
**Détermination de la stabilité thermique du
polyéthylène (PE) destiné à être utilisé dans les
tubes et raccords pour la distribution du gaz**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Determination of the thermal stability of polyethylene (PE) for use in gas
pipes and fittings*

[ISO/TR 10837:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/98fd1c97-688e-4830-b9e2-e409c14e2da7/iso-tr-10837-1991)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/98fd1c97-688e-4830-b9e2-
e409c14e2da7/iso-tr-10837-1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/98fd1c97-688e-4830-b9e2-e409c14e2da7/iso-tr-10837-1991)



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales, mais, exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

- type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2, lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou lorsque, pour toute autre raison, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;
- type 3, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 10837, rapport technique du type 2, a été élaboré par le comité technique ISO/TC 138, *Tubes, raccords et robinetterie en matières plastiques pour le transport des fluides*.

Lors de la 23^e réunion de ce qui est alors l'ISO/TC 138/WG 4, *Tubes et raccords en matières plastiques pour réseaux de distribution de combustibles gazeux*, qui s'est tenue à Oslo, Norvège, le 21 mai 1979, il a

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

été décidé de créer un groupe chargé d'étudier la stabilité thermique des plastiques. Ce groupe a été chargé des tâches suivantes:

- a) Faire le point des informations disponibles sur la détermination de la teneur en antioxydants du polyéthylène dans le cadre de l'analyse de la stabilité thermique, afin de définir une méthode d'essai adaptée, susceptible de figurer dans les spécifications applicables aux tubes et raccords en polyéthylène pour la distribution du gaz.
- b) Dans le cas où il serait impossible de parvenir à l'objectif défini au point a), établir un rapport pour permettre au groupe de travail 5 (WG 5) d'avancer ses travaux aussi rapidement que possible.
- c) Établir un rapport sur les résultats obtenus et le soumettre au groupe de travail 4 (WG 4).

Dans la période comprise entre 1979 et 1983, sept réunions du groupe d'étude (task group) ont eu lieu. Lors de la première réunion, des propositions ont été faites au groupe de travail 4, mais elles ont été rejetées. Le groupe d'étude a été dans l'impossibilité de se mettre d'accord sur d'autres propositions, en dépit du programme d'essais important mené en collaboration avec onze laboratoires.

Il est évident qu'il est impossible à l'heure actuelle de s'entendre sur des spécifications, et c'est pourquoi le présent Rapport technique a été établi, conformément à l'article G.6 des Directives ISO/CEI.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TR 10837:1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/98fd1c97-688e-4830-b9e2-e409c14e2da7/iso-tr-10837-1991)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/98fd1c97-688e-4830-b9e2-e409c14e2da7/iso-tr-10837-1991>

Introduction

0.1 Généralité

Les tuyaux et raccords en polyéthylène sont conçus pour être assemblés par fusion, à des températures pouvant excéder 200 °C. Pour empêcher la dégradation des polymères des tubes et raccords, lors de la fusion, il est nécessaire d'incorporer des stabilisants, qui confèrent à ces polymères une stabilité thermique.

La mesure de la stabilité thermique d'un polymère peut être obtenue soit en déterminant la température d'induction de l'oxydant, soit en mesurant le temps d'induction de l'oxydant à une température donnée. Ces déterminations sont généralement effectuées dans de l'oxygène ou de l'air.

Le groupe d'étude (voir l'avant-propos) a convenu que le mesurage du temps d'induction à l'oxydation devait être la méthode à suivre, car elle présentait une plus grande précision. Il a donc élaboré une méthode d'essai standard pour le mesurage de la stabilité thermique en se référant au temps d'induction à l'oxydation.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/98fd1c97-688e-4830-b9e2-e409c14e2da7/iso-tr-10837-1991>

0.2 Problème technique fondamental

L'étude des polyéthylènes utilisés pour la fabrication des tubes et raccords pour la distribution du gaz et capables de répondre aux exigences des spécifications nationales relatives aux tubes et raccords, a fait apparaître un problème, qui explique l'impossibilité du groupe d'étude à parvenir à un accord sur les propositions à soumettre à la sous-commission.

Lorsqu'on mesure la stabilité thermique des polymères en déterminant le temps d'induction à l'oxydation à une température de 200 °C ou 210 °C, on identifie deux niveaux de stabilité différents, qui sont dus à l'utilisation de deux systèmes de stabilisants divers.

Il a donc été impossible de s'entendre sur des spécifications applicables aux polymères utilisés dans ce domaine d'application, et donc de garantir dans tous les cas une stabilité thermique suffisante pour permettre l'assemblage par fusion des tubes et raccords.

Le problème rencontré par le groupe d'étude est illustré à la figure 0.1.

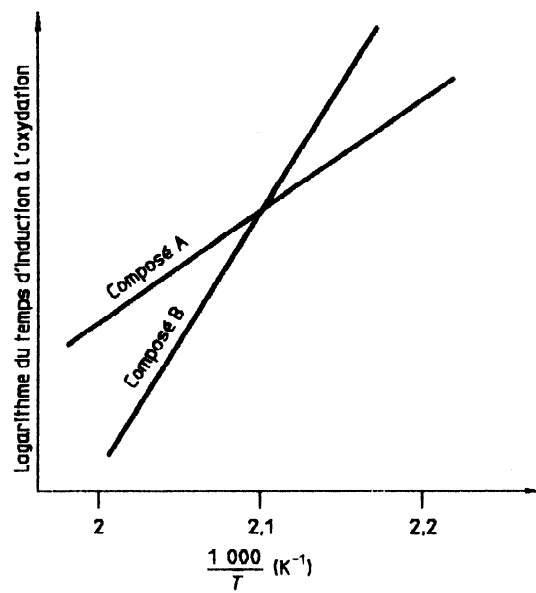


Figure 0.1 — Oxydation de deux systèmes de stabilisants

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 10837:1991](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/98fd1c97-688e-4830-b9e2-e409c14e2da7/iso-tr-10837-1991>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TR 10837:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/98fd1c97-688e-4830-b9e2-e409c14e2da7/iso-tr-10837-1991>

Détermination de la stabilité thermique du polyéthylène (PE) destiné à être utilisé dans les tubes et raccords pour la distribution du gaz

AVERTISSEMENT — Le présent Rapport technique peut porter sur des matériaux, des opérations et des équipements dangereux. Il n'a pas la prétention de répertorier tous les problèmes de sécurité afférents à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur du présent Rapport technique de mettre au point des méthodes appropriées en matière de sécurité et de santé et de déterminer l'applicabilité des limites imposées avant son utilisation.

1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique prescrit une méthode pour mesurer la stabilité thermique à l'oxydation des polyéthylènes pour tubes et raccords, dans de l'oxygène, à des températures de traitement et de soudure typiques. Elle peut servir à mesurer la stabilité des matières brutes ou des produits finis et elle indique les performances d'un polymère ou d'un antioxydant.

Les températures d'essai recommandées de 200 °C et 210 °C conviennent pour des matériaux stabilisés, adaptés à la fabrication de tubes et raccords.

La stabilité thermique mesurée avec cette méthode dépend de la masse et de la taille des éprouvettes.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour le présent Rapport technique. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur le présent Rapport technique sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 293:1986, *Plastiques — Moulage par compression des éprouvettes en matières thermoplastiques.*

3 Principe

Mesure du temps pendant lequel l'antioxydant contenu dans l'éprouvette d'essai empêche l'oxydation lorsque cette éprouvette est maintenue, de manière isotherme, à 200 °C (ou 210 °C), dans un flux d'oxygène.

Les progrès de l'oxydation sont analysés en mesurant la différence de température entre l'éprouvette et les chambres de référence d'un analyseur thermique et en enregistrant cette différence par rapport au temps écoulé. La stabilité thermique est ensuite déterminée à partir de cet enregistrement.

4 Appareillage et matériaux

4.1 Analyseur thermique différentiel ou calorimètre d'analyse différentiel, capable

- d'enregistrer la différence de température ou le flux d'énergie entre l'éprouvette et les chambres de référence, par rapport au temps écoulé;
- de maintenir durant l'essai la température dans des limites de $\pm 0,5$ °C;
- d'exposer l'éprouvette à un flux d'oxygène de $50 \text{ cm}^3/\text{min} \pm 10 \%$;

- d) de programmer la température des éprouvettes dans une plage comprise entre 150 °C et 250 °C, avec une élévation de 1 °C/min ou moins;
- e) de programmer la montée en température de l'éprouvette, à partir de la température ambiante jusqu'à la température d'essai, à un taux de 20 °C ± 1 °C;
- f) d'enregistrer de manière continue la température de l'éprouvette avec une résolution de 0,1 °C. Si cela est impossible, la disposition figurant en 4.2 s'applique.

4.2 Appareil de mesure de la température, capable de contrôler continuellement la température de l'éprouvette avec une résolution de 0,1 °C.

Un voltmètre numérique à haute impédance, d'une résolution de 1 µV, a été jugé adapté. Il est connecté au thermocouple de référence ainsi qu'à la soudure froide ou au compensateur de soudure froide de l'analyseur thermique.

4.3 Balance analytique, capable de peser une éprouvette de 15 mg ± 0,5 mg, avec une précision de 0,1 mg.

4.4 Sources d'oxygène et d'azote de grande pureté, pouvant être raccordées de manière à délivrer alternativement un flux gazeux. Le dispositif de commutation du flux doit être suffisamment proche de la cellule de l'analyseur thermique différentiel ou du calorimètre d'analyse différentiel de manière à permettre un changement complet de l'atmosphère 1 min après que la commutation ait été réalisée.

Il n'est pas nécessaire de prévoir un dispositif de purification sur les alimentations en gaz comprimé.

4.5 Dispositif de mesure du flux de gaz.

Un rotamètre peut convenir, mais son étalonnage doit être contrôlé par rapport à un dispositif à déplacement positif.

4.6 Métaux de référence de grande pureté.

Indium: Point de fusion 156,6 °C ± 0,5 °C

Étain: Point de fusion 231,9 °C ± 0,5 °C

5 Préparation des éprouvettes d'essai

5.1 Éprouvettes d'essai des tubes et raccords

La position de l'éprouvette d'essai est définie dans la norme applicable au produit.

- a) Scier un anneau de 2 cm à 3 cm dans le tube ou le raccord à analyser.

- b) Découper un morceau de 2 cm dans cet anneau.
- c) Placer le morceau dans un étau et prélever un échantillon cylindrique traversant le morceau, en choisissant un diamètre à peine inférieur au diamètre intérieur des cuvettes de l'analyseur thermique.

- d) Utiliser un scalpel pour découper une éprouvette d'essai dans le cylindre, de manière à obtenir une épaisseur appropriée qui donne une éprouvette d'un poids de 15 mg ± 0,5 mg.

L'éprouvette d'essai doit permettre le mesurage de la stabilité thermique à tous les points de l'épaisseur de paroi.

- e) Manipuler l'éprouvette avec précaution et ne pas l'exposer à la lumière directe du soleil.

NOTE 1 Un alésoir, monté sur une perceuse électrique, constitue un dispositif adapté pour prélever un échantillon traversant, directement à partir du tube ou du raccord. Il convient de veiller à ne pas surchauffer l'éprouvette.

5.2 Éprouvettes d'essai pour les matériaux bruts sous forme de feuilles moulées

- a) Préparer une plaque moulée par injection conformément à l'ISO 293. Limiter le chauffage à 2 min, à 150 °C ± 3 °C.

- b) Découper un échantillon cylindrique de diamètre à peine inférieur au diamètre intérieur de l'éprouvette.

- c) En se servant d'un scalpel, découper une éprouvette dans le cylindre de manière à obtenir un poids de 15 mg ± 0,5 mg.

6 Mode opératoire

6.1 Étalonnage

Régler le flux d'oxygène à 50 cm³/min ± 10 %. Celui-ci doit balayer l'éprouvette et les chambres de référence de l'appareillage, à une température inférieure de 10 °C au point de fusion de l'indium ou de l'étain.

Chauffer 2 mg d'indium ou d'étain dans une cuvette d'aluminium scellée, en utilisant comme référence une cuvette d'aluminium vide, à une vitesse ne dépassant pas 1 °C/min jusqu'à enregistrement de l'endotherme de fusion. Si l'appareil ne réalise pas automatiquement cette opération, il faut relever la température dans la région de l'endotherme, à des intervalles suffisants pour être en mesure de déterminer le point de fusion avec une précision de ± 0,1 °C. Déterminer le point de fusion de l'indium et de l'étain.

Le point de fusion du métal est donné par l'intersection du prolongement de la ligne de base et du prolongement de la tangente à la première pente de l'endotherme (voir figure 1).

Régler l'appareil de manière à ce que les points de fusion de l'indium et de l'étain soient situés à $156,6 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$ et $231,9 \text{ °C} \pm 0,5 \text{ °C}$.

6.2 Étalonnage du temps

En se servant d'un chronomètre, vérifier que le stylet enregistreur se déplace bien sur l'axe des abscisses à la vitesse sélectionnée.

6.3 Mesurage du temps d'induction à l'oxydation

Régler le flux d'azote traversant la cellule de l'analyseur thermique différentiel ou du calorimètre d'analyse différentiel à $50 \text{ cm}^3/\text{min} \pm 10 \%$. Vérifier que, lorsqu'on réalise la commutation sur le flux d'oxygène, le flux de gaz continue bien à s'écouler

à raison de $50 \text{ cm}^3/\text{min} \pm 10 \%$ et qu'on revient bien ensuite à un débit d'azote de $50 \text{ cm}^3/\text{min} \pm 10 \%$.

Placer dans la cellule une éprouvette cylindrique de polyéthylène de $15 \text{ mg} \pm 0,5 \text{ mg}$ disposée dans une cuvette d'aluminium ouverte ainsi qu'une cuvette d'aluminium vide de référence. Régler les instruments de manière à ce qu'ils fonctionnent de manière isotherme à $200 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$ (ou $210 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$), en élevant la température à une vitesse de $20 \text{ °C}/\text{min}$. Laisser la température se stabiliser. Corriger la tension de chauffage de manière à porter l'éprouvette à une température de $200 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$ (ou $210 \text{ °C} \pm 0,1 \text{ °C}$). Enregistrer au moyen du thermographe la différence de température par rapport au temps.

Lorsqu'on a des conditions stables dans l'azote, se commuter au bout de 5 min sur l'alimentation en oxygène et relever les points fournis par le thermographe. Il convient de purger la cellule dans un intervalle de 1 min.

Continuer à faire fonctionner le thermographe jusqu'à ce qu'on parvienne à l'exotherme d'oxydation et qu'on atteigne la valeur maximale.

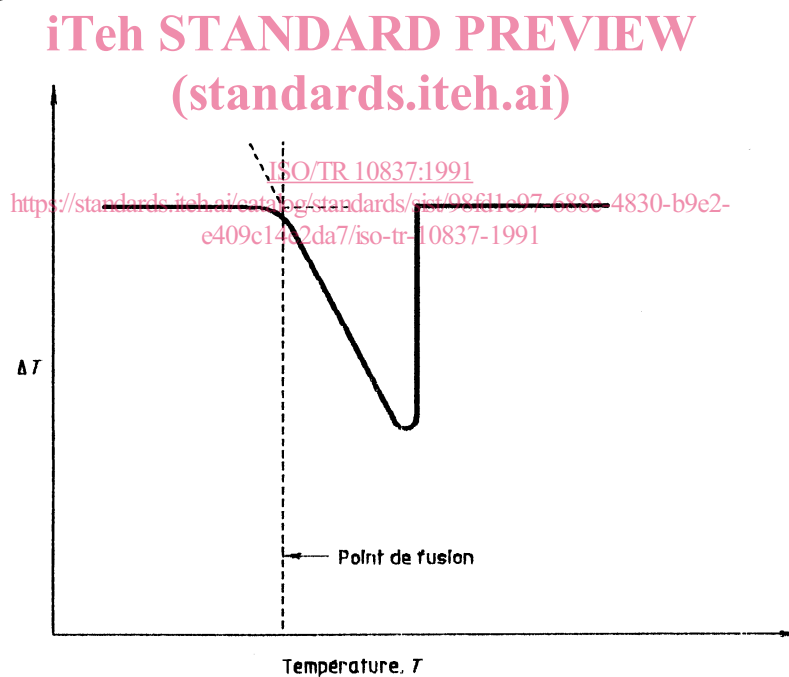


Figure 1 — Courbe d'étalonnage typique