

RESINES ALKYDES IDENTIFICATION DES ALCOOLS

Page 1/8

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet la description d'un procédé d'identification des polyols dans les résines alkydes. Elle est applicable aux résines alkydes renfermant des agents de modification tels que l'urée, la mélamine, les phénols, la colophane et le styrène.

2.PRINCIPE

L'échantillon de résine est soumis à une aminolyse pour former les amides des acides carboxyliques et libérer les polyols présents, suivie d'une acétylation directe avec de l'anhydride acétique. Les acétates sont extraits puis identifiés par chromatographie en phase gazeuse sur colonne remplie ou sur colonne capillaire.

3.APPAREILLAGE

- Chromatographe en phase gazeuse, à température programmée avec détecteur à ionisation de flamme.
- Seringue de capacité 1 l.
- Ballons de 125 ml.
- Réfrigérant à eau adaptable sur le ballon de 125 ml.
- Epruvettes de 10 ml, 25 ml et 50 ml.
- Ampoules à décanter de 250 ml.
- Béchers de 250 ml.
- Bain-marie.
- Filtres papiers à filtration rapide.
- Entonnoir.

4.REACTIFS

- Anhydride acétique, qualité pour analyse.
- N-butylamine, qualité pour analyse.
- Chloroforme, qualité pour analyse.
- Eau distillée.

5.MODE OPERATOIRE

- Peser un échantillon de résine ne contenant pas moins de 1 g de matière non volatile dans un ballon de 125 ml et ajouter 6 ml de N-butylamine.
- Chauffer sous reflux avec réfrigérant à eau pendant 1 heure.
- Laisser refroidir et ajouter doucement et avec précaution par le haut du réfrigérant 25 ml d'anhydride acétique et chauffer sous reflux le mélange pendant 90 minutes.
- Laisser refroidir, ajouter 35 ml d'eau distillée, faire bouillir pendant 10 minutes et refroidir à nouveau.
- Transvaser le mélange dans une ampoule à décanter, en filtrant si nécessaire, et en utilisant très peu d'eau pour le transvasement.
- Extraire trois fois avec des portions de 25 ml de chloroforme en agitant vigoureusement à chaque extraction.
- Mélanger les extraits chloroformiques et laver avec des portions de 50 ml d'eau distillée jusqu'à élimination complète de l'acide (contrôler au papier pH).
- Filtrer sur un filtre rapide préalablement humecté avec du chloroforme, recueillir le filtrat dans un bécher de 250 ml.
- Réduire le volume entre 5 et 10 ml par évaporation du solvant dans un bain-marie en faisant passer un courant d'air dans le solvant.
- Les acétates présents dans la solution sont identifiés par chromatographie en phase gazeuse.

6.ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

L'analyse chromatographique doit être effectuée systématiquement sur deux colonnes :

- une colonne polaire type succinate de diéthylèneglycol (SDEG),
- une colonne apolaire type silicone (SE 30).

Dans certains cas, la séparation ne peut être réalisée qu'en utilisant une colonne capillaire.

6.1.CONDITIONS CHROMATOGRAPHIQUES

6.1.1.COLONNE REMPLIE POLAIRE (VOIR CHROMATOGRAMME 1)

- Colonne en acier inoxydable de 1,50 m de longueur, 2 mm de diamètre intérieur.
- 20 % succinate de diéthylèneglycol + 2 % acide phosphorique sur chromosorb W-AW 60/80 mesh.
- Température colonne : 75 °C à 200 °C à la vitesse de 4 °C/min puis maintien pendant 10 minutes à 200 °C.
- Température injecteur : 250 °C.
- Température détecteur : 250 °C.
- Débit gaz vecteur : 30 ml/min.
- Quantité injectée : 0,5 l.

6.1.2.COLONNE REMPLIE NON POLAIRE (VOIR CHROMATOGRAMME 2)

- Colonne en acier inoxydable de 1,50 m de longueur, 2 mm de diamètre intérieur.
- 20 % SE 30 sur chromosorb W-AW 60/80 mesh.
- Température colonne : 75 °C pendant 5 minutes puis montée en température jusqu'à 210 °C à la vitesse de 4 °C/min puis maintien à 210 °C pendant 10 minutes.
- Température injecteur : 300 °C.
- Température détecteur : 300 °C.
- Débit gaz vecteur : 25 ml/min.
- Quantité injectée : 0,5 l.

6.1.3.COLONNE CAPILLAIRE (VOIR CHROMATOGRAMME 3)

- Colonne en verre, type WCOT, de 25 mètres de longueur, 0,25 mm de diamètre intérieur, imprégnée de carbowax 20 M.
- Température colonne 100 °C pendant 5 minutes, montée en température jusqu'à 225 °C à raison de 7 °C/min.
- Température injecteur : 285 °C.
- Température détecteur : 310 °C.
- Diviseur de flux d'entrée : 350/1.
- Quantité injectée : 1 l.

6.2.IDENTIFICATION

L'identification est réalisée par comparaison des chromatogrammes obtenus avec l'échantillon et avec un mélange synthétique renfermant les alcools recherchés et traités dans les mêmes conditions que l'échantillon ou un mélange réalisé directement avec les acétates correspondants dans le chloroforme.

Nota : *Trois pics dus au réactif (voir chromatogramme 3) peuvent, dans certains cas, interférer avec les acétates recherchés, notamment avec les colonnes remplies utilisées (c'est le cas du 1,4-butanediol souvent présent dans les résines alkydes). Pour cela, il est préférable de remplacer la butylamine par la phényléthylamine afin d'augmenter les temps de rétention des composés indésirables. L'utilisation de la colonne capillaire permet de pallier à cet inconvénient tout en assurant une meilleure séparation de tous les composés.*

7.PROCES-VERBAL D'ESSAI

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

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