

---

# Norme internationale



# 5264/2

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Pâtes — Raffinage de laboratoire — Partie 2 : Méthode au moulin PFI

*Pulps — Laboratory beating — Part 2 : PFI mill method*

Première édition — 1979-08-15

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 5264-2:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/660b6390-8d3c-44b5-9515-3b9b7fa6c34f/iso-5264-2-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/660b6390-8d3c-44b5-9515-3b9b7fa6c34f/iso-5264-2-1979>

---

CDU 676.1 : 542.67

Réf. n° : ISO 5264/2-1979 (F)

Descripteurs : pâte à papier, préparation de spécimen d'essai, raffinage, matériel de laboratoire.

Prix basé sur 4 pages

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5264/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Roumanie
Allemagne, R. F.	Iran	Royaume-Uni
Belgique	Irlande	Suède
Canada	Italie	Suisse
Chili	Kenya	Tchécoslovaquie
Espagne	Mexique	Turquie
Finlande	Norvège	URSS
France	Pays-Bas	USA
Hongrie	Pologne	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Australie  
Nouvelle-Zélande

# Pâtes — Raffinage de laboratoire — Partie 2 : Méthode au moulin PFI

## 0 Introduction

Il a été convenu que le but final de la normalisation du raffinage de laboratoire serait l'élaboration d'une méthode d'essai acceptable sur le plan international et qui permette, si possible, de mesurer la consommation d'énergie durant le raffinage. Pour des raisons pratiques, il n'a pas été possible d'atteindre ce but à l'heure actuelle. C'est pourquoi, à titre provisoire, étant donné la large utilisation des méthodes suivantes :

- pile Valley,
- moulin PFI,
- moulin Jokro,

il a été décidé de donner une ligne de conduite dans l'utilisation de ces appareillages, de façon à uniformiser les résultats obtenus par chaque méthode. Bien que les trois méthodes montrent une tendance similaire pour la pâte essayée, il n'existe pas de corrélation entre les résultats obtenus avec les différents types d'appareils de raffinage<sup>1)</sup>. Cette situation est provisoire et les méthodes seront remplacées par une méthode unique dès que cela sera pratiquement possible.

## 1 Objet

La présente Norme internationale spécifie la méthode utilisant le moulin PFI pour le raffinage de laboratoire de la pâte. La description se limite à la préparation et au raffinage de la pâte, au prélèvement et à la répartition des échantillons, ainsi qu'à l'appareillage de raffinage.

Le raffinage est une phase préliminaire dans la détermination des propriétés physiques d'une pâte.

La partie 1 spécifie la méthode de raffinage de laboratoire utilisant la pile Valley, et la partie 3 la méthode utilisant le moulin Jokro.

## 2 Domaine d'application

En principe, cette méthode est applicable à tous les types de pâtes.

NOTE — En pratique, la méthode peut ne pas donner de résultats satisfaisants avec certaines pâtes à fibres extrêmement longues, telles que les linters de coton.

## 3 Références

ISO 638, Pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches.

ISO 4119, Pâtes — Détermination de la concentration en pâte (Méthode rapide).

ISO 5263, Pâtes — Désintégration humide de laboratoire.<sup>2)</sup>

## 4 Principe

Une quantité de pâte déterminée et de concentration donnée est raffinée entre les barres d'un cylindre et un carter de raffinage lisse, tous les deux tournant dans la même direction mais à des vitesses périphériques différentes.

## 5 Appareillage et matériaux auxiliaires

Équipement courant de laboratoire, et

**5.1 Moulin PFI**, tel que décrit dans l'annexe A.

**5.2 Désintégrateur normalisé**, tel que décrit dans l'ISO 5263.

**5.3 Balance**, capable de peser l'échantillon avec une erreur inférieure à 0,2 g.

1) Dans le cas où l'une des trois méthodes citées deviendrait la méthode normalisée future, cette méthode devrait être la plus économique et donner la meilleure reproductibilité entre les différents laboratoires.

À l'heure actuelle, quelques pays sont d'avis que le moulin PFI décrit dans l'ISO 5264/2 est l'appareil qui répond le mieux à ces critères.

2) Actuellement au stade de projet.

#### 5.4 Eau distillée, ou eau de qualité équivalente.

NOTE — L'eau distillée ou l'eau de qualité équivalente, est particulièrement recommandée dans le but de prévenir toute difficulté provenant de l'utilisation, par les parties intéressées, d'eaux de qualités différentes.

## 6 Préparation de l'échantillon

Si la pâte est humide ou sèche à l'air, peser un échantillon pour déterminer la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638. Si la pâte est sous forme de suspension, déterminer la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 4119.

Prendre une quantité de pâte correspondant à  $30 \pm 0,5$  g de pâte sèche à l'étuve (ne pas couper la pâte, et éviter d'utiliser les bords coupés). Si l'échantillon est sous forme de feuilles sèches, ou de plaques séchées en flocons, faire tremper complètement la pâte dans 0,5 litre d'eau (5.4) à température ambiante durant au moins 4 h. Déchirer la pâte trempée en morceaux de 25 mm  $\times$  25 mm environ. Il est primordial que la pâte soit entièrement ramollie par trempage de façon que, dans la désintégration préliminaire, l'effet de raffinage soit le plus faible possible. Les pâtes humides peuvent être désintégrées sans trempage.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Désintégration

Transférer l'échantillon de pâte mouillée et l'eau utilisée pour le trempage dans le désintégreur (5.2). Ajouter de l'eau à  $20 \pm 5$  °C pour obtenir un volume total de  $2\,000 \pm 25$  ml; la concentration en pâte sera alors de 1,5 % (*m/m*) environ. Mettre le compte-tours à zéro. Mettre le moteur en marche et laisser tourner le désintégreur durant quelques secondes. Arrêter le moteur et, avant que l'hélice ne s'arrête, le remettre en marche. Pour des pâtes ayant une teneur en matières sèches initiale de 20 % (*m/m*) ou plus, laisser l'hélice faire 30 000 tours. Pour des pâtes ayant une teneur en matières sèches de moins de 20 % (*m/m*), laisser l'hélice faire 10 000 tours.

À l'arrêt de l'hélice, s'assurer que la pâte a été complètement désintégrée.

#### NOTES

1 Si nécessaire pour des raisons climatiques, une température de  $25 \pm 5$  °C peut être utilisée, à la condition qu'elle soit notée dans le procès-verbal d'essai.

2 S'assurer que la pâte est complètement désintégrée. Les pâtes difficiles à désintégrer, comme la pâte au sulfate écrue, peuvent nécessiter un temps de désintégration supérieur au temps spécifié.

### 7.2 Épaississement

Après désintégration, égoutter la suspension de pâte sur un entonnoir Büchner jusqu'à une concentration d'environ 20 % (*m/m*). De façon à éviter toute perte de fibres, repasser plusieurs fois, si nécessaire, le filtrat à travers le gâteau de fibres. Diluer la pâte épaissie avec de l'eau jusqu'à l'obtention d'une masse de  $300 \pm 5$  g qui correspond à une concentration en pâte de 10 % (*m/m*).

### 7.3 Raffinage

Conditions de raffinage : Pression de raffinage :  $3,33 \pm 0,1$  N pour 1 mm de longueur de barre, étant supposé qu'une seule barre à la fois est en contact avec le carter (voir note 1).

Fréquence de rotation du cylindre de raffinage :  $24,3 \pm 0,5$  s<sup>-1</sup>.

Différence entre les vitesses périphériques :  $6,0 \pm 0,2$  m/s.

S'assurer que les spécifications de raffinage sont correctes. Amener les éléments de raffinage et la suspension de pâte à une température de  $20 \pm 5$  °C (voir note 1 de 7.1). Mettre la suspension de pâte, préparée selon 7.2, dans le carter de raffinage, et la distribuer aussi uniformément que possible sur la paroi. S'assurer qu'il ne reste pas de pâte au fond du carter du moulin sur une étendue correspondant à la section du cylindre. Amener le cylindre dans le carter, et mettre le couvercle bien en place sur le carter.

Mettre le carter de raffinage en marche de telle façon que la pâte soit bien appliquée sur la paroi, puis faire démarrer le cylindre. Lorsque les deux éléments du moulin ont atteint leur pleine vitesse, appliquer la pression requise et démarrer en même temps que le compte-tours (voir note 3). Lorsque le nombre de tours requis est atteint, interrompre le raffinage en enlevant la pression du raffinage. Arrêter les moteurs et stopper le cylindre et le carter de raffinage. Retirer le couvercle et le cylindre.

Transférer la pâte dans une éprouvette graduée de capacité d'au moins 2 litres. Rincer le moulin à l'eau et ajouter les eaux de rinçage dans l'éprouvette. Avec de l'eau, diluer la pâte à  $2\,000 \pm 25$  ml et mettre la pâte en suspension en la désintégrant dans le désintégreur normalisé (5.2) durant un temps correspondant à 10 000 tours de l'hélice.

#### NOTES

1 Pour les pâtes très faciles à raffiner (telles que les pâtes de feuillus au bisulfite), on peut utiliser une charge plus faible, donnant une pression de raffinage de 17,7 N pour 10 mm de longueur de barre à condition de le mentionner dans le rapport d'essai.

2 Après raffinage, laver soigneusement le moulin à l'eau, et, si nécessaire, avec un solvant des goudrons, puis avec de l'eau.

3 Appliquer progressivement la charge de raffinage durant 4 s environ. À l'instant où la charge est appliquée totalement, faire démarrer le compte-tours en relâchant son levier.

4 Si l'égouttabilité est mesurée, le mesurage doit être fait le plus rapidement possible.

## 8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence à la présente Norme internationale;
- l'identification précise de l'échantillon;
- le nombre de tours utilisés dans la désintégration préliminaire;

- d) le temps ou le nombre de tours utilisé dans le raffinage;
- e) les résultats obtenus dans les essais d'égouttabilité, s'ils ont été faits (voir note 4 de 7.3);
- f) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- g) tout détail opératoire non prévu dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou considéré comme facultatif, susceptible d'avoir agi sur les résultats.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5264-2:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/660b6390-8d3c-44b5-9515-3b9b7fa6c34f/iso-5264-2-1979>

## Annexe A

### Moulin PFI (voir figure)

Le moulin PFI se compose d'un cylindre, d'un carter muni d'un couvercle et d'un dispositif de charge donnant la pression de raffinage. Le cylindre et le carter tournent sur des axes verticaux.

Le cylindre comporte 33 barres, chacune longue de 50 mm et large de 5 mm. Les barres sont disposées radialement et sont parallèles à l'axe du cylindre. Le diamètre du cylindre, mesuré à l'extrémité des barres, est de 200 mm, et la profondeur des rainures entre les barres est de 30 mm. Le cylindre est entraîné par un moteur d'environ 1 kW et la fréquence de rotation, lorsqu'aucune pression n'est appliquée, doit être de  $24,3 \pm 0,5 \text{ s}^{-1}$ . Le nombre de tours du cylindre est indiqué par le compte-tour.

Le carter de raffinage a un diamètre intérieur de 250 mm; il est entraîné par un moteur d'environ 400 W. La fréquence de rotation du carter de raffinage doit être réglée de façon que la différence de vitesse périphérique de  $6,0 \pm 0,2 \text{ m/s}$  entre les éléments soit obtenue à charge zéro pour une fréquence de rotation du cylindre de  $24,3 \pm 0,5 \text{ s}^{-1}$ . Le cylindre et le carter sont entraînés par une transmission à courroies.

La pression de raffinage est obtenue au moyen d'une charge qui, par l'intermédiaire d'un bras de levier, appuie le cylindre contre la paroi du carter de raffinage. Par ailleurs, le moulin est équipé d'un dispositif comprenant une vis de positionnement pour le réglage de la distance entre le cylindre et le carter pendant les opérations de rodage et de préparation du moulin. Les éléments de raffinage sont en acier inoxydable.

NOTE — Les premiers moulins fabriqués avaient des éléments de raffinage en bronze. Les éléments de raffinage en acier inoxydable donnent cependant les mêmes résultats de raffinage que les éléments de bronze.

Pour assurer une reproductibilité dans le raffinage, les conditions suivantes doivent être remplies :

- a) Le cylindre et le carter doivent tourner aux vitesses correctes.
- b) Les courroies ne doivent pas glisser. Lorsque la pression est appliquée, la fréquence de rotation du cylindre diminue normalement de  $0,3$  à  $0,6 \text{ s}^{-1}$ , tandis que la fréquence de rotation du carter augmente légèrement.
- c) Tous les éléments doivent se déplacer librement, de façon que la totalité de la charge appliquée soit entièrement transformée en pression de raffinage.
- d) La vis de positionnement doit être dégagée durant le raffinage.
- e) Le cylindre et le carter doivent être propres et exempts de dépôts. Les dépôts goudronneux devraient être enlevés au moyen d'un solvant non corrosif.
- f) L'état général du moulin doit être vérifié de temps en temps en y raffinant des pâtes de référence réservées pour le raffinage et stockées suffisamment longtemps pour que la pâte ne présente plus de changements. La pâte de référence devra être, de préférence, du même type que celle raffinée normalement par l'appareil de raffinage concerné. Les valeurs d'égouttabilité obtenues après raffinage de la pâte de référence d'environ 50 à l'indice Schopper-Riegler ou 200 à l'indice d'égouttabilité «Canadian Standard», ne doivent pas différer de plus de  $\pm 5 \%$  de celles normalement obtenues avec la pâte de référence pour le même nombre de tours du cylindre.

## Annexe B

### Entretien du moulin PFI

Dans des conditions normales, l'efficacité de raffinage du moulin doit rester constante. Si les surfaces de raffinage ont été endommagées de façon telle que le moulin donne des résultats incorrects pour les pâtes de référence, les surfaces de raffinage doivent être rodées et conditionnées de la façon suivante :

**B.1** Inverser le sens de rotation du moteur d'entraînement du carter de raffinage.

**B.2** Placer la vis de positionnement de telle façon que la distance entre les éléments de raffinage soit d'environ 0,5 mm.

**B.3** Mettre dans le carter de raffinage une suspension de 15 g de poudre de carbure siliconé passant au tamis de 90  $\mu\text{m}$  d'ouverture de maille dans 50 ml d'huile siccativante avec 50 ml d'eau.

**B.4** Mettre en marche le carter de façon à ce que la suspension de poudre soit appliquée contre la paroi. S'assurer que le couvercle est à sa place sur la console, puis insérer le cylindre dans le carter.

Arrêter le carter et mettre le couvercle en place. Faire démarrer les deux éléments de raffinage, appliquer la charge et réduire avec précaution l'intervalle entre les éléments au moyen de la vis de positionnement, jusqu'à ce que le bruit du meulage deviennent audible. Laisser tourner jusqu'à ce que le bruit ait diminué d'une façon sensible, et réduire de nouveau l'intervalle, mais d'une valeur n'excédant pas une demi-division de l'échelle (environ 0,03 mm). Poursuivre progressivement le rodage de cette façon, jusqu'à la remise en état.

**B.5** Nettoyer les éléments de raffinage et le couvercle au savon et à l'eau. S'assurer qu'il ne reste plus de poudre de carbure siliconée.

**B.6** Après ce rodage grossier, effectuer un rodage fin avec de la poudre de carbure siliconée passant au tamis de 45  $\mu\text{m}$  d'ouverture de maille (de la façon décrite en B.3 et B.4).

**B.7** Nettoyer de la façon décrite en B.5.

**B.8** À l'aide d'une lime, aplanir toute arête rugueuse étant apparue sur le bord de fuite des barres.

**B.9** Nettoyer soigneusement le cylindre, de façon à éliminer la limaille.

**B.10** Inverser le sens de rotation du moteur d'entraînement du carter. Si, après rodage avec de la poudre de carbure siliconée passant au tamis de 45  $\mu\text{m}$  d'ouverture de maille, les surfaces de raffinage sont trop grossières, les polir au degré voulu en raffinant de la pâte dans laquelle ont été mélangés environ 15 g de poudre de carbure siliconée passant au tamis de 45  $\mu\text{m}$  d'ouverture de maille. Fixer la distance entre le cylindre et le carter à une valeur légèrement supérieure à celle requise par une couche de fibres. (Lorsque, par exemple, on utilise pour cette opération une pâte blanchie de résineux au bisulfite, la distance de 2 mm est convenable.)

**B.11** Nettoyer soigneusement le carter et le cylindre.

**B.12** Dégager la vis de positionnement.

**B.13** En vue de stabiliser les surfaces de raffinage, il est recommandé de faire une série de raffinages correspondant à un nombre de tours du cylindre entre 50 000 et 100 000.

Dimensions en millimètres

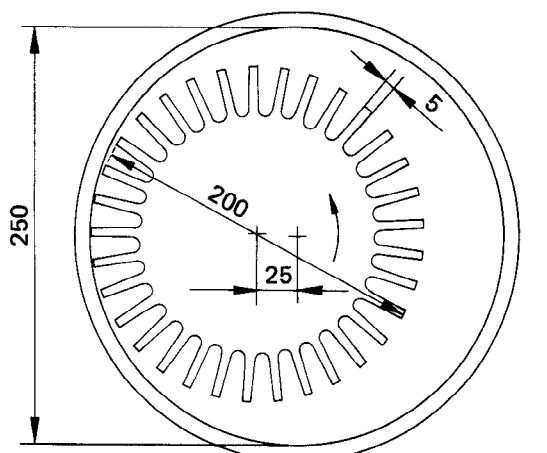


Figure — Éléments principaux du moulin PFI

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5264-2:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/660b6390-8d3c-44b5-9515-3b9b7fa6c34f/iso-5264-2-1979>