
**Nanotechnologies — Films
nanocomposites polymères pour
emballages alimentaires avec des
propriétés barrières — Spécification
des caractéristiques et méthodes de
mesure**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Nanotechnologies — Polymeric nanocomposite films for food
packaging with barrier properties — Specification of characteristics
and measurement methods*

ISO/TS 21975:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa3cc89-9fe5-4ea7-afce-f4adb98279c1/iso-ts-21975-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/TS 21975:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa3cc89-9fe5-4ea7-afce-f4adb98279c1/iso-ts-21975-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et abréviations	1
3.1 Termes et définitions	1
3.2 Abréviations	3
4 Caractéristiques essentielles et facultatives à déterminer et méthodes de mesure associées	3
4.1 Généralités	3
4.2 Nano-objet (caractéristiques essentielles)	4
4.2.1 Taille et distribution de taille	4
4.2.2 Teneur chimique	5
4.3 Nanocomposite (caractéristiques essentielles)	6
4.3.1 Facteur de transmission lumineuse totale	6
4.3.2 Teneur en cendres	7
4.3.3 Propriétés barrière	7
4.4 Nano-objet (caractéristique facultative)	9
4.4.1 Couleur de la matière première de nano-objets	9
4.4.2 Morphologie	10
4.5 Nanocomposite (caractéristique facultative)	10
4.5.1 Aspect du nanocomposite	10
4.5.2 Propriétés mécaniques	10
4.5.3 Propriétés physiques	10
5 Préparation des éprouvettes	11
6 Rapport	11
6.1 Généralités	11
6.2 Informations générales	11
6.3 Résultats de mesure	11
6.3.1 Caractéristiques essentielles	11
6.3.2 Informations complémentaires	12
6.4 Exemple de rapport sous forme tabulaire	12
Annexe A (informative) Allongement de la durée de conservation des aliments	14
Annexe B (informative) Amélioration des propriétés barrière par l'incorporation de nano-objets dans un film polymère	16
Annexe C (informative) Effet des paramètres de traitement sur les propriétés barrière	17
Annexe D (informative) Caractéristiques des polymères affectant les propriétés barrière	18
Bibliographie	19

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

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.

Introduction

La croissance rapide du marché des nouveaux emballages contenant des nano-objets découle des effets de ces emballages sur l'allongement de la durée de conservation des aliments et la réduction du gaspillage alimentaire. De plus, la hausse des exportations et des importations d'aliments et de produits alimentaires est à l'origine d'une augmentation à venir de la demande d'emballages nano-améliorés.

Les emballages plastiques sont généralement en polyéthylène, polypropylène, polyamide ou polyester. La présence de nano-objets dans les emballages peut améliorer différentes caractéristiques des films polymères telles que les propriétés barrière aux gaz/à la vapeur d'eau, la transparence au rayonnement UV-Vis, les propriétés thermiques et la résistance mécanique. L'un des principaux objectifs de ces emballages est d'allonger la durée de conservation en améliorant les propriétés barrière des emballages alimentaires afin de réduire la diffusion de gaz, l'échange de vapeur d'eau et l'exposition au rayonnement UV-Vis^[1]. L'Annexe A décrit l'effet de la perméabilité aux gaz, à la vapeur d'eau et au rayonnement UV-Vis des emballages alimentaires sur la durée de conservation. Différents types de nano-objets, tels que les nanofeuillets d'argile, les nanoparticules/nanotiges d'oxyde de zinc et les nanoparticules d'oxyde de titane, ont été incorporés dans la matrice polymère afin d'améliorer les propriétés barrière mentionnées ci-dessus.

Contrairement aux emballages en verre ou en métal, les matériaux polymères sont perméables aux petites molécules de gaz et de vapeur d'eau ainsi qu'au rayonnement UV-Vis. La possibilité de renforcer les propriétés barrière des emballages polymères par l'application de nanocomposites constitue un axe de recherche très prometteur. Les principaux facteurs affectant la perméabilité de la matrice polymère d'origine et celle du nanocomposite sont la cristallinité et les phases cristallines du polymère, l'état de dispersion et l'orientation des nano-objets dans les nanocomposites, etc. (voir les Annexes B et C).

En général, l'application réussie d'une barrière nano-améliorée d'un emballage alimentaire nécessite :

- de définir la relation entre la composition, la structure et les propriétés ;
- d'identifier les caractéristiques et leurs méthodes de mesure.

Le présent document spécifie les caractéristiques, y compris les propriétés barrière, à déterminer pour les films nanocomposites polymères. Il fournit également des recommandations quant aux méthodes de mesure pertinentes pour ces caractéristiques. Le présent document vise à favoriser la communication et la compréhension mutuelle entre acheteurs et vendeurs de nanocomposites polymères utilisés dans les emballages alimentaires.

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

ISO/TS 21975:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa3cc89-9fe5-4ea7-afce-f4adb98279c1/iso-ts-21975-2020>

Nanotechnologies — Films nanocomposites polymères pour emballages alimentaires avec des propriétés barrières — Spécification des caractéristiques et méthodes de mesure

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les caractéristiques, y compris les propriétés barrière, à déterminer pour les films nanocomposites polymères utilisés pour améliorer les emballages alimentaires. Les propriétés barrière comprennent la transmission de gaz (oxygène) et de vapeur d'eau, ainsi que la transparence au rayonnement UV-Vis. Il décrit également les méthodes de mesure pertinentes.

Le présent document ne traite ni des problèmes de sécurité et de santé liés aux emballages alimentaires, ni des aspects environnementaux.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes, définitions et abréviations

3.1 Termes et définitions

ISO/TS 21975:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa3cc89-9fe5-4ea7-afce-eb5b7c0e0000/iso-ts-21975-2020>

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 <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1.1

température de transition vitreuse

valeur conventionnelle du domaine de température dans lequel se produit la transition vitreuse

Note 1 à l'article: La transition vitreuse est un changement réversible intervenant dans un polymère amorphe ou dans une région amorphe d'un polymère partiellement cristallin, entre un état visqueux ou caoutchouteux et un état dur et relativement fragile.

[SOURCE: : ISO 11357-2:2020, 3.1, modifiée — La Note 1 à l'article a été remplacée.]

3.1.2

température de fusion

domaine de température dans lequel les *polymères semi-cristallins* (3.1.7) ou cristallins perdent leurs propriétés cristallines ou leur forme particulière pour produire un liquide lors d'une élévation de température

[SOURCE: : ISO 472:2013, 2.584, modifiée — La définition a été remaniée.]

3.1.3

nanocomposite

solide composé d'un mélange de deux ou plusieurs matériaux de phases distinctes, dont une ou plusieurs sont des nanophases

Note 1 à l'article: Un nanocomposite à matrice polymère est un nanocomposite contenant au moins une phase polymère majoritaire.

[SOURCE: : ISO/TS 80004-4:2011, 3.2, modifiée — La Note 1 à l'article a remplacé les Notes 1 et 2 à l'article initiales.]

3.1.4

nano-amélioré

présentant une fonction ou une performance des matériaux intensifiée ou améliorée par les nanotechnologies

[SOURCE: : ISO/TS 80004-1:2015, 2.16, modifiée — « des matériaux » a été ajouté.]

3.1.5

coefficient de transmission d'oxygène

volume ou quantité d'oxygène passant à travers un matériau plastique, par unité de surface et par unité de temps, sous une unité de différence de pressions partielles entre les deux faces du matériau

Note 1 à l'article: Le coefficient de transmission d'oxygène en termes de volume est généralement exprimé en centimètres cubes par mètre carré, par 24 h et par atmosphère [$\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h} \cdot \text{atm})$], le volume du gaz étant ramené aux conditions normales sous une différence de pression d'une atmosphère.

Note 2 à l'article: Le coefficient de transmission d'oxygène en termes de quantité est exprimé en moles par mètre carré, par seconde et par pascal [$\text{mol}/(\text{m}^2 \cdot \text{s} \cdot \text{Pa})$].

[SOURCE: : ISO 15105-1:2007, 3.1, modifiée — « d'oxygène » a remplacé « de gaz » dans le terme et « ou quantité d'oxygène » a remplacé « de gaz » dans la définition. Les Notes 1 et 2 à l'article ont remplacé la note d'origine.]

3.1.6

emballage

produit à utiliser pour le confinement, la protection, la manipulation, l'expédition, le stockage, le transport et la présentation de marchandises, allant des matières premières jusqu'aux produits transformés, du producteur jusqu'à l'utilisateur ou au consommateur, en incluant le transformateur, l'assembleur ou tout autre intermédiaire

[SOURCE: : ISO 21067-1:2016, 2.1.1]

3.1.7

polymère semi-cristallin

polymère comportant des phases cristallines et amorphes en proportions variables

[SOURCE: : ISO 3146:2000, 3.1]

3.1.8

parcours tortueux

trajet du gaz à travers une matrice polymère via une protection passive

3.1.9

facteur de transmission UV-Vis

rapport du flux radiant d'un faisceau UV-Vis traversant un échantillon de film sur celui d'un faisceau UV-Vis sans l'échantillon

3.1.10**coefficient de transmission de vapeur d'eau**

masse de vapeur d'eau transmise à travers une unité de surface sur une unité de temps dans des conditions de température et d'humidité spécifiées

Note 1 à l'article: Le coefficient de transmission de vapeur d'eau est exprimé en grammes par mètre carré et par 24 h $[g/(m^2 \cdot 24 h)]$.

Note 2 à l'article: Définition adaptée de l'ISO 15105-1:2007, 3.1.

3.2 Abréviations

AFM	microscopie à force atomique (Atomic Force Microscopy)
DLS	diffusion dynamique de la lumière (Dynamic Light Scattering)
DSC	analyse calorimétrique différentielle (Differential Scanning Calorimetry)
GC	chromatographie en phase gazeuse (Gas Chromatography)
ICP/AES	spectrométrie d'émission atomique à source plasma à couplage inductif (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy)
ICP/MS	spectrométrie de masse à source plasma à couplage inductif (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)
OTR	coefficient de transmission d'oxygène (Oxygen Transmission Rate)
PTA	analyse par traçage des particules (Particle Tracking Analysis)
SAXS	spectrométrie des rayons X aux petits angles (Small Angle X-ray Spectroscopy)
SEM	microscopie électronique à balayage (Scanning Electron Microscopy)
TEM	microscopie électronique à transmission (Transmission Electron Microscopy)
TGA	analyse thermogravimétrique (ThermoGravimetric Analysis)
UV-Vis	ultraviolet-visible
WVTR	coefficient de transmission de vapeur d'eau (Water Vapour Transmission Rate)
XRD	diffraction des rayons X (X-Ray Diffraction)
XRF	fluorescence X (X-Ray Fluorescence)

4 Caractéristiques essentielles et facultatives à déterminer et méthodes de mesure associées**4.1 Généralités**

Les caractéristiques à déterminer pour les films nanocomposites polymères sont scindées en deux groupes : les caractéristiques essentielles et les caractéristiques facultatives. Les caractéristiques essentielles figurant dans la liste du [Tableau 1](#) doivent être mesurées. Les caractéristiques facultatives énumérées dans le [Tableau 2](#) sont fournies à titre informatif. La détermination de ces caractéristiques peut s'avérer utile pour des applications spécifiques.

Tableau 1 — Caractéristiques essentielles à déterminer et méthodes de mesure associées

Élément	Caractéristiques	Méthode de mesure
Nano-objet	Taille et distribution de taille	Voir 4.2.1
	Teneur chimique	Voir 4.2.2
Nanocomposite	Facteur de transmission lumineuse totale	Voir 4.3.1
	Teneur en cendres	Voir 4.3.2
	Propriétés barrière	OTR Voir 4.3.3.2
		WVTR Voir 4.3.3.3
	Facteur de transmission UV-Vis	Voir 4.3.3.4

Tableau 2 — Caractéristiques facultatives à déterminer et méthodes de mesure associées

Élément	Caractéristiques	Méthode de mesure
Nano-objet	Couleur	Voir 4.4.1
	Morphologie	Voir 4.4.2
Nanocomposite	Aspect	Voir 4.5.1
	Propriétés mécaniques	Voir 4.5.2
	Température de fusion	Voir 4.5.3.1
	Température de transition vitreuse	Voir 4.5.3.2
	Type de phase cristalline et cristallinité	Voir D.1
	Morphologie	Voir D.2

4.2 Nano-objet (caractéristiques essentielles)

4.2.1 Taille et distribution de taille

4.2.1.1 Généralités

Les propriétés barrière des films nanocomposites polymères sont sensibles à la taille des nano-objets incorporés dans la matrice polymère.

Les nano-objets sont des objets tridimensionnels ayant différentes formes. Il est impossible de représenter la taille d'un nano-objet en utilisant une seule valeur. Par conséquent, dans la majorité des techniques employées, la forme est supposée sphérique car la forme d'une sphère peut être représentée par une valeur unique : son diamètre (voir l'ISO 19430:2016).

Pour les mesurages de taille et de distribution de taille, une éprouvette est prélevée sur l'échantillon de matière première de nano-objets, et une suspension est préparée.

La taille moyenne d'un nano-objet doit être mesurée par une méthode de mesure adaptée et en précisant, si possible, si le nano-objet mesuré est primaire ou secondaire (agglomérat). Les résultats de mesure doivent être exprimés en nanomètres (nm).

Pour mesurer le diamètre moyen des nano-objets, il est recommandé d'adopter une méthode de mesure appropriée parmi la SAXS, la microscopie électronique (TEM et SEM), la DLS, l'AFM et la PTA.

NOTE 1 Dans la majorité des cas, du fait de l'agglomération, la taille mesurée peut être celle d'un nano-objet secondaire. Pour empêcher l'agglomération, une méthode de préparation d'échantillon adaptée est nécessaire.

NOTE 2 L'ultrasonication de la suspension contenant les nano-objets est une méthode appropriée avant d'effectuer un mesurage de taille par les techniques mentionnées ci-dessus.

4.2.1.2 Spectrométrie des rayons X aux petits angles

La taille des nano-objets dans un milieu liquide peut être mesurée par la technique SAXS, qui permet de déterminer la distribution de taille et la taille moyenne des nano-objets primaires et secondaires.

NOTE L'ISO 17867:2015 spécifie une méthode pour l'application de la technique SAXS à l'estimation des tailles moyennes des nano-objets dans des dispersions diluées où l'interaction entre les nano-objets est négligeable. La distribution de taille en nombre et en volume est mesurée par la technique SAXS.

4.2.1.3 Microscopie électronique

La taille des nano-objets peut également être mesurée par microscopie électronique. La TEM et la SEM sont utilisées pour mesurer la taille des nano-objets (voir l'ISO 21363 et l'ISO 19749 respectivement). Les techniques TEM et SEM fournissent des images bidimensionnelles du nano-objet, qui permettent de déterminer la distribution de taille en nombre.

4.2.1.4 Analyse par traçage des particules

La taille des nano-objets dans un liquide peut également être mesurée par la technique PTA où le mouvement brownien des nano-objets est suivi par un traçage optique. L'ISO 19430:2016 décrit l'évaluation de la distribution de taille en nombre des nano-objets dans les dispersions liquides (particules solides, liquides ou gazeuses en suspension dans des liquides), en utilisant la méthode PTA pour les mesurages de vitesse de diffusion.

4.2.1.5 Diffusion dynamique de la lumière

La taille des nano-objets dans un liquide peut également être mesurée par DLS. L'analyse de la taille des particules s'effectue par la technique DLS qui sonde la mobilité hydrodynamique des particules. L'ISO 22412:2017 donne des estimations de la taille moyenne et de la distribution de taille des particules.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/baa3cc89-9fe5-4ea7-afce-f4ad678279c1/iso-ts-21975-2020>

4.2.1.6 Microscopie à force atomique

La taille des nano-objets sous forme sèche sur un substrat plat peut également être mesurée par AFM en utilisant un mesurage de hauteur (déplacement z). L'AFM fournit un profil de surface tridimensionnel. Bien que les tailles latérales soient influencées par la forme de la pointe, les mesurages de déplacement peuvent donner la hauteur des nanoparticules avec un haut niveau d'exactitude et de fidélité (voir l'ASTM E2859-11).

4.2.1.7 Diffraction laser

Dans de nombreux systèmes à deux phases (poudres, sprays, aérosols, suspensions, émulsions et bulles de gaz dans les liquides, par exemple), la taille et la distribution de taille des nano-objets peuvent être mesurées en analysant leurs propriétés de diffusion de la lumière. Lors d'un mesurage par diffraction laser, un faisceau laser traverse un échantillon de particules bien dispersées et la taille des particules est mesurée en détectant l'intensité de la lumière diffusée produite (voir l'ISO 13320).

La méthode de diffraction laser est souvent appliquée aux nanofeuillets dont la taille latérale est supérieure à 100 nm.

4.2.2 Teneur chimique

4.2.2.1 Généralités

Pour les mesurages de teneur chimique, une éprouvette est prélevée sur l'échantillon de matière première de nano-objets et une poudre séchée est préparée. La composition chimique des nano-objets, c'est-à-dire les compositions élémentaires et en composés, de l'échantillon de matière première est l'une des caractéristiques essentielles car elle peut influencer sur les propriétés finales des produits. La composition chimique comprend la composition majeure et la composition mineure (impuretés). La