

REVETEMENTS TEXTILES DE SOL TOUFFETES, AIGUILLETES - ANALYSE QUALITATIVE(SPECTRO.INFRAROUGE) ET SEMI-QUANTITATIVE(EXTRACTION PAR SOLVANTS)

Page 1/33

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant l'analyse qualitative et semi-quantitative des composants d'un revêtement textile de sol touffeté ou aiguilleté.

2.PRINCIPE

Détermination de la nature des composants par spectrométrie infrarouge et leurs pourcentages en masse par extraction avec différents solvants.

Les composants sont :

- les fibres (polyester, polypropylène, polyamide 6 ou polyamide 66 ou du mélange de ces fibres),
- les liants (généralement styrène butadiène ou styrène acrylique ou acétate de vinyle),
- les enductions de faible épaisseur servant au thermoformage et/ou comme masse lourde de forte épaisseur servant à l'acoustique [généralement polyéthylène ou polychlorure de vinyle ou terpolymère d'éthylène-propylène-diène (EPDM) ou éthylène/acétate de vinyle ou polyuréthane].
- les non-tissés d'envers,
- les supports de touffetage dans le cas des "tufts",
- les charges contenues soit dans le liant, soit dans l'enduction, soit dans la masse lourde, soit dans les trois.

3.APPAREILLAGE

3.1.ETUVE REGULEE

pouvant atteindre 250 °C.

3.2.FOUR A MOUFLE

pouvant atteindre 800 °C.

3.3.BALANCE AU DIXIEME DE MILLIGRAMME PRES

3.4.SPECTROMETRIE INFRAROUGE

3.5.BEC BUNSEN

3.6.DESSICATEUR

3.7.BALLONS

de 250 ml.

3.8.BECHERS

de 100 ml.

3.9.SOXHLET

de capacité 60 ml.

3.10.CHAUFFE-BALLON**3.11.CARTOUCHES EN PAPIER**

pour soxhlet (3.9).

3.12.FILTRES EN PAPIER

à vitesse de filtration rapide.

3.13.CREUSET FRITTE

porosité n° 2 ($\varnothing$ moyen des pores : 40 à 90 μm).

3.14.CAPSULE EN SILICE**3.15.PLAQUE CHAUFFANTE ELECTRIQUE****3.16.ENTONNOIR****3.17.SPATULE EN ACIER INOXYDABLE****3.18.PINCE A EPILER****3.19.SCALPEL****3.20.CRISTALLISOIR****3.21.SERINGUE EN VERRE**

de 10 ml.

3.22.TUBES A ESSAIS EN VERRE

(12 x 120 mm).

3.23.CAPSULES EN ALUMINIUM**3.24.LAMES EN POTASSIUM BROMURE****3.25.CARTOUCHE EN SILICE**

référence MILLIPORE SEP. PAK n° 51900.

3.26.EVAPORATEUR A VIDE**4.REACTIFS**

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyse.

4.1.CARBONE TETRACHLORURE**4.2.DECANE****4.3.ACIDE FORMIQUE****4.4.M-CRESOL****4.5.ACETONE****4.6.BENZENE****4.7.EAU DISTILLEE****4.8.ACIDE CHLORHYDRIQUE**

dilué au demi avec de l'eau (4.7).

4.9.TETRAHYDROFURANNE**4.10.ETHER ETHYLIQUE****4.11.CHLOROFORME****4.12.ETHANOL****4.13.HEXANE****5.MODE OPERATOIRE****5.1.POURCENTAGE EN MASSE DES CHARGES**

- Sécher un échantillon de revêtement textile dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant une heure, puis le refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser, à 0,1 mg près, deux grammes de cet échantillon, soit m_1 sa masse en grammes.
- Peser, à 0,1 mg près, la capsule (3.14), soit m_2 sa masse en grammes.
- Mettre l'échantillon dans la capsule.
- Calciner dans le four (3.2) à 550 °C jusqu'à obtention de cendres blanches.
- Laisser refroidir l'ensemble capsule et échantillon dans le dessiccateur (3.6), puis peser, à 0,1 mg près cet ensemble, soit m_3 sa masse en grammes.

Nota : Si le revêtement textile contient du polychlorure de vinyle et du calcium carbonate le pourcentage de charges est faussé, car le calcium carbonate est partiellement transformé en calcium chlorure.

5.2.IDENTIFICATION DES FIBRES, DE L'ENDUCTION OU DE LA MASSE LOURDE

L'identification doit être réalisée par spectrographie infrarouge après pyrolyse.

5.2.1.PYROLYSE

- Prélever environ 100 mg de fibres dans un tube à essais (3.22).
- Chauffer ce tube au bec Bunsen (3.5) jusqu'à ce que les vapeurs se dégagent et se condensent à l'extrémité du tube.
- Ajouter, lorsque la pyrolyse est terminée, environ 5 ml de chloroforme (4.11).
- Bien agiter à l'aide de la spatule (3.17).
- Filtrer sur un filtre en papier (3.12) dans une capsule (3.23).
- Evaporer le chloroforme à la température ambiante ou sur la plaque chauffante (3.15), on obtient ainsi l'extrait sec.

5.2.2.REALISATION DU SPECTRE INFRAROUGE

- Récupérer à l'aide de la spatule (3.17) l'extrait sec et le déposer sur une lame (3.24).
- Réaliser le spectre infrarouge de 4000 à 600 cm^{-1} .
- Répéter les opérations des § 5.2.1 et 5.2.2 avec environ 300 à 500 mg d'enduction ou de masse lourde.

5.2.3.INTERPRETATION DES SPECTRES INFRAROUGES

Identifier les fibres, l'enduction et la masse lourde en comparant les spectres infrarouges aux spectres de références témoins (voir annexes 1 à 10) en tenant compte des bandes d'absorption caractéristiques suivantes pour :

- le polypropylène : bandes à 1000 - 960 - 890 cm^{-1} (voir annexe 1),
- le polyester : bandes à 1720 - 1280 - 1100 - 730 cm^{-1} (voir la forme complète du spectre en annexe 2),
- le polyamide : bandes arrondies à 1650 - 1550 cm^{-1} (voir annexe 3),
- le polyéthylène : pics à 990 - 900, doublet à 730 - 720 cm^{-1} (voir annexe 4),
- le polychlorure de vinyle : bande arrondie à 750 cm^{-1} (voir annexe 5),
- le terpolymère d'éthylène-propylène-diène (EPDM) : bandes à 720 - 880 - 900 - 960 - 990 cm^{-1} (voir annexe 6),
- le polyuréthane : bande de 1520 à 1540 cm^{-1} :
 - cas du polyuréthane/polyester : gros pic à 1720 cm^{-1} (voir annexe 7),
 - cas du polyuréthane/polyéther : gros pic à 1100 cm^{-1} (voir annexe 8),
- l'éthylène/acétate de vinyle : pics à 1710 - 1400 - 1300 cm^{-1} (voir forme générale du spectre en annexe 9).

Nota : Pour vérifier s'il y a un mélange de fibres polypropylène/polyester, il faut effectuer l'analyse suivante :

- Effectuer l'analyse comme indiqué au § 5.2.1.
 - Dans la capsule (3.23) ajouter environ 20 ml d'hexane (4.13).
 - Faire chauffer sur la plaque (3.15) en mélangeant à l'aide d'un agitateur pendant 1 minute.
 - Décanter l'extrait d'hexane dans une autre capsule (3.23) et réduire le volume d'hexane à environ 2 ml.
 - Verser cette solution dans une seringue (3.21), adapter la cartouche (3.25) sur la seringue.
 - Faire éluer l'hexane et le récupérer dans une autre capsule (3.23).
 - Eluer à nouveau avec 20 ml d'hexane (4.13).
 - Evaporer l'hexane sur la plaque (3.15).
 - Faire le film sur une lame (3.24) et réaliser le spectre infrarouge de 4000 à 600 cm^{-1} .
- S'il y a présence de polypropylène on doit retrouver le spectre du pyrolysate du polypropylène (voir annexe 10).

5.3.DOSAGE DES DIFFERENTS CONSTITUANTS DE L'ENDUCTION OU DE LA MASSE LOURDE ET DES FIBRES

L'extraction de l'enduction ou de la masse lourde avant celle des fibres est indispensable pour faciliter la solubilisation de celles-ci.

5.3.1.EXTRACTION DE L'ENDUCTION

- Sécher un échantillon de revêtement textile dans l'étuve (3.1), à 100 °C pendant une heure, puis le refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser, à 0,1 mg près, environ 1 à 1,5 gramme de cet échantillon, soit m_4 sa masse en grammes.
- Mettre l'échantillon dans une cartouche (3.11).
- Mettre cette cartouche dans le soxhlet (3.9).

Nota : Vérifier bien qu'au cours de l'extraction le siphon ne soit pas bouché.

5.3.1.1.Cas de l'enduction en polyéthylène

- Verser environ 150 ml de carbone tétrachlorure (4.1) dans un ballon (3.7).
- Adapter le soxhlet (3.9) sur le ballon (3.7).
- Laisser extraire deux fois huit heures. Le carbone tétrachlorure (4.1) entraîne le polyéthylène et dissout une partie du liant.
- Après refroidissement du carbone tétrachlorure, le polyéthylène précipite.
- Sécher un filtre (3.12) dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant une heure, puis le refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser, à 0,1 mg près, ce filtre, soit m_5 sa masse en grammes.
- Filtrer le polyéthylène.
- Rincer avec environ deux fois 20 ml de carbone tétrachlorure (4.1) pour éliminer le liant.
- Sécher le filtre dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant une heure, puis le refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser, à 0,1 mg près, ce filtre contenant le polyéthylène, soit m_6 sa masse en grammes.

5.3.1.2.Cas de l'enduction en EPDM ou en éthylène/acétate de vinyle

- Peser, à 0,1 mg près, un ballon (3.7), soit m_7 sa masse en grammes.
- Verser 150 ml de benzène (4.6) dans ce ballon.
- Adapter le soxhlet (3.9) sur le ballon (3.7).
- Laisser extraire deux fois huit heures.
- Évaporer le benzène à l'évaporateur à vide (3.26).
- Peser, à 0,1 mg près, ce ballon, soit m_8 sa masse en grammes.

Nota : Le benzène dissout l'EPDM, l'éthylène vinyle acétate et une partie du liant, donc le pourcentage d'EPDM ou éthylène vinyle acétate sera approximatif.

5.3.1.3.Cas de la masse lourde en EPDM ou (EPDM + polyéthylène)

L'extraction avec le benzène (4.6) ou le carbone tétrachlorure (4.1) n'est pas possible car les charges qui sont en très grande quantité bouchent le siphon du soxhlet.

- Faire une extraction comme indiqué au § 5.3.1.1 mais avec de l'hexane (4.13). L'hexane va extraire une partie de l'EPDM.
- Récupérer, après l'extraction le revêtement et séparer mécaniquement la masse lourde de la partie (fibres + liant).
- Peser, à 0,1 mg près, à l'aide de la balance (3.3) la partie (fibres + liant), soit m_9 sa masse en grammes.
- Analyser, ensuite, la partie (fibres + liant) comme indiqué au § 5.3.3.

5.3.1.4.Cas de l'enduction en polychlorure de vinyle (PVC)

- Extraction des plastifiants

Le PVC est toujours plastifié, donc il faut faire une extraction des plastifiants.

Le mode opératoire est identique à celui du § 5.3.1.2 mais le benzène (4.6) est remplacé par l'éther éthylique (4.10).

Soit m_{10} la masse en grammes, à 0,1 mg près, du ballon vide.

Soit m_{11} la masse en grammes, à 0,1 mg près, du ballon après extraction.

- Dissolution du PVC
 - Enlever le soxhlet (3.9) ; retirer l'échantillon de revêtement textile de la cartouche (3.11) et le mettre dans un bécher (3.8).
 - Ajouter environ 75 ml de tétrahydrofurane (4.9).
 - Laisser à température ambiante pendant une nuit.
 - Récupérer l'échantillon à l'aide d'une pince (3.18), le rincer au tétrahydrofurane (4.9), le mettre dans un bécher (3.8).
 - Filtrer la solution de tétrahydrofurane (4.9) sur un filtre (3.12) pour éliminer les charges.
 - Peser, à 0,1 mg près, un ballon (3.7), soit m_{12} sa masse en grammes.
 - Transvaser cette solution dans ce ballon.
 - Évaporer le tétrahydrofurane à l'évaporateur à vide (3.26).
 - Peser, à 0,1 mg près, le ballon avec l'enduction PVC, soit m_{13} sa masse en grammes.

5.3.1.5.Cas de l'enduction en polyuréthane

Dans la plupart des cas, le polyuréthane n'est pas soluble dans les solvants, mais il gonfle et se désagrége.

- Mettre l'échantillon de revêtement textile dans un bécher (3.8).
- Ajouter environ 75 ml de chloroforme (4.11).
- Laisser à température ambiante pendant une nuit.
- Peser, à 0,1 mg près, un ballon (3.7), soit m_{14} sa masse en grammes.
- A l'aide d'une pince (3.18) et d'un scalpel (3.19) enlever l'enduction de l'échantillon, puis la mettre dans le ballon.
- Mettre le reste de l'échantillon dans un bécher (3.8).
- Évaporer le chloroforme du ballon à l'évaporateur à vide (3.26).
- Peser, à 0,1 mg près, le ballon avec l'enduction polyuréthane, soit m_{15} sa masse en grammes.

Nota : Ce dosage d'enduction polyuréthane est très approximatif et, en plus, il correspond à l'enduction plus les charges.

5.3.2.DOSAGE DU TEXTILE D'ENVERS ET DU SUPPORT DE TOUFFETAGE

Reprendre l'échantillon de revêtement textile soit dans la cartouche (3.11), soit dans le bécher (3.8) et le mettre dans un cristalliseur (3.20). On retrouve les charges libres, il n'est pas utile de récupérer la totalité des charges. Il est important de récupérer le textile d'envers, le support de touffetage et les fibres.

- A l'aide d'une pince (3.18) enlever le textile d'envers, éliminer les charges en le secouant, puis enlever le support de touffetage.
- Peser, à 0,1 mg près, un bécher (3.8), soit m_{16} sa masse en grammes.
- Mettre le textile d'envers dans ce bécher.
- Peser, à 0,1 mg près, un autre bécher (3.8), soit m_{18} sa masse en grammes.
- Mettre le support de touffetage dans ce bécher.
- Sécher ces deux béchers dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant une heure, puis les refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser, à 0,1 mg près, ces deux béchers, soit m_{17} la masse en grammes du bécher contenant le textile d'envers et m_{19} la masse en grammes du bécher contenant le support de touffetage.
- L'identification du textile d'envers et du support de touffetage peut être faite en infrarouge (voir § 5.2 pour la préparation avant l'analyse infrarouge).

5.3.3.DOSAGE DES FIBRES

Si les trois fibres sont présentes, il faut tout d'abord solubiliser le polypropylène, puis le polyamide, puis le polyester.

Avant la solubilisation des fibres, il faut aussi éliminer le calcium carbonate car cette charge interfère dans le dosage des fibres en polyamide, le calcium carbonate étant mis en solution lors de l'attaque des fibres par l'acide formique.

5.3.3.1.Elimination du calcium carbonate

- Reprendre le reste de l'échantillon de revêtement textile de sol comportant les fibres, le liant, une partie des charges, le mettre dans un bécher (3.8).
- Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.8) pour attaquer le calcium carbonate.
- Rincer le revêtement à l'eau en filtrant à l'aide d'un filtre (3.12).

Il ne reste que les fibres, le liant et les charges autres que le calcium carbonate. Si les charges passent à travers le filtre cela n'a pas d'importance.

5.3.3.2.Dosage des fibres en polypropylène

- Récupérer le reste de l'échantillon de revêtement textile de sol se trouvant sur le filtre (3.12) en évitant de prendre les charges, puis le mettre dans une cartouche (3.11).
- Verser environ 100 ml de décane (4.2) dans un ballon (3.7).
- Adapter le soxhlet (3.9) sur ce ballon.
- Extraire pendant deux fois huit heures.

Le décane entraîne le polypropylène et dissout une partie du liant. Après refroidissement du décane, le polypropylène précipite.

-Sécher un filtre (3.12) dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant une heure, puis refroidir dans le dessiccateur (3.6).

- Peser ce filtre, à 0,1 mg près, à l'aide de la balance (3.3), soit m_{20} sa masse en grammes.
- Filtrer le polypropylène.
- Rincer avec environ deux fois 20 ml de carbone tétrachlorure (4.1).

Nota : Ce solvant entraîne le liant.

- Sécher le filtre (3.12) et son contenu dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant une heure, puis refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser l'ensemble filtre et fibres en polypropylène, à 0,1 mg près, à l'aide de la balance (3.3), soit m_{21} sa masse en grammes.

Nota : Le décane est utilisé à la place du xylène car il a un point d'ébullition plus élevé. Parfois, le xylène est insuffisant pour solubiliser le polypropylène.

5.3.3.3. Dosage des fibres en polyamide

- Retirer l'échantillon de revêtement textile de sol de la cartouche (3.11), puis le déposer dans un bécher (3.8).
- Verser environ 25 ml d'acide formique (4.3) dans ce bécher.
- Porter à ébullition pendant environ deux minutes à l'aide de la plaque chauffante (3.15). Le polyamide 6 ou 66 est solubilisé.
- Laisser refroidir et filtrer sous vide sur le creuset fritté (3.13) préalablement séché.
- Rincer avec de l'acide formique (4.3) chaud. Le rinçage est complet quand l'acide formique reste incolore.
- Rincer abondamment avec de l'eau distillée (4.7) jusqu'à disparition de l'acidité.
- Rincer à l'éthanol (4.12).
- Sécher le creuset (3.13) et son contenu dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant 1 heure, puis refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser l'ensemble creuset et son contenu, à 0,1 mg près, soit m_{22} sa masse en grammes.

Sur le creuset il reste donc les fibres en polyester, le liant et les charges restantes autres que le calcium carbonate.

Dans le filtrat, il y a le polyamide.

- Rajouter de l'eau au filtrat pour bien faire précipiter le polyamide 6 ou 66.
- Sécher un creuset fritté (3.13) dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant 1 heure, puis refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser ce creuset, à 0,1 mg près, soit m_{23} sa masse en grammes.
- Filtrer le polyamide sur le creuset.
- Rincer abondamment à l'eau distillée (4.7).
- Sécher le creuset et son contenu dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant 1 heure, puis refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser l'ensemble creuset et son contenu (polyamide), à 0,1 mg près, soit m_{24} sa masse en grammes.

5.3.3.4. Dosage des fibres en polyester

- Reprendre le creuset fritté utilisé au § 5.3.3.3., après dissolution des fibres en polyamide ou le revêtement de la cartouche utilisée au § 5.3.3.2, après dissolution des fibres en polypropylène.
- Vider le contenu du creuset fritté ou de la cartouche dans un bécher (3.8).
- Conserver le creuset.
- Ajouter environ 20 ml de m-Crésol (4.4) dans le bécher.
- Porter à ébullition pendant environ 2 minutes à l'aide de la plaque chauffante (3.15) placée sous une hotte aspirante. Le polyester est dissous dans le m-Crésol.
- Filtrer sur le creuset précédent.
- Rincer avec du m-Crésol (4.4) chaud.
- Laisser refroidir, rincer abondamment avec de l'éthanol (4.12) afin d'éliminer le m-Crésol.
- Sécher le creuset et son contenu dans l'étuve (3.1) à 100 °C pendant 1 heure, puis refroidir dans le dessiccateur (3.6).
- Peser l'ensemble creuset et son contenu (liant + charges), à 0,1 mg près, soit m_{25} sa masse en grammes.

5.3.3.5. Identification du liant

Une partie du mélange liant/charges est prélevée pour faire un spectre infrarouge.

5.4. CALCUL DES QUANTITES DES DIFFERENTS CONSTITUANTS EN GRAMMES PAR METRE CARRE DE REVETEMENT TEXTILE DE SOL

Soit M la masse du mètre carré de revêtement textile.

La signification des différents symboles utilisés dans les § 5.1 et 5.3 est donnée en annexe 11.

5.4.1. QUANTITE DE CHARGES TOTALES "C"

(voir § 5.1)

$$C = \frac{(m_2 + m_1) - m_3}{m_1} \cdot M$$

Nota : Si l'enduction est en PVC et si les charges contiennent du calcium carbonate, la quantité de charges est faussée car le calcium carbonate se transforme partiellement ou totalement en calcium chlorure.

5.4.2. QUANTITE D'ENDUCTION EN POLYETHYLENE "E"

(voir § 5.3.1.1)

$$E = \frac{m_6 - m_5}{m_4} \cdot M$$

5.4.3. QUANTITE APPROXIMATIVE D'ENDUCTION EN EPDM OU ETHYLENE/ACETATE DE VINYLE "R"

(voir § 5.3.1.2)

$$R = \frac{m_8 - m_7}{m_4} \cdot M$$

5.4.4.QUANTITE APPROXIMATIVE DE MASSE LOURDE EN EPDM OU EPDM + POLYETHYLENE "D"

$$D = \frac{m_4 - m_9}{m_4} . M$$

5.4.5.QUANTITE APPROXIMATIVE D'ENDUCTION EN PVC

(voir § 5.3.1.4)

5.4.5.1.Quantité de plastifiants "P"

$$P = \frac{m_{11} - m_{10}}{m_4} . M$$

5.4.5.2.Quantité de PVC "V"

$$V = \frac{m_{13} - m_{12}}{m_4} . M$$

5.4.6.QUANTITE (TRES APPROXIMATIVE) D'ENDUCTION EN POLYURETHANNE PLUS LES CHARGES CORRESPONDANT CETTE ENDUCTION "U"

(voir § 5.3.1.5)

$$U = \frac{m_{15} - m_{14}}{m_4} . M$$

5.4.7.QUANTITE DE TEXTILE D'ENVERS "T"

(voir § 5.3.2)

$$T = \frac{m_{17} - m_{16}}{m_4} . M$$

5.4.8.QUANTITE DE SUPPORT DE TOUFFETAGE "F"

(voir § 5.3.2)

$$F = \frac{m_{19} - m_{18}}{m_4} . M$$

5.4.9.QUANTITE DE FIBRES EN POLYPROPYLENE "L"

(voir § 5.3.3.2)

$$N = \frac{m_{21} - m_{20}}{m_4} . M$$