

**POLYSTYRENES EXPANSES
DOSAGE DU PENTANE NORMAL
(CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE)**

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination du taux de n-pentane dans les polystyrènes expansés utilisés pour la réalisation de modèles pour fonderie.

Elle est également applicable aux billes préexpansées et non expansées.

Nota : Les modèles en polystyrène expansé destinés au chantier LOST FOAM sont réalisés à partir de matériaux préexpansés (prémoussés) ou non expansés contenant un agent d'expansion tel que le pentane normal.

2.PRINCIPE

L'échantillon est solubilisé dans un solvant approprié. Le dosage s'effectue par chromatographie en phase gazeuse suivant la méthode de l'étalonnage interne.

3.APPAREILLAGE

3.1.CHROMATOGRAPHE

en phase gazeuse muni d'un détecteur à ionisation de flamme air-hydrogène.

3.2.COLONNE EN ACIER INOXYDABLE

- Diamètre intérieur : 2,10 mm.
- Longueur : 6 m.
- Phase stationnaire TCEP [20 % de 1, 2, 3, tris (2-cyanoéthoxy) propane sur Fire Brick 50/60 mesh].

3.3.PRECOLONNE

de longueur 100 mm et de même caractéristique que la colonne (3.2).

3.4.ENREGISTREUR POTENTIOMETRIQUE

3.5.INTEGRATEUR DE SURFACE

(facultatif).

3.6.BALANCE DE PRECISION

au dixième de milligramme.

3.7.TROIS FIOLES ERLLENMEYER

de 50 ml à bouchon rodé.

3.8.SERINGUE

de 1 µl.

3.9.BECHER

de 100 ml.

4.REACTIFS

Les produits utilisés sont tous de qualité pour analyses.

4.1 m-xylène (> 99 %).

4.2 n-undécane (ou n-décane, ou n-nonane selon l'état de vieillissement de la colonne).

4.3 n-pentane.

5.MODE OPERATOIRE

Compte tenu de la volatilité du n-pentane, il est recommandé de conditionner produits et verrerie à une température ne dépassant pas 10 °C.

Nota : Les masses de l'échantillon à analyser sont représentées par des majuscules (M), celles de la solution synthétique par des minuscules (m).

- Dans un erlenmeyer (3.7), introduire environ 10 ml de m-xylène (4.1) (les impuretés inévitables, c'est-à-dire éthylbenzène et toluène n'interfèrent pas dans nos conditions chromatographiques), puis 0,9 à 1 g de polystyrène pesé exactement.
- Pour favoriser la dissolution, briser l'échantillon en cubes d'environ 5 mm de côté (entre 15 et 30 morceaux suivant la densité de l'échantillon).
- Peser l'échantillon fractionné dans le bécher (3.9), soit M_1 sa masse.
- Introduire 4 à 5 morceaux dans le solvant de dissolution, boucher et agiter jusqu'à dissolution totale.
- Recommencer l'opération jusqu'à dissolution de l'échantillon de polystyrène.
- Peser le bécher (3.9) vide ayant contenu l'échantillon, soit M_2 sa masse.
- Peser l'erlenmeyer contenant la solution de polystyrène, soit M_3 sa masse, introduire le standard interne, soit environ 0,040 à 0,045 g de n-undécane (4.2), boucher et déterminer à nouveau la masse, M_4 , de l'ensemble.

5.1.PREPARATION DE LA SOLUTION SYNTHETIQUE

- Dans un erlenmeyer (3.7), introduire environ 10 ml de m-xylène (4.1), soit m_5 la masse de l'ensemble (avec le bouchon).
- Ajouter 0,040 à 0,045 g de n-undécane (4.2), soit m_6 la masse de l'ensemble bouché.
- Ajouter 0,020 à 0,025 g de n-pentane (4.3), soit m_7 la masse totale de l'ensemble bouché.

5.2.CONDITIONS CHROMATOGRAPHIQUES

- Température injecteur : 195 °C.
- Température détecteur : 195 °C.
- Température colonne et précolonne : 125 °C.
- Sensibilité détecteur : 1.10^2 .
- Gaz vecteur : N_2 ; débit : 20 ml/min.
- Quantité injectée : 0,2 μ l.

5.3.PROCEDURE D'INJECTION

- Injecter 0,2 μ l, extraire la seringue (3.8) puis retirer rapidement le piston de quelques millimètres et nettoyer celle-ci avec du m-xylène (4.1).
- Sécher la seringue (sous vide ou simplement en aspirant de l'air à plusieurs reprises) et procéder à une nouvelle injection.
- La précolonne doit être remplacée après une trentaine d'injections de solution de polystyrène.

6.EXPRESSION DES RESULTATS

6.1.SOLUTION ECHANTILLON

Soit $M_S = M_1 - M_2$, la masse de polystyrène dissoute.