

COLLES - DOSAGE DES SOLVANTS AROMATIQUES

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Ce document est en conformité technique avec la méthode d'essai RENAULT n° 1488.

Il ne doit pas être modifié sans une consultation préalable de RENAULT.

Il est conforme à l'accord intervenu entre les Services Normalisation de PEUGEOT S.A. et RENAULT en MAI 1983.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description du mode opératoire permettant de déterminer quantitativement la teneur des constituants aromatiques, principalement benzène et toluène, qui entrent dans la composition des mélanges solvants des colles.

2.PRINCIPE

Analyse directe des solvants de la colle diluée par chromatographie en phase gazeuse et détermination quantitative par la méthode de l'étalon interne.

L'injection directe dans le chromatographe n'est possible que s'il existe avant la colonne analytique un dispositif de précolonne capable de retenir la base et les charges de la colle.

3.APPAREILLAGE

3.1.BALANCE DE PRECISION

3.2.FIOLES CONIQUES

de 5 ml et 100 ml à bouchon rodé.

3.3.PIPETTES COMPTE-GOUTTES

3.4.CHROMATOGRAPHE A DETECTION PAR IONISATION DE FLAMME D'HYDROGENE

3.5.INTEGRATEUR NUMERIQUE

3.6.ENREGISTREUR

3.7.IMPRIMANTE

4.REACTIFS

Ils sont tous de très haute pureté :

- Référence : Benzène et Toluène.

- Solvant de dilution : Son temps de rétention doit être très différent de celui du benzène et du toluène. Il doit être, évidemment, très bon solvant de la colle à examiner. (Exemple : méthyléthylcétone, méthylisobutylcétone, etc.).
- Etalon interne : Sa structure chimique doit être aussi proche que possible de celle des constituants à doser. Son temps de rétention doit être voisin de celui du benzène et du toluène. Il ne doit pas entrer dans la composition du mélange solvants à doser, même à l'état de traces. Sa teneur est voisine de celles des constituants à doser. (Exemple : tertibutylbenzène).

5.MODE OPERATOIRE

5.1.ETALONNAGE

Il consiste à déterminer les temps de rétention et les coefficients de proportionnalité relatifs aux constituants à doser par rapport à l'étalon interne dans les conditions opératoires de cette méthode.

Détermination des coefficients de proportionnalité :

$$C = \frac{\text{Poids du constituant à doser} \cdot \text{surface du pic correspondant à l'étalon interne}}{\text{Poids de l'étalon interne} \cdot \text{surface du pic correspondant au constituant à doser}}$$

Les coefficients sont recalculés périodiquement ; ils peuvent évoluer en fonction du garnissage de la précolonne et du vieillissement de la colonne.

5.2.CONDITIONS OPERATOIRES

- Chromatographe en phase gazeuse, quel que soit le type d'appareil :
 - Détecteur à ionisation de flamme d'hydrogène.
 - Débit d'hydrogène : 20 à 25 ml/min.
 - Débit d'air : 300 à 400 ml/min.
 - Température du détecteur : 260 °C.
 - Température de l'injecteur : 260 °C.
- Précolonne : longueur environ 100 mm (minimum 50 mm).
 - Tube acier inoxydable.
 - Diamètre 1/8 pouce.
 - Remplissage microbilles de verre (diamètre moyen 100 à 300 µm) bloquées dans le tube au moyen de tampons de laine métallique ou de verre placés aux deux extrémités.
 - Température : au minimum 250 °C.

Nota : La précolonne est renouvelée après une trentaine d'injections.
- Colonne : tube acier inoxydable
 - Diamètre 1/8 pouce)
 - Longueur)
 - Support) au choix, suivant la nature des mélanges solvants des colles à examiner.
 - Phase)
 - Taux d'imprégnation)
 - Température)
 - exemple 1 : 1,80 m, Chromosorb G, polypropylèneglycol, LB 550, 5 %,
 - exemple 2 : 2,50 m, Chromosorb R 60-80 mesh, Carbowax 20 M, 10 %, 150 °C isotherme,
 - exemple 3 : 6,10 m, Chromosorb W + 5 % Bentone 34, Phtalate de didécyle, 5 %, température programmée à 4 °C/min de 50 °C à 145 °C.
- Gaz vecteur : Azote R
 - Débit : 25 à 60 ml/min (suivant l'appareillage et le type de colonne utilisée).
- Prise d'essai : 1 µl de la colle diluée.

Nota : L'injection doit être rapide pour éviter la prise en masse de la colle dans l'aiguille, la seringue est abondamment rincée dès l'injection effectuée à l'aide d'un solvant de la colle, puis séchée.