

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 06834

(54) Procédé de fabrication de pulpe mécanique de cellulose exempte de résine.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). **D 21 C 9/18, 9/10.**

(22) Date de dépôt..... **6 avril 1981.**

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Suède, 10 avril 1980, n° 80 02 728-7.*

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... **B.O.P.I. — « Listes » n° 42 du 16-10-1981.**

(71) Déposant : **SCA DEVELOPMENT AB, résidant en Suède.**

(72) Invention de : **Per-Erik Andersson, Göran Erik Annergren, Tjell-Åke Hägglund et Hans Erik Höglund.**

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : **Cabinet Armengaud Aîné,
3, av. Bugeaud, 75116 Paris.**

On a proposé pour la réalisation de produits d'hygiène de bonne qualité, tels que l'ouate, le "coton" et similaire des pulpes mécaniques blanchies des types de la pulpe de bois broyé, de la pulpe de raffineuse et de la pulpe thermo-mécanique (PTM) ainsi que de la pulpe thermo-mécanique modifiée chimiquement (PTMC), c'est-à-dire des pulpes ayant des rendements supérieurs à 90%. Pour obtenir de bonnes propriétés d'absorption il est nécessaire de réaliser une faible teneur en résine. Pour les qualités supérieures, la teneur en extrait de dichlorométhane doit donc être inférieure à 0,2% (selon la norme scandinave n° C7 = 62).

Ce résultat est facilement obtenu dans un système ouvert, où la pulpe, d'une façon ou d'une autre, est lavée avec des quantités d'eau relativement importantes entre chaque étape du procédé et où cette pulpe est blanchie au peroxyde. Lorsque la quantité d'eau délivrée est suffisante, il est même possible de travailler avec un système d'eaux de recyclage connu, ce qui est tout à fait classique pour des raisons pratiques.

La résine ne se dissout pas dans le liquide de lavage, mais elle est dispersée à l'état colloïdal ou sous la forme de particules grossières dans le liquide, des conditions alcalines étant préférées. Il existe de sérieuses craintes en ce qui concerne la possibilité de réutiliser de façon intensive les eaux de recyclage provenant du lavage, sur des concentrations faibles en résine. Par conséquent, la mise en oeuvre industrielle pratique pour les produits en question consiste à ne pas fermer hermétiquement le système d'alimentation en eau afin qu'une quantité de l'ordre de 15 à 20 m³ d'eau/tonne de pulpe au moins, soit consommée. Pour des niveaux de consommation inférieurs, apparemment, on ne peut pas maintenir la faible teneur en résine.

Il est cependant intéressant d'obtenir des consommations d'eau plus faibles, notamment lorsque l'on doit mettre en oeuvre des procédés d'épuration d'eaux usées et, également, lorsqu'on veut récupérer la chaleur dégagée lors de la mise en oeuvre du procédé. Des résultats intéressants ont été obtenus en réduisant la consommation d'eau à des valeurs inférieures à 10 m³/tonne de pulpe.

Il est bien connu d'effectuer un lavage à contre courant, cette méthode étant largement utilisée pour effectuer la récupération des liqueurs résiduelles concentrées provenant des diffé-

rents procédés de digestion. Ce procédé ne donne pas lieu à des difficultés de lavage lorsqu'il est appliqué à des substances totalement dissoutes. Cependant, pour des pulpes de sulfate provenant de bois riches en résine, la résine colloïdale doit, dans
5 certaines conditions, être débarrassée de son sel ce qui rend difficile le lavage. Un tel problème est généralement résolu en effectuant un lavage de la résine résistante au cours d'une opération ultérieure de blanchiment à plusieurs étapes, convenablement adaptée, mettant en oeuvre des installations de lavage appropriées impliquant des consommations d'eau relativement impor-
10 tantes. Un couplage direct entre la technique de fabrication de pulpes mécaniques et similaire et les procédés de lavage à contre courant pour la récupération des liqueurs résiduelles provenant de divers procédés de digestion, n'est pas considéré comme naturel étant donné qu'il est difficile de prévoir comment la résine,
15 dispersée de façon relativement grossière, va se comporter lors de la fabrication de la pulpe mécanique lorsqu'elle est filtrée de façon répétée au travers d'une bande de pulpe.

On a découvert maintenant qu'un tel couplage était cependant
20 possible, pourvu que les conditions soient adaptées aux demandes particulières en résine dans le cas de la pulpe mécanique.

Les pulpes mécaniques, thermo-mécaniques et thermo-mécaniques modifiées chimiquement, sont généralement défibrées dans une ambiance naturelle ou légèrement acide qui n'entraîne pas une dispersion stable de la résine même lorsque le traitement mécanique
25 en liaison avec l'exposition de la fibre peut être idéal à cet effet. Lorsque, par exemple, on réalise ensuite, un blanchiment au peroxyde en ambiance alcaline, cette ambiance alcaline facilite la dispersion de la résine.

Un lavage effectué entre ces deux étapes du procédé peut
30 présenter un grand intérêt, étant donné que la faible teneur en résine de la solution de peroxyde, qui est en soi favorable, diminue le risque de coagulation des particules de résine et assure en conséquence une plus grande stabilité à l'élimination
35 de la résine. Cependant, lorsqu'on effectue simultanément un recyclage de la liqueur résiduelle pendant l'étape de blanchiment, ce qui est intéressant à la fois pour obtenir une réduction de la consommation d'eau et pour réaliser une utilisation plus efficace des agents chimiques de blanchiment, on semble

obtenir rapidement une concentration d'élimination des sels, de façon surprenante. Il est donc important de laver relativement rapidement, la résine ainsi désalée, en utilisant de l'eau de lavage présentant une force ionique décroissant progressivement jusqu'à celle de l'eau pure. Le lavage sera donc effectué sensiblement par déplacement et il peut être réalisé jusqu'à un degré élevé de déplacement pour les substances dissoutes. Pour une consommation inférieure en eau, le lavage doit être effectué avant l'étape de traitement au peroxyde et en série avec le lavage effectué après l'étape de traitement au peroxyde. Le liquide de lavage se déplacera donc selon une circulation à contre-courant ultérieure.

Le Demanderesse a découvert, de façon tout à fait surprenante qu'il était possible à l'aide d'un tel procédé de fabriquer des pulpes présentant des teneurs en résine acceptablement faibles et avec de très faibles consommations d'eau.

De la pulpe thermo-mécanique modifiée chimiquement et non blanchie a été fabriquée dans une installation pilote en imprégnant des copeaux de spruce contenant environ 1,2% de résine à l'aide d'une solution de sulfate de sodium, de manière que les copeaux absorbent environ 20 Kg Na_2SO_3 /tonne de copeaux secs. Les copeaux ont été préchauffés à l'aide de vapeur à 110°C et ensuite affinés dans une raffineuse à copeau. On a mesuré la concentration de pulpe après passage à la raffineuse et celle-ci était de l'ordre de 30% en poids. La pulpe a été diluée jusqu'à obtenir une concentration en pulpe de l'ordre de 4% et ensuite elle a été deshydratée dans une presse jusqu'à une concentration en pulpe de 30% environ. La teneur en résine de la pulpe après passage à la presse a été analysée.

On a effectué plusieurs essais pendant lesquels la pulpe après la raffineuse, mais avant la presse, était diluée à l'aide d'un mélange d'eau ou d'un mélange d'eau et d'eau de recyclage. En utilisant une quantité toujours décroissante d'eau fraîche et une quantité toujours accrue d'eau de recyclage, pour effectuer la dilution de la pulpe, on peut augmenter le degré de bouclage du système de circulation et d'alimentation d'eau.

Les analyses de la teneur en résine de la pulpe permettent de déterminer la relation, illustrée par la figure 1, entre la teneur en résine de la pulpe et la quantité d'eau fraîche délivrée

au système exprimée en m^3 d'eau fraîche par tonne de pulpe.

En établissant des balances de matériaux pour la résine lors de chaque essai, il a été possible de calculer la quantité de résine dispersée dans l'eau de recyclage après le raffinage,

5 qui peut être enlevée par deshydratation et lavage et, respectivement la quantité de résine enlevée de cette manière. On a obtenu les résultats indiqués dans le Tableau suivant :

10	Quantité d'eau fraîche ajoutée m^3 /tonne de pulpe	Quantité de résine pouvant être éliminée par lavage ou deshydratation, %
	5	0,25
	10	0,45
15	20	0,57
	30	0,61

Les résultats représentés sur la figure 1, illustrent l'une des observations sur laquelle est basée la présente invention.

20 Lors de la fabrication de pulpes thermo-mécaniques chimiquement modifiées et non blanchies, un bouclage accru signifie qu'une quantité toujours plus petite de la résine du bois est dissoute ou dispersée et que la teneur en résine des pulpes augmente. Des recherches similaires lors de la fabrication de pulpes thermo-

25 mécaniques ont donné lieu à des résultats similaires. Les résultats peuvent être interprétés de la façon suivante : avec un bouclage accru, on obtient un désalement accru de la résine dissoute ou dispersée, lors du raffinage. Lors de la fabrication de pulpes mécaniques non blanchies, pour des applications nécessi-

30 tant une faible teneur en résine des pulpes, il n'était pas possible jusqu'à maintenant de boucler rigidelement le système.

Des pulpes provenant de l'installation pilote mentionnée ci-dessus ont été soumises à un blanchiment au peroxyde alcalin qui permet notamment d'augmenter la brillance de la pulpe et

35 d'abaisser la teneur en résine de la pulpe.

Les essais ont été réalisés de façon que les pulpes thermo-mécaniques et thermo-mécaniques chimiquement modifiées, non blanchies soient diluées à l'eau fraîche ou avec de l'eau de recyclage provenant de l'étape de blanchiment. Des agents chimiques

de blanchiment ont été mélangés à la suspension de pulpe présentant une concentration en pulpe de l'ordre de 12% puis la suspension de pulpe a été amenée à une tour de blanchiment. Après blanchiment, les pulpes ont été diluées à l'eau fraîche ou à l'eau de recyclage jusqu'à obtenir une concentration en pulpe de 4% et ensuite on a réalisé un pressage jusqu'à l'obtention d'une concentration en pulpe de 35%. La teneur en résine des échantillons de la pulpe a été déterminée après le passage à la presse.

Le tableau ci-après montre quelques exemples de pulpes utilisées lors des essais de blanchiment. Ce tableau comporte également les charges chimiques effectuées pendant l'étape de blanchiment.

15	Pulpe	Teneur en résine avant la presse %	Eau fraîche ajoutée avant le blanchiment m ³ /t. pulpe	Teneur en résine dans la pulpe après la presse %	Charges chimiques de blanchiment kg/t. de pulpe			
					H ₂ O ₂	NaOH	Silicate de Na	Acide tétraacétique éthylène diamine EDTA
20	PTMC 1	0,84	7,1	0,49	37	25	40	3,0
	PTMC 2	0,81	23,9	0,27	25	18	50	3,8
	PTMC 3	0,88	26,6	0,32	42	30	42	3,1
25	PTH	1,04	26,3	0,48	46	31	43	3,2

En établissant des balances de matériaux et de résine lors de l'étape de blanchiment, il a été possible également de calculer la quantité de résine dispersée et, par conséquent la quantité de résine pouvant être lavée et celle de résine ne pouvant pas être lavée. Les pulpes étudiées dans le tableau ci-dessus ont donné les résultats suivants :

Pulpe	Eau fraîche ajoutée lors du blanchi- ment avant la presse m^3/t pulpe	Teneur en résine de la pulpe avant blanchiment %	Teneur en résine de la pulpe après blanchiment et pressage %	Teneur en résine non dispersée dans la pulpe blan- chie %	Température lors de l'étape de blanchiment °C
PTMC 1	5,5	0,49	0,16	0,05	70
PTMC 2	21,1	0,27	0,15	0,13	70
PTMC 3	18,4	0,32	0,15	0,13	60
PTM	23,3	0,48	0,19	0,13	85

Lors du blanchiment, la majeure partie de la résine res-
tante est dissoute. Le blanchiment au peroxyde alcalin transfère
donc la résine sous une forme telle qu'elle ne précipite pas pour
un bouclage accru, au moins lorsque ce bouclage est maintenu dans
des limites raisonnables. La consommation d'eau lors d'un essai
de bouclage avec de la pulpe PTMC 1, correspond à environ 6 à
10 m^3 /tonne de pulpe.

Les essais expérimentaux de fabrication de pulpe mécanique
blanchie ont donné les résultats suivants :

1- Lors de la fabrication de pulpes non blanchies, mécaniques,
thermo-mécaniques (PTM) et thermo-mécaniques modifiées chimique-
ment (PTMC), une partie de la résine en bois est dissoute ou dis-
persée. La résine dispersée peut être éliminée par lavage.

2- Lors d'un bouclage du système d'eau de recyclage pour la
pulpe non blanchie, une partie toujours plus petite sera disper-
sée. La teneur en résine de la pulpe non blanchie augmente en
même temps que s'accroît le bouclage de l'eau de recyclage.

3- Lors du blanchiment de ces pulpes, la résine ^{est} transférée
dans une forme telle que la majeure partie de la résine est dis-
persée. La résine a été modifiée lors du blanchiment de telle
manière qu'elle ne précipite plus lors d'une augmentation du
bouclage.

4- La teneur en résine non dispersible dans la pulpe mécanique
blanchie au peroxyde n'est que de 0,05 à 0,15% de la quantité de
pulpe.

Ces constatations montrent qu'il est possible de fabriquer
de la pulpe mécanique à très faible teneur en résine avec une
faible consommation d'eau, lorsque la pulpe est lavée avant et
après le blanchiment et lorsque l'eau de recyclage se déplace.

à contre-courant de la pulpe.

La figure 2 illustre, à titre d'exemple non limitatif, un exemple de mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

Le système comprend une étape de raffinage 1, une étape de lavage ou de deshydratation 2, une étape de blanchiment 3, une étape de lavage 4, une étape de deshydratation et/ou de lavage 5 et une étape de lavage 6 de la pulpe blanchie.

Des copeaux sont délivrés à l'étape de raffinage 1, les copeaux peuvent être non traités, traités par de la vapeur et/ou imprégnés d'agents chimiques. Après passage dans la raffineuse 1, la pulpe passe dans l'étape de lavage 2 qui peut être mise en oeuvre à l'aide d'un filtre de lavage ou de préférence en utilisant une presse de lavage ou de deshydratation. La suspension de pulpe est diluée en utilisant l'eau recyclée de l'étape de blanchiment avant l'étape de lavage et, en cas de nécessité, en utilisant l'eau recyclée à partir de l'étape de lavage 2.

La pulpe non blanchie, après l'étape de lavage 2, est traitée à l'aide d'agents chimiques de blanchiment et d'eau de dilution, qui provient de l'étape de lavage 4 et elle est délivrée à la tour de blanchiment 3.

Après le blanchiment, la pulpe est diluée en utilisant de l'eau de recyclage provenant de l'étape de lavage 4 et elle est lavée dans l'étape de lavage 4. Comme liquide de déplacement, on utilise de l'eau de recyclage provenant de l'étape de lavage et de deshydratation 5. La pulpe est deshydratée avant le dispositif de séchage 6, au cours de l'étape de deshydratation 5, qui est exécutée de préférence à l'aide d'une presse de lavage ou de deshydratation. L'eau de recyclage quitte le système au cours de l'étape de lavage 2. Le liquide de lavage est délivré lors de l'étape 5.

Les effets résultant peuvent être illustrés de la façon suivante. Des copeaux de pulpe thermo-mécanique modifiée chimiquement (PTMC) ont été raffinés dans l'étape 1. La concentration en pulpe, après la raffineuse étant de 30%. La pulpe est deshydratée jusqu'à obtenir une concentration en pulpe de 48% dans la presse 2. Ensuite cette pulpe est blanchie à une concentration en pulpe de 12%, lavée dans le filtre 4 et finalement elle est deshydratée sur la presse 5 jusqu'à l'obtention d'une concentration en pulpe de 48% avant le séchoir 6.

A l'aide d'un équipement automatique et en utilisant les résultats expérimentaux obtenus, on a calculé les balances de résine du système pour différents degrés de bouclage.

On a obtenu la relation donnée dans le tableau suivant avec la quantité d'eau de recyclage évacuée du système, le taux d'efficacité de lavage de la résine dissoute ou dispersée lors de l'étape^{de} blanchiment et la teneur en résine de la pulpe blanchie. La teneur en résine non dispersible de la pulpe, après l'étape de blanchiment est supposée être de 0,13%. La teneur en résine de la pulpe après le raffinage est supposée être de 0,9%.

15	Quantité d'eau recyclée évacuée	Degré d'efficacité du lavage de la résine dissoute lors du blanchiment	Teneur en résine de la pulpe blanchie
	m ³ /t. pulpe	%	% en poids
	1	0,77	0,31
	3	0,87	0,20
20	5	0,92	0,16
	10	0,95	0,15

Le calcul montre qu'il est possible par un bouclage rigide de fabriquer de la pulpe mécanique blanchie avec une faible teneur en résine, à condition de laver la pulpe à contre courant.

Le blanchiment au peroxyde de la pulpe mécanique, ou similaire (pulpe à teneur > 90%) implique dans des conditions normales, l'existence de très grandes quantités d'agents chimiques résiduels, qui ne peuvent pas être utilisés en contrôlant étroitement les conditions de blanchiment, mais qui à un degré plus ou moins important, peuvent être utilisées lorsque la solution résiduelle des agents chimiques, après le blanchiment est ramenée dans la pulpe non blanchie. La mise en oeuvre d'un tel recyclage exige un dispositif meilleur que celui qui est généralement utilisé et un contrôle amélioré des systèmes d'alimentation d'eau. On a effectué des essais d'un tel recyclage avec un succès relativement bon, cependant il s'est avéré que le degré d'efficacité était faible, probablement en raison des phénomènes de dilution et d'autres effets perturbateurs qui influencent le déroulement

du procédé de manière relativement irrationnelle.

La Demanderesse a découvert de façon tout à fait inattendue, que l'on pouvait obtenir, en choisissant des conditions précises, une efficacité du blanchiment de l'ordre de 100%, avec ces agents
5 chimiques résiduels. La condition fondamentale est que les agents chimiques soient recyclés avec un taux de dilution insignifiant ou que l'eau recyclée provenant de la raffineuse avant le blanchiment, puisse permettre une telle dilution dans une faible mesure, seulement ceci exige alors un système d'eau de recyclage
10 équilibré avec précision dans lequel les eaux recyclées de l'étape de raffinage et de celle du blanchiment sont bien séparées.

Il s'est avéré que la meilleure façon de séparer les deux étapes du procédé, sans risque de mélanger les eaux de recyclage, tout en assurant en même temps les conditions nécessaires préalables à un retour maximal des agents chimiques résiduels
15 provenant du processus de blanchiment, était de disposer une presse immédiatement avant l'installation de blanchiment. Ensuite une petite quantité seulement de liquide, provenant de l'étape précédente, est délivrée au système d'alimentation en eau de l'installation de blanchiment et, après l'installation de blanchiment
20 seule une petite quantité d'eau recyclée de l'installation de blanchiment doit être éjectée. Plus faible est l'éjection, plus importante est la proportion d'agents chimiques devant être utilisés. En réduisant le taux de dilution du système on diminue
25 également le risque de perturbations lors des réactions de blanchiment des agents chimiques résiduels.

Compte tenu des remarques qui précèdent, le procédé de blanchiment selon l'invention peut être défini de façon suivante.

Immédiatement avant l'installation de blanchiment, la pulpe
30 est pressée jusqu'à obtenir une teneur d'au moins 20% de produits secs, de préférence en combinaison avec le lavage. Il est préférable d'obtenir des teneurs plus élevées en produits secs, habituellement d'au moins 30% , un maximum de 50% environ devant être obtenu. La pulpe est ensuite diluée avec de l'eau recyclée de
35 l'installation de blanchiment et diluée de façon insignifiante, cette eau contenant des agents chimiques résiduels provenant du blanchiment, jusqu'à obtenir une concentration de pulpe normale pour le blanchiment et pouvant varier, selon les circonstances entre 5% et 15%. Ensuite, on ajoute à la pulpe, de manière connue,

une solution de peroxyde frais et les agents chimiques auxiliaires nécessaires, et la pulpe est blanchie pendant un temps approprié, adapté à la température prévalant au système. Des durées normales vont de 0,1 à 4 h, les températures normales étant de 45 à 5 85°C. Au début du blanchiment, le pH est élevé et il décroît graduellement jusqu'à une valeur de 8 à 9. Le blanchiment se termine toujours avant que les agents chimiques soient totalement consommés étant donné qu'il ne doit se produire aucune décoloration alcaline. Afin d'obtenir de hautes valeurs de brillance, la quantité des agents chimiques résiduels doit être normalement plutôt élevée. Ensuite la pulpe est amenée à l'étape de lavage avec un effet de lavage élevé, à l'aide par exemple d'un filtre de lavage, pendant laquelle on récupère la solution résiduelle. Afin de ne pas diluer la solution résiduelle, le lavage doit être effectué en utilisant une petite quantité de liquide de lavage, c'est-à-dire avec un faible facteur de dilution. Cette solution est ensuite recyclée pour dilution immédiatement avant l'installation du blanchiment.

Le procédé est illustré par les résultats d'essais suivants effectués dans une installation pilote semi-industrielle.

L'effet d'une solution résiduelle recyclée directement à partir du blanchiment au peroxyde est illustré par un essai au Laboratoire durant lequel une pulpe thermo-mécanique a été d'abord blanchie à l'aide d'agents chimiques frais, puis la solution résiduelle a été titrée au peroxyde et renforcée par du peroxyde frais, de l'hydroxyde de sodium, du silicate de sodium et du sulfate de magnésium jusqu'à obtenir la même charge totale que lors des essais de blanchiment préalables ; ensuite la pulpe a été blanchie de la même façon, en utilisant la nouvelle solution de blanchiment. Cette opération a été répétée plusieurs fois et la solution résiduelle provenant du dernier essai a été recyclée afin de contrôler que le blanchiment n'était pas perturbé lorsqu'augmentait la proportion de substances organiques dans la solution résiduelle recyclée. L'examen des tableaux, donnés ci-après, montre que les différentes variantes permettent d'obtenir sensiblement les mêmes résultats. Ces résultats ont été obtenus en effectuant les blanchiments avec une concentration en pulpe de 12% et une teneur élevée en peroxyde dans la solution résiduelle.

Lors d'essais ultérieurs, pendant lesquels la solution rési-

duelle était recyclée à l'état plus dilué et le blanchiment effectué avec une concentration en pulpe sensiblement plus faible, on a obtenu une brillance légèrement inférieure pour le peroxyde chargé (de l'ordre de 2 unités plus faible que pour la charge la plus élevée).

A - Blanchiment classique au peroxyde avec des agents chimiques de blanchiment frais

Essai N° 1

Blanchiment au peroxyde

10	Concentration en pulpe	%	12		
	Température	°C	40		
	Durée	min	120		
	Peroxyde d'hydrogène	kg/tonne	40		
15	Na-silicate	kg/tonne	30		
	MgSO ₄	kg/tonne	0,5		
	NaOH	kg/tonne	28	32	36
	pH initial		11,5	11,7	11,9
	pH final		10,3	10,5	10,6
20	Peroxyde résiduel	g/l	2,92	3,02	2,99
	Peroxyde résiduel	kg/tonne	21,4	22,1	21,9
	Peroxyde consommé	kg/tonne	18,6	17,9	18,1
25	<u>Analyses :</u>				
	Brillance	% ISO	77,4	77,4	77,8

B - Blanchiment au peroxyde avec addition de 4,66 m³/tonne de liqueur résiduelle de blanchiment provenant de l'essai n° 1, et compensation sous la forme d'agents chimiques frais

Essai n° 2

Blanchiment au peroxyde

	Concentration en pulpe	%	12		
5	Température	°C	40		
	Durée	min	120		
	Peroxyde d'hydrogène	kg/tonne	x) 26,4 + xx) (13,6)=40		
	Silicate de Na	kg/tonne	10,7 + (19,3)=30		
	MgSO ₄	kg/tonne	0,06 + (0,44)=0,5		
10	NaOH	kg/tonne	23+(5) 27+(5) 31+(5)		
	pH initial		11,5		
	pH final		9,9 10,5 10,3		
	Peroxyde résiduel	g/l	2,79 2,74 2,69		
	Peroxyde résiduel	kg/tonne	20,5 20,1 19,7		
15	Peroxyde consommé	kg/tonne	19,5 19,9 20,3		

Analyses :

Brillance	% ISO	77,3	77,5	76,2
-----------	-------	------	------	------

20 x) Agents chimiques de compensation xx) Agents chimiques dans la solution résiduelle

C- Blanchiment au peroxyde avec l'addition de 4,62 m³/tonne de
liqueur résiduelle de blanchiment provenant de l'essai n°2 et
compensation sous la forme d'agents chimiques frais

25 Essai n°3

Blanchiment au peroxyde

	Concentration en pulpe	%	12		
	Température	°C	40		
30	Durée	min	120		
	Peroxyde d'Hydrogène	kg/tonne	• x) 27,9 + xx) (12,1)=40		
	Silicate de Na	kg/tonne	11,0 + (19,0)=30		
	mgSO ₄	kg/tonne	0,06 + (0,44)=0,5		
	naOH	kg/tonne	27,7 + (0,3) 31,7 + (0,3) 35,7 + (0,3)		
35	pH initial		11,5 11,6 11,7		
	ph final		9,9 10,0 10,3		
	Peroxyde résiduel	g/l	2,69 2,57 2,48		
	Peroxyde résiduel	kg/tonne	19,7 18,8 18,2		
	Peroxyde consommé	kg/tonne	20,3 21,2 21,8		

Analyses :

Brillance		78,1	78,4	78,7
x) Agents chimiques de compensation		xx) Agents chimiques dans la solution résiduelle		

Les effets du lavage avant le blanchiment au peroxyde, pour empêcher l'eau recyclée de l'étape de raffinage de perturber le blanchiment ont été illustrés au cours d'un essai en laboratoire.

10 Une pulpe mécanique a été fabriquée dans une installation pilote à partir de copeaux de spruce. Les copeaux ont d'abord été imprégnés d'une solution de sulfate de sodium de manière que les copeaux absorbent environ 20 kg Na_2SO_3 /tonne de bois sec. Les copeaux imprégnés ont été préchauffés à la vapeur et affinés dans
15 une raffineuse à copeaux pour obtenir une pulpe. Cette pulpe, après l'étape de raffinage, présentait une concentration en pulpe, correspondant à environ 25% et elle contenait environ 3 tonnes de solution aqueuse par tonne de pulpe sèche. La solution aqueuse contenait une substance organique dissoute du bois et une subs-
20 tance inorganique, du sulfate de sodium et du sulfate de sodium, provenant de la solution d'imprégnation. On a mesuré la brillance de la pulpe et celle-ci était de 60,1% ISO.

A partir de la pulpe ainsi obtenue on a pris deux échantillons. Un des échantillons a été lavé soigneusement avec de l'eau
25 de façon à enlever de la pulpe toutes les substances organiques et inorganiques. Les échantillons de pulpe lavée et non lavée ont été ensuite blanchis au laboratoire en utilisant un peroxyde alcalin de manière connue.

On a également fait des essais à l'aide d'un équipement
30 semi-industriel permettant de réaliser un pressage de l'eau de l'étape de raffinage avant le raffinage et le blanchiment, ces essais étant réalisés sur une pulpe thermo-mécanique chimiquement modifiée (teneur 95 à 96%). Les résultats des essais au laboratoire, interpolés jusqu'à des brillances de 70 et 75% ISO,
35 respectivement sont consignés dans les tableaux suivants :

Lavage avant blanchiment		non lavée		lavée	
	Brillance % ISO	70	75	70	75
5	Lavage au peroxyde				
	Concentration en pulpe %	12	12	12	12
	Température °C	40	40	40	40
	Durée min	120	120	120	120
	Peroxyde d'hydrogène kg/tonne	24,0	43,5	24,0	43,5
10	Silicate de Na kg/tonne	30	30	30	30
	EDTA kg/tonne	3	3	3 ^{x)}	3 ^{x)}
	MgSO ₄ kg/tonne	0,5	0,5	0,5	0,5
	NaOH kg/tonne	19,2	30,5	19,2	30,5
	Peroxyde résiduel kg/tonne	3,0	9,0	8,0	17
15	Peroxyde consommé kg/tonne	21,0	34,5	16,0	26,5

x) Ajouté en liaison avec le lavage avant le blanchiment

20 Les résultats des essais sur une échelle semi-industrielle sont donnés dans le tableau suivant :

Lavage avant blanchiment		non lavée	pulpe lavée et pressée
25	Blanchiment du peroxyde		
	Concentration en pulpe %	12	12
	Température °C	50	50
	Durée min	100	100
	Peroxyde d'hydrogène kg/tonne	39,3	45,5
30	Silicate de Na kg/tonne	41	42
	MgSO ₄ kg/tonne	0,5	0,5
	EDTA kg/tonne	6,2	3,1
	NaOH kg/tonne	29	30
	Peroxyde résiduel kg/tonne	7,3	22,6
35	Peroxyde consommé kg/tonne	32,0	22,9
<u>Analyse</u>			
	Brillance	72,5	78,3

Des essais similaires ont été effectués au laboratoire sur de la pulpe thermo-mécanique pure. Les résultats sont indiqués dans le tableau suivant :

5	Lavage avant blanchiment	non lavée		lavée	
		70	75	70	75
	Brillance				
	Blanchiment du peroxyde				
	Peroxyde d'hydrogène kg/tonne	25	40	25	40
10	NaOH kg/tonne	20	28	20	28
	Peroxyde résiduel kg/tonne	3,0	6,0	7,0	12,0
	Peroxyde consommé kg/tonne	22,0	34,0	18,0	28,0

Les autres conditions de blanchiment correspondent à celles indiquées précédemment.

Ces essais montrent que la substance ligneuse dissoute provenant de l'étape de raffinage consomme de grandes quantités de peroxyde lorsque la pulpe, provenant de l'étape de raffinage, est délivrée à l'étape de blanchiment sans que les substances dissoutes aient été enlevées. Ces essais montrent en outre que le blanchiment au peroxyde d'une pulpe mécanique exige de grands excès de peroxyde pour obtenir le blanchiment optimal.

Des travaux expérimentaux ont donc conduit aux résultats suivants :

- L'eau recyclée du raffinage des pulpes mécaniques thermo-mécaniques, et thermo-mécaniques chimiquement modifiées, contient des substances qui consomment du peroxyde et de l'alcali lors du blanchiment au peroxyde alcalin ;

- le blanchiment de telles pulpes mécaniques nécessite un excès important de peroxyde lors du blanchiment pour obtenir des valeurs élevées de brillance et ,

- l'excès de peroxyde dans l'eau recyclée peut être réutilisé pour le blanchiment lorsque l'eau recyclée est ramenée dans l'étape de blanchiment.

Sur la base de ces résultats, on a étudié plusieurs systèmes de couplage en utilisant des modèles mathématiques. On a découvert qu'il était possible de combiner une installation appropriée et des conditions de fonctionnement de façon à éviter un transfert d'une quantité trop importante d'eau recyclée provenant

du raffinage, vers l'étape de blanchiment (l'eau recyclée consommant des agents chimiques de blanchiment), et simultanément en effectuant un retour de l'eau recyclée contenant du peroxyde, après l'étape de blanchiment, avec un degré élevé d'utilisation
5 pour le blanchiment afin d'utiliser efficacement ce peroxyde.

Un exemple de mise en oeuvre de l'invention a été représenté sur la figure 3.

De la pulpe mécanique provenant de l'étape de raffinage 1 est délivrée à la presse 2, où elle est lavée de l'eau recyclée du raffinage. Avant l'étape de raffinage 3, on effectue des ad-
10 ditions d'agents chimiques de raffinage frais par le circuit 5 et d'une solution résiduelle provenant du blanchiment au peroxyde par le circuit d'eau de recyclage 6. La suspension de pulpe passe ensuite à l'étape de blanchiment 3 qui s'effectue de préférence
15 dans une tour de blanchiment. A partir de l'étape de blanchiment 3, la suspension de pulpe passe à l'étape de lavage 4 où le lavage est effectué à l'aide d'un équipement efficace, constitué de préférence par un filtre de lavage auquel est délivré le liquide de lavage 7. Ce dernier peut être de l'eau pure ou de l'eau
20 recyclée des opérations suivantes, par exemple lors de l'étape de deshydratation.

Des calculs montrent que, pour une teneur sèche accrue après la presse 2, des quantités toujours croissantes d'eau recyclée consommant des agents chimiques sont éliminées par pressage à
25 partir de l'étape de raffinage et qu'en même temps, des quantités plus importantes d'eau recyclée contenant des agents chimiques peuvent être ramenées à l'étape de blanchiment. En introduisant une étape de lavage 4 après la blanchiment et en concevant cette étape de lavage sous la forme d'une étape de déplacement exécutée tout en ajoutant simultanément du liquide de la-
30 vage en une quantité correspondant à un faible facteur de dilution, une partie plus importante des agents chimiques actifs restant après le blanchiment peut être ramenée à l'étape de blanchiment.

35 Les résultats obtenus par un procédé conforme à celui illustré par la figure 1, comparés à ceux obtenus par un procédé dans lequel toute l'eau recyclée de l'étape de raffinage est délivrée à l'étape de blanchiment et dans lequel on ne ramène pas d'eau recyclée de l'installation de blanchiment, ont été simulés à

- l'aide d'un modèle mathématique selon la figure 1. Les pulpes, (pulpes thermo-mécaniques chimiquement modifiées), sont supposées être bien lavées avant de subir le blanchiment et elles exigent une charge de peroxyde de 40 kg H_2O_2 /tonne de pulpe.
- 5 Les pulpes sont blanchies jusqu'à une brillance de 75% ISO. En considérant les prix chimiques actuels qui sont de l'ordre de

FF 4,5 le kg de H_2O_2 et

FF 0,75 le kg de NaOH,

- 10 on réalise les économies suivantes, selon l'invention, sur différentes concentrations de pulpes après l'étape de pressage

	Concentration de pulpe après l'étape de pressage 2 %	Economie des produits chimiques FF / tonne de pulpe
15	20	35
	30	40
	40	44
	50	49

- 20 Les valeurs d'économies indiquées dans ce tableau s'appliquent à un facteur de dilution lors de l'étape de lavage 4 correspondant à 1 m³/tour de pulpe.

- 25 En utilisant un filtre de lavage normal au lieu d'une presse en position 2, on réalise une économie de l'ordre de FF 30/tonne de pulpe.

L'économie en produits chimiques réalisée est donc très importante et elle implique une économie substantielle du prix de revient lors de la fabrication de pulpes mécaniques blanchies.

- 30 Une limite supérieure pour la concentration en pulpe est de l'ordre de 50% de la concentration en pulpe. Au delà de cette concentration il est difficile de deshydrater la pulpe et cette dernière est également difficile à défibrer avant l'étape de blanchiment.

- 35 Un facteur de dilution de 1 m³/tonne de pulpe permet d'obtenir des résultats sensiblement meilleurs qu'un facteur de 2m³/tonne, lequel donne de meilleurs résultats qu'un facteur de dilution de 3 m³/tonne de pulpe.

Des recherches complémentaires ont montré que l'on pouvait obtenir des résultats similaires indépendamment des conditions

de blanchiment choisies. Des études correspondantes sur le blanchiment ont été effectuées par exemple, en faisant varier la concentration en pulpe entre 5 et 15%, la température durant l'étape de blanchiment variant entre 40 et 45°C et, le temps de séjour variant entre 0,1 et 4 heures.

Il demeure bien entendu que cette invention n'est pas limitée aux divers exemples de réalisation décrits et représentés, mais qu'elle en englobe toutes les variantes.

REVENDECATIONS

- 1.- Procédé de fabrication d'une pulpe de cellulose essentiellement exempte de résine et une teneur supérieure à 90%, par exemple de la pulpe thermo-mécanique ou de la pulpe chimio-mécanique, qui consiste en une défibration mécanique du bois et un blanchiment ultérieur, ce procédé étant mis en oeuvre dans un système bouclé correspondant à une quantité d'eau usée d'au plus 15 m³ par tonne de pulpe, de préférence de plus 10 m³ par tonne de pulpe, ce procédé étant caractérisé en ce que les eaux recyclées de l'étape de défibrage (1) et de l'étape de blanchiment (3) sont maintenues séparées les unes des autres, en ce que l'eau recyclée en excès est extraite lors d'une étape de lavage (4) prévue après l'étape de défibrage, en ce que l'excès d'eau recyclée de l'étape de blanchiment (3) est utilisée pour diluer ou laver la pulpe après l'étape de défibrage et, en ce que l'effet de lavage des substances dissoutes est d'au moins 70%, de préférence de 80% au moins et mieux de 85% au moins.
- 2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de blanchiment est une étape de blanchiment alcalin, de préférence une étape de blanchiment au peroxyde.
- 3.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de défibrage est une étape de raffinage.
- 4.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les eaux de recyclage de l'étape de défibrage et de l'étape de blanchiment sont maintenues séparées les unes des autres, en prévoyant une étape intermédiaire de lavage entre lesdites étapes, cette étape étant constituée par exemple par un pressage (2) de lavage.
- 5.- Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que les étapes de lavage avant et respectivement après les étapes de blanchiment sont effectuées en série et en ce que l'eau de lavage se déplace à contre-courant de l'écoulement de la pulpe.
- 6.- Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le blanchiment est réalisé à une température supérieure à 60°C, de préférence à 70 - 85°C.
- 7.- Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la pulpe, après défibrage mécanique (1) est pressée (2) jusqu'à obtenir une consistance de pulpe de 25 à 50%, de préférence de l'ordre de 30 à 45%, et en ce qu'en-

suite la pulpe est diluée avec la liqueur résiduelle de blanchiment provenant de l'étape de blanchiment.

5 8.- Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que la liqueur de blanchiment en excès, provenant de l'étape de blanchiment est récupérée, sous forme concentrée, dans une étape de lavage disposée après l'étape de blanchiment, de manière que le facteur de dilution lors de l'étape de lavage soit limité à 0 - 2 m³ par tonne de pulpe, de préférence à 0,5 à 1,5 m³ par tonne de pulpe.

FIG.1

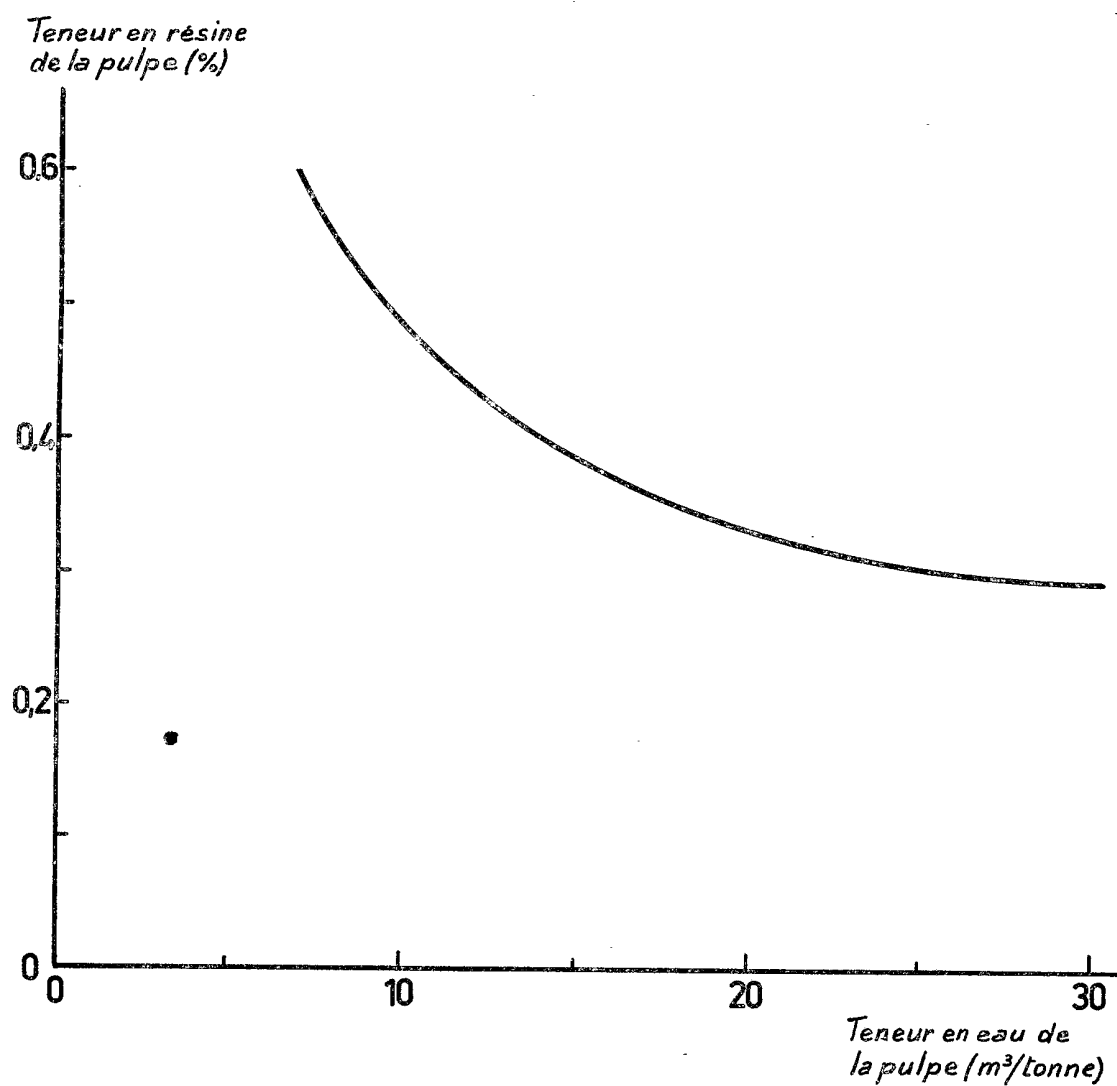


FIG. 2

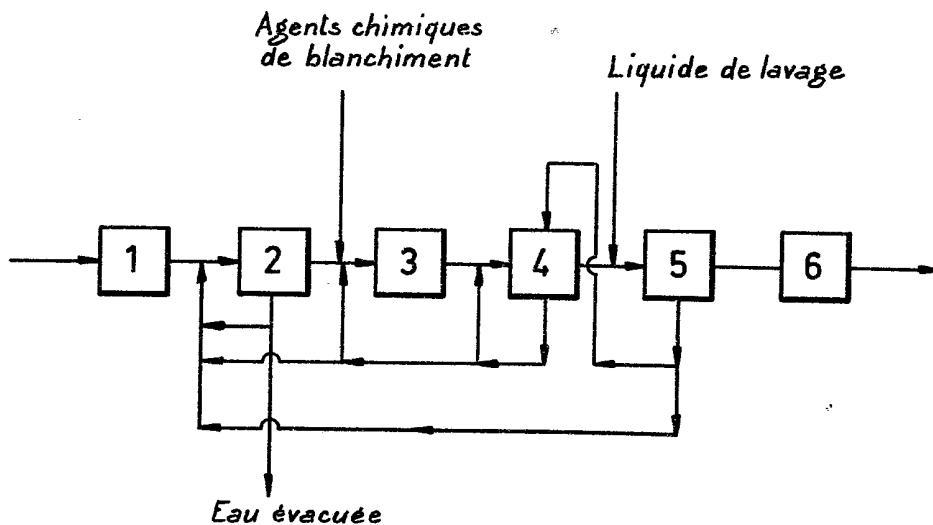
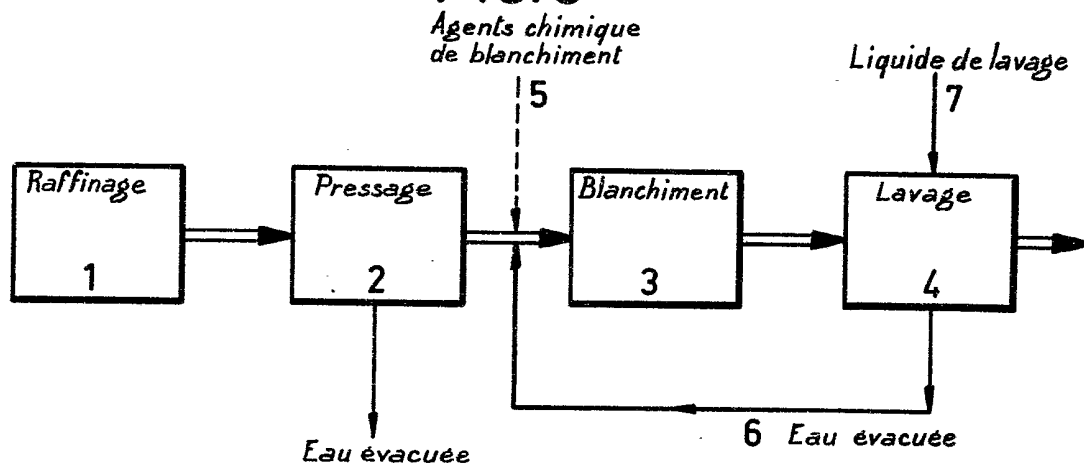
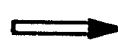


FIG. 3



-  Circulation de la suspension de pulpe
-  Circulation de l'eau évacuée
-  Circulation des agents chimiques de blanchiment