
**Plastiques — Matériaux à base
de copolymères éthylène/alcool vinylique
(EVOH) pour moulage et extrusion —**

Partie 2:

Préparation des éprouvettes et détermination
des propriétés

iTeh STANDARDS PREVIEW
(standards.itteh.ai)

*Plastics — Ethylene/vinyl alcohol (EVOH) copolymer moulding and
extrusion materials —*

*ISO 14663-2:1999
Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties*

<https://standards.itteh.ai/catalog/standards/sist/ca2891eb-a69c-4452-bc50-75b0b4d12a32/iso-14663-2-1999>



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 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 14663-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

L'ISO 14663 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Plastiques — Matériaux à base de copolymères éthylène/alcool vinylique (EVOH) pour moulage et extrusion*:

- *Partie 1: Système de désignation et base de spécification*
- *Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

Les annexes A, B et C font partie intégrante de la présente partie de l'ISO 14663.

[ISO 14663-2:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea289feb-a69c-4452-be50-75b0b4d12a32/iso-14663-2-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea289feb-a69c-4452-be50-75b0b4d12a32/iso-14663-2-1999>

© 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 — Matériaux à base de copolymères éthylène/alcool vinylique (EVOH) pour moulage et extrusion —

Partie 2:

Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14663 spécifie les méthodes normalisées de préparation des éprouvettes et les méthodes d'essai normalisées à employer lors de la détermination des propriétés de matériaux pour moulage et extrusion à base de copolymères d'éthylène/alcool de vinyle (EVOH). Les exigences relatives à la manipulation des matériaux d'essai et au conditionnement, portant à la fois sur les matériaux d'essai avant moulage et sur les éprouvettes avant leur mise à l'essai, sont mentionnées dans la présente partie de l'ISO 14663.

Les modes opératoires et les conditions sont décrites pour la préparation d'éprouvettes dans un état donné, et les modes opératoires de mesurage des propriétés de ces matériaux sont mentionnés. La liste des propriétés et méthodes d'essai, qui sont appropriées et nécessaires à la caractérisation des matériaux à base d'EVOH pour moulage et extrusion, figure dans la présente partie de l'ISO 14663.

Les propriétés ont été sélectionnées, à l'origine, à partir des méthodes d'essai générales indiquées dans l'ISO 10350. D'autres méthodes d'essai d'usage répandu ou présentant une importance particulière dans le cas de ces matériaux pour moulage et extrusion, sont également incluses dans la présente partie de l'ISO 14663 ainsi que la propriété de désignation spécifiée dans l'ISO 14663-1 (indice de fluidité à chaud en masse).

Pour obtenir des résultats d'essai reproductibles et comparables, il est nécessaire d'utiliser les méthodes de préparation et de conditionnement, les dimensions d'éprouvette et les modes opératoires d'essai spécifiés ci-après. Les valeurs déterminées ne seront pas nécessairement identiques à celles obtenues en utilisant des éprouvettes de dimensions différentes ou préparées en appliquant d'autres modes opératoires.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 14663. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 14663 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 75-1:1993, *Plastiques — Détermination de la température de fléchissement sous charge — Partie 1: Méthode générale d'essai.*

ISO 75-2:1993, *Plastiques — Détermination de la température de fléchissement sous charge — Partie 2: Plastiques et ébonite.*

ISO 178:1993, *Plastiques — Détermination des propriétés en flexion.*

ISO 179-1:—¹⁾, *Plastiques — Détermination des caractéristiques au choc Charpy — Partie 1: Essai de choc non instrumenté.*

ISO 180:—²⁾, *Plastiques — Détermination de la résistance au choc Izod.*

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

ISO 294-2:1996, *Plastiques — Moulage par injection des éprouvettes de matériaux thermoplastiques — Partie 2: Barreaux de traction de petites dimensions.*

ISO 306:1994, *Plastiques — Matières thermoplastiques — Détermination de la température de ramollissement Vicat (VST).*

ISO 527-1:1993, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 1: Principes généraux.*

ISO 527-2:1993, *Plastiques — Détermination des propriétés en traction — Partie 2: Conditions d'essai des plastiques pour moulage et extrusion.*

ISO 899-1:1993, *Plastiques — Détermination du comportement au fluage — Partie 1: Fluage en traction.*

ISO 1133:1997, *Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR).*

ISO 1183:1987, *Plastiques — Méthodes pour déterminer la masse volumique et la densité relative des plastiques non alvéolaires.*

ISO 2039-2:1987, *Plastiques — Détermination de la dureté — Partie 2: Dureté Rockwell.*

ISO 2818:1994, *Plastiques — Préparation des éprouvettes par usinage.*

ISO 3146:1985, *Plastiques — Détermination du comportement à la fusion (température de fusion ou plage de température de fusion) des polymères semi-cristallins.*

ISO 3167:1993, *Plastiques — Éprouvettes à usages multiples.*

ISO 3451-1:1997, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 1: Méthodes générales.*

ISO 10350:1993, *Plastiques — Acquisition et présentation de caractéristiques intrinsèques comparables.*

ISO 14663-1:1999, *Plastiques — Matériaux à base de copolymères éthylène/alcool vinylique (EVOH) pour moulage et extrusion — Partie 1: Système de désignation et base de spécification.*

CEI 60093:1980, *Méthodes pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle des matériaux isolants électriques solides.*

CEI 60112:1979, *Méthode pour déterminer les indices de résistance et de tenue au cheminement des matériaux isolants solides dans des conditions humides.*

CEI 60243-1:1988, *Méthode d'essai pour la détermination de la rigidité diélectrique des matériaux isolants solides — Partie 1: Mesure aux fréquences industrielles.*

CEI 60250:1969, *Méthodes recommandées pour la détermination de la permittivité et du facteur de dissipation des isolants électriques aux fréquences industrielles, audibles et radioélectriques (ondes métriques comprises).*

¹⁾ À publier. (Révision de l'ISO 179:1993)

²⁾ À publier. (Révision de l'ISO 180:1993)

CEI 60296:1982, *Spécification des huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillage de connexion.*

CEI 60695-11-10:1999, *Essais relatifs aux risques du feu — Partie 11-10: Flammes d'essai — Méthodes d'essai horizontale et verticale à la flamme de 50 W.*

3 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes doivent être préparées par moulage par injection ou par prélèvement dans un film. La méthode à employer est indiquée dans la liste des propriétés (Tableau 2) pour chaque éprouvette. La lettre-code M est utilisée pour indiquer qu'il faut utiliser le moulage par injection; F est la lettre-code pour film.

Il est essentiel que les éprouvettes soient toujours préparées dans des conditions de mise en œuvre identiques. Les conditions normalisées sont mentionnées ci-après.

Le matériau doit être conservé dans des conteneurs étanches à l'humidité, jusqu'à son utilisation.

Le taux d'humidité des matériaux chargés ou renforcés doit être exprimé en pourcentage de la masse totale de la composition.

3.1 Traitement du matériau avant moulage

Avant la mise en œuvre, le taux d'humidité de l'échantillon ne doit pas dépasser 0,3 % (*m/m*). Dans le cas où le taux d'humidité dépasse cette limite, le matériau doit être séché pendant $24 \text{ h} \pm 2 \text{ h}$ à une température de $105 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$, sous vide ou sous courant d'azote sec.

Pour garantir que le taux d'humidité reste faible, il est recommandé de maintenir le matériau contenu dans la trémie d'entrée de la machine de moulage par injection, sous un gaz approprié (par exemple: air sec, azote ou argon). L'utilisation d'un déshumidificateur de trémie est susceptible de donner de meilleurs résultats.

3.2 Moulage par injection

La préparation des éprouvettes moulées par injection doit être effectuée conformément à l'ISO 294-2, selon les conditions spécifiées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Conditions nécessaires au moulage par injection des éprouvettes

| Matériau | | Température de fusion | Température du moule | Vitesse moyenne d'injection | Pression de maintien | Durée à la pression de maintien | Pression d'injection maximale | Temps de refroidissement | Durée totale du cycle |
|------------------------------------|-------------------------------------|-----------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------|---------------------------------|-------------------------------|--------------------------|-----------------------|
| Teneur en charges % (<i>m/m</i>) | Teneur en éthylène % (<i>m/m</i>) | °C | °C | mm/s | MPa | s | MPa | s | s |
| 0 | > 15 mais ≤ 30 | 220 | 50 | 150 | 80 | 15 | 80 | 45 | 50 |
| 0 | > 30 mais ≤ 45 | 200 | 50 | 150 | 80 | 15 | 80 | 45 | 50 |
| 0 | > 45 mais ≤ 60 | 180 | 50 | 150 | 80 | 15 | 80 | 45 | 50 |
| ≤ 30 | > 15 mais ≤ 60 | 230 | 60 | 150 | 80 | 12 | 80 | 35 | 40 |
| > 30 | > 15 mais ≤ 60 | 250 | 80 | 150 | 80 | 12 | 100 | 35 | 40 |

Tableau 2 — Propriétés et conditions d'essai normalisées (sélectionnées de l'ISO 10350)

| Propriété | Unité | Norme | Type d'éprouvette (dimensions en mm) | Mise en œuvre ¹⁾ | Conditions d'essai et instructions supplémentaires |
|----------------------------------------------------|-------------------|--------------------------|-------------------------------------------------|-----------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Propriétés rhéologiques | | | | | |
| Indice de fluidité à chaud en masse | g/10 min | ISO 1133 | Matière à mouler | — | 210 °C, 2,16 kg (voir aussi les conditions indiquées dans l'ISO 14663-1) |
| Propriétés mécaniques | | | | | |
| Module de traction | MPa | } ISO 527-1 ISO 527-2 | ISO 3167, type A | M | Vitesse d'essai 1 mm/min |
| Contrainte au seuil d'écoulement | MPa | | | | Vitesse d'essai 50 mm/min |
| Déformation au seuil d'écoulement | % | | | | Vitesse d'essai 50 mm/min |
| Déformation à la rupture | MPa | | | | Vitesse d'essai 50 mm/min |
| Contrainte pour une déformation de 50 % | MPa | | | | Vitesse d'essai 50 mm/min |
| Contrainte à la rupture | % | | | | Vitesse d'essai 5 mm/min. À indiquer que si la contrainte pour une déformation de 50 % ne peut pas être obtenue. |
| Déformation nominale à la rupture | | | | | |
| Module de fluage en traction | MPa | ISO 899-1 | Voir ISO 3167 | M | Au bout de 1 h } Déformation ≤ 0,5 % Au bout de 1 000 h } |
| Module en flexion | } MPa | ISO 178 | 80 × 10 × 4 | M | Vitesse d'essai 2 mm/min |
| Résistance en flexion | | | | | |
| Résistance au choc Charpy | kJ/m ² | } ISO 179-1 | 80 × 10 × 4 | M | Méthode 1e (choc sur chant) |
| Résistance au choc Charpy sur éprouvette entaillée | kJ/m ² | | | | |
| Propriétés thermiques | | | | | |
| Température de fusion | °C | ISO 3146 | Matière à mouler | | Méthode C (DSC or DTA). Utiliser 10 °C/min. |
| Température de fléchissement sous charge | °C | ISO 75-1 ISO 75-2 | 110 × 10 × 4 sur chant ou 80 × 10 × 4 à plat | M | Méthode A (1,8 MPa) |
| Température de ramollissement Vicat | °C | ISO 306 | 10 × 10 × 4 | M | Vitesse de chauffage 50 °C/h, charge 50 N |
| Propriétés électriques | | | | | |
| Permittivité relative | — | } CEI 60250 | ≥ 80 × ≥ 80 × 1 | M | Fréquence 100 Hz et 1 MHz (tenir compte de l'effet de bord dû aux électrodes) |
| Facteur de pertes | — | | | | |
| Résistivité transversale | Ω·m | } CEI 60093 | ≥ 80 × ≥ 80 × 1 | M | Tension 500 V |
| Résistivité superficielle | Ω | | | | |
| Rigidité diélectrique | kV/mm | CEI 60243-1 | { ≥ 80 × ≥ 80 × 1 ≥ 80 × ≥ 80 × 3 | M | Utiliser des électrodes cylindriques coaxiales de 25 mm/75 mm. Immersion dans de l'huile isolante pour transformateurs conforme à la CEI 60296. Utiliser une vitesse d'application élevée de la tension |
| Indice de résistance au cheminement | — | CEI 60112 | ≥ 15 × ≥ 15 × 4 | M | Utiliser la solution A |
| Autres propriétés | | | | | |
| Masse volumique | kg/m ³ | ISO 1183 | — | M | Utiliser la méthode B (méthode du pycnomètre) avec toluène/tétrachlorure de carbone comme liquides d'immersion |
| Inflammabilité | s | CEI 60695-11-10 | 125 × 10 × 4 | M | Méthode B — durée de flamme résiduelle des éprouvettes horizontales |

1) M = Matière à mouler

Tableau 3 — Propriétés additionnelles et conditions d'essai d'utilité particulière pour les matériaux à base d'EVOH pour moulage et extrusion

| Propriété | Unité | Norme | Type d'éprouvette (dimensions en mm) | Mise en œuvre ¹⁾ | Conditions d'essai et instructions supplémentaires |
|-------------------------------------|----------------------------------------------|-----------------------|--------------------------------------|-----------------------------|----------------------------------------------------------------------------|
| Propriétés mécaniques | | | | | |
| Contrainte au seuil d'écoulement | MPa | ISO 527-1, ISO 527-2 | ISO 3167, type A | M | Vitesse d'essai 5 mm/min (pour les éprouvettes renforcées par des charges) |
| Déformation au seuil d'écoulement | % | | | | |
| Résistance au choc Izod | kJ/m ² | ISO 180 | 80 × 10 × 4 | M | Méthode 1A |
| Dureté Rockwell | — | ISO 2039-2 | ≥ 20 × ≥ 20 × ≥ 6 | M | |
| Autres propriétés | | | | | |
| Taux de cendres | % | ISO 3451-1 | Matière à mouler | M | Méthode A: 600 °C ± 25 °C |
| Substances volatiles | % | ISO 14663-2, annexe A | | M | |
| Teneur en éthylène | % | ISO 14663-2, annexe B | | M | |
| Taux de transmission de l'oxygène | cm ³ / (m ² ·24 h·atm) | ISO 14663-2, annexe C | | F | |
| 1) M = Matière à mouler F = Film | | | | | |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.3 Préparation des éprouvettes sous forme de film

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea289feb-a69c-4452-be50-15e1d6c01109>

Les éprouvettes sous forme de film doivent être découpées à partir de films obtenus par coulage soufflage ou toute autre méthode. L'épaisseur recommandée est de 20 µm ± 10 µm. L'épaisseur des éprouvettes doit être déterminée à partir de l'épaisseur moyenne de l'échantillon mesurée mécaniquement; les variations de l'épaisseur ne doivent pas dépasser 2 µm. Les éprouvettes doivent avoir des surfaces lisses et être exemptes de marques ou défauts visibles (stries, piqûres, œil de poisson, etc.).

4 Conditionnement des éprouvettes

La détermination des propriétés doit porter sur des éprouvettes à l'état sec au moulage, ou sur des éprouvettes à l'état humide, ou encore sur des éprouvettes dans un état autre. L'état des éprouvettes doit être consigné.

4.1 Moulé à l'état sec (DAM)

Les éprouvettes doivent être moulées à partir de granulés secs (voir 3.1 et 3.2). Elles sont considérées comme étant moulées à l'état sec lorsqu'elles ont été mises dans un récipient étanche à l'humidité immédiatement après le moulage, et conservées pendant au moins 24 h à 23 °C ± 2 °C. Le taux d'humidité des éprouvettes moulées à l'état sec (DAM) ne doit pas dépasser 0,3 % (*m/m*). Le séchage d'éprouvettes ayant un taux d'humidité supérieur à cette limite pour atteindre le taux d'humidité requis, n'est pas autorisé.

Pour maintenir le taux d'humidité à un faible niveau, les éprouvettes DAM doivent être soumises à l'essai dans un temps aussi court que possible (maximum 30 min), après avoir été retirées hors du conteneur étanche à l'humidité.

4.2 État humide

Les éprouvettes sont considérées comme étant à l'état humide lorsqu'elles ont été conditionnées à 23 °C ± 2 °C et à (50 ± 5) % d'humidité relative, jusqu'à ce que l'équilibre ait été atteint (voir ISO 291:1997, annexe A).

4.3 Conditionnement des films

Tout film non orienté doit subir un traitement thermique selon les conditions suivantes:

Température: 20 °C ± 2 °C au-dessous de la température de fusion

Durée: 10 min

Au cours du traitement thermique, le film doit être fixé au cadre au moyen d'attaches pour éviter toute variation de ses dimensions.

5 Détermination des propriétés

Lors de la détermination des propriétés et pour la présentation des données, appliquer les normes, instructions supplémentaires et notes données dans l'ISO 10350. La totalité des essais doit être réalisée dans l'atmosphère normalisée de laboratoire de 23 °C ± 2 °C avec une humidité relative de (50 ± 5) %, sauf spécification contraire mentionnée dans les tableaux 2 et 3.

Le Tableau 2 est extrait de l'ISO 10350:1993 et les propriétés énumérées sont celles appropriées aux matériaux à base de copolymères d'éthylène/alcool vinylique pour moulage et extrusion. Ces propriétés sont celles qui permettent de comparer les données obtenues avec différents thermoplastiques.

Le Tableau 3 reprend des caractéristiques qui ne figurent pas de manière spécifique dans le Tableau 2 mais sont d'usage répandu ou d'importance particulière pour la caractérisation pratique des matériaux à base de copolymères d'éthylène/alcool vinylique pour moulage et extrusion. Les comparaisons entre différents matériaux sur la base de ces propriétés peuvent être limitées aux thermoplastiques appartenant à une même famille générique.

ISO 14663-2:1999
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea289feb-a69c-4452-be50-75b0b4d12a32/iso-14663-2-1999>

Annexe A (normative)

Détermination des substances volatiles (y compris l'eau)

A.1 Domaine d'application

La présente annexe spécifie une méthode pour la détermination des substances volatiles (y compris l'eau) dans un copolymère d'éthylène/alcool vinylique.

A.2 Principe

Une prise d'essai de résine, placée dans un vase à peser, est chauffée à $120\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ jusqu'à masse constante.

A.3 Appareillage

A.3.1 Étuve à circulation d'air, permettant de maintenir une température de $120\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

A.3.2 Vase à peser, d'environ 40 mm de diamètre et 70 mm de hauteur, en verre, en aluminium ou, de préférence, en acier inoxydable, et muni d'un couvercle.

A.3.3 Balance, précise à 0,1 mg près. [ISO 14663-2:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea289feb-a69c-4452-be50-4663-2-1999)

A.3.4 Dessiccateur, contenant un déshydratant approprié. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea289feb-a69c-4452-be50-4663-2-1999>

A.4 Mode opératoire

Peser le vase (A.3.2) muni de son couvercle, à 0,1 mg près, après chauffage dans l'étuve (A.3.1) thermostatée à $120\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 1 h et refroidissement à température ambiante dans le dessiccateur (A.3.4).

Introduire une masse m_0 (d'environ 20 g) de résine dans le flacon, remettre le couvercle en place et peser à 0,1 mg près.

Mettre l'ensemble dans l'étuve à $120\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, ôter le couvercle mais le laisser dans l'étuve et refermer la porte de cette dernière.

Au bout de $24\text{ h} \pm 0,5\text{ h}$, sortir l'ensemble hors de l'étuve, le laisser refroidir dans le dessiccateur et le peser à 0,1 mg près. Le couvercle doit être maintenu sur le vase pendant le transfert et la pesée. Calculer alors la masse m_1 du résidu.

Procéder à deux déterminations.

Pour chacune des déterminations, calculer la teneur en substances volatiles, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la formule donnée dans l'article A.5.

Si les deux pourcentages présentent une différence inférieure à 0,05 % (en valeur absolue), les utiliser pour le calcul de la moyenne.

Dans le cas contraire, procéder à deux déterminations supplémentaires, jusqu'à obtenir deux valeurs satisfaisant à cette exigence.

Toutefois, si les deux valeurs obtenues sont chacune inférieures à 0,05 %, quelle que soit leur différence, il n'est pas nécessaire de procéder à de nouvelles déterminations.

Dans certains cas particuliers, il peut se révéler nécessaire d'effectuer la détermination à une température supérieure, à savoir $150\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, pendant $5\text{ h} \pm 0,1\text{ h}$. Les raisons justifiant le choix de la température de 150 °C doivent être consignées en même temps que les résultats dans le rapport d'essai.

A.5 Expression des résultats

Pour chacune des déterminations, calculer le pourcentage de substances volatiles (y compris l'eau), avec deux décimales, à l'aide de la formule

$$\frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant chauffage;

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai après chauffage.

Calculer la moyenne, avec deux décimales, des deux valeurs obtenues.

Consigner cette valeur dans le rapport d'essai comme étant celle du pourcentage de substances volatiles (y compris l'eau).

NOTE En pratique courante, il est généralement suffisant d'exprimer le résultat avec une décimale.

A.6 Fidélité

ISO 14663-2:1999
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea289feb-a69c-4452-be50-75b0b4d12a32/iso-14663-2-1999>

Des essais interlaboratoires ont mis en évidence une reproductibilité de 0,1 % (en valeur absolue) des valeurs ainsi déterminées.

A.7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 14663, annexe A;
- b) tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) le cas échéant, les raisons justifiant la réalisation de l'essai à 150 °C ;
- d) le résultat, exprimé conformément à l'article A.5;
- e) toute circonstance susceptible d'avoir eu une répercussion sur le résultat;
- f) la date de l'essai.

Annexe B (normative)

Dosage de l'éthylène

B.1 Domaine d'application

La présente annexe spécifie une méthode pour le dosage de l'éthylène contenu dans les copolymères d'éthylène/alcool vinylique.

NOTE Cette méthode n'est pas applicable aux mélanges d'EVOH contenant d'autres polymères ou matières de charge.

B.2 Principe

Les groupes hydroxyles de la résine sont acétylés en faisant réagir une solution pyridinique de la résine avec de l'anhydride acétique. L'excès d'anhydride acétique et de pyridine est éliminé par lavage à l'eau. La résine réacétylée est dissoute dans un mélange de méthanol/eau et les groupes d'acétate sont hydrolysés par de l'hydroxyde de sodium. Un excès d'acide sulfurique ou d'acide chlorhydrique est ajouté et l'acide est titré en retour avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en utilisant la phénolphtaléine comme indicateur.

(standards.iteh.ai)

B.3 Réactifs

ISO 14663-2:1999

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

75b0b4d12a32/iso-14663-2-1999

B.3.1 Anhydride acétique.

B.3.2 Pyridine.

B.3.3 Acétone.

B.3.4 Méthanol.

B.3.5 Acide sulfurique, solution étalon, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,25 \text{ mol/l}$, ou **acide chlorhydrique**, solution étalon, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

B.3.6 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$.

B.3.7 Hydroxyde de sodium, solution étalon, $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

B.3.8 Phénolphtaléine, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,7 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol.

B.4 Appareillage

B.4.1 Fiole conique, de 50 ml de contenance, à col et à bouchon en verre rodé.

B.4.2 Fiole conique, de 100 ml de contenance, à col et à bouchon en verre rodé.

B.4.3 Fiole conique, de 300 ml de contenance, à col en verre rodé.