PCT ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE
Bureau international

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets 6 : **D21C 5/02** | **A1**

(11) Numéro de publication internationale: **WO 98/12377**

(43) Date de publication internationale: 26 mars 1998 (26.03.98)

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR97/01642

(22) Date de dépôt international: 17 septembre 1997 (17.09.97)

(30) Données relatives à la priorité:
96/11542 23 septembre 1996 (23.09.96) FR

(71) Déposant *(pour tous les Etats désignés sauf US)*: RHONE-POULENC CHIMIE [FR/FR]; 25, quai Paul Doumer, F-92408 Courbevoie Cedex (FR).

(72) Inventeurs; et
(75) Inventeurs/Déposants *(US seulement)*: LAFON, Marie-Odile [FR/FR]; 84, boulevard Richard Lenoir, F-75011 Paris (FR). PENNAVAIRE, Maryse [FR/FR]; 100, avenue du Docteur Rosenfeld, F-93230 Romainville (FR).

(74) Mandataire: FABRE, Madeleine-France; Rhône-Poulenc Chimie, Direction de la Propriété Industrielle, 25, quai Paul Doumer, F-92408 Courbevoie Cedex (FR).

(81) Etats désignés: AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CU, CZ, EE, GE, HU, ID, IL, IS, JP, KP, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, SG, SI, SK, SL, TR, TT, UA, US, UZ, VN, YU, brevet ARIPO (GH, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée
Avec rapport de recherche internationale.

(54) Title: DE-INKING LIQUID COMPOSITION AND ITS USE FOR DE-INKING PAPER

(54) Titre: COMPOSITION LIQUIDE DE DESENCRAGE ET SON UTILISATION POUR LE DESENCRAGE DU PAPIER

(57) Abstract

The invention concerns a liquid composition containing at least one first surfactant (A) and at least one second surfactant selected between (B) and (C). The non-ionic surfactant (A) is a fatty alcohol selected among the polyethoxylated or polypropoxylated fatty alcohols of the formula R_1-O-[$(CH_2CH_2O)_x \cdot (CH_2\text{-}CH\langle CH_3\rangle O)y$]-H. The non-ionic surfactant (B) is a fatty alcohol selected among the polyethoxylated fatty alcohols of the general formula R_2-O-$(CH_2CH_2O)_z$-H. The non-ionic surfactant (C) is a fatty alcohol selected among the polyethoxylated fatty alcohols corresponding to the formula R_3-O-$(CH_2CH_2O)_w$-H. The composition can be used for de-inking paper.

(57) Abrégé

La présente invention a pour objet une composition liquide comprenant au moins un premier tensioactif (A) et au moins un deuxième tensioactif choisi parmi (B) et (C). Le tensioactif non-ionique (A) est un alcool gras choisi parmi les alcools gras polyéthoxylés et polypropoxylés de la formule: R_1-O-[$(CH_2CH_2O)_x \cdot (CH_2\text{-}CH\langle CH_3\rangle O)y$]-H. Le tensioactif non-ionique (B) est un alcool gras choisi parmi les alcools gras polyéthoxylés de la formule générale R_2-O-$(CH_2CH_2O)_z$-H. Le tensioactif non-ionique (C) est un alcool gras choisi parmi les alcools gras polyéthoxylés correspondant à la formule: R_3-O-$(CH_2CH_2O)_w$-H. La présente composition peut être utilisée pour le désencrage du papier.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AL	Albanie	**ES**	Espagne	**LS**	Lesotho	**SI**	Slovénie
AM	Arménie	**FI**	Finlande	**LT**	Lituanie	**SK**	Slovaquie
AT	Autriche	**FR**	France	**LU**	Luxembourg	**SN**	Sénégal
AU	Australie	**GA**	Gabon	**LV**	Lettonie	**SZ**	Swaziland
AZ	Azerbaïdjan	**GB**	Royaume-Uni	**MC**	Monaco	**TD**	Tchad
BA	Bosnie-Herzégovine	**GE**	Géorgie	**MD**	République de Moldova	**TG**	Togo
BB	Barbade	**GH**	Ghana	**MG**	Madagascar	**TJ**	Tadjikistan
BE	Belgique	**GN**	Guinée	**MK**	Ex-République yougoslave de Macédoine	**TM**	Turkménistan
BF	Burkina Faso	**GR**	Grèce			**TR**	Turquie
BG	Bulgarie	**HU**	Hongrie	**ML**	Mali	**TT**	Trinité-et-Tobago
BJ	Bénin	**IE**	Irlande	**MN**	Mongolie	**UA**	Ukraine
BR	Brésil	**IL**	Israël	**MR**	Mauritanie	**UG**	Ouganda
BY	Bélarus	**IS**	Islande	**MW**	Malawi	**US**	Etats-Unis d'Amérique
CA	Canada	**IT**	Italie	**MX**	Mexique	**UZ**	Ouzbékistan
CF	République centrafricaine	**JP**	Japon	**NE**	Niger	**VN**	Viet Nam
CG	Congo	**KE**	Kenya	**NL**	Pays-Bas	**YU**	Yougoslavie
CH	Suisse	**KG**	Kirghizistan	**NO**	Norvège	**ZW**	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	**KP**	République populaire démocratique de Corée	**NZ**	Nouvelle-Zélande		
CM	Cameroun			**PL**	Pologne		
CN	Chine	**KR**	République de Corée	**PT**	Portugal		
CU	Cuba	**KZ**	Kazakstan	**RO**	Roumanie		
CZ	République tchèque	**LC**	Sainte-Lucie	**RU**	Fédération de Russie		
DE	Allemagne	**LI**	Liechtenstein	**SD**	Soudan		
DK	Danemark	**LK**	Sri Lanka	**SE**	Suède		
EE	Estonie	**LR**	Libéria	**SG**	Singapour		

COMPOSITION LIQUIDE DE DESENCRAGE ET SON UTILISATION POUR LE DESENCRAGE DU PAPIER

La présente invention concerne une composition liquide de désencrage de papier, employée dans la régénération de pulpe issue de vieux papiers imprimés de journaux, magazines, photocopies et papiers d'ordinateur, et son procédé de préparation ainsi que son utilisation pour le désencrage du papier.

Principalement, la présente invention a pour objet une composition liquide de désencrage ainsi que son utilisation, adaptées pour le désencrage du papier par flottation et/ou lavage, permettant d'obtenir une pulpe régénérée de grande qualité ayant un indice élevé de blancheur et une teneur résiduelle en encre très faible et assurant un procédé de désencrage stable et fiable. L'opération de désencrage est très importante car elle représente l'une des étapes fondamentales pour le recyclage de vieux papiers.

De nombreuses méthodes de désencrage de vieux papiers sont connues. Le recyclage de vieux papiers est devenu une industrie très importante dans laquelle on souhaite développer et mettre au point de nouvelles compositions de désencrage et leurs procédés les utilisant qui soient peu consommatrices d'énergie et de ressources naturelles et ayant peu d'impact sur l'environnement, tout en fournissant de la pulpe régénérée de grande qualité.

Les procédés classiques et habituels de désencrage de vieux papiers pour donner de la matière de base pour la fabrication de papier, se divisent en deux catégories; la première est un procédé de désencrage par flottation et la deuxième est un procédé de désencrage par lavage.

Ces procédés de désencrage essentiellement comprennent deux phases. La première consiste à défibrer les vieux papiers, opération appelée aussi pulpage, et la seconde à éliminer l'encre par flottation ou lavage.

La première phase est effectuée en mettant en contact, sous agitation, de vieux papiers avec de l'eau et un système chimique comprenant généralement un silicate, un agent basique, un savon ou un tensioactif et un agent de blanchiment, introduits séparément. Une fois que les papiers ont été défibrés, selon une première alternative, la pulpe est diluée et transférée dans une cellule de flottation où l'on injecte de l'air par

le fond de la cuve. Il se produit alors une mousse qui entraîne les particules d'encre, soit par débordement de la cuve dans laquelle se trouve la pulpe, soit par aspiration. Selon une deuxième alternative, la pulpe est diluée et lavée dans de l'eau, puis séparée des particules d'encre dispersées dans l'eau par filtration ou centrifugation, cette étape étant répétée autant que nécessaire afin d'obtenir une pulpe dont les qualités sont adéquates à sa réutilisation. Une troisième alternative consiste à combiner les étapes de lavage et de flottation pour séparer l'encre de la pulpe.

Les systèmes chimiques utilisés en désencrage sont sélectionnés généralement en fonction du mode de séparation de la pulpe et des particules d'encre.

Pour les procédés de séparation par lavage, le système chimique doit être quasiment non moussant en conditions opérationnelles afin de limiter tout problème mécanique au niveau des dispositifs utilisés. De plus, les particules d'encre à extraire de la pulpe doivent être fines et bien dispersées en présence du système chimique pour augmenter l'efficacité de la séparation desdites particules et obtenir une pulpe de grande qualité.

Pour les procédés de séparation par flottation, le système chimique doit posséder des propriétés de moussage plus importantes que celui des procédés par lavage. En effet, les particules d'encre dans ce cas adhèrent sur la mousse générée au sein de la cellule de flottation, ce qui permet ainsi leur séparation de la pulpe. D'autre part, les particules d'encre doivent être en mesure de s'agglomérer afin de former des agrégats de taille importante, facilitant et augmentant également leur séparation de la pulpe et leur élimination par des bulles d'air.

La demanderesse a mis au point une nouvelle composition liquide de désencrage de papier pouvant être utilisée aussi bien dans les procédés de désencrage par flottation, et les procédés de désencrage par flottation et lavage.

La nouvelle composition liquide selon l'invention procure une pulpe régénérée de haute qualité avec un indice de blancheur élevé et une teneur résiduelle en encre très faible, tout en assurant une grande performance et fiabilité au procédé industriel utilisant la dite composition.

D'autres avantages et caractéristiques de l'invention apparaîtront plus clairement à la lecture de la description et des exemples qui vont suivre.

La nouvelle composition mise au point par la demanderesse comprend au moins un premier tensioactif non-ionique (A) et au moins un deuxième tensioactif non-ionique choisi parmi (B) et (C).

Le tensioactif non-ionique (A) est composé d'au moins un alcool gras aliphatique polyoxyéthoxylé et polyoxypropoxylé de formule générale suivante :

R_1-O-[$(CH_2CH_2O)_x \cdot (CH_2\text{-}CH(CH_3)O)_y$]-H.

dans laquelle :

- R_1 est un radical alkyle comprenant entre 16 et 22 atomes de carbone,
- la valeur moyenne de x est comprise entre 5 et 30,
- la valeur moyenne de y est comprise entre 2 et 20;

Le second tensioactif non-ionique (B) est composé d'au moins un alcool gras aliphatique polyoxyéthoxylé de formule générale suivante :

R_2-O-$(CH_2CH_2O)_z$-H

dans laquelle :

- R_2 est un radical alkyle linéaire comprenant entre 10 et 16 atomes de carbone,
- la valeur moyenne z est choisie telle que la proportion pondérale de motifs oxyéthylènes soit comprise entre 55 et 75% par rapport au poids du tensioactif (B). Par exemple, quand le radical R_2 contient 14 atomes de carbone, z est compris entre 6 et 13.

Le troisième type de tensioactif non-ionique (C) est composé d'au moins un alcool gras aliphatique polyoxyéthoxylés correspondant à la formule générale suivante :

R_3-O-$(CH_2CH_2O)_w$-H

dans laquelle :

- R_3 est un radical alkyle linéaire comprenant entre 10 et 22 atomes de carbone,
- la valeur moyenne de w est choisie telle que la proportion pondérale de motifs oxyéthylènes est comprise entre 35 et 45% par rapport au poids du tensioactif (C). En général, la valeur moyenne de w est comprise entre 1 et 10. Par exemple, quand le radical R_3 contient 13 atomes de carbone, w est compris entre 1 et 4.

En général, le rapport pondéral tensioactif (B)/tensioactif (A) est compris entre 0,02 et 1, et le rapport pondéral tensioactif (B)/tensioactif (A) est compris entre 0,02 et 1.

Ces compositions sont soit préparées au sein même du milieu opérationnel lors de la mise en oeuvre du procédé industriel de désencrage des papiers ou, de préférence, soit préparées à l'avance.

Dans le cas de préparation à l'avance, les compositions sont stables dans le temps et ne nécessitent pas particulièrement la présence d'additifs de stabilité.

D'autres composés peuvent être ajoutés dans la préparation des compositions ou lors de leur emploi dans le procédé de désencrage. On peut notamment ajouter de la soude, du silicate de sodium et du peroxyde d'hydrogène.

De préférence, le tensioactif non-ionique (A) est un mélange d'alcools gras dont le radical R_1 est un alkyle linéaire de 16 à 20 atomes de carbone avec 7 à 13 motifs oxyéthylènes et 3 à 10 motifs oxypropylènes et plus particulièrement avec 11 motifs oxyéthylènes et 4 motifs oxypropylènes . A titre d'exemple, des alcools gras appropriés comme tensioactif (A) sont l'alcool gras de coco, l'alcool gras de suif, l'alcool gras palmitique, myristique, lauréique et oléique. Les tensioactifs de type (A) qui peuvent être utilisés en relation avec la présente invention sont disponibles de différentes provenances commerciales. Notamment, les produits RHODITEK® 1000 et RHODITEK® 1200, commercialisés par Rhône-Poulenc, donnent de bons résultats en accord avec les préparations selon l'invention.

De préférence, le tensioactif non-ionique (B) est un mélange d'alcools gras dont le radical R_2 est un alkyle linéaire de 12 à 16 atomes de carbone avec une proportion pondérale de motifs oxyéthylènes comprise entre 55 et 65% par rapport au poids du tensioactif (B). Plus particulièrement, le tensioactif (B) contient 6 à 10 motifs oxyéthylènes. Les tensioactifs de type (B) qui peuvent être utilisés en relation avec la présente invention sont disponibles de différentes provenances commerciales. Notamment, le produit Symperonic A7 commercialisé par ICI donne de bons résultats en accord avec les préparations selon l'invention.

De préférence, le tensioactif non-ionique (C) est un mélange d'alcools gras dont le radical R_3 est un alkyle linéaire de 12 à 14 atomes de carbone avec une proportion pondérale de motifs oxyéthylènes comprise entre 38 et 42% par rapport au poids du

tensioactif (C). Plus particulièrement, le tensioactif (C) contient 2 à 4 motifs oxyéthylènes. Les tensioactifs de type (C) qui peuvent être utilisés en relation avec la présente invention sont disponibles de différentes provenances commerciales. Notamment, le produit Symperonic A3 commercialisé par ICI et le produit Rhodasurf LA 30 commercialisé par Rhône-Poulenc donnent de bons résultats en accord avec les préparations selon l'invention.

La composition liquide selon l'invention peut être conditionnée sous différentes formes et permet son utilisation dans tous les types de dispositifs industriels utilisés pour désencrer les vieux papiers encrés. Ainsi, la composition liquide est préparée sous forme de solution, d'émulsion ou de dispersion sans que l'on note de modifications sensibles de ses performances. Toutefois, selon une variante de l'invention, la composition liquide se trouve sous une forme de solution aqueuse. Dans ce cas, la quantité d'eau est comprise entre 0,05 et 30% en poids.

Le pourcentage en poids de tensioactifs présent dans la composition liquide varie en fonction des types de tensioactifs et, est compris généralement entre 70 et 100 par rapport au poids total de la composition liquide.

Les tensioactifs utilisés dans le cadre de l'invention sont préparés selon des procédés connus par l'homme du métier. A titre d'exemple, les tensioactifs sont préparés par pulvérisation d'oxyde d'éthylène ou pulvérisations successives d'oxyde d'éthylène et d'oxyde de propylène sur l'alcool gras de base; la réaction s'effectue à une température de l'ordre de 160°C en présence d'une catalyse basique.

Les compositions liquides selon l'invention peuvent être mises en oeuvre selon les procédés de l'art antérieur. Toutefois, la demanderesse a mis au point un procédé de désencrage, particulièrement performant, comportant au moins une étape de flottation.

Le procédé de désencrage utilisant la composition liquide selon l'invention est peu consommateur d'énergie et de ressources naturelles; en outre, il a peu d'impact sur l'environnement, tout en fournissant de la pulpe à papier régénérée de grande qualité. Ce procédé original dans lequel est mis en oeuvre la composition liquide selon l'invention comporte deux phases.

La première phase est l'étape de pulpage où les papiers encrés sont mis en contact avec ladite composition et de l'eau dans un pulpeur pour transformer les

papiers en pulpe. La seconde phase comporte au moins une étape de flottation où la pulpe est diluée dans de l'eau. Dans cette étape le pH est soit non modifié soit ajusté avantageusement à pH basique. Le pH basique est de préférence compris entre 8,5 et 9.

Au cours de la première phase, sont ajoutés, le cas échéant, les additifs usuels non contenus dans la composition liquide. En général, la composition selon l'invention est employée avantageusement avec une concentration en tensioactif de l'ordre de 0,01% en poids dans le milieu de la première phase, bien que des concentrations supérieures ou inférieures ne soient pas exclues. La teneur en vieux papiers encrés à traiter représente 5 à 20% en poids, et plus particulièrement entre 10 et 15% en poids dans le milieu.

Cette opération de mise en contact peut être effectuée à température ambiante, mais plus particulièrement elle est réalisée à une température comprise entre 30 et 70°C. Elle a lieu dans tout type d'appareillage de pulpage connu muni de moyens d'agitation et de défibration.

Une fois l'opération d'imprégnation du vieux papier avec le mélange de la composition liquide et des additifs optionnels, la pulpe peut-être laissée au repos pendant 0,5 à 4 heures. En général, avant la seconde phase comportant au moins une étape de flottation, on procède à une dilution de la pulpe de manière à obtenir une concentration de la pulpe dans l'eau de 1 à 3% en poids.

On procède ensuite à la seconde phase, dite de flottation. Celle-ci est effectuée en injectant de l'air par le fond de la cuve. La mousse qui se forme entraîne les particules d'encre et la sépare de la pulpe. La mousse est entraînée hors de la cuve par débordement ou bien par aspiration.

La pulpe débarrassée des particules d'encre peut ensuite être employée dans la préparation de papiers.

A titre de variante selon l'invention, on peut ajouter au moins un tensioactif (B) ou (C) après le pulpage et avant la phase de flottation.

Les exemples et tests suivants, à caractère non limitatif, illustrent la préparation et la mise en oeuvre des compositions selon l'invention.

EXEMPLES

L'exemple 1 illustre l'utilisation d'une composition de désencrage selon l'art antérieur.

Les autres exemples illustrent des préparations de désencrage selon l'invention. Ces préparations sont préparées au sein même du milieu dans lequel se trouve le papier à désencrer, à l'exception de l'exemple 5 où le produit Rhodasurf LA 30 est introduit après l'étape de pulpage.

L'efficacité du traitement de désencrage est effectuée par mesure de la blancheur ISO d'une feuille de papier formée à partir de la pulpe issue des traitements de pulpage et de flottation. Cette efficacité se traduit pour les exemples selon notre invention par une augmentation de la blancheur par rapport à celle obtenue avec les préparations de l'art antérieur.

Les compositions des exemples 1 et 2 ont les même quantités de composants à l'exception de la composition de l'exemple 2 contenant en plus le produit Symperonic A7. La nature du mélange 50/50 de vieux journaux et vieux magazines est identique pour les exemples 1 et 2.

Les compositions 3, 4 et 5 ont les même quantités de composants à l'exception des compositions des exemples 4 et 5 contenant de plus du produit Rhodasurf LA 30. La nature du mélange 50/50 de vieux journaux et vieux magazines est identique pour les exemples 2, 3 et 5.

Exemple 1

La première étape correspondant au pulpage est effectuée dans un pulpeur de 25 litres muni d'une turbine hélico et d'une cellule de flottation de 15 litres (appareillage LAMORT).

On introduit dans le pulpeur le mélange suivant :

mélange 50/50 de vieux journaux et de vieux magazines	1500 g
soude (25%) :	60 g
peroxyde d'hydrogène (30%) :	50 g
Rhoditek 1000 :	3.37 g
silicate de sodium (33,8%, Rm SiO_2/Na_2O = 3,3)	111g
eau à 45°C :	10 litres

L'eau présente une dureté contrôlée, soit :

$[Ca^{2+}] = 3.10^{-3}$ mol/l et $[Mg^{2+}] = 1.10^{-3}$ mol/l.

Le pulpage est effectué pendant 12 minutes avec une vitesse de rotation de l'hélice de 1500 tr/min environ. La pulpe est ensuite laissée au repos pendant 30 minutes.

La seconde étape, correspondant à la flottation est mise en oeuvre dans une cellule de flottation de 15 litres.

La pulpe précédemment obtenue est diluée avec de l'eau à dureté contrôlée telle que définie ci-dessus, de manière à obtenir une suspension solide à 1,2% de matières solides qui est portée à la température de 45°C. L'étape de flottation est effectuée à pH naturel pendant 6 minutes par injection d'air.

La suspension flottée est ensuite filtrée sur une tireuse de formettes. La formette est ensuite séchée et sa blancheur ISO (facteur de réflectance diffuse dans le bleu), mesurée selon la norme NF Q 03-039, est de 59,7.

Exemple 2

La première étape correspondant au pulpage est effectuée dans un pulpeur de 25 litres muni d'une turbine hélico et d'une cellule de flottation de 15 litres (appareillage LAMORT).

On introduit dans le pulpeur le mélange suivant :

mélange 50/50 de vieux journaux et de vieux magazines	1500 g
soude (25%) :	60 g
peroxyde d'hydrogène (30%) :	50 g
Rhoditek 1000 :	3.37 g
Symperonic A7	0,27 g
silicate de sodium (33,8%, Rm SiO_2/Na_2O = 3,3)	111 g
eau à 45°C :	10 litres

L'eau présente une dureté contrôlée, soit :
$[Ca^{2+}] = 3.10^{-3}$ mol/l et $[Mg^{2+}] = 1.10^{-3}$ mol/l.

Le pulpage et la flottation sont effectués dans les même conditions que précédemment.

La suspension flottée est ensuite filtrée sur une tireuse de formettes. La formette est ensuite séchée et sa blancheur ISO (facteur de réflectance diffuse dans le bleu), mesurée selon la norme NF Q 03-039, est de 60,4.

Exemple 3

La première étape correspondant au pulpage est effectuée dans un pulpeur de 25 litres muni d'une turbine hélico et d'une cellule de flottation de 15 litres (appareillage LAMORT).

On introduit dans le pulpeur le mélange suivant :

mélange 50/50 de vieux journaux et de vieux magazines	1500 g
soude (25%) :	60 g
peroxyde d'hydrogène (30%) :	50 g
Rhoditek 1000 :	3.37 g
Symperonic A7	0,18 g
silicate de sodium (33,8%, Rm SiO_2/Na_2O = 3,3)	44,40 g
eau à 45°C :	10 litres

L'eau présente une dureté contrôlée, soit :
$[Ca^{2+}] = 3.10^{-3}$ mol/l et $[Mg^{2+}] = 1.10^{-3}$ mol/l.

Le pulpage et la flottation sont effectués dans les même conditions que précédemment.

La suspension flottée est ensuite filtrée sur une tireuse de formettes. La formette est ensuite séchée et sa blancheur ISO (facteur de réflectance diffuse dans le bleu), mesurée selon la norme NF Q 03-039, est de 51,7.

Exemple 4

La première étape correspondant au pulpage est effectuée dans un pulpeur de 25 litres muni d'une turbine hélico et d'une cellule de flottation de 15 litres (appareillage LAMORT).

On introduit dans le pulpeur le mélange suivant :

mélange 50/50 de vieux journaux et de vieux magazines	1500 g
soude (25%) :	60 g
peroxyde d'hydrogène (30%) :	50 g
Rhoditek 1000 :	3.37 g
Symperonic A7	0,18 g
Rhodasurf LA 30	0,75 g
silicate de sodium (33,8%, Rm SiO_2/Na_2O = 3,3)	44,40 g
eau à 45°C :	10 litres

L'eau présente une dureté contrôlée, soit :
$[Ca^{2+}] = 3.10^{-3}$ mol/l et $[Mg^{2+}] = 1.10^{-3}$ mol/l.

Le pulpage et la flottation sont effectués dans les même conditions que précédemment.

La suspension flottée est ensuite filtrée sur une tireuse de formettes. La formette est ensuite séchée et sa blancheur ISO (facteur de réflectance diffuse dans le bleu), mesurée selon la norme NF Q 03-039, est de 53,5.

Exemple 5

La première étape correspondant au pulpage est effectuée dans un pulpeur de 25 litres muni d'une turbine hélico et d'une cellule de flottation de 15 litres (appareillage LAMORT).

On introduit dans le pulpeur le mélange suivant :

mélange 50/50 de vieux journaux et de vieux magazines	1500 g
soude (25%) :	60 g
peroxyde d'hydrogène (30%) :	50 g
Rhoditek 1000 :	3.37 g
Symperonic A7	0,18 g
Rhodasurf LA 30	0,75 g
silicate de sodium (33,8%, Rm SiO_2/Na_2O = 3,3)	44,40 g
eau à 45°C :	10 litres

L'eau présente une dureté contrôlée, soit :
$[Ca^{2+}] = 3.10^{-3}$ mol/l et $[Mg^{2+}] = 1.10^{-3}$ mol/l.

Le pulpage et la flottation sont effectués dans les même conditions que précédemment, à l'exception du produit Rhodasurf LA 30 qui est introduit après l'étape de pulpage.

La suspension flottée est ensuite filtrée sur une tireuse de formettes. La formette est ensuite séchée et sa blancheur ISO (facteur de réflectance diffuse dans le bleu), mesurée selon la norme NF Q 03-039, est de 53,6.

REVENDICATIONS

1. Composition liquide de désencrage comprenant au moins un premier tensioactif (A) et au moins un deuxième tensioactif choisi parmi (B) et/ou (C) :

- le tensioactif non-ionique (A) étant composé d'au moins un alcool gras aliphatique polyoxyéthoxylé et polyoxypropoxylé de formule générale suivante :

R_1-O-[$(CH_2CH_2O)_x$ · $(CH_2$-$CH(CH_3)O)y$]-H.

dans laquelle :
- R_1 est un radical alkyle comprenant entre 16 et 22 atomes de carbone,
- la valeur moyenne de x est comprise entre 5 et 30, et
- la valeur moyenne de y est comprise entre 2 et 20 ;

- le tensioactif non-ionique (B) étant composé d'au moins un alcool gras aliphatique polyoxyéthoxylé de formule générale suivante :

R_2-O-$(CH_2CH_2O)_z$-H

dans laquelle :
- R_2 est un radical alkyle linéaire comprenant entre 10 et 16 atomes de carbone, et de préférence entre 12 et 16 atomes de carbone,
- la valeur moyenne z est choisie telle que la proportion pondérale de motifs oxyéthylènes soit compris entre 55 et 75% par rapport au poids du tensioactif (B), de préférence z étant compris entre 6 et 10 ;

- le tensioactif non-ionique (C) étant composé d'au moins un alcool gras aliphatique polyoxyéthoxylé correspondant à la formule générale suivante :

R_3-O-$(CH_2CH_2O)_w$-H

dans laquelle :
- R_3 est un radical alkyle linéaire comprenant entre 10 et 22 atomes de carbone, et de préférence entre 12 et 14 atomes de carbone,
- la valeur moyenne de w est choisie telle que la proportion pondérale de motifs oxyéthylènes est comprise entre 35 et 45% par rapport au poids du tensioactif (C), de préférence w étant compris entre 2 et 4.

2. Composition liquide de désencrage selon la revendication 1, caractérisée en ce que la composition liquide comprend au moins un tensioactif (A), au moins un tensioactif (B) et au moins un tensioactif (C).

3. Composition liquide de désencrage selon la revendication 1 à 2, caractérisée en ce que le rapport pondéral tensioactif (B)/ tensioactif (A) est compris entre 0,02 et 1.

4. Composition liquide de désencrage selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le rapport pondéral tensioactif (C)/tensioactif (A) est compris entre 0,02 et 1.

5. Composition liquide de désencrage selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le tensioactif non-ionique (A) est un mélange d'alcool gras dont le radical R_1 est un alkyle linéaire de 16 à 20 atomes de carbone avec 11 motifs oxyéthylènes et 4 motifs oxypropylènes.

6. Solution aqueuse de désencrage de composition liquide selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient entre 0,05 et 30% en poids d'eau par rapport au poids total de la solution aqueuse.

7. Utilisation d'une composition liquide selon l'une des revendications 1 à 5 pour le désencrage du papier.

8. Utilisation d'une solution aqueuse selon la revendication 7 pour le désencrage du papier.

9. Procédé de désencrage de vieux papiers encrés en présence d'une composition liquide selon l'une des revendications 1 à 5 comprenant deux phases :

- la première phase consistant en une étape de pulpage où les vieux papiers encrés sont mis en contact avec ladite composition et de l'eau dans un pulpeur pour transformer les papiers en pulpe.
- la seconde phase comprenant au moins une étape de flottation où la pulpe est diluée dans de l'eau à pH non modifié dans le milieu ou à pH modifié basique compris entre environ 8,5 et 9.

10. Procédé de désencrage de vieux papiers encrés selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'au moins un tensioactif (B) ou (C) est ajouté après la première phase et avant la seconde phase.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/FR 97/01642

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 6 D21C5/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 6 D21C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 8615 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A25, AN 86-097042 XP002033567 & JP 61 041 386 A (KURITA WATER IND LTD) , 27 February 1986 *page 4, table 1* see abstract	1,3,7-9
A	US 4 666 558 A (WOOD DONALD L ET AL) 19 May 1987 see column 3, line 25 - line 54	1,2,6-9
A	US 5 417 808 A (OKAMOTO YATAKA ET AL) 23 May 1995 see the whole document	1,6-9

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
8 December 1997	16/12/1997

Name and mailing address of the ISA	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Bernardo Noriega, F

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Inter...ional Application No
PCT/FR 97/01642

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4666558 A	19-05-87	NONE	
US 5417808 A	23-05-95	CA 2076308 A	01-03-93
		JP 8284087 A	29-10-96
		JP 2593766 B	26-03-97
		JP 5186985 A	27-07-93

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 97/01642

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 6 D21C5/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 6 D21C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure ou ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porte la recherche

Base de donnees electronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de donnees, et si cela est realisable, termes de recherche utilises)

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 8615 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A25, AN 86-097042 XP002033567 & JP 61 041 386 A (KURITA WATER IND LTD) , 27 février 1986 *page 4, tableau 1* voir abrégé	1,3,7-9
A	US 4 666 558 A (WOOD DONALD L ET AL) 19 mai 1987 voir colonne 3, ligne 25 - ligne 54	1,2,6-9
A	US 5 417 808 A (OKAMOTO YATAKA ET AL) 23 mai 1995 voir le document en entier	1,6-9

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

1

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
8 décembre 1997	16/12/1997

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Bernardo Noriega, F

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem...de Internationale No
PCT/FR 97/01642

Document brevet cite au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4666558 A	19-05-87	AUCUN	
US 5417808 A	23-05-95	CA 2076308 A	01-03-93
		JP 8284087 A	29-10-96
		JP 2593766 B	26-03-97
		JP 5186985 A	27-07-93