

POLYAMIDES IDENTIFICATION

Page 1/16

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant d'identifier les différents types de polyamides utilisés dans l'automobile.

2.PRINCIPE

La méthode est basée sur la pyrolyse des polyamides suivie d'une identification par spectrométrie infrarouge du pyrolysate.

3.APPAREILLAGE

3.1.FOUR TUBULAIRE

gamme de chauffage jusqu'à 1000 °C (diamètre intérieur 35 mm, longueur 350 mm), voir annexe 1.

3.2.SPECTROMETRE INFRAROUGE

(domaine d'enregistrement de 4000 à 600 cm^{-1}).

3.3.TUBES A ESSAIS

en pyrex (longueur 120 mm, diamètre 12 mm).

3.4.LAMES

en bromure de potassium (KBr) ou en chlorure de sodium (Na Cl).

4.MODE OPERATOIRE

4.1.PYROLYSE DE L'ECHANTILLON

Introduire 200 à 500 mg de produit dans un tube à essais (3.3). Disposer le tube à essais dans le four tubulaire (3.1) préalablement chauffé à 700 °C (selon schéma de l'annexe 1). Le tube doit être légèrement incliné vers la sortie du four afin de récupérer le pyrolysate.

Au début de la décomposition, il y a émission de fumées puis le pyrolysate s'écoule du tube.

4.2.REALISATION DU SPECTRE INFRAROUGE

Le pyrolysate est déposé en film sur une lame en KBr ou Na Cl (3.4) à l'aide d'une spatule métallique. Enregistrer le spectre infrarouge de 4000 à 600 cm^{-1} .

Comparer le spectre aux spectres de référence de chaque polyamide, voir annexes 3 à 12, obtenus dans les mêmes conditions.

Le tableau de l'annexe 2 indique les bandes d'absorption caractéristiques de chaque polyamide.

4.3.INTERPRETATION DES SPECTRES DES PYROLYSATS

4.3.1.BANDES D'ABSORPTION COMMUNES A TOUS LES POLYAMIDES

Tous les polyamides étudiés présentent des bandes d'absorption caractéristiques communes : 3300 cm^{-1} (NH), 3080 cm^{-1} (NH), 2930 cm^{-1} (CH), 2860 cm^{-1} (CH), 1640 cm^{-1} (C = O) et 1550 cm^{-1} (NH).

4.3.2.DIFFERENCIATION ENTRE LES DIFFERENTS POLYAMIDES

4.3.2.1 Le polyamide 6 est caractérisé par la présence d'une seule bande d'absorption à 2250 cm^{-1} et par une série de bandes fines comprises entre 1260 cm^{-1} et 820 cm^{-1} (annexe 3).

4.3.2.2 Le polyamide 66 est caractérisé par la présence de deux bandes d'absorption à 2250 cm^{-1} et 2180 cm^{-1} .

Ce polyamide n'a pas de bandes fines entre 1260 cm^{-1} et 820 cm^{-1} (annexe 4).

4.3.2.3 Le polyamide 6/66 est caractérisé par la présence de deux bandes d'absorption à 2250 cm^{-1} et 2180 cm^{-1} appartenant au polyamide 66. On retrouve la série de fines bandes d'absorption entre 1260 cm^{-1} et 820 cm^{-1} appartenant au polyamide 6 mais de moindre intensité (annexe 5).

4.3.2.4 Le polyamide 610 est caractérisé par la présence d'une bande d'absorption unique à 2250 cm^{-1} ce qui le différencie des polyamides 66 et 6/66 et par l'absence de la série de fines bandes d'absorption entre 1260 cm^{-1} et 820 cm^{-1} , ce qui le différencie du polyamide 6 (annexe 6).

4.3.2.5 Le polyamide 11 est caractérisé par la présence d'une seule bande d'absorption à 2250 cm^{-1} , ce qui le différencie des polyamides 66 et 6/66. On le différencie du polyamide 610 par l'absence de la bande d'absorption à 690 cm^{-1} (annexe 7).

4.3.2.6 Le polyamide 12 est caractérisé par la présence d'une seule bande d'absorption à 2250 cm^{-1} , ce qui le différencie des polyamides 66 et 6/66. On le différencie du polyamide 610 par l'absence de la bande d'absorption à 690 cm^{-1} . La différenciation des polyamides 11 et 12 s'obtient en estimant le rapport d'intensité de la bande à 2250 cm^{-1} et de l'intensité de l'épaule à 1700 cm^{-1} .

$$R = \frac{\text{densité optique à } 2250\text{ cm}^{-1}}{\text{densité optique à } 1700\text{ cm}^{-1}}$$

Dans le cas d'un polyamide 12, l'intensité de l'épaule à 1700 cm^{-1} est très importante par rapport à celle de la bande à 2250 cm^{-1} (annexe 8). Si R est inférieur à 0,30 on conclut qu'il s'agit sans ambiguïté de polyamide 12.

Dans le cas d'un polyamide 11, les deux intensités sont voisines et le rapport est de l'ordre de 1 (annexe 7). Si R est supérieur à 0,70 on conclut qu'il s'agit sans ambiguïté de polyamide 11.

Ces rapports sont retrouvés dans les polyamides 11 et 12 plastifiés.

Nota : Si $0,30 < R < 0,70$ la détermination du point de fusion par analyse thermique, selon la méthode d'essai D45 1272, permet de différencier les 2 types de polyamide.

Les points de fusion sont les suivants :

- polyamide 11 non plastifié : $184 - 186\text{ °C}$
- polyamide 11 plastifié : $178 - 180\text{ °C}$
- polyamide 12 non plastifié : $176 - 178\text{ °C}$
- polyamide 12 plastifié : $170 - 172\text{ °C}$

Si le point de fusion est compris entre 176 et 180 °C , il faut vérifier si le polyamide est plastifié ou non pour répondre (voir paragraphe 4.3.2.7).

4.3.2.7 Les polyamides 11 et 12 plastifiés par le benzène sulfone butylamide (BSB) sont identifiés par les bandes d'absorption dues à ce produit : 1330, 1165, 1100, 760 et 690 cm^{-1} (annexes 9, 10, 11).

Avec l'aide des rapports des bandes d'absorption du polyamide 11 à 910 cm^{-1} et du BSB à 1100 cm^{-1} on peut reconnaître un polyamide 11 type BMNO P20 d'un polyamide 11 type BMNO P40.

Dans le cas du BMNO P40 le rapport

$\frac{\text{densité optique à 1100 cm}^{-1}}{\text{densité optique à 910 cm}^{-1}}$

doit être supérieur à celui d'un BMNO P20.

4.3.2.8 Les polyamides peuvent être plastifiés par un caoutchouc type "Pébax" (polyéther).

La bande d'absorption due au "Pébax" est située à 1120 cm^{-1} (annexe 12).

5.EXPRESSION DES RESULTATS

Les différents polyamides sont identifiés au moyen des spectres infrarouges de leur pyrolysats respectifs.

6.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :

- la référence à la présente méthode,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

FOUR TUBULAIRE



Annexe 2

BANDES D'ABSORPTION CARACTERISTIQUES DES POLYAMIDES

	PA 6	PA 610	PA 66	PA 6/66	PA 11	PA 12
690 cm ⁻¹		X				
870 cm ⁻¹	XX			X		
980 cm ⁻¹	XX			X		
1085 cm ⁻¹	XX			X		
1120 cm ⁻¹	XX			XX		
1200 cm ⁻¹	XX		XX	XX		
1260 cm ⁻¹	XX			X		
Epaulement 1700 cm ⁻¹					Petit	Grand
2180 cm ⁻¹			X	X		
2250 cm ⁻¹	X	X	X	X	X	X
$R = \frac{D \text{ à } 2250 \text{ cm}^{-1}}{D \text{ à } 1700 \text{ cm}^{-1}}$ (D = densité optique)					R (PA 11) > R (PA 12)	R (PA 12) > R (PA 11)