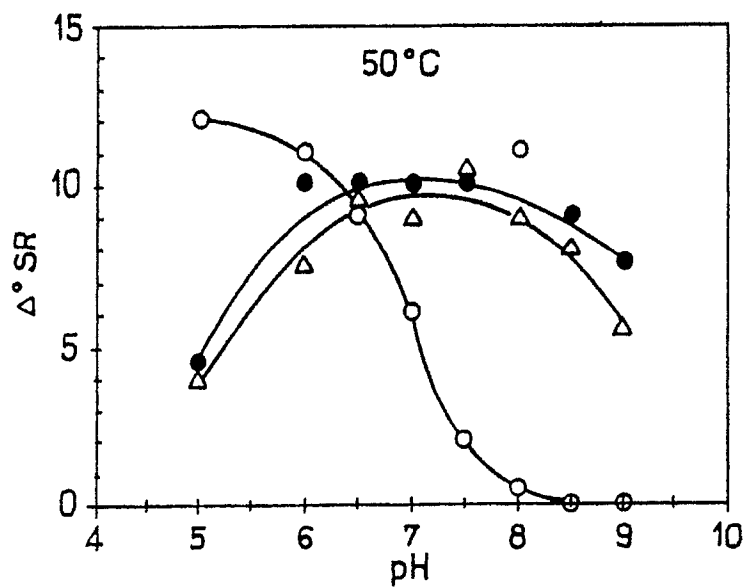
35

40

45

50

55



○ : Liftase A40 ● : Celluzyme 1500T △ : Celluzyme 0,7T



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 90 40 2657

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.5)
X	EP-A-0 334 739 (LA CELLULOSE DU PIN) * le document en entier * - - -	1,5-9	D 21 C 9/00
X,D	EP-A-0 262 040 (LA CELLULOSE DU PIN) * le document en entier * - - - - -	1,6,7,9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			D 21 C
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche La Haye		Date d'achèvement de la recherche 03 décembre 90	Examineur SONGY O.M-L.A.
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			