

**RESINES VINyliQUES
IDENTIFICATION ET DOSAGE DES PHTALATES
(PAR CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE)**

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode s'applique essentiellement à l'identification et éventuellement au dosage des phtalates utilisés comme plastifiants dans les résines vinyliques (PVC). Elle peut également s'appliquer aux résines cellulosiques, acryliques et méthacryliques.
Elle permet également d'identifier certains phosphates (contenant au moins un noyau aromatique).

2.PRINCIPE

Après extraction à l'éther, les phtalates (et les phosphates) sont solubilisés dans l'acétonitrile puis dosés par chromatographie liquide haute performance (HPLC) en phase inverse.

3.APPAREILLAGE

3.1.BALLONS

de 250 ml à col rodé et à fond plat.

3.2.EXTRACTEURS SOXHLET

de 100 ml.

3.3.CARTOUCHE CELLULOSIQUE

25 c 100 mm.

3.4.BAIN-MARIE THERMOSTATE

à 40 °C.

3.5.CHROMATOGRAPHE LIQUIDE

équipé d'une programmation d'élution.

3.6.COLONNE MICRO BONDAPAK C18

longueur 30 cm, Ø intérieur 0,39 cm, particules 10 µm.

3.7.DETECTEUR UV

réglé à 254 nm.

3.8.ENREGISTREUR

(signal d'entrée 10 mV).

3.9.INTEGRATEUR NUMERIQUE

suivi éventuellement d'un calculateur.

3.10.BALANCE DE PRECISION

à 0,001 g près.

3.11.SERINGUES

pour injection de 5 µl.

3.12.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4. REACTIFS

4.1. ETHER DIETHYLIQUE

qualité pour analyse.

4.2. EAU BIDISTILLEE

4.3. ACETONITRILE POUR CHROMATOGRAPHIE

4.4. PHTALATES

de diméthyle diéthyle, dibutyle, diamyle isoamyle, diméthylcyclohexyle, diisooctyle, dioctyle, diisononyl et de diisodécyle.

4.5. PHOSPHATES DE TRIPHENYLE ET DE TRICRESYLE

5. MODE OPERATOIRE

5.1. ECHANTILLON

5.1.1 Peser 5 g d'échantillon dans une cartouche cellulosique (3.3).

Introduire cette dernière dans le Soxhlet (3.2), (voir remarque 8.1).

5.1.2 Dans un ballon de 250 ml (3.1) de masse M_0 , introduire 100 ml d'éther. Ajuster l'extracteur surmonté d'une colonne réfrigérante et chauffer à ébullition de l'éther sous reflux pendant 8 heures.

5.1.3 Evaporer l'éther au bain-marie (3.4), refroidir et peser alors le ballon soit M_1 la masse de ce ballon après extraction.

5.1.4 Calculer $M = M_1 - M_0$ = masse de plastifiants + stabilisants (organostanniques), (voir remarque 8.2).

5.2. ETALON

Dans un erlenmeyer de 150 ml, peser avec précision environ 50 mg de chacun des composés (4.4) et (4.5).

Ajouter 10 ml d'acétonitrile et agiter jusqu'à parfaite dissolution. La solution étalon est ainsi prête à être injectée. Soit m_i la masse de chaque composé en mg, avec $i = 1$ à 11.

6. IDENTIFICATION

6.1 Injecter 5 μ l de la solution étalon (5.2) et éluer suivant le programme établi (voir annexe 1). Enregistrer le chromatogramme (voir annexe 1) et intégrer les surfaces de pics.

Soit S_i la surface de pic du composé i , avec $i = 1$ à 11.

6.2 Prélever environ 100 mg d'échantillon extrait à l'éther (5.1.3). Ajouter 10 ml d'acétonitrile. Après dissolution, injecter 5 μ l de la solution obtenue, éluer suivant le programme établi et enregistrer le chromatogramme.

6.3 Comparer les chromatogrammes (6.2) et (6.1) et en déduire la nature des plastifiants contenus dans l'échantillon (voir remarque 8.3).