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

Partie 5:

**Détermination de la valeur de
pression du filtre lors d'un essai**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Part 5: Determination by filter pressure value test

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23900-5:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d910afa9-fa37-4b84-b92a-97213df6ed31/iso-23900-5-2015>



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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Matériaux	2
5.1 Concentré coloré.....	2
5.2 Polymère de base pour essai.....	2
5.3 Mélange d'essai.....	2
6 Appareillage	2
6.1 Généralités.....	2
6.2 Extrudeuse.....	2
6.3 Pompe pour matière en fusion.....	2
6.4 Transducteur de pression à chaud.....	3
6.5 Grille de contre-pression.....	3
6.6 Filtre.....	3
6.6.1 Généralités.....	3
6.6.2 Ensemble de filtration 1.....	3
6.6.3 Ensemble de filtration 2.....	3
6.6.4 Ensemble de filtration 3.....	3
6.7 Anneau d'étanchéité.....	4
7 Préparation des mélanges d'essai	4
7.1 Généralités.....	4
7.2 Mélange 1.....	4
7.3 Mélange 2.....	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Conditionnement préalable.....	4
8.2 Détermination.....	4
9 Évaluation	5
10 Rapport d'essai	6
11 Fidélité	7
Annexe A (normative) Grille de contre-pression	8
Annexe B (informative) Exemple de rapport d'essai	9
Bibliographie	10

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).

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).

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.

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 5: Détermination de la valeur de pression du filtre lors d'un essai

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 23900 spécifie une méthode permettant d'évaluer le degré de dispersion d'un pigment dans un polymère thermoplastique.

Cette méthode convient pour la mise à l'essai de pigments sous forme de concentrés colorés dans tous les polymères utilisés dans le domaine de l'extrusion et de la fabrication de fibres.

La valeur de pression du filtre (VPF) déterminée conformément à la présente méthode n'est valable que pour l'équipement, les conditions et le polymère d'essai utilisés. La mise en œuvre de conditions d'essai différentes de celles spécifiées peut conduire à des résultats différents. La méthode de préparation du concentré coloré n'est pas précisée dans la présente partie de l'ISO 23900. Les résultats obtenus avec chacun des pigments ne sont donc comparables que si les concentrés colorés ont été préparés suivant la même méthode.

[ISO 23900-5:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d910afa9-fa37-4b84-b92a-97213df6ed31/iso-23900-5-2015)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d910afa9-fa37-4b84-b92a-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d910afa9-fa37-4b84-b92a-97213df6ed31/iso-23900-5-2015)

2 Références normatives [97213df6ed31/iso-23900-5-2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d910afa9-fa37-4b84-b92a-97213df6ed31/iso-23900-5-2015)

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).

EN 10088-1, *Aciers inoxydables — Partie 1: Liste des aciers inoxydables*

3 Termes et définitions

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

3.1

valeur de pression du filtre

VPF

différence de pression entre la pression initiale et la pression maximale générée lors de l'extrusion en amont de l'ensemble de filtration par rapport à la quantité de pigment soumise à essai

4 Principe

Le mélange d'essai, constitué d'un concentré coloré et d'un polymère de base pour essai, est extrudé à l'aide d'une extrudeuse équipée d'une pompe pour matière en fusion et d'un ensemble de filtration placé sur une grille de contre-pression. Un transducteur de pression à chaud est installé en amont de l'ensemble de filtration. La différence de pression entre la pression initiale et la pression maximale est utilisée pour calculer la valeur de pression du filtre (VPF).

5 Matériaux

5.1 Concentré coloré

Préparation homogène d'un pigment dans un polymère thermoplastique approprié.

5.2 Polymère de base pour essai

Polymère thermoplastique dont la qualité et le type doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

NOTE Les travaux préparatoires effectués pour les besoins de la présente partie de l'ISO 23900 ont été réalisés en utilisant du polypropylène (PP).

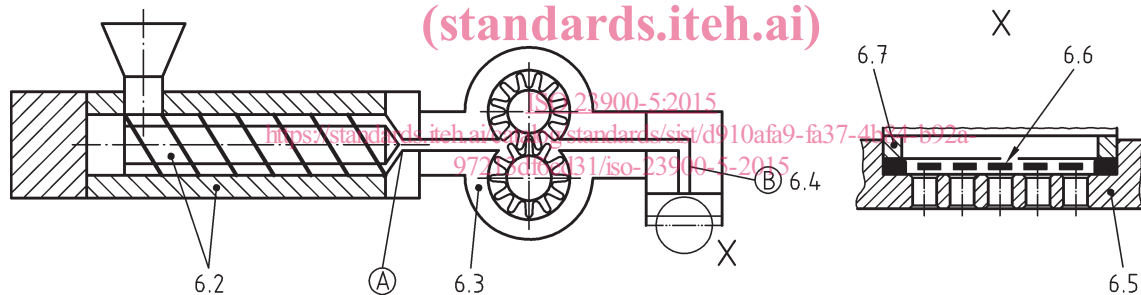
5.3 Mélange d'essai

Mélange homogène constitué d'un concentré coloré (5.1) et du polymère de base pour essai (5.2) tel que spécifié dans l'Article 7.

6 Appareillage

6.1 Généralités

La Figure 1 illustre le principe de construction de l'appareillage (voir 6.2 à 6.7).



Légende

- A transducteur de pression à chaud en amont de la pompe pour matière en fusion
- B transducteur de pression à chaud en amont du filtre

Figure 1 — Appareillage

6.2 Extrudeuse

Une extrudeuse à vis simple, à cylindre non rainuré et à la vis dépourvue d'éléments de dispersion, doit être utilisée. Il est recommandé d'utiliser une vis de diamètre compris entre 19 mm et 30 mm et de longueur comprise entre 20 L/D et 30 L/D (longueur/diamètre). Il est nécessaire de prévoir un transducteur de pression à chaud en amont de la pompe pour matière en fusion (A) afin de mesurer la pression de la matière en fusion. Un régulateur électronique à boucle de rétroaction pression/vitesse de la vis est requis pour maintenir la pression constante à un niveau préférentiel compris entre 30 bar et 60 bar, de façon à garantir une alimentation régulière et homogène de la pompe.

6.3 Pompe pour matière en fusion

La pompe pour matière en fusion, de préférence volumétrique, doit fournir un débit constant de 50 cm³/min à 60 cm³/min.

6.4 Transducteur de pression à chaud

La plage de pression doit, de préférence, être comprise entre 0 bar et 100 bar pour le mélange 1 (7.2) et entre 0 bar et 350 bar pour le mélange 2 (7.3). L'exactitude de mesure du transducteur de pression à chaud (B) doit être de $\pm 1\%$ avec une répétabilité inférieure à $\pm 0,1\%$.

Il convient que la résolution du mesurage de la pression soit de 0,1 bar.

6.5 Grille de contre-pression

Une grille de contre-pression, telle que représentée à la [Figure A.1](#), doit être utilisée pour soutenir l'ensemble de filtration et définit sa section libre.

6.6 Filtre

6.6.1 Généralités

Les milieux filtrants constituent la partie du système qui influe sur la pression différentielle utilisée comme donnée fondamentale pour déterminer les résultats d'essai.

L'augmentation de la pression différentielle est fonction des caractéristiques de rétention des milieux filtrants.

Pour que les résultats soient comparables, il est important que les milieux filtrants soient définis de manière précise et assemblés exactement selon les spécifications.

Un assemblage de filtres est utilisé comme milieux filtrants. L'ensemble de filtration est assemblé à partir de disques de filtration nettoyés par ultrasons, de $(33,8 \pm 0,1)$ mm de diamètre, superposés et de préférence maintenus ensemble dans un cadre en aluminium. Tous les filtres doivent être fabriqués en un matériau approprié compatible avec le polymère utilisé, par exemple de l'acier inoxydable conforme à l'EN 10088-1, Type 1.4404. Tout changement de spécification (concernant, par exemple, le motif de tissage, l'état de surface, le nombre d'ouvertures de mailles par unité de longueur ou la largeur de maille) peut engendrer un résultat d'essai différent.

6.6.2 Ensemble de filtration 1

Construction bicouche dont la première couche est une armure unie inversée de 615 fils de chaîne/108 fils de trame par 25,4 mm avec un diamètre de fil de 0,042 mm/0,14 mm et la seconde couche (support) est une armure unie à ouvertures carrées de 0,63 mm avec un diamètre de fil de 0,40 mm calandré (pour de plus amples informations, voir l'ISO 9044).

6.6.3 Ensemble de filtration 2

Construction bicouche dont la première couche est une armure unie inversée de 615 fils de chaîne/132 fils de trame par 25,4 mm avec un diamètre de fil de 0,042 mm/0,13 mm et la seconde couche (support) est une armure unie à ouvertures carrées de 0,63 mm avec un diamètre de fil de 0,40 mm calandré (pour de plus amples informations, voir l'ISO 9044).

6.6.4 Ensemble de filtration 3

Construction tri-couche dont la première couche est une armure croisée de 165 fils de chaîne/1400 fils de trame par 25,4 mm avec un diamètre de fil de 0,071 mm/0,040 mm, la deuxième couche (support) est une armure unie à ouvertures carrées de 0,25 mm avec un diamètre de fil de 0,16 mm et la troisième couche (support) est une armure unie à ouvertures carrées de 0,63 mm avec un diamètre de fil de 0,40 mm calandré (pour de plus amples informations, voir l'ISO 9044).

Il est recommandé de demander au fournisseur de confirmer que l'ensemble de filtration répond aux spécifications ci-dessus. Il faut noter, en particulier, que le nombre d'ouvertures de mailles par unité de

longueur et les diamètres de fil des différentes couches sont extrêmement critiques pour le résultat de l'essai, à savoir la valeur de pression du filtre.

NOTE L'utilisation d'un ensemble de filtration plus fin que ceux décrits en [6.6.2](#) peut faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

6.7 Anneau d'étanchéité

Il convient que l'anneau d'étanchéité ou le cadre d'aluminium du disque de filtration ait un diamètre de $(33,8 \pm 0,1)$ mm et un diamètre intérieur de $(28 \pm 0,1)$ mm.

Si l'ensemble de filtration ne possède aucun cadre d'aluminium, un anneau d'étanchéité doit être utilisé.

7 Préparation des mélanges d'essai

7.1 Généralités

Le concentré coloré ([5.1](#)) et le polymère de base pour essai ([5.2](#)) sont mélangés dans un récipient en verre ou en matière plastique, par exemple, jusqu'à obtention d'un mélange d'essai homogène.

Le mélange 1 ([7.2](#)) est recommandé pour les pigments colorés et le mélange 2 ([7.3](#)) pour les pigments blancs et au noir de carbone.

NOTE 1 D'autres mélanges peuvent être utilisés après accord des parties intéressées.

NOTE 2 Des quantités de pigments inférieures à 5,0 g engendrent une exactitude insuffisante.

7.2 Mélange 1

Un mélange d'essai de 200 g (100 %), comprenant 5,0 g de pigment (2,5 %) est utilisé.

NOTE Si le concentré coloré contient 40 % de pigment, les quantités sont les suivantes: 12,5 g de concentré coloré et 187,5 g de polymère de base pour essai.

7.3 Mélange 2

Un mélange d'essai de 1 000 g (100 %), comprenant 80,0 g de pigment (8 %) est utilisé.

NOTE Si le concentré coloré contient 40 % de pigment, les quantités sont les suivantes: 200 g de concentré coloré et 800 g de polymère de base pour essai.

8 Mode opératoire

8.1 Conditionnement préalable

Il convient de préchauffer l'ensemble de l'appareillage ([Article 6](#)) jusqu'à la température de traitement appropriée au polymère de base pour essai.

Avant chaque essai, il convient de nettoyer l'appareillage ou de le vidanger de manière adéquate à l'aide du polymère de base pour essai ([5.2](#)).

8.2 Détermination

Monter un nouvel ensemble de filtration ([6.6.2](#) à [6.6.4](#)) en amont de la grille de contre-pression ([6.5](#)) ainsi que l'équipement de mesurage de façon à ce que le flux de matière en fusion s'écoule d'abord à travers le filtre le plus fin puis en dernier à travers la grille de contre-pression. Un anneau d'étanchéité ([6.7](#)) doit empêcher toute perte de mélange sur le pourtour de l'ensemble de filtration.

Laisser s'écouler un délai suffisant pour que l'ensemble de filtration et la grille de contre-pression atteignent la température de l'équipement. Ce délai dépend de l'équipement utilisé. Le polymère de base pour essai (5.2) est ensuite plastifié dans l'extrudeuse puis passé à travers l'ensemble de filtration à un débit volumique défini, jusqu'à ce que la température et la pression de la matière en fusion demeurent constantes. Il convient que les conditions opératoires de la machine garantissent une température de fusion constante avec des écarts inférieurs à ± 2 °C.

Mesurer la pression initiale, p_s , du polymère de base pour essai juste en amont de l'ensemble de filtration. Il convient que la pression initiale p_s soit constante. Lorsque la trémie est vide et que la vis de l'extrudeuse est tout juste visible, ajouter le mélange d'essai (5.3).

NOTE Une chute de pression peut se produire en raison des différences de propriétés rhéologiques du polymère de base pour essai et du mélange d'essai.

Après remplissage complet avec le mélange d'essai, ajouter 100 g du polymère de base pour essai juste au moment où la vis de l'extrudeuse redevient visible.

L'essai prend fin dès que la vis de l'extrudeuse redevient visible. Utiliser les données enregistrées pour évaluer la pression maximale p_{\max} et calculer la valeur de pression du filtre.

Retirer l'ensemble de filtration encore chaud et vidanger l'appareillage soigneusement avec le polymère de base pour essai en vue d'effectuer l'essai suivant.

9 Évaluation

La valeur de pression du filtre, VPF, définie comme l'augmentation de pression par gramme de pigment, se calcule à l'aide de la Formule (1):

$$VPF = \frac{(p_{\max} - p_s)}{m_c} \quad (1)$$

où

VPF est la valeur de pression du filtre, exprimée en bars par gramme (bar/g);

p_s est la pression initiale, exprimée en bars;

p_{\max} est la pression maximale, exprimée en bars;

m_c est la quantité de pigment utilisée lors de l'essai, exprimée en grammes.

Il est recommandé d'exprimer la valeur de pression du filtre à une décimale près.

La Figure 2 fournit un exemple de courbe de pression caractéristique.