RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 497 526**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 81 00093**

(54) **Procédé de blanchiment de pulpe de bagasse à l'aide d'un mélange d'oxygène-alcali.**

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). D 21 C 9/10; D 21 H 5/14.

(22) Date de dépôt..... 6 janvier 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 27 du 9-7-1982.

(71) Déposant : MINISTERIO DE LA INDUSTRIA AZUCARERA, résidant à Cuba.

(72) Invention de : Hortensia Nancy Fernández Rodríguez, María Elena Narenjo Céspedes et Julio Alvarez Cordovés.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Plasseraud,
84, rue d'Amsterdam, 75009 Paris.

Procédé de blanchiment de pulpe de bagasse à l'aide d'un mélange d'oxygène-alcali.

L'invention se rapporte à l'obtention de pulpes chimiques de bagasse blanchies par traitement avec un mélange oxygène-alcali (O/A) puis blanchiment en plusieurs étapes. Elle concerne également l'application de telles pulpes dans l'industrie de la pulpe et du papier, en particulier pour l'obtention de nombreux types de papier. Le procédé d'obtention de pulpes blanchies de l'invention fournit des avantages économiques et la réduction de la pollution atmosphérique comparé à d'autres procédés de blanchiment de la pulpe.

L'obtention de pulpe de sulfate en bois blanchie à l'aide d'un mélange oxygène-alcali est décrite notamment par N. Hartler ; H. Norrstrom et S. Rydin, Svensk Papperstidning, arg. 73, Contribution aux problèmes de délignification de la pulpe de sulfate en bois avec de l'oxygène-alcali (N. Gajdos ; Papir a Celulosa c. 3 1973), Perfectionnement au blanchiment avec oxygène (I. Croon et D.H. Andrews Tappi v. 54 N° 11 1971).

Les techniques les plus proches de ce procédé sont les suivantes :

1. Perfectionnement au blanchiment à l'oxygène.

Ce travail réalisé par I. Croon et D.H. Andrews (Tappi V. 54 N° 11 1971) consiste à démontrer les possibilités d'application du blanchiment à l'oxygène aux pulpes chimiques en bois suivi d'un blanchiment à multi-étapes en utilisant différentes séquences comme : OC/D (oxygène, chloruration avec addition de bioxyde de chlore); EDEC (extraction alcaline, bioxyde, extraction alcaline, bioxyde) ; ODED (oxygène, bioxyde, extraction alcaline, bioxyde). L'ordre des opérations pour les variables du procédé est similaire à celui utilisé dans le développement du travail de la deman-

deresse à l'exception de la consistance, dans le cas de l'invention qui est plus faible et du pourcentage en carbonate de magnésium qui est plus grand.

On a vérifié qu'il est possible d'obtenir des pulpes chimiques en bois d'une haute qualité en contrôlant convenablement les variables de l'étape de traitement avec l'oxygène. De plus, on obtient une diminution appréciable de la pollution atmosphérique et de plus petits coûts de la production.

2. Blanchiment avec de l'oxygène.

On projette la modification de la technologie du blanchiment dans l'Usine Cellulose de l'Aquitaine (Pulp and Paper International March 1975) grâce à l'addition d'une étape de blanchiment O/A avec laquelle on obtient les avantages suivants :

- réduction de la couleur des effluents de blanchiment de 70 % ;
- diminution du BOD_5 de 50 % (demande biologique d'oxygène) ;
- amélioration de la stabilité de la brillance ;
- réduction du nombre de réversions de la couleur ;
- possibilité de blanchir des pulpes avec un plus grand nombre de Kappa initial ;
- diminution de la consommation de produits chimiques de 45 % essentiellement du chlore.

Selon l'aspect le plus remarquable de ce procédé, on peut utiliser la pulpe dure du bois dont les caractéristiques morphologiques sont similaires à celles de la bagasse.

Mais le procédé de blanchiment à l'oxygène des pulpes chimiques en bois requiert des conditions draconiennes pour le blanchiment des pulpes de la bagasse: il nécessite en effet le recours à de nombreuses séquences de blanchiment, plus de 4 étapes, ce qui augmente le coût du blanchiment et la pollution atmosphérique.

Dans le cas de la bagasse, on a vérifié que 4 étapes correspondent à ce qu'il faut pour obtenir un niveau commercial de blancheur.

Le but de l'invention est de fournir une technologie appropriée pour la mise en oeuvre d'un procédé comportant le traitement avec un mélange oxygène-alcali, appliquée à une nouvelle matière première (la bagasse de la canne à sucre).

Avec l'utilisation de ce procédé, on peut diminuer considérablement la pollution atmosphérique qui est fondamentalement provoquée par le chlore et ses dérivés, ce qui est le plus important si l'on tient compte des capacités fluviales limitées, ce qui rend nécessaire la récupération des eaux pour des raisons d'économie.

L'invention apporte d'autres avantages que l'on peut attribuer au blanchiment à l'aide d'oxygène : diminution appréciable de la consommation de produits chimiques (essentiellement du chlore) et de plus petits coûts de la production en ce qui concerne un blanchiment conventionnel.

On doit signaler que les solutions analogues proposées pour les pulpes en bois ne sont pas possibles pour la bagasse, puisqu'elles provoquent de graves problèmes concernant les propriétés de résistance.

Conformément à l'invention, on met en oeuvre dans le procédé ci-dessus, en tant que matière première, de la bagasse de canne à sucre.

Il est important de remarquer que les solutions analogues apportées par les pulpes en bois ne s'appliquent pas dans le cas de la bagasse, puisqu'elles provoquent de graves problèmes concernant les propriétés de résistance des pulpes.

Selon le procédé de l'invention, on soumet les pulpes de bagasse à l'action de l'oxygène dans un milieu alcalin avec chauffage et pression, puis à un

traitement de blanchiment en plusieurs étapes comprenant une première étape de chloruration et/ou de traitement par du bioxyde de chlore ou du peroxyde d'hydrogène, une deuxième étape d'extraction alcaline et, ensuite, des étapes de traitement avec de l'hypochlorite et/ou du bioxyde de chlore et/ou du peroxyde d'hydrogène.

Dans un mode de réalisation, on a recours à des pressions de l'ordre de 4 à 10 x 10^5 Pascal environ à des températures de l'ordre de 105 à 125°C et à une étape de traitement avec de l'oxygène. La durée de la réaction est avantageusement de 30 à 90 minutes environ pour cette dernière étape.

Dans une variante, on a recours à un pré-traitement acide suivi d'une étape de traitement avec de l'oxygène en utilisant de l'hydroxyde de sodium selon une concentration de 2 à 6,8 % sur fibres sèches, ou d'autres hydroxydes de métaux alcalins, pour obtenir un milieu basique. Comme inhibiteurs de dégradation, il est avantageux de mettre en oeuvre des sels de magnésium et ce à raison de 0,5 à 3 % par rapport à la pulpe sèche.

Le procédé de l'invention est avantageusement mis en oeuvre en ayant recours à 1 à 3 %, par rapport à la pulpe sèche, de chlore dans l'étape de chloruration. La durée de cette étape de chloruration est de l'ordre de 30 à 60 minutes.

Le pourcentage de NaOH dans l'étape d'extraction alcaline est avantageusement de 0,5 à 3 % environ par rapport à la pulpe sèche et la durée de rétention entre 30 et 90 minutes environ.

Dans l'étape d'hydrochloruration, il est approprié d'utiliser du chlore à raison de 0,4 à 1,6 % environ par rapport à la pulpe sèche et d'opérer à un pH entre 10 et 12 environ avec une durée de rétention de 90 à 180 minutes environ.

De préférence, dans la première étape, on utilise le chlore à raison de 0,2 à 1 % et, dans les autres étapes, à raison de 0,2 à 0,8 %.

Le peroxyde d'hdyrogène est avantageusement mis en oeuvre dans le procédé de l'invention à raison de 0,2 à 1,2 %. On opère à un pH de 9 à 11 lors de l'étape de traitement avec le peroxyde d'hydrogène.

Les caractéristiques des pulpes de bagasse blanchies avec ce procédé sont les suivantes : brillance 85-90 unités Elrepho, viscosité 22-28 cp, un facteur de déchirure supérieur à 55, en trouvant une basse valeur de BOD et QOD dans les liqueurs résiduelles.

EXEMPLE.

On soumet une pulpe blanchie à un pré-traitement acide avant le commencement du blanchiment. Les conditions utilisées pour le traitement sont les suivantes :

Acide sulfurique (H_2SO_4) :	0,5-2 % (BS)
Température :	ambiante
Durée :	5-30 minutes
Consistance :	3-10 %

A la fin de ce traitement, on lave la pulpe, on la centrifuge et on l'homogénéise pour commencer le processus du blanchiment.

Etape de traitement avec un mélange oxygène-alcali.

On prépare une liqueur composée d'eau traitée, d'un hydroxyde alcalin et de sels de magnésium, suivant les quantités ci-après :

Hydroxyde :	1,2-6,8 %
Sel de magnésium :	0,5-3 %
Eau traitée :	Ce qui est nécessaire pour obtenir une consistance de 10-20 % dans le traitement.

La liqueur et la pulpe sont préchauffées jusqu'à 80-90°C et mélangées de façon homogène en les transférant dans un appareil permettant la digestion du mélange dont la température est de l'ordre de 90-120°C.

L'oxygène est alors insufflé pour atteindre une pression de 4 à 10 x 10^5 Pascal (4-10 kg/cm^2) et la température s'élève aux 105-125°C (le temps d'élévation n'a excédé 5 minutes dans aucun cas). La suspension est donc retenue dans le digesteur pendant 30-90 minutes et au bout de ce laps de temps, on procède au soufflage puis la pulpe est lavée et diluée pour continuer le processus.

Etape de chloruration.

On réalise l'étape de chloruration en mélangeant rapidement et de manière homogène la pulpe et le chlore (1-3 sur pulpe sèche). La suspension qu'on obtient est alors retenue pendant 30-60 minutes et finalement la pulpe est lavée et épaissie pour l'étape suivante.

Etape d'extraction alcaline.

La liqueur de cette étape a été préparée en mélangeant de l'eau traitée et de l'hydroxyde alcalin dans les proportions suivantes :

Hydroxyde : 1,2-6,8 %

Eau traitée : quantité suffisante pour une consistance de 10 %.

La pulpe et la liqueur préalablement chauffées à 50-70°C sont mélangées et l'on retient la suspension obtenue pendant 0,5-1,5 heures. La pulpe est ensuite convenablement lavée pour commencer l'étape d'hypochloruration ou de traitement avec du bioxyde de chlore.

Etape de traitement avec du bioxyde de chlore.

La pulpe provenant de l'extraction alcaline d'une hypo-chloruration ou d'une étape antérieure de traitement avec un anhydride est préchauffée à 70-80°C.

On mélange ensuite la liqueur composée de l'eau traitée, de l'hydroxyde et du bioxyde de chlore dans les proportions suivantes :

Bioxyde de chlore : 0,2-0,8 % (base sèche ou b.s.)

Hydroxyde : 0,1-0,4 % (b.s.)

Eau traitée : quantité suffisante pour une consistance de 12 %

Temps de rétention : 2-3 heures

La pulpe blanchie est lavée et soumise à un traitement avec SO_2 s'il s'agit de l'étape finale dans les proportions suivantes :

Anhydride sulfureux : 1-2 %

Consistance : 5-10 minutes

Etapes d'hypo-chloruration.

La pulpe provenant de l'extraction alcaline d'une étape de traitement avec du bioxyde de chlore ou d'une hypo-chloruration préalable, est préchauffée à 35-40°C et mélangée avec la liqueur à la même température.

La liqueur du blanchiment a été préparée avec de l'eau traitée et de la solution d'hypochlorites de sodium ou de calcium dans des quantités pour fixer les conditions suivantes :

Hypochlorite : 0,4-1,6 % (b.s.)

Consistance : 12 %

On fixe convenablement le pH à des valeurs de l'ordre de 10 à 12.

On retient un temps (système) entre 90 et 180 minutes et à la fin la pulpe est lavée et traitée avec SO_2. S'il s'agit de l'étape finale, on opère selon les conditions signalées dans l'étape de traitement avec du bioxyde de chlore.

Etape de traitement avec un peroxyde.

La liqueur de cette étape est convenablement élaborée comme suit : eau traitée, hydroxyde de sodium ou acide sulfurique, selon le peroxyde utilisé, silicate de sodium, sels de magnésium et peroxyde.

Peroxyde : 0,2-1,2 %

Silicate de sodium : 0,1-1 %

Sels de magnésium : 0,04-0,08 %

pH : 9,0-11

Consistance : 10-18 %

Température : 60-70°C

Durée : 50-180 minutes

Les résultats donnés dans le tableau 1 permettent de faire une comparaison entre les résultats avec ce procédé de blanchiment par de l'oxygène-alcali suivi d'autres étapes et un blanchiment conventionnel. Comme on peut l'observer, la qualité de la pulpe obtenue avec la séquence O/ACED (oxygène/alcali, chlore, extraction alcaline, bioxyde) peut faire concurrence à celle de la pulpe blanchie avec une séquence conventionnelle CEHD (chlore, extraction alcaline, hypochlorite, bioxyde), en obtenant cependant une économie appréciable de produits chimiques dans le premier cas.

1. Avec l'utilisation de l'étape de blanchiment à l'aide d'un mélange oxygène-alcali (O/A), l'invention fournit une solution acceptable à l'un des plus grands problèmes des usines actuelles de blanchiment des pulpes, celui de la pollution ambiante, car il diminue remarquablement la demande biologique d'oxygène du procédé. Cet aspect ne peut pas être évalué avec des chiffres absolus afin d'éviter des informations trop détaillées, mais il est étroitement lié à la réduction du nombre Kappa pendant cette étape (entre 40 et 60 %). Ce fait se reflète dans la pratique par la simplification ou l'élimination de l'usine du traitement des effluents.

2. On note également une diminution de la charge de réactifs chimiques dans les étapes postérieures au blanchiment. L'oxygène réduit 50 % de la quantité de chlore nécessaire pour compléter le blanchiment dans les étapes suivantes..

3. Il diminue la pollution ambiante dans l'étape préalable de traitement des pulpes en utilisant une pulpe avec un nombre de Kappa supérieur à celui des pulpes chimiques conventionnelles.

COMPARAISON ENTRE LES PULPES BLANCHIES DE LA BAGASSE ET DU BOIS

Paramètres	Bois doux	Bois dur	Bagasse
NaOH (%)	2 - 5	-	1,2 - 6,8
Consistance (%)	25 - 30	21 - 22	10 - 15
Température (°C)	90 - 120	120	105 - 125
Pres. Oxyg.(Pascal)	2 à 8 x 10^5	8 à 10x10^5	4 à 10x10^5
Durée (min.)	60	30 - 50	30 - 90
$MgCO_3$ (%)	0,05	0,05 - 0,2	0,5 - 3
Kappa final	17	10	10 - 12
Brillance (Elrepho)	54,5	-	52 - 58
Viscosité (g/cm^2)	955	-	761 - 816
F. Déchirure	160	-	55 - 60
L. Rupture (m)	7100	-	2000 - 3000
G. Broyage (°SR)	20	-	18 - 21

REVENDICATIONS

1. Procédé de blanchiment de pulpes de bagasse à l'aide d'un mélange oxygène-alcali, caractérisé par la mise en oeuvre de l'oxygène dans un milieu alcalin avec chauffage et pression, suivi d'un blanchiment en plusieurs étapes, comprenant une première étape de chloruration et/ou le traitement par du bioxyde de chlore ou du peroxyde d'hydrogène, une deuxième étape d'extraction alcaline et ensuite des étapes de traitement avec de l'hypochlorite et/ou du bioxyde de chlore et/ou du peroxyde d'hydrogène.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par l'utilisation de pressions entre 4 et 10 x 10^5 Pascal, environ de températures de l'ordre de 105 à 125°C, d'une étape de traitement avec l'oxygène et d'une durée de réaction de 30 à 90 minutes environ pour cette étape.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par un pré-traitement acide suivi d'une étape de traitement avec de l'oxygène en utilisant de l'hydroxyde de sodium selon une concentration de 2-6,8 % sur fibre sèche ou d'autres hydroxydes de métaux alcalins pour obtenir un milieu basique, ainsi que par la mise en oeuvre de sels de magnésium, comme inhibiteurs de dégradation, à raison de 0,5-3 % par rapport à la pulpe sèche.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par l'utilisation d'un pourcentage de chlore dans l'étape de chloruration de l'ordre de 1 à 3 % par rapport à la pulpe sèche et une durée de chloruration de l'ordre de 30 à 60 minutes.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par l'utilisation d'un pourcentage de NaOH dans l'extraction alcaline de 0,5-3 % environ par rapport à la pulpe sèche et une durée de rétention entre 30 et 90 minutes environ.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par l'utilisation d'un pourcentage de chlore dans l'étape d'hypo-chloruration de 0,4-1,6 % environ par rapport à la pulpe sèche, un pH entre 10 et 12 et une durée de rétention entre 90 et 180 minutes environ.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé par l'utilisation de chlore à raison de 0,2-1 % dans la première étape et de 0,2-0,8 % dans les autres étapes.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé par l'utilisation de peroxyde d'hydrogène à raison de 0,2-1,2 % et un pH entre 9 et 11 pour cette étape.