NORME INTERNATIONALE

ISO **5263-3**

Deuxième édition 2023-02

Pâtes — Désintégration humide en laboratoire —

Partie 3:

Désintégration des pâtes mécaniques à une température supérieure ou égale à 85 °C

Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 3: Disintegration of mechanical pulps at $\geq 85^{\circ}C$

ISO 5263-3:2023

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a576c6fd-2353-44f8-b25a-40a59e8a5c8a/iso-5263-3-2023



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5263-3:2023 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a576c6fd-2353-44f8-b25a-40a59e8a5c8a/iso-5263-3-2023



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8 CH-1214 Vernier, Genève Tél.: +41 22 749 01 11 E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire		Page	
Ava	nt-propos	iv	
1	Domaine d'application		
2	Références normatives	1	
3	Termes et définitions Appareillage	1	
4	Appareillage	2	
5	Préparation de la prise d'essai	2	
6	Mode opératoire 6.1 Généralités	3	
	6.2 Désintégration et suppression de la latence 6.3 Désintégrateur standard 6.4 Désintégrateur à circulation	3	
	6.4 Désintégrateur à circulation	4	
7	Rapport d'essai		
Ann	nexe A (normative) Construction du désintégrateur standard	6	
Ann	nexe B (normative) Contrôle du désintégrateur standard	9	
Ann	nexe C (normative) Désintégrateur à circulation	10	
Ann	nexe D (informative) Effet de la latence dans les pâtes mécaniques	11	
Bibl	liographie II en SIANDARD PREVIEW	13	

(standards.iteh.ai)

18O 5263-3:2023 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a576c6fd-2353-44f8-b25a-40a59e8a5c8a/iso-5263-3-2023

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 172, *Pâtes, papier et carton*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5263-3:2004), qui a fait l'objet d'une révision technique.

La principale modification est la suivante:

 l'exigence de réduire la température de la suspension immédiatement après la désintégration a été explicitée.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 5263 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Pâtes — Désintégration humide en laboratoire —

Partie 3:

Désintégration des pâtes mécaniques à une température supérieure ou égale à 85 °C

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie un appareillage et les modes opératoires pour la désintégration humide en laboratoire des pâtes mécaniques qui présentent une latence, excepté lorsque le degré de blancheur est mesuré. Cet appareillage et ce mode opératoire peuvent être utilisés pour la préparation de la prise d'essai dans d'autres Normes internationales portant sur les pâtes.

Le présent document est applicable à tous les types de pâtes mécaniques (à savoir pâtes mécaniques, mi-chimiques et chimico-mécaniques) présentant une latence.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 638-1, Papiers, cartons, pâtes et nanomatériaux cellulosiques — Détermination de la teneur en matières sèches par séchage à l'étuve — Partie 1: Matériaux sous forme solide (1) 1 2 3 4 1 3 5 4 1

ISO 4119, Pâtes — Détermination de la concentration en pâte

ISO 14487, Pâtes — Eau normalisée pour essais physiques

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse https://www.iso.org/obp
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse https://www.electropedia.org/

3.1

désintégration de pâte mécanique

traitement mécanique dans l'eau permettant à des fibres entrelacées, qui étaient libres dans la pâte de départ, de se séparer à nouveau les unes des autres sans changement notable de leurs propriétés structurales

3.2

latence

état d'une pâte mécanique dans lequel certaines de ses propriétés sont inhibées et requièrent une désintégration de la pâte à température élevée pour se révéler

Note 1 à l'article: La latence est due à la déformation des fibres, acquise pendant le traitement mécanique, en particulier à consistance élevée, puis préservée lors du refroidissement à consistance élevée. On suppose que sa préservation est due au durcissement de la lignine.

Note 2 à l'article: Le degré de latence d'une pâte est généralement lié à la consistance et à l'énergie appliquée lors du traitement mécanique.

3.3

suppression de la latence

mode opératoire utilisant une combinaison d'un traitement mécanique, à savoir une désintégration, et d'un traitement thermique à une température dépassant la température de ramollissement de la lignine

Note 1 à l'article: Dans le présent document, il est indiqué que la température nécessaire à la suppression de la latence n'est pas inférieure à 85 °C.

4 Appareillage

Le matériel de laboratoire usuel et, en particulier, les suivants doivent être utilisés.

4.1 Désintégrateur doté d'une alimentation en chaleur ou d'une alimentation en eau chaude capable de maintenir une température supérieure ou égale à 85 °C dans la suspension tout au long de la procédure de désintégration. Utiliser soit le désintégrateur standard (4.1.1) soit le désintégrateur à circulation (4.1.2).

Puisque les deux types de désintégrateur ne traitent pas les fibres de la même manière (voir Référence [5]), le désintégrateur utilisé doit être indiqué.

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a576c6fd-2353-44f8-b25a-40a59e8a5c8a/iso-

4.1.1 Désintégrateur standard, conformément à l'<u>Annexe A</u>. Pour la suppression de la latence, le désintégrateur standard doit être équipé d'un récipient chauffé électriquement ou doit être doté d'une alimentation en eau chaude, capable de maintenir la température de la suspension aqueuse de fibres à la température indiquée en <u>4.1</u>.

Le mode opératoire permettant de contrôler le désintégrateur standard est donné dans l'Annexe B.

Pour des raisons de sécurité, il n'est pas recommandé d'utiliser un désintégrateur standard conçu pour une désintégration à 20 °C et une plaque chauffante électrique pour porter l'eau à ébullition.

4.1.2 Désintégrateur à circulation, de type Domtar, conformément à l'<u>Annexe C</u>. Le désintégrateur doit être doté d'une alimentation en eau d'une température comprise entre 90 °C et 95 °C.

La pompe doit être apte à fonctionner pendant des intervalles de temps courts. Pour ne pas endommager la pompe, elle ne doit pas être mise en marche à vide pendant plus de 3 s.

- **4.2 Balance**, capable de peser avec une exactitude de 0,2 g.
- **4.3 Eau**, eau normalisée, telle que spécifiée dans l'ISO 14487, eau distillée ou eau du robinet, en fonction des exigences de la procédure pour laquelle la pâte désintégrée sera utilisée.

5 Préparation de la prise d'essai

Si la pâte est humide ou séchée à l'air, déterminer la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638-1. Si la pâte est sous forme de suspension, déterminer la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 4119.

Si un échantillon de pâte en suspension a une concentration inférieure à 1,5 % en masse, l'épaissir au volume approprié, en évitant soigneusement la perte de fines. Pour faciliter l'opération, réaliser l'épaississement par sédimentation de la suspension et élimination d'une partie de la phase aqueuse ou par déshydratation à l'aide d'un papier filtre sur un entonnoir de Büchner.

Utiliser de l'eau normalisée (4.3) pour désintégrer les pâtes devant être utilisées dans des essais où les propriétés d'égouttabilité sont importantes. Dans tous les cas, utiliser de l'eau de la même qualité que celle requise dans la procédure de désintégration de la pâte.

Pour le désintégrateur standard (4.1.1), prélever une prise d'essai correspondant à une masse de (50 ± 5) g de pâte séchée à l'étuve. Pour le désintégrateur à circulation (4.1.2), prélever une prise d'essai correspondant à une masse de (56 ± 1) g de pâte séchée à l'étuve. Si l'échantillon est sous forme de feuilles, ne pas découper les feuilles et éviter de prélever des bords de coupe.

Si les matières sèches constituent 20 % ou plus de l'échantillon, faire tremper la prise d'essai dans 1 l à 1,5 l d'eau (eau normalisée ou autre) à (20 ± 5) °C pendant au moins le temps de trempage minimum spécifié dans le <u>Tableau 1</u>. Si la pâte est sous la forme de feuilles ou de plaques, après le trempage, déchirer l'échantillon en morceaux de dimensions approximatives de 25 mm x 25 mm. Il s'est avéré qu'un trempage dépassant le temps minimum spécifié, par exemple durant une nuit, n'avait aucun effet significatif sur les résultats. Toutefois, le temps de trempage ne doit jamais dépasser 24 h, quelle que soit la qualité de la pâte.

Une pâte mécanique ayant fait l'objet d'un séchage éclair doit être trempée pendant un minimum de 10 min.

Teneur en matières sèches de la pâte % en masse "Temps de trempage minimum"

< 20 0 min

20 à 60 30 min

> 60 4 h

Tableau 1 — Temps de trempage recommandé pour les pâtes mécaniques

Si cela est nécessaire pour des raisons climatiques, une température comprise entre 25 °C et 30 °C peut être utilisée, à condition de l'indiquer dans le rapport d'essai.

6 Mode opératoire

6.1 Généralités

Le présent mode opératoire doit être utilisé pour supprimer la latence de toutes les pâtes qui présentent une latence, excepté lorsque le degré de blancheur doit être mesurée, auquel cas la pâte doit être désintégrée conformément à l'ISO 5263-2. Les pâtes mécaniques ne présentant pas de latence doivent être désintégrées conformément à l'ISO 5263-2.

NOTE Le degré de blancheur n'est pas significativement altéré par la présence de latence. Toutefois, la désintégration à chaud des pâtes mécaniques peut conduire à une perte significative de degré de blancheur.

6.2 Désintégration et suppression de la latence

AVERTISSEMENT — Puisque la procédure de désintégration à chaud implique le traitement de la prise d'essai à une température supérieure ou égale à $85\,^{\circ}$ C, la prudence doit être de mise pour éviter tout échaudage.

Des informations relatives à l'effet de latence dans les pâtes mécaniques (ou dans les pâtes ayant une teneur élevée en lignine) sont données dans l'<u>Annexe D</u>.

3

6.3 Désintégrateur standard

Transférer la prise d'essai, après l'avoir préparée tel que décrit dans l'<u>Article 5</u>, dans le récipient du désintégrateur standard (<u>4.1.1</u>).

Ajouter de l'eau de la même qualité que celle utilisée dans l'Article 5 pour obtenir un volume total de 500 ± 25 ml. Utiliser l'élément chauffant pour porter le mélange à une température supérieure ou égale à 85 °C. Régler le compte-tours à zéro. Allumer le moteur et laisser l'agitateur atteindre 5000 tours. Arrêter l'agitateur et vérifier visuellement que la pâte est complètement désintégrée, par exemple en diluant une petite portion prélevée dans le désintégrateur avec de l'eau dans un cylindre en verre et en l'inspectant sous une lumière transmise. Si elle n'est pas complètement désintégrée, poursuivre la désintégration jusqu'à séparation complète des fibres et/ou jusqu'à séparation des faisceaux et des fragments de fibres dans un état comparable à celui attendu lors de la fabrication de la pâte. À la fin de la désintégration, la température ne doit pas être inférieure à 50 °C. Si, pour une quelconque raison, une charge de pâte différente ou un nombre différent de tours est utilisé, cela doit être mentionné dans le rapport d'essai.

Immédiatement après la désintégration et aussi rapidement que possible, diluer la suspension de pâte en utilisant de l'eau froide de la même qualité que celle utilisée dans l'Article 5, jusqu'à l'obtention d'une concentration non inférieure à 0,3 % et non supérieure à 1,5 % et d'une température de (20 ± 2) °C. Si nécessaire, il est possible d'utiliser de la glace répondant aux exigences spécifiées au 4.3. Pour l'essai d'égouttage, la concentration en pâte requise est de $(0,3 \pm 0,02)$ %.

NOTE L'étape de désintégration à chaud décrite est habituellement suffisante pour libérer les propriétés latentes. Il est possible qu'une certaine latence réapparaisse si la pâte est refroidie lentement et sans dilution. Pour cette raison, la dilution et le refroidissement à 20 °C sont réalisés aussi rapidement que possible.

6.4 Désintégrateur à circulation 200 200 S. Item. 21

Pour chauffer le désintégrateur à circulation (4.1.2), remplir le récipient du désintégrateur avec de l'eau à une température comprise entre 90 °C et 95 °C jusqu'à 4 cm du haut du récipient. Fermer hermétiquement le couvercle. Démarrer la pompe à recirculation et la laisser fonctionner pendant (120 \pm 5) s. Après avoir arrêté la pompe, ouvrir légèrement l'orifice d'évacuation du récipient et mesurer la température de l'eau quittant le réservoir. Vider l'eau complètement et répéter ce cycle jusqu'à ce que cette température dépasse 90 °C.

Ajouter immédiatement de l'eau de la même qualité que celle utilisée dans l'Article 5, à une température entre 90 °C et 95 °C, jusqu'à ce que le récipient soit environ à moitié plein. Transférer la prise d'essai, après l'avoir préparée tel que décrit dans l'Article 5, dans le récipient du désintégrateur à circulation, et ajouter de l'eau à une température comprise entre 90 °C et 95 °C jusqu'à 4 cm du haut du récipient. Fermer hermétiquement le couvercle et démarrer le minuteur pour faire fonctionner la pompe pendant (120 ± 5) s. Faire preuve de prudence en ouvrant le couvercle, puisqu'une accumulation de pression peut se produire lors de l'opération.

Mesurer la température et répéter la désintégration si la température est inférieure à 85 °C. Si les faisceaux et les fragments de fibres ne sont pas séparés dans un état comparable à celui attendu lors de la fabrication de la pâte, poursuivre la désintégration.

Lorsque la désintégration est terminée, ouvrir la vanne de purge et faire fonctionner la pompe pendant un bref laps de temps pour vider la prise d'essai dans un seau collecteur. Ouvrir le couvercle et, avec la vanne de purge fermée, ajouter environ 4 l d'eau chaude dans le récipient. Fermer le couvercle, faire fonctionner la pompe pendant 2 s, puis ouvrir la vanne de purge pour évacuer le reste de la prise d'essai du système. Pour éviter d'endommager la pompe, ne jamais la faire fonctionner sans liquide pendant plus de 3 s.

Immédiatement après la désintégration et aussi rapidement que possible, diluer la suspension de pâte en utilisant de l'eau froide de la même qualité que celle utilisée dans l'<u>Article 5</u>, jusqu'à l'obtention d'une

concentration non inférieure à 0.3% et non supérieure à 1.5% et d'une température de (20 ± 2) °C. Si nécessaire, il est possible d'utiliser de la glace répondant aux exigences spécifiées au 4.3.

NOTE 1 L'étape préliminaire avec de l'eau chaude est effectuée pour chauffer le récipient, les tuyaux et la pompe.

NOTE 2 L'étape de désintégration à chaud décrite est habituellement suffisante pour libérer les propriétés latentes. Il est possible qu'une certaine latence réapparaisse si la pâte est refroidie lentement et sans dilution. Afin de réduire au minimum une telle tendance, la dilution et le refroidissement à 20 °C sont réalisés aussi rapidement que possible.

NOTE 3 Si l'eau à laquelle la pâte est ajoutée est à une température supérieure à 20 °C, la température après dilution sera considérablement supérieure à 20 °C. Pour surmonter ce problème, de la glace préparée à partir d'une eau de même qualité peut être intégrée à l'eau de dilution. Le volume et la température de l'eau de dilution peuvent être choisis de manière à amener la concentration et la température de la pâte à $(0,30 \pm 0,02)$ % et (20 ± 2) °C respectivement pour les essais d'égouttage.

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) une référence au présent document (par exemple, ISO 5263-3:2023);
- b) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- c) la qualité de l'eau (eau normalisée, eau distillée ou eau du robinet) utilisée;
- d) le temps de trempage;
- e) la teneur en matières sèches de l'échantillon;
- f) la méthode utilisée pour la désintégration à chaud;
- g) tout phénomène inhabituel observé au cours de l'essai; 353-44f8-b25a-40a59e8a5c8a/iso-
- h) tous détails non prévus dans le présent document, ou considérés comme facultatifs, susceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats.

5

Annexe A

(normative)

Construction du désintégrateur standard

A.1 Matériaux

Tous les composants qui entrent en contact avec les suspensions de pâte doivent être résistants à l'eau et aux acides et alcalis dilués. De l'acier inoxydable est habituellement utilisé.

A.2 Désintégrateur standard

Le récipient cylindrique, Figure A.1, est pourvu de quatre déflecteurs en spirale espacés de manière régulière s'étendant entre 32 mm du fond et 57 mm du couvercle, chaque déflecteur traversant la moitié de la circonférence interne du récipient. Les déflecteurs forment une spirale dextrogyre. Un congé d'un rayon de 13 mm est présent au niveau de la périphérie intérieure de la base du récipient. L'agitateur à trois pales est monté sur un arbre vertical situé au centre du récipient, à distance fixe au-dessus du fond. Il est entraîné à la vitesse spécifiée dans la pâte et un compteur est installé pour enregistrer le nombre de tours. Il convient que le compteur soit de préférence du type préréglé, qui éteindra le désintégrateur après le nombre requis de tours. Vu du dessus, l'agitateur tourne dans le sens horaire.

Le récipient est doté d'un couvercle qui, dans la plupart des désintégrateurs, est installé sur l'ensemble agitateur/moteur.

Le récipient est maintenu fermement en place pendant le fonctionnement du désintégrateur, mais peut être retiré et remplacé facilement et rapidement.

A.3 Dimensions

Tableau A.1 — Dimensions des pièces du désintégrateur standard

Pièce	Dimension	Valeur spécifiée (sauf indication contraire)	Tolérances
récipient	hauteur interne	191 mm	±2 mm
	diamètre interne	152 mm	±2 mm
	rayon du congé	13 mm	±2 mm
déflecteurs	section carrée	6,5 mm	±1 mm
	hauteur à partir de la base du récipient	32 mm	±1 mm
	distance du bord	57 mm	±1 mm
	extrémités arrondies	3 mm	±0,5 mm
	bords arrondis	0,4 mm	±0,1 mm
	espacement (centres)	51 mm	±1 mm