



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 0 874 935 B1**

(12) **FASCICULE DE BREVET EUROPEEN**

(45) Date de publication et mention
de la délivrance du brevet:
10.05.2000 Bulletin 2000/19

(51) Int Cl.7: **D21B 1/36**, D21B 1/02,
D21C 5/00, D21C 1/06

(21) Numéro de dépôt: **97900645.9**

(86) Numéro de dépôt international:
PCT/FR97/00065

(22) Date de dépôt: **15.01.1997**

(87) Numéro de publication internationale:
WO 97/26401 (24.07.1997 Gazette 1997/32)

(54) **PROCEDE DE FABRICATION DE PATE A PAPIER A PARTIR DE PLANTES
LIGNOCELLULOSIQUES ET PATE A PAPIER OBTENUE**

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON PAPIERZELLSTOFF AUS LIGNOCELLULOSISCHEN
PFLANZEN SOWIE DANACH HERGESTELLTER PAPIERZELLSTOFF

PROCESS FOR PRODUCING PULP FROM LIGNOCELLULOSIC PLANTS, AND PULP OBTAINED

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC
NL PT SE**

(74) Mandataire:
**Cabinet BARRE LAFORGUE & associés
95, rue des Amidonniers
31000 Toulouse (FR)**

(30) Priorité: **17.01.1996 FR 9600760**

(43) Date de publication de la demande:
04.11.1998 Bulletin 1998/45

(56) Documents cités:
US-A- 4 798 651

(73) Titulaire: **E.MC2 Developpement
55100 Bras-sur-Meuse (FR)**

- **TAPPI JOURNAL, vol. 64, no. 7, Juillet 1981,
ATLANTA US, pages 93-96, XP002014831
MAMERS, H. ET AL.: "Explosion pulping of
bagasse and wheat straw" cité dans la demande**

(72) Inventeur: **CASSAT, Didier
F-55840 Thierville (FR)**

EP 0 874 935 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen, toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition. (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

[0001] L'invention concerne un procédé de fabrication de pâte à papier à partir de matières premières lignocellulosiques à base de plantes annuelles ou pérennes. Par "plante annuelle", on entend dans la suite toute plante ayant une durée de développement d'environ une année (coton, chanvre, lin, céréale, canne à sucre, sorgho, ...) ; par "plantes pérennes", on entend des plantes dont le développement s'étend sur des périodes beaucoup plus longues (bambou, roseau, sisal, bois feuillus ou résineux, ...) ; les matières premières lignocellulosiques visées par l'invention peuvent contenir les plantes dans leur totalité, ou des parties seulement de ces plantes (tiges, feuilles, etc...), ou des coproduits de ces plantes (paille, bagasse...).

[0002] On sait qu'il existe à l'heure actuelle essentiellement quatre types de pâtes à papier obtenues à partir de plantes pérennes ou annuelles :

- pâtes de très basse qualité obtenues avec des rendements supérieurs à 90 % : pâtes mécaniques, thermomécaniques et chimicothermomécaniques,
- pâtes de basse qualité obtenues avec des rendements compris entre 80 et 90 % : pâtes chimicomécaniques ou mécano-chimiques,
- pâtes de qualité moyenne obtenues avec des rendements compris entre 70 et 80 % : pâtes mi-chimiques,
- pâtes de bonne qualité obtenues avec des rendements compris entre 45 et 55 % : pâtes chimiques. (Par "rendement", on entend de façon habituelle dans le domaine des pâtes à papier, la proportion pondérale de pâte obtenue rapportée au poids initial de matière végétale).

[0003] Les coûts de fabrication vont en croissant depuis les pâtes de très basse qualité jusqu'aux pâtes de bonne qualité, en raison des pertes croissantes de matières premières, des dépenses croissantes d'énergie sous forme mécanique ou thermique, et de la consommation croissante des produits chimiques utilisés.

[0004] Dans le cas des pâtes à papier fabriquées à partir de plantes annuelles, seules les pâtes chimiques obtenues avec de faibles rendements (inférieurs à 55 %) présentent de hautes résistances mécaniques correspondant à des longueurs de rupture supérieures ou égales de 5 500 à 6 000 mètres ; dans le cas de pâtes fabriquées à partir de plantes pérennes, certaines pâtes mi-chimiques peuvent atteindre ces valeurs de résistances. On sait que la longueur de rupture représente la longueur d'une bande de largeur quelconque mais uniforme, supposée suspendue par une de ses extrémités, se rompant sous l'effet de son propre poids. Cette longueur de rupture se calcule par la formule

$$\frac{106.R_T}{15g.G}$$

où :

- R_T est la résistance à la rupture par traction exprimée en newtons par mètre (norme NFQ 03002),
- G est le grammage de la pâte (masse par m^2) et,
- g est l'accélération de la pesanteur (9,8 m/s/s).

[0005] Il existe par ailleurs des procédés de traitement de plantes en vue de fabriquer à partir de celles-ci des composants d'aliments pour le bétail. Un de ces procédés, dit de vapocraquage, consiste à soumettre la matière première lignocellulosique à une pression et une température élevées (de l'ordre de 20 à 30 bars et de 210° C à 240° C) puis à lui faire subir une brusque décompression en vue de déstructurer le végétal par cette détente explosive et ainsi d'améliorer sa digestibilité. De par sa nature même, un tel procédé conduit à une dégradation importante des matières lignocellulosiques, c'est-à-dire à une rupture importante des fibres due à la brusque détente et une hydrolyse intense des constituants hémicellulosiques et celluloses de la matière végétale.

[0006] Ce procédé de vapocraquage a été proposé pour réaliser des pâtes à papier de très basse ou de basse qualité essentiellement à partir du bois ; les unités expérimentales réalisées permettent de fabriquer ce type de pâtes avec des rendements supérieurs à 80 %. Dans certaines unités, le vapocraquage est combiné à un traitement au sulfite de sodium Na_2SO_3 et également parfois à la soude avec des teneurs en soude faibles, inférieures ou égales à 2 % (proportion pondérale de soude rapportée à la matière sèche lignocellulosique). Il convient de souligner que le procédé de vapocraquage, qui impose des contraintes mécaniques très élevées à la matière lignocellulosique, réalisant une rupture importante des fibres, paraît a priori incompatible avec l'obtention de pâtes de bonne qualité ayant des longueurs de rupture supérieures ou égales à 5 500 mètres, car l'obtention d'une telle qualité exige que les fibres soient préservées. Ainsi, toutes les propositions d'utilisation du vapocraquage pour réaliser des pâtes à papier se cantonnent à la fabrication de pâtes de très basse ou basse qualité du type purement mécanique ou chimicomécanique.

[0007] Il faut noter par exception aux observations ci-dessus que deux études ont été menées sur les possibilités d'obtenir une pâte de bonne qualité en utilisant le procédé de vapocraquage : "B.V. KOKTA et al., Cellulose Chem. Technol, 26, 107-123 (1992)" et brevet US-A-4.798.651, d'une part ; "H. MAMERS et al., TAPPI JOURNAL, Vol. 64 n° 7, 93-96 (juillet 1981)", d'autre part.

5 **[0008]** La première étude (KOKTA) paraît montrer que l'obtention de pâte de bonne qualité par vapocraquage est possible mais en utilisant une forte proportion de sulfite de sodium (16 %), de sorte que ce procédé est soumis aux défauts des procédés chimiques : grande quantité de produits chimiques utilisés rendant onéreux leur recyclage. Le brevet US-4.798.651 évoque une proportion plus modérée de sulfite de sodium, mais ce procédé demeure soumis aux problèmes de recyclage particulièrement difficiles à résoudre, que posent ce composé.

10 **[0009]** L'autre étude (MAMERS) décrit un procédé dans lequel le vapocraquage au moyen d'une vapeur saturée est réalisé avec introduction d'une pression d'azote de façon à forcer la matière à passer à travers un faisceau de buses de décharge ("discharge nozzle arrangements") qui soumet ladite matière à un cisaillement mécanique très puissant lorsqu'elle est expulsée du réacteur par l'explosion. Dans ces conditions, les fibres lignocellulosiques sont fortement dégradées et une partie de la matière est fragmentée en fines et est perdue : c'est ce qui explique, en partie, que le rendement du procédé décrit dans cet article est faible (entre (33,6 % et 52,5 %) jusqu'à être inférieur au rendement des procédés chimiques comme cela est indiqué au point 4 des conclusions de cet article. Il est à noter que cet article indique que l'explosion est effectuée en présence de soude dont la fonction n'est pas précisée.

15 **[0010]** A l'heure actuelle, les seuls procédés effectivement mis en oeuvre sur le plan industriel pour obtenir des pâtes de bonne qualité à partir de plantes annuelles (longueurs de rupture supérieures ou égales à 5 500 mètres) sont les procédés chimiques, traditionnels ou dérivés, qui utilisent des proportions très élevées de produits chimiques (en particulier 14 à 18 % de soude pour les procédés chimiques traditionnels) et qui présentent de faibles rendements compris entre 45 % et 55 %. En ce qui concerne les plantes pérennes, certains procédés mi-chimiques permettent d'atteindre ces valeurs mais uniquement avec certains bois (résineux), les performances étant beaucoup plus faibles avec d'autres bois ou avec les plantes annuelles.

20 **[0011]** La présente invention se propose de fournir un procédé de fabrication de pâte à papier à partir de plantes annuelles ou pérennes, qui conduise à des pâtes de bonne qualité (en particulier longueur de rupture au moins égale à 5 500 mètres), qui utilise des quantités de réactifs chimiques modérées très inférieures à celles nécessaires dans les procédés chimiques, et qui bénéficie d'un rendement de 60 à 70 %, très supérieur au rendement d'obtention des pâtes chimiques de qualité analogue ou au rendement du procédé proposé par MAMERS et al.. L'invention vise un procédé qui permette d'obtenir ces performances quelle que soit la nature des plantes utilisées et qui est donc particulièrement intéressant dans le cas de plantes annuelles pour fournir un nouveau débouché à ces plantes.

25 **[0012]** A cet effet, le procédé de fabrication de pâte à papier conforme à l'invention comprend les étapes suivantes:

- 30
- 35 - on imprègne une matière première lignocellulosique à base de plantes annuelles, ou pérennes ou de résidus de ces plantes au moyen d'une solution aqueuse de soude de façon que la proportion pondérale de soude contenue dans ladite matière lignocellulosique soit sensiblement comprise entre 3,5 % et 10 % rapportée à la matière sèche et que le taux pondéral d'hydratation de ladite matière cellulosique après imprégnation soit au moins égal à sensiblement 40 %,
 - 40 - on soumet ensuite la matière lignocellulosique ainsi imprégnée à un vapocraquage, en assurant en enceinte fermée une montée en pression et en température de la matière lignocellulosique imprégnée par introduction d'une vapeur saturée, en réalisant une cuisson desdites matières dans l'enceinte à la température et à la pression ainsi atteintes, puis en soumettant les matières à une détente brusque par ouverture d'une vanne à passage direct, associée à ladite enceinte et pourvue d'un passage libre adapté pour permettre la sortie des matières en l'absence de cisaillements mécaniques notables,
 - 45 - et on sépare la fraction solide constituant la pâte à papier, de la phase aqueuse et des produits hydrosolubles.

50 **[0013]** Le procédé de l'invention est issu de la constatation surprenante suivante : lorsqu'on réalise un vapocraquage de matières lignocellulosiques en présence d'une proportion pondérale de soude comprise entre 3,5 % et 10 % et préférentiellement entre 5 % et 8 %, avec un taux d'hydratation suffisant (supérieur à 40 %), on évite une dégradation des fibres lignocellulosiques et on préserve la qualité papetière de celles-ci malgré les contraintes élevées subies lors de l'explosion, et ce, quel que soit le type de plantes (annuelles ou pérennes). On obtient ainsi des pâtes très résistantes de qualité correspondant à celle des pâtes chimiques, avec un rendement très supérieur à celui des procédés chimiques (rendement de l'ordre de 60 à 70 % dans les expérimentations effectuées). L'invention permet ainsi, par rapport aux procédés chimiques traditionnels ou dérivés, d'une part d'obtenir un poids de pâte supérieur rapporté au même poids de matière première lignocellulosique, d'autre part d'utiliser des quantités beaucoup plus faibles de produits chimiques (moins de 10 % de soude) ; ces quantités moindres de soude utilisées représentent un avantage économique essentiel en pratique puisqu'elles conduisent à une réduction considérable des coûts de recyclage de ce produit. Il faut souligner que l'utilisation de la soude représente un avantage essentiel par rapport à d'autres réactifs chimiques proposés tel

que le sulfite, car la soude est, par nature, facile à recycler chimiquement (transformation en carbonate de sodium, incinération et caustification à la chaux).

[0014] Les mécanismes par lesquels la soude, en quantité appropriée, vient se combiner au vapocraquage pour réaliser le défilage tout en préservant la qualité papetière des fibres sont difficiles à expliquer ; les hypothèses suivantes peuvent toutefois être avancées :

1) Une partie de la soude introduite dans les proportions visées réagit avec les acides organiques libérés par hydrolyse des constituants les plus fragiles de la matière sous l'effet de la température. La soude et les acides libérés se neutralisent et le milieu de cuisson reste légèrement basique grâce à la soude n'ayant pas réagi. Le phénomène d'autohydrolyse dans ces conditions de pH basique est inhibé, ce qui se traduit par une augmentation de rendement en pâte et une préservation des fibres de cellulose qui ne sont pas attaquées.

2) La quantité de soude restante (soude n'ayant pas réagi avec les acides organiques) permet quant à elle une légère solubilisation des hémicelluloses et des lignines qui constituent le liant essentiel entre les fibres de sorte que la matière première imprégnée qui est soumise au vapocraquage présente une élasticité très supérieure à son élasticité d'origine et supporte mieux la brusque détente ; dans ces conditions, cette détente est apte à réaliser une libération des fibres (le taux d'hydratation prévu autorisant cette libération) tout en limitant les ruptures dégradantes de ces dernières. Au contraire, dans les procédés de vapocraquage connus, mis en oeuvre en l'absence de soude ou avec des proportions inférieures ou égales à 2 % (généralement comprises entre 0,5 % et 1 %), la matière première très structurée bénéficie d'une élasticité moindre et subit l'explosion dans des conditions très dommageables pour les fibres.

[0015] Il convient de souligner qu'il est essentiel que les fibres lignocellulosiques ne subissent pas de contraintes mécaniques notables après explosion à la sortie de l'enceinte, car de telles contraintes rendraient inopérant le rôle de protection de la soude qui a été explicité plus haut, et conduiraient à une fragmentation des cellules de la matière lignocellulosique, ce que cherche précisément à éviter le procédé de l'invention ; ainsi, le procédé proposé par MAMERS et al. recherche des effets diamétralement opposés à ceux de l'invention (comme cela est indiqué au point 3 des conclusions de l'article du TAPPI JOURNAL : fragmentation des cellules et des fibres).

[0016] Le procédé de l'invention peut être mis en oeuvre à partir de plantes, parties de plantes ou mélanges de plantes du groupe suivant :

- plantes annuelles (coton, chanvre, lin...),
- pailles de céréales (blé, orge, seigle, avoine, triticale, riz...),
- plantes pérennes (bambou, roseau, sisal, feuillu, résineux ...),
- résidus agricoles (bagasse de canne à sucre, bagasse de sorgho sucrier...).

[0017] Le procédé est particulièrement intéressant pour les plantes annuelles, car il permet une excellente valorisation de produits considérés aujourd'hui comme de seconde catégorie, et ce, sans présenter les défauts des procédés chimiques.

[0018] De préférence, on réalise un hachage préalable de la matière lignocellulosique de façon à la réduire en fragments de longueur sensiblement comprise entre 0,5 et 15 centimètres. On augmente ainsi la surface spécifique de contact des matières premières avec la soude et la vapeur saturée.

[0019] Il semble que l'on obtienne une qualité de pâtes maximale et une amélioration optimale du rendement en ajustant les paramètres de la façon suivante :

- proportion pondérale de soude sensiblement comprise entre 5 % et 8 %,
- taux d'hydratation sensiblement compris entre 60 % et 85 %.

[0020] Selon un premier mode de mise en oeuvre, l'imprégnation est réalisée par immersion de durée comprise entre 10 et 30 minutes, dans une solution aqueuse de soude de concentration sensiblement comprise entre 5 et 15 g/l, avec un hydrovolume (poids de solution/poids sec de matière lignocellulosique) sensiblement compris entre 8 et 20. Ce mode de mise en oeuvre conduit à des équipements simples et peu onéreux.

[0021] Selon un autre mode de mise en oeuvre, l'imprégnation est réalisée par pulvérisation sur la matière première cellulosique d'une solution aqueuse de soude de concentration sensiblement comprise entre 10 et 25 g/l en quantité appropriée pour atteindre la proportion pondérale et le taux d'hydratation précités, la matière lignocellulosique subissant un malaxage au cours de ladite pulvérisation.

[0022] L'imprégnation peut être réalisée à température ambiante. Une légère augmentation de température favorise cette imprégnation et, en pratique, il est possible de choisir une température d'imprégnation comprise entre 40° C et 60° C.

5 [0023] Les conditions générales de mise en oeuvre du vapocraquage sont en elles-mêmes connues : celui-ci est avantagement effectué en assurant en enceinte fermée une montée en pression et en température de la matière lignocellulosique imprégnée, par introduction d'une vapeur saturée à une pression sensiblement comprise entre 12 et 22 bars ($12 \cdot 10^5$ et $22 \cdot 10^5$ pascals), et à une température sensiblement comprise entre 140 °C et 230 °C, puis après un temps de cuisson, en décompressant le milieu pour le ramener à la pression atmosphérique en moins de 4 secondes, ceci étant effectué, comme déjà indiqué, à travers une vanne à passage direct de nature à limiter les contraintes subies par les fibres lignocellulosiques à la sortie de l'enceinte.

[0024] Le temps de vapocraquage (montée en température et en pression, cuisson, détente) est de préférence ajusté entre sensiblement 4 et 8 minutes, ce qui permet un bon défibrage sans dégradation sensible des fibres.

10 [0025] Selon un mode de mise en oeuvre préféré, préalablement au vapocraquage, on réalise un préchauffage de la matière imprégnée pour l'amener à une température comprise entre 60° et 100° C, ledit préchauffage étant combiné à une opération d'homogénéisation mécanique. Le vapocraquage s'effectue ensuite dans des conditions optimales (meilleure productivité).

15 [0026] L'invention s'étend aux pâtes à papier fabriquées à partir de plantes annuelles par mise en oeuvre du procédé défini précédemment ; ces pâtes à papier peuvent être caractérisées par :

- une longueur de rupture sensiblement comprise entre 5 500 m et 9 000 m,
- un indice KAPPA sensiblement compris entre 60 et 65,
- un indice CMT (Concora Medium Test) sensiblement compris entre 1,5 et 2,5 N.m²/g,
- 20 - et une répartition pondérale suivante de la cellulose, des hémicelluloses et des lignines : cellulose entre 55 % et 80 %, hémicelluloses entre 12 % et 25 %, et lignines entre 8 % et 12 %.

[0027] La longueur de rupture est mesurée selon la norme NFQ 03002, l'indice KAPPA selon la norme NFT 12-018 et l'indice CMT selon la norme NFQ 03044.

25 [0028] De telles pâtes à papier n'ont jamais été obtenues jusqu'à présent : elles se caractérisent par de très bonnes propriétés mécaniques, associées à un taux de lignine très élevé. Dans les pâtes connues, de bonnes propriétés mécaniques sont toujours associées à un faible taux de lignine (indice KAPPA de l'ordre de 30), ce qui traduit un faible rendement lors de l'obtention des pâtes (perte de lignine).

30 [0029] Le procédé de l'invention est illustré par les exemples qui suivent, pour lesquels le vapocraquage a été mis en oeuvre dans une installation de type de celle représentée en coupe schématique aux figures 1 et 2 des dessins ; sur ces dessins :

- la figure 1 est une vue schématique de l'installation,
- la figure 2 est une coupe de la sortie du réacteur pourvu de la vanne de sortie à passage direct.

35 [0030] Le protocole mis en oeuvre dans les exemples est le suivant :

La matière première lignocellulosique est d'abord débarrassée des éléments étrangers indésirables (poussière, sable, terre, feuilles...) par des procédés traditionnels. Elle est ensuite hachée en brins de 0,5 à 15 cm au moyen d'une ensileuse 12 couteaux.

40 [0031] L'étape d'imprégnation est effectuée par immersion totale de la matière première dans une solution aqueuse de soude à une température de 40° C. Le taux de soude fixé et le taux d'hydratation sont ajustés par réglage des paramètres suivants : concentration de la solution en soude, durée du trempage, mode d'agitation et d'égouttage (l'égouttage étant réalisé par des presses à vis).

45 [0032] La matière première imprégnée est ensuite introduite dans un mélangeur/préchauffeur tel que symbolisé en 1 à la figure des dessins. Dans ce dispositif, la matière est chauffée à une température d'environ 90° C par admission de vapeur à 3 bars ; la durée de séjour de la matière est de 10 minutes.

[0033] La matière imprégnée, homogénéisée et préchauffée est ensuite introduite dans un réacteur de vapocraquage 2.

50 [0034] La première phase du vapocraquage consiste en une mise en pression de vapeur saturée du réacteur et une montée en température des matières. Cette phase est de courte durée (de l'ordre de 1 à 2 minutes) grâce à l'utilisation d'une chaudière à fort débit de vapeur.

[0035] Lorsque la pression désirée est atteinte, la phase suivante du vapocraquage est réalisée ; elle consiste en une cuisson isotherme et isobare des matières. Le maintien en pression et en température est réalisé grâce à une boucle de régulation 3 qui alimente le réacteur en vapeur au fur et à mesure que la vapeur du réacteur se condense.

55 [0036] La dernière phase est la phase de détente brusque et est opérée en ouvrant brusquement une vanne de purge 4 à passage direct située au pied du réacteur. En l'exemple, cette vanne est une vanne à guillotine qui, lorsqu'elle est ouverte, dégage entièrement la sortie du réacteur et assure une continuité de passage de la matière, sans aucun obstacle. Sous l'effet de la brusque détente, l'eau sous pression condensée dans le végétal se transforme en vapeur

EP 0 874 935 B1

et libère l'énergie nécessaire au défibrage de la matière végétale. La matière est expulsée à travers la vanne à passage direct sans contraintes de cisaillement notables.

[0037] Après l'opération de vapocraquage, un cyclone 5 permet de séparer et de récupérer la phase aqueuse et solide (sortie 6) de la phase gazeuse générée lors de l'explosion (sortie 7).

5 **[0038]** 5 exemples ont été mis en oeuvre avec des pailles de céréales, respectivement blé (exemple 1), triticales (exemple 2), seigle (exemple 3), avoine (exemple 4), orge de printemps (exemple 5).

[0039] Les caractéristiques mécaniques papetières obtenues ont été mesurées après mise en forme des pâtes selon les normes suivantes :

- 10
- Grammage : NF Q 03 019
 - Epaisseur : NF Q 03016
 - Résistance à la traction et allongement : NF Q 03 002
 - Résistance au déchirement : NF Q 03 011
 - Résistance à l'éclatement : NF Q 03 053
- 15
- Résistance à la compression à plat ou CMT : NF Q 03 044
 - Ring Crush Test ou RCT : TAPPI T822 om 87

[0040] Les tableaux ci-après résument les conditions opératoires et les résultats obtenus.

20

25

30

35

40

45

50

55

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

	EXEMPLE 1	EXEMPLE 2	EXEMPLE 3	EXEMPLE 4	EXEMPLE 5
Poids de matière sèche traitée (kg)	393,9	44,8	46,7	45,9	36
IMPREGNATION					
Volume de solution (l)	3 218	1 000	1 000	1 000	1 000
Concentration en soude de la solution avant trempage (g/l)	9,7	10,4	5,6	9,2	10,2
Durée du trempage (min.)	30	40	30	30	30
Volume de solution restante après trempage et égouttage (l)	1 919	870	880	850	850
Concentration en soude de la solution après trempage et égouttage (g/l)	3,1	9,5	4,4	8,8	9,1
Taux de soude fixe (%) pondéral	6	4,6	3,6	3,8	6,7
Taux d'hydratation (%) pondéral	76,7	74,4	72,0	76,6	80,6
HOMOGENEISATION PRECHAUFFAGE					
Taux de matière sèche du végétal après homogénéisation (%) pondéral	20,5	22,2	23,4	19,5	16,4
VAPORISATION					
Pression de cuisson (Bar)	19	19	16	17,5	17,5
Température de cuisson (°C)	212	212	204	208	208
Durée de montée en pression (sec)	100	106	93	59	51
Durée de cuisson (sec)	330	270	300	330	360

RENDEMENTS ET CARACTERISTIQUES	EXEMPLE 1	EXEMPLE 2	EXEMPLE 3	EXEMPLE 4	EXEMPLE 5
Rendement global de récupération de pâte en matière sèche après lavage, raffinage, classage, épuration (%) pondéral	92,7	83,8	81,7	92,7	94,2
Rendement global de récupération de pâte en matière sèche (%) pondéral	65,00	66,5	70,27	70,15	62,5
Refus de classage (%)	0,3	0,5	1,2	4,9	2,1
Indice d'égouttage après classage (°SR)	-	-	-	39	41
Indice d'égouttage après raffinage (°SR)	32,5	45	45	38	53
Grammage (g/m ²)	111,6	104,4	106,5	111,7	114,8
Epaisseur (1/1000 mm)	151	158	177	149	142
Volume massique (cm ³ /g)	1,35	1,51	1,67	1,34	1,24
Longueur de rupture (m)	8 083	6 690	5 530	7 500	7 740
Allongement (%)	-	2,99	3,00	3,34	2,99
Indice d'éclatement (kPa m ² /g)	4,78	3,9	3,2	4,59	4,61
Indice de déchirure (mNm ² /g)	4,38	5,3	5,6	6,35	3,83
RCT (N) « Ring Crush Test »	-	148	161	182	172
Indice CMT (Nm ² /g)	2,00	1,68	1,51	1,55	1,61
Rigidité KODAK (mN.m)	0,82				
SCT (nN/m)	4,10				

EP 0 874 935 B1

[0041] L'analyse des constituants de la pâte obtenue à l'exemple 1 a donné les résultats suivants (répartition pondérale) :

- cellulose : 58,4 %
- hémicelluloses : 17,3 %
- lignines : 10,5 %

[0042] L'indice KAPPA des exemples a varié entre 62 et 65, l'indice moyen étant 64.

Revendications

1. Procédé de fabrication de pâte à papier, comprenant les étapes suivantes :

- on imprègne une matière première lignocellulosique à base de plantes annuelles, ou pérennes ou de résidus de ces plantes au moyen d'une solution aqueuse de soude de façon que la proportion pondérale de soude contenue dans ladite matière lignocellulosique soit sensiblement comprise entre 3,5 % et 10 % rapportée à la matière sèche et que le taux pondéral d'hydratation de ladite matière cellulosique après imprégnation soit au moins égal à sensiblement 40 %,
- on soumet ensuite la matière lignocellulosique ainsi imprégnée à un vapocraquage, en assurant en enceinte fermée une montée en pression et en température de la matière lignocellulosique imprégnée par introduction d'une vapeur saturée, en réalisant une cuisson desdites matières dans l'enceinte à la température et à la pression ainsi atteintes, puis en soumettant les matières à une détente brusque par ouverture d'une vanne à passage direct, associée à ladite enceinte et pourvue d'un passage libre adapté pour permettre la sortie des matières en l'absence de cisaillements mécaniques notables,
- et on sépare la fraction solide constituant la pâte à papier, de la phase aqueuse et des produits hydrosolubles.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel on réalise un hachage préalable de la matière lignocellulosique de façon à la réduire en fragments de longueur sensiblement comprise entre 0,5 et 15 centimètres.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, dans lequel l'imprégnation est réalisée de façon que la proportion pondérale de soude dans la matière lignocellulosique soit sensiblement comprise entre 5 % et 8 % et son taux d'hydratation sensiblement compris entre 60 % et 85 %.

4. Procédé selon l'une des revendications 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que l'imprégnation est réalisée par immersion de durée comprise entre 10 et 30 minutes, en utilisant une solution aqueuse de soude de concentration sensiblement comprise entre 5 et 15 g/l, avec un hydrovolume, défini par le rapport du poids de solution au poids sec de matière lignocellulosique, sensiblement compris entre 8 et 20.

5. Procédé selon l'une des revendications 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que l'imprégnation est réalisée par pulvérisation sur la matière première cellulosique d'une solution aqueuse de soude de concentration sensiblement comprise entre 10 et 25 g/l en quantité appropriée pour atteindre la proportion pondérale et le taux d'hydratation précités, la matière lignocellulosique subissant un malaxage au cours de ladite pulvérisation.

6. Procédé selon l'une des revendications 1, 2, 3, 4, 5, caractérisé en ce qu'on effectue l'imprégnation au moyen d'une solution aqueuse de soude à une température comprise entre 40° C et 60° C.

7. Procédé selon l'une des revendications 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, dans lequel le vapocraquage est effectué en assurant en enceinte fermée une montée en pression et en température de la matière lignocellulosique imprégnée par introduction d'une vapeur saturée à une pression sensiblement comprise entre 12 et 22 bars (12.10⁵ et 22.10⁵ pascals), et à une température sensiblement comprise entre 140 °C et 230 °C, puis après le temps de cuisson, en décompressant le milieu pour le ramener sensiblement à la pression atmosphérique en moins de 4 secondes à travers la vanne à passage direct.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le vapocraquage de la matière lignocellulosique imprégnée, comprenant la montée en température et en pression, la cuisson et la détente, est réalisé en un temps sensiblement compris entre 4 et 8 minutes.

9. Procédé selon l'une des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que, préalablement au vapocraquage, on réalise un préchauffage de la matière imprégnée pour l'amener à une température comprise entre 60° et 100° C, ledit préchauffage étant combiné à une opération d'homogénéisation mécanique.
- 5 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, dans lequel on utilise comme matière première lignocellulosique des plantes, partie de plantes ou mélanges de plantes du groupe suivant : plantes annuelles, pailles de céréales, plantes pérennes, résidus agricole.
- 10 11. Pâte à papier fabriquée à partir de plantes annuelles par mise en oeuvre du procédé conforme à l'une des revendications 1 à 10 présentant une longueur de rupture sensiblement comprise entre 5 500 m et 9 000 m, caractérisée par :
- (1) un indice KAPPA sensiblement compris entre 60 et 65,
(2) un indice CMT (Concora Medium Test) sensiblement compris entre 1,5 et 2,5 N.m²/g,
15 (3) la répartition pondérale suivante : cellulose entre 55 % et 80 %, hémicelluloses entre 12 % et 25 %, et lignines entre 8 % et 12 %.

Patentansprüche

- 20 1. Verfahren zur Herstellung von Papierzellstoff, umfassend die folgenden Schritte:
- Imprägnieren einer Lignozellulose-Primärmasse auf der Basis von ein- oder mehrjährigen Pflanzen oder von Rückständen solcher Pflanzen mit einer wäßrigen Sodalösung, so daß der Gewichtsanteil des Soda in der
25 genannten Lignozellulosemasse im wesentlichen 3,5 bis 10% bezogen auf die Trockenmasse beträgt und das Hydratationsgewichtsverhältnis der genannten Zellulosemasse nach der Imprägnation im wesentlichen wenigstens 40% entspricht,
 - Unterziehen der auf diese Weise imprägnierten Lignozellulosemasse einem Dampfcrackingvorgang, wobei in einem geschlossenen Raum ein Aufbau von Druck und Temperatur der imprägnierten Lignozellulosemasse
30 durch Einführen eines gesättigten Dampfes erzielt wird, wobei die genannten Massen in dem Raum auf dem/der so erreichten Druck und Temperatur kochen gelassen und dann rasch entspannt werden, indem ein Schieberventil geöffnet wird, das mit dem genannten Raum in Verbindung steht und eine freie Passage gewährt, so daß die Masse ohne nennenswerte mechanische Schubkräfte entweichen kann,
 - und Trennen der den Papierzellstoff bildenden Feststofffraktion von der wäßrigen Phase und von wasserlöslichen Produkten.
- 35 2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem die Lignozellulosemasse vorher zerschnitten wird, um sie in Längenfragmente von im wesentlichen 0,5 bis 15 cm zu zerkleinern.
- 40 3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, bei dem die Imprägnation so erfolgt, daß der Gewichtsanteil des Soda in der Lignozellulosemasse im wesentlichen 5 bis 8% beträgt und sein Hydratationsverhältnis im wesentlichen zwischen 60 und 85% liegt.
- 45 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Imprägnation durch Eintauchen für eine Zeitdauer von 10 bis 30 Minuten in eine wäßrige Sodalösung mit einer Konzentration von im wesentlichen 5 bis 15 g/l mit einem Hydrovolumen erfolgt, das durch das Verhältnis zwischen dem Gewicht der Lösung und dem Trockengewicht der Lignozellulosemasse definiert wird und im wesentlichen zwischen 8 und 20 liegt.
- 50 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Imprägnation durch Pulverisierung auf der Zelluloseprimärmasse einer wäßrigen Sodalösung mit einer Konzentration im wesentlichen zwischen 10 und 25 g/l in einer Menge erfolgt, die geeignet ist, um den obengenannten Gewichtsanteil und das obengenannte Hydratationsverhältnis zu erzielen, wobei die Lignozellulosemasse während der genannten Pulverisierung geknetet wird.
- 55 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 2, 3, 4, 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Imprägnation mit einer wäßrigen Sodalösung mit einer Temperatur zwischen 40 und 60°C erfolgt.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1, 2, 3, 4, 5 oder 6, bei dem das Dampfcracken in einem geschlossenen

Raum bei einem Aufbau von Druck und Temperatur der imprägnierten Lignozellulosemasse durch Einleiten eines gesättigten Dampfes mit einem Druck im wesentlichen zwischen 12 und 22 Bar (12×10^5 bis 22×10^5 Pascal) und mit einer Temperatur im wesentlichen zwischen 140 und 230°C erfolgt, dann nach dem Kochenlassen das Medium entspannt wird, um es innerhalb von weniger als 4 Sekunden durch das Schieberventil im wesentlichen auf atmosphärischen Druck zurückzubringen.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Dampfcracken der imprägnierten Lignozellulosemasse, das den Aufbau von Temperatur und Druck, das Kochenlassen und Entspannen beinhaltet, innerhalb eines Zeitraums von im wesentlichen 4 bis 8 Minuten durchgeführt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 oder 8, dadurch gekennzeichnet, daß die imprägnierte Masse vor dem Dampfcracken vorerhitzt wird, um sie auf eine Temperatur zwischen 60 und 100°C zu bringen, wobei das genannte Vorerhitzen mit einem mechanischen Homogenisierungsvorgang kombiniert wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, bei dem als Lignozelluloseprimärmasse Pflanzen, Pflanzenteile oder Pflanzenmischungen der folgenden Gruppe verwendet werden: einjährige Pflanzen, Getreidestroh, mehrjährige Pflanzen, landwirtschaftliche Rückstände.
11. Papierzellstoff, hergestellt auf der Basis von einjährigen Pflanzen durch Anwenden eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 10 unter Vorlage einer Reißlänge im wesentlichen zwischen 5500 m und 9000 m, gekennzeichnet durch:

(1) einen KAPPA-Index im wesentlichen zwischen 60 und 65,

(2) einen CMT- (Concora Medium Test) Index im wesentlichen zwischen 1, 5 und 2,5 N.m²/g,

(3) die folgende Gewichtsverteilung: Zellulose - 55 bis 80%, Hemizellulose - 12 bis 25%, und Lignine - 8 bis 12%.

Claims

1. Process for manufacturing paper pulp, comprising the following stages:

- a lignocellulosic raw material based on annual or perennial plants or residues from these plants is impregnated with an aqueous sodium hydroxide solution so that the proportion of sodium hydroxide by weight contained in the said lignocellulosic material is substantially comprised between 3.5 % and 10 % based on the dry matter and so that the degree of hydration by weight of the said cellulosic material after impregnation is substantially at least equal to 40 %,
- the lignocellulosic material thus impregnated is then subjected to steam cracking, by providing a rise in pressure and temperature of the impregnated cellulosic material in a closed chamber by introducing saturated steam, by cooking the said materials in the chamber at the temperature and pressure thus reached, and then by subjecting the materials to a sudden reduction in pressure by opening a sliding valve associated with the said chamber and provided with a free passage adapted so as to enable the materials to leave without appreciable mechanical shear,
- and the solid fraction constituting the paper pulp is separated from the aqueous phase and the water soluble products.

2. Process according to claim 1, wherein the lignocellulosic material is first chopped so as to reduce it into pieces with a length substantially comprised between 0.5 and 15 centimetres.

3. Process according to either of claims 1 or 2, wherein impregnation is carried out so that the proportion by weight of sodium hydroxide in the lignocellulosic material is substantially comprised between 5 % and 8 % and the degree of hydration of the said material is substantially comprised between 60 % and 85 %.

4. Process according to one of claims 1, 2 or 3 characterized in that impregnation is carried out by immersion for a

period comprised between 10 and 30 minutes, while using an aqueous sodium hydroxide solution with a concentration substantially comprised between 5 and 15 g/l, with a hydrovolume, defined by the ratio of the weight of solution to the dry weight of lignocellulosic material, substantially comprised between 8 and 20.

- 5 **5.** Process according to one of claims 1, 2 or 3 characterized in that impregnation is carried out by spraying the cellulosic raw material with an aqueous sodium hydroxide solution having a concentration substantially comprised between 10 and 25 g/l in a suitable quantity to achieve the aforementioned weight proportion and degree of hydration, the lignocellulosic material being mixed during the said spraying.
- 10 **6.** Process according to one of claims 1, 2, 3, 4, 5, characterized in that impregnation is carried out by means of an aqueous sodium hydroxide solution at a temperature comprised between 40°C and 60°C.
- 7.** Process according to one of claims 1, 2, 3, 4, 5 or 6, wherein steam cracking is carried out by providing a rise in pressure and temperature of the impregnated cellulosic material in a closed chamber by introducing saturated steam at a pressure substantially comprised between 12 and 22 bar (12×10^5 and 22×10^5 pascals) and at a temperature substantially comprised between 140°C and 230°C, and then following the period of cooking, reducing the pressure of the medium so as to return it substantially to atmospheric pressure in less than 4 seconds through the sliding valve.
- 15 **8.** Process according to claim 7, characterized in that steam cracking of the impregnated lignocellulosic material, comprising the rise in temperature and pressure, cooking and pressure reduction, is carried out in a time substantially comprised between 4 and 8 minutes.
- 9.** Process according to either of claims 7 or 8, characterized in that, prior to steam cracking, the impregnated material is preheated so as to bring it to a temperature comprised between 60°C and 100°C, the said preheating being combined with an operation of mechanical homogenization.
- 20 **10.** Process according to one of claims 1 to 9, wherein plants, parts of plants or mixtures of plants from the following group: annual plants, cereal straw, perennial plants and agricultural residues, are used as the lignocellulosic raw material.
- 25 **11.** Paper pulp manufactured from annual plants by putting into practice the process according to one of claims 1 to 10, having a breaking length substantially comprised between 5500 m and 9000 m, characterized by:
- 30 (1) A KAPPA index substantially comprised between 60 and 65,
- (2) a CMT (Concora Medium Test) index substantially comprised between 1.5 and 2.5 N.m²/g,
- (3) the following distribution by weight: cellulose between 55 % and 80 %, hemicelluloses between 12 % and 25 % and lignins between 8 % and 12 %.
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

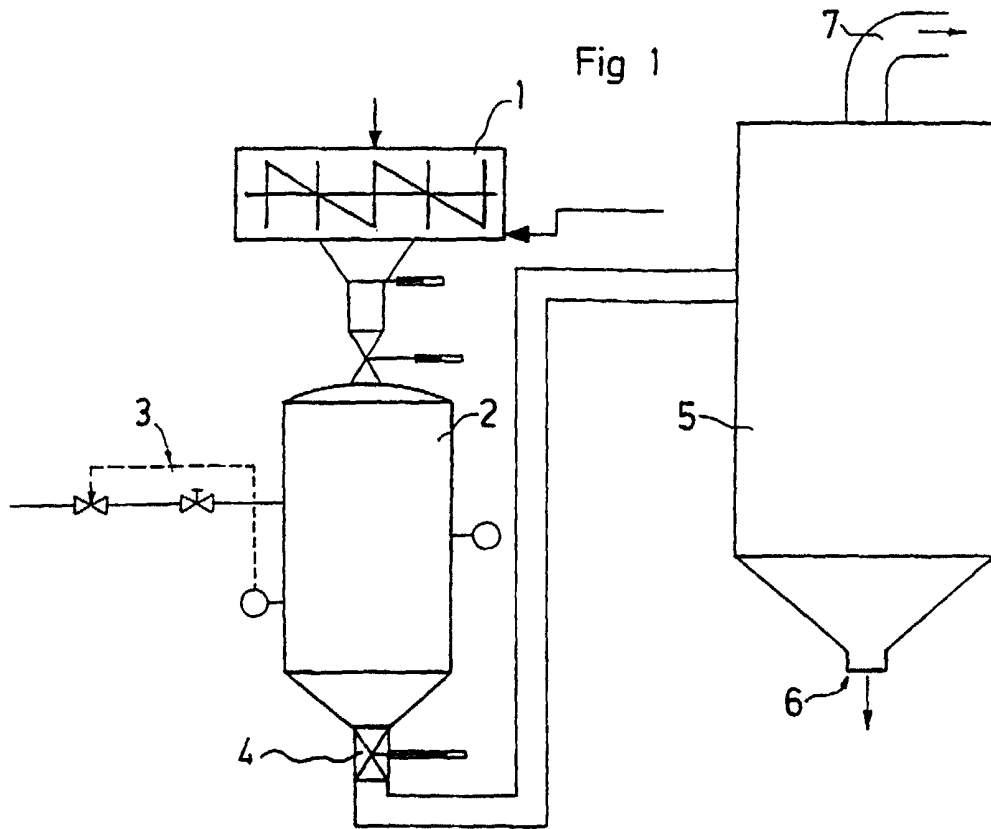


Fig 2

