

**PEINTURES INTERMEDIAIRES ET DE FINITION, VERNIS
DOSAGE DES SOLVANTS DE RINCAGE ET DE NETTOYAGE
(CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE)**

Page 1/11

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse qualitative et quantitative des solvants de rinçage et de nettoyage utilisés pour les peintures intermédiaires, les peintures de finition et les vernis.

2. PRINCIPE

Les solvants sont séparés et identifiés par chromatographie en phase gazeuse.

3. APPAREILLAGE

3.1. CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE

Muni d'un détecteur à ionisation de flamme.

3.2. INTEGRATEUR

3.3. COLONNE

- DB5, longueur 30 m, diamètre 0,25 mm et épaisseur de film 0,25 µm, de J & W Scientific référence 122-5532.
- DB1 (éventuellement), longueur 30 m, diamètre 0,32 mm et épaisseur de film de 0,3 µm, ou bien une colonne similaire.

3.4. BALANCE

Précise au dixième de milligramme.

3.5. ERLLENMEYER RODE

De 50 millilitres.

4. REACTIFS

Tous les réactifs (4.1.) à (4.7.) utilisés doivent être de qualité pour analyses.

4.1. ACETATE DE BUTYLE

4.2. ACETONE

4.3. ACETATE D'ISOBUTYLE (ETALON INTERNE)

4.4. ACETATE D'ETHYLGLYCOL

4.5. XYLENE (ORTHO, META, PARA)

4.6. METHYLETHYLCETONE

4.7. METHYLISOBUTYLCETONE**4.8. SOLVESSO 100**

Prélevé en "broierie" dans les usines de fabrication.

4.9. SOLVESSO 150

Prélevé en "broierie" dans les usines de fabrication.

5. PREPARATION DES SOLUTIONS

5.1. ETALONS

- Peser avec précision, à l'aide de la balance (3.4.), une quantité des différents solvants, équivalente à la teneur présumée dans les mélanges de solvants de rinçage et de nettoyage.
- Ajouter une masse précise d'acétate d'isobutyle (4.3.) dont la valeur doit être la moyenne de celle des solvants.

5.2. A ANALYSER

- Peser avec précision, à l'aide de la balance (3.4.), 10 ml de produit à analyser, dans un erlenmeyer (3.5.).
- Ajouter un volume d'acétate d'isobutyle (4.3.) dont la masse doit être la moyenne des masses des solvants à doser.

6. MODE OPERATOIRE

L'analyse s'effectue à l'aide du chromatographe en phase gazeuse (3.1.) dans les conditions suivantes :

- Températures
 - Injecteur : 200°C.
 - Détecteur : 200°C.
 - Colonne : 35°C pendant 5 minutes, puis montée jusqu'à 200°C avec une rampe de 5°C/min, puis palier à 200°C pendant 5 minutes.
- Pression du gaz vecteur (hélium ou azote) : 100 kPa.
- Injection Split : fuite = 1/100.
- Quantité injectée : 0,1 µl.
- Chaque échantillon est injecté trois fois.

Nota . Ces conditions ne sont valables que pour la colonne DB5 (3.3.).

Les chromatogrammes des solvants de rinçage et de nettoyage sont en annexes 1 à 6.

7. EXPRESSION DES RESULTATS

Le couplage du chromatographe à un intégrateur muni d'un programme de calcul, selon la méthode de l'étalonnage interne, permet d'obtenir directement la composition réelle en pourcentage (%) de l'échantillon à analyser.

En l'absence de calculateur, les résultats sont calculés selon le processus décrit ci-après.

7.1. DETERMINATION DU FACTEUR DE REPONSE

Le facteur de réponse, F, d'un solvant, est obtenu à l'aide de la formule suivante :

$$F = (M_1 \times S_2) / (M_2 \times S_1)$$

dans laquelle :

M_1 = masse du solvant, exprimée en grammes (g),

M_2 = masse de l'étalon interne, exprimée en grammes (g),

S_1 = surface du pic du solvant, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$),

S_2 = surface du pic de l'étalon interne, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$).

Le facteur de réponse F moyen est obtenu en faisant la moyenne arithmétique des trois essais.

7.2. DETERMINATION DE LA TENEUR

La teneur, exprimée en pourcentage masse (%), est obtenue à l'aide de la formule suivante :

$$[(M_2 \times S) / (S_2 \times M)] \times F \times 100$$

dans laquelle :

M_2 = masse de l'étalon interne, exprimée en grammes (g),

M = masse de l'échantillon à analyser, exprimée en grammes (g),

S = surface du pic du solvant à analyser, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$),

S_2 = surface du pic de l'étalon interne, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$).

F = facteur de réponse du solvant à analyser.

La teneur moyenne est obtenue en faisant la moyenne arithmétique des trois essais.

8. PROCES-VERBAL D'ESSAI

Outre les résultats obtenus, le procès-verbal d'essai doit indiquer :

- la référence de la présente méthode,
- la référence du produit examiné et le nom du fournisseur,
- les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.