

RESINES ALKYDES DOSAGE DE L'ACIDE MALEIQUE ET DE L'ACIDE FUMARIQUE (POLAROGRAPHIE)

Page 1/11

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet le dosage des acides maléique et fumarique dans les liants alkydes pour peintures. 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

Le liant est séparé des autres constituants de la peinture par centrifugation et évaporation. Après saponification, les acides maléique et fumarique sont dosés par polarographie différentielle.

3.APPAREILLAGE

3.1.CENTRIFUGEUSE

à 15000 tr/min munie d'une régulation de température.

3.2.BALANCE DE PRECISION

à 0,1 mg.

3.3.TUBES DE CENTRIFUGATION

fermant hermétiquement, de capacité 50 ml.

3.4.ERLENMEYERS

de 250 et 500 ml.

3.5.TIGES DE SAPONIFICATION

3.6.FIOLES JAUGEES

de 25 ml, 100 ml et 250 ml.

3.7.EPROUVETTE GRADUEE

de 100 ml.

3.8.BAIN-MARIE

3.9.ETUVE A VIDE

à 50 °C ou plaques de verre 200 x 200 mm.

3.10.DESSICCATEUR

3.11.POLAROGRAPHIE

avec dispositif pour goutte de mercure tombante (par exemple : PRINCETON APPLIED RESEARCH - P.A.R. 174).

3.12.ENREGISTREUR XY

(par exemple : HEWLETT PACKARD 7040 A).

3.13.ACCESSOIRES ELECTROCHIMIQUES

- Electrode au calomel remplie d'une solution de KCl saturée.
- Pont avec fritté pour électrode au calomel remplie d'une solution de KCl saturée.
- Contre-électrode : fil de platine (le pont est nécessaire pour isoler l'électrode de référence et éviter les interférences sur la ligne de base).

4.REACTIFS

4.1.ACIDE MALEIQUE

Solution étalon : 1 g dans 100 ml d'eau distillée.

4.2.ACIDE FUMARIQUE

Solution étalon : 1 g dans 250 ml d'eau distillée.

4.3.SOLUTION DE SOUDE CAUSTIQUE N/2

fraîchement préparée.

4.4.SOLUTION D'ACIDE CHLORHYDRIQUE N/2

4.5.SOLUTION D'ACIDE CHLORHYDRIQUE N/10

4.6.ACIDE ACETIQUE

4.7.ACIDE PHOSPHORIQUE

4.8.ACIDE BORIQUE

4.9.SOLUTION DE PHENOLPHTALEINE

à 1 % dans l'eau distillée.

4.10.SOLUTION DE CHLORURE D'AMMONIUM MOLAIRE

4.11.SOLUTION D'ACETATE DE SODIUM MOLAIRE

4.12.ACETONE

4.13.EAU DISTILLEE

4.14.AZOTE U (EXEMPT D'OXYGENE)

Tous les réactifs utilisés sont de qualité pour analyse.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON DE RESINE

- Prélever une certaine quantité de peinture, parfaitement homogène. Introduire 2 grammes dans chaque tube de centrifugation, ajouter de l'acétone jusqu'aux 2/3 du volume, homogénéiser la solution à l'aide d'une baguette de verre.
- Centrifuger suivant la méthode d'essai D55 5104, paragraphe 4.2.3.
- Récupérer la solution contenant la résine et répéter une deuxième fois l'opération si nécessaire.
- Faire évaporer ensuite le solvant, soit à la température ambiante sur une plaque de verre, soit dans l'étuve à vide à 50 °C.
- La résine ainsi obtenue est réduite en fines particules et placée dans un dessiccateur.

5.2.SAPONIFICATION

- Dans un erlenmeyer de 250 ml à rodage, introduire environ 1 g de résine, pesé exactement, ajouter 10 ml d'acétone et 40 ml de solution de soude caustique N/2, fixer la tige de saponification sur l'erlenmeyer et chauffer à 100 °C au bain-marie pendant deux heures.
- Après refroidissement, neutraliser la solution obtenue avec la solution d'acide chlorhydrique N/2, en présence d'une goutte de phénolphthaléine (jusqu'à décoloration) ; faire un volume à 100 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau distillée.

5.3.PREPARATION DU MILIEU REACTIONNEL

5.3.1.PREPARATION DU TAMPON BRITTON-ROBINSON

Le mélange tampon est préparé de la manière suivante :

- 100 ml d'acide acétique 0,04 M,
- 100 ml d'acide phosphorique 0,04 M,
- 100 ml d'acide borique 0,04 M,
- On amène le pH à 6,5 avec une solution de soude caustique N/2.

Le mélange tampon doit être conservé à l'abri de la lumière dans un flacon brun.

5.3.2.PREPARATION DES SOLUTIONS D'ELECTROLYTE

Solution A : 100 ml de tampon,

25 ml de solution de chlorure d'ammonium,

Solution B : 100 ml de solution d'acide chlorhydrique N/2, on amène à pH 1,2 avec la solution d'acétate de sodium.

5.4.DOSAGE DES ACIDES MALEIQUE ET FUMARIQUE DANS LA RESINE

5.4.1.CONDITIONS OPERATOIRES (SUR P.A.R. 174)

- Drop time : 1 goutte/seconde.
- Seam rate : 5 mV/seconde.
- Display direction : +
- Seam direction : -
- Modulation d'amplitude : 50 mV.
- Mode opératoire : pulse différentiel.
- Le potentiel initial, le domaine dans lequel on dose et la sensibilité différent suivant le dosage.