

RESINES DE PEINTURES PRIMAIRES RECOUVRABLES REPARTITION DES MASSES MOLECULAIRES (CHROMATOGRAPHIE DE PERMEATION SUR GEL)

Page 1/8

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination par chromatographie de perméation sur gel (GPC), de la répartition des masses moléculaires des résines utilisées dans les peintures primaires recouvrables.

2.PRINCIPE

La méthode est basée sur la relation existant entre les masses moléculaires des résines et leur volume de rétention obtenu en chromatographie de perméation sur gel.

La courbe d'étalonnage est faite à partir des résines de polystyrène de masse moléculaire connue.

Les masses moléculaires de l'échantillon étudié sont calculées par rapport à cette courbe.

3.APPAREILLAGE

Chromatographe en phase liquide.

Détecteur : réfractomètre.

Colonnes μ styragel 10^5 , 10^4 , 500, 100, $100 \text{ \AA}$ - longueur 30 cm chacune.

Enregistreur.

Centrifugeuse.

Seringue munie du système de filtration millipore (Filtre FHLP 013).

4. PRODUITS

- Tétrahydrofuranne (THF) (Par exemple SDS réf. 70 02 20).
- Sulfate de sodium anhydre.
- Echantillons standards de polystyrène de masse moléculaire en poids :
MW : $1,44 \cdot 10^6$ - $3,9 \cdot 10^5$ - 100 000 - 30 000 - 8 900 - 3 600 - 500.
- Toluène pour analyse (servant de masse moléculaire connue).

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DES SOLUTIONS ETALONS

- Dissoudre les échantillons standards de polystyrène dans le tétrahydrofurane aux concentrations suivantes variables selon la masse moléculaire :

Masse	Concentrations
1,44.10 ⁶	0,05 %
390 000	0,05 %
100 000	0,1 %
30 000	0,5 %
8 900	0,5 %
3 600	0,5 %
500	0,5 %

- Ajouter le toluène 0,25 %.
- Faire 20 ml de ce mélange.

5.2.PREPARATION DES SOLUTIONS A ETUDIER

- Peser environ 2 g de bain dans une fiole erlenmeyer.
- Ajouter du THF pour obtenir une concentration d'environ 0,5 % en résine en se basant sur l'extrait sec et le rapport pigment/liant.
- Ajouter du sulfate de soude anhydre.
- Centrifuger cette solution à 30 000 tr/min pendant 1 heure.
- Contrôler la concentration de la solution : celle-ci doit avoir un extrait sec de 0,5 % sinon ajuster à 0,5 %.
- Filtrer la solution avec la seringue munie du filtre Millipore FHLP 013.

5.3.PREPARATION DU SOLVANT ELUANT

- Filtrer le solvant sur filtre Millipore FH 0,5 µm.
- Dégazer aux ultrasons avec barbotage d'hélium pendant 1 heure 30 minutes.

5.4.CONDITIONS CHROMATOGRAPHIQUES

- Débit solvant éluant 1 ml/min.
- Sensibilité détecteur 8X.
- Quantité injectée : 500 µl à 0,5 %.
- Les colonnes sont thermostatées à 30 °C.
- Maintenir le barbotage d'hélium pendant les analyses.

5.5. ETALONNAGE DU SYSTEME CHROMATOGRAPHIQUE AVEC LA SOLUTION ETALON (§ 5.1)

- Injecter la solution étalon dans les conditions du § 5.4. A chaque polystyrène de masse moléculaire connue correspond une valeur du volume de rétention.
- Tracer la courbe $\log M = f(V_R)$ V_R = volume de rétention
Voir courbes jointes pour étalonnage du : polystyrène (Annexe 1)
 $\log M = f(V_R)$ (Annexe 2).

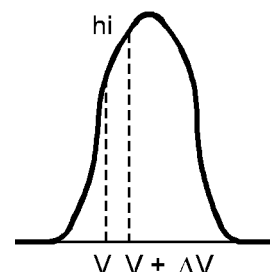
5.6. INJECTION DE LA SOLUTION A ETUDIER

Conditions du § 5.4 et voir annexe 3.

6. CALCULS

Le calcul est effectué à partir du chromatogramme (schéma ci-contre).

- Décomposer le chromatogramme en tranches égales de largeur correspondant à ΔV (ΔV : 1 ml si le calcul est manuel ou 0,33 ml si le calcul est fait par intégrateur).
- Mesurer la hauteur d'une tranche, soit h_i , pour chaque V_i .
- Calculer M_i correspondant à V_i sur la courbe d'étalonnage (voir § 5.5)



En déduire :

$$M_n = \frac{\sum h_i}{\sum \frac{h_i}{M_i}} \text{ Masse moléculaire en nombre}$$

$$M_w = \frac{\sum h_i M_i}{\sum h_i} \text{ Masse moléculaire en poids}$$

$$\frac{M_w}{M_n} = \text{indice de polydispersité}$$

7. EXPRESSION DES RESULTATS

Les masses moléculaires en nombre et en poids sont données par rapport à une courbe faite avec des échantillons standards de polystyrène.