

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 18553—
2023

ТРУБЫ, ФИТИНГИ И КОМПОЗИЦИИ ИЗ ПОЛИОЛЕФИНОВ

Метод оценки степени распределения пигмента или технического углерода

(ISO 18553:2002+Amd.1:2007, Method for the assessment of the degree
of pigment or carbon black dispersion in polyolefin pipes, fittings and
compounds, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Группа ПОЛИПЛАСТИК» (ООО «Группа ПОЛИПЛАСТИК») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 декабря 2023 г. № 64-2023)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 февраля 2024 г. № 182-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 18553—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 декабря 2024 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 18553:2002 «Метод оценки степени дисперсии пигмента или сажи в полиолефиновых трубах, фитингах и соединениях» («Method for the assessment of the degree of pigment or carbon black dispersion in polyolefin pipes, fittings and compounds», IDT), включая изменение Amd.1:2007.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 138 «Пластмассовые трубы, фитинги и арматура для транспортирования жидких и газообразных сред», подкомитетом SC 5 «Общие свойства труб, фитингов и арматуры из пластмасс и их комплектующих. Методы испытаний и основные технические требования» Международной организации по стандартизации (ISO)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р ИСО 18553—2013*

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 февраля 2024 г. № 182-ст ГОСТ Р ИСО 18553—2013 отменен с 1 декабря 2024 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2002

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации 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

III

Введение

Термопластичные изделия для трубопроводных систем обычно изготавливают из окрашенного материала. Для этого используются мелкие частицы сажи или цветные пигменты. Как правило, они включаются при изготовлении материала, применяемого в качестве сырья для производства труб методом экструзии или соединительных деталей методом литья под давлением. Цель окрашивания — обеспечение идентификации трубопровода в процессе эксплуатации, а также, в случае сажи, защита полимера от разрушения под воздействием ультрафиолетового излучения, если продукт хранится снаружи или используется для внешних работ. Важно, чтобы частицы сажи или пигмента были правильно распределены в полимере и, следовательно, в конечном продукте, чтобы обеспечить сохранение физических, механических и защитных свойств поверхности. Правильная дисперсия также может быть показателем того, что антиоксиданты и ультрафиолетовые стабилизаторы правильно распределены и что размер агломератов частиц не является чрезмерным.

Данный метод описывает процедуры оценки степени распределения путем физического измерения размера дисперсных частиц и арифметической градации распределения частиц по размерам. В нем также приведены фотографии для сравнения с микроскопическими изображениями образцов, взятых из необработанного сырья или продуктов, чтобы субъективно судить о приемлемости дисперсии сажи или пигмента.

Рекомендуемый предел градации размера частиц/агломерата и список фотографий из приложения В для оценки приемлемого внешнего вида приведен в приложении D.

Настоящий стандарт разработан на основе ISO 18553:2002 «Метод оценки степени дисперсии пигмента или сажи в полиолефиновых трубах, фитингах и соединениях», который заменяет и объединяет ранее опубликованные отдельные методы оценки дисперсии сажи и пигментов, описанные в ISO 11420:1996 «Метод оценки степени распределения технического углерода в трубах из полиолефинов, фитингах и композициях» и ISO 13949:1997 «Метод оценки степени распределения пигмента в трубах из полиолефинов, фитингах и композициях».

ТРУБЫ, ФИТИНГИ И КОМПОЗИЦИИ ИЗ ПОЛИОЛЕФИНОВ

Метод оценки степени распределения пигмента или технического углерода

Pipes, fittings and compounds from polyolefin. Method for the assessment of the degree of pigment or carbon black dispersion

Дата введения — 2024—12—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод, содержащий два способа оценки размера частиц и агломератов пигмента или технического углерода (сажи) и степени распределения в трубах, фитингах и композициях из полиолефинов.

Метод распространяется на трубы, фитинги из полиолефинов и композиции в форме гранул, при этом способ оценки должен быть установлен в стандарте на изделие.

Метод применяют для полиолефиновых труб, фитингов и композиций с содержанием технического углерода (сажи) менее 3 %.

2 Сущность метода

Пробу композиции (небольшое количество) в виде гранул или пробу материала, отобранного от трубы или фитинга 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 (см. таблицу А.1).

Класс распределения частиц или агломератов определяют как среднеарифметическое классов шести образцов. При необходимости устанавливают 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 соответствующее увеличение, см. 4.2 и 5.2, с ортогональным перемещением, стандартной калиброванной решеткой, шкалой для измерения размеров частиц и агломератов, обеспечивающий достаточный уровень освещения для предотвращения оптических эффектов.

3.1.2 Стекланные предметные стекла микроскопа толщиной 1 мм, с тонким покровным стеклом.

3.2 Оборудование для прессования (см. 4.1.1)

3.2.1 Печь, плита (нагревательная пластина/магнитная мешалка с подогревом) или другое нагревательное устройство, способное поддерживать заданную температуру в диапазоне от 150 °С до 210 °С.

3.2.2 Скальпель для изготовления образцов.

3.2.3 Пресс, грузы или пружинные зажимы для поддержания давления.

3.3 Оборудование для получения микротомных срезов (см. 4.1.2)

3.3.1 Микротом, обеспечивающий получение срезов необходимой толщины (см. 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 (см. 3.2.2) от разных частей анализируемого продукта отрезают шесть образцов: массой $(0,6 \pm 0,2)$ мг каждый — для оценки распределения пигмента — или массой $(0,20 \pm 0,10)$ мг каждый — для оценки распределения сажи (см. примечания 1—3). Размещают шесть образцов на одном или нескольких чистых предметных стеклах (см. 3.1.2) на приблизительно равном расстоянии друг от друга и от ближайших краев предметного стекла (см. примечание 4). Накрывают другим чистым предметным или покровным стеклом(ами) (см. примечание 5).

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

Примечание 2 — Предпочтительно отрезать образцы вдоль разных осей продукта.

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

Примечание 4 — Плотное прилегание образцов возможно обеспечить путем нагревания предметного стекла или использования капли иммерсионного масла или канадского бальзама.

Примечание 5 — Для получения образцов одинаковой толщины допускается 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 (см. примечание 1).

4.1.1.2 При использовании печи (см. 3.2.1) два стекла скрепляют вместе с помощью пружинных зажимов (см. 3.2.3), помещают в печь (см. 3.2.1), в которой поддерживается постоянная температура от $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $210\text{ }^{\circ}\text{C}$, 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 (см. примечание 1 к 4.1.1.1).

Извлекают стекла из печи и после охлаждения до температуры, безопасной для прикосновения руками, 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 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $210\text{ }^{\circ}\text{C}$, 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 (см. 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 (см. 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 (см. примечание 4 к 4.1.1.1). Накрывают другим чистым предметным стеклом(ами) 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 (см. 3.1.1) в проходящем свете с рекомендуемым увеличением $100\times$ (см. примечание).

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

П р и м е ч а н и е — 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.

4.2.2 Исследование для оценки типа распределения по внешнему виду

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

5 Обработка результатов

5.1 Определение класса по размерам

По таблице А.1 определяют 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 большую сторону (см. примеры, приведенные в приложении С).

5.2 Определение типа распределения по внешнему виду

Регистрируют 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:

- а) информацию, необходимую для идентификации испытуемого материала или изделия, включая тип образца, исходные данные, информацию об изготовителе;
- б) обозначение настоящего стандарта;
- в) метод изготовления образцов в виде пленки (т. е. прессованием или изготовлением на микротоме) и толщину образцов;
- г) среднеарифметическое значение и индивидуальные значения классов образцов в виде пленки в соответствии с 5.1;
- д) 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;
- е) любые отклонения от метода испытания, такие как непредвиденные ситуации, которые могли повлиять на результаты;
- ж) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Классификационная таблица размеров частиц и агломератов

(Примеры см. в приложении С)

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

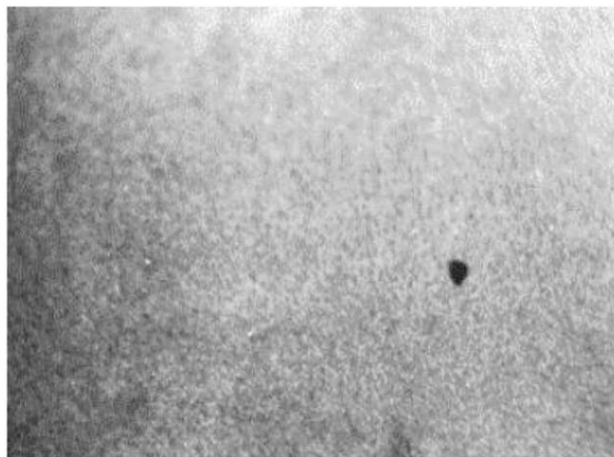
Градация	Размеры, мкм														
	От 5 до 10	От 11 до 20	От 21 до 30	От 31 до 40	От 41 до 50	От 51 до 60	От 61 до 70	От 71 до 80	От 81 до 90	От 91 до 100	От 101 до 110	От 111 до 120	От 121 до 130	От 131 до 140	> 140
	Максимальное число частиц и агломератов														
0															
0,5	1														
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	
Примечание 1 — 7 мкм соответствует 0,7 мм при увеличении 100[×] и 0,49 мм при увеличении 70[×]. Аналогично 60 мкм соответствует 6 мм при увеличении 100. Примечание 2 — Все пустые ячейки справа вверх в настоящей таблице означают, что нет частиц этого размера, приемлемых для класса данного ряда. Примечание 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



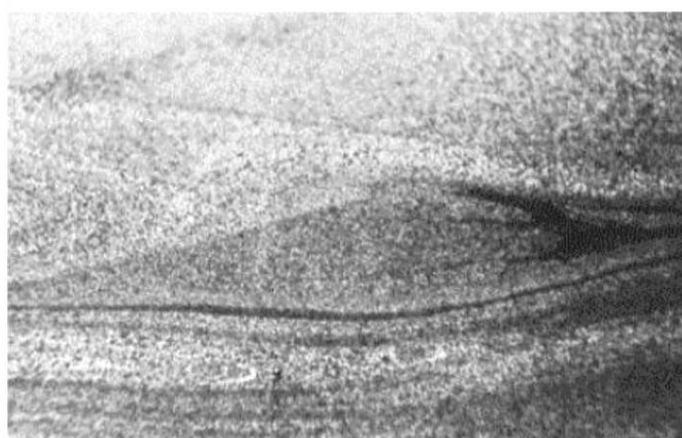
A1



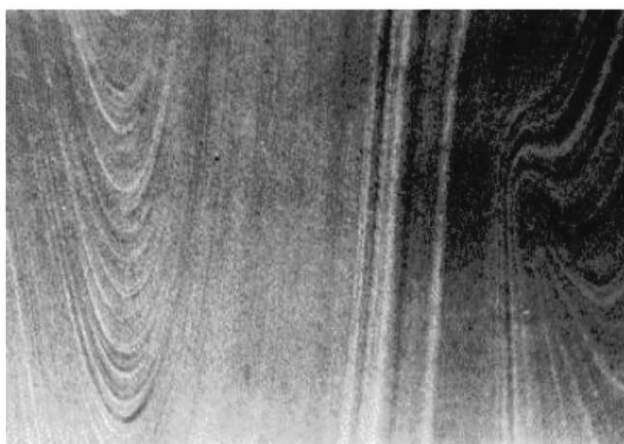
A2



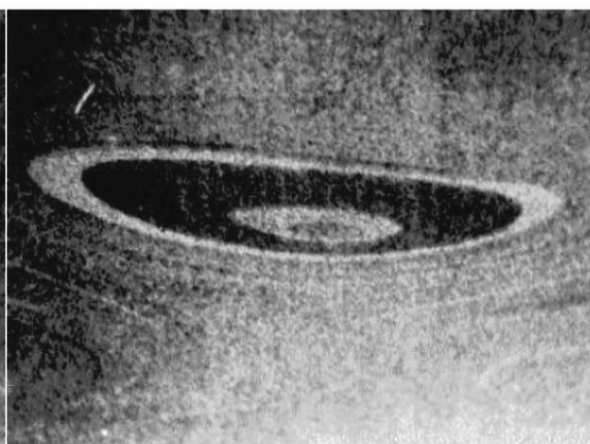
A3



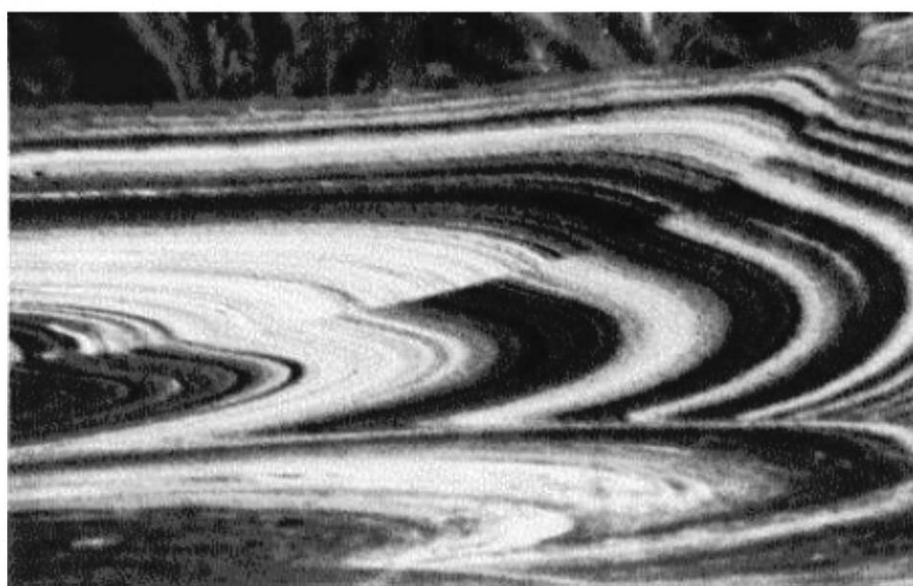
B



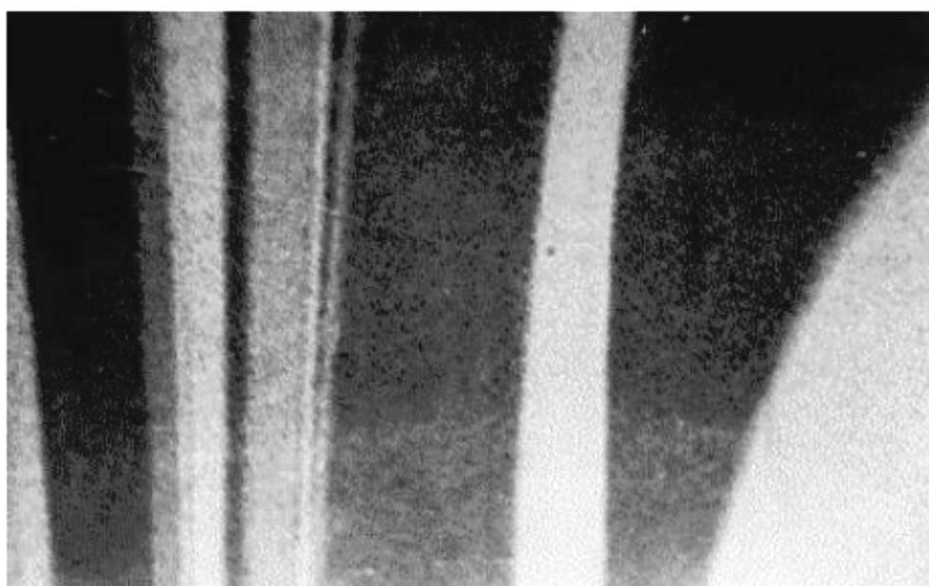
C1



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	Размеры, мкм				Класс для образца
	От 5 до 10	От 11 до 20	От 21 до 30	От 31 до 40	
	Число 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

Среднее арифметическое шести полученных классов:

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

Результат: 2,8 (см. 5.1).

С.2 Пример 2

Таблица С.2 — Количество частиц и агломератов, классифицированных по размеру в каждом из шести образцов, и полученная градация

Образец	Размеры, мкм						Класс для образца
	От 5 до 10	От 11 до 20	От 21 до 30	От 31 до 40	От 41 до 50	От 51 до 60	
	Число 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

Среднее арифметическое шести полученных классов:

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

Результат: 2,9 (см. 5.1).

Приложение D
(справочное)

Основные технические требования

Рекомендуются следующие пределы:

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

Оценка внешнего вида: не хуже, чем на микрографии В в приложении В (т. е. допустимы только типы распределения, сопоставимые с микрофотографиями А1, А2, А3 и В).

УДК 678.5:006.354

МКС 23.040.20
23.040.45

IDT

Ключевые слова: трубы, фитинги, композиции из полиолефинов, метод оценки, распределение пигмента, технический углерод

Редактор *М.В. Митрофанова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.02.2024. Подписано в печать 01.03.2024. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,74.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru