

NORME
INTERNATIONALE

ISO
21309-2

Première édition
2019-02

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

Partie 2:

**Préparation des éprouvettes et
détermination des propriétés**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ad88bac-df3b-4783-9e9b-86ea3b03ec07/iso-21309-2-2019>
Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties



Numéro de référence
ISO 21309-2:2019(F)

© ISO 2019

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21309-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ad88bac-dfb-4783-9e9b-86ea3b03ec07/iso-21309-2-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	3
4 Préparation des éprouvettes	3
4.1 Généralités.....	3
4.2 Traitement du matériau avant moulage.....	3
4.3 Moulage par injection.....	3
4.4 Préparation des éprouvettes sous forme de film.....	4
5 Conditionnement des éprouvettes	4
5.1 Généralités.....	4
5.2 Moulé à l'état sec (DAM).....	4
5.3 État humide.....	4
5.4 Conditionnement des films.....	5
6 Détermination des propriétés	5
Annexe A (normative) Détermination des matières volatiles (y compris l'eau)	9
Annexe B (normative) Détermination de la teneur en éthylène	11
Annexe C (normative) Détermination de la perméabilité à l'oxygène en régime stationnaire d'un copolymère éthylène/alcool vinylique sous forme de film, à l'aide d'un capteur coulométrique	15

ISO 21309-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ad88bac-dfb-4783-9e9b-86ea3b03ec07/iso-21309-2-2019>

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).

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).

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

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

Cette première édition de l'ISO 21309-2 annule et remplace l'ISO 14663-2:1999, qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- changement de numéro de norme;
- mise à jour des références normatives.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 21309 se trouve sur le site web de l'ISO.

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.

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

Le présent document spécifie les méthodes de préparation des éprouvettes et les méthodes d'essai qui doivent être utilisées pour la détermination des propriétés des matériaux à base de copolymères éthylène/alcool vinylique (EVOH) pour moulage et extrusion. Il donne des exigences relatives à la manipulation du matériau d'essai et au conditionnement du matériau d'essai avant moulage et des éprouvettes avant essai.

Le présent document décrit les modes opératoires et les conditions nécessaires à la préparation des éprouvettes, ainsi que les modes opératoires de mesure des propriétés des matériaux à partir desquels les éprouvettes sont obtenues. Les propriétés et méthodes d'essai qui sont utiles et nécessaires pour caractériser les matériaux pour moulage et extrusion à base d'EVOH sont énumérées dans le présent document.

Les propriétés ont été sélectionnées parmi les méthodes d'essai générales de l'ISO 10350-1. D'autres méthodes d'essai largement utilisées ou qui revêtent une importance particulière pour ces matériaux pour moulage et extrusion sont aussi incluses dans le présent document, c'est le cas de la propriété de désignation de l'indice de fluidité à chaud en masse spécifiée dans l'ISO 21309-1.

Dans le but d'obtenir des résultats d'essai reproductibles et comparables, on doit utiliser les méthodes de préparation et de conditionnement, les dimensions d'éprouvette ainsi que les modes opératoires d'essai spécifiés ici. Les valeurs déterminées ne seront pas nécessairement identiques à celles obtenues en utilisant des éprouvettes de dimensions différentes ou préparées selon des modes opératoires différents.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des 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 75-1:2013, *Plastiques — Détermination de la température de fléchissement sous charge — Partie 1: Méthode d'essai générale*

ISO 75-2:2013, *Plastiques — Détermination de la température de fléchissement sous charge — Partie 2: Plastiques et ébonite*

ISO 178, *Plastiques — Détermination des propriétés en flexion*

ISO 179-1:2010, *Plastiques — Détermination des caractéristiques au choc Charpy — Partie 1: Essai de choc non instrumenté*

ISO 180:2000, *Plastiques — Détermination de la résistance au choc Izod*

ISO 291:2008, *Plastiques — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai*

ISO 21309-2:2019(F)

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

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

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

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

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

ISO 1133-1, *Plastiques — Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR) — Partie 1: Méthode normale*

ISO 1183-1:2012, *Plastiques — Méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires — Partie 1: Méthode par immersion, méthode du pycnomètre en milieu liquide et méthode par titrage*

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

ISO 3146:2000, *Plastiques — Détermination du comportement à la fusion (température de fusion ou plage de températures de fusion) des polymères semi-cristallins par méthodes du tube capillaire et du microscope polarisant*

ISO 3451-1:2008, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 1: Méthodes générales*

ISO 10350-1, *Plastiques — Acquisition et présentation de caractéristiques intrinsèques comparables — Partie 1: Matériaux pour moulage*

ISO 20753, *Plastiques — Éprouvettes* <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ad88bac-dfb-4783-9e9b-8a5b5eccc022/iso-21309-2-2019>

ISO 21309-1, *Plastiques — Matériaux à base de copolymères éthylène/alcool vinylique (EVOH) pour moulage et extrusion — Partie 1: Système de désignation et base de spécification*

IEC 60112, *Méthode de détermination des indices de résistance et de tenue au cheminement des matériaux isolants solides*

IEC 60243-1, *Rigidité diélectrique des matériaux isolants — Méthodes d'essai — Partie 1: Essais aux fréquences industrielles*

IEC 60250, *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)*

IEC 60296, *Fluides pour applications électrotechniques — Huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillages de connexion*

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

IEC 62631-3-1, *Propriétés diélectriques et résistives des matériaux isolants solides — Partie 3-1: Détermination des propriétés résistives (méthodes en courant continu) — Résistance transversale et résistivité transversale — Méthode générale*

IEC 62631-3-2, *Propriétés diélectriques et résistives des matériaux isolants solides — Partie 3-2: Détermination des propriétés résistives (méthodes en courant continu) — Résistance superficielle et résistivité superficielle*

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:

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

3.1

taux de transmission d'oxygène

O₂GTR

volume d'oxygène traversant une surface unitaire des faces parallèles d'un film par unité de temps, dans les conditions de l'essai

Note 1 à l'article: Le taux s'exprime généralement en centimètres cubes (à 0 °C dans des conditions atmosphériques normales) par mètre carré par 24 h, sous une différence de pression égale à 1 atm [cm³/(m²·24 h·atm)].

Note 2 à l'article: L'unité SI du O₂GTR est le femtomètre par pascal seconde [fm/(Pa·s)]:

1 fm (femtomètre) = 10⁻¹⁵ m

1 atm = 101,3 kPa

1 cm³/(m²·24 h·atm) = 0,114 3 fm/(Pa·s)

1 fm/(Pa·s) = 8,752 cm³/(m²·24 h·atm)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Préparation des éprouvettes

4.1 Généralités

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 (voir le [Tableau 2](#)) pour chaque éprouvette.

Il est essentiel que les éprouvettes soient toujours préparées dans des conditions de mise en œuvre identiques. 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.

4.2 Traitement du matériau avant moulage

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

Afin de garantir que le taux d'humidité reste faible, il est recommandé de maintenir le matériau contenu dans la trémie d'alimentation de la machine de moulage par injection sous un gaz approprié (par exemple air sec, azote ou argon). De meilleurs résultats peuvent être obtenus en utilisant une trémie séchante.

4.3 Moulage par injection

Les éprouvettes moulées par injection doivent être préparées conformément à l'ISO 294-2, en appliquant les conditions spécifiées dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Conditions pour le moulage par injection des éprouvettes

Matériau		Température de fusion	Température du moule	Vitesse moyenne d'injection	Pression de maintien	Durée de maintien en pression	Pression d'injection maximale	Durée de refroidissement	Durée totale du cycle
Teneur en charge	Teneur en éthylène								
mol%	mol%	°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

4.4 Préparation des éprouvettes sous forme de film

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 $20 \mu\text{m} \pm 10 \mu\text{m}$. 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 $2 \mu\text{m}$. Les éprouvettes doivent avoir des surfaces lisses et être exemptes de marques et autres défauts visibles (stries, piqûres, œil de poisson, etc.).

ISO 21309-2:2019

5 Conditionnement des éprouvettes

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ad88bac-dfb-4783-9e9b-86ca5b03ec07/iso-21309-2-2019>

5.1 Généralités

Les propriétés doivent être déterminées sur des éprouvettes à l'état sec au moulage (DAM), ou sur des éprouvettes à l'état humide, ou encore sur des éprouvettes dans un état autre. L'état des éprouvettes doit être consigné dans le rapport d'essai.

5.2 Moulé à l'état sec (DAM)

Les éprouvettes doivent être moulées à partir de granulés secs (voir 4.2 et 4.3). Elles sont considérées comme étant moulées à l'état sec (DAM) lorsqu'elles ont été mises dans un conteneur étanche à l'humidité immédiatement après le moulage, et conservées pendant au moins 24 h à $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$. Le taux d'humidité des éprouvettes DAM ne doit pas dépasser 0,3 % (en fraction massique). 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 l'humidité absorbée à un faible niveau, les éprouvettes DAM doivent être soumises à l'essai dans un temps aussi court que possible (maximum 30 min) après leur retrait du conteneur étanche à l'humidité.

5.3 État humide

Les éprouvettes sont considérées comme étant à l'état humide lorsqu'elles ont été conditionnées à $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ et à $50 \% \pm 5 \%$ d'humidité relative, jusqu'à ce que l'équilibre ait été atteint (voir l'ISO 291:2008, Annexe A).

5.4 Conditionnement des films

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

- température: $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ au-dessous de la température de fusion;
- durée: 10 min.

Pendant le traitement thermique, le film doit être fixé dans un cadre au moyen d'attaches pour éviter toute variation de ses dimensions.

6 Détermination des propriétés

Lors de la détermination des propriétés et pour la présentation des résultats, les normes, instructions et notes supplémentaires données dans l'ISO 10350-1 doivent être appliquées. Tous les essais doivent être réalisés dans l'atmosphère normale de laboratoire à $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ et à $50\% \pm 5\%$ d'humidité relative, sauf spécification contraire dans les [Tableaux 2](#) ou [3](#).

Le [Tableau 2](#) est extrait de l'ISO 10350-1 et les propriétés énumérées sont celles appropriées aux matériaux à base de copolymères éthylène/alcool vinylique pour moulage et extrusion. Elles sont considérées comme étant utiles pour comparer les données obtenues pour différents thermoplastiques.

Le [Tableau 3](#) contient les propriétés ne figurant pas dans le [Tableau 2](#), mais qui sont largement utilisées ou qui revêtent une importance particulière dans la pratique pour la caractérisation des matériaux pour moulage et extrusion à base de copolymère éthylène/alcool vinylique. Les comparaisons de matériaux différents basées sur ces propriétés peuvent très bien se limiter aux thermoplastiques appartenant aux mêmes familles génériques.

(standards.iteh.ai)

[ISO 21309-2:2019](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ad88bac-dfb-4783-9e9b-86ea3b03ec07/iso-21309-2-2019>

Tableau 2 — Propriétés générales et conditions d'essai (sélectionnées dans l'ISO 10350-1)

Propriété	Unité	Norme	Type d'éprouvette (dimensions en mm)	Préparation des éprouvettes ^a	Conditions d'essai et instructions supplémentaires
Propriétés rhéologiques					
Indice de fluidité à chaud en masse	g/10 min	ISO 1133-1	Matière à mouler	—	Température 210 °C, charge 2,16 kg (voir également les conditions données dans l'ISO 21309-1)
Propriétés mécaniques					
Module en traction	MPa	ISO 527-1 ISO 527-2 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3ad88bac-dfb-4783-9e9b-86ea3b03ec07/iso-21309-2-2019	ISO 20753, type A1	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	%				Vitesse d'essai 50 mm/min
Contrainte pour 50 % de déformation	MPa				Vitesse d'essai 50 mm/min
Contrainte à la rupture	MPa				Vitesse d'essai 50 mm/min
Déformation nominale à la rupture	%				Vitesse d'essai 5 mm/min. À n'indiquer que si la contrainte pour une déformation de 50 % ne peut pas être obtenue.
Module de fluage en traction	MPa	ISO 899-1	Voir l'ISO 20753	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 à la flexion					
Résistance au choc Charpy	kJ/m ²	ISO 179-1	80 × 10 × 4	M	Méthode 1e (impact sur chant)
Résistance au choc Charpy avec entaille			80 × 10 × 4 Entaille en V, r = 0,25	M	Méthode 1eA (impact sur chant)
Propriétés thermiques					
Température de fusion	°C	ISO 3146:2000	Matière à mouler	—	Méthode C (DSC ou ATD). Utiliser 10 °C/min.
Température de fléchissement sous charge	°C	ISO 75-1:2013 ISO 75-2:2013	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

^a M = moulage par injection.

Tableau 2 (suite)

Propriété	Unité	Norme	Type d'éprouvette (dimensions en mm)	Préparation des éprouvettes ^a	Conditions d'essai et instructions supplémentaires
Propriétés électriques					
Permittivité relative	—	IEC 60250	$\geq 80 \times \geq 80 \times 1$	M	Fréquence 100 Hz et 1 MHz (compenser les effets de bord de l'électrode)
Facteur de perte	—				
Résistivité transversale	$\Omega \cdot m$	IEC 62631-3-1	$\geq 60 \times \geq 60 \times 2$	M	Tension 500 V
Résistivité superficielle	Ω	IEC 62631-3-2			
Rigidité diélectrique	kV/mm	IEC 60243-1	$\geq 80 \times \geq 80 \times 1$ $\geq 80 \times \geq 80 \times 3$	M	Utiliser la configuration d'électrodes donnée par des cylindres coaxiaux de 25 mm/75 mm. Immersion dans de l'huile pour transformateurs conforme à l'IEC 60296. Essai de courte durée (augmentation rapide)
Indice de résistance au cheminement	—	IEC 60112	$\geq 15 \times \geq 15 \times 4$	M	Utiliser la solution A
Autres propriétés					
Masse volumique	kg/m ³	ISO 1183-1:2012	—	M	Utiliser la méthode B (méthode du pycnomètre). Utiliser du toluène/tétrachlorure de carbone comme liquide d'immersion
Inflammabilité	s	IEC 60695-11-10	125 × 10 × 4	M	Méthode B — durée de flamme résiduelle des éprouvettes horizontales

^a M = moulage par injection.

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

Propriété	Unité	Norme	Type d'éprouvette (dimensions en mm)	Préparation des éprouvettes ^a	Conditions d'essai et instructions supplémentaires
Propriétés mécaniques					
Contrainte au seuil d'écoulement	MPa	ISO 527-1, ISO 527-2	ISO 20753, type A1	M	Vitesse d'essai 5 mm/min (pour les matériaux avec charges ou renforts)
Déformation au seuil d'écoulement	%				
Résistance au choc Izod	kJ/m ²	ISO 180:2000	80 × 10 × 4	M	Méthode 1A
Dureté Rockwell	—	ISO 2039-2	$\geq 20 \times \geq 20 \times \geq 6$	M	
Autres propriétés					
Cendres	%	ISO 3451-1:2008	Matière à mouler	M	Méthode A: 600 °C ± 25 °C

^a M = moulage par injection; F = film.