

**PEINTURES, COLLES, MASTICS ET PRODUITS
ASSIMILEES - ANALYSE QUALITATIVE DES COLOPHANES
DES RESINES PHENOLIQUES ET EPOXYDIQUES**

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant l'analyse qualitative de résine phénolique, résine époxydique, de la colophane et de ses dérivés dans les peintures, colles, mastics et produits assimilés.

2.PRINCIPE

L'ensemble des identifications est basé sur la formation d'un complexe coloré spécifique du produit recherché, selon la méthode de SWANN.

3.ECHANTILLONNAGE

Les recherches qualitatives s'effectuent de préférence sur un échantillon exempt de pigments ; pour cela, procéder le cas échéant à une centrifugation.

Afin d'optimiser les détections, procéder à l'évaporation des solvants susceptibles d'être contenus dans l'échantillon.

4.IDENTIFICATION DE LA COLOPHANE

4.1.REACTIFS

4.1.1.BENZENE

de qualité pour analyse

4.1.2.ACIDE SULFURIQUE CONCENTRE

dilué à 50 % dans de l'eau distillée

4.1.3.ANHYDRIDE ACETIQUE

de qualité pour analyse

4.2.MODE OPERATOIRE

- Dans un tube à essais, dissoudre environ 0,1 g de l'échantillon à identifier dans 3 à 4 ml de benzène (4.1.1), chauffer légèrement si nécessaire. Après refroidissement, ajouter environ 2 ml d'acide sulfurique (4.1.2) puis, par addition de 0,5 ml, environ 3 ml d'anhydride acétique (4.1.3), agiter l'ensemble.
- En présence de colophane ou de ses dérivés, une coloration rouge apparaît dans la couche inférieure acide.
- Ne pas tenir compte d'une coloration brune.

Nota : L'emploi d'un solvant de solubilisation différent du benzène est conseillé en cas de mauvaise dissolution.

5.IDENTIFICATION DES RESINES PHENOLIQUES (METHODE PAR PYROLYSE)

5.1.REACTIFS

5.1.1.EAU DISTILLEE

5.1.2.DIBROMO 2,6 QUINONE CHLORIMIDE

de qualité pour analyse

5.1.3.SOLUTION D'HYDROXYDE DE SODIUM 0,1 N

5.1.4.REACTIF DE MILLON

Dissoudre 10 g de mercure dans 10 g d'acide nitrique fumant, diluer dans 40 ml d'eau distillée.

5.2.MODE OPERATOIRE

- Introduire environ 200 mg de l'échantillon dans un tube à essais ; à son extrémité, disposer un tube à dégagement afin de recueillir les vapeurs émises dans un second tube à essais contenant 5 ml d'eau distillée.
- Chauffer à la flamme le tube à essais jusqu'à calcination complète de l'échantillon.
- Recueillir la phase aqueuse.

5.2.1 Sur une fraction de la phase aqueuse ajouter quelques cristaux de dibromo 2,6 quinone chlorimide (5.1.2), agiter vigoureusement puis alcaliniser le milieu à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.3). Agiter puis laisser reposer.

En présence de résine phénolique, on observe le développement d'une coloration bleue.

5.2.2 Sur une deuxième fraction de la phase aqueuse (5.2) ajouter quelques gouttes de réactif de MILLON (5.1.4) et chauffer à ébullition durant 2 minutes.

L'apparition d'une coloration rose, rouge ou pourpre est caractéristique d'une résine phénolique.

6.IDENTIFICATION DES RESINES EPOXYDIQUES

6.1.REACTIFS

6.1.1.ACIDE SULFURIQUE CONCENTRE

(d = 1,84)

6.1.2.EAU DISTILLEE

6.1.3.OXYDE JAUNE DE MERCURE (HG0)

de qualité pour analyse

6.1.4.REACTIF DE DENIGES

Dissoudre à chaud 2,5 g d'oxyde jaune de mercure (6.1.3) dans un mélange composé de 10 ml d'acide sulfurique (6.1.1) et de 50 ml d'eau distillée.