

---

---

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

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

**iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)**

[ISO 4612:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/006690d9-bc52-41dd-ac0c-fbf66c74c9c/iso-4612-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/006690d9-bc52-41dd-ac0c-  
fbf66c74c9c/iso-4612-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/006690d9-bc52-41dd-ac0c-fbf66c74c9c/iso-4612-2018)



## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4612:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/006690d9-bc52-41dd-ac0c-fbf66c74c9c/iso-4612-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/006690d9-bc52-41dd-ac0c-fbf66c74c9c/iso-4612-2018>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

	Page
<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Référence normative</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Appareillage et matériaux</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Échantillonnage et conditionnement de la résine</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Préparation de la pâte</b> .....	<b>4</b>
7.1    Méthode A.....	4
7.2    Méthode B.....	5
<b>8</b> <b>Rapport de préparation de pâte</b> .....	<b>6</b>

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4612:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/006690d9-bc52-41dd-ac0c-fbf66c74c9c/iso-4612-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/006690d9-bc52-41dd-ac0c-fbf66c74c9c/iso-4612-2018>

## 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](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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](http://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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 4612:1999), qui a fait l'objet d'une révision mineure pour mettre à jour la référence dans [l'Article 2](#).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

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

## 1 Domaine d'application

Le présent document 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 seule 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.

## 2 Référence normative

Les documents suivants sont mentionnés dans le texte de telle manière qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les exigences 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).

ISO 291, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai* <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/006690d9-bc52-41dd-ac0c-fbf66c74c9c/iso-4612-2018>

## 3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- Online browsing platform de l'ISO: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>
- Electropedia de l'IEC: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

### 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 à l'intérieur du bol, mais l'axe de rotation lui-même décrit également un mouvement circulaire

## 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; la poudre ne décante pas rapidement.

## 5 Appareillage et matériaux

**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  $60 \text{ min}^{-1}$ , une vitesse de rotation du batteur sur lui-même d'environ  $140 \text{ min}^{-1}$ .

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**, avec une précision de 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.

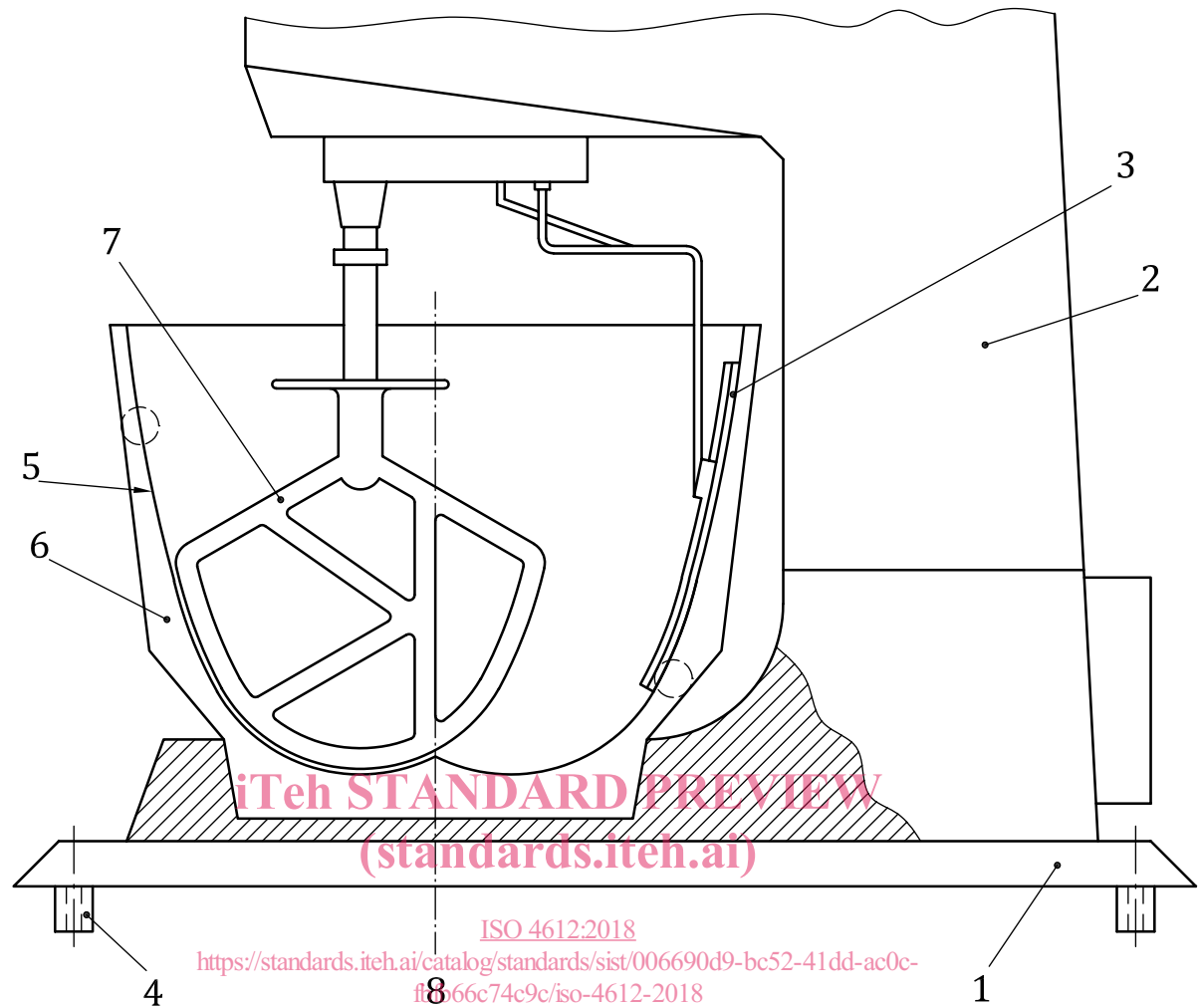
**5.6 Pompe à vide, dessiccateur, etc.**, permettant de débuller la pâte sous un vide partiel de  $2 \times 10^3 \text{ Pa}$ .

**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 88 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**

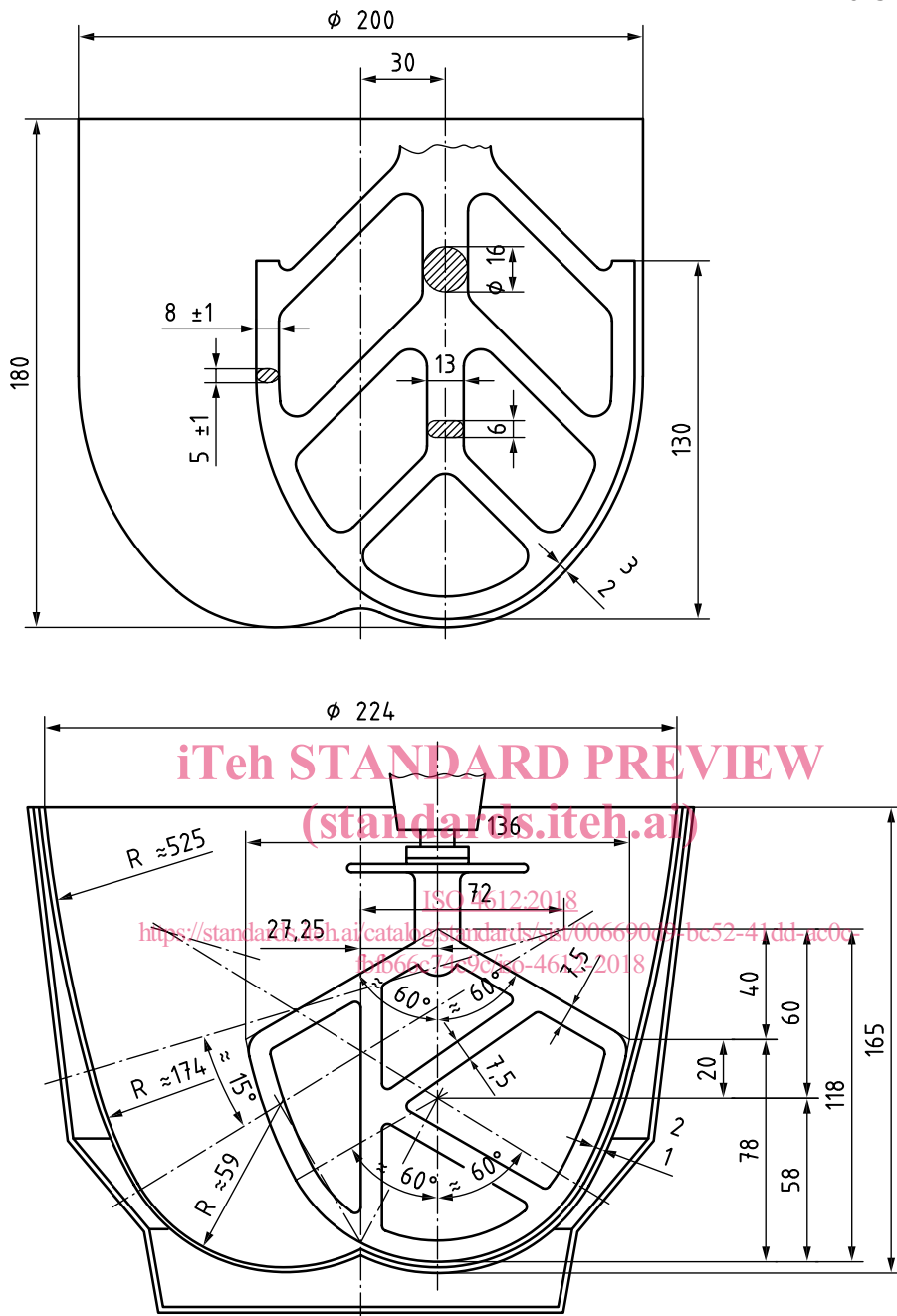


Figure 2 — Configuration des bols et batteurs de mélangeurs types

## 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  $60 \text{ min}^{-1} \pm 5 \text{ min}^{-1}$  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 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  $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  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.

## 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  $60 \text{ min}^{-1} \pm 5 \text{ min}^{-1}$  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  $> 35 \text{ }^\circ\text{C}$ , préparer une nouvelle pâte, soit en utilisant davantage de plastifiant, soit, lorsque cela est possible, en