

PAPIERS D'EMBALLAGE DE PIECES METALLIQUES DOSAGE DU VPI 260

Page 1/10

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Le VPI 260 (Vapor paper inhibitor) est un inhibiteur de corrosion SHELL de spécifications commerciales :

- nitrite de dicyclohexylamine 95 % minimum,
- eau 3,5 % maximum,
- cendres sulfatées 0,3 % maximum,
- solution à 1 % dans l'eau à 20 °C : $7 < \text{pH} < 9$.

C'est un produit soluble dans l'eau et les alcools et insoluble dans les hydrocarbures (voir courbes de solubilité en annexe 1).

Il se présente sous forme d'une poudre cristalline blanche, à 20 °C, sa tension de vapeur est faible jusqu'à 70 °C et c'est un produit stable jusqu'à 100 °C environ (voir courbe en annexe 2).

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description de deux procédés permettant de déterminer la quantité de VPI 260 contenue dans les papiers d'emballage des pièces métalliques :

- le procédé A est approximatif mais donne un moyen de contrôle très simple et ne nécessite que peu de matériel,
- le procédé B est quantitatif.

2.PROCEDE A

2.1.PRINCIPE

Ce procédé est basé sur la volatilité du VPI 260. Après séchage en étuve pour élimination de l'eau, on volatilise le produit en étuve à 110 °C pendant 1 heure.

2.2.APPAREILLAGE ET REACTIFS

2.2.1.THERMOMETRE

de 0 à 150 °C.

2.2.2.ETUVE THERMOSTATEE

à 70 °C ± 2 °C puis à 110 °C ± 5 °C (d'aussi faibles dimensions que possible).

2.2.3.BALANCE DE PRECISION

2.2.4.SILICAGEL

2.2.5.DESSICCATEUR

2.3.MODE OPERATOIRE

2.3.1 Découper une feuille de papier imprégné de 1 dm² et la peser avec précision :
soit M₁ sa masse en gramme.

2.3.2 Placer l'échantillon dans l'étuve thermostatée à 70 °C pendant 1 heure en présence de silicagel anhydre, puis refroidir en dessiccateur durant 10 minutes et peser :
soit M₂ la masse en gramme de l'échantillon étuvé à 70 °C.

2.3.3 Porter l'étuve à 110 °C et y placer l'échantillon durant 1 heure, refroidir pendant 1 minute en dessiccateur et peser :
soit M₃ la masse en gramme de l'échantillon étuvé à 110 °C.

2.4.EXPRESSION DES RESULTATS

2.4.1 Masse d'eau contenue dans l'échantillon # M₁ - M₂

d'où le pourcentage d'eau # $\frac{M_1 - M_2}{M_1} \cdot 100$

2.4.2 Masse de VPI 260 # M₂ - M₃

d'où % VPI 260 # $\frac{M_2 - M_3}{M_2} \cdot 100$ ou en g/m² = (M₂ - M₃) . 100

2.5.REMARQUES

2.5.1 L'étuvage à 70 °C durant une heure donne des résultats voisins de ceux obtenus par dosage direct de l'eau à l'aide des réactifs REAQUANT de BACKER (erreur relative ~ 5 %).

2.5.2 L'étuvage à 110 °C durant une heure, donne de la même façon des résultats comparables à ceux obtenus par chromatographie en phase gazeuse (procédé B).

2.5.3 Pour plus de précision, il est possible d'opérer directement par analyse thermogravimétrique (voir courbes en annexes 3 et 4).

3.PROCEDE B

3.1.PRINCIPE

Le VPI 260 est dissous dans du méthanol, puis il est dosé en chromatographie en phase gazeuse.

3.2.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.2.1.ALCOOL METHYLIQUE,

qualité pour analyse.

3.2.2.DECANOL,

qualité pour analyse.

3.2.3.NITRITE DE DICYCLOHEXYLAMINE

pour chromatographie (ou VPI 260 de SHELL).

3.2.4.CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE

muni d'une programmation de température.

3.2.5.COLONNE EN ACIER INOXYDABLE

de 50 cm de longueur, diamètre intérieur 2,10 mm, diamètre extérieur 3,18 mm, phase 5 % OV 101 sur Chromosorb G-HP 100-120 mesh.

3.2.6.GAZ VECTEUR :

hélium, débit 60 ml/min.

3.2.7.DETECTEUR A IONISATION DE FLAMME AIR - HYDROGENE

3.2.8.ENREGISTREUR

3.2.9.INTEGRATEUR NUMERIQUE

suivi éventuellement d'un calculateur.

3.2.10.SERINGUE

de 1 µl.

3.2.11.MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

3.3.MODE OPERATOIRE

3.3.1.ETALON

Dans un erlenmeyer de 100 ml, peser avec précision environ 200 mg de nitrite de dicyclohexylamine et 200 µl de n-décanol (standard interne). Ajouter 10 ml de méthanol. Agiter à froid jusqu'à parfaite dissolution.

Soient : m_D la masse de décanol dans l'étalon
 m_V la masse de nitrite de dicyclohexylamine dans l'étalon.

3.3.2.ECHANTILLON

Découper un carré de papier imprégné de 10 cm de côté, le diviser en morceaux suffisamment petits afin de les introduire dans un erlenmeyer de 100 ml.

Ajouter 200 µl de décanol qu'il faut peser avec précision et 10 ml de méthanol.

Agiter énergiquement pendant quelques minutes puis filtrer.

Soient m'_D la masse de décanol dans l'échantillon (et m' la masse de papier au dm^2).