

**PEINTURES ELECTROPHORESES
DOSAGE DES SOLVANTS
(PAR CHROMATOGRAPHIE GAZEUSE)**

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de déterminer la teneur des différents solvants contenus dans les peintures électrophorèses.

2.PRINCIPE

Les solvants sont identifiés par chromatographie en phase gazeuse et dosés, quantitativement, par la méthode de l'étalon interne.

3.APPAREILLAGE

3.1.CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE

muni d'un détecteur à ionisation de flamme.

3.2.ENREGISTREUR INTEGRATION (FACULTATIF)

3.3.SERINGUE

de 1 µl.

3.4.AGITATEUR MAGNETIQUE

3.5.BALANCE DE PRECISION

au 1/10 mg.

3.6.ERLENMEYER RODE

de 10 ml.

3.7.COLONNE ET PRECOLONNE

en Carbowax 20 M.

4.PRODUITS

Les différents produits utilisés comme solvant de référence seront de qualité pour analyse.

4.1.ALCOOL ISOBUTYLIQUE

(Etalon interne).

4.2.METHYLISOBUTYLCETONE

4.3.XYLENES

(ortho, méta, para).

4.4.ETHER MONOETHYLIQUE DE L'ETHYLENE GLYCOL (ETHYLGLYCOL)**4.5.ETHER MONOBUTYLIQUE DE L'ETHYLENE GLYCOL (BUTYLGLYCOL)****4.6.ETHER MONOHEXYLIQUE DE L'ETHYLENE GLYCOL (HEXYLGLYCOL)****4.7.ACETATE D'ETHYLGLYCOL****4.8. 2-ETHYLHEXANOL****5.MODE OPERATOIRE****5.1.PREPARATION DE LA SOLUTION SYNTHETIQUE**

- Peser avec précision une quantité des différents solvants équivalente à la teneur présumée dans les peintures.
- Ajouter une masse précise d'étalon interne (isobutanol) dont la valeur sera la moyenne de celle des solvants.

5.2.PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR L'ANALYSE

- Peser avec précision, dans un erlenmeyer de 10 ml (3.6), environ 2 grammes de peinture préalablement soumise à l'agitation pour permettre une bonne homogénéisation.
- Ajouter un volume d'étalon dont le poids sera sensiblement la moyenne des poids de solvants à doser.

5.3.ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

(voir chromatogramme en annexe)

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse s'effectue dans les conditions suivantes :

5.3.1 Colonne constituée de tubes inox de diamètre extérieur 1/8", et de diamètre intérieur 2 mm, de longueur 4 m.

5.3.2 Précolonne de 5 à 10 cm contenant la même phase que la colonne.

5.3.3 Garnissage de la colonne : 10 % carbowax 20 M sur Chromosorb W-AW 80/100 mesh.

5.3.4 Gaz vecteur : Azote U à débit de 25 ml/min.

5.3.5 Températures (données à titre indicatif).

Pour le four, la température est programmée de la façon suivante : isotherme à 100 °C durant 10 minutes, puis montée en température de 5 °C/min jusqu'à 150 °C.

La température du bloc d'injection est fixée à 170 °C.

5.3.6 Détecteur : ionisation de flamme.

Remarques :

- L'emploi d'une précolonne est nécessaire afin de ne pas polluer la colonne par injection de la peinture brute dans le chromatographe.
- Pour éviter un encrassement gênant, la précolonne sera périodiquement renouvelée (toutes les 3 à 5 injections).
- La quantité injectée sera la plus faible possible : environ 0,1 µl.
- L'injection doit être rapide pour éviter la polymérisation de la résine dans l'aiguille de la seringue. Celle-ci sera lavée immédiatement à l'aide du mélange synthétique.
- Le tube de conduite de la seringue dans le bloc d'injection sera nettoyé fréquemment pour éliminer le dépôt possible de pigments lors de l'injection de la peinture.