
**Plastiques — Préparation des pâtes PVC
pour essais — Méthode utilisant un
mélangeur planétaire**

*Plastics — Preparation of PVC pastes for test purpose — Planetary-mixer
method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4612:1999](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a71c2aa4-ac5b-4e1a-b826-
2d250d58dd89/iso-4612-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a71c2aa4-ac5b-4e1a-b826-2d250d58dd89/iso-4612-1999)



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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4612 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4612:1979) qui a été modifiée afin de la rendre adaptée à la préparation des pâtes de diverses compositions et d'inclure différents types de mélangeurs planétaires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4612:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a71c2aa4-ac5b-4e1a-b826-2d250d58dd89/iso-4612-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a71c2aa4-ac5b-4e1a-b826-2d250d58dd89/iso-4612-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Plastiques — Préparation des pâtes PVC pour essais — Méthode utilisant un mélangeur planétaire

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes A et B pour la préparation des pâtes (encore appelées plastisols) à partir de résines PVC, de plastifiants et autres ingrédients, en utilisant un mélangeur de type planétaire.

Les deux méthodes A et B peuvent être utilisées pour la préparation de pâtes de toute composition. La méthode A (à une vitesse) est particulièrement adaptée aux résines qui ont tendance à s'échauffer au cours de la préparation de la pâte, tandis que la méthode B (à deux vitesses) peut avoir la préférence dans le cas de tâches répétitives du fait de sa plus courte durée de mélangeage. C'est le cas, par exemple, lors du contrôle du procédé de fabrication des résines.

Ces pâtes peuvent être utilisées pour une grande variété d'essais, y compris la détermination des propriétés rhéologiques aux fins de désignation et de spécification.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 291:1997, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*.

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

pâte

plastisol

dispersion homogène de résine PVC dans un liquide organique

3.2

mélangeur planétaire

appareil dans lequel le batteur ou l'agitateur non seulement tourne sur son axe, mais également décrit un mouvement circulaire, à l'intérieur du bol

4 Principe

Un plastifiant liquide, une poudre de résine PVC et d'autres ingrédients appropriés sous forme de liquide, de pâte ou de poudre, sont introduits simultanément dans un mélangeur dans lequel l'effet de cisaillement provoque la dispersion de la (des) poudre(s) dans le(s) liquide(s).

Le processus de formation de la pâte implique une dissolution partielle de la poudre de résine dans le plastifiant. La «dispersion» demeure donc sous forme liquide pendant une période prolongée: elle ne se décante que très lentement.

5 Appareillage et produits

5.1 Mélangeur planétaire, ayant au moins les principales caractéristiques illustrées à la Figure 1 et dont la configuration du bol et du batteur est conforme à la Figure 2.

Le bol doit être en acier inoxydable et peut être muni d'une double enveloppe à circulation d'eau de refroidissement. Les fabricants de mélangeurs recommandent un niveau de remplissage permettant le mélange efficace d'une charge de 700 g à 1 200 g, constituée de résine, de plastifiant et de tout autre ingrédient dans les proportions appropriées.

Le moteur spécifié doit avoir une puissance suffisante pour maintenir une vitesse de rotation du batteur autour de l'axe du bol à $60 \text{ min}^{-1} \pm 5 \text{ min}^{-1}$ et, si la méthode B est utilisée, à $120 \text{ min}^{-1} \pm 10 \text{ min}^{-1}$, avec la pâte la plus visqueuse susceptible d'être mélangée. Il existe un rapport fixe entre la vitesse de rotation du batteur autour de l'axe du bol et la vitesse de rotation du batteur sur lui-même, ce rapport étant défini par le fabricant du mélangeur utilisé. Il doit être approximativement de 3:7 soit, lorsque la vitesse de rotation du batteur autour de l'axe du bol est de 60 min^{-1} , une vitesse de rotation du batteur sur lui-même d'environ 140 min^{-1} .

Le mélangeur peut être équipé d'un racleur rotatif qui permet de racler l'intérieur du bol avec une lame en un matériau résistant au(x) liquide(s) utilisé(s) pour réaliser la pâte.

Le mélangeur peut également être équipé d'un dispositif permettant la mise en dépression du mélangeur, pendant et après la phase de mélange.

5.2 Enceinte ou chambre à atmosphère contrôlée, permettant de maintenir la température à $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ et l'humidité relative à $(50 \pm 5) \%$.

5.3 Balance, précise à 0,5 g.

5.4 Chronomètre, indiquant les secondes.

5.5 Bêchers, de capacités différentes, utilisés pour contenir les échantillons de pâte. Le volume des bêchers doit être suffisant pour empêcher tout débordement de la pâte pendant le débullage sous vide.

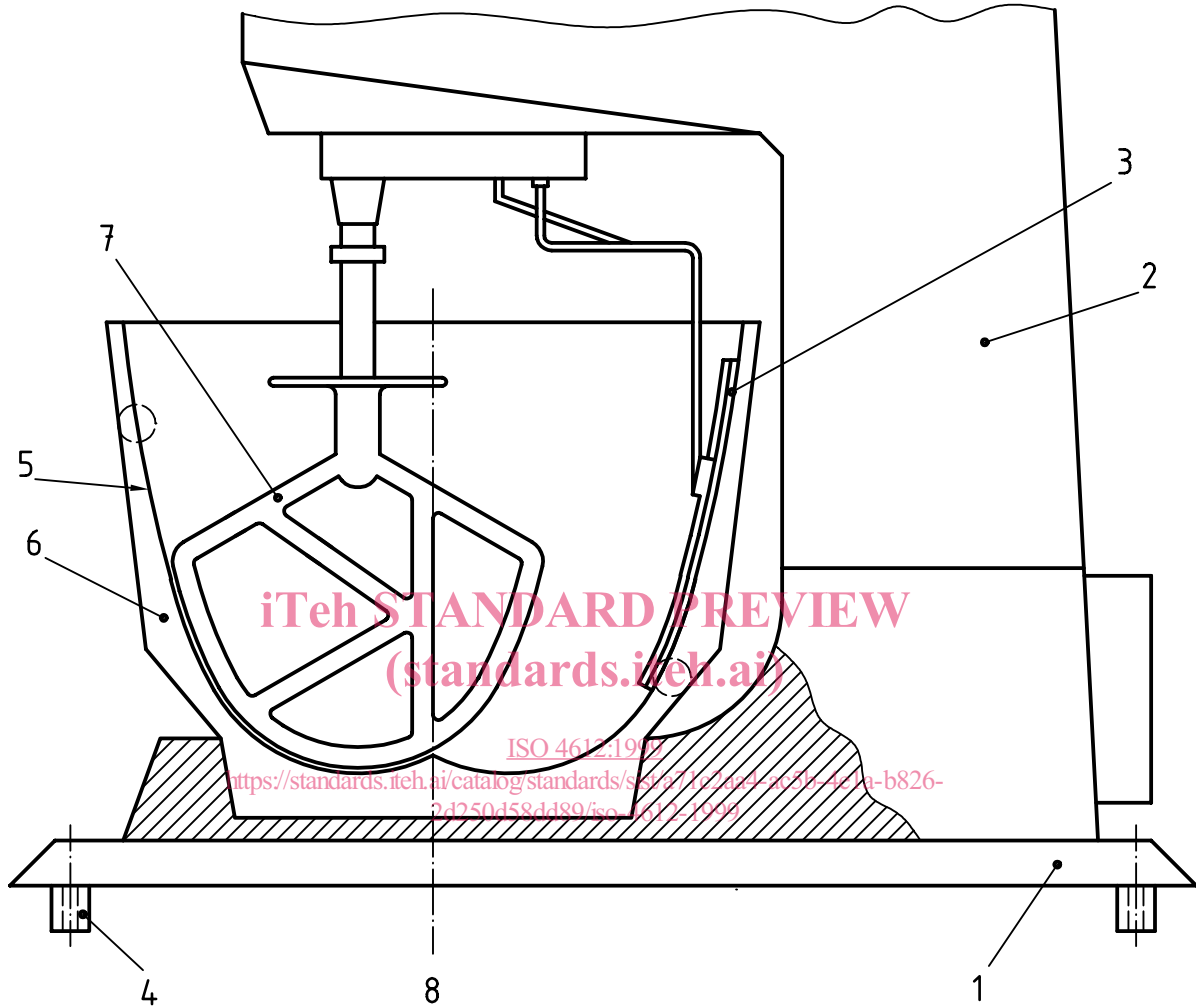
5.6 Pompe à vide, dessiccateur, etc., permettant de débuller la pâte sous un vide partiel de $2 \times 10^3 \text{ Pa}$.

5.7 Spatule.

5.8 Plastifiant.

6 Échantillonnage et conditionnement de la résine

La résine utilisée pour préparer la pâte doit être exempte d'agglomérats et doit être conditionnée conformément à l'ISO 291, à une température de $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ et une humidité relative de $(50 \pm 5) \%$ pendant les 24 h qui précèdent l'essai.



Légende

- 1 Socle
- 2 Potence
- 3 Racleur rotatif (optionnel) utilisé pour nettoyer l'intérieur du bol
- 4 Pieds
- 5 Bol en acier inoxydable
- 6 Double enveloppe (optionnelle) pour la circulation de l'eau de refroidissement
- 7 Batteur
- 8 Axe principal de rotation

Figure 1 — Mélangeur planétaire

Dimensions en millimètres

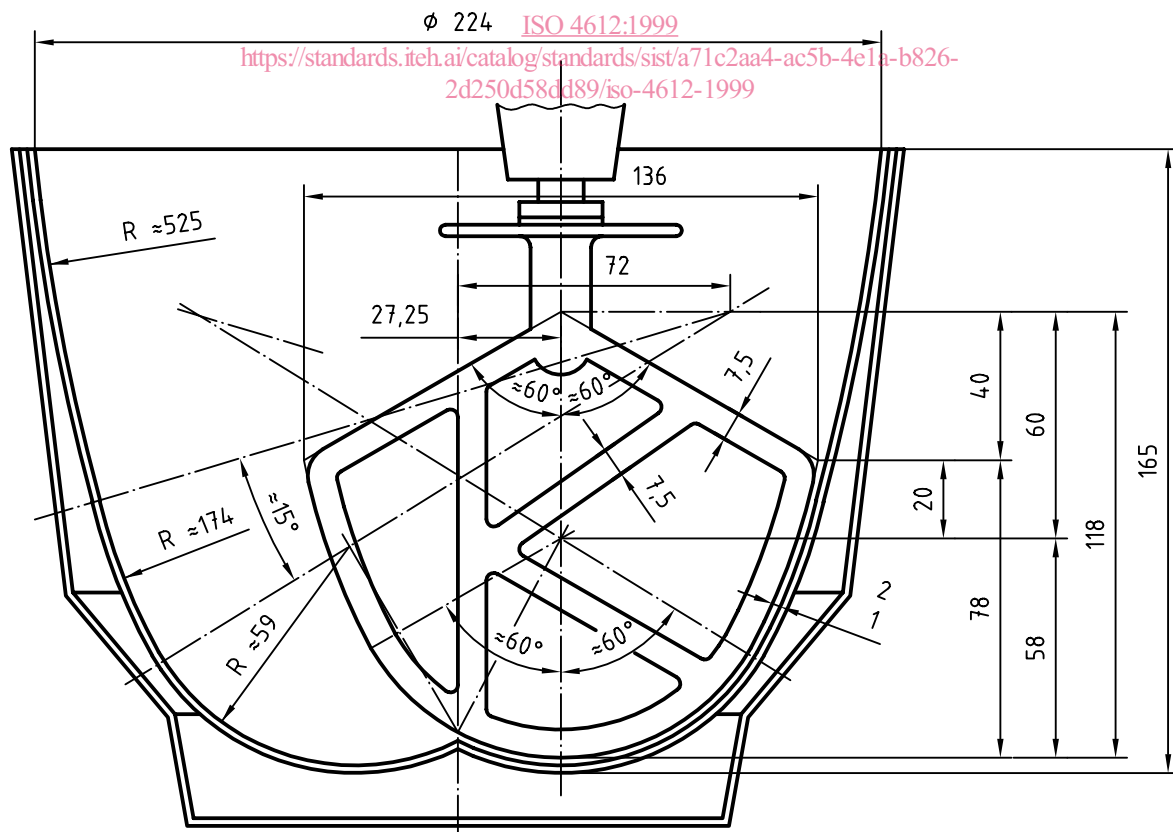
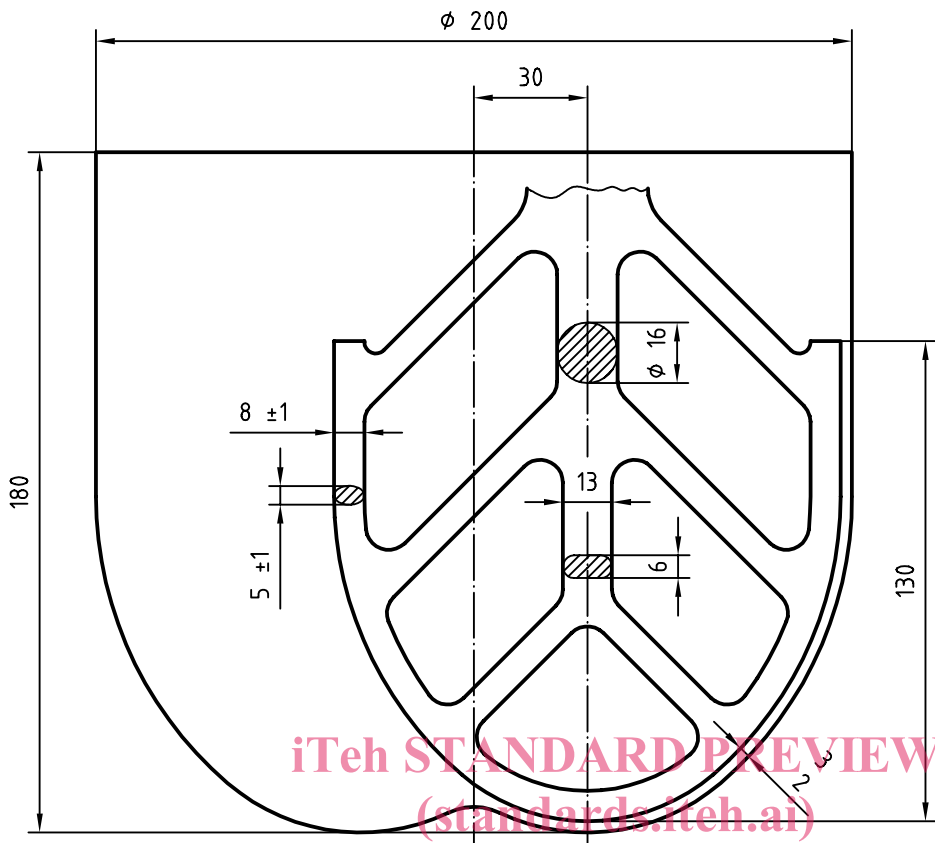


Figure 2 — Configuration des bols et batteurs de mélangeurs types

7 Préparation de la pâte

7.1 Méthode A

Peser 100 % de la quantité calculée de résine, puis 100 % de la quantité calculée de plastifiant dans le bol du mélangeur. La quantité de plastifiant est déterminée à partir de la formule de préparation de la pâte et de la quantité totale de résine, de plastifiant et de tout autre ingrédient nécessaire pour remplir le bol jusqu'au niveau qui permet un mélange «efficace» (voir 5.1). Il est recommandé d'incorporer les éventuels autres ingrédients en poudre à la résine, les autres ingrédients liquides étant introduits avec le plastifiant. Les ingrédients sous forme de pâte peuvent être ajoutés avec les poudres ou avec les liquides, selon la quantité nécessaire.

À l'aide de la spatule, procéder manuellement au mélange du plastifiant et de la résine jusqu'à ce que tout le plastifiant soit totalement incorporé. Nettoyer la spatule à l'aide du batteur de manière à ne pas perdre de pâte. Placer le bol sur le socle du mélangeur, fixer le batteur à son arbre et lever ou abaisser le bol et son batteur jusqu'à la position de marche.

Démarrer simultanément le chronomètre et le mélangeur, le batteur tournant à une vitesse de $60 \text{ min}^{-1} \pm 5 \text{ min}^{-1}$ autour de l'axe du bol. Au bout de $1 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$, arrêter le mélangeur et le chronomètre, prendre le bol et, à l'aide de la spatule, nettoyer la paroi du bol et le batteur. Nettoyer la spatule sur le batteur, replacer le bol et redémarrer le chronomètre et le mélangeur. Après $5 \text{ min} \pm 15 \text{ s}$ supplémentaires, renouveler l'opération de nettoyage de la paroi décrite précédemment, puis continuer à mélanger pendant une durée réelle totale de $30 \text{ min} \pm 30 \text{ s}$.

Lorsque le mélangeur est muni d'un racleur rotatif, il n'est pas nécessaire d'arrêter le mélangeur pour nettoyer les bords du bol, et le mélange doit se poursuivre pendant la totalité des $30 \text{ min} \pm 30 \text{ s}$. Si l'on remarque que la matière colle au batteur, le mode opératoire à suivre est celui qui est décrit pour les mélangeurs ne possédant pas de racleur rotatif.

Arrêter le mélangeur et vérifier immédiatement la température de la pâte. Si celle-ci est $> 35 \text{ }^\circ\text{C}$, préparer une nouvelle pâte, soit en utilisant davantage de plastifiant, soit, lorsque cela est possible, en refroidissant à l'eau la double enveloppe du bol.

Transférer la pâte dans des bœchers appropriés. Si elle renferme des grumeaux, préparer une nouvelle pâte. Sinon, débuller la pâte sous un vide partiel d'environ $2 \times 10^3 \text{ Pa}$ et maintenir ce vide pendant les 5 min qui suivent la retombée de la pâte. Si l'équipement du mélangeur le permet, procéder directement au débullage dans le bol.

Refroidir et conserver la pâte à $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ et $(50 \pm 5) \%$ d'humidité relative en couvrant le bœcher pour éviter toute contamination accidentelle.

Veiller pendant toutes les opérations à éviter les pertes et éclaboussures.

7.2 Méthode B

Peser 100 % de la quantité calculée de résine dans le bol du mélangeur, puis 100 % de la quantité calculée de plastifiant. La quantité de plastifiant est déterminée à partir de la formule de préparation de la pâte et de la quantité totale de résine, de plastifiant et de tout autre ingrédient nécessaire pour remplir le bol jusqu'au niveau qui permet un mélange «efficace» (voir 5.1). Il est recommandé d'incorporer les éventuels autres ingrédients en poudre à la résine, les autres ingrédients liquides étant introduits avec le plastifiant. Les ingrédients sous forme de pâte peuvent être ajoutés avec les poudres ou avec les liquides, selon la quantité nécessaire.

À l'aide de la spatule, procéder manuellement au mélange du plastifiant et de la résine jusqu'à ce que tout le plastifiant soit totalement incorporé. Nettoyer la spatule à l'aide du batteur de manière à ne pas perdre de pâte. Placer le bol sur le socle du mélangeur, fixer le batteur à son arbre et lever ou abaisser le bol et son batteur jusqu'à la position de marche.

Démarrer simultanément le chronomètre et le mélangeur, le batteur tournant à une vitesse de $60 \text{ min}^{-1} \pm 5 \text{ min}^{-1}$ autour de l'axe du bol. Au bout de $2 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$, arrêter le mélangeur et le chronomètre, prendre le bol et, à l'aide de la spatule, nettoyer la paroi du bol et le batteur. Nettoyer la spatule sur le batteur, replacer le bol et redémarrer le chronomètre et le mélangeur, cette fois à une vitesse de rotation de $120 \text{ min}^{-1} \pm 10 \text{ min}^{-1}$. Continuer à mélanger pendant une durée réelle totale de $20 \text{ min} \pm 30 \text{ s}$.

Lorsque le mélangeur est muni d'un racleur rotatif, il n'est pas nécessaire d'arrêter le mélangeur pour nettoyer les bords du bol et le mélange doit se poursuivre pendant la totalité des $20 \text{ min} \pm 30 \text{ s}$, avec uniquement un arrêt momentané au bout de $2 \text{ min} \pm 10 \text{ s}$, si nécessaire, pour faire passer la vitesse de rotation de $60 \text{ min}^{-1} \pm 5 \text{ min}^{-1}$ à $120 \text{ min}^{-1} \pm 10 \text{ min}^{-1}$. Si l'on remarque que la matière colle au batteur, le mode opératoire à suivre est celui décrit pour les mélangeurs ne possédant pas de racleur rotatif.

Arrêter le mélangeur et vérifier immédiatement la température de la pâte. Si celle-ci est $> 35 \text{ °C}$, préparer une nouvelle pâte, soit en utilisant davantage de plastifiant, soit, lorsque cela est possible, en refroidissant à l'eau la double enveloppe du bol. Noter que l'utilisation de la méthode A à ce stade de la préparation de la pâte peut permettre d'obtenir une pâte à une température finale inférieure.

Transférer la pâte dans des béciers appropriés. Si elle renferme des grumeaux, préparer une nouvelle pâte. Sinon, débuller la pâte sous un vide partiel d'environ $2 \times 10^3 \text{ Pa}$ et maintenir ce vide pendant les 5 min qui suivent la retombée de la pâte. Si l'équipement du mélangeur le permet, procéder directement au débullage dans le bol.

Refroidir et conserver la pâte à $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ et $(50 \pm 5) \%$ d'humidité relative en couvrant le bécier pour éviter toute contamination accidentelle.

Veiller pendant toutes les opérations à éviter les pertes et éclaboussures.

8 Rapport de préparation de pâte

Le rapport doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) formule de préparation de la pâte; **(standards.iteh.ai)**
- c) température de la pâte en fin de mélange; [ISO 4612:1999](#)
- d) date de préparation de la pâte, <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a71c2aa4-ac5b-4e1a-b826-2d250d58dd89/iso-4612-1999>
- e) tout écart par rapport à la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4612:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a71c2aa4-ac5b-4e1a-b826-2d250d58dd89/iso-4612-1999>