

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

N° 80 08322

⑤④ Procédé pour la désodorisation des produits condensés d'évaporation dans l'industrie de la cellulose.

⑤① Classification internationale (Int. Cl.³). D 21 C 11/08.

②② Date de dépôt..... 14 avril 1980.

③③ ③② ③① Priorité revendiquée : RFA, 16 juillet 1979, n° P 29 28 652.0.

④① Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 6 du 6-2-1981.

⑦① Déposant : Société dite : DEUTSCHE GOLD- UND SILBER-SCHNEIDANSTALT VORMALS
ROESSLER, résidant en RFA.

⑦② Invention de : Wilhelm Berndt, Helmut Junkermann, Horst Krüger, Volker Hafner et Jakob
Wink.

⑦③ Titulaire : *Idem* ⑦①

⑦④ Mandataire : Cabinet Bert, de Keravenant et Herrburger,
115, bd Haussmann, 75008 Paris.

L'invention a pour objet un procédé pour la désodorisation des produits condensés d'évaporation dans l'industrie de la cellulose.

5 Afin d'empêcher les produits chimiques contenus dans la solution d'attaque de la cellulose, et les substances organiques dissoutes dans cette solution, de s'écouler avec les eaux usées, il faut retraiter les lessives résiduelles de l'opération d'attaque de la cellulose, voir Ullmann Enzyklopädie der Technischen Chemie, volume 18, 1967, page 761.

10 A cet effet, la cellulose est soumise par exemple à un lavage dans un dispositif à plusieurs étages, d'où l'on retire la lessive dite légère - voir Ullmann, loc. cit. - que l'on concentre par évaporation de l'eau.

15 Les produits condensés, dits d'évaporation, que l'on obtient après la condensation de ces vapeurs, émettent des odeurs extrêmement fortes, et ceci est valable pour les produits condensés d'évaporation de tous les procédés d'attaque de la cellulose, c'est-à-dire aussi bien pour les produits condensés d'évaporation des attaques sulfitiques ou bisulfitiques, que
20 pour ceux des attaques alcalines avec de la soude ou du sulfate de sodium, voir Ullmann location citée, pages 754 à 756, 765, 770, 771.

25 Les produits condensés d'évaporation mentionnés contiennent, en plus de dioxyde de soufre, également des méthanol, furfurool, acide acétique, et certains substances à odeur très forte, comme par exemple les mercaptans d'éthyl ou de furfuryl.

30 A cause de ce fort dégagement d'odeurs, les tentatives de recyclage de ces produits condensés dans le processus d'attaque de la cellulose, par exemple comme eaux de lavage, ont échoué jusqu'à présent.

35 On peut éliminer du produit condensé d'évaporation en employant de grandes quantités de vapeur, une partie des matières à odeur forte, il est toutefois nécessaire d'utiliser ici, en plus de la vapeur, un appareillage supplémentaire. De plus, les produits condensés ainsi traités ne sont pas toujours exempts d'odeur.

40 On a également essayé de traiter les produits condensés d'évaporation avec de l'eau de chlore ou des solutions de chlorite ou d'hypochlorite, mais il s'en est suivi de

nouveaux dégagements d'odeurs dûs au chlore en excès où à la formation de dioxyde de chlore. De plus, après ces traitements, les produits condensés deviennent corrosifs et il n'est plus possible de les recycler dans l'attaque de la cellulose.

5 L'invention a pour objet de réaliser un procédé, qui permette de détruire les matières fortement odorantes des produits condensés d'évaporation, sans dépense supplémentaire en appareillage.

10 On a découvert que les produits condensés d'évaporation, obtenus dans les procédés d'attaque de l'industrie de la cellulose, peuvent être pratiquement totalement débarrassés des matières à forte odeur qu'ils contiennent, en continu, par addition d'eau oxygénée, aux produits condensés d'évaporation, à une température comprise entre 20 et 95°C.

15 On utilise à cet effet 0,05 à 2 kg d'eau oxygénée (à 100 % en poids), de préférence 0,05 à 0,2 kg d'eau oxygénée (à 100 % en poids) pour 1000 kg de produit condensé d'évaporation.

20 La durée de la réaction, suivant la concentration des matières à forte odeur présentes, et suivant la quantité d'eau oxygénée mise en oeuvre, est comprise entre 15 et 240 minutes.

25 La quantité d'eau oxygénée et la durée d'action les plus favorables, peuvent être déterminées aisément par un essai préalable.

Un tel essai est d'autant plus à recommander, que les produits condensés d'évaporation contiennent aussi, en plus des matières malodorantes à oxyder - comme on l'a déjà mentionné - d'autres composés oxydables, surtout du dioxyde de soufre. Si les quantités de dioxyde de soufre sont trop élevées, on peut donc, avant le traitement, à l'eau oxygénée, éliminer des produits condensés une partie ou tout le SO_2 ainsi que d'autres matières très volatiles, par ce qu'on appelle le Stripping (attaque) à la vapeur, afin de diminuer ainsi la
30 quantité d'eau oxygénée à mettre en oeuvre. La quantité de vapeur utilisé à cet effet est nettement inférieure à celle que l'on employait jusqu'ici et qui ne conduisant jamais à l'élimination effective des matières malodorantes.

40 On peut également diminuer la quantité de SO_2 en insufflant de l'air durant une courte période.

Il est également possible de ne pas ajouter de l'eau oxygénée à tous les produits condensés, mais, si le dégagement d'odors est faible, seulement aux produits condensés les plus malodorants.

5 Bien entendu, les produits condensés d'évaporation peuvent également être réunis en un condensat unique, qui pourra alors être traité selon le procédé de l'invention.

On ne pouvait pas prévoir que, par simple mélange avec l'eau oxygénée, la réaction d'oxydation démarre
10 rapidement et se termine en une durée courte à relativement courte, sans addition d'activateurs comme par exemple des sels de fer.

Les produits condensés d'évaporation, oxydés selon l'invention, peuvent être recyclés dans le circuit.
15 d'attaque de la cellulose, par exemple comme eaux de lavage dans le dispositif de lavage à étages mentionné plus haut pour la cellulose . Cela signifie une grande économie en eau.

De plus, ces produits condensés peuvent également être utilisés, étant donné qu'ils sont exempts d'activateurs supplémentaires, pour le rinçage du dispositif d'évaporation lui-même.
20

Même l'introduction dans la décharge des produits condensés, traités selon l'invention, ne rencontre pas
25 d'obstacle dus au dégagement d'odeurs.

Le dosage de l'eau oxygénée s'effectue de la façon habituelle, de préférence en s'aidant de mesures du potentiel redox.

Le procédé peut s'appliquer aux produits condensés d'évaporation de tous les procédés d'attaque de cellulose mentionnés plus haut, c'est-à-dire aussi bien aux
30 procédés sulfitiques, bisulfitiques, qu'alcalins. On obtient de très bons résultats par exemple dans le procédé au bisulfite acide de magnésite.

35 EXEMPLE -

Dans une fabrique de cellulose, on produit 500 t par jour de cellulose "magnéfite" ; les lessives résiduelles sont amenées, dans un évaporateur à plusieurs étages, à une teneur en matière sèche de 58 %, puis elles sont brûlées.
40 On obtient, par heure, les quantités suivantes, de produits

condensés dans les divers étages d'évaporation, mis à part ce qu'on appelle le produit condensé 1, qui ne sera pas traité :

- produits condensés dits 2 + 3 (pollution la plus faible)

120 t/h

- 5 - produits condensés dits 4 + 5 (pollution moyenne)

70 t/h

- produits dits de post-condensation (forte pollution, en partie aussi par du SO_2)

10 t/h

- 10 Les produits condensés 2 + 3 et 4 + 5 dégagent une odeur intense de moisi qui présente, en dilution forte, une ressemblance avec les émanations de mare de café. Les produits de post-condensation contiennent les impuretés les plus volatiles. Leur odeur est intense, et en forte dilution elle
15 ressemble également à celle du mare de café.

- Dans la conduite de produits condensés, on introduit, en dosant, de l'eau oxygénée à 50 % en poids, juste avant l'entrée dans la pompe de recirculation. Après cette pompe, on mesure continuellement le potentiel dans le courant,
20 au moyen d'une électrode platine-calomel. Les quantités d'eau oxygénée introduites, sont pour les produits condensés 2 + 3, d'environ 400 ml/min., avec un réglage à 220 mV ; pour les produits condensés 4 + 5, d'environ 400 ml/min., avec un réglage à 250 mV ; et pour les produits de post-condensation, d'environ
25 500 ml/min., avec un réglage à 150 mV. Les produits condensés 2 + 3 sont utilisés pour le rinçage de l'installation. La durée de la réaction, après addition de l'eau oxygénée, est d'environ 15 minutes.

- Les produits condensés 4 + 5 sont réunis avec
30 les produits de post-condensation et conservés dans un récipient en acier inoxydable durant 1-2 heures. Les températures sont comprises entre 65 et 95° C. Après ce traitement, l'odeur caractéristique désagréable, partiellement piquante, est complètement éliminée. La légère odeur florale subsistante est
35 plutôt agréable, et ne représente pas une émanation polluante. Les produits condensés oxydés sont utilisés pour le lavage de la cellulose lors de l'opération de lessivage. Ils retournent ainsi en grande partie dans l'évaporateur et ne polluent pas les eaux rejetées par l'usine. Les potentiels indiqués ont été obtenus
40 par des essais préalables.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé continu de désodorisation des produits condensés d'évaporation que l'on obtient dans les opérations d'attaque de la cellulose, procédé caractérisé en
5 ce que l'on ajoute, aux produits condensés d'évaporation, de l'eau oxygénée à une température de 20 à 95° C.

2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on ajoute, aux produits condensés d'évaporation, 0,05 - 2 kg d'eau oxygénée (à 100 % en poids),
10 de préférence 0,05 - 0,2 kg d'eau oxygénée (à 100 % en poids), par 1000 kg de produits condensés d'évaporation.

3.- Procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on soumet les produits condensés d'évaporation à une attaque dite "stripping" à la vapeur
15 d'eau, avant la mise en oeuvre de l'eau oxygénée.

4.- Procédé selon les revendications 1 - 3, caractérisé en ce que l'addition d'eau oxygénée s'effectue en se basant sur une mesure courant du potentiel redox des produits condensés d'évaporation.