

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

Page 1/10

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse qualitative et quantitative des solvants de dilution 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.

Le dosage des solvants est effectué par normalisation interne. Un des composants du mélange des solvants sert d'étalon interne.

3.APPAREILLAGE ET REACTIF

3.1.CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE

Muni d'un détecteur à ionisation de flamme.

3.2.INTEGRATEUR

3.3.COLONNE

- DB5MS, longueur 30 m, diamètre 0,25 mm et épaisseur de film 0,25 μ m, de J & W Scientific, référence 122-5532.
- DB1 (éventuellement), longueur 25 m, diamètre 0,32 mm et épaisseur de film de 0,3 μ m, ou bien une colonne similaire.

3.4.PIPETTE ETALON

De 10 millilitres.

3.5.ERLENMEYER RODE

De 50 millilitres.

3.6.SERINGUE

De 1 microlitre.

3.7.ACETONE

4.PREPARATION DES SOLUTIONS

- Prélever 10 ml d'échantillon, à l'aide de la pipette (3.4), et les introduire dans l'erlenmeyer (3.5).
- Ajouter 10 ml d'acétone (3.7) à l'aide de la pipette (3.4).

5.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 140 °C avec une rampe de 5 °C/min, puis palier à 140 °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 DB5MS (3.3).

Les chromatogrammes des solvants de dilution sont en annexes 1 à 4.

6.EXPRESSION DES RESULTATS

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

Nota :

- La méthode de la normalisation interne avec coefficient de réponse permet d'être indépendant du volume injecté et de ne pas utiliser d'étalon interne.

- Tous les pics des chromatogrammes doivent être d'allure gaussienne. S'ils sont saturés, une dilution de l'échantillon doit être faite.

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

6.1.DETERMINATION DU COEFFICIENT DE REPONSE

Un composé normalement présent dans le mélange est pris comme standard de référence.

D'un mélange de composition connue, déduire le coefficient de réponse de chaque produit par rapport au standard de référence dont le coefficient de réponse est de 1.

Le coefficient de réponse, $K'i$, est obtenu à l'aide de la formule suivante :

$$K'i = \frac{K_i}{K_s} = \frac{M_i \times S_s}{(S_i \times M_s)}$$

dans laquelle :

- K_i = coefficient de réponse du composé i dans l'étalon,
- K_s = coefficient de réponse du standard de référence dans l'étalon,
- S_s = surface du standard de référence dans l'étalon, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$),
- S_i = surface du composé i dans l'étalon, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$),
- M_i = pourcentage (%) du composé i dans l'étalon, donné par la formule suivante :

$$\frac{K_i \times S_i}{\sum (K_i \times S_i)} \times 100$$
- M_s = pourcentage (%) du standard de référence dans l'étalon, donné par la formule suivante :

$$\frac{K_s \times S_s}{\sum (K_i \times S_i)} \times 100$$

6.2.DETERMINATION DE LA TENEUR

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

$$M_i = \frac{K'i \times S_i}{S_s + \sum (K'i \times S_i)} \times 100$$

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

$$M_s = \frac{S_s}{S_s + \sum (K'i \times S_i)} \times 100$$

dans lesquelles :

- $K'i$ = coefficient de réponse du composé i , voir paragraphe 6.1,
- S_i = surface du composé i dans l'étalon, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$),
- S_s = surface du standard de référence dans l'étalon, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$).

Nota : Le dosage des impuretés n'est pas possible, seule une évaluation de leur teneur, exprimée en pourcentage (%), est réalisable et obtenue à l'aide de la formule suivante :

$$\left[\frac{(S_t - \sum S_i)}{S_t} \right] 100$$

dans laquelle :

- S_t = surface de tous les pics du chromatogramme, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$),
- S_i = surface du composé i dans l'étalon, exprimée en microvolts par seconde ($\mu V/s$).