

**PEINTURES
ANALYSE QUALITATIVE DES RESINES ET DES CHARGES
BLANCHES (SPECTROGRAPHIE INFRAROUGE)**

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse qualitative des résines et des charges blanches des peintures, exceptées les peintures solvantées avec de l'eau (primaires recouvrables...).

2.PRINCIPE

La résine est séparée des charges par centrifugation. Les deux phases résine et charges sont ensuite analysées par spectrographie infrarouge.

3.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.1.CENTRIFUGEUSE

Vitesse de rotation maximale 5000 tr/min et 20 000 tr/min pour les résines contenant du noir de carbone.

3.2.SPECTROGRAPHE INFRAROUGE

3.3.PRESSE A PASTILLER

3.4.LAME EN BROMURE DE POTASSIUM

(KBr).

3.5.PLAQUE CHAUFFANTE

3.6.ETUVE (105 °C)

3.7.TUBES A CENTRIFUGER

de 50 ml pour 5000 tr/min et de 25 ml pour 20 000 tr/min.

3.8.MORTIER EN AGATE

3.9.TETRAHYDROFURANNE

(qualité pour analyse).

3.10.BROMURE DE POTASSIUM

(qualité pour spectrographie).

3.11.VERRERIE COURANTE DE LABORATOIRE

4.MODE OPERATOIRE

4.1.SEPARATION RESINE-CHARGES

Deux modes opératoires sont à envisager selon que la peinture contient ou non du noir de carbone.

4.1.1.PEINTURE CONTENANT DU NOIR DE CARBONE

- Peser environ 2 g de peinture dans le tube à centrifuger de 25 ml ; diluer avec environ 20 ml de tétrahydrofurane et équilibrer la centrifugeuse selon les consignes du fournisseur.
- Mettre à centrifuger pendant 1 heure à 20 000 tours/minute. A l'aide d'une pipette, prélever 15 ml en surface et les introduire dans un erlenmeyer. Diluer de nouveau le reste et centrifuger pendant 1 heure.
- Recueillir les charges et sécher à l'étuve à 105 °C pendant 1 heure.
- Poursuivre selon le § 4.2.

4.1.2.PEINTURE NE CONTENANT PAS DE NOIR DE CARBONE

- Peser environ 5 g de peinture dans le tube à centrifuger de 50 ml ; diluer avec environ 40 ml de tétrahydrofurane. Equilibrer la centrifugeuse selon les consignes du fournisseur.
- Mettre à centrifuger pendant 1 heure à 5 000 tours/minute. A l'aide d'une pipette, prélever 30 ml en surface et les introduire dans un erlenmeyer. Diluer de nouveau le reste et centrifuger pendant 1 heure.
- Recueillir les charges et sécher à l'étuve à 105 °C pendant 1 heure.
- Poursuivre selon le § 4.2.

4.2.ANALYSE DE LA RESINE PAR SPECTROGRAPHIE INFRAROUGE

- Déposer un peu de résine diluée provenant de l'erlenmeyer (§ 4.1.1 ou 4.1.2) sur une lame en KBr.
- Laisser sécher 5 minutes à la température ambiante.
- Mettre la lame en KBr sur la **plaque chauffante froide**.
- Régler le thermostat pour obtenir une température maximale de 105 °C. Laisser la lame environ 5 minutes afin de permettre l'évaporation des solvants lourds.
- Couper le chauffage et laisser la lame refroidir doucement sur la plaque.
- Quand la lame est tiède, la placer sur le porte-lame et faire un spectre infrarouge de 4000 à 600 cm⁻¹ en 15 minutes.

Nota : *Quelques raies caractéristiques sont rassemblées en annexe.*

4.3.ANALYSE DES CHARGES BLANCHES PAR SPECTROGRAPHIE INFRAROUGE

- Homogénéiser les charges en les écrasant dans un mortier en agate.
- Peser environ 2 mg de charges pour 200 mg de KBr anhydre pilé finement dans un mortier.
- Pastiller avec la presse à environ 300 kg/cm² pendant 1/4 heure.
- Faire un spectre infrarouge de 4000 à 600 cm⁻¹.
- Vérifier l'absence totale, ou presque totale, de liaison C-H entre 3000 et 2800 cm⁻¹ ; sinon, rincer les charges une nouvelle fois comme indiqué au paragraphe 4.1.1 ou 4.1.2.

Nota : *Quelques raies caractéristiques sont rassemblées en annexe.*

5.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats qualitatifs obtenus, le procès-verbal doit indiquer :

- la référence à la présente méthode,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.