

**TERPOLYMERES ACRYLONITRILE-BUTADIENE-STYRENE
DOSAGE DU STYRENE ET DE L'ALPHA-METHYLSTYRENE
METHODE PAR PYROLYSE - CHROMATOGRAPHIE GAZEUSE**

Page 1/8

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode s'applique exclusivement au dosage du styrène et de l'alpha-méthylstyrène dans les terpolymères acrylonitrile - butadiène - styrène (ABS).
Le domaine d'application est très étendu (de 0 à 100 %).

2.PRINCIPE

La méthode est basée sur la comparaison des enregistrements chromatographiques en phase gazeuse des produits de pyrolyse d'un ABS connu à ceux des produits de pyrolyse d'un ABS inconnu.

3.APPAREILLAGE

3.1.PYROLYSEUR AUTOMATIQUE

à filament de platine (type 75 PY-1 de GIRDEL).

3.2.CHROMATOGRAPHE

en phase gazeuse à ionisation de flamme.

3.3.COLONNE INOX

- Longueur 4 mètres (munie d'une précolonne de 15 cm).
- Ø intérieur 2,10 mm.
- Ø extérieur 3,18 mm.
- Phase : 10 % carbowax 20 M sur Chromosorb W-AW.

3.4.ENREGISTREUR

3.5.INTEGRATEUR NUMERIQUE

suivi éventuellement d'un calculateur.

4.ECHANTILLON TYPE

Concentration en styrène C'1 = 28 %

Concentration en alpha-méthylstyrène C'2 = 32 %

5.MODE OPERATOIRE

5.1.CHROMATOGRAPHE

5.1.1 Régler la pression d'azote (gaz vecteur) de façon à obtenir un débit de 16 ml/min en sortie de colonne.

5.1.2 Porter la colonne à une température constante de 120 °C.

5.2.PYROLYSEUR

5.2.1 Connecter les circuits électriques et gazeux.

5.2.2 Découper une fine particule d'échantillon parallélépipédique de dimensions approximatives suivantes :

- Longueur : 4 mm
- Largeur et épaisseur : 0,5 mm

5.2.3 Placer l'échantillon ainsi découpé dans les spires du filament à l'aide d'une pince brucelle.

5.2.4 Purger le circuit de pyrolyse de son air, introduire l'aiguille dans l'injecteur et passer en position "PYROLYSE" sans la déclencher (ces manipulations doivent s'effectuer sans la moindre modification de pression en tête de colonne ; voir remarques 8.1).

5.2.5 Pyrolyser à 750 °C pendant 10 secondes.

6.RESULTATS

6.1 Il apparaît un certain nombre de pics dus à la pyrolyse de l'acrylonitrile, du butadiène, du styrène et de l'alpha-méthylstyrène (voir chromatogramme annexe 1).

6.2 Soit :

$S = \sum S_i$ = Somme de toutes les surfaces de pic

S_1 = Surface de pic du styrène

S_2 = Surface de pic de l'alpha-méthylstyrène

Etablir les rapports : $R_1 = \frac{S_1}{S}$ et $R_2 = \frac{S_2}{S}$

6.3 Appliquer le même traitement à l'échantillon type (paragraphe 4)

Soit :

$S' = \sum S'_i$ = Somme de toutes les surfaces de pic

S'_1 = Surface de pic du styrène

S'_2 = Surface de pic de l'alpha-méthylstyrène

Etablir de la même façon : $R'_1 = \frac{S'_1}{S'}$ et $R'_2 = \frac{S'_2}{S'}$

6.4 En déduire pour l'échantillon inconnu

6.4.1 la concentration en styrène $C_1 = \frac{R_1}{R'_1} \cdot C'_1$

6.4.2 la concentration en alpha-méthylstyrène $C_2 = \frac{R_2}{R'_2} \cdot C'_2$

6.5 Effectuer trois déterminations successives sur l'étalon et par échantillon et en calculer les moyennes.

7.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai devra indiquer, outre les résultats obtenus, la référence à la présente méthode, les identifications de l'étalon et des échantillons et toutes les conditions particulières différentes de celles décrites et susceptibles d'avoir influé sur les résultats.

8.REMARQUES

8.1 Les résultats de l'analyse dépendent essentiellement des conditions de pyrolyse. Après avoir fixé la température et la durée de pyrolyse, il est impératif de régler le "RESTRICTEUR" (vanne manuelle variable de grande précision) de façon à obtenir un débit constant en sortie de colonne lorsque l'on passe de la liaison directe au circuit de pyrolyse (voir schéma annexe 2). Ce réglage est fixé pour la durée des analyses dans les conditions déterminées ; toute modification de pression en tête de colonne provient alors d'une fuite de gaz vecteur (souvent au niveau du septum qu'il est bon de changer régulièrement, environ toutes les 15 injections).

8.2 Pour améliorer la précision des mesures, il est recommandé d'utiliser un étalon qui ressemble le plus possible à l'échantillon ou mieux encore une gamme d'étalonnage. Dans ce dernier cas, tracer la courbe pourcentage surface en fonction des concentrations et en déduire la concentration des échantillons (voir graphiques annexes 3 et 4).