

RESINES DE PEINTURES DE FINITION, APPRETS ET VERNIS - SUIVI DE LA MELAMINE PAR RAPPORT AUX AUTRES COMPOSANTS DE LA RESINE (SPECTRO. I.R.)

Page 1/12

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant de déterminer si la proportion de mélamine reste constante par rapport à un autre composant des résines de peintures de finition, apprêts et vernis.

2.PRINCIPE

L'analyse est réalisée par spectrographie infrarouge.

On détermine le rapport R suivant :

$$R = \frac{\text{DO mélamine}}{\text{DO composant de référence de la résine}}$$

DO = densité optique.

3.APPAREILLAGE ET REACTIFS

3.1.SPECTROGRAPHE INFRAROUGE

à transformée de Fourier.

3.2.LAMES EN POTASSIUM BROMURE

(KBr).

3.3.FILTRE DYNAGARD

(0,45 µm) de MERCK, référence 239107.

3.4.FILTRE DYNAGARD

(0,2 µm) de MERCK, référence 239003.

3.5.SERINGUE EN VERRE

de 10 ml.

3.6.ETUVE VENTILEE

pouvant atteindre 250 °C ± 5 °C.

3.7.PLAQUE EN POLYTETRAFLUORETHYLENE

d'environ 1 mm d'épaisseur.

3.8.ACETONE

(C₃H₆O), qualité pour analyses.

3.9.CHLOROFORME

(CHCl₃), qualité pour analyses.

4.MODE OPERATOIRE

4.1.PREPARATION DE L'ECHANTILLON

- Mélanger environ 1 à 3 grammes selon la valeur de l'extrait sec du produit à analyser avec 10 millilitres d'acétone (3.8).
- Placer le filtre (3.3) sur la seringue (3.5).
- Verser environ 1 millilitre de la solution précédente dans la seringue (3.5).
- Filtrer.
- Recueillir les 5 ou 6 premières gouttes sur une lame (3.2).
- Laisser évaporer à température ambiante pendant environ 10 minutes.
- Poser la lame (3.2) sur la plaque (3.7) et mettre l'ensemble à l'étuve (3.6) pendant 20 minutes à $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- Laisser refroidir la lame (3.2).

Nota :

- Le film obtenu sur la lame (3.2) doit être d'aspect uniforme et ne pas présenter de trous, sinon recommencer l'opération.

- Si le film contient des charges, en particulier dans le cas des couleurs blanches, faire la filtration avec le filtre (3.4).

4.2.MESURES

- Faire le spectre infrarouge entre 4000 et 600 cm^{-1} à l'aide du spectromètre (3.1).
- Pour chaque échantillon à analyser, il faut réaliser trois préparations.

Nota : Après chaque analyse faire tremper les lames (3.2) dans du chloroforme (3.9) pendant environ 5 minutes puis éliminer le film en frottant.

5.EXPRESSION DES RESULTATS

Les densités optiques calculées doivent être comprises entre 0,12 et 0,50 ; sinon, il faut modifier la dilution de la peinture dans l'acétone (3.8).

5.1.CAS DES RESINES DE PEINTURES DE FINITION ET DES APPRETS

5.1.1 A base d'isophtalate (pic fin à 731 cm⁻¹)

Voir exemples en annexes 1 et 2.

Les densités optiques DO sont données par les relations suivantes :

$$DO \text{ mélamine} = \log \frac{I_0 \text{ vers } 790 - 810 \text{ cm}^{-1}}{I \text{ à } 816 \text{ cm}^{-1}}$$

$$DO \text{ isophtalate} = \log \frac{I_0 \text{ vers } 790 - 810 \text{ cm}^{-1}}{I \text{ à } 731 \text{ cm}^{-1}}$$

dans lesquelles I et I₀ sont les transmissions infrarouges aux longueurs d'ondes indiquées.

Le rapport R est calculé selon la relation suivante :

$$R = \frac{DO \text{ mélamine}}{DO \text{ isophtalate}}$$

5.1.2 A base d'orthophtalate (pic à 744 cm⁻¹)

Voir exemple en annexe 3.

Les densités optiques DO sont données par les relations suivantes :

$$DO \text{ mélamine} = \log \frac{I_0 \text{ vers } 830 - 840 \text{ cm}^{-1}}{I \text{ à } 816 \text{ cm}^{-1}}$$

$$DO \text{ orthophtalate} = \log \frac{I_0 \text{ vers } 800 - 810 \text{ cm}^{-1}}{I \text{ à } 744 \text{ cm}^{-1}}$$

Le rapport R est calculé selon la relation suivante :

$$R = \frac{DO \text{ mélamine}}{DO \text{ orthophtalate}}$$

5.1.3 A base de polyester non phtalique

Voir exemple en annexe 4.

Dans ce cas, il y a absence de pic caractéristique. Pour chaque produit un pic de référence est pris dans la zone 600-900 cm^{-1} . Le pic de référence doit être choisi en concertation avec le fournisseur.

Les densités optiques DO sont données par les relations suivantes :

$$\text{DO mélamine} = \log \frac{I_0 \text{ vers } 830 - 840 \text{ cm}^{-1}}{I \text{ à } 816 \text{ cm}^{-1}}$$

$$\text{DO référence} = \log \frac{I_0 \text{ vers } 800 - 810 \text{ cm}^{-1}}{I \text{ à } 703 \text{ cm}^{-1}}$$

Le rapport R est calculé selon la relation suivante :

$$R = \frac{\text{DO mélamine}}{\text{DO référence}}$$

5.1.4 Cas où la mélamine est remplacée par de la benzoguanamine (pics à 830-785 et 708 cm^{-1})

Voir exemple en annexe 5.

Les densités optiques DO sont données par les relations suivantes :

$$\text{DO benzoguanamine} = \log \frac{I_0 \text{ vers } 800 - 810 \text{ cm}^{-1}}{I \text{ à } 785 \text{ cm}^{-1}}$$

$$\text{DO isophtalate} = \log \frac{I_0 \text{ vers } 800 - 810 \text{ cm}^{-1}}{I \text{ à } 731 \text{ cm}^{-1}}$$

Le rapport R est calculé selon la relation suivante :

$$R = \frac{\text{DO benzoguanamine}}{\text{DO isophtalate}}$$