

**POLYPROPYLENES
AVEC OU SANS CAOUTCHOUC EPDM OU EPM
IDENTIFICATION DU POLYPROPYLENE DE BASE**

Page 1/8

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant de déterminer dans les mélanges de polypropylène, avec ou sans caoutchouc EPDM ou EPM (voir norme B63 0100), si le polypropylène de base est un homopolymère ou un copolymère.

2.PRINCIPE

L'identification est faite par comparaison des spectres infrarouges avec les spectres de référence. Dans certains cas, elle est complétée par analyse thermique différentielle.

3.APPAREILLAGE

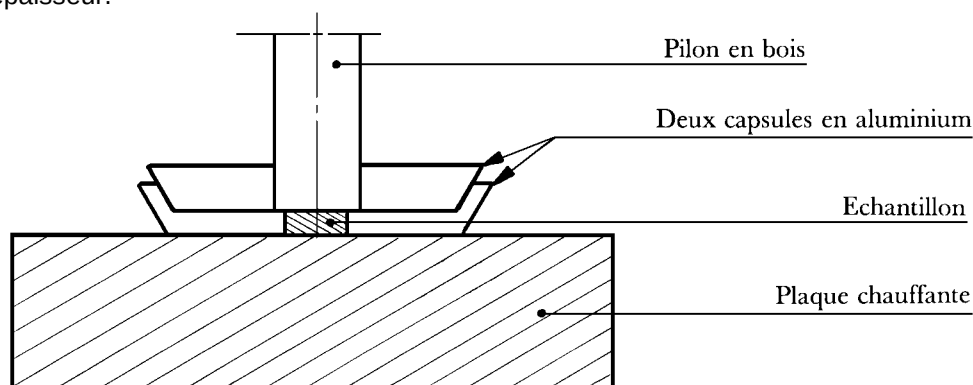
- Spectrographe infrarouge 4 000 à 600 cm^{-1} .
- Support magnétique pour spectrographe infrarouge.
- Analyse thermique différentielle.
- Capsule en aluminium de diamètre environ 60 mm.
- Plaque chauffante électrique.

4.MODE OPERATOIRE

4.1.ANALYSE PAR SPECTROGRAPHIE INFRAROUGE

4.1.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

Un échantillon est placé entre deux capsules d'aluminium. L'ensemble des capsules est déposé sur une plaque chauffante électrique préalablement chauffée à 200 °C environ. Appuyer fortement sur la capsule d'aluminium au moyen d'un pilon en bois par exemple, pour obtenir un film (voir schéma ci-après). Le film doit être de 200 à 300 micromètres d'épaisseur.



4.1.2.REALISATION DU SPECTRE INFRAROUGE DU FILM

Le film est déposé sur un porte-film magnétique prévu pour le spectrographe. Un spectre est réalisé entre 4 000 et 600 cm^{-1} . S'il y a un pic à 720 cm^{-1} , il ne doit surtout pas être saturé, sa transmission au sommet doit être supérieure à 20 %. Dans le cas contraire, il faut refaire un film plus mince.

4.1.3.INTERPRETATION DU SPECTRE INFRAROUGE (VOIR SPECTRES EN ANNEXE 1)

- S'il y a absence de pic à 720 cm^{-1} , la conclusion est :
 - polypropylène homopolymère sans caoutchouc EPDM ou EPM.
- S'il y a présence d'un doublet plus ou moins net à $720 - 730\text{ cm}^{-1}$, la conclusion est :
 - copolymère ou copolymère + caoutchouc EPDM ou EPM.
- S'il y a présence d'un seul pic à 720 cm^{-1} , la conclusion est :
 - polypropylène homopolymère + caoutchouc EPDM ou EPM,
 - ou copolymère + caoutchouc EPDM ou EPM (dans ce dernier cas, la quantité de caoutchouc est suffisante pour masquer le doublet dû au copolymère).

Nota : S'il y a un seul pic à 720 cm^{-1} , le résultat d'examen infrarouge ne permet pas de savoir s'il s'agit d'un homopolymère avec caoutchouc ou d'un copolymère avec caoutchouc, la présence de caoutchouc interférant. Seule la détermination du point de fusion par analyse thermique différentielle permet de conclure.

4.2.DETERMINATION DU POINT DE FUSION PAR ANALYSE THERMIQUE DIFFERENTIELLE

4.2.1.CONDITIONS D'ANALYSE

Mettre environ 15 mg d'échantillon dans une capsule prévue pour l'analyse thermique différentielle. Programmer le chauffage du four de l'appareil depuis la température ambiante jusqu'à 200 °C à la vitesse de 10 °C/min . Enregistrer la courbe du point de fusion à une sensibilité importante de l'appareil (dans ces conditions de sensibilité, la ligne de base doit être droite, sans ondulations).

4.2.2.INTERPRETATION DES RESULTATS

On obtient donc une courbe avec un point de fusion du polypropylène vers 166 °C .

La température exacte de ce point ne peut pas être déterminée car le pic est saturé.

Le but de l'analyse n'est pas de connaître avec précision le point de fusion du polypropylène mais de déterminer si dans la zone de 120 °C à 140 °C il y a une trace de point de fusion ou pas.

Premier cas :

Il n'y a pas de trace de point de fusion (voir annexe 2), on conclut --> **polypropylène homopolymère**. Comme l'infrarouge nous indique la présence d'un pic seul à 720 cm^{-1} il s'agit d'un polypropylène homopolymère avec caoutchouc EPDM ou EPM.

Deuxième cas :

Il y a trace de point de fusion entre 120 et 140 °C , on conclut --> **copolymère**. Comme l'infrarouge nous indique la présence d'un pic seul à 720 cm^{-1} , il s'agit d'un copolymère avec caoutchouc EPDM ou EPM.

Selon le type de copolymère, les points de fusion ne correspondent pas à la même température (voir annexe 3).