

---

---

**Méthode d'estimation de la dispersion du pigment et du noir de carbone dans les tubes, raccords et compositions à base de polyoléfines**

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 18553:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 18553:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002>

© ISO 2002

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Principe</b> .....	1
3 <b>Appareillage</b> .....	1
4 <b>Mode opératoire</b> .....	2
5 <b>Expression des résultats</b> .....	3
6 <b>Rapport d'essai</b> .....	3
<b>Annexe A</b> (normative) <b>Tableau de notation des particules et des agglomérats</b> .....	4
<b>Annexe B</b> (normative) <b>Microphotographies pour l'estimation du fond de la dispersion</b> .....	5
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Exemples de notation des particules et des agglomérats</b> .....	8
<b>Annexe D</b> (informative) <b>Spécification de base</b> .....	9

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

[ISO 18553:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

L'ISO 18553 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'essai et spécifications de base*.

La présente Norme internationale annule et remplace 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*, et l'ISO 13949:1997, *Méthode d'estimation de la dispersion des pigments dans les tubes, les raccords et les compositions à base de polyoléfines*, qui ont été assemblées en un seul document.

Les annexes A et B constituent des éléments normatifs de la présente Norme internationale. Les annexes C et D sont données uniquement à titre d'information.

## Introduction

Les produits thermoplastiques fabriqués pour les systèmes de canalisations sont normalement colorés. De fines particules de noir de carbone ou des pigments colorés sont habituellement utilisés. Ceux-ci sont généralement incorporés à la matière première avant l'extrusion du tube ou le moulage par injection des raccords. Cette coloration permet l'identification de la canalisation qui est en service et, dans le cas du noir de carbone, elle protège le polymère des dégradations dues à la lumière ultraviolette lorsque les produits sont stockés ou utilisés à l'extérieur. Il est important que les particules de noir de carbone ou du pigment soient correctement dispersées dans le polymère, et par conséquent dans le produit final, de sorte que les propriétés physiques, mécaniques et de protection de surface soient maintenues. Une bonne dispersion peut aussi indiquer que les antioxydants et les stabilisants ultraviolets sont correctement dispersés, et que la taille des agglomérats des particules n'est pas excessive.

Cette méthode présente des modes opératoires pour estimer la dispersion par la mesure physique de la taille des particules dispersées et par la distribution arithmétique de la taille des particules. Elle présente également des photographies destinées à la comparaison à des images microscopiques d'échantillons prélevés sur la composition de base ou sur les produits, afin de juger subjectivement si la dispersion du noir de carbone ou du pigment est acceptable.

Une limite recommandée de la note relative à la dimension des particules et agglomérats, ainsi qu'une liste des photographies de l'annexe B pour le taux acceptable du fond, sont données dans l'annexe D.

Il est à noter que cette méthode remplace et regroupe les méthodes d'essai relatives à l'estimation de la dispersion du noir de carbone et des pigments, publiées antérieurement de manière individuelle (voir avant-propos).

[ISO 18553:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002>

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

ISO 18553:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932-dacc24161e07/iso-18553-2002>

# Méthode d'estimation de la dispersion du pigment et du noir de carbone dans les tubes, raccords et 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 noir de carbone 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 étant défini par la spécification concernée.

Cette méthode est applicable aux tubes, raccords et compositions à base de polyoléfines pigmentés au noir de carbone dont la teneur est inférieure à 3 %.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 2 Principe

Des petits échantillons de matière sont prélevés dans un tube, dans un raccord ou dans le granulé de matière première, puis chauffés et 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 annexe B), si exigée.

## 3 Appareillage

### 3.1 Généralités

**3.1.1 Microscope**, à même de donner un grossissement approprié, voir 4.2 et 5.2, 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.

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

### 3.2 Appareillage spécifique au mode opératoire par compression (voir 4.1.1)

**3.2.1 Four ou plaque chauffante ou dispositif chauffant thermorégulé**, à même de donner des températures comprises entre 150 °C et 210 °C.

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

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

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

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

## 4 Mode opératoire

### 4.1 Préparation des éprouvettes

Deux méthodes de préparation des éprouvettes sont décrites: le mode opératoire par compression et le mode opératoire au microtome.

#### 4.1.1 Mode opératoire par compression

4.1.1.1 À l'aide d'un scalpel (3.2.2), découper six éprouvettes ayant chacune une masse de  $0,6 \text{ mg} \pm 0,2 \text{ mg}$  pour l'estimation de la dispersion des pigments, ou une masse de  $0,20 \text{ mg} \pm 0,10 \text{ mg}$  pour l'estimation de la dispersion du noir de carbone, dans différentes parties du produit à analyser (voir notes 1, 2 et 3). Placer les six éprouvettes sur une ou plusieurs lames de verre porte-objet (3.1.2) propres, de sorte qu'elles soient à peu près équidistantes les unes des autres et des bords de la lame (voir note 4). Recouvrir avec une ou plusieurs autres lames de verre porte-objet propres (voir note 5).

NOTE 1 Il convient de signaler qu'il est difficile d'examiner au microscope des éprouvettes trop épaisses.

NOTE 2 Les éprouvettes sont, de préférence, découpées suivant plusieurs axes du produit.

NOTE 3 Il est recommandé d'effectuer le découpage des éprouvettes sur une surface propre afin de réduire au minimum les risques de contamination extérieure.

NOTE 4 L'adhérence des éprouvettes peut être améliorée en chauffant les lames de verre, en utilisant une goutte d'huile de bain d'immersion ou de baume du Canada.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2adc239-5a24-4781-b932->

NOTE 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 de l'éprouvette, la largeur du film obtenu est au moins de 4 mm (voir note 2).

4.1.1.2 Si un four (voir 3.2.1) est utilisé, serrer les deux lames de verre l'une contre l'autre avec les pinces à ressort (voir 3.2.3). Placer les lames de verre, maintenues serrées, dans le four thermorégulé (voir 3.2.1), par exemple à une température comprise entre  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $210 \text{ }^\circ\text{C}$  et les laisser, pendant au moins 10 min, jusqu'à ce que chaque éprouvette soit comprimée à l'épaisseur d'un film d'au moins  $60 \text{ } \mu\text{m} \pm 20 \text{ } \mu\text{m}$  pour l'estimation de la dispersion des pigments, ou d'au moins  $20 \text{ } \mu\text{m} \pm 10 \text{ } \mu\text{m}$  pour l'estimation de la dispersion du noir de carbone (voir note 1 en 4.1.1.1).

Sortir du four les lames de verre, et lorsqu'elles sont suffisamment refroidies pour être manipulées, 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 (voir 3.2.1) à une température comprise entre  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $210 \text{ }^\circ\text{C}$ , et à appliquer la pression à l'aide d'une presse ou d'un poids suffisant pour obtenir des films d'une épaisseur constante selon 4.1.1.2.

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

#### 4.1.2 Mode opératoire au microtome

Découper six échantillons en différentes parties du produit (voir note 2 en 4.1.1.1), afin d'obtenir des films de  $60 \text{ } \mu\text{m} \pm 20 \text{ } \mu\text{m}$  d'épaisseur pour l'estimation de la dispersion des pigments, ou d'une épaisseur de  $20 \text{ } \mu\text{m} \pm 10 \text{ } \mu\text{m}$  pour l'estimation de la dispersion du noir de carbone, et de 4 mm au moins de largeur dans une direction quelconque (voir note 1 en 4.1.1.1).



Placer les six éprouvettes sur une ou plusieurs lames de verre (3.1.2) propres, de sorte qu'elles soient à peu près équidistantes les unes des autres et des bords de la lame (voir note 4 en 4.1.1.1). Recouvrir avec une ou plusieurs autres lames de verre propres.

## 4.2 Examen au microscope

### 4.2.1 Examen en vue de l'estimation de la dispersion

Examiner les particules et les agglomérats de chacune des six éprouvettes, par transparence, à l'aide du microscope (3.1.1) avec un grossissement d'au moins  $\times 100$  (voir note).

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.

NOTE Certains pigments peuvent être plus visibles en lumière polarisée ou avec une lumière d'une intensité différente. Si possible, vérifier que les agglomérats sont bien des pigments, en faisant varier l'intensité de la lumière et en utilisant différentes sources de lumière par exemple transmise, réfléchie ou polarisée.

### 4.2.2 Examen en vue de l'évaluation du fond

Si une évaluation du fond est requise, examiner chacune des éprouvettes au microscope (3.1.1) par transparence avec un grossissement  $\times 70$ . Noter le fond de chaque éprouvette par comparaison avec les microphotographies (voir annexe B).

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

## 5 Expression des résultats

### 5.1 Notation des particules et des agglomérats

ISO 18553:2002

En utilisant le Tableau A.1, déterminer pour chaque éprouvette la valeur la plus élevée de la taille des particules et des agglomérats. Calculer la moyenne arithmétique des six valeurs obtenues, et exprimer le résultat avec une seule décimale, arrondie à la valeur supérieure (voir les exemples donnés dans l'annexe C).

### 5.2 Évaluation du fond

Noter le fond de chaque éprouvette et la valeur dominante du jeu d'éprouvettes.

## 6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) tous les détails nécessaires pour l'identification complète de la matière ou du produit soumis à essai, y compris le type d'échantillon, son origine, le numéro de code du fabricant et l'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 du jeu d'éprouvettes et les notes individuelles de chaque éprouvette, conformément à 5.1;
- e) au besoin, la valeur dominante de l'uniformité du fond du jeu d'éprouvettes et les notes individuelles de chaque éprouvette, conformément à 5.2;
- f) tout écart par rapport à la méthode d'essai, et tout incident éventuel susceptibles d'avoir agi sur les résultats;
- g) la date de l'essai.