

RESINES ALKYDES IDENTIFICATION ET DOSAGE DES ACIDES CARBOXYLIQUES

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

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

2.PRINCIPE

Le liant alkyde, isolé du reste de la résine, est soumis à une hydrolyse alcaline. Les acides carboxyliques libérés en milieu acide sont transformés en dérivés "triméthylsilyl" en présence de pyridine puis identifiés et dosés par chromatographie en phase gazeuse.

3.APPAREILLAGE

- Chromatographe en phase gazeuse avec programmation de température et détecteur à ionisation de flamme.
- Tube inox de 1/8" et 2 mm de diamètre intérieur.
- Phase stationnaire OV 101 - 5 % sur chromosorb G - HP 100/120 mesh.
- Balance de précision au 1/10 mg.
- Seringues de 5 µl.
- Ballons à fond plat de 125 ml, à col court rodé.
- Tiges de saponification de 150 cm avec cône en téflon.
- Bains d'huile de 500 ml (cristallisoirs par exemple).
- Agitateurs magnétiques chauffants.
- Barreaux aimantés chimiquement inertes.
- Dispositif de filtration, sur verre fritté, sous vide.
- Erlenmeyers de 250 ml à col rodé avec bouchon.
- Flacons pour dérivation, de 5 ml (type minivial).

4.REACTIFS

- Potasse caustique en pastilles.
- Toluène.
- Alcool éthylique.
- Pyridine.
- Acide chlorhydrique concentré (d = 1,19).
- N, O - bis (triméthylsilyl) trifluoro-acétamide.
- Dodécane.

Tous les produits utilisés sont de qualité pour analyses.

5.MODE OPERATOIRE

Préparation des solutions :

- Solution KOH éthanolique (2N) : dissoudre 66 g de potasse caustique en pastilles provenant d'un flacon neuf, dans 500 ml d'alcool éthylique en évitant une montée en température trop importante.
- Solution de dodécane à 10 % dans le toluène : dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire 10 g de dodécane, compléter à 100 ml avec du toluène.

6. PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- La résine est mise en solution dans un mélange acétone-toluène 50/50 puis centrifugée selon la méthode d'essai D55 5104 en prenant bien soin de soutirer uniquement la partie limpide.
- Répéter trois fois la manipulation et réunir les solutions.
- Evaporer la presque totalité du solvant au bain-marie, puis sécher la résine dans une étuve à vide à 50 °C.

7. PREPARATION DES DERIVES "TRIMETHYLSILYL" (DERIVES TMS)

- Dans un ballon à fond plat, introduire environ 1 g de résine, pesée exactement, 20 ml de toluène et 30 ml de KOH éthanolique (2N).
- Agiter pour dissoudre au maximum la résine. Introduire le barreau aimanté, placer le ballon, surmonté de sa tige de saponification, dans le bain d'huile et chauffer sous agitation. Maintenir à ébullition pendant 1 h 30 min.
- Laisser refroidir. Retirer le ballon, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique concentré, agiter. La solution doit être à pH voisin de 1. Filtrer sur verre fritté, laver le ballon puis le précipité trois fois avec 10 ml de pyridine. La même solution est utilisée pour laver le ballon puis le précipité.

Ajouter 1 ml de solution étalon, agiter pour bien homogénéiser, prélever 100 µl, les introduire dans le flacon à réaction "minivial", ajouter 500 µl de réactif BSTFA et fermer avec le bouchon septum à vis. Agiter pendant environ deux minutes. Laisser reposer 10 minutes et procéder à l'analyse chromatographique.

8. PREPARATION DU MELANGE SYNTHETIQUE

Dans un ballon à fond plat, introduire 30 ml de toluène et 100 mg, pesés exactement, des différents acides susceptibles de se trouver dans la résine et effectuer la transformation en dérivés "triméthylsilyl" dans la même condition que pour l'échantillon.