

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

⑪ N° de publication :

(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 474 550**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

**N° 81 01263**

⑤4

Procédé de blanchiment de pâte cellulosique.

⑤1

Classification internationale (Int. Cl. <sup>3</sup>). D 21 C 9/16.

⑫2

Date de dépôt ..... 23 janvier 1981.

③3 ③2 ③1

Priorité revendiquée : *EUA*, 24 janvier 1980, n° 06/115 065.

④1

Date de la mise à la disposition du  
public de la demande ..... B.O.P.I. — « Listes » n° 31 du 31-7-1981.

⑦1

Déposant : Société dite : SCOTT PAPER COMPANY, résidant aux *EUA*.

⑦2

Invention de : Rudra P. Singh.

⑦3

Titulaire : *Idem* ⑦1

⑦4

Mandataire : Rinuy, Santarelli,  
14, av. de la Grande-Armée, 75017 Paris.

La présente invention est relative au blanchiment à l'ozone et peroxygénique de pâte ou pulpe cellulosique.

Les procédés de blanchiment à l'ozone antérieurs ont été réalisés soit à une faible consistance de pâte soit à une haute consistance. La consistance de pâte se réfère à la teneur en eau de la pâte. Une pâte à haute consistance est une pâte duveteuse, de type solide, d'une consistance de 20% à 45%, tandis que la faible consistance se réfère généralement à un mélange pompable d'environ 1% à 5% en poids de pâte sur une base séchée à l'air.

Les procédés de blanchiment à l'ozone à faible consistance utilisent de grands volumes d'eau en contact avec la pâte (la pâte constituant environ 1% à 5% en poids du total) et l'ozone est diffusé ou dissous dans l'eau, de sorte que le blanchiment à l'ozone de la pâte se produit dans la phase aqueuse.

Le blanchiment à l'ozone du type à haute consistance est un traitement de blanchiment à l'ozone gazeux dans lequel la pâte ou pulpe duveteuse, une matière fibreuse apparemment solide, est mise en contact avec de l'ozone gazeux dans un récipient approprié, tel que le récipient décrit dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 4.158.597, à un pH acide pendant une période de temps suffisante pour blanchir la pâte. Un procédé de blanchiment à l'ozone est décrit dans le brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3.451.888 intitulé "Bleaching Pulp Having High Consistency With Ozone Having Moisture Content Near 100%", ainsi que dans le brevet canadien n° 966.604 intitulé "Kraft Pulp Bleaching and Recovery Process". Comme décrit dans ce brevet canadien, la pâte à haute consistance provenant du traitement de

blanchiment à l'ozone gazeux peut être lavée, si on le désire, et ensuite être traité avec un alcali dans un traitement d'extraction alcalin ou bien avec une solution alcaline de peroxyde d'hydrogène (voir page 3, ligne 22 à page 4, ligne 11) après le blanchiment à l'ozone. Un lavage de la pâte a été suggéré avant le traitement à l'alcali mais ce lavage déplace l'eau associée à la pâte au cours du blanchiment à l'ozone gazeux tandis que le traitement avec un alcali à un pH au-dessus de 7 détruit les valeurs peroxygéniques découvertes par la demanderesse dans une eau de ce type.

Le recyclage de l'effluent provenant de différents traitements de blanchiment pour réduire les exigences en matière d'eau fraîche des opérations de blanchiment est bien connu, comme on peut le voir dans ce brevet canadien (page 4, lignes 17 à 30). Toutefois, l'effluent n'est pas obtenu à partir du traitement de blanchiment à l'ozone gazeux parce que la pâte est à une consistance très élevée (20% à 45%) et prend l'aspect d'une matière duveteuse solide. Après le blanchiment à l'ozone, on ajoute de l'eau en quantités importantes à la pâte duveteuse blanchie à l'ozone pour réduire la consistance jusqu'à environ 1% à 5%, de manière à obtenir un mélange d'eau/pâte pompable, un alcali étant ajouté immédiatement pour la préparation du traitement alcalin qui suit immédiatement le traitement de blanchiment à l'ozone gazeux. Cette addition d'alcali au mélange eau/pâte pompable détruit les valeurs peroxygéniques contenues dans celle-ci, découvertes par la demanderesse.

En se basant sur la découverte de valeurs peroxygéniques dans l'eau acide associée à la pâte duveteuse sortant de la réaction de blanchiment à l'ozone gazeux à un pH inférieur à 7 et sur la découverte que

les valeurs peroxygéniques sont détruites à un pH alcalin, on a mis au point un procédé qui utilise ces valeurs peroxygéniques pour réaliser un certain blanchiment peroxygénique de la pâte sans la nécessité d'ajouter des agents chimiques de blanchiment peroxygéniques. La séquence du procédé amélioré comprend une étape de blanchiment à l'ozone gazeux, un traitement de rétention acide à faible consistance à un traitement alcalin de la pâte provenant du traitement de rétention acide à faible consistance.

D'autres détails et particularités de l'invention ressortiront de la description ci-après, donnée à titre d'exemple non limitatif et en se référant aux dessins annexés, dans lesquels:

La figure 1 représente le traitement de rétention acide à faible consistance intercalé entre un traitement de blanchiment à l'ozone gazeux et un traitement d'extraction alcalin. S'y trouve également représenté le recyclage de l'effluent après le traitement de rétention acide à faible consistance.

La figure 2 représente un procédé de blanchiment discontinu avec recyclage de l'effluent.

Le traitement de blanchiment à l'ozone gazeux est ordinairement et de préférence réalisé à une consistance élevée (20% à 45% en poids de pâte et le restant en eau) et à un pH acide (inférieur à 7) et blanchi avec un mélange gazeux contenant de l'oxygène et environ 2% à environ 4% d'ozone. Le brevet canadien n°966.604 décrit un procédé de blanchiment à l'ozone de ce type. Le temps de séjour pour la pâte duveteuse dans le réacteur à l'ozone est de préférence d'environ 30 secondes à une température d'environ 25°C à 30°C. Le gaz sortant du réacteur à l'ozone est essentiellement dépourvu d'ozone (par exemple moins de 1% d'ozone). Précédemment,

cette pâte duveteuse blanchie à l'ozone était lavée et traitée avec un alcali, comme décrit dans l'exemple 1 du brevet canadien n° 966.604. La séquence de blanchiment de la présente invention s'écarte des séquences

5 de blanchiment antérieures en interposant un traitement de rétention acide à faible consistance avant le lavage ou le traitement de la pâte duveteuse blanchie à l'ozone avec un alcali.

Le procédé de blanchiment de la présente invention peut être mieux compris en se référant à la figure 1 des dessins annexés. Sur la figure 1, une pâte duveteuse 10 à une consistance de 20% à 45% et à un pH acide est ajoutée à un réacteur à l'ozone en même temps qu'un mélange gazeux 12 contenant de l'ozone, ordinairement environ 2% à 4% d'ozone, le restant étant

15 constitué par de l'oxygène ou de l'air. L'ozone dans le mélange gazeux est pratiquement épuisé dans le réacteur à l'ozone au cours de la réaction de blanchiment avec la pâte et le gaz 16 sort du réacteur à l'ozone

20 généralement exempt d'ozone. La pâte blanchie à l'ozone 20, encore à une consistance élevée (20% à 40%), est déchargée du réacteur 14 par l'intermédiaire d'un dispositif de déchargement 18 comportant un piège à gaz, tel qu'un bouchon de pâte ou de pâte et d'eau au-dessus

25 du dispositif de déchargement, de manière à empêcher le dégagement de gaz d'ozone même temps que la pâte. Après le blanchiment à l'ozone, la consistance de la pâte 20 est réduite par l'addition d'eau ordinairement jusqu'à une consistance de

30 12% au moins, de préférence jusqu'à l'obtention d'une consistance se situant entre 1% et 10%. Une consistance pompable d'environ 1% à 3% s'avère tout à fait appropriée pour la pâte. Cette pâte de plus faible consistance 24 est transférée tout en étant encore à un pH

acide à une zone de maintien ou de séjour 26. Le pH de la pâte blanchie à l'ozone 20 et 24 est acide à cause des conditions régnant à l'intérieur du réacteur à l'ozone et, par conséquent, le pH de la pâte dans la zone de séjour 26 est également acide. Il est important que le pH de cette pâte blanchie à l'ozone ne s'élève pas jusque 7 ou plus jusqu' à ce que soit dépassé le temps de rétention dans la zone de séjour 26. Le temps de rétention de la pâte dans la zone de séjour 26 est de l'ordre de 10 minutes à environ 60 minutes, une période de 12 minutes s'avérant particulièrement préférable. Par conséquent, cette partie du procédé dans lequel la pâte est maintenue à un pH acide et est en contact avec l'eau associée à la pâte duveteuse blanchie à l'ozone lorsqu'elle était dans le réacteur à l'ozone et avec une certaine quantité d'eau complémentaire pour abaisser la consistance de la pâte, est appelée ici le traitement de rétention acide à faible consistance. La pâte à faible consistance 27 sortant de la zone de séjour 26 a été soumise au traitement de rétention acide à faible consistance et a été blanchie à un degré plus élevé que la pâte 24 à cause du blanchiment par des valeurs peroxygéniques (comportant des groupes peroxy ) disponibles dans l'eau associée à la pâte duveteuse 20 provenant du réacteur à l'ozone. La pâte blanchie par l'ozone et les valeurs peroxygéniques (comportant des groupes peroxy) de faible consistance 27 est de préférence déshydratée en 28 de manière à obtenir une pâte 29 avant d'être soumise à un traitement à pH alcalin ordinaire, tel qu'un traitement d'extraction alcalin, un traitement de blanchiment peroxygénique ou par peroxyde alcalin, ou bien un traitement de blanchiment au moyen d'un hypochlorite alcalin. La figure 1 montre la pâte 29 entrant dans une phase d'ex-

traction alcaline dans laquelle on ajoute de la soude caustique pour élever le pH de la pâte au-dessus de 7 (de préférence de 10 à 11). La pâte déshydratée 29 se trouve de préférence à une consistance d'environ 5 10% à 20%, et d'une manière plus préférée à une consistance d'environ 12%, bien que l'étape de déshydratation puisse être supprimée. L'eau 25, obtenue à partir de l'étape de déshydratation de la pâte 27, se trouve à un pH acide mais est de préférence recyclée pour amener 10 l'eau nécessaire à abaisser la consistance de la pâte rendue duveteuse, blanchie à l'ozone 20 provenant du réacteur à ozone, parce que l'abaissement de la consistance doit être réalisé sans élever le pH de la pâte duveteuse blanchie à l'ozone jusqu'à 7 ou au-dessus de 15 cette valeur.

Le temps de rétention pour la pâte dans la zone de séjour 26 est de préférence rendu optimal. Si les temps de rétention dans la zone de séjour 26 est réduit jusqu'à zéro, alors le blanchiment peroxygénique ne se 20 produira pas et les valeurs peroxygéniques se formeraient dans le courant de recyclage 25 jusqu'à un niveau significatif d'environ 0,17 g par litre de peroxydes rapportés sous la forme de peroxyde d'hydrogène. En augmentant le temps de rétention de la pâte dans la zone 25 de maintien 26, une plus grande quantité des valeurs peroxygéniques dans l'eau associée à la pâte 20 sera consommée pour le blanchiment de la pâte dans la zone de maintien, ce qui réduit les valeurs de peroxyde dans le courant de recyclage 25. Le contrôle des valeurs 30 de peroxyde dans le recyclage 25 donne l'information nécessaire pour rendre maximal le blanchiment de la pâte dans la zone de séjour 26. La nature exacte des valeurs peroxygéniques ou de peroxyde n'est pas comprise à l'exception qu'elles empêchent un effet de blanchiment

sur la pâte cellulosique en fonction du temps à un pH acide et qu'elles donnent un résultat positif lorsqu'on l'essaye pour les valeurs peroxygéniques par titrage suivant l'essai TAPPI pour le peroxyde d'hydrogène.

5 Les exemples suivants illustrent plus en détail des formes de réalisation spécifiques du procédé.

Le meilleur mode envisagé entrant dans le cadre de la présente invention se fait de façon continue avec recyclage de l'effluent, comme indiqué sur la figure 1 et décrit dans l'exemple 3, conformément aux conditions de traitement discutées ci-dessus et exemplifiées ci-après. Dans tous les exemples, les niveaux de brillance rapportés sont des unités de brillance Elrepho, la consistance se réfère au pourcentage en poids de  
10 pâte (sur une base séchée à l'air) dans le mélange pâte/eau et toutes les proportions sont en poids, sauf indications contraires.

#### Exemple 1

Un échantillon de 200 g de pâte kraft de bois  
20 dur du Sud (base séchée au four) est traité avec de l'eau et de l'acide sulfurique pour donner une pâte d'une consistance de 35% à un pH de 1,9. Cette pâte d'une consistance de 35%, acidifiée est mise en contact avec de l'oxygène contenant 3% d'ozone et à une température de 25°C pendant environ 1 minute, période au cours  
25 de laquelle la pâte est agitée de façon continue pour assurer un bon contact entre le courant de pâte et le courant d'ozone gazeux de même sens. La quantité d'ozone consommée par la pâte au cours du procédé de blanchiment est de l'ordre de 1% d'ozone par rapport au poids  
30 séché au four de la pâte.

La pâte blanchie à l'ozone a une brillance de 69,1 après avoir été déchargée du réacteur à ozone. La pâte blanchie à l'ozone est ensuite diluée avec de



l'eau de manière à l'amener d'une consistance de 35% à une consistance de 4%. Après un mélange, on analyse un échantillon de l'eau dans le mélange de pâte d'une consistance de 4% pour déterminer les valeurs peroxygéniques ou de peroxyde suivant l'essai de titrage TAPPI pour le peroxyde d'hydrogène, et l'eau contient 0,034g par litre de valeurs peroxygéniques ou de peroxyde rapportées sous la forme de peroxyde d'hydrogène. Le pH de la pâte de 4% de consistance est de 2,7. La pâte de 4% de consistance est conservée à la température ambiante sans l'addition d'alcali pendant 60 minutes et à des intervalles de 10 minutes, la pâte est testée pour sa brillance et l'eau est testée pour les valeurs peroxygéniques ou de peroxyde. Les résultats des essais sont donnés dans le Tableau I.

#### Exemple 2

On répète le procédé de l'Exemple 1 avec l'étape supplémentaire qui consiste à soumettre chaque échantillon de pâte prélevé à des intervalles de 10 minutes à un traitement d'extraction au moyen d'un alcali, en utilisant une solution à 2% d'hydroxyde de sodium, et à une consistance de 12% pour l'étape d'extraction alcaline. La brillance de la pâte extraite par l'alcali et les valeurs peroxygéniques ou de peroxyde dans l'eau associée à l'échantillon de pâte avant le traitement avec l'alcali, sont données dans le Tableau II.

#### Exemple 3

La figure 2 représente le schéma d'écoulement du procédé de cet exemple. On utilise une séquence de traitements discontinus afin de s'approcher en laboratoire, d'un procédé de blanchiment continu utilisant un blanchiment avec de l'ozone gazeux, un traitement de rétention acide à faible consistance, un lavage de

la pâte, une extraction alcaline, un lavage de la pâte, un blanchiment au moyen d'un peroxyde alcalin et un lavage final de la pâte. Le recyclage à contre-courant de l'effluent provenant de chacune des étapes de lavage de la pâte est réalisé comme indiqué sur la figure 2. Initialement, un premier échantillon de pâte de 500 g, constitué par une pâte de bois dur du Sud du type kraft, séché au four, est dilué avec de l'eau dans un réservoir 10 jusqu'à une consistance de 4% pour obtenir une pâte 12. La pâte 12 est ensuite lavée en ajoutant 4.500 g d'eau et en comprimant en 14 pour extraire 13.000 g d'extrait liquide 18 et de pâte 16 ayant une consistance de 12,5%. La pâte 16 est ensuite acidifiée et sa consistance s'élève jusqu'à 35% pour la préparation du blanchiment à l'ozone. Celui-ci est réalisé en ajoutant 8.500 g d'eau, d'acide sulfurique et de pâte 16 au réservoir 20, en mélangeant et en extrayant ensuite 11.100 g d'extrait 28 dans la presse 24 de manière à obtenir la pâte d'une consistance de 35%, acidifiée 26 à un pH de 1,9. La pâte 26 est ensuite blanchie dans un dispositif d'ozonisation 30 à une température de 25°C et avec un gaz d'oxygène contenant 2,9% d'ozone pendant un temps de réaction suffisant pour consommer essentiellement la totalité de l'ozone dans le mélange gazeux. La pâte et le gaz contenant l'ozone circulent à contre-courant à travers le dispositif d'ozonisation 30. La quantité d'ozone consommée équivaut à 1% par rapport au poids sec de la pâte. On enlève un échantillon de 100 g de la pâte blanchie à l'ozone et les 400 g restants de pâte blanchie à l'ozone 32 sont dilués avec 8.900 g d'eau dans un réservoir 34 (consistance de 4%). La pâte 36 est lavée avec une quantité additionnelle de 4.000 g d'eau et est comprimée en 38 pour obtenir 10.800 g d'extrait 40 et de

pâte 42 à une consistance de 12%. On ajoute de l'hydroxyde de sodium à la pâte 42 dans le réservoir 44 en vue de l'extraction par la soude caustique. La pâte à la soude caustique 46 est placée dans un réservoir 5 48 où l'on ajoute 6.800 g d'eau supplémentaire, cette opération étant suivie d'un lavage de la pâte 50 avec 4.000 g d'eau complémentaire et par un pressage (extraction) dans la presse 52 de manière à obtenir 10.800 g d'extrait 54 à partir du traitement d'extraction 10 alcaline et de lavage et de manière à produire de la pâte extraite 56 à une consistance de 12%. La pâte 56 est traitée avec du peroxyde d'hydrogène, de l'hydroxyde de sodium et du silicate de sodium dans le réacteur 58 afin de soumettre la pâte à un traitement de 15 blanchiment au peroxyde alcalin, ordinaire. La pâte blanchie au peroxyde alcalin 60 est diluée avec 6.800 g d'eau dans le réservoir 62 et la pâte résultante 64 est lavée avec 4.000 g d'eau et comprimée dans la presse 68 de manière à obtenir 400 g de produit de pâte blanchi 20 chi 70 et 10.800 g d'extrait 66. Un second échantillon de 500 g de pâte kraft de bois dur du Sud est ensuite soumis à la même séquence de traitements de blanchiment et de lavage dans le même appareillage, comme indiqué dans la partie inférieure du schéma d'écoulement 25 représenté sur la figure 2. Les extraits provenant des traitements de blanchiment et de lavage du premier échantillon de pâte sont recueillis et utilisés dans le traitement du second échantillon de pâte afin de reproduire l'effet de recyclage à contre-courant de 30 l'extrait. Le second échantillon de pâte de 500 g est combiné à 12.500 g d'extrait aqueux 18 provenant des traitements du premier échantillon de pâte de manière à obtenir la pâte 104 à une consistance de 4%. 4.500 g d'eau (72 et 76) utilisés pour laver la pâte 104 sont

obtenus en combinant 1.900 g d'extrait 40 et 2.600 g d'extrait 28. Le lavage et le pressage de la pâte 104 donnent 16.000 g d'extrait 92. Les 8.500 g restants d'extrait 28 sont utilisés en même temps qu'une quantité suffisante d'acide sulfurique pour acidifier la pâte lavée 106 à un pH de 1,9 avant l'ozonisation. On obtient ensuite 11.100 g d'extrait 94 à partir du pressage de la pâte acidifiée 108 à une consistance de 35% et à un pH de 1,9 (pâte 110). 8.900 g d'eau 74 utilisés pour abaisser la consistance de la pâte blanchie à l'ozone 112 sont obtenus de l'extrait 40 à partir de la séquence de blanchiment précédente. On obtient une quantité additionnelle de 4.000 g d'eau 80 utilisés pour laver la pâte blanchie à l'ozone 114 à partir de l'extrait 54. Après l'extraction à l'alcali de la pâte lavée 116, la pâte extraite 118 est diluée avec 6.800 g d'eau obtenus à partir de l'extrait 54. On lave ensuite la pâte diluée 120 par l'addition d'encore 4.000 g d'eau 84 obtenus à partir de l'extrait 66, et elle est ensuite comprimée. Ceci permet d'obtenir 10.800 g d'extrait aqueux 98 et de pâte extraite 122 à une consistance de 12%. La pâte 122 est ensuite blanchie avec du peroxyde d'hydrogène à un pH alcalin et en présence de silicate de sodium de la manière ordinaire. 6.800 g d'eau 88 obtenus à partir de l'extrait 66 sont utilisés pour ajuster la consistance de la pâte blanchie par  $H_2O_2$  124 avant le lavage et le pressage. 4.000 g d'eau fraîche 90 sont ajoutés à la pâte 126 pour le lavage. Le pressage de la pâte 126 donne un produit de pâte 102 et 10.800 g d'extrait 100. Ce processus est ensuite répété six nouvelles fois (échantillons 3 à 8), chaque fois en utilisant un échantillon de pâte de 500 g frais et en utilisant les extraits 92, 94, 96, 98 et 100 provenant des trai-

tements de blanchiment de l'échantillon de pâte précédent de la même manière qu'on a utilisé les extraits 18, 28, 40, 54 et 66 provenant des traitements de blanchiment du premier échantillon de pâte dans les traitements de blanchiment du second échantillon de pâte, 5 comme représenté sur la figure 2.

La séquence des traitements de blanchiment et la réutilisation de l'extrait dans l'Exemple 3 reproduisent approximativement une séquence continue de 10 traitements de blanchiment utilisant un blanchiment à l'ozone, une extraction alcaline et un blanchiment au peroxyde d'hydrogène alcalin avec un recyclage à contre-courant des effluents provenant des traitements de blanchiment et d'extraction (le lavage et le pressage de 15 la pâte après l'addition des produits chimiques appropriés sont considérés comme faisant partie de chaque traitement). Chaque fraction de pâte blanchie à l'ozone (pâte 32 pour le premier échantillon et pâte 112 pour les échantillons 2 à 8) est maintenue dans le réservoir 20 34 à la température ambiante et à un pH acide pendant environ 12 minutes, tout en étant en contact avec une quantité supplémentaire d'eau pour la pâte 32 et avec une portion 74 d'extrait 40 pour le second échantillon et une portion 74 d'extrait 96 pour les échantillons 3 à 8. La portion d'extrait 74 contient l'eau 25 associée à l'échantillon de pâte blanchi à l'ozone précédent. Ceci conduit au blanchiment peroxygénique (ou du type peroxy) de la pâte dans le réservoir 34 suivant la présente invention.

30 La dilution de chaque fraction de pâte de bois dur kraft blanchie à l'ozone 112 provenant des échantillons 2 à 8 avec l'extrait 74 provenant de l'étape de lavage d'un traitement de blanchiment à l'ozone précédent et à un pH acide (si cela s'avère nécessaire,

on ajoute une quantité suffisante d'acide sulfurique pour ajuster le pH à 1,9) et la rétention de la pâte dans le liquide acidifié pendant au moins 10 minutes conduisent au traitement de rétention acide à faible consistance tel que défini dans le cadre de la présente invention. Toutefois, l'effet de blanchiment peroxygénique (par peroxyde ou du type peroxy) sur les échantillons 2 à 8 est supérieur à l'effet obtenu au départ de l'étape de rétention acide de faible consistance sur la pâte 32, à cause de la formation de valeurs peroxygéniques (ou du type peroxyde ou peroxy) dans l'extrait 74 à cause du recyclage à contre-courant de l'extrait effluent.

Bien que la réutilisation de l'effluent 54 provenant de l'échantillon 1 et de l'effluent 98 provenant des échantillons 2 à 7 en tant que parties de l'eau de lavage utilisée pour le lavage de la pâte blanchie à l'ozone, provoque une certaine addition de soude caustique à la pâte blanchie à l'ozone dans le réservoir 34, la quantité de soude caustique n'est pas suffisante pour élever le pH jusqu'à 7. Une certaine addition de soude caustique au traitement de rétention acide de faible consistance est tolérable pour autant que le pH de l'extrait 74 ou de la pâte de faible consistance 112 à 114 n'atteigne pas 7. On ajoute de préférence une quantité suffisante d'acide au traitement de rétention acide de faible consistance pour maintenir le pH entre environ 1,8 et 3,0.

Des échantillons de pâte après avoir été soumis aux étapes de blanchiment à l'ozone, de rétention acide à faible consistance, et d'extraction alcaline (pâte 56 pour l'échantillon 1 et pâte 122 pour les échantillons 2 à 8) sont essayés pour la brillance et la brillance inversée. Les résultats de ces essais sont

rapportés dans le Tableau III dans les colonnes sous l'en-tête  $O_3/E$ . Des échantillons de la pâte après avoir été soumis aux traitements à l'ozone, de rétention acide de faible consistance, d'extraction alcaline et de blanchiment par peroxyde alcalin (pâte 64 pour l'échantillon 1 et pâte 126 pour les échantillons 2 à 8) sont essayés pour la brillance, la brillance inversée et la viscosité. Les résultats des essais sont donnés dans le Tableau III sous l'en-tête  $O_3/E/P$ . De plus, on teste le pH de différents extraits (18, 28, 40, 54 et 66 pour l'échantillon de pâte 1 et 92, 94, 96, 98 et 100 pour les échantillons de pâte 2 à 8). Les résultats des essais de pH sont donnés dans le Tableau III sous l'en-tête Extraits.

Dans l'Exemple 3, sept fractions fraîches de pâte, correspondant aux Echantillons de pâte 2 à 8 du Tableau III, sont traités avec des extraits provenant de la fraction de pâte précédente obtenue suivant la séquence susmentionnée. Le blanchiment à l'ozone est réalisé à la température ambiante avec 2,9% d'ozone dans le courant gazeux d'oxygène entrant. L'extraction alcaline est réalisée à 52°C et avec un temps de rétention de 90 minutes avant la dilution et le lavage. Le traitement de blanchiment au peroxyde d'hydrogène alcalin est réalisé à 71°C et avec un temps de rétention de 180 minutes avant la dilution et le lavage. Le traitement de rétention acide de faible consistance est réalisé à la température ambiante bien que l'on puisse utiliser des températures élevées, par exemple de 25°C à 100°C.

Le traitement de rétention acide de faible consistance peut être utilisé comme faisant partie d'une séquence de blanchiment en combinaison avec d'autres traitements de blanchiment ordinaires impliquant des

traitements alcalins, tels que ceux précédemment décrits, et des traitements à pH acide ordinaires, tels qu'un blanchiment au dioxyde de chlore, pour autant que les traitements alcalins ne soient pas intercalés entre le traitement à l'ozone gazeux et le traitement de rétention acide de faible consistance. De plus, on peut ajouter des agents de blanchiment utilisables à un pH acide au traitement de rétention acide de faible consistance, si on le désire, tel que du dioxyde de chlore. Un exemple d'une séquence de blanchiment entrant dans le cadre de la présente invention en combinaison avec des traitements ordinaires, implique une ozonisation gazeuse, un traitement de rétention acide de faible consistance, un blanchiment au dioxyde de chlore et ensuite des traitements alcalins ordinaires.

TABLEAU I

Temps	Brillance	Valeurs de peroxyde (peroxygéniques) (%)	
	0	60,0	0,17
20	10	60,9	0,17
	20	61,0	0,12
	30	60,6	0,05
	40	60,4	0,03
	50	59,9	0,02
25	60	60,0	0,01



TABLEAU II

Temps	Brillance	Valeurs de peroxyde	
		(peroxygéniques)(gm/l)	
5	0	69,1	0,034
	10	71,2	0,020
	20	71,7	0,014
	30	71,8	0,012
	40	71,8	0,009
	50	71,6	0,007
	60	71,2	0,003

TABLEAU III

Echantillon de pâte	Extrait			O <sub>3</sub> /E		O <sub>3</sub> /E/P	
	18 (92)	28 (94)	40 (96)	54 (98)	66 (100)	Brillance Inv.	Viscos.
1	7,7	1,9	2,7	11,5	10,9	68,3	85,0
2	6,7	1,9	2,6	11,8	10,8	73,2	86,8
3	6,3	1,8	2,7	11,6	10,5	74,1	86,2
4	6,8	1,8	2,5	11,5	11,0	75,3	87,1
5	4,1	1,8	2,7	11,9	11,1	75,3	88,0
6	5,9	1,8	2,7	12,0	10,9	78,4	87,2
7	5,5	1,8	3,1	11,8	11,2	73,0	87,2
8	6,4	1,8	3,4	11,9	11,4	72,5	87,4
							82,3
							84,9
							84,1
							83,5
							84,6
							83,3
							83,7
							83,6
							8,8
							7,3
							7,0
							7,1
							7,1
							7,3
							7,1
							8,2

### REVENDEICATIONS

1. - Procédé de blanchiment d'une pâte utilisant une séquence de traitements de la pâte impliquant un traitement de blanchiment (14) à l'ozone gazeux (12) à une consistance de pâte d'environ 20 % à environ 45 % et à un pH acide suivi d'un traitement alcalin (32) à un pH au-dessus de 7 et à une consistance de pâte inférieure à la consistance de pâte dans le traitement de blanchiment à l'ozone, ce procédé étant caractérisé en ce qu'il consiste à utiliser un traitement de rétention acide (26) à faible consistance entre le traitement de blanchiment à l'ozone et le traitement alcalin, le traitement de rétention acide à faible consistance consistant à abaisser la consistance de la pâte (20) obtenue à partir du traitement de blanchiment à l'ozone par l'addition d'eau (25) à la pâte sans neutraliser la pâte à un pH de 7 ou supérieur à cette valeur, à maintenir la pâte blanchie à l'ozone à cette consistance inférieure (24) et à ce pH acide pendant une période de rétention d'au moins 10 minutes (26), et ensuite à traiter la pâte avec une quantité suffisante d'alcali (30) pour élever le pH au-dessus de 7, de sorte que l'on réalise le blanchiment du type peroxy de la pâte au cours du traitement de rétention (26) sans la nécessité d'ajouter des produits chimiques de blanchiment du type peroxy dans cette étape de rétention.

2. - Procédé suivant la revendication 1, réalisé de façon continue et avec un recyclage à contre-courant d'eau obtenue par déshydratation (28) de la pâte (27), ce procédé étant caractérisé en ce qu'il consiste à enlever l'eau de la pâte (27) après le temps de rétention (26), à prélever l'eau enlevée (25) et à la combiner avec la pâte blanchie à l'ozone (20) entrant dans le traitement (26) de rétention acide à faible consistance pour abaisser la consistance de la pâte blanchie à l'ozone, de sorte que l'utilisation de valeurs du type peroxy (peroxygéniques) et acides contenues dans l'eau recyclée soit rendue maximale lors du blanchiment de la pâte dans le traitement de rétention (26) acide à faible consistance.

3. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le temps de rétention est de l'ordre de 10 minutes à 60 minutes et en ce que l'on déshydrate en outre la pâte après le temps de rétention jusqu'à une consistance de 10 % ou plus.

4. - Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce que l'on utilise l'eau (25) obtenue à partir de la déshydratation (28) de la pâte (27) comme source d'eau pour abaisser la consistance de la pâte obtenue à partir du traitement de blanchiment à l'ozone.

5. - Procédé suivant la revendication 3, caractérisé en ce que le traitement (32) de la pâte avec un alcali (30) fait partie d'un traitement d'extraction alcalin de la pâte.

6. - Procédé suivant la revendication 5, caractérisé en ce que l'on soumet la pâte extraite à l'alcali à un procédé de blanchiment au moyen d'un peroxyde alcalin ou d'un composé peroxy alcalin.

7. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la consistance de la pâte dans le traitement de rétention acide (26) de faible consistance est d'environ 4 %.

8. - Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la consistance de la pâte dans le traitement de blanchiment (14) à l'ozone gazeux (12) est d'environ 35 %.

9. - Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce que le traitement (32) de la pâte avec un alcali (30) fait partie d'un traitement choisi dans le groupe comprenant l'extaction alcaline, le blanchiment au moyen d'un peroxyde alcalin, le blanchiment au moyen d'un composé peroxy alcalin et le blanchiment au moyen d'hypochlorite alcalin.

10. - Procédé suivant la revendication 9, caractérisé en ce qu'il comprend un traitement de blanchiment à pH acide de la pâte après le traitement de rétention acide (26) à faible consistance et avant le traitement de la pâte avec l'alcali pour élever le pH au-dessus de 7.

Fig 1



