

---

---

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

Partie 4:

**Détermination des propriétés  
colorimétriques et de la facilité de  
dispersion des pigments blancs dans  
le polyéthylène par calandrage sur  
bicylindre**

<https://standards.iteh.ai/en/standards/ISO/ISO-23900-4/2015/c598d7c8-a431-4b78-9613-7b0d6ccee1ba/iso-23900-4-2015>

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

*Part 4: Determination of colouristic properties and ease of dispersion of white pigments in polyethylene by two-roll milling*

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

ISO 23900-4:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c598d7c8-a431-4b78-9613-7b0d6cee1baf/iso-23900-4-2015>



**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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<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    Polyéthylène.....	2
5.2    Mélange-maître de noir de carbone et de polyéthylène.....	2
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</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 le polyéthylène additionné de noir de carbone.....	3
8.1.1    Préparation du mélange.....	3
8.1.2    Préparation de l'échantillon pour essai.....	3
8.1.3    Mise sous presse.....	3
8.1.4    Mesurage photométrique.....	3
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.....	4
<b>9</b> <b>Évaluation</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>11</b> <b>Fidélité</b> .....	<b>5</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 4:

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

### 1 Domaine d'application

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

Cette méthode convient pour une utilisation avec des pigments blancs.

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 du pouvoir colorant obtenu par calandrage sur bicylindre comme spécifié en 8.2, rapporté au pouvoir colorant obtenu 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 du pouvoir colorant qui en résulte est une mesure de la facilité de dispersion DH<sub>PE</sub>.

## 5 Matériaux

### 5.1 Polyéthylène

La forme, la qualité et le type du matériau 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 utilisé comme agent de glissance.

### 5.2 Mélange-maître de noir de carbone et de polyéthylène

Mélange à base de noir de carbone facile à disperser tel que recommandé pour un usage avec le polyéthylène.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c598d7c8-a431-4b78-9613-7b0d6cee1baf/iso-23900-4-2015>

## 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<sub>k</sub> (bourrelet) à H<sub>s</sub> (écartement) tel que H<sub>k</sub>/H<sub>s</sub> ≥ 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, de préférence, 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.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Contrôle des propriétés colorimétriques dans le polyéthylène additionné de noir de carbone

#### 8.1.1 Préparation du mélange

Dans un bécher en plastique, mélanger préalablement en remuant doucement 100 parties de polyéthylène avec 0,05 partie de noir de carbone préparé comme indiqué en 5.2. Ajouter 5 parties de pigment d'essai au dioxyde de titane. Mélanger à l'aide d'une spatule de sorte qu'il ne reste pas de pigment d'essai sur les parois du bécher.

Il convient de diluer le mélange-maître dans le polymère d'essai pour faciliter l'incorporation et la manipulation.

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

#### 8.1.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Le mélange est acheminé vers les cylindres en rotation de la calandre à deux cylindres préalablement chauffée à une température définie comme appropriée au polymère utilisé. Le rapport des vitesses de rotation des deux cylindres doit être compris entre 1:1,1 et 1:1,2.

NOTE Une température comprise entre 140 °C et 160 °C a été jugée appropriée à la plupart des types de polymère.

Une feuille est formée en l'espace de 1 min de telle sorte que l'ensemble de la matière forme une feuille continue sur le cylindre antérieur. La dispersion du pigment s'obtient en coupant et en pliant la feuille toutes les 30 s, l'opération de calandrage durant ensuite 7 min, à 25 min<sup>-1</sup> avec un écartement maintenu à 0,5 mm. Au terme des 8 min de calandrage, la feuille est retirée et mise à refroidir à la température ambiante à moins qu'un mesurage photométrique ne soit réalisé directement sur la feuille en rotation.

Les cylindres doivent être nettoyés après chaque opération de calandrage.

#### 8.1.3 Mise sous presse

Des morceaux suffisamment grands sont découpés dans les feuilles préparées à partir de l'étalon et de l'échantillon pour essai, puis ils sont comprimés dans un cadre entre des plateaux de serrage chromés et polis de manière à obtenir une surface pouvant être soumise à un mesurage photométrique.

NOTE Le mesurage photométrique peut également être réalisé directement sur la feuille en rotation.

#### 8.1.4 Mesurage photométrique

Le pouvoir colorant des éprouvettes préparées selon 8.1.2 et 8.1.3 doit être mesuré comme spécifié dans l'ISO 18314-1. Ces valeurs doivent être utilisées pour déterminer le pouvoir colorant comme spécifié dans l'ISO 787-24:1985, 8.1 et Article 9, pour les besoins du calcul.

## 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>. Le calandrage est poursuivi pendant 7 min pendant lesquelles la feuille est coupée et pliée toutes les 30 s. Elle est ensuite retirée et refroidie entre des plaques métalliques à moins que le mesurage photométrique ne soit réalisé directement sur la feuille en rotation.

Ce mode opératoire est appliqué à chaque feuille contenant les pigments d'essai, les cylindres étant 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 du pouvoir colorant après calandrage avec un écartement de 0,3 mm par rapport au pouvoir colorant obtenu 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 le pouvoir colorant de l'éprouvette spécifié en 8.1,

$F_2$  est le pouvoir colorant de l'éprouvette spécifié 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 23900-4);
- la désignation des éprouvettes et des précisions concernant leur préparation, notamment la température de calandrage;
- le type et la concentration du pigment au noir de carbone dans le mélange-maître;
- le type, la qualité et la forme du polymère d'essai utilisé;
- les données photométriques obtenues, leur mode d'obtention et la facilité de dispersion,  $DH_{PE}$ ;
- la méthode de détermination du pouvoir colorant;
- 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 employés ainsi que le type et la qualité du polyéthylène utilisé. Il est de ce fait impossible d'établir des données de fidélité pour la méthode elle-même. Il convient de déterminer la fidélité à partir des études de répétabilité et de reproductibilité, en fonction de l'équipement et de la composition employés dans le laboratoire d'essai, ainsi que du pigment soumis à essai.

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

[ISO 23900-4:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c598d7c8-a431-4b78-9613-7b0d6cee1baf/iso-23900-4-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c598d7c8-a431-4b78-9613-7b0d6cee1baf/iso-23900-4-2015>