

⑫ **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

⑲ Numéro de dépôt: 83402269.1

⑤① Int. Cl.<sup>3</sup>: **D 06 M 1/14, D 06 M 1/16,**  
**D 06 B 3/20**

⑳ Date de dépôt: 24.11.83

③① Priorité: 29.11.82 FR 8219963

⑦① Demandeur: **L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME POUR L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCEDES GEORGES CLAUDE, 75, Quai d'Orsay, F-75321 Paris Cedex 07 (FR)**  
 Demandeur: **TEINTURERIE DE CHAMPAGNE, Boîte Postale no. 152 15, rue des hauts-trévois, F-10005 Troyes Cédex (FR)**

④③ Date de publication de la demande: 04.07.84  
Bulletin 84/27

⑦② Inventeur: **Zumbrunn, Jean-Pierre, 13, rue Mozart, F-95600 Eaubonne (FR)**  
 Inventeur: **Levielle, Jean, Moulin à Tan Les Loges Marqueron, F-10210 Chaource (FR)**  
 Inventeur: **Thomas, André, 24, rue des Hauts Trévois, F-10003 Troyes (FR)**  
 Inventeur: **Grangette, Françoise, 2, Rue de Plaisance, F-92340 Bourg-La-Reine (FR)**

⑧④ Etats contractants désignés: **AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE**

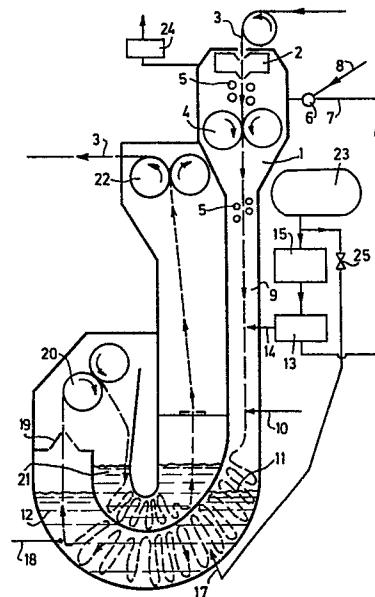
⑦④ Mandataire: **Bouton Neuvy, Lilliane et al, L'Air liquide, Société Anonyme pour L'Etude et L'Exploitation des Procédés Georges Claude 75, Quai d'Orsay, F-75321 Paris Cedex 07 (FR)**

⑤④ **Procédé de neutralisation accélérée de substrats textiles cellulosiques et appareils de mise en oeuvre.**

⑤⑦ La présente invention concerne le traitement de substrates cellulosiques.

On procède à la neutralisation directe accélérée in-situ des dits substrats, imprégnés d'hydroxyde alcalin libre ou fixé sur la cellulose, sans lavages préalables, par contact avec un fluide neutralisant contenant de l'anhydride carbonique en phase gazeuse, aqueuse ou combinée, le dit fluide étant introduit en fonction de la demande en relation avec la quantité d'alcali à neutraliser.

Le procédé est utilisable dans l'industrie textile en traitement continu et discontinu, et adaptable sur tous les type de machines textiles par la voie aqueuse.



"PROCÉDE DE NEUTRALISATION ACCELEREE DE SUBSTRATS TEXTILES CELLULO-SIQUES ET APPAREILS DE MISE EN OEUVRE".

1

La présente invention concerne un procédé de neutralisation accélérée de substrats textiles celluloses et des appareils de mise en oeuvre.

L'industrie textile et plus particulièrement celle de  
5 l'élaboration de qualités particulières de coton en fil, tissé, tricoté, pur ou en mélange utilise des techniques dites de mercerisage ou caustification. Ces opérations sont effectuées par mise en contact de la matière cellulosique avec une solution aqueuse de soude caustique. La matière ayant acquise les qualités particulières recherchées,  
10 sort de la machine de mercerisage ou caustification, imprégnée de lessive de soude. L'exprimage par rouleaux presseurs permet de limiter la quantité de lessive de soude entraînée. Des rinçages sont ensuite pratiqués pour enlever l'alcali résiduel. Mais la cellulose présente  
15 une grande affinité chimique pour la soude, et le caractère divisé des fibres est favorable à une rétention de liquide par capillarité. Il est donc nécessaire de multiplier les rinçages avec des volumes d'eau importants et d'intercaler des rinçages à l'eau acidulée destinés à éliminer la soude caustique et à rompre la liaison chimique soude-cellulose, dite alcali-cellulose,  $C_{12}H_{20}O_{10}, 2 NaOH$ .

20 Un des procédés classiques, en discontinu, d'élimination de l'alcali, consiste à pratiquer une succession de rinçages nécessitant l'usage de charges répétitives d'eau froide, chaude, acidulée sur une même machine, pour une charge donnée de textile.

Un autre procédé usuel, continu, consiste à utiliser une  
25 succession de machines de rinçage, en séries, qui peuvent être des cuves à roulettes ; le textile défilant en continu.

A titre d'exemple, un coton jersey sortant d'une machine à caustifier et débarrassé au maximum de l'excès de lessive de soude par exprimage entre deux rouleaux presseurs nécessite, selon la technique  
30 connue pour 100 kg de matière sèche, imprégnée d'un poids sensiblement égal de lessive de soude de caustification, à 25 % environ de soude caustique NaOH, la succession de rinçages suivants, en discontinu et dans la même machine :

- 1ère opération, rinçage avec 1000 litres d'eau froide, durée 15 minutes;
- 35 2ème opération, rinçage avec 1000 litres d'eau à 60°C, durée 15 minutes ou plus ;
- 3ème opération, rinçage avec 1000 litres d'eau froide chargée de quelques kg d'acide acétique, durée 15 minutes ;
- 4ème opération, rinçage avec 1000 litres d'eau froide, durée 15 minutes;

5ème opération identique à la précédente.

La durée totale des opérations avec les temps morts compris, se situe aux environs de deux heures, ou plus si l'eau chaude de rinçage n'est pas préchauffée. La variante en continu utilise les mêmes bains, dans  
5 une succession de machines ou d'enceintes.

L'abondance des volumes d'eau froide, chaude ou acidulée est indispensable pour éviter toute trace d'alcali résiduel, préjudiciable à la qualité et pouvant même perturber d'autres opérations ultérieures, teinture par exemple.

10 Les inconvénients de la technique ainsi décrite apparaissent nettement et la pratique industrielle les confirme. La technique discontinue est coûteuse en eau, en main d'oeuvre pour la manutention, par les contrôles et le temps d'immobilisation de la machine ; et la technique continue est coûteuse en eau, en investissements machine et  
15 surface au sol.

Par ailleurs, il existe toujours un risque de rétention d'alcali. Il est donc nécessaire d'effectuer des contrôles de pH pour s'assurer qu'il n'est pas nécessaire de pratiquer une opération supplémentaire de rinçage.

20 Un autre inconvénient commun aux deux procédés est relatif à l'environnement. En effet, le rinçage de 100 kg de textile selon l'exemple ci-dessus, produit 5000 litres d'eau polluée par environ 25 kg de soude caustique pure, très incomplètement neutralisée par la charge intermédiaire d'eau acidulée. En effet, par exemple, 3 kg d'acide acétique ne neutraliseraient que 2 kg de soude caustique, et il  
25 en resterait encore 23 kg soit 92 % à l'état libre. Il est donc impératif, pour respecter les normes de rejet d'eau résiduaire, de prévoir une station d'épuration capable de neutraliser cette alcalinité, ce qui correspond à des contraintes, technique et économique, supplémentaires pour l'entreprise textile.  
30

Des travaux ont été entrepris pour élaborer un procédé permettant d'éliminer totalement les risques d'alcalinité résiduelle dans les fibres textiles, tout en produisant un effluent dont le pH correspond à une absence totale de soude caustique. De plus, on a recherché  
35 à éviter les grandes consommations d'eau et la pollution, tout en économisant l'énergie et en réduisant les temps de traitements.

Selon le procédé proposé on réalise la neutralisation directe accélérée in-situ de substrats textiles cellulosiques imprégnés d'hydroxyde alcalin libre ou fixé sur la cellulose par contact avec

de l'anhydride carbonique, sans rinçages préalables.

L'anhydride carbonique vis à vis des substrats textiles  
cellulosiques alcalins se comporte comme un gaz actif réagissant  
d'une part sur la soude caustique NaOH, et d'autre part sur la liai-  
5 son chimique dite alcali-cellulose. La réaction directe de l'anhydri-  
de carbonique avec la soude caustique libre et l'alcali-cellulose a  
pour conséquence avantageuse une neutralisation in-situ immédiate,  
avec formation dans les deux cas d'hydrogéo-carbonate de sodium, dit  
bicarbonate de sodium, produit pratiquement neutre et inoffensif pour  
10 l'environnement.

L'hygroscopicité de la soude caustique, sa propriété de  
donner des solutions visqueuses et sa grande affinité chimique pour  
la cellulose étaient responsables des importantes difficultés de son  
élimination. L'hydrogéo-carbonate étant un sel minéral dont les pro-  
15 priétés physiques et chimiques sont différentes, peut s'éliminer  
beaucoup plus facilement. De ce fait, l'alcanité d'imprégnation du  
textile est transformée instantanément en hydrogéo-carbonate de so-  
dium qui est éliminé par un rinçage sommaire à l'eau et les opéra-  
tions de rinçages en bains multiples sont supprimées.

20 Un autre avantage de la présente invention réside dans le  
fait que le bicarbonate de sodium, sel neutre ne perturbe pas une  
éventuelle opération ultérieure de traitement du textile caustifié  
ou mercerisé, par exemple, le blanchiment ou la teinture. En consé-  
quence, il n'est pas toujours indispensable de rincer abondamment la  
25 charge textile neutralisée avant la dite opération, ce qui représente  
un gain de temps et une économie d'eau.

Les effluents sortant de la neutralisation et de ses éven-  
tuels rinçages sont, par définition neutres ou à un pH voisin de 8,  
au maximum 8,3, valeur compatible avec les normes de rejet des eaux  
30 résiduaires. Ainsi, ils peuvent être rejetés directement, sans traite-  
ment complémentaire. Par ailleurs, un rejet accidentel d'eau chargée  
en hydroxyde de sodium, pouvant donc être à un pH de 10 à 14, large-  
ment au dessus des tolérances de rejet, n'est pas possible, d'où une  
incidence prépondérante favorable sur les risques de pollution acci-  
35 dentelle.

Les réactions de l'alcali-cellulose et de la soude causti-  
que avec l'acide carbonique  $H_2CO_3$  sont pratiquement instantanées. La  
durée de neutralisation ne dépend donc que de la température, de la  
vitesse d'injection de l'anhydride carbonique dans l'enceinte de neu-



tralisation et bien entendu, de la capacité de la machine de neutralisation, à assurer un contact rapide entre le réactif et les produits à neutraliser.

Le contact entre le substrat imprégné d'hydroxyde alcalin libre ou fixé sur cellulose et le fluide neutralisant contenant de l'anhydride carbonique peut être réalisé en phase gazeuse, en phase aqueuse ou en phases combinées gazeuse et aqueuse, l'ordre des phases étant fonction du type de procédé continu ou discontinu. Le fluide neutralisant est introduit en fonction de la demande en relation avec la quantité d'alcali à neutraliser.

L'anhydride carbonique peut être mis au contact du substrat cellulosique, imprégné d'hydroxyde alcalin, à l'état gazeux, ce qui correspond à la création d'une atmosphère neutralisante.

Il est également possible, et même avantageux de procéder à la neutralisation directe de l'hydroxyde alcalin libre ou fixé sur la cellulose, par projection en pulvérisation sur le substrat textile cellulosique d'une solution aqueuse saturée d'anhydride carbonique soit d'une solution aqueuse chargée en acide carbonique,  $H_2CO_3$ . L'anhydride carbonique peut être pulvérisé simultanément avec de la vapeur d'eau.

La projection en pulvérisation sur le substrat cellulosique alcalin, d'une solution d'acide carbonique sursaturée en anhydride carbonique gazeux, donc une émulsion gaz-eau-acide carbonique correspond à une possibilité avantageuse de mise en oeuvre du procédé de l'invention.

L'eau des dites solutions peut être portée à une température de 30 à 90°C, de préférence 70 à 80°C, ce qui améliore sensiblement la cinétique de la réaction, par rapport à l'utilisation d'eau froide. La technique de projection d'une émulsion présente l'avantage de permettre au textile essoré, donc écrasé par les rouleaux presseurs de la machine à merceriser ou caustifier, de reprendre du volume en gonflant sous l'action de l'émulsion eau -  $CO_2$  -  $CO_3H_2$  d'où apport à coeur, de solution neutralisante et activation du processus.

Tous les traitements créant une atmosphère gazeuse neutralisante, peuvent être considérés comme des traitements en phase gazeuse.

Le procédé de neutralisation accélérée des substrats textiles cellulosiques par l'anhydride carbonique est applicable dans le traitement des textiles par voie aqueuse dans les procédés continu et discontinu, dans des appareillages par contact.

Dans un procédé continu que l'on ait à traiter un tissu en nappe, un tricot ou du fil, on considère que le textile sort de la caustification ou de la mercerisation en passant par un système destiné à exprimer le maximum de liqueur caustique ; et c'est le  
5 coton imprégné de restes de liqueur sodique ainsi que l'alcali-cellulose formée qu'il convient de neutraliser.

La technique de neutralisation in-situ, consiste en une projection-pulvérisation sur la matière textile en constant défilement, d'un courant gazeux d'anhydride carbonique ou d'une émulsion  
10 aqueuse eau-CO<sub>2</sub>-CO<sub>3</sub>H<sub>2</sub> comme précédemment décrit, avec distribution en un ou plusieurs points en fonction de la largeur de la nappe textile. La pression d'alimentation de gaz ou de l'émulsion est ajustée de manière telle que le jet neutralisant traverse la matière et réalise déjà une préneutralisation à coeur.

15 La neutralisation étant mise en oeuvre dans une enceinte fermée, celle-ci reste en permanence remplie d'anhydride carbonique, ce qui permet d'obtenir un contact avec la matière textile, propice à une éventuelle neutralisation complémentaire par l'anhydride carbonique gazeux.

20 La consommation d'anhydride carbonique par l'alcali imprégnant les fibres peut impliquer une dépression à l'intérieur de l'enceinte de traitement, aussi une régulation de la pression gazeuse assure l'alimentation en anhydride carbonique gazeux, en vue d'une neutralisation complémentaire.

25 La régulation est indépendante du taux d'imprégnation du textile et de la concentration en alcali, elle ne réagit qu'à la demande de gaz neutralisant, elle-même dépendant de la présence de soude caustique et d'alcali-cellulose dans la matière en traitement.

30 Ce mode de régulation donne une grande sécurité à l'utilisation et permet une économie de réactif car, en cas d'arrêt de l'introduction du textile alcalin ou encore en cas de passage d'un produit non alcalin, l'injection de fluide neutralisant sera automatiquement stoppée dès l'atteinte de la pression de consigne.

35 Le temps de contact très court, entre le matériau textile et le réactif neutralisant, de l'ordre de 15 à 20 secondes est compatible avec les vitesses de défilement de la matière.

Il a été trouvé avantageux de faire suivre la phase précédente de neutralisation, dite phase gazeuse, d'une phase aqueuse. Le traitement en phase aqueuse est réalisé par imprégnation du textile

par de l'eau saturée d'anhydride carbonique. Cette imprégnation par de l'eau contenant de l'acide carbonique  $H_2CO_3$  permet d'éliminer, si besoin était, les dernières traces d'alcalinité du textile tout en assurant un prérinçage.

5 L'association d'un traitement neutralisant avec de l'anhydride carbonique en phase gazeuse, avec un traitement en phase aqueuse représente un mode de mise en oeuvre techniquement très intéressant.

10 Au cours du traitement en phase aqueuse, l'introduction de l'anhydride carbonique dans l'eau est contrôlée et réglée de manière à introduire l'anhydride carbonique dès que le pH de la solution aqueuse d'imprégnation revient vers des valeurs alcalines. Cette introduction est complétée par un apport d'eau neuve et une purge dont les débits sont calculés de manière à éviter l'accumulation d'hydrogéné-carbonate de sodium. Dans le cas d'utilisation de l'injection 15 d'une émulsion eau -  $CO_2 - CO_3H_2$ , l'apport d'eau neuve est assurée par cette injection, et il n'est donc pas nécessaire de renouveler l'eau du pied de cuve servant de prérinçage. L'excès d'eau neutre est éliminé en continu de manière classique.

20 Un rinçage final dans l'eau est effectué pour le textile, considéré comme matière finie. Ce rinçage peut être sommaire si le textile subit un traitement complémentaire de blanchiment ou de teinture car il n'est imprégné que d'hydrogéné-carbonate de sodium.

25 Tous les effluents sortants du traitement continu sont neutres ou au maximum à pH 8,3, compatibles avec les normes de rejet des effluents industriels.

Les caractéristiques de la neutralisation directe et accélérée sont applicables dans les procédés en discontinu, et utilisables dans des appareillages par contact.

30 Le traitement de neutralisation est effectué par charge ; les principes généraux du traitement étant identiques à ceux exposés pour le système en continu. Comme précédemment, on effectue un traitement de neutralisation dit en phase gazeuse avec création d'une atmosphère d'anhydride carbonique. Puis, on complète ce premier traitement par une neutralisation en phase aqueuse par imprégnation dans 35 une solution aqueuse saturée d'anhydride carbonique, ou une émulsion eau- $CO_2-CO_3H_2$ .

Le traitement est mis en oeuvre de préférence dans une enceinte remplie d'une atmosphère d'anhydride carbonique, munie de pré-

férence d'un pied de cuve contenant du gaz carbonique dissous dans lequel vient barboter le textile. La bande textile dont les extrémités sont reliées pour former une boucle, circule dans l'enceinte pour la neutralisation, puis le rinçage.

5 Les appareils permettant de mettre en oeuvre le procédé de neutralisation accélérée de substrats cellulosiques peuvent être d'un type classique, auxquels sont adjoints un détecteur de pression gazeuse, connecté à un régulateur de pression gazeuse, dans l'enceinte étanche de traitement en relation avec un débitmètre du fluide neu-  
10 tralisant provenant d'un stockage et des moyens de distribution et d'injection du fluide neutralisant.

Toutefois, il a été trouvé avantageux de réaliser certains appareils plus spécifiquement adaptés au procédé.

Dans le cadre d'un appareil de neutralisation en discontinu  
15 le point d'injection du fluide neutralisant est situé au fond de l'enceinte de traitement et le point d'insertion du détecteur dans la moitié supérieure de la dite enceinte.

Sur la figure I du dessin annexé, est représentée à titre d'exemple, une machine textile en discontinu.

20 Cet appareillage du type machine à teindre discontinue est constitué d'une enceinte fermée étanche (1) munie d'un tourniquet (2), d'une porte ou d'un système de sas (3) pour l'introduction et le retrait du textile.

On équipe cette machine à teindre d'un appareillage spécifique à la neutralisation par l'anhydride carbonique qui comprend un  
25 régulateur de pression gazeuse (4) qui commande l'arrivée du fluide neutralisant, l'organe détecteur du régulateur (5) régule une pression gazeuse dans l'enceinte (1) en commandant la distribution de l'anhydride carbonique, provenant d'un stockage (6), par l'intermédiaire du  
30 débitmètre (7) et de la tuyauterie de distribution (8) et le point d'injection (9) au fond de l'enceinte de traitement. La distribution de gaz via (7) et (4) est munie d'un by pass (10) par lequel on purge si besoin est, l'enceinte de son air, tout en saturant le pied de cuve  
35 (11) en eau, introduit par la vanne (12), (utilisée pour le remplissage ou le rinçage). La soupape (13), tarée à quelques millibars au-dessus du tarage du régulateur de pression (4) permet d'évacuer le produit de la purge et sert d'organe de sécurité antisurpression. Le tourniquet (2) est alors mis en marche et fait circuler la nappe de tissu (14) à la fois dans la partie supérieure de l'enceinte (1) gar-



nie d'anhydride carbonique et dans le pied de cuve (11) d'eau saturée en anhydride carbonique.

La réaction de neutralisation de la soude en hydrogénocarbonate de sodium est instantanée et sa durée ne dépend que de la capacité d'introduction de l'anhydride carbonique pilotée par le régulateur de pression (4) ; la consommation de l'anhydride carbonique ne dépendant que de la demande alcaline apportée par le tissu.

L'indication de fin de réaction est obtenue par observation du débitmètre (7) qui indique l'arrêt de la circulation de l'anhydride carbonique dans le circuit de distribution (8). L'eau du pied de cuve, chargée de bicarbonate de sodium peut être éliminée sans traitement complémentaire par mise en service de la vanne de purge (15).

#### Exemple d'application

Par la porte ou par un système de sas, on introduit une charge de tissu de coton, sortant d'une machine à caustifier, imprégné de liqueur de caustification dont la teneur, correspondant à la soude caustique et à l'alcali-cellulose, en quantité cumulée est de 25 kg, exprimée en NaOH. On purge éventuellement l'enceinte de son air tout en saturant le pied de cuve en eau, la soupape étant tarée une fois pour toutes à quelques millibars au-dessus du tarage du régulateur de pression gazeuse de l'enceinte. On met en marche le tourniquet de manière à faire circuler la nappe de tissu à la fois dans l'enceinte garnie de CO<sub>2</sub> gazeux et dans le pied de cuve saturé en CO<sub>2</sub>. L'indication de fin de réaction étant donnée par l'arrêt du passage du flux gazeux visualisé par le débitmètre, on introduit éventuellement une nouvelle charge d'eau de 1.000 litres pour le rinçage des 100 kg de tissu neutralisé.

Le pied de cuve est chauffé à 70-80°C, pendant 10 minutes dans le cas particulier de cet exemple. La durée requise pour la neutralisation et son rinçage est au maximum de 20 minutes.

On observe une consommation de CO<sub>2</sub> de 29 kg soit un rendement d'utilisation de 95 %. Les 5 % de CO<sub>2</sub> supplémentaire correspondent aux pertes inévitables dues aux défauts d'étanchéité du système.

La figure II du dessin annexé représente à titre d'exemple une machine textile continue qui regroupe les installations de neutralisation et de rinçage.

Cet appareillage à déroulement vertical de textile est constitué par une enceinte fermée étanche comprenant une section verticale dans laquelle s'effectue le traitement neutralisant de la matière tex-

tile en phase gazeuse, prolongée par une section courbe dans laquelle est mis en oeuvre le traitement en phase aqueuse, complétée par la section de rinçage proprement dite et la section verticale de remontée du tissu traité.

5 Le fonctionnement de cet ensemble est le suivant, en prenant pour exemple du tissu en nappe sortant d'une machine à caustifier, après exprimage de l'excès de liqueur sodique par des rouleaux presseurs.

La partie supérieure de la première section verticale (1) est munie de moyens d'étanchéité (2) tels des lèvres souples, la matière à traiter (3) est introduite dans l'enceinte par un système de rouleaux distributeurs (4) dont la vitesse de rotation permet de régler la vitesse de défilement du tissu. Cette première partie de cette section verticale (1) du déroulement descendant du substrat cellulosique est munie d'au moins une série de moyens de projection (5) du fluide neutralisant, disposés perpendiculairement au sens de déroulement du textile et aux deux faces de celui-ci, en amont ou en aval des rouleaux distributeurs (4). Ces moyens de pulvérisation (5) sont d'un type classique, constitués par exemple par une série de buses ou de tubes perforés, placés en vis à vis de chaque face du textile et en quinconce les uns par rapport aux autres, de manière à projeter une émulsion d'anhydride carbonique et d'eau sur le tissu avec une pression en amont suffisante pour que les jets traversent le tissu, sans contrarier leur effet, et permettant une neutralisation à coeur. La pression du fluide neutralisant est réglée en fonction de l'épaisseur du tissu.

La figure III montre une représentation d'une rampe (5) de tubes perforés disposée de part et d'autre du tissu, alimentée en émulsion par un système mélangeur-émulsionneur classique (6) auquel parviennent la canalisation de  $CO_2$  (7) et la canalisation d'eau chaude (8) (représentation par une rampe). Dans le cas particulier la température d'environ  $70^\circ C$  pour l'eau est favorable.

Après traitement de neutralisation par projection-pulvérisation au niveau des buses (5), la nappe de tissu aborde la partie moyenne et inférieure (9) de la première section verticale dont l'atmosphère est constituée par l'anhydride carbonique excédentaire projeté. La longueur de cette seconde section est déterminée de manière à obtenir un temps de contact de 15 à 30 secondes. Un complément de neutralisation peut être assuré, si besoin est, par introduction d'anhy-

dride carbonique gazeux en (10) piloté par un régulateur du type décrit (13) avec un autre détecteur (14), non représentés.

La section de l'enceinte (1) est délimitée, à sa partie supérieure par le sas d'entrée ou d'étanchéité (2) et à sa partie inférieure par le niveau d'eau (11), celle-ci étant contenue dans la partie recourbée (12) de l'installation, niveau d'eau dit pied de cuve.

Le débit de  $\text{CO}_2$  est régulé automatiquement en utilisant un régulateur de pression (13) identique à celui décrit sur la figure (I) dont le détecteur (14) est placé, dans la partie verticale chargée en gaz, par exemple au niveau indiqué sur la figure II.

Une surpression de quelques millibars est assurée en permanence par cette régulation qui commande l'entrée du  $\text{CO}_2$  par le système d'injection d'émulsion  $\text{CO}_2$ -eau- $\text{CO}_3\text{H}_2$ . La demande en  $\text{CO}_2$  est réglée par la consommation due à l'alcalinité du textile. Tout excès de  $\text{CO}_2$  se traduit par une non absorption par le textile et se retrouve non utilisé dans l'enceinte (1), provoquant une surpression immédiatement détectée par la régulation ; celle-ci réagissant en stoppant l'injection. La consommation en anhydride carbonique est ainsi automatiquement réglée en fonction de la demande du textile.

L'organe détecteur de pression (14) commande la distribution de l'anhydride carbonique par l'intermédiaire du débitmètre (15) et des tuyauteries de distribution (7) et (16), cette dernière aboutissant en (10), à partir du stockage de  $\text{CO}_2$  (23).

Une sécurité de neutralisation, dont l'usage facultatif dépend du degré d'alcalinité du tissu, est assurée par une injection complémentaire d'anhydride carbonique en (17) à l'intérieur de la section inférieure courbe (12) de l'appareil de traitement, dans le pied de cuve (11). Cette injection complémentaire d'anhydride carbonique est commandée par une régulation pH classique du pied de cuve (11) ; cette sonde (18) étant placée par exemple au point indiqué sur la figure II. Ce système dit de sécurité peut permettre d'absorber une pointe exceptionnelle d'alcalinité.

Le tissu après traitement de neutralisation sort de la section courbe (12) par un sas d'étanchéité (19), facultatif, ayant pour fonction un complément de sécurité, bien que l'anhydride carbonique ne doive pas émerger à cet endroit de l'installation. Le tissu repris par les rouleaux (20) est entraîné vers la section de rinçage (21) puis guidé par les rouleaux (22), dont la vitesse de rotation, couplée avec celle des rouleaux (20) et (4), contrôle le défilement du tissu.

Les niveaux liquides sont ajustés par des dispositifs classiques tels surverses (non représentés), et les débits d'eau sont ajustés en fonction des critères d'élimination de l'hydrogène-carbonate, pour éviter son accumulation.

5            Tous les effluents sortant de l'installation sont à un pH de 8 à 8,3. Les résultats et performances sont identiques à ceux obtenus en traitement discontinu.

            . De plus, un système de soupape de sécurité (24) et de by-pass (25) du régulateur de pression, identique à celui de la figure I  
10 est disposé sur l'enceinte de traitement pour permettre sa purge d'air.



REVENDEICATIONS

1. Procédé de neutralisation de substrats celluloses impré-  
gnés d'hydroxyde alcalin libre ou fixé sur la cellulose, caractérisé en  
ce qu'on réalise une neutralisation in-situ directe et accélérée des  
5 dits substrats imprégnés, sans lavages préalables, par contact avec un  
fluide neutralisant contenant de l'anhydride carbonique en phase gazeu-  
se, aqueuse ou associée, le dit fluide neutralisant étant introduit en  
fonction de la demande en relation avec la quantité d'alcali à neutraliser

2. Procédé de neutralisation de substrats celluloses im-  
10 prégnés d'hydroxyde alcalin selon la revendication 1 caractérisé en ce  
que le substrat cellulosique est mis en contact avec de l'anhydride  
carbonique à l'état gazeux.

3. Procédé de neutralisation de substrats celluloses im-  
prégnés d'hydroxyde alcalin selon la revendication 1, caractérisé en ce  
15 qu'on procède à la neutralisation directe en phase gazeuse par projec-  
tion en pulvérisation sur le substrat cellulosique, soit d'une solution  
aqueuse saturée d'anhydride carbonique, soit d'une solution aqueuse  
chargée en acide carbonique ou d'une solution aqueuse d'acide carboni-  
que sursaturée en anhydride carbonique ; la température de l'eau des  
20 dites solutions étant comprise entre 30 et 90°C, de préférence 70 à  
80°C.

4. Procédé de neutralisation en phase gazeuse de substrats  
celluloses imprégnés d'hydroxyde alcalin, selon la revendication 1,  
caractérisé en ce que la régulation de la pression au cours du trai-  
25 tement commande la quantité introduite de fluide neutralisant en fonc-  
tion de la demande, reliée à la quantité d'alcali à neutraliser.

5. Procédé de neutralisation en phase aqueuse, de substrats  
celluloses imprégnés d'hydroxyde alcalin selon la revendication 1,  
caractérisé en ce que l'on procède à la neutralisation par imprégna-  
30 tion du substrat cellulosique dans une liqueur aqueuse contenant de  
l'anhydride carbonique dissous, dont la teneur est contrôlée, par une  
régulation du pH qui réagit à l'alcalinité en autorisant l'injection  
d'anhydride carbonique.

6. Procédé de neutralisation en discontinu de substrats  
35 celluloses, selon la revendication 1, caractérisé en ce que le sub-  
strat cellulosique se déroule dans une atmosphère d'anhydride carboni-  
que, puis s'imprègne dans un pied de cuve constitué par une liqueur  
aqueuse contenant de l'anhydride carbonique dissous.

7. Procédé de neutralisation en continu de substrats cellulose-



siques imprégnés d'hydroxyde alcalin selon la revendication 1, caractérisé en ce que le substrat cellulosique en constant défilement est soumis à un traitement en phase gazeuse par projection d'anhydride carbonique selon la revendication 3, suivi d'une éventuelle  
5 neutralisation complémentaire par l'anhydride carbonique gazeux, puis à un traitement subsidiaire en phase aqueuse.

8. Appareil de mise en oeuvre du procédé de neutralisation accélérée de substrats cellulosiques, caractérisé en ce qu'il est muni d'un détecteur de pression connecté à un régulateur de pression gazeuse dans l'enceinte de traitement, en relation avec un débit-  
10 mètre du fluide neutralisant provenant d'un stockage et en outre des moyens de distribution et d'injection du fluide neutralisant.

9. Appareil de neutralisation en discontinu selon la revendication 8, caractérisé en ce que le point d'injection du fluide neutralisant est situé au fond de l'enceinte de traitement et le point  
15 d'insertion du détecteur dans la moitié supérieure de la dite enceinte.

10. Appareil de neutralisation en continu, selon la revendication 8, caractérisé par une enceinte étanche comprenant une section  
20 verticale dans laquelle s'effectue le traitement neutralisant en phase gazeuse, prolongée par une section courbe dans laquelle est mis en oeuvre le traitement en phase aqueuse, complétée par la section de rinçage et la section verticale de remontée du substrat traité, et en outre en ce que l'enceinte est munie à son extrémité  
25 supérieure de moyens d'étanchéité, et dans la partie supérieure de la section de déroulement descendant du substrat d'au moins une série de moyens de projection du fluide neutralisant disposée perpendiculairement au sens de défilement du substrat et de part et  
d'autre en quinconce, en amont ou en aval des rouleaux distributeurs  
30 dans la partie moyenne de la section de déroulement descendant du substrat un détecteur de pression connecté à un régulateur de pression gazeuse alimentant les moyens de projection ; et en ce que la section courbe est munie d'une sonde de pH et d'un moyen d'injection d'anhydride carbonique relié au stockage.

35 11. Appareil de neutralisation en continu selon la revendication 10, caractérisé en ce que la partie inférieure de la section verticale de déroulement descendant du substrat est munie d'un détecteur de pression connecté à un régulateur de pression.

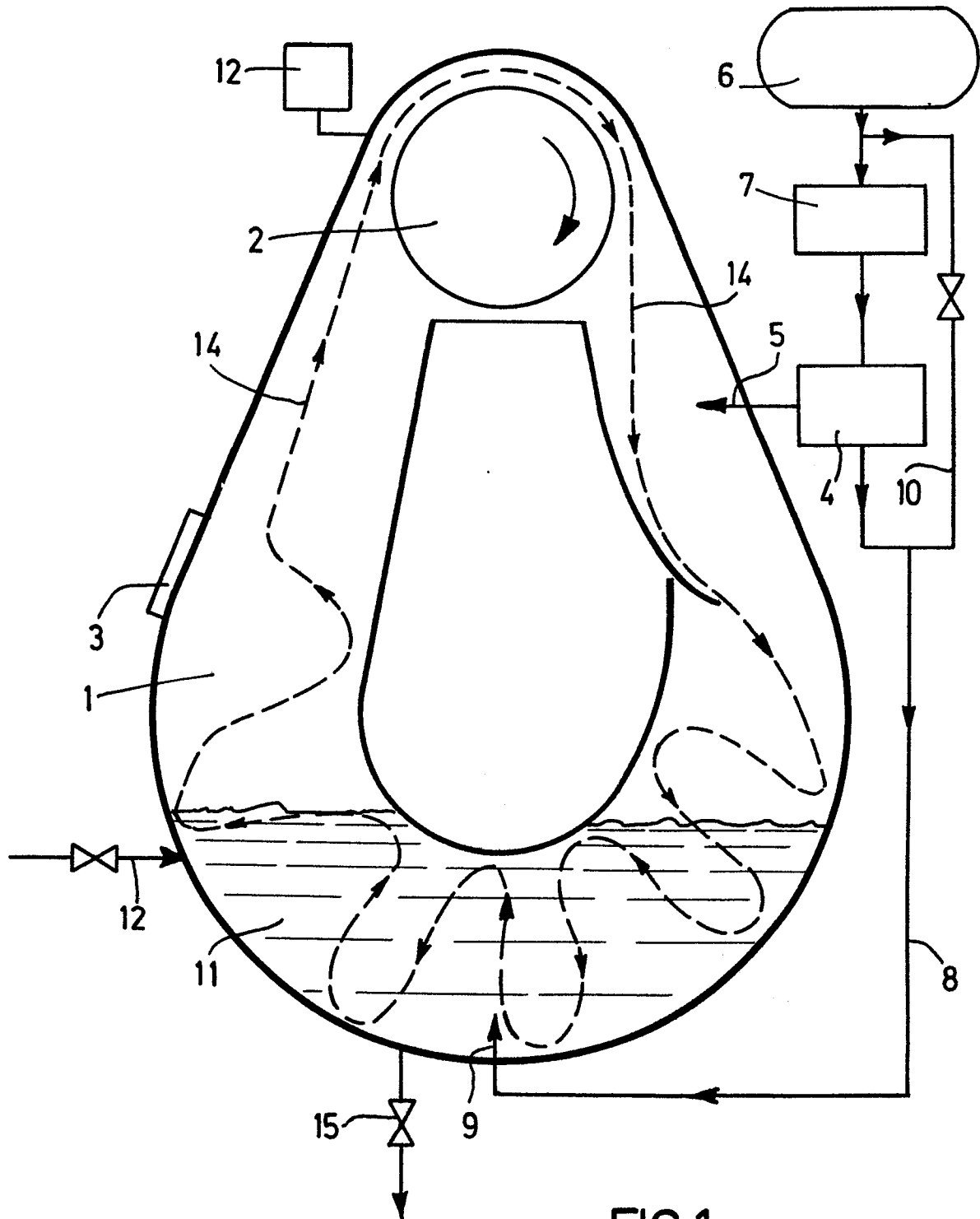


FIG.1

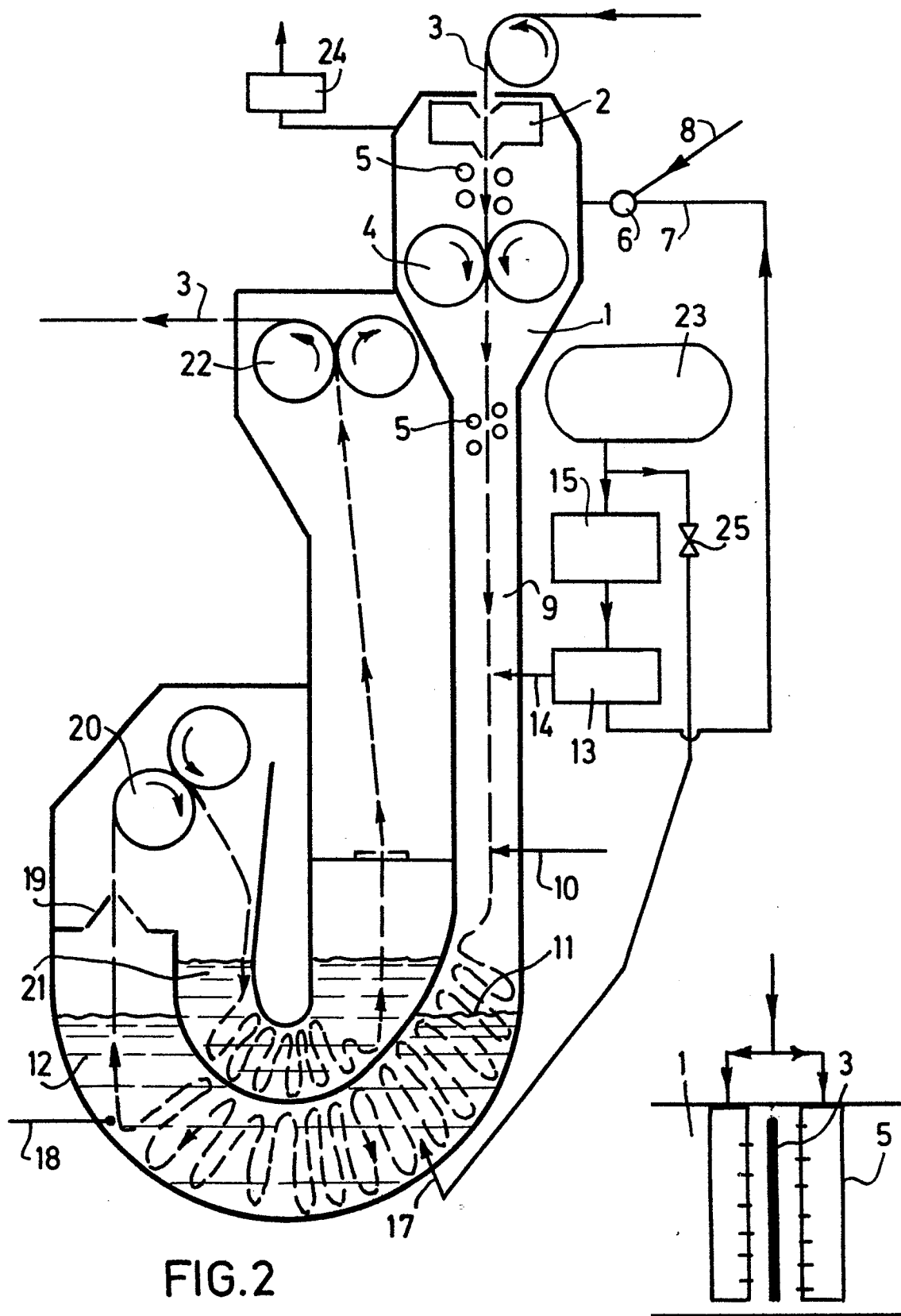


FIG. 2

FIG. 3