

---

---

**Pigments et matières de charge —  
Méthodes de dispersion et évaluation  
de l'aptitude à la dispersion dans les  
plastiques —**

Partie 3:

**Détermination des propriétés  
colorimétriques et de la facilité de  
dispersion des pigments noirs et  
colorés dans le polyéthylène par  
calandrage sur bécylindre**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/23900-3/2015-05-01/iso-23900-3-2015>

*Pigments and extenders — Methods of dispersion and assessment of  
dispersibility in plastics —*

*Part 3: Determination of colouristic properties and ease of dispersion  
of black and colour pigments in polyethylene by two-roll milling*

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

ISO 23900-3:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c726006-1436-408a-8990-b3c48f40b2c0/iso-23900-3-2015>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Matériaux</b> .....	<b>2</b>
5.1    Matériaux utilisés dans le cadre de la méthode A.....	2
5.1.1    Milieu d'essai.....	2
5.1.2    Pigment de dioxyde de titane.....	2
5.2    Matériaux utilisés dans le cadre de la méthode B.....	2
5.2.1    Milieu d'essai.....	2
5.2.2    Pigment de dioxyde de titane.....	2
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Contrôle des propriétés colorimétriques dans une réduction avec une base blanche.....	3
8.1.1    Préparation des mélanges.....	3
8.1.2    Calandrage sur bicylindre.....	4
8.1.3    Mise sous presse.....	4
8.1.4    Mesurage photométrique.....	4
8.2    Contrôle de la facilité de dispersion.....	4
8.2.1    Préparation des échantillons pour essai.....	4
8.2.2    Mise sous presse et mesurage photométrique.....	5
<b>9</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>5</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>5</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>7</b>

## 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](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est appelée 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](http://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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/foreword.html](http://www.iso.org/iso/fr/foreword.html).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 256, *Pigments, colorants et matières de charge*.

L'ISO 23900 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Pigments et matières de charge — Méthodes de dispersion et évaluation de l'aptitude à la dispersion dans les plastiques*:

- *Partie 1: Généralités*
- *Partie 2: Détermination des propriétés colorimétriques et de la facilité de dispersion dans le polychlorure de vinyle plastifié par calandrage sur bicylindre*
- *Partie 3: Détermination des propriétés colorimétriques et de la facilité de dispersion des pigments noirs et colorés dans le polyéthylène par calandrage sur bicylindre*
- *Partie 4: Détermination des propriétés colorimétriques et de la facilité de dispersion des pigments blancs dans le polyéthylène par calandrage sur bicylindre*
- *Partie 5: Détermination de la valeur de pression du filtre lors d'un essai*
- *Partie 6: Détermination par essai de film*

# Pigments et matières de charge — Méthodes de dispersion et évaluation de l'aptitude à la dispersion dans les plastiques —

## Partie 3:

# Détermination des propriétés colorimétriques et de la facilité de dispersion des pigments noirs et colorés dans le polyéthylène par calandrage sur bicylindre

## 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 23900 spécifie une méthode permettant de déterminer dans le polyéthylène (PE) les propriétés colorimétriques d'un pigment d'essai par rapport à un étalon, ainsi que la facilité de dispersion  $DH_{PE}$  des pigments à partir des différences d'intensité de couleur lorsque des matières colorantes sont dispersées dans différentes conditions.

La méthode A convient pour les pigments organiques en poudre et pour les pigments au noir de carbone sous forme de poudre, qui sont, dans un grand nombre de cas, sujets au compactage (réagglomération sous pression); elle peut également être utilisée avec les pigments inorganiques en poudre et avec les préparations de pigments, en poudre ou sous forme de flocons.

La méthode B est appropriée aux essais de pigments et de préparations de pigments sous forme granulaire ainsi qu'aux essais de pigments inorganiques quelle que soit leur forme.

La facilité de dispersion déterminée de cette manière n'est valable que pour l'équipement, les conditions et le milieu de dispersion utilisés. La mise en œuvre de conditions d'essai différentes de celles spécifiées peut conduire à des résultats différents; cela vaut pour la valeur absolue et pour le rapport entre les valeurs obtenues pour la facilité de dispersion des divers pigments. L'indice  $DH_{PE}$  est donc utilisé pour désigner la valeur obtenue comme spécifié dans la présente partie de l'ISO 23900.

## 2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application 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 787-24:1985, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 24: Détermination du pouvoir colorant relatif des pigments colorés et du pouvoir diffusant relatif des pigments blancs — Méthodes photométriques*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 18314-1<sup>1)</sup>, *Analyse colorimétrique — Partie 1: Mesurage pratique de la couleur.*

## 3 Termes et définitions

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

1) À publier.

### 3.1 facilité de dispersion

DH<sub>PE</sub>

mesure de la vitesse ou du degré auxquels un pigment ou une matière de charge atteint un niveau donné de dispersion lorsqu'ils sont dispersés dans une matière plastique

Note 1 à l'article: La DH<sub>PE</sub> s'obtient à partir de l'augmentation d'intensité de la couleur obtenue par calandrage sur bicylindre comme spécifié en [8.2](#), rapportée à l'intensité de la couleur obtenue comme spécifié en [8.1](#).

## 4 Principe

Le pigment soumis à essai est dispersé dans le polymère au moyen d'une calandre à deux cylindres, à une température appropriée. La feuille calandree ainsi obtenue est soumise, après refroidissement, à des forces de cisaillement plus élevées lors d'un calandrage sur bicylindre utilisant un écartement plus réduit. L'augmentation d'intensité de la couleur qui en résulte (voir EN 12877-1) est une mesure de la facilité de dispersion DH<sub>PE</sub>.

## 5 Matériaux

### 5.1 Matériaux utilisés dans le cadre de la méthode A

#### 5.1.1 Milieu d'essai

Polyéthylène, en poudre ou en flocons, dont le type et la qualité doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

NOTE Si du polyéthylène haute densité (HDPE) est utilisé, il est possible de faciliter la mise en œuvre à l'aide d'un antioxydant phénolique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c726006-1436-408a-8990-b3c48f40b2c0/iso-23900-3-2015>

#### 5.1.2 Pigment de dioxyde de titane

Poudre se dispersant facilement, d'un type recommandé pour le polyéthylène.

### 5.2 Matériaux utilisés dans le cadre de la méthode B

#### 5.2.1 Milieu d'essai

Polyéthylène, sous forme granulaire, dont le type et la qualité doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

NOTE Si du polyéthylène haute densité (HDPE) est utilisé, il est possible de faciliter la mise en œuvre à l'aide d'un antioxydant phénolique.

#### 5.2.2 Pigment de dioxyde de titane

Comme en [5.1.2](#) ou sous forme de mélange-maître parfaitement dispersé de polyéthylène.

## 6 Appareillage

**6.1 Calandre à deux cylindres**, équipée d'un dispositif de chauffage et comportant des cylindres à espacement réglable. Le diamètre des cylindres doit être compris entre 80 mm et 200 mm, et le rapport des vitesses de rotation des deux cylindres doit être compris entre 1:1,1 et 1:1,2.

NOTE On a constaté que différentes calendres à deux cylindres pouvaient donner des résultats comparables dans les conditions suivantes:

- rapport des diamètres de cylindre des deux machines compris entre 1:1 et 1:1,5;
- rapport des vitesses périphériques compris entre 1:1 et 1:1,1;
- rapport  $H_k$  (bourrelet) à  $H_s$  (écartement) tel que  $H_k/H_s \geq 20$ .

En cas d'utilisation de jeux de cylindres de taille inférieure (par exemple 80 mm de diamètre), le réglage de l'épaisseur de la feuille calandree à une valeur comprise entre 0,4 mm et 0,5 mm dans les conditions recommandées de similarité peut être difficilement compatible avec l'exigence d'un bourrelet.

**6.2 Presse à plateaux**, équipée d'un dispositif de chauffage, et utilement, d'un dispositif de refroidissement.

### 6.3 Photomètre

## 7 Échantillonnage

Les échantillons représentatifs des matières colorantes à soumettre à l'essai doivent être prélevés comme spécifié dans l'ISO 15528.

ISO 23900-3:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c726006-1436-408a-8990-b3c48f40b2c0/iso-23900-3-2015>

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Contrôle des propriétés colorimétriques dans une réduction avec une base blanche

#### 8.1.1 Préparation des mélanges

##### 8.1.1.1 Préparation du mélange pour la méthode A

Dans un bécher en plastique, mélanger préalablement en remuant doucement 100 parties de poudre de polyéthylène, 1,0 partie de pigment de dioxyde de titane (5,0 parties s'il s'agit de noir de carbone) et, s'il y a lieu, 0,1 partie d'antioxydant. Ajouter 0,1 partie de noir de carbone ou de pigment d'essai organique, ou 0,2 partie à 0,5 partie de pigment d'essai inorganique, selon le type. Mélanger à l'aide d'une spatule de sorte qu'il ne reste pas de pigment d'essai sur les parois du bécher.

NOTE Il peut être avantageux de préparer d'avance une quantité importante d'un mélange homogène de poudre de polymère, d'antioxydant et de pigment de dioxyde de titane — par exemple en mélangeant pendant 5 min dans un mélangeur de laboratoire à grande vitesse, à 1 800 min<sup>-1</sup>, puis en procédant à l'extrusion et en meulant suffisamment fin — de façon à améliorer la reproductibilité.

##### 8.1.1.2 Préparation du mélange pour la méthode B

Préparer un mélange de 100 parties de PE sous forme granulaire (5.2.1) avec 1,0 partie de pigment de dioxyde de titane (5,0 parties s'il s'agit de noir de carbone) ou une quantité équivalente de mélange-maître de dioxyde de titane (5.2.2) dans un bécher en plastique ou dans tout autre récipient approprié.

## 8.1.2 Calandrage sur bicylindre

### 8.1.2.1 Méthode A

Le mélange est ajouté sur les cylindres en rotation qui ont été préalablement portés à une température définie, dont on sait qu'elle permet de manipuler aisément le polymère sur la calandre. Des températures comprises entre 140 °C et 160 °C ont été jugées appropriées à la plupart des types de polymère.

L'écartement est réglé à une valeur comprise entre 0,4 mm et 0,5 mm et une feuille est formée en 1 min approximativement de telle sorte que l'ensemble de la matière forme une feuille continue sur le cylindre antérieur. Toute matière qui passe à travers l'écartement des cylindres doit être rapidement et soigneusement récupérée et recyclée sur les cylindres en rotation. La quantité de mélange à utiliser doit être suffisante pour qu'il se forme au niveau de l'écartement un bourrelet continu constitué par la rotation, une fois que la feuille est formée.

NOTE Une quantité de mélange d'essai basée sur 100 g de polymère convient généralement pour la plupart des calendres à deux cylindres. Elle peut être augmentée en fonction de la taille de la calandre, afin de faciliter la manipulation.

La dispersion du pigment s'obtient en coupant et en pliant la feuille une fois formée, toutes les 30 s, tout en effectuant le calandrage avec un écartement réglé à 0,5 mm, pendant un total de 200 rotations des cylindres, le comptage commençant à partir du moment où le mélange arrive sur la calandre. Selon le diamètre des cylindres de la machine utilisée (voir 6.1), la durée du calandrage ne doit pas être inférieure à 5 min et elle ne doit pas dépasser 10 min.

### 8.1.2.2 Méthode B

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Placer le mélange sur la calandre à deux cylindres statique, préalablement chauffée, en adoptant l'écartement et les températures décrits en 8.1.2.1, puis laisser chauffer pendant 1 min. Démarrer la machine et préparer une feuille calandree en 12 min environ. Ajouter doucement le pigment ou la préparation de pigment en le répartissant de manière régulière sur la feuille en rotation dans le sens de la largeur de la machine. La dispersion du pigment s'effectue ensuite comme indiqué en 8.1.2.1.

Les cylindres doivent être nettoyés après chaque opération de calandrage.

## 8.1.3 Mise sous presse

Pour le mesurage photométrique, il est préférable de préparer des éprouvettes ayant un brillant de surface élevé et une bonne qualité de surface.

De telles éprouvettes peuvent être obtenues en mettant les feuilles sous presse dans une presse à plateaux pendant une durée maximale de 2 min, à une température comprise entre 160 °C et 170 °C au plus, entre des plaques d'acier chromé à brillant élevé, avec une entretoise d'écartement de 1 mm d'épaisseur. Les feuilles doivent ensuite être refroidies rapidement à la température ambiante.

## 8.1.4 Mesurage photométrique

L'intensité de la couleur et les propriétés colorimétriques des éprouvettes préparées selon 8.1.2 et 8.1.3 doivent être mesurées comme spécifié dans l'ISO 18314-1. Ces valeurs doivent être utilisées pour déterminer l'intensité de la couleur comme spécifié dans l'ISO 787-24:1985, 8.1 et Article 9, pour les calculs de la  $DH_{PE}$ .

## 8.2 Contrôle de la facilité de dispersion

### 8.2.1 Préparation des échantillons pour essai

L'écartement des cylindres de la calandre est réduit à 0,3 mm et une moitié de la feuille préparée selon 8.1.2 est réintroduite entre les cylindres maintenus à la même température qu'en 8.1.2 à 25 min<sup>-1</sup>.



L'opération de calandrage s'effectue sur 200 révolutions de cylindres pendant lesquelles la feuille est coupée et pliée toutes les 30 s. Elle est ensuite retirée et refroidie entre des plaques métalliques.

Ce mode opératoire est appliqué à chaque feuille contenant les pigments d'essai.

Les cylindres doivent être nettoyés après chaque opération de calandrage.

### 8.2.2 Mise sous presse et mesurage photométrique

La mise sous presse et le mesurage photométrique sont effectués comme spécifié en [8.1.3](#) et [8.1.4](#).

## 9 Évaluation

La facilité de dispersion,  $DH_{PE}$ , s'exprime en pourcentage d'augmentation de l'intensité de la couleur après calandrage avec un écartement de 0,3 mm par rapport à l'intensité de la couleur obtenue avec un écartement de 0,5 mm (voir [8.1](#)).

Elle doit être calculée à partir des valeurs de  $F$ , selon la [Formule \(1\)](#):

$$DH_{PE} = 100 \times \left( \frac{F_2}{F_1} - 1 \right) \quad (1)$$

où

$F_1$  est l'intensité de la couleur de l'éprouvette spécifiée en [8.1](#);

$F_2$  est l'intensité de la couleur de l'éprouvette spécifiée en [8.2](#).

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au minimum les informations suivantes:

- tous les détails nécessaires à l'identification du produit soumis à essai;
- une référence à la présente partie de l'ISO 23900 (c'est-à-dire l'ISO 23900-3);
- la désignation des éprouvettes et des précisions concernant leur préparation, notamment la température de calandrage;
- la description du pigment de dioxyde de titane et de l'antioxydant, ainsi que l'indication du type, de la qualité et de la forme du polymère utilisé;
- la concentration de la matière colorante soumise à l'essai dans le polymère, pour chaque éprouvette;
- les données photométriques obtenues et, le cas échéant, la facilité de dispersion,  $DH_{PE}$ ;
- la méthode de détermination de l'intensité de la couleur;
- s'il est spécifié de mesurer la couleur: le type de photomètre, l'illuminant normalisé et l'observateur de référence utilisés;
- tout écart par rapport à la méthode d'essai spécifiée;
- la date de l'essai.

## 11 Fidélité

La présente partie de l'ISO 23900 définit les principes de la méthode et les modes opératoires à mettre en œuvre, mais autorise des variantes en ce qui concerne les dimensions des équipements ainsi que