

RESINES ALKYDES IDENTIFICATION DES ACIDES CARBOXYLIQUES

Page 1/12

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un procédé d'identification des acides carboxyliques dans les résines alkydes seules et les résines alkydes modifiées.

2.PRINCIPE

L'échantillon de résine est soumis à une transestérification avec du trifluorure de bore pour former des esters méthyliques. Ceux-ci sont extraits puis identifiés par chromatographie en phase gazeuse.

3.APPAREILLAGE

- Chromatographe en phase gazeuse à température programmée avec détecteur à ionisation de flamme.
- Colonne en acier inoxydable de 1,50 m de longueur et 2 mm de diamètre intérieur (1/8" de diamètre extérieur) remplie de CHROMOSORB W-AW 80/100 mesh imprégné par 20 % de succinate de diéthylène glycol (SDEG) plus de 2 % de H_3PO_4 (colonne polaire).
- Colonne en acier inoxydable de 2,50 m de longueur et 2 mm de diamètre intérieur (1/8" de diamètre extérieur) remplie de CHROMOSORB W-HP 80/100 mesh imprégné par 20 % de silicones SE 30 (colonne non polaire).
- Colonne capillaire en verre, type WCOT, de 25 m de longueur et 0,25 mm de diamètre intérieur, imprégnée de CARBOWAX 20 M (polyéthylèneglycol de masse moléculaire 20000).
- Seringue de capacité 1 μ l.
- Ballons rodés de 125 ml.
- Tube à reflux, rodé, adaptable sur le ballon de 125 ml.
- Ampoule à décanter de 250 ml.
- Béchers de 100 ml.
- Bain-marie.
- Papier filtre (à filtration rapide).
- Entonnoir.

4. REACTIFS

- Trifluorure de bore dans le méthanol, qualité pour analyses [solution à 20 % (v/v) de méthanol].
- Chlorure de méthylène, qualité pour analyses.
- Eau distillée.

5.MODE OPERATOIRE

- Peser un échantillon de résine contenant approximativement 0,3 g de matière non volatile dans un ballon rodé de 125 ml et ajouter 5 ml de la solution de trifluorure de bore. Mettre le tube à reflux et faire bouillir pendant 5 minutes.
- Transvaser l'échantillon dans l'ampoule à décanter avec 50 ml d'eau distillée et 35 ml de chlorure de méthylène.
- La phase chlorure de méthylène constitue la couche inférieure.
- Après séparation, elle est filtrée dans un bécher et réduite à environ 5 ml, par évaporation au bain-marie.
- Les esters méthyliques présents dans la solution sont identifiés par chromatographie en phase gazeuse.

6.ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

L'analyse chromatographique est effectuée sur la colonne remplie polaire. Après séparation et identification, il est nécessaire de répéter celle-ci sur une colonne non polaire.

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

6.1.CONDITIONS CHROMATOGRAPHIQUES

- Colonne remplie polaire
 - température colonne : 75 °C puis montée en température de 5 °C/minute jusqu'à 200 °C,
 - température injecteur : 300 °C,
 - température détecteur : 300 °C,
 - gaz vecteur : azote 35 ml/minute,
 - quantité injectée : 0,2 - 0,3 µl.
- Colonne remplie non polaire
 - température colonne : 75 °C puis montée en température de 5 °C/minute jusqu'à 250 °C,
 - température injecteur : 300 °C,
 - température détecteur : 300 °C,
 - gaz vecteur : azote 35 ml/minute,
 - quantité injectée : 0,2 - 0,3 µl.
- Colonne capillaire
 - température colonne : 120 °C pendant 5 minutes puis montée en température de 4 °C/minute jusqu'à 225 °C,
 - température injecteur : 300 °C,
 - température détecteur : 300 °C,
 - gaz vecteur : azote (ou hélium) 1 ml/minute,
 - diviseur de flux d'entrée : 350/1,
 - quantité injectée : 1 µl.

6.2.IDENTIFICATION

L'identification est réalisée par comparaison des chromatogrammes obtenus avec l'échantillon et avec un mélange synthétique renfermant les acides recherchés et traités dans les mêmes conditions que l'échantillon ou un mélange réalisé directement avec les esters méthyliques correspondants dans le chlorure de méthylène.

Nota :

- Les mélanges d'esters méthyliques sont instables dans le temps, il est préférable d'effectuer l'identification à la suite de la réaction ou de conserver l'échantillon à - 10 °C et à l'obscurité.

- Les chromatogrammes présentés dans cette méthode montrent la séparation sur colonnes polaire remplie (voir annexe 1) et non polaire remplie (voir annexe 2) d'un certain nombre d'esters correspondant à des acides entrant dans la composition des résines alkydes.

A titre indicatif, séparation sur colonne capillaire (voir chromatogramme en annexe 3). Des exemples de chromatogrammes sont donnés en annexes 1, 2 et 3 et les ordres d'élution des produits correspondants sont donnés en annexes 4, 5 et 6.

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.

annexe 1

EXEMPLE DE CHROMATOGRAMME

Colonne polaire SDEG + H₃PO₄

Esters méthyliques

