

COPOLYMERES EVA OU MELANGES PE-VA DOSAGE DE L'ACETATE DE VINYLE (SPECTROMETRIE INFRAROUGE)

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la dosage de l'acétate de vinyle (VA) dans les copolymères EVA (éthylène-acétate de vinyle) ou les mélanges PE-VA (polyéthylène-acétate de vinyle) par spectrométrie infrarouge. Elle s'applique aux concentrations de 0 à 40 % d'acétate de vinyle dans les copolymères EVA ou les mélanges PE-VA, non chargés de noir de carbone et pouvant contenir des adjuvants tels que des stabilisants thermiques ou autres.

2.PRINCIPE

Le taux d'acétate de vinyle est déterminé par spectrométrie infrarouge. La méthode consiste à déterminer des densités optiques (D.O.) des bandes ν (CH_2) à $2\,670\text{ cm}^{-1}$ et $2\,\nu$ (CO) à $3\,460\text{ cm}^{-1}$ d'un film d'EVA moulé par compression à chaud et d'épaisseur comprise entre 100 et 400 μm . Au préalable, une courbe d'étalonnage est établie à l'aide d'étalons d'EVA ayant des concentrations connues en acétate de vinyle. Ce procédé permet ainsi de s'affranchir de la mesure de l'épaisseur du film : une bande d'étalonnage interne étant utilisée pour cette mesure.

3.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.1.SPECTROMETRE INFRAROUGE :

$4\,000\text{ cm}^{-1}$ à 400 cm^{-1} .

3.2.PORTE-LAMES.

3.3.OBTURATEUR DE FAISCEAU.

3.4.PRESSE A CHAUD,

constituée de deux parties pouvant être séparées par des intercalaires d'épaisseur 300 micromètres, réglable entre 60 et 140 °C et développant au moins dix tonnes.

3.5.LAMES

en bromure de potassium (KBr).

3.6.FEUILLES MINCES,

en polytétrafluoréthylène (PTFE), d'épaisseur environ 1 à 2 mm.

3.7.ETALONS D'EVA

à teneur en VA connue.

4.MODE OPERATOIRE

4.1.PREPARATION DES FILMS D'EVA

- Mouler à l'aide de la presse (3.4) des films d'épaisseur constante pendant 1 à 2 minutes en interposant entre les deux parties du moule des intercalaires d'épaisseur 300 micromètres.
Nota : Il est indispensable de placer de part et d'autre de l'intercalaire une feuille mince (3.6).
 - Cas de teneur en VA supérieure ou égale à 40 %
 Régler la température de la presse (3.4) à $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.
 - Cas de teneur en VA inférieure à 40 %
 Régler la température à $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ près à une valeur supérieure à $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (fonction du pourcentage en VA) jusqu'à la valeur limite de $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour une teneur en VA de 10 %.
- Dans le cas où la température de la presse est constante et réglée à $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ quelque soit le pourcentage en VA, refroidir rapidement l'ensemble (intercalaires et film) sous courant d'eau froide ou dans un réfrigérateur.

4.2.MESURE (VOIR ANNEXE 1)

- Mettre le film (4.1) entre deux lames (3.5) puis l'ensemble dans le porte-lames (3.2).
- Placer le porte-lames (3.2) dans le faisceau de mesure du spectromètre (3.1).
- Placer dans le faisceau de référence l'obturateur de faisceau (3.3) pour pouvoir ajuster la ligne de base.
- Les conditions de fonctionnement de l'appareil (3.1) sont réglées d'une manière identique pour les étalons et pour l'échantillon examiné, selon les prescriptions du constructeur.
- Enregistrer le spectre entre $2\,000\text{ cm}^{-1}$ et $4\,000\text{ cm}^{-1}$.
- Tracer les lignes de base tangentes aux épaulements des bandes situés d'une part à $3\,520\text{ cm}^{-1}$ et $3\,400\text{ cm}^{-1}$ et d'autre part à $3\,280\text{ cm}^{-1}$ et $2\,430\text{ cm}^{-1}$ (voir exemple en annexe 1).
- Déterminer les densités optiques à $3\,460\text{ cm}^{-1}$ et à $2\,670\text{ cm}^{-1}$.

Nota : Les lames (3.5) sont indispensables lorsque la teneur en VA est supérieure à 30 % (m/m) car sinon le film se déforme au cours de la réalisation du spectre et dans ce cas les résultats ne sont pas reproductibles.

4.3.COURBE D'ETALONNAGE (VOIR ANNEXE 2)

Elle est établie à partir d'étalon ayant des pourcentages connus de VA.

Tracer en fonction des diverses concentrations en VA la courbe :

$$\frac{\text{D.O. } 3\,460\text{ cm}^{-1}}{\text{D.O. } 2\,670\text{ cm}^{-1}} = f [\% \text{ VA (m / m)}]$$