

RESINES ACRYLIQUES IDENTIFICATION DES ACIDES COPOLYMERISES (PAR PYROLYSE ET CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE)

Page 1/9

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

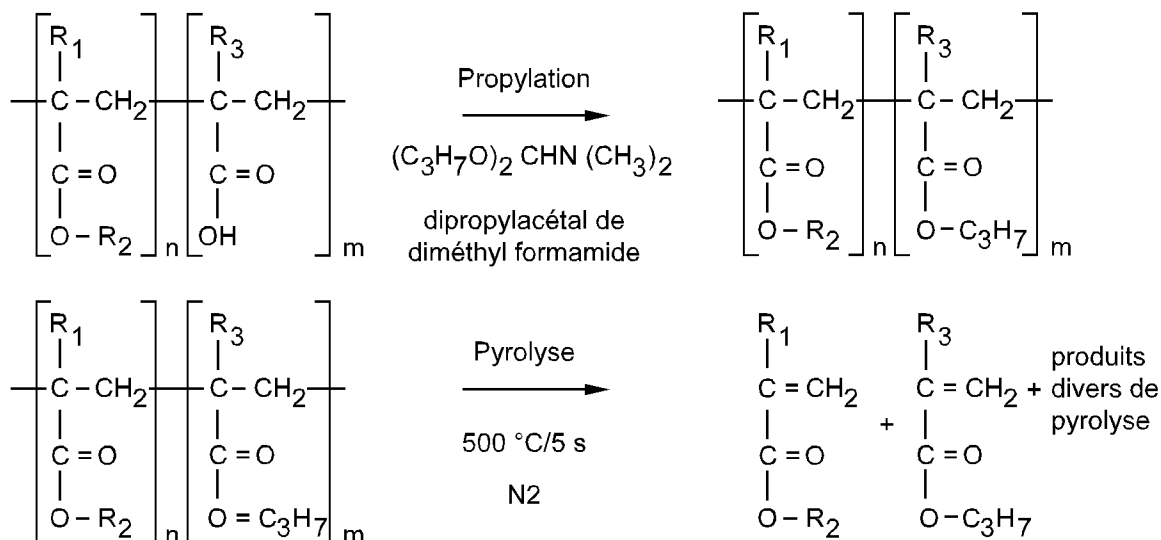
L'identification des acides est basée sur la méthode d'identification des esters acryliques et méthacryliques mais elle nécessite une alkylation préalable.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'identification et l'évaluation approximatives des acides acryliques et méthacryliques copolymérisés dans les résines acryliques. La quantité d'acide doit être supérieure à 1 %.

2.PRINCIPE

L'identification est réalisée par pyrolyse des résines avant et après propylation, suivie de chromatographie en phase gazeuse.



La présence d'acrylate de propyle indique que le polymère contient de l'acide acrylique, la présence de méthacrylate de propyle, de l'acide méthacrylique.

3. APPAREILLAGE

Schéma des circuits gazeux, voir en annexe 1.

3.1. PYROLYSEUR A FILAMENT DE PLATINE

3.2. CHROMATOGRAPHE A IONISATION DE FLAMME

(injecteur et détecteur à 250 °C).

3.3. COLONNE EN ACIER INOXYDABLE

- Longueur 5 mètres.
- Phase 20 % TCEP sur FIREBRICK 60/80 mesh.
- Température 100 °C.
- Gaz vecteur : azote - débit 17 ml/min.

3.4. ENREGISTREUR

3.5. INTEGRATEUR SUIVI EVENTUELLEMENT D'UN CALCULATEUR

3.6. ETUVE A VIDE THERMOSTATEE

à 60 °C.

3.7. SERINGUES

de 10 µl et de 500 µl.

3.8. MICROPIPETTE

de 1 ml.

3.9. FLACONS

de 5 ml type MINIVIAL.

3.10. CENTRIFUGEUSE

(15 000 tr/min).

3.11. MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4. REACTIFS

4.1. ACETONE

qualité pour analyse.

4.2. DIPROPYLACETAL DE DIMETHYLFORMAMIDE

(réactif PIERCE propyl 8) en milieu pyridine (2 milliéquivalent/ml).

5.ECHANTILLONNAGE

5.1.DANS LE CAS DES VERNIS ET DES PRODUITS DE PROTECTION

Procéder sans aucune préparation préalable.

5.2.DANS LE CAS DES PEINTURES

Il est indispensable d'éliminer les pigments afin d'éviter un encrassement du filament de pyrolyse de l'injecteur et une détérioration trop rapide de la précolonne utilisée.

Pour cela, il est nécessaire de diluer (environ deux fois) l'échantillon de peinture dans de l'acétone et de centrifuger à 15 000 tr/min pendant 30 minutes.

La phase solvant peut être utilisée directement.

6.MODE OPERATOIRE

6.1.PYROLYSE DE LA RESINE

- Déposer 1 µl de résine sur le filament de platine, évaporer les solvants en chauffant pendant 25 secondes à 100 °C puis 200 °C et enfin 250 °C sous courant d'azote.
- Introduire l'aiguille de pyrolyse dans l'injecteur du chromatographe. Pyrolyser à 500 °C pendant 5 secondes et enregistrer le chromatogramme (voir annexe 2).

6.2.PROPYLATION

- Placer 1 ml de résine dans un flacon (3.9), introduire ce dernier dans l'étuve (3.6) et laisser sous vide à 60 °C durant 16 heures.
- Après refroidissement à température ambiante, fermer hermétiquement le flacon (3.9) à l'aide d'une capsule munie d'un septum en téflon.
- Introduire 1 ml du réactif (4.2) à travers le septum et placer le flacon (3.9) en étuve à 60 °C pendant 16 heures.

6.3.PYROLYSE DE LA RESINE APRES PROPYLATION

- A l'aide d'une seringue, prélever 10 µl de la solution (6.2) et en déposer 2 µl sur le filament de pyrolyse.
- Evaporer l'excédent de réactif et de pyridine en chauffant sous courant d'azote durant 25 secondes, d'abord à 100 °C puis à 200 °C et enfin à 250 °C.
- Introduire l'aiguille de la tête de pyrolyse dans l'injecteur et pyrolyser à 500 °C pendant 5 secondes.
- Enregistrer le chromatogramme (voir annexe 3).

7.RESULTATS

La comparaison des chromatogrammes avant propylation (§ 6.1) et après propylation (§ 6.3) permet de mettre en évidence la présence d'acrylate ou méthacrylate de propyle qui indique la présence initiale d'acide acrylique ou méthacrylique.

Nota : L'acrylate de propyle est bien séparé des autres composés habituellement rencontrés. En revanche, le méthacrylate de propyle a un temps de rétention qui coïncide avec celui de l'acrylate de butyle tertiaire. Mais le calcul des valeurs en acides permet de les distinguer.