

---

---

**Méthode d'estimation de la dispersion des pigments dans les tubes, les raccords et les compositions à base de polyoléfin**

*Method for the assessment of the degree of pigment dispersion in polyolefin pipes, fittings and compounds*

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

ISO 13949:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/706f780e-471f-40fb-9cc8-73d9688a77dc/iso-13949-1997>



## 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 13949 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 138, *Tubes, raccords et robinetterie en matières plastiques pour le transport des fluides*, sous-comité SC 5, *Propriétés générales des tubes, raccords et robinetteries en matières plastiques et leurs accessoires — Méthodes d'essais et spécifications de base*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes C et D sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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  
Internet central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

# Méthode d'estimation de la dispersion des pigments dans les tubes, les raccords et les compositions à base de polyoléfines

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode comportant deux modes opératoires d'estimation de la taille des particules et des agglomérats de pigment et de leur dispersion dans les tubes, les raccords et les compositions à base de polyoléfines.

Cette méthode est applicable aux tubes et aux raccords à base de polyoléfines, ainsi qu'à la matière première sous forme de granulés. Le choix du mode opératoire est défini par la spécification concernée.

NOTE — La présente méthode, similaire à celle utilisée pour le noir de carbone (c'est-à-dire celle faisant l'objet de l'ISO 11420:1996, *Méthode d'estimation de la dispersion du noir de carbone dans les tubes, les raccords et les compositions à base de polyoléfines*) peut s'appliquer à d'autres produits à base de polyoléfines tels que les films et les revêtements de câble.

(standards.iteh.ai)

## 2 Principe

ISO 13949:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/706f780e-471f-40fb-9cc8->

Des petits échantillons de matière sont prélevés dans un tube, dans un raccord ou dans le granulé de matière première, puis écrasés entre des lames de verre pour microscope. Comme alternative, il est possible de découper des pellicules au microtome.

Les éprouvettes obtenues sont examinées au microscope; la taille des particules et des agglomérats est mesurée, notée et classée en comparaison avec un système de notation mis sous forme d'un tableau (voir tableau A.1).

La note relative à la taille des particules et des agglomérats est obtenue à partir de la moyenne des notes obtenues sur six échantillons. L'estimation de la dispersion est déterminée par comparaison avec des microphotographies (voir l'annexe B).

## 3 Appareillage

### 3.1 Appareillage spécifique au mode opératoire par compression (voir 3.3 et 4.1.1)

**3.1.1 Four ou plaque chauffante ou dispositif chauffant thermorégulé**, pouvant donner des températures comprises entre 150 °C et 210 °C.

**3.1.2 Lames de verre porte-objet pour microscope** (une épaisseur de 1 mm convient).

**3.1.3 Presse, poids ou pinces à ressort**, pour exercer la pression.

### 3.2 Appareillage spécifique au mode opératoire au microtome (voir 3.3 et 4.1.2)

**3.2.1 Microtome**, permettant d'obtenir des pellicules de l'épaisseur spécifiée (voir 4.1.2).

### 3.3 Appareillage commun aux deux modes opératoires

**3.3.1 Microscope**, capable de donner un grossissement d'au moins  $\times 100$ , équipé d'un chariot à déplacement orthogonal, d'une mire micrométrique pour mesurer la taille des agglomérats et des particules, ainsi que d'un éclairage convenable, afin d'éviter les effets d'optique.

**3.3.2 Scalpel**, pour le découpage des éprouvettes.

## 4 Mode opératoire

### 4.1 Préparation des éprouvettes

#### 4.1.1 Mode opératoire par compression

**4.1.1.1** À l'aide d'un scalpel (3.3.2) découper six éprouvettes, de masse respective supérieure à 60 mg, dans différentes parties du produit à analyser (voir les notes 1, 2 et 3). Placer les six éprouvettes sur une ou plusieurs lame(s) de verre porte-objet (3.1.2) propre(s), de telle sorte qu'elles soient à peu près équidistantes les unes des autres et des bords de la lame (voir la note 3). Recouvrir avec une ou plusieurs autre(s) lame(s) de verre porte-objet propre(s) (voir la note 5).

Si un four (3.1.1) est utilisé, serrer les deux lames de verre l'une contre l'autre avec les pinces à ressort (3.1.3).

Il est possible de comprimer directement les éprouvettes si les plateaux de la presse (3.1.3) sont propres et lisses. Placer le film ainsi obtenu entre deux lames de verre porte-objet au moins.

#### NOTES

- 1 Il convient de signaler qu'il est difficile d'examiner au microscope des éprouvettes trop épaisses.
- 2 Les éprouvettes sont, de préférence, découpées suivant plusieurs axes du produit.
- 3 Il est recommandé d'effectuer le découpage des éprouvettes sur une surface propre afin de réduire au minimum les risques de contamination extérieure.
- 4 L'adhérence des éprouvettes peut être améliorée en chauffant les lames de verre.
- 5 Des cales métalliques ou de toute autre matière, peuvent être utilisées pour être sûr de l'uniformité de l'épaisseur. Avec la masse et l'épaisseur données, le film obtenu a une largeur comprise entre 3 mm et 5 mm (voir la note 1).

**4.1.1.2** Placer les lames, maintenues serrées, dans le four thermostaté (3.1.1) à une température comprise entre 150 °C et 210 °C et les laisser, pendant au moins 10 min, jusqu'à ce que chaque éprouvette soit comprimée à l'épaisseur requise, supérieure à 60  $\mu\text{m}$  (voir la note 1 en 4.1.1.1).

Retirer l'ensemble du four et, lorsqu'il est suffisamment refroidi pour être manipulé, ôter les pinces.

**4.1.1.3** Une alternative consiste à placer les lames de verre sur une plaque chauffante ou tout autre dispositif chauffant (3.1.1) à une température comprise entre 150 °C et 210 °C, et appliquer la pression à l'aide d'une presse ou d'un poids suffisant pour obtenir des films d'une épaisseur constante.

Laisser refroidir avant d'enlever les lames de verre en vue de l'examen microscopique (voir 4.2).

NOTE — Il est possible que certains pigments soient plus visibles en lumière polarisée ou avec une lumière d'une intensité différente.

#### 4.1.2 Mode opératoire au microtome

À l'aide d'un scalpel (3.3.2), découper six échantillons en différentes parties du produit (voir la note 2), afin d'obtenir des films d'une épaisseur supérieure à 60  $\mu\text{m}$  et de 3 mm à 5 mm environ de largeur (voir la note 1).

## 4.2 Examen au microscope

Examiner les particules et les agglomérats de chacune des six éprouvettes, par transparence, à l'aide du microscope (3.3.1) avec un grossissement d'au moins  $\times 100$ .

Examiner les agglomérats de chaque éprouvette et vérifier qu'il s'agit bien de pigments en faisant varier l'intensité de la lumière, et en opérant, si possible, par transparence et par réflexion de la lumière. Mesurer et noter la plus grande dimension de chaque particule et de chaque agglomérat en négligeant ceux inférieurs à  $5\ \mu\text{m}$ . Les classer suivant les classes de dimensions données dans le tableau A.1.

Comparer chaque éprouvette avec les microphotographies de l'annexe B, dont le grossissement est de  $\times 70$ , pour ce qui concerne l'uniformité du fond, et, en tenant compte des marbrures et des stries.

## 5 Expression des résultats

### 5.1 Notation des particules et des agglomérats

Déterminer pour chaque éprouvette la valeur la plus élevée en utilisant le tableau A.1. Calculer la moyenne arithmétique des six valeurs obtenues et exprimer le résultat avec une seule décimale, arrondie à sa valeur supérieure (voir les exemples de l'annexe C).

### 5.2 Évaluation du fond

Exprimer l'uniformité du fond en retenant, pour chaque éprouvette, la valeur la plus élevée obtenue en comparaison avec les microphotographies (voir l'annexe B). Noter la valeur dominante de l'ensemble.

NOTE — Bien que les deux modes opératoires soient applicables, celui au microtome est préféré pour l'évaluation du fond.

## 6 Rapport d'essai <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/706f780e-471f-40fb-9cc8-73d9688a77dc/iso-13949-1997>

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) tous les détails nécessaires pour l'identification complète de la matière ou du produit examiné en incluant le type d'échantillon, la couleur des pigments, son origine, le numéro de code du fabricant et son historique;
- b) la référence à la présente Norme internationale;
- c) la méthode de préparation des éprouvettes (c'est-à-dire par compression ou avec un microtome), et leur épaisseur;
- d) la note moyenne des agglomérats et les notes individuelles de chaque film, selon 5.1;
- e) la valeur dominante de l'uniformité du fond et les notes individuelles de chaque éprouvette selon 5.2;
- f) tout écart par rapport à la méthode d'essai ou les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats;
- g) la date de l'essai.

## Annexe A (normative)

### Tableau de notation des agglomérats

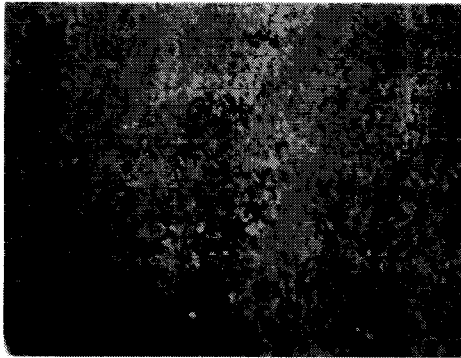
Tableau A.1 — Notes basées sur les dimensions les plus grandes des particules et des agglomérats

Note	Classes de dimensions $\mu\text{m}$														
	5 à 10	11 à 20	21 à 30	31 à 40	41 à 50	51 à 60	61 à 70	71 à 80	81 à 90	91 à 100	101 à 110	111 à 120	121 à 130	131 à 140	141 à 150
Nombre de particules et agglomérats															
0	0														
0,5	1	0													
1	$\leq 3+1$		0												
1,5	$\leq 6+ \leq 3+1$			0											
2	$\leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$				0										
2,5	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$					0									
3	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$						0								
3,5	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$							0							
4	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$								0						
4,5	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$									0					
5	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$										0				
5,5	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$											0			
6	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$												0		
6,5	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$													0	
7	$> 12+ \leq 12+ \leq 6+ \leq 3+1$														0

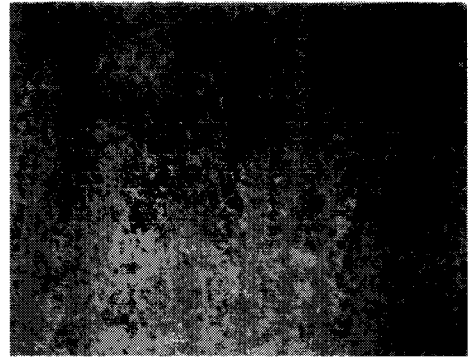
NOTE — 7  $\mu\text{m}$  correspond à 0,7 mm sous un grossissement de  $\times 100$ ; de même 60  $\mu\text{m}$  correspond à 6 mm sous un grossissement de  $\times 100$ .

### Annexe B (normative)

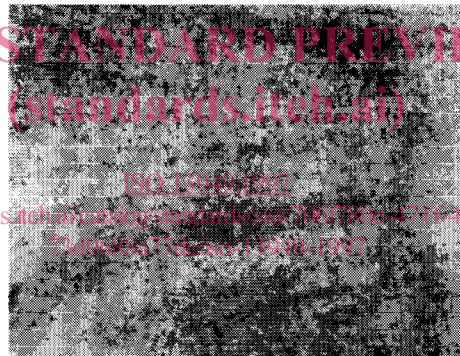
#### Microphotographies pour l'estimation de la dispersion



A 1



A 2



A 3



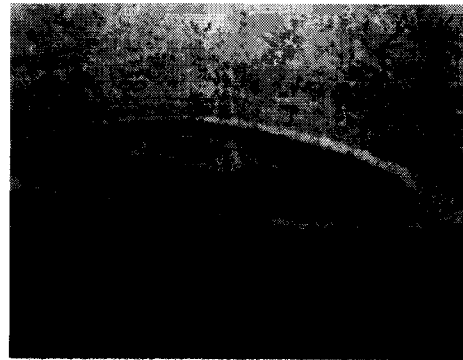
B 1



B 2



C 1



C 2



D 1



D 2

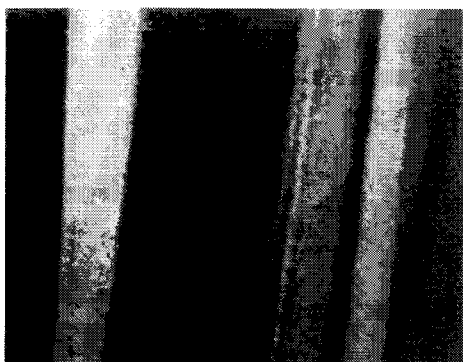
iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 13949:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/706f780e-471f-40fb-9cc8-73d9688a77dc/iso-13949-1997>



E 1



E 2



## Annexe C (informative)

### Exemples de notation des particules et des agglomérats

#### C.1 Exemple 1

**Tableau C.1 — Nombre de particules et agglomérats, classés selon leur taille, dans chacune des six éprouvettes et la note obtenue**

Éprouvette	Classes de dimensions $\mu\text{m}$							Note obtenue par chaque éprouvette
	5 à 10	11 à 20	21 à 30	31 à 40	41 à 50	51 à 60	61 à 70	
	Nombre de particules et agglomérats							
1	3		2	1				2
2	3		5	1				2,5
3		14	2	1				3
4	3		2	2				2,5
5	3		2	4				3
6	3	12	5	7				3,5

iTeh STANDARD PREVIEW

Moyenne arithmétique des six notes obtenues:

$$(2 + 2,5 + 3 + 2,5 + 3 + 3,5)/6 = 2,75$$

Résultat: 2,8 (voir 5.1).

ISO 13949:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/706f780e-471f-40fb-9cc8-73d9688a77dc/iso-13949-1997>

#### C.2 Exemple 2

**Tableau C.2 — Nombre de particules et agglomérats, classés selon leur taille, dans chacune des six éprouvettes et la note obtenue**

Éprouvette	Classes de dimensions $\mu\text{m}$						Note obtenue pour chaque éprouvette
	5 à 10	11 à 20	21 à 30	31 à 40	41 à 50	51 à 60	
	Nombre de particules et agglomérats						
1	7	3	9	3		1	3
2	7	3	9	3			3
3	7	3	5	3			2,5
4	19	5		1			2,5
5	19	5			2		3
6						1	3

Moyenne arithmétique des six notes obtenues:

$$(3 + 3 + 2,5 + 2,5 + 3 + 3)/6 = 2,833\ 3$$

Résultat: 2,9 (voir 5.1).