

**POLYPROPYLENES  
ESTIMATION DES STABILISANTS ANTIULTRAVIOLETS  
(SPECTROMETRIE INFRAROUGE)**

Page 1/12

**SANS RESTRICTION D'UTILISATION**

## **1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

Cette méthode a pour objet l'estimation des stabilisants antiultraviolets TINUVIN 770, CHIMASORB 944 et GOODRITE 3034 dans les polypropylènes.

Le terme "polypropylène" s'applique aux polypropylènes homopolymères ou copolymères avec ou sans caoutchouc EPDM ou EPM (voir norme B63 0100).

Pour le TINUVIN 770, la méthode s'applique aux polypropylènes dans lesquels il n'y a pas d'autres additifs ayant une fonction chimique ester ou alors des faibles teneurs.

Pour le CHIMASORB 944 et le GOODRITE 3034, il peut y avoir risque d'interférences avec certains colorants organiques.

## **2.PRINCIPE**

L'estimation des stabilisants est effectuée par spectrométrie infrarouge sur des films de polypropylène à teneur connue en stabilisants.

La méthode consiste à déterminer le rapport des densités optiques (D.O.) des bandes d'absorption caractéristiques de chaque stabilisant et CH du polypropylène à  $900\text{ cm}^{-1}$ .

Ce procédé permet ainsi de s'affranchir de la mesure de l'épaisseur du film, la bande à  $900\text{ cm}^{-1}$  étant considérée comme bande étalon interne.

### 3. APPAREILLAGE

#### 3.1. SPECTROMETRE INFRAROUGE

4000 à 600  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 3.2. PORTE-FILM MAGNETIQUE

pour échantillon.

#### 3.3. PRESSE-HYDRAULIQUE A PLATEAUX CHAUFFANTS

de capacité maximale 20 tonnes.

#### 3.4. CAPSULES

en aluminium.

#### 3.5. PLAQUE-CHAUFFANTE ELECTRIQUE

pouvant atteindre 200 °C.

#### 3.6. PILON

en bois.

### 4. MODE OPERATOIRE

#### 4.1. PREPARATION DES FILMS

Ces films peuvent être préparés de deux manières différentes.

##### 4.1.1. A LA PRESSE HYDRAULIQUE

Voir les conditions dans la méthode d'essai D40 5102.

##### 4.1.2. MANUELLEMENT

Prendre environ 200 mg de polypropylène, les mettre entre deux capsules (3.4).

Déposer l'ensemble sur la plaque (3.5) préalablement chauffée à environ 200 °C.

Presser fortement avec le pilon en bois (3.6), afin de former le film.

Il ne doit pas y avoir de dégagement de fumées, sinon il faut abaisser la température.

L'épaisseur du film doit être comprise entre 250 et 300  $\mu\text{m}$  environ.

## 4.2. REALISATION DES SPECTRES INFRAROUGES ET DETERMINATION DES DENSITES OPTIQUES DES BANDES CARACTERISTIQUES

Mettre le film dans le porte-film (3.2). Enregistrer le spectre entre 4000 et 600  $\text{cm}^{-1}$ .

Les bandes caractéristiques des additifs sont à :

- 1740  $\text{cm}^{-1}$  pour TINUVIN 770 (voir annexe 1),
- 1530  $\text{cm}^{-1}$  pour CHIMASORB 944 (voir annexe 1),
- 1660  $\text{cm}^{-1}$  pour GOODRITE 3034 (voir annexe 2),
- 900  $\text{cm}^{-1}$  pour POLYPROPYLENE.

Il faut que la bande d'absorption à 900  $\text{cm}^{-1}$  respecte les conditions suivantes :

- Le sommet de la bande doit se trouver à une transmission supérieure à 15 % c'est-à-dire qu'elle ne doit pas être saturée.
- La densité optique de la bande doit être comprise entre 0,45 et 0,60 ; celle-ci étant calculée à l'aide de la relation suivante :

$$D.O. 900 \text{ cm}^{-1} = \log \frac{I_0}{I}$$

dans laquelle :  $I_0$  = % transmission maximum entre 940 et 870  $\text{cm}^{-1}$ ,  
 $I$  = % transmission minimum entre 940 et 870  $\text{cm}^{-1}$ .

- La densité optique de la bande à 1740  $\text{cm}^{-1}$  est calculée à l'aide de la relation suivante :

$$D.O. 1740 \text{ cm}^{-1} = \log \frac{I_0}{I}$$

dans laquelle :  $I_0$  = % transmission maximum entre 1850 et 1725  $\text{cm}^{-1}$ ,  
 $I$  = % transmission minimum entre 1850 et 1725  $\text{cm}^{-1}$ .

- La densité optique de la bande à 1530  $\text{cm}^{-1}$  est calculée à l'aide de la relation suivante :

$$D.O. 1530 \text{ cm}^{-1} = \log \frac{I_0}{I}$$

dans laquelle :  $I_0$  = % transmission maximum entre 1625 et 1525  $\text{cm}^{-1}$ ,  
 $I$  = % transmission minimum entre 1625 et 1525  $\text{cm}^{-1}$ .

- La densité optique de la bande à 1650  $\text{cm}^{-1}$  est calculée à l'aide de la relation suivante :

$$D.O. 1650 \text{ cm}^{-1} = \log \frac{I_0}{I}$$

dans laquelle :  $I_0$  = % transmission maximum entre 1690 et 1640  $\text{cm}^{-1}$ ,  
 $I$  = % transmission minimum entre 1690 et 1640  $\text{cm}^{-1}$ .

**Nota :** Si l'échantillon est très noir, les conditions précédentes de la bande à 900  $\text{cm}^{-1}$  ne peuvent pas être respectées.

Dans ce cas, il faut faire un film d'une épaisseur de 100 micromètres environ.

### 4.3.COURBES D'ETALONNAGE

Elles sont établies à partir d'étalons contenant des pourcentages connus des trois additifs.

Pour chaque étalon, réaliser 5 films et calculer la moyenne des résultats.

Tracer les courbes d'étalonnage en fonction des concentrations à l'aide des relations suivantes :

$$\frac{D.O. 1740 \text{ cm}^{-1}}{D.O. 900 \text{ cm}^{-1}} = f [\% (m / m) \text{ TINUVIN 770}] \text{ voir annexe 3}$$

$$\frac{D.O. 1530 \text{ cm}^{-1}}{D.O. 900 \text{ cm}^{-1}} = f [\% (m / m) \text{ CHIMASORB 944}] \text{ voir annexe 4}$$

$$\frac{D.O. 1660 \text{ cm}^{-1}}{D.O. 900 \text{ cm}^{-1}} = f [\% (m / m) \text{ GOODRITE 3034}] \text{ voir annexe 5}$$

### 5.EXPRESSION DES RESULTATS

L'estimation de la teneur en pourcentage masse pour masse de chaque additif, TINUVIN 770, CHIMASORB 944, GOODRITE 3034, est déterminée par lecture directe sur la courbe d'étalonnage.

**Nota :** *D'un fournisseur à l'autre, on peut avoir des courbes d'étalonnage légèrement différentes (cela dépend de la proportion d'EPDM dans le polypropylène).*

### 6.PROCES-VERBAL D'ESSAI

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

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