INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION•МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ•ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Plastiques — Résines de polychlorure de vinyle à usages généraux — Détermination de la prise de plastifiant à chaud

Plastics — PVC resins for general use — Determination of hot plasticizer absorption

Première édition – 1978-09-01 (standards.iteh.ai)

ISO 4574:1978 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bde51970-4d20-4452-95e1c906b820a896/iso-4574-1978

CDU 678.743.22 : 541.183.03 Réf. nº : ISO 4574-1978 (F)

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4574 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1976.

(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

France Philippines Allemagne Australie c906b82**portuga**p-4574-1978 Inde Autriche Belgique Iran Roumanie Brésil Israël Royaume-Uni Bulgarie Italie Suisse Canada Mexique Turquie Corée, Rép. de Nouvelle-Zélande Yougoslavie Espagne Pays-Bas Finlande Pérou

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Tchécoslovaquie U.S.A.

Plastiques — Résines de polychlorure de vinyle à usages généraux — Détermination de la prise de plastifiant à chaud

0 INTRODUCTION

Il existe un besoin d'évaluer la quantité de plastifiant absorbée par une résine de polychlorure de vinyle destinée à la fabrication de mélanges secs («dry blends»). La présente Norme internationale spécifie une technique normalisée dans des conditions conventionnelles et constitue un complément aux résultats obtenus selon l'ISO 4608.

Ces essais ne correspondant pas, dans le détail, aux procédés industriels particuliers utilisés pour la fabrication de mélanges secs («dry blends») de résines de polychlorure de vinyle et de plastifiant, les résultats d'essai sont empiriques et doivent être interprétés en fonction de l'expérience.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la prise de plastifiant à chaud des résines de polychlorure de vinyle à usages généraux (désignées par «G» dans l'ISO 1060/I, Plastiques — Résines d'homopolymères et de copolymères de chlorure de vinyle — Partie I : Désignation) par mélangeage à chaud dans un mélangeur planétaire et mesurage de la quantité de plastifiant absorbée.

2 RÉFÉRENCE

ISO 4608, Plastiques — Résines de polychlorure de vinyle à usages généraux — Détermination de la prise de plastifiant à froid.

3 PRINCIPE

Conditionnement de 200 parties de plastifiant, dans le bol d'un mélangeur planétaire, à une température de $75\pm0,2\,^{\circ}$ C. Addition de 100 parties de la résine à essayer et mélangeage avec le plastifiant. Prélèvement d'échantillons de ce mélange à divers intervalles de temps (systématiquement 1 et 30 min), élimination de l'excès de plastifiant par centrifugation, et détermination de la quantité de plastifiant absorbée par le polymère. Tracé d'une courbe représentant la quantité de plastifiant absorbée en fonction du temps, au moyen de laquelle on peut déterminer, pour la résine en essai,

- la vitesse moyenne de prise de plastifiant (VmPP);
- le taux de saturation en plastifiant à chaud (TSPC), conventionnel à 75 $^{\circ}$ C et 30 min (voir l'annexe).

4 RÉACTIF

Di(éthyl-2 hexyl) phtalate (DOP).

5 APPAREILLAGE

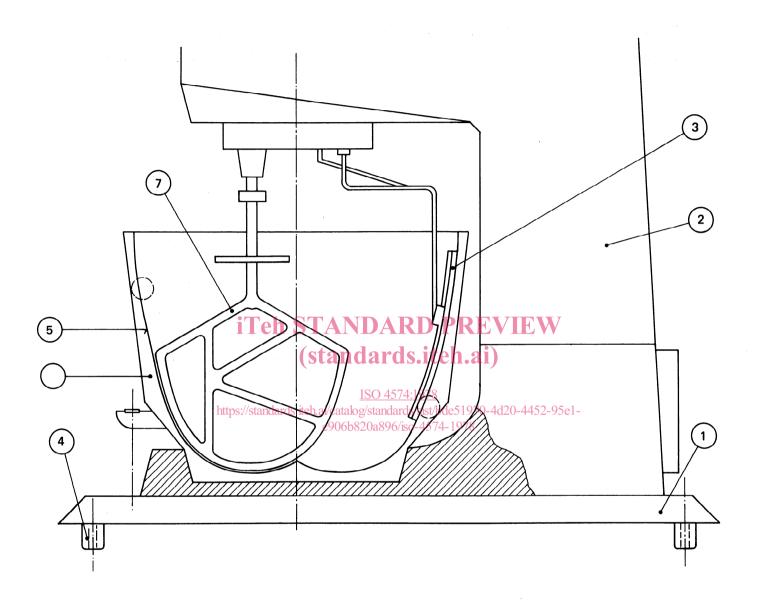
- **5.1 Mélangeur planétaire,** ayant la forme générale et les dimensions principales indiquées aux figures 1 et 2, et comprenant les éléments suivants :
- 5.1.1 Bol, en acier inoxydable, muni d'une double enveloppe.
- 15.1.2 Thermostat et pompe, pour la circulation d'eau déminéralisée dans la double enveloppe du bol (voir note 1), pour le réglage de la température du bol à 75 ± 0.2 °C.

- **5.1.4 Moteur**, suffisamment robuste pour produire la fréquence de rotation nécessaire et la maintenir constante pendant toute la durée du mélangeage.
- **5.1.5** Dispositif d'essuyage ou de raclage, pour le nettoyage de la paroi interne du bol.

NOTES

- 1 Si l'essai est effectué à une température différente de celle qui est prévue et, en particulier, à une température supérieure à 85 ° C, il est nécessaire d'utiliser de l'huile à la place de l'eau déminéralisée dans la double enveloppe.
- 2 Il peut être intéressant d'enregistrer le couple résistant pendant la préparation du mélange. Un modèle convenable de mélangeur le permettant est disponible commercialement. Des informations détaillées peuvent être obtenues auprès du secrétariat du comité technique ISO/TC 61 ou auprès du Secrétariat central de l'ISO.
- **5.2 Centrifugeuse**, avec étoile de centrifugation horizontale, permettant d'exercer, dans les conditions de l'essai, une accélération centripète de $2.5 \times 10^4 \; \text{m} \cdot \text{s}^{-2}$ à $3.0 \times 10^4 \; \text{m} \cdot \text{s}^{-2}$, mesurée au niveau du fond du tube de centrifugation, et équipée éventuellement d'un dispositif de refroidissement afin d'empêcher la température du mélange, en fin de centrifugation, de dépasser 30 °C.

NOTE — Il est permis d'adopter une accélération centripète plus élevée afin de réduire le temps de centrifugation, par exemple $3.5 \times 10^4 \ m\cdot s^{-2}$ et 30 min, à condition d'avoir vérifié que les résultats obtenus sont équivalents.



- 1 Socle
- 2 Bâti du mélangeur
- 3 Dispositif d'essuyage ou de raclage
- 4 Pied souple
- 5 Bol en acier inoxydable
- ${\bf 6}-{\bf Double\ enveloppe}$
- 7 Batteur spécial

FIGURE 1 — Croquis général du mélangeur planétaire modifié

Dimensions en millimètres

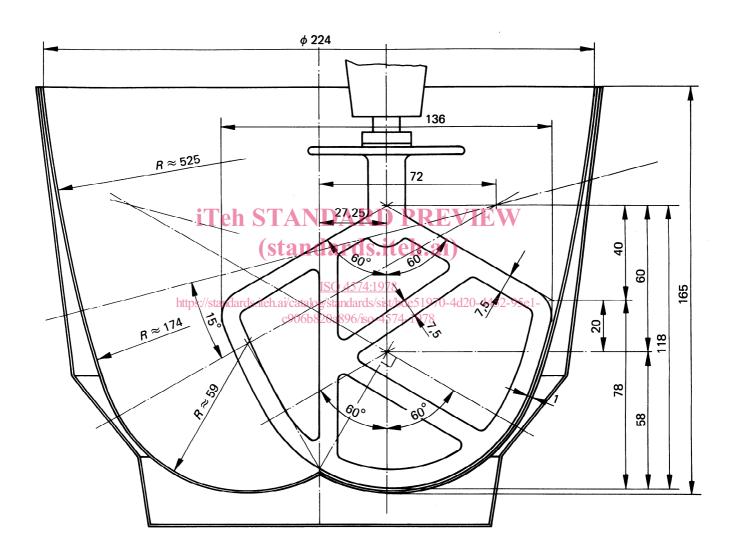


FIGURE 2 — Principales dimensions du bol et du batteur

- **5.3 Tubes de centrifugation**, de dimensions convenables pour s'adapter à la centrifugeuse utilisée, constitués d'un tube, généralement en verre, terminé par un fond conique percé d'un trou de diamètre 0,8 mm environ.
- **5.4 Gaines en plastique** (polyamide, polyéthylène, etc.), munies, dans le fond, d'un tronçon de tube (par exemple en polychlorure de vinyle) destiné à supporter le tube de centrifugation.
- NOTE Un exemple de tube de centrifugation et de gaine est donné à la figure 3.
- 5.5 Coton hydrophile, de qualité pharmaceutique, ayant une absorption de DOP, mesurée dans les conditions de l'essai (voir 6.2), d'environ 10 %.
- **5.6 Deux balances**, l'une précise à 0,1 g près (pour la pesée des matières) et l'autre précise à 0,01 g (pour la pesée des tubes de centrifugation).
- 5.7 Deux récipients, de capacité 1 litre environ, l'un

- pour la pesée du plastifiant et l'autre pour la pesée et le conditionnement de la résine en essai.
- 5.8 Thermomètre, gradué en 0,1 °C.
- **5.9 Dispositif**, pour le mesurage, à 0,1 °C près, de la température du plastifiant dans le bol du mélangeur et également de celle du mélange, par exemple un thermocouple et un millivoltmètre.
- **5.10 Feuille d'aluminium,** d'épaisseur 0,05 mm environ, permettant de confectionner une spatule légère et déformable servant à prélever du mélange sans arrêter le batteur et sans risques de détérioration de la pale du batteur.
- 5.11 Chronomètre.

Éventuellement,

5.12 Dioxyde de carbone solide, pour le refroidissement rapide des échantillons prélevés.

iTeh STANDARD PREVIEW Dimensions en millimètres _ (standard&2iteh.ai) φ 14 φ 20.5 talog/s 6b820a 56 70 89 95 φ 16 $\phi 0.8$ Tube 8 en PVC Tube de centrifugation φ 22

FIGURE 3 - Exemples de tube de centrifugation et de gaine

Gaine

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Réglage préliminaire du thermostat

Peser, à 0,1 g près, 600 g du DOP (chapitre 4) et les placer dans le bol (5.1.1) du mélangeur. Mettre en marche le mélangeur et le laisser fonctionner à une fréquence de rotation de 60 min⁻¹.*

Régler le thermostat (5.1.2) de façon que la température du DOP se stabilise à 75 ± 0,2 °C. Vérifier la température avec le thermomètre (5.8),

Vider le bol du DOP, nettoyer le bol et le batteur (5.1.3), puis les sécher.

6.2 Mesurage du DOP absorbé par le coton hydrophile

Effectuer un essai dans les conditions indiquées dans le paragraphe 5.2 de l'ISO 4608, avec un morceau de coton hydrophile de masse 0,100 ± 0,002 g, mais sans résine.

Déterminer la masse, en grammes, de DOP absorbée par le coton

éventuellement dans le dioxyde de carbone solide (5.12) pour le refroidir rapidement.

Prélever d'autres échantillons de la même manière, en commençant au moment où le mélange passe de l'état pâteux à l'état de prémix humide, et à intervalles de temps basés sur l'évolution visuelle du mélange, mais, en tout cas, au temps de mélangeage 30 min. Arrêter ensuite le mélangeur.

NOTE - L'emploi du mélangeur auquel il est fait référence à la note 2 de 5.1 permet de prélever les échantillons à des moments appropriés en fonction de la mesure du couple résistant. Lorsque le couple commence à augmenter, les échantillons doivent être prélevés à une fréquence proportionnelle à la vitesse d'augmentation du couple, jusqu'à stabilisation du couple.

Peser les tubes contenant les échantillons à 0,01 g près.

Replacer les tubes dans leurs gaines et mettre l'ensemble dans les logements de l'étoile de centrifugation. Mettre en marche la centrifugeuse (5.2) et la régler de façon à exercer une accélération centripète de 2,5 x 10⁴ m·s⁻² à $3.0 \times 10^4 \, \text{m s}^{-2}$ durant 60 min. D'autres conditions peuvent être adoptées si elles ont montré qu'elles donnent des résultats équivalents. La centrifugeuse peut être refroidie. La centrifugation doit être réalisée dans un délai de 60 à 90 min après les prélèvements du mélange.

iTeh STANDARI

6.3 Détermination

Dans chacun des douze tubes de centrifugation (5.3), introduire, en tassant modérément, une masse de 0,100 ± 0,002 g du coton hydrophile (5.5). Peser chaque 4:1978 rès. tube avec le morceau de coton chydrophile ac 0.01 gs près rds/sist/bde 51970-4d20-4452-95e1-

Peser, à 0,1 g près, 600 g du DOP et les placer dans le bol du mélangeur. Mettre en marche le mélangeur et le laisser fonctionner à une fréquence de rotation de 60 min⁻¹ durant 15 min au moins. Arrêter le mélangeur et vérifier que la température du DOP est bien de 75 ± 0,2 °C.

Pendant le conditionnement du DOP, peser, à 0,1 g près, dans l'un des récipients (5.7), 300 g de la résine à essayer. Lorsque la température du DOP atteint 75 ± 0,2 °C, effectuer simultanément les trois opérations suivantes :

- placer la résine dans le bol du mélangeur;
- remettre en marche le mélangeur et le laisser fonctionner à une fréquence de rotation de 60 min⁻¹;
- déclencher le chronomètre (5.11).

NOTE - Si l'on utilise le mélangeur auquel il est fait référence à la note 2 de 5.1, mettre en marche le dispositif d'enregistrement du couple résistant en même temps.

Après 1 min de mélangeage, sans arrêter le mélangeur, prélever un échantillon de 5 g environ du mélange au moyen de la spatule en aluminium (5.10) et l'introduire dans l'un des tubes de centrifugation préparés. Placer le tube dans sa gaine (5.4) et le laisser refroidir; le mettre

Retirer les tubes de leurs gaines, les essuyer avec soin pour eliminer toute partie de DOP qui se trouverait éventuellement sur la paroi externe des tubes, et les peser à 0.01 q

Pour chaque tube, calculer la quantité de DOP absorbée. en parties pour cent de résine (p.c.r.), à l'aide de la formule

$$100 \left[2 - 3 \frac{m_2 - (m_3 - m_0)}{m_2 - m_1} \right]$$

οù

 m_0 est la masse, en grammes, de DOP absorbé par le coton hydrophile (voir 6.2);

 m_1 est la masse, en grammes, du tube de centrifugation contenant le coton;

 m_2 est la masse, en grammes, du tube contenant le coton et l'échantillon, avant centrifugation;

 m_3 est la masse, en grammes, du tube contenant le coton (et le DOP absorbé par le coton), la résine et le DOP absorbé par la résine, après centrifugation.

NOTE - La quantité de plastifiant absorbée, calculée à l'aide de cette formule, est inférieure à la quantité réelle, car une partie de la résine est dissoute dans le DOP non absorbé et éliminée par centrifugation.

Cette fréquence est celle de la rotation du batteur autour de l'axe du bol (et non celle de rotation du batteur sur lui-même, fréquence qui est de 140 min = 1 ¹ environ).

Tracer une courbe représentant la quantité de DOP absorbée, en parties pour cent de résine, en fonction du temps. Un exemple est donné à la figure 4.

Considérer la vitesse moyenne de prise de plastifiant (VmPP) comme étant la pente de la droite passant par l'origine et tangente à la courbe avant le palier final de celle-ci; lire le taux de saturation en plastifiant à chaud comme étant la valeur asymptotique de la quantité de plastifiant absorbée par cent parties de résine.

Le taux de saturation en plastifiant à chaud (TSPC), conventionnel à 75 °C et 30 min, est défini par l'ordonnée du point correspondant à 30 min, et exprimé en parties pour cent de résine (p.c.r.).

NOTE — Des essais interlaboratoires effectués sur trois résines ont montré que l'écart-type variait de 1,8 à 3,9 pour la vitesse moyenne de prise de plastifiant (VmPP), et de 8,8 à 14,1 pour le

taux de saturation en plastifiant à chaud (TSPC), c'est-à-dire la quantité de DOP absorbée en 30 min à $75\,^{\circ}$ C.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la présente Norme internationale;
- b) l'identification complète du matériau soumis à l'essai;
- c) le taux de saturation en plastifiant à chaud (TSPC) en 30 min à 75 °C, exprimée en parties pour cent de résine (p.c.r.);
- d) la vitesse moyenne de prise de plastifiant (VmPP).

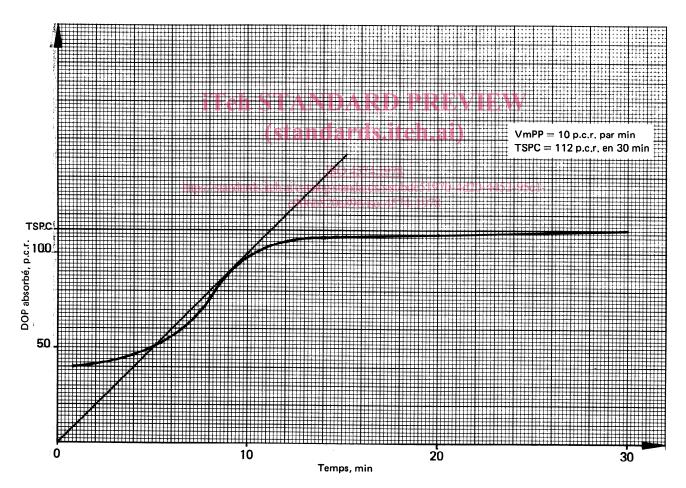


FIGURE 4 - Exemple de courbe représentant la quantité de DOP absorbée en fonction du temps

ANNEXE

RAISONS DU CHOIX DE LA TEMPÉRATURE ET DU TEMPS

La température de 75 ± 0.2 °C a été fixée à la suite de discussions et d'essais interlaboratoires. Le document initial prévoyait d'effectuer l'essai à 88 °C, comme dans la norme ASTM D 2396-69. Mais il a été estimé qu'à cette température, il n'était pas possible de faire l'essai sur des résines de faible indice de viscosité car il y avait gélification, et il a été proposé une température de 70 °C.

En vue de la normalisation de cette méthode sur le plan international, a été recherchée la mise au point d'un mode opératoire reproductible, assez rapide, suffisamment sélectif.

- a) La reproductibilité est obtenue, entre autres choses, par le choix de la constance de la température pendant la totalité de l'essai, rendant les résultats pratiquement indépendants des caractéristiques thermiques de l'appareillage (puissance de la pompe de circulation du thermostat, dimensions et isolation des canalisations de raccordement, épaisseur et nature du bol du mélangeur, etc.), ce qui a été confirmé par les essais interlaboratoires.
- b) La rapidité de l'essai est liée au niveau de température choisi. À 88 °C, un mélange sec est obtenu rapidement (parfois même trop rapidement), mais il y a des risques de gélification avec des résines de faible indice de viscosité. Si la température de 70 °C permet d'éviter ce début de gélification en fin d'essai, elle risque, pour des résines d'indice de viscosité élevé, de conduire soit à des temps très longs, soit à une impossibilité d'obtenir un mélange sec.

En tenant compte de ces éléments, une température de 75 °C a donc finalement été adoptée. Elle s'est avérée correcte pour les différentes résines susceptibles d'être examinées suivant cette méthode. D'autre part, la température de 75 °C est retrouvée pratiquement (après l'introduction de la résine) avant ou au moment du changement d'état du mélange, changement qui sert pour déterminer la vitesse moyenne de prise de plastifiant (VmPP).

c) La saturation, suivant les résines, peut être atteinte après une durée supérieure à 30 min, lorsque la mise en contact est faite à cette température constante de 75 °C. Toutéfois, les valeurs mesurées au bout de 30 min se sont révélées suffisamment représentatives et sélectives pour que cette durée conventionnelle, raisonnable pour un essai de laboratoire, soit retenue pour la méthode normalisée.

ISO 4574:1978

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bde51970-4d20-4452-95e1-c906b820a896/iso-4574-1978