

RESINES DE PEINTURES DE FINITION APPRETS ET VERNIS - REPARTITION DES MASSES MOLECULAIRES (CHROMATOGRAPHIE DE PERMEATION SUR GEL)

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la description d'un mode opératoire permettant de déterminer la répartition des masses moléculaires des résines de peintures de finition, apprêts et vernis.

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 de gel (GPC). Des résines de polystyrène de masse connue sont analysées dans les mêmes conditions pour vérifier l'état des colonnes.

3.APPAREILLAGE

3.1.CHROMATOGRAPHE EN PHASE LIQUIDE

3.2.REFRACTOMETRE

3.3.COLONNES

μSTYRAGEL de WATERS-MILLIPORE de longueur 30 cm pour 1.10^4 - 500 - 100 - 100 angstroems.

3.4.ENREGISTREUR

3.5.SERINGUE EN VERRE

de 10 ml.

3.6.FILTRES DYNAGARD

(0,45 μm) de MERCK, référence 239107.

3.7.FILTRES DYNAGARD

(0,2 μm) de MERCK, référence 239003.

3.8.ENSEMBLE DE FILTRATION MILLIPORE

avec filtre FHUP 04700 (0,5 μm).

3.9.FLACONS

de 4 ml.

3.10.CAPSULES EN ALUMINIUM

4.REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyses.

4.1.SOLVANT ELUANT : TETRAHYDROFURANNE

(C₄H₈O) de SDS, référence 700220.

4.2.ETALONS DE POLYSTYRENE (PS)

de masses moléculaires : $1,44.10^6$ - $3,9.10^5$ - 1.10^5 - 3.10^4 - $8,9.10^3$ - $3,6.10^3$ - 5.10^2 .

4.3.HELIUM C EN BOUTEILLE B50

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DES SOLUTIONS ETALONS

Dissoudre les étalons de polystyrène (4.2) dans le tétrahydrofuranne (4.1) aux concentrations suivantes :

Masse moléculaire de l'étalon	Concentration % (m/m)
$1,44.10^6$	0,05
$3,9.10^5$	0,05
1.10^5	0,1
3.10^4	0,5
$8,9.10^3$	0,5
$3,6.10^3$	0,5
5.10^2	0,5

5.2.PREPARATION DES SOLUTIONS A ANALYSER

- Mélanger environ 200 milligrammes de peinture ou de vernis, selon l'extrait sec et le rapport pigment sur liant, avec 4 millilitres de tétrahydrofuranne (4.1), dans une capsule (3.10) pour obtenir une solution à environ 0,8 % (m/m) de résine.
- Placer le filtre (3.6) sur la seringue (3.5).
- Filtrer l'ensemble de la solution dans un flacon (3.9).
- Compléter le flacon à 4 millilitres, si nécessaire, avec du tétrahydrofuranne (4.1).

Nota : Dans le cas des peintures de finition de couleur blanche, filtrer sur filtres (3.7).

5.3.PREPARATION DU SOLVANT ELUANT

Filtrer le solvant éluant (4.1) à l'aide de l'ensemble de filtration (3.8).

5.4.CONDITIONS D'ESSAI

- Solvant éluant (4.1) : débit 1 ml/min.

Nota : Maintenir un barbotage d'hélium (4.3) en permanence dans le flacon contenant le solvant éluant.

- Réfractomètre (3.2) : sensibilité x 8.
- Quantité de résine injectée : 500 µl d'une solution à 0,8 % (m/m) du produit à analyser.
- Colonnes (3.3) thermostatées à $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Nota : Les lignes de bases obtenues doivent être droites et sans ondulation, ceci sur la sensibilité 8 x du réfractomètre. Pour cela, il faut laisser l'appareil se stabiliser en utilisant le solvant dégazé (voir paragraphe 5.3) à un débit de 0,1 ml/min pendant 12 heures.

- Le solvant éluant (4.1) a été retenu pour sa facilité de dégazage.
- L'emploi d'un injecteur automatique est conseillé.