Additifs de polymères : application d'une base de données à la pyrolyse-CPG-SM

P. Schwarzer[1], M. Kuch[1] et M. Geißler[2]

[1] *Quality Assurance, Central Laboratory, Volkswagen AG, Wolfsburg, Germany*
[2] *Shimadzu Deutschland GmbH, Duisburg, Germany*
Traduit par D. Martinez, Touzart et Matignon, Les Ulis, France

Dans les véhicules modernes, la majorité des matériaux utilisés sont des polymères pour des raisons de sécurité, de poids et de coûts. Par conséquent, l'analyse des différents ensembles de construction en plastique fait partie des tâches habituelles du laboratoire central d'un fabricant automobile. Comme les matériaux du compartiment passager sont des produits techniques, les questions fréquemment posées sont, par exemple, la structure chimique du polymère (homo ou copolymère, mélange de polymères), ou le type et la quantité d'additifs utilisés tels que les phtalates ou les anti-oxydants. Concernant la qualité des matériaux automobiles, la durabilité est un paramètre de très grande importance, notamment si elle est susceptible de s'altérer à cause de la température ou des rayonnements UV.

Le couplage pyrolyse/CPG/spectrométrie de masse a fait ses preuves comme technique analytique facile d'utilisation pour l'analyse des polymères. Notamment, le fait qu'aucune préparation d'échantillons ne soit nécessaire en fait un outil efficace dans le cadre de l'assurance qualité. néanmoins, l'étape « développement de méthode » ne doit pas être sous-estimée. Les utilisateurs doivent être expérimentés pour interpréter des résultats qualitatifs, ou surtout, quantitatifs provenant d'analyses de pyrolyse/CPG/SM.

Ceci s'applique tout particulièrement à l'analyse d'additifs de polymères lorsque ceux-ci sont à des teneurs très faibles vis-à-vis de la matrice, par exemple 0,1 à 1 %. Dans ce cas, des méthodes d'analyse standardisées associées à une base de donnée puissante peuvent minimiser l'effort de façon considérable. La collaboration d'un constructeur automobile associé à un fabricant de matériel analytique a permis de développer une base de données analytiques incluant les spectres de masse et les temps de rétention relatifs d'additifs pour faciliter l'interprétation des résultats d'analyse. À l'aide d'une procédure macro du logiciel Microsoft Excel®, les temps de rétention relatifs des pics d'intérêt sont comparés à ceux d'une bibliothèque. En combinant cette procédure avec la recherche en bibliothèque des spectres de masse, la liste des additifs identifiés dans l'échantillon est créée et imprimée comme résultat d'analyse.

Bibliothèque additifs/SM

La bibliothèque est basée sur une méthode standardisée qui inclut les ions spécifiques du spectre de masse des fragments de pyrolyse d'un additif. Lors d'un traitement de données ultérieur, seuls ces signaux sont utilisés. Pour chaque additif présent dans la bibliothèque, les fragments de pyrolyse choisis sont ceux qui apparaissent de manière reproductible. Le spectre de masse des fragments, les temps de rétention relatifs et toutes les autres informations appropriées (par exemple le nom chimique) font partie intégrante de la bibliothèque (Fig. 1). L'utilisation de cette base de données rend ainsi possible de façon aisée l'identification d'additifs dans des matrices complexes. Sur la figure 2, le pyrogramme d'un caoutchouc de type Styrène-Butadiène (SBR) est simplifié par l'extraction d'ions sélectifs à partir du courant ionique total (TIC) et seul le tracé des masses caractéristiques de l'additif et de l'étalon interne (inclus dans la base de données) apparaît. Ainsi l'additif TMQ peut être identifié dans l'échantillon.

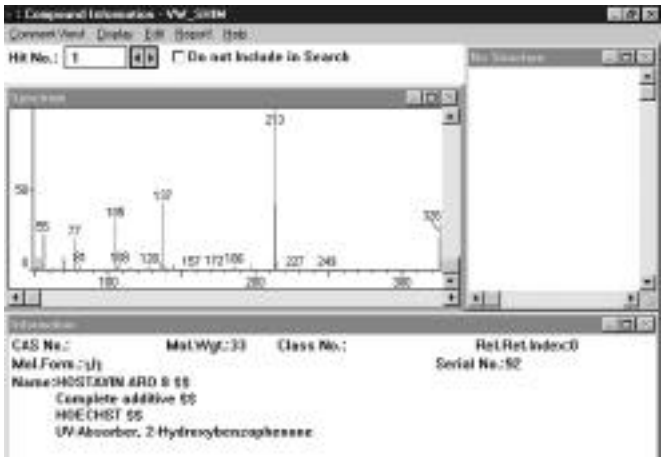

Figure 1. Affichage d'un composé dans la bibliothèque d'additifs.

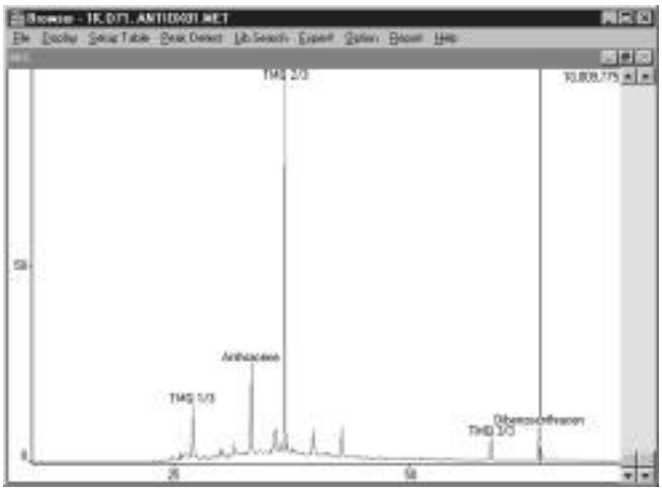

Figure 2. Identification de l'additif TMQ dans le SBR par le tracé des masses spécifiques.

© EDP Sciences, Wiley-VCH

Article available at http://analusis.edpsciences.org or http://dx.doi.org/10.1051/analusis:199826010036