ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 18553 — 2013

ТРУБЫ, СОЕДИНИТЕЛЬНЫЕ ДЕТАЛИ И КОМПОЗИЦИИ ИЗ ПОЛИОЛЕФИНОВ

Метод оценки степени распределения пигмента или технического углерода

ISO 18553:2002

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

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации – ГОСТ Р 1.0–2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Межотраслевой институт переработки пластмасс – НПО «Пластик» и Обществом с ограниченной ответственностью «Группа ПОЛИПЛАСТИК» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 241 «Пленки, трубы, фитинги, листы и другие изделия из пластмасс»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 2058-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 18553:2002 «Метод оценки степени распределения пигмента или технического углерода в полиолефиновых трубах, соединительных деталях и композициях» (ISO 18553:2002 «Method for the assessment of the degree of pigment or carbon black dispersion in polyolefin pipes, fittings and compounds»), включая Изменение 1 Amd.1:2007.

Изменение 1 к указанному международному стандарту, принятое после его официальной публикации, внесено в текст настоящего стандарта и выделено двойной вертикальной линией, расположенной на полях от соответствующего текста, а

обозначение и год принятия изменения приведены в скобках после соответствующего текста.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5–2012 (подраздел 3.5)

ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Изделия из термопластов и, в частности из полиолефинов, предназначенные для строительства трубопроводов, обычно окрашивают, используя для этих целей пигменты, а в случае использования высокодисперсного технического углерода (сажи) в качестве светостабилизатора изделия приобретают черный цвет. Пигмент или сажу вводят в композицию до экструзии труб или в случае соединительных деталей – до литья под давлением. Цель окрашивания заключается в том, чтобы идентифицировать трубопровод при эксплуатации, а сажу применяют для защиты полимера от деструкции под воздействием УФ-лучей при хранении и эксплуатации изделий на открытом воздухе.

Важно, чтобы частицы сажи или пигмента были равномерно распределены в полимере и конечном изделии, что гарантирует постоянство физико-механических и защитных свойств материала от УФ-излучения.

Настоящий метод предусматривает оценку степени распределения пигмента и сажи путем непосредственного измерения размеров частиц (агломератов) и классификацию распределения частиц (агломератов) по размерам. В настоящем стандарте также приведены микрофотографии для субъективной оценки приемлемости распределения пигмента и сажи при сравнении изображений образцов, изготовленных из сырья или изделий, под микроскопом с приведенными типами распределения.

Рекомендуемые основные технические требования степени распределения частиц и агломератов для класса и типа приведены в приложении D.

Международный стандарт ИСО 18553:2002 разработан техническим комитетом по стандартизации ИСО/ТК 138 «Пластмассовые трубы, фитинги и арматура для транспортирования текучих сред» Международной организации по стандартизации (ИСО), подкомитетом ПК 5 «Общие свойства труб, фитингов и арматуры из пластмасс и их комплектующих. Методы испытаний и основные технические требования».

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ТРУБЫ, СОЕДИНИТЕЛЬНЫЕ ДЕТАЛИ И КОМПОЗИЦИИ ИЗ ПОЛИОЛЕФИНОВ
Метод оценки степени распределения пигмента или технического углерода

Polyolefin pipes, fittings and compounds.Method for the assessment of the degree of pigment or carbon black dispersion

Дата введения 2014–09–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод оценки степени распределения частиц и агломератов пигмента или технического углерода (далее – сажа) в трубах, соединительных деталях и композициях из полиолефинов двумя способами: по размеру частиц и агломератов (класс распределения) и типу распределения (по внешнему виду).

Метод распространяется на трубы, соединительные детали из полиолефинов и композиции в форме гранул и на трубы, соединительные детали и композиции из полиолефинов с содержанием сажи менее 3 %. При этом способ оценки устанавливают в ссылочном стандарте или спецификации на продукцию.

2 Сущность метода

Пробу композиции (небольшое количество) в виде гранул или пробу материала, отобранного от трубы или соединительной детали, нагревают и прессуют между предметными стеклами или используют тонкий микротомный срез.

Полученные образцы исследуют под микроскопом: измеряют, записывают размеры частиц и агломератов и определяют класс в соответствии с системой классификации, представленной в виде таблицы (таблица А.1, приложение А). Класс распределения частиц или агломератов определяют как среднеарифметическое значение классов шести образцов.

При необходимости, определяют тип распределения путем сравнения изображения внешнего вида образца под микроскопом с микрофотографиями, приведенными в приложении В.

3 Оборудование

3.1 Основное оборудование

3.1.1 Микроскоп, способный давать необходимое увеличение (см. 4.2 и 5.2), с ортогональным перемещением, стандартной калиброванной шкалой для измерения размеров частиц и агломератов, обеспечивающий достаточный уровень освещения для предотвращения оптических эффектов.

3.1.2 Предметные стекла (микроскопа): толщиной 1 мм, с тонким покровным стеклом.

3.2 Оборудование для прессования (см. 4.1.1)

3.2.1 Печь или нагревательная плитка, или другой тип нагревательного устройства, способные поддерживать заданную температуру от 150 °С до 210 °С.

3.2.2 Скальпель для изготовления образцов.

3.2.3 Пресс, набор грузов или пружинные зажимы для создания давления.

3.3 Оборудование для получения микротомных срезов (см. 4.1.2)

3.3.1 Микротом, обеспечивающий получение срезов требуемой толщины (4.1.2).

4 Проведение испытания

4.1 Подготовка образцов

Образцы могут быть изготовлены двумя методами: прессованием или на микротоме.

4.1.1 Метод прессования

4.1.1.1 С помощью скальпеля (3.2.2) от разных частей анализируемого продукта отрезают шесть образцов: массой (0,6 ± 0,2) мг каждый – для оценки распределения пигмента или массой (0,20 ± 0,10) мг каждый – для оценки распределения сажи (примечания 1 – 3). Размещают шесть образцов на одном или нескольких чистых предметных стеклах (3.1.2) на приблизительно равном расстоянии друг от друга и от ближайших краев предметного стекла (примечание 4). Накрывают другим чистым предметным или покровным стеклом (стеклами) (примечание 5).

Примечания

1 Следует обратить внимание на то, что могут возникнуть сложности при микроскопическом исследовании слишком толстых образцов.

2 Предпочтительно отрезать образцы вдоль разных осей продукта.

3 Рекомендуется нарезать образцы на чистой поверхности во избежание внешнего загрязнения.

4 Плотное прилегание образцов можно обеспечить путем нагревания предметного стекла или использования капли иммерсионного масла или Канадского бальзама.

5 Для получения образцов одинаковой толщины можно использовать тонкие прокладки, изготовленные из металла или другого подходящего материала. Для указанных

масс и толщин образцов должна получиться пленка поперечным размером не менее 4 мм (примечание 1).

4.1.1.2 При использовании печи (3.2.1) два стекла скрепляют вместе с помощью пружинных зажимов (3.2.3), помещают в печь, например (3.2.1) при постоянной температуре от 150 °С до 210 °С, и выдерживают в течение не менее 10 мин, пока каждый образец не отпрессуется в пленку толщиной (60 ± 20) мкм для оценки распределения пигмента или толщиной (20 ± 10) мкм для оценки распределения сажи (примечание 1 к 4.1.1.1).

Извлекают стекла из печи и после охлаждения до безопасного состояния снимают зажимы.

4.1.1.3 В качестве альтернативы стекла помещают на нагревательную плитку или другой нагревательный прибор (см. 3.2.1) при температуре от 150 °С до 210 °С, используя пресс или груз, и создают давление, достаточное для получения пленки одинаковой толщины в соответствии с 4.1.1.2.

Затем стекла охлаждают и помещают под микроскоп (см. 4.2).

4.1.2 Метод изготовления образцов на микротоме

Отрезают от разных частей продукта (примечание 2 к 4.1.1.1) шесть образцов в виде пленки толщиной (60 ± 20) мкм для оценки распределения пигмента, или толщиной (20 ± 10) мкм для оценки распределения сажи и размером в любом направлении не менее 4 мм (примечание 1 к 4.1.1.1).

Размещают шесть образцов на одном или нескольких чистых предметных стеклах приблизительно на равном расстоянии друг от друга и от ближайших краев предметного стекла (примечание 4 к 4.1.1.1). Накрывают другим чистым предметным стеклом (стеклами) или покровным стеклом.

4.2 Микроскопическое исследование

4.2.1 Исследование для оценки класса распределения

Исследуют частицы и агломераты по очереди в каждом из шести образцов под микроскопом (3.1.1) в проходящем свете с рекомендуемым увеличением 100^{x}. (примечание).

Измеряют и записывают наибольшие размеры каждой частицы или агломерата, пренебрегая размерами менее 5 мкм. Определяют класс в соответствии с таблицей А.1, приложение А.

Примечание – Некоторые пигменты могут быть лучше видны в поляризованном свете разной интенсивности. По возможности, проверяют, являются ли агломераты пигментом, варьируя интенсивность света и используя разные источники, например проходящий, отраженный или поляризованный свет.

Для классов 2,5 и выше нет необходимости измерять частицы, попадающие в более низкую размерную категорию. Во избежание излишней работы, вначале измеряют частицы самого большого размера и сравнивают с требованиями для максимального количества частиц и агломератов, допускаемых в четырех классах в соответствии с таблицей А.1, приложение А (Изменение 1, ISO 18553:2002/Amd.1:2007).

4.2.2 Исследование для оценки типа распределения по внешнему виду

Если необходимо определить тип распределения по внешнему виду, исследуют каждый образец под микроскопом (3.1.1) в проходящем свете с увеличением не менее чем 70^{x}. Определяют внешний вид каждого образца, сравнивая с микрофотографиями (приложение В).

5 Обработка результатов

5.1 Определение класса по размерам частиц и агломератов

Определяют по таблице А.1, приложение А, класс для каждого образца по наибольшему размеру частицы/агломерата.

Рассчитывают среднеарифметическое значение шести полученных классов и округляют результат до одного десятичного знака после запятой в бóльшую сторону (см. примеры, приведенные в приложении С).

5.2 Определение типа распределения по внешнему виду

Записывают тип распределения пигмента или сажи по внешнему виду для каждого образца и преобладающий тип распределения для данной партии образцов.

6 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) все детали, необходимые для идентификации испытуемого материала или изделия, включая тип образца, исходные данные, номер кода изготовителя и предысторию;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) метод изготовления образцов в виде пленки (т. е. прессованием или изготовлением на микротоме) и толщину образцов;

d) среднеарифметическое значение и индивидуальные значения классов образцов в виде пленки в соответствии с 5.1;

e) при необходимости, указывают преобладающий тип распределения по внешнему виду для данной партии образцов и тип распределения для каждого образца в виде пленки в соответствии с 5.2;

f) любые отклонения от метода испытания, такие как непредвиденные ситуации, которые могли повлиять на результаты;

g) дату проведения испытания.

Приложение А

(обязательное)

Классификационная таблица размеров частиц и агломератов

Примеры приведены в приложении С.

Т а б л и ц а А.1 – Классификация, основанная на наибольших размерах частиц и агломератов

Класс	Размер, мкм														
	5–10	11–20	21–30	31–40	41–50	51–60	61–70	71–80	81–90	91–100	101–110	111–120	121–130	131–140	св.140
	Максимальное количество частиц и агломератов														
0															
0,5	1														
1	3	1													
1,5	6	3	1												
2	12	6	3	1											
2,5		12	6	3	1										
3			12	6	3	1									
3,5				12	6	3	1								
4					12	6	3	1							
4,5						12	6	3	1						
5							12	6	3	1					
5,5								12	6	3	1				
6									12	6	3	1			
6,5										12	6	3	1		
7											12	6	3	1	

Примечания

1 7 мкм соответствуют 0,7 мм при увеличении 100^{x} и 0,49 мм – при увеличении 70^{x}. Аналогично, 60 мкм соответствуют 6 мм при увеличении 100^{x}.

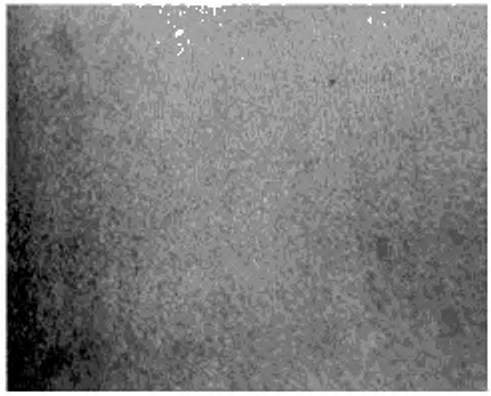
2 Все пустые ячейки справа вверх в настоящей таблице означают, что нет частиц этого размера, приемлемых для класса данного ряда.

3 Все пустые ячейки слева вниз означают, что количество частиц в этом диапазоне размеров не ограничено.

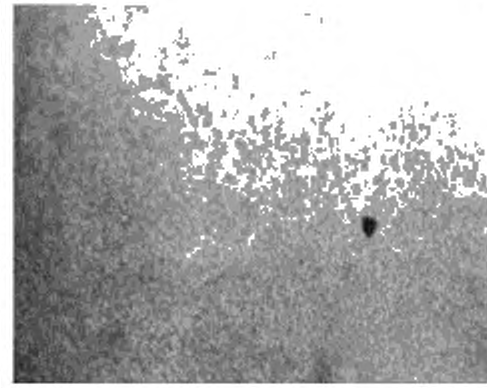
Приложение В

(обязательное)

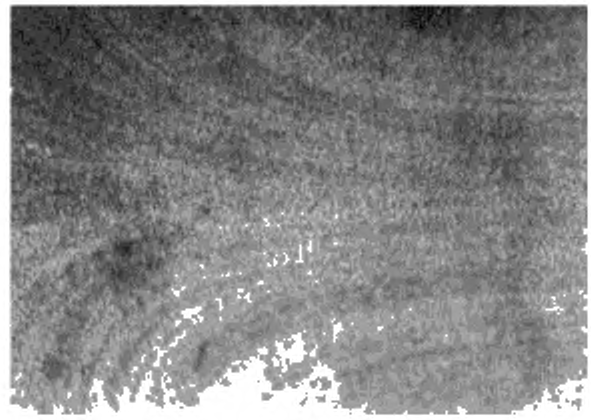
Микрофотографии для оценки типа распределения по внешнему виду



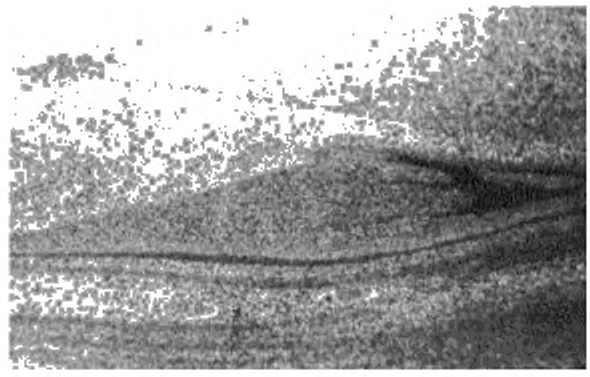
А1



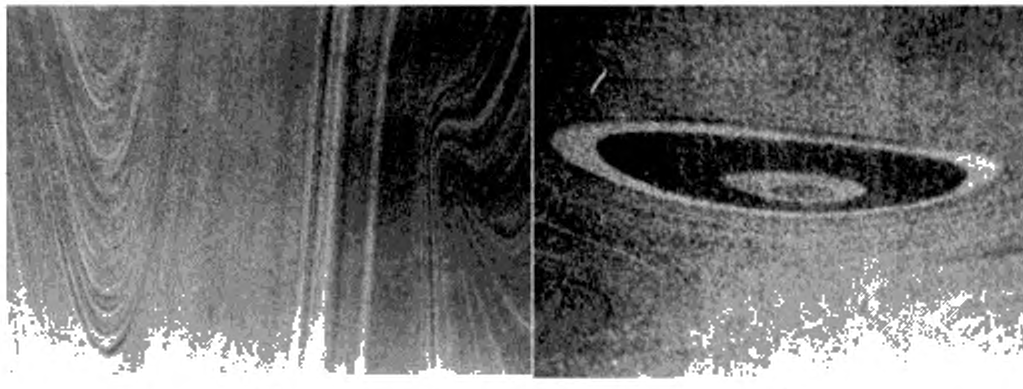
А2



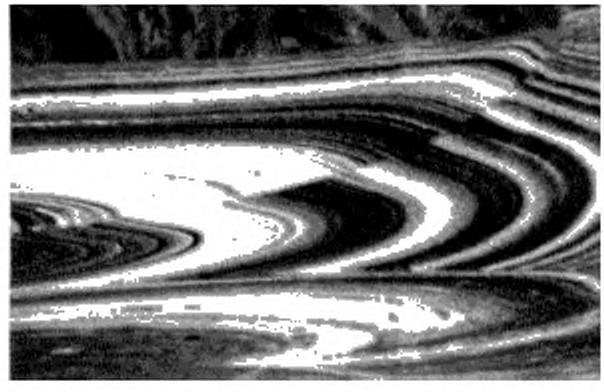
А3



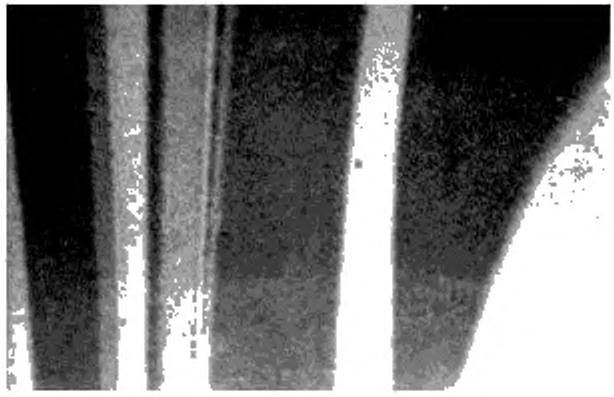
B



C1 C2



D



E

Приложение С

(справочное)

Примеры определения класса по размерам частиц и агломератов

С.1 Пример 1

Таблица С.1 – Количество частиц и агломератов, классифицированных по размеру в каждом из шести образцов, и результаты классификации

Образец	Размер, мкм				Класс для образца
	5–10	11–20	21–30	31–40	
	Количество частиц и агломератов				
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

Среднеарифметическое значение шести полученных классов:

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

Результат: 2,8 (см. 5.1 настоящего стандарта).

С.2 Пример 2

Таблица С.2 – Количество частиц и агломератов, классифицированных по размеру в каждом из шести образцов, и результаты классификации

Образец	Размер, мкм						Класс для образца
	5–10	11–20	21–30	31–40	41–50	51–60	
	Количество частиц и агломератов						
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

Среднеарифметическое значение шести полученных классов:

(3+3+2,5+2,5+3+3)/6=2,8333.

Результат: 2,9 (см. 5.1 настоящего стандарта).

Приложение D
(справочное)
Основные технические требования

Рекомендуются:

Класс: среднее значение (см. 5.1 настоящего стандарта) ≤ 3.

Оценка внешнего вида: не хуже, чем на микрофотографии B приложения B (т. е. приемлемы только типы распределения, сопоставимые с микрофотографиями A1, A2, A3 и B).

УДК 678.5-462:620.162.4:006.354 ОКС 23.040.20 23.040.45 83.140.30 ОКСТУ 2209

Ключевые слова: трубы, соединительные детали, композиции из полиолефинов, распределение пигмента или технического углерода, метод оценки, основные технические требования

Подписано в печать 30.04.2014. Формат 60x84 1/8.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru