

MÉTHODE D'EXTRACTION DU SOLVANT DES
PEINTURES À BASE DE RÉSINE VINYLIQUE
ET DÉTERMINATION DE LA COMPOSITION DU
SOLVANT PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

MÉTHODE DE RÉFÉRENCE: 1-GP-121-M

CANQ
TR
GE
RC
129

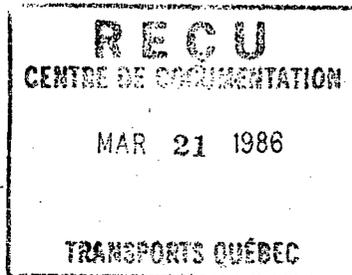
470 875

LABORATOIRE CENTRAL - MINISTÈRE DES TRANSPORTS

MINISTÈRE DES TRANSPORTS
CENTRE DE DOCUMENTATION
~~200, RUE DORCHESTER SUD, 7e~~
~~QUÉBEC, (QUÉBEC)~~
~~G1K 5Z1~~

MÉTHODE D'EXTRACTION DU SOLVANT DES
PEINTURES À BASE DE RÉSINE VINYLIQUE
ET DÉTERMINATION DE LA COMPOSITION DU
SOLVANT PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

MÉTHODE DE RÉFÉRENCE: 1-GP-121-M



Ministère des Transports
Centre de documentation
930, Chemin Ste-Foy
6e étage
Québec (Québec)
G1S 4X9

SAINTE-FOY, le 20 juillet 1984

MAM/fg

CANQ
TR
GE
RC
129 /

TABLE DES MATIÈRES

	PAGE
I- INTRODUCTION	1
II- MATÉRIEL REQUIS	1
III- PROCÉDURE D'EXTRACTION DU SOLVANT	1
IV- ANALYSE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE DES SOLVANTS DES RÉSINES VINyliQUES POUR LA PRÉPARATION DES SURFACES MÉTALLIQUES (Peinture primaire réactive vinylique)	6
A) Mise en marche et calibration du Vista 401	6
B) Préparation du standard STD-1-OH	7
C) État (status) des instruments	8
D) Préparation de la ligne de base	8
E) Calibration à l'aide du mélange standard STD-1-OH	9
F) Analyse du solvant extrait à l'étape III	10
V- CALCUL DU % DES DIFFÉRENTES FRACTIONS D'ALCOOL	11
ANNEXE 1 - Méthode 1-GP-121-M	15
ANNEXE 2 - Chromatogramme du STD-1-OH	18
ANNEXE 3 - Norme 1-GP-121-M April/avril 1977	19
ANNEXE 4 - Méthode 28.5 août 1979	32

I- INTRODUCTION

Le but de la méthode est de vérifier la composition du solvant des peintures vinyliques utilisées pour la préparation des surfaces métalliques. La méthode se divise en deux phases, soit l'extraction du solvant et le dosage de ses constituants par chromatographie en phase gazeuse.

II- MATÉRIEL REQUIS POUR L'ANALYSE

Cette liste de matériel contient ce qui est sujet à épuisement et qui devrait être vérifié et commandé si des analyses considérables sont envisagés.

- 1- Standards - # 11 C (alcools C₁ - C₅)
- 2- Bouteilles à septum 3,5 ml
- 3- Microseringue de 10 µm
- 4- Bonbonne de gaz carbonique
- 5- Colonne Porapak 6' x 125" (0.0.)
Acetone Washed 80/100 (mesh)

III- PROCÉDURE D'EXTRACTION DU SOLVANT

- 1- Agiter l'échantillon (un litre ou un quart de litre) durant environ 2 minutes.
- 2- Peser le ballon d'extraction de 5 ml et le ballon de 10 ml avec leur bouchon, plus un support de soutien (creuset) pour chaque ballon.
- 3- Prélever environ 6 cc de peinture à l'aide d'une seringue sans aiguille.
- 4- Peser précisément environ 3 grammes de peinture dans le ballon de 10 ml. Replacer le bouchon pour éviter les pertes par évaporation.

- 5- Placer les deux ballons sur le montage (voir figures 1-a et b).
- 6- Préparer de la glace carbonique (glace sèche) et placer celle-ci dans un thermos. Verser tranquillement du méthanol sur la glace sèche. Le mélange devrait atteindre une température de -70°C (-90 à -95°F). Si toute la glace sèche s'est dissoute lors du transvidage du méthanol, on devrait en ajouter. Il est important que le ballon soit immergé dans un bain de glace.
- 7- Placer le ballon de 10 ml contenant la peinture dans le bain de glace (figures 1-a et b).
- 8- Attendre 10 minutes environ, le temps que la peinture soit complètement gelée.
- 9- Allumer le réchaud du bain d'huile à l'aide du rhéostat (figure 1-b) et amener la température à 50°C .
- 10- Faire le vide à l'intérieur du système en ouvrant la valve du montage (figure 1-b).
- 11- Fermer la valve de vide et retirer le ballon du bain de glace.
- 12- Soulever, essuyer et réchauffer graduellement ce ballon (avec les mains) jusqu'à ce qu'il soit environ à la température de la pièce.
- 13- Placer le ballon au-dessus du bain d'huile et transférer le bain de glace vers le petit ballon (figure 2).
- 14- Quand la peinture est redevenue liquide, ne pas réouvrir le système vers la pompe à vide, sinon on provoque immédiatement un "bumping" de la peinture dans le montage.
- 15- Descendre le ballon à $1/4''$ dans l'huile (figure 3).

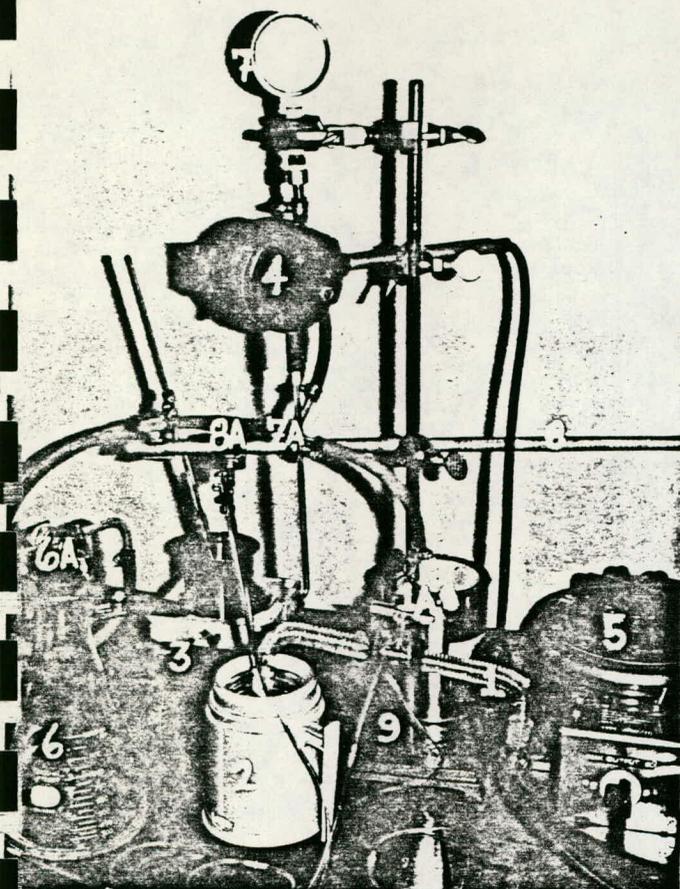


FIGURE 1-a

- 1- Montage d'extraction incliné vers le ballon de 5 ml durant l'extraction.
- 1A- Le système est ouvert quand la valve 1A est en position verticale.
- 2- Bain de glace sèche + méthanol.
- 3- Plaque chauffante + béccher en acier + huile à bain d'huile *
- 4- Moteur rotatif + tige de verre en L pour agitation de l'huile *
- 5- Rhéostat pour le contrôle de la température.
- 6- Trompe à eau connectée au montage d'extraction.
- 6A- Valve de la trompe à eau.
- 7- Manomètre de vide connecté au tube à vide par un T(7A) en verre.
- 8- Tige de support des thermomètres.
- 8A- Pinces à thermomètres (2).
- 9- Statif

* La plaque chauffante peut être remplacée par une plaque chauffante magnétique avec un agitateur magnétique dans le béccher en acier.

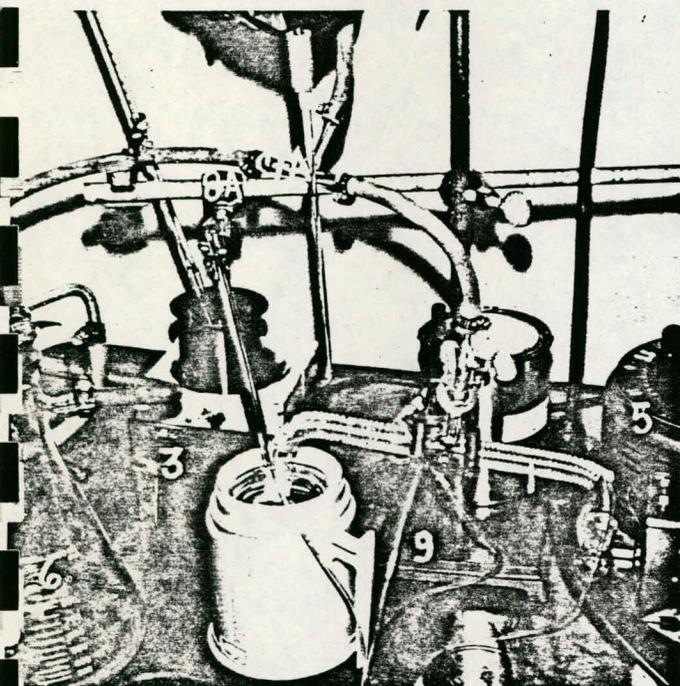
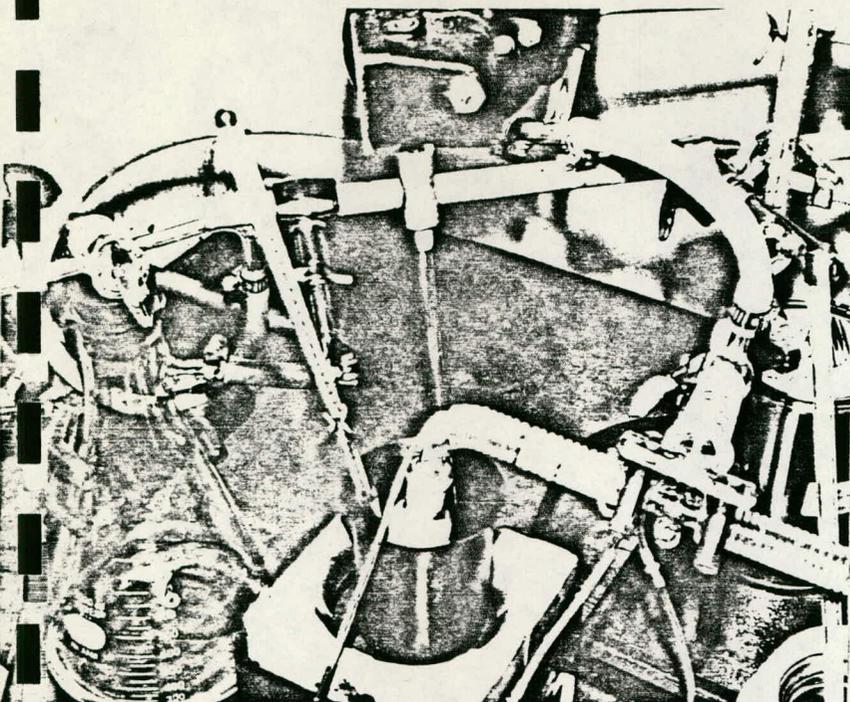


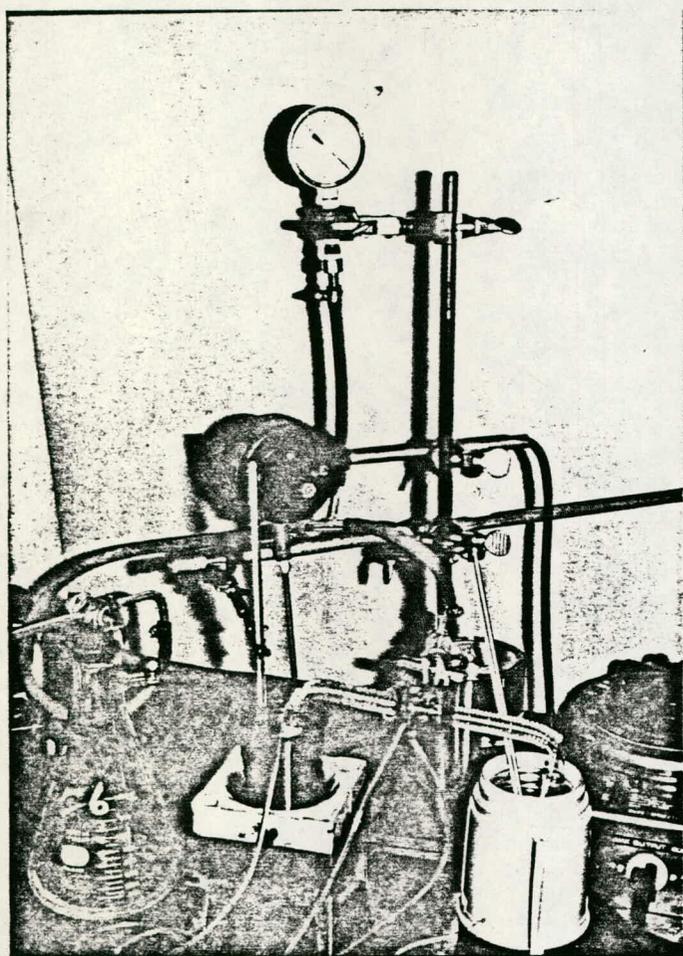
FIGURE 1-b

Valve 1A ouverte lorsque la peinture est gelée (position verticale)



Installation du bain d'huile sous le ballon de 10 ml et transfert du bain de glace vers le ballon de 5 ml

FIGURE 2



Montage en position de distillation avec inclinaison du montage vers le petit ballon (5 ml). L'agitateur est plongé dans l'huile. La valve 1A du système de distillation est fermée

FIGURE 3

16- Augmenter graduellement (1°C/min.) la température et surveiller très attentivement le comportement de la peinture qui a tendance à monter dans le tube à condensation. Si cette élévation est trop importante, on doit sortir immédiatement le ballon de l'huile, pour ensuite le redescendre lentement dans le bain. La profondeur de l'immersion est donc fonction du comportement de la peinture et est légèrement différente d'une peinture vinylique à l'autre.

17- On devrait distiller jusqu'à ce que le résidu soit complètement figé, i.e. ne présentant plus de mouvement d'ébullition. La température finale est d'environ 120°C et le pigment tend à brunir.

18- Le système est alors élevé; les ballons réchauffés ou refroidis et essuyés. Ils sont ensuite détachés du système et fermés avec les bouchons pour éviter les pertes par évaporation non négligeables avec les alcools.

19- Finalement, on pèse précisément les deux ballons pour connaître le % de solvant extrait et le % de résidu qui se calculent comme suit:

$$\% \text{ solvant} = \frac{\text{poids de solvant}}{\text{poids de peinture}} \times 100$$

$$\% \text{ résidu} = \frac{\text{poids de résidu}}{\text{poids de peinture}} \times 100$$

$$\% \text{ perte} = \frac{\text{poids résidu} + \text{poids solvant}}{\text{poids de peinture}} \times 100 - 100$$

20- Tarrer une bouteille à septum et extraire le solvant du ballon à l'aide d'une seringue (avec aiguille). La pesée effectuée, peser 10% du poids du solvant en standard interne (précisément). STANDARD INTERNE TERT-BUTANOL. Fermer, sceller la bouteille et placer au congélateur.

IV- ANALYSE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE DES SOLVANTS DES
RÉSINES VINyliQUES POUR LA PRÉPARATION DES SURFACES MÉTALLIQUES
(Peintures primaires vinyliques)

A) Mise en marche et calibration du vista 401

- 1- Appuyer sur la touche **START**
- 2- Faire **S T ENTER** et écrire l'heure et la date si cela n'est pas fait.
- 3- Faire **S C ENTER** , écrire **G C ENTER D S** et **ENTER** quatre (4) fois.
- 4- Introduire la disquette # 1-GP-121-M pour peinture (solvant). Faire **D F ENTER** trois (3) fois pour connaître le contenu de la disquette.
- 5- Faire **START D L ENTER** . Écrire le nom de la méthode **1 - G P - 1 2 1 - M** et **ENTER** deux (2) fois.
- 6- Pour changer la colonne, fermer les gaz du détecteur si cela n'est pas fait, soit l'air et l'hydrogène, en soulevant le couvercle du dessus à droite et en fermant le bouton noir et rouge marqué A.
- 7- Arrêter le gaz vecteur (hélium) en fermant le bouton situé au-dessus de ceux du détecteur (bouton chiffré) et le tourner vers la gauche jusqu'à résistance.
- 8- Programmer la température de la chambre à 34°C pour permettre de changer la colonne. Pour ce faire, commander **INST** et **COL** sur le clavier à l'extrême gauche du **STAT** **TEMP** Vista 6000. Attendre la stabilisation de température.

9- Sortir la colonne PORAPAK Q-Acétone washed 80/100 6' X .125" O.D. Dévisser délicatement à l'aide de la clef à molette et de la clef ouverte la colonne précédente. Introduire le bout le plus long de la colonne dans l'orifice de l'injecteur, soit à gauche, et visser sans forcer les pièces.

10- Faire

COL
TEMP

COL
TEMP

BACK

 ; col limite

2

5

0

ENTER

 et

COL
TEMP

1

5

0

 .

11- Réouvrir le gaz vecteur et ajuster le débit à 22 ml/min. (voir item 7 pour position).

12- Ouvrir les gaz du détecteur, soit l'air et l'hydrogène, et pousser vers la gauche le bouton d'allumage (ignitor) situé à droite et au-dessus de l'appareil, et simultanément placer votre oreille près de l'orifice de sortie des gaz pour entendre un petit bruit signifiant que la flamme est allumée.

B) Préparation du mélange standard STD-1-OH

Le mélange standard, s'il est épuisé, doit être préparé comme suit (utiliser la boîte de standard # 11 C):

- 1- Tarer une bouteille à septum vissable sur la balance de précision.
- 2- Prélever, à l'aide d'une seringue à aiguille, environ .2 cc de méthanol de la bouteille # 1.
- 3- Peser précisément environ .25 gramme de méthanol et replacer le reste dans la bouteille # 1.
- 4- Noter le poids, tarer de nouveau et répéter les étapes 2 et 3 pour l'éthanol (2), le 2-propanol (4), le 1-propanol (3),

le 1-butanol (5), le 2-butanol (6) et le tert-butanol qui sert de standard interne. Le tert-butanol se retrouve dans une bouteille à septum fixe de 50 ml qui est au congélateur.

- 5- Placer le cap beige vers le haut et visser le capuchon. Agiter et placer au congélateur.

C) État (status) des instruments

Appuyer sur la touche **START** et **M** **R** **ENTER** **1** **-** **G** **P** **-** **1** **2** **1** **-** **M** et sept (7) fois **ENTER**. Attendre 20 secondes environ et faire **START** **S** **O** **ENTER** channel **1** **ENTER**.

Attendre que les instruments se stabilisent. Le voyant rouge "not ready" reste allumé tant que les instruments ne sont pas stabilisés. Si l'on veut modifier l'état des instruments ultérieurement, on fait STATUS channel 1 et on peut modifier la section 1 ou 2 selon les besoins. On ne peut cependant enregistrer la température limite de la colonne, qui ne se fait que tel qu'indiqué à la section IV A) # 10, page 7.

D) Préparation de la ligne de base

La ligne de base est un "running" de la méthode 1-GP-121-M (ou autre) qui sert en fait, une fois enregistrée, à soustraire les valeurs de bruits de fond au chromatogramme réel. Les étapes sont les suivantes:

- 1- Appuyer sur la touche **START**. Faire **M** **R** **ENTER**.
Écrire **1** **-** **G** **P** **-** **1** **2** **1** **-** **M** **ENTER**

2- Effectuer les commandes suivantes:

Monitor: N (inchangé)
Run Type: (changé)
Sample id: (changé)
Divisor: 1.00000 (inchangé)
AMT STD: 1.00000 (inchangé)
MLT PLR: 1.00000 (inchangé)

3- Appuyer sur les touches . Attendre que le moniteur indique READY.

4- Appuyer sur le déclencheur de l'orifice d'injection du côté gauche sans injecter quoi que ce soit.

5- Attendre 11.25 min, le temps programmé pour l'enregistrement de la ligne de base de cette méthode.

E) Calibration à l'aide du mélange standard STD-1-OH

1- Appuyer sur la touche . Faire .
Écrire

2- Effectuer les commandes suivantes:

Monitor: N (inchangé)
Run Type: (changé)
Sample id: (changé)
Divisor: 1.00000 (inchangé)
AMT STD: :XXXX Poids du standard interne (T-But-OH)
(changé)
MLT PLR: 1.00000 (inchangé)

3- Appuyer sur les touches . Attendre que le moniteur indique READY.

- 4- Prélever 1 ml de solution de la bouteille de standard STD-1-OH, celle-ci étant vers le haut, et éviter les bulles en vidant et en remplissant plusieurs fois la seringue.
- 5- Quand l'appareil est prêt à recevoir l'injection, il faut introduire l'aiguille au complet et rapidement abaisser la tige de la seringue. Il est préférable d'essuyer l'aiguille de la seringue avant d'injecter pour assurer la reproductibilité des résultats. Toutes les manipulations doivent se faire rapidement pour minimiser les pertes par évaporation.
- 6- Les nouveaux temps de rétention de chaque produit seront enregistrés dans la table de pic de la section 3, page 2 de la méthode.

F) Analyse du solvant extrait à l'étape III

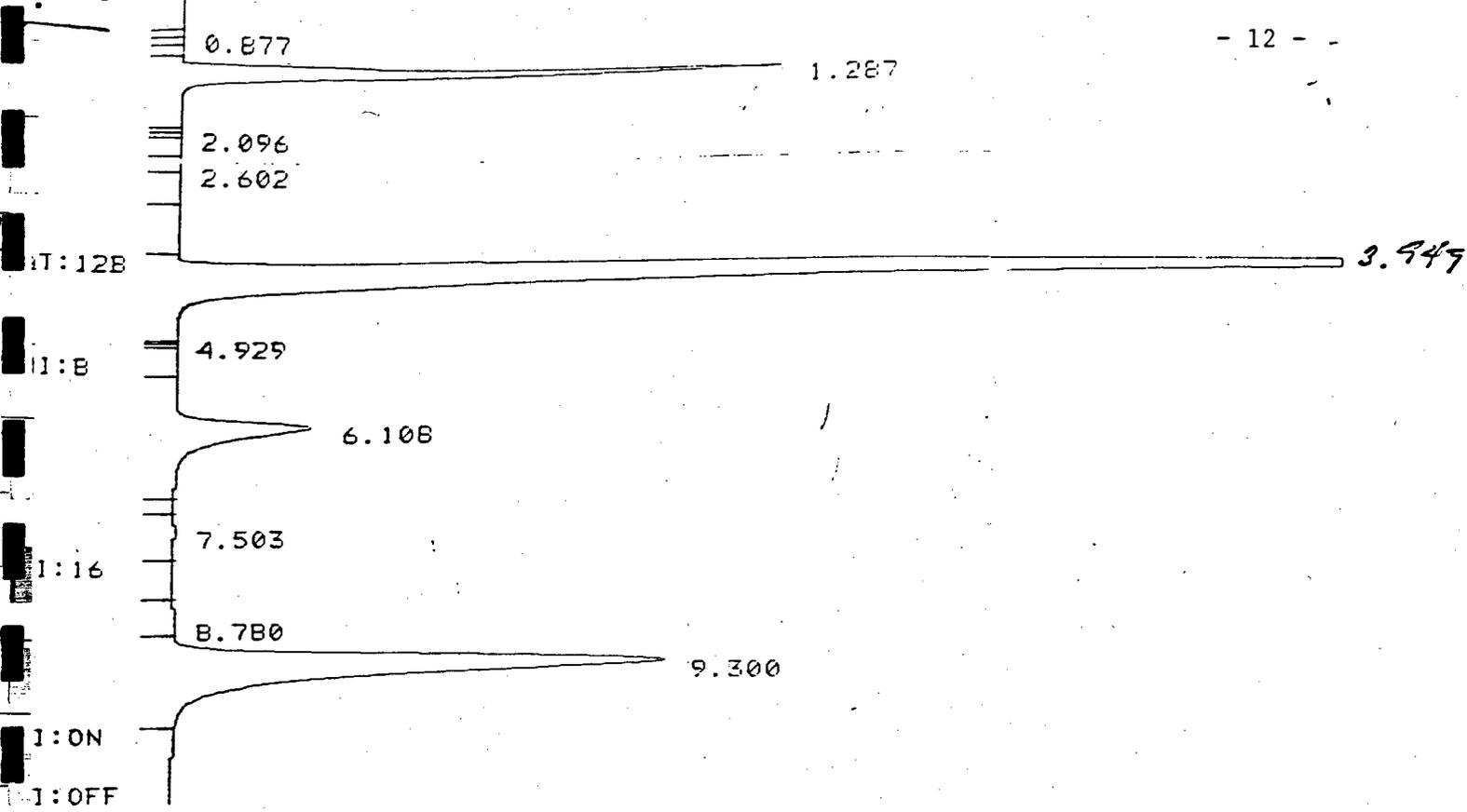
- 1- Appuyer sur la touche , faire .
Écrire
- 2- Effectuer les commandes suivantes:
 - Monitor: (inchangé)
 - Run Type: (changé)
 - Sample id: (changé)
 - Divisor: (inchangé)
 - AMT-STD: Poids de T-Butanol ajouté à l'échantillon (changé)
 - MLT PLR: (inchangé)
- 3- Appuyer sur les touches . Attendre que le moniteur indique READY.
- 4- Injecter 1 ul de l'échantillon.

V- CALCUL DU % DES DIFFÉRENTES FRACTIONS D'ALCOOL

Le calcul des % est effectué de façon indirecte. On calculera les % relatifs des constituants à partir des données du chromatogramme de l'échantillon. On ramène ces % en simple facteur de proportion (/100) et on multiplie chacun d'eux par la masse de solvant extrait. Ces poids de chacune des parties du mélange sont alors divisés par le poids de peinture initial et multipliés par 100, ce qui donne le % du solvant constituant par rapport à la masse totale de peinture.

Exemple de calcul pour l'échantillon 8046 enduit aux résines vinyliques.

Le calcul du Vista 401 en mode analyse par standard interne donne les résultats sous cette forme avec le chromatogramme.



TITLE: B046

16:34 14 MAY 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: B046

METHOD: 1-GF-121-M

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	METHANOL	0.7086	25.93% 1.287	-0.033	877032	BV	5.90
2	2-PROP-OH	1.3575	49.67% 3.949	-0.141	2013120	BV	10.35
3	T-BUT-OH	INT STD	6.108R	0.008	237824	BB	13.85
4	N-BUTANOL	0.6656	14.91% 9.300	0.030	975882	VB	16.30

TOTALS: 2.7317 -0.136 4103860

DETECTED PKS: 12 REJECTED PKS: 8

DIVISOR: 1.00000 AMT STD: 0.21980 MULTIPLIER: 1.00000

NOISE: 1.2 OFFSET: 106

AMT STD: 0.26820 MULTIPLIER: 1.00000

NOISE: 1.2 OFFSET: 110

SAVED FILE: BNQ/0

INJECT RATE : 4.0 CHROMATOGRAMME DU STANDARD CORRESPONDANT

ULL

0.871

1.322

2.542

12E

4.093

8

5.196

6.097

B.785

9.265

ITION

OFF
NAL: 195

FILE: STANDARD 3

16:09 14 MAY 84

CHANNEL NO: 1 SAMPLE: STANDARD METHOD: 1-GP-121-M

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT FACTOR	RETENTION TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	METHANOL	0.874251U	1.322	-0.008	1168430	BV	5.35
2	ETHANOL	0.713348U	2.542	-0.008	1127880	VB	7.30
3	2-PROP-OH	0.729617U	4.093	-0.017	1086910	BV	9.70
4	1-PROP-OH	0.756720U	5.196	-0.024	1056920	VV	11.55
5	2-BUT-OH	INT STD	6.097R	-0.023	427470	VB	16.20
6	N-BUTANOL	0.737971U	9.265	-0.035	1406390	VB	17.85

DIALS: 3.811907 -0.115 6256000

REJECTED PKGS: 8 REJECTED PKGS: 2

STD: 0.26820 MULTIPLIER: 1.00000

SCALE: 1.2 OFFSET: 110

FILE: BNQ4.0

Pour calculer les proportions respectives de chaque constituant, on divise les données du RESULT par le total (TOTALS).

		Facteur de proportion	%
METHANOL	.7086/2.7317 =	.2593 x 100 =	25.93
2-PROPANOL	1.3575/2.7317 =	.4969 x 100 =	49.69
T-BUT-OH	INT. STD		
N-BUTANOL	.6656/2.7317 =	.2436 x 100 =	24.36

Le poids du solvant extrait est multiplié par chacun des facteurs de proportion.

METHANOL	.2593 x 2.2285 g =	.5778 g
2-PROPANOL	.4969 x 2.2285 g =	1.1073 g
T-BUT-OH	INT. STA	
M-BUTANOL	.2436 x 2.2285 g =	.5428 g

Finalement, le % respectif des constituants de la peinture totale se calcule en divisant les dernières masses de solvant par la masse initiale de peinture.

METHANOL	.5778 / 3.0008 g x 100 =	19.25%
2-PROPANOL	1.1073 / 3.0008 g x 100 =	36.90%
T-BUT-OH	INT. STD	
M-BUTANOL	.5429 / 3.0008 g x 100 =	18.09%

NORME 1-GP-121-M *

% en masse du M-BUTANOL = 18.00% min.

% en masse de l'éthanol ou isopropanol = 59% min.

* Avril 1977 (remplace (F) 1-GP-121C Juin 1970)

ANALYSIS PARAMETERS Méthode 1-GP-121-M
 CHANNEL: 1
 CALCULATION: 1E
 AREA/HT: A
 STOP TIME: 11.25
 NUMB EXPECTED PKS: 200
 EQUILIBRATION TIME: 0
 UNRETAINED PK TIME: 0.00
 UNIDENT PK FACTOR: 0.000000
 SLICE WIDTH: 10

PAGE 2

SAMPLE PARAMETERS
 RUN TYPE: C
 SAMPLE ID: STI-1-0H
 DIVISOR: 1.000000
 AMT STD: 0.263400
 MLTFLR: 1.000000

PAGE 3

REPORT INSTRUCTIONS
 WHERE TO REPORT: L
 COPIES: 1
 TITLE: PEINTURE VINYLIQUE
 FORMAT: E
 DECIMAL PLACE: 4
 RESULT UNITS:
 REPORT UNIDENT PKS: Y
 REPORT INSTRUMENT CONDITIONS: N

PAGE 4

PLOT INSTRUCTIONS
 PLOT: Y
 ZERO OFFSET: .5
 ANNOTATION
 RETENTION TIME: Y
 PLOT CONTROL: Y
 TIME TICKS: Y
 TIME EVENTS: Y
 PK START/END: Y

PAGE 5

CHART SPEED
 PAGES OF CM/MIN: 0
 INIT VALUE: 1.0

PAGE 6

PLOT ATTEN
 INIT PLOT ATTEN: 256
 LINE# TIME PLOT ATTEN
 : 3.80 128

SECTION 2: TIME EVENTS

PAGE 1

LINE#	TIME	EVENT	VALUE
1	0.00	PF	4000
2	0.00	SN	2
3	0.00	T%	5.0
4	0.00	WI	5
5	0.00	SE	5
6	4.25	WI	4
7	4.74	WI	8
8	7.35	WI	16
9	10.20	II	11.00

```

REPLICATION FREQ: 0
REPLICATION MINIMUM: 0.0
FACTORS: 0.0
REPLICATION TIME WINDOWS - -
REF:
%: 0
MIN: 0.50
NON REF
%: 0
MIN: 0.50

```

PAGE 2

PK#	TIME	NAME	FACTOR	AMOUNT	REF	GF#	MUST LO	MUST HI
1	1.37	*METHANOL	0.000000	0.248300			0.000000	0.000000
2	2.60	*ETHANOL	0.000000	0.253800			0.000000	0.000000
3	3.90	*2-PROP-OH	0.000000	0.165500			0.000000	0.000000
4	5.25	*1-PROP-OH	0.000000	0.255100			0.000000	0.000000
5	6.17	*1-BUT-OH	1.000000	0.263400	F		0.000000	0.000000
6	7.93	*2-BUTANOL	0.000000	0.256700			0.000000	0.000000
7	9.40	*1-BUTANOL	0.000000	0.249000			0.000000	0.000000

SECTION 4: GC INSTRUMENT CONTROL

PAGE 1

```

COL TEMP
150/INIT COL TEMP: 150
INIT HOLD TIME: 0.00
STEP# FINAL TEMP RATE HOLD TIME
1 195 4.0 0.00

```

PAGE 2

```

DETECTORS
DET A TYPE: FID
DET B TYPE:
LINE TIME SIDE ATTN RANGE ZERO
1 0.00 A 1024 10 Y
2 0.00 B Y

```

PAGE 3

```

TEMP/FLOW
INS A TEMP: 225
INS B TEMP:
ION TEMP: 250
* TCD TEMP:
TCD FIL TEMP:
AUX TEMP: 0
COL A FLOW: 22
COL B FLOW:

```

PAGE 4

SECTION 7: POST RUN

PAGE 1

```

FILE NAME: BNO
SAVE INSTRUCTIONS
TYPE: RAW
WHERE TO SAVE: U
TRANSMIT/RELOT INSTRUCTIONS
TRANSMIT RAW DATA: N
RELOT WITH BASELINES: N
RAW DATA LOCATION: U
TRANSMIT REPORT: N

```

PAGE 2

```

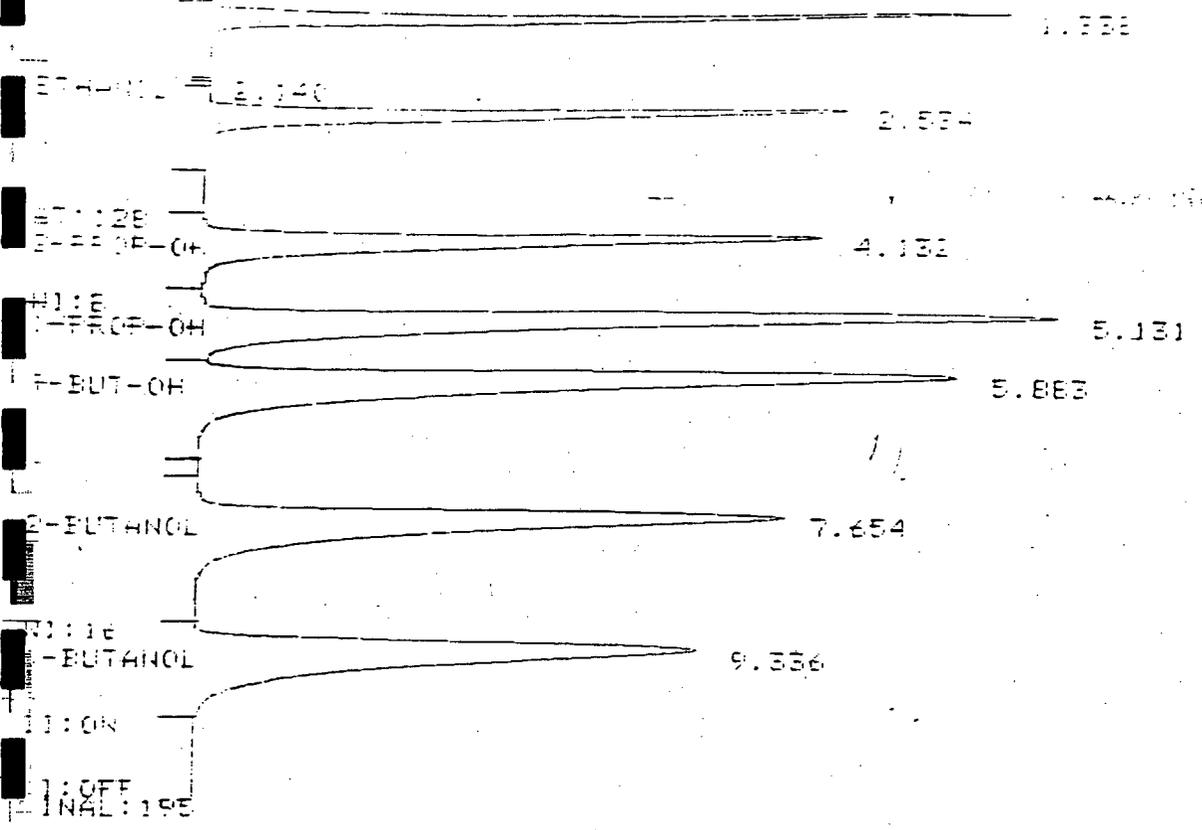
METHOD LINKING INSTRUCTIONS
METHOD:
LINK CALC RESULTS: N
PROGRAM EXECUTION
PROGRAM:
PARAMETERS:
RESERVE PRINTER: Y

```

NOTE: TOUTES LES NOTES INJECTEES: 1000 PSI
TYPE SAUF CELLE INDIQUE SUR LE CHART
GAS VECTEUR: HELIUM

SECTION 11: BASELINE TIME/AMPLITUDE
PAGE 1

LINE#	TIME	AMPLITUDE
1	0.0	913
2	0.2	916
3	0.4	923
4	0.6	925
5	0.8	931
6	1.0	933
7	1.2	930
8	1.4	923
9	1.6	911
10	1.8	899
11	2.0	884
12	2.2	867
13	2.4	849
14	2.6	828
15	2.8	810
16	3.0	794
17	3.2	779
18	3.4	772
19	3.6	776
20	3.8	784
21	4.0	800
22	4.2	818
23	4.4	840
24	4.6	862
25	4.8	886
26	5.0	908
27	5.2	928
28	5.4	945
29	5.6	959
30	5.8	974
31	6.0	984
32	6.2	994
33	6.4	1006
34	6.6	1014
35	6.8	1026
36	7.0	1038
37	7.2	1053
38	7.4	1068
39	7.6	1085
40	7.8	1106
41	8.0	1128
42	8.2	1151
43	8.4	1178
44	8.6	1204
45	8.8	1233
46	9.0	1260
47	9.2	1287
48	9.4	1312
49	9.6	1336
50	9.8	1361
51	10.0	1385
52	10.2	1405
53	10.4	1422
54	10.6	1439
55	10.8	1447
56	11.0	1454
57	11.2	1457



TITLE: PEINTURE VINYLIQUE 9:55 4 JUL 84
 CHANNEL NO: SAMPLE: STD-1-OH METHOD: 1-GF-121-M

PEAK NO.	PEAK NAME	RESULT FACTOR	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	METHANOL	0.255240	1.338	-0.002	929551	BV	4.90
2	ETHANOL	1.134040	2.534	0.004	1051690	BV	7.20
3	2-PROP-OH	1.137900	4.132	-0.012	853477	BV	9.85
4	1-PROP-OH	1.071750	5.131	0.011	1118510	BV	11.85
5	1-BUT-OH	INT STD	5.863R	0.013	1237778	BV	14.65
6	2-BUTANOL	1.162100	7.654	0.014	1038030	BV	15.60
7	1-BUTANOL	1.053140	9.336	0.016	1012950	BV	18.00

TOTALS: 0.068 7071560

DETECTED PKG: 24 REJECTED PKG: 17

STD: 0.26340 MULTIPLIER: 1.00000

NOISE: 1.2 OFFSET: -304

SAVEI FILE: BNG704

ERRORS: FACTOR NOT UPDATED

TYPE DE COLONNE: 2'x 0.125" (C.I.) PORAPAK
 SOLVENT: ACETONE-WASHEI 80/100 MESH
 VOLUME INJECTE: TOUTES LES GUTES INJECTES: 1 MICROLI
 SAUF CELLE INDIQUE SUR LE CHECK. COR.
 GAZ VECTEUR: HELIUM



Specifications Board / Office des normes

Supply and Services
Canada

Approvisionnement et Services
Canada

ANNEXE 3

**Standard for:
Coating,
Vinyl,
Pretreatment,
for Metals
(Vinyl Wash
Primer)**

**Norme:
Enduit aux résines
vinyliques,
préparation des
surfaces
métalliques
(peinture primaire
réactive vinylique)**

This standard applies to a preliminary coating or tie-coat for use on clean, dry, metal surfaces as a treatment prior to the application of a succeeding coating system. The purpose of the material is to increase the adhesion of the coating system.

La présente norme s'applique à l'enduit préliminaire, ou couche d'accrochage, destiné à servir, sur des surfaces métalliques propres et sèches, de préparation préalable à l'application d'un système de revêtement. Le produit est utilisé pour améliorer l'adhérence du système de revêtement.

1-GP-121M

April / Avril 1977

Supersedes 1-GP-121c
June 1970

Remplace (F)1-GP-121c
Juin 1970

BIBLIOTHÈQUE
D.N.C.
OCT 26 1977
INDUSTRIE ET COMMERCE
NO.

The CANADIAN GOVERNMENT SPECIFICATIONS BOARD, under whose auspices this standard has been developed, is a federal government agency engaged in the production of voluntary standards in a wide range of subject areas through the medium of standards committees and the consensus process. The standards committees are representative of relevant interests including producers, consumers and other users, retailers, governments, educational institutions, technical, professional and trade societies, and research and testing organizations. The CGSB has been accredited by the Standards Council of Canada as a national standards-writing organization. The standards that it develops and offers as National Standards of Canada conform to the criteria and procedures established for this purpose by the Standards Council of Canada. In addition to standards it publishes as National Standards, CGSB produces standards to meet particular needs, in response to requests from a variety of sources in both the public and private sectors.

Although the intended primary application of each standard is stated in its Definition or Scope clause, it is important to note that it remains the responsibility of the user of the standard to judge its suitability for his particular purpose.

CGSB standards are subject to periodic review to ensure that they keep abreast of technological progress. Suggestions for their improvement, which are always welcome, are brought to the notice of the standards committees concerned. Changes to standards are issued either as separate amendment sheets or in revised editions of the standards.

An up-to-date listing of CGSB standards, including details on latest issues and amendments, and ordering instructions, will be found in the Catalogue of Standards which is published annually, with a supplement, and is available without charge upon request.

Further information on the CGSB and its services and standards may be obtained from:

Canadian Government Specifications Board
Ottawa, Ontario
Canada
K1A 0S5

La présente norme a été élaborée sous les auspices de l'OFFICE DES NORMES DU GOUVERNEMENT CANADIEN dont les comités des normes, qui se prononcent à la majorité des voix, rédigent des normes facultatives intéressant les domaines les plus divers. Les comités des normes sont composés de groupes intéressés aux normes à l'étude, notamment les fabricants, les consommateurs et autres usagers, les détaillants, les gouvernements, les institutions d'enseignement, les associations techniques, professionnelles et commerciales, ainsi que les organismes de recherche et d'essai. Le Conseil canadien des normes a conféré à l'ONGC le titre d'organisme rédacteur de normes nationales. En conséquence, les normes que l'Office élabore et soumet à titre des normes canadiennes se conforment aux critères et procédures établies à cette fin par le Conseil canadien des normes. Outre la publication de normes nationales, l'ONGC rédige également des normes visant des besoins particuliers à la demande de plusieurs organismes tant du secteur privé que du secteur public.

Même si la définition ou l'objet de chaque norme détermine de façon précise l'application première que l'on peut en faire, il faut remarquer cependant qu'il incombe à l'utilisateur, au tout premier chef, de décider si la norme peut servir aux fins qu'il envisage.

Étant donné l'évolution technique, les normes de l'ONGC font l'objet de révisions périodiques. Toutes les suggestions susceptibles d'en améliorer la teneur sont accueillies avec grand intérêt et portées à l'attention des comités des normes concernés. Les changements apportés aux normes sont publiés sous la forme de modificatifs distincts, ou incorporés dans les éditions révisées des normes.

Une liste à jour des normes de l'ONGC comprenant des renseignements sur les normes récentes et les derniers modificatifs parus et sur la façon de se les procurer figure au Catalogue des normes publié chaque année avec un supplément. Cette publication est gratuite et tout intéressé peut en faire la demande.

Pour de plus amples renseignements sur l'ONGC, ses services et ses normes, s'adresser à:

L'Office des normes du gouvernement canadien
Ottawa (Ontario)
Canada
K1A 0S5



**STANDARD FOR:
COATING VINYL,
PRETREATMENT, FOR METALS
(VINYL WASH PRIMER)**

**NORME:
ENDUIT AUX RÉSINES
VINYLIQUES, PRÉPARATION
DES SURFACES MÉTALLIQUES
(PEINTURE PRIMAIRE
RÉACTIVE VINYLIQUE)**

This standard is expressed in SI (Metric) units in response to the requirements of Canada's metric conversion program. By agreement with the Committee on Paints, Pigments and Related Commodities it supersedes 1-GP-121c, June 1970 which expressed the requirements in yard/pound units.

Les valeurs de la présente norme sont exprimées en unités SI (métriques) conformément aux exigences du Programme canadien de conversion au système métrique. Le comité des peintures, pigments et produits connexes est d'accord que la présente remplace la norme (F)1-GP-121c, de juin 1970 dont les valeurs étaient exprimées en unités usuelles verge/livre.

1-GP-121M

April/Avril 1977

Supersedes 1-GP-121c
June 1970

Remplace (F)1-GP-121c
Juin 1970

PUBLISHED APRIL 1977 BY CANADIAN GOVERNMENT SPECIFICATIONS BOARD, OTTAWA, ONTARIO. K1A 0S5

PUBLIÉE, AVRIL 1977, PAR L'OFFICE DES NORMES DU GOUVERNEMENT CANADIEN, OTTAWA (ONTARIO). K1A 0S5

COPYRIGHT - CROWN IN RIGHT OF CANADA - 1977

TOUS DROITS RÉSERVÉS - LA COURONNE DU CHEF DU CANADA - 1977



The Metric Commission Canada has granted use of the National Symbol for Metric Conversion.

La Commission du système métrique Canada a autorisé l'utilisation du symbole national de conversion au système métrique.

COMMITTEE ON PAINTS, PIGMENTS AND RELATED COMMODITIES AND MARINE SUB-COMMITTEE
COMITÉ DES PEINTURES, PIGMENTS ET PRODUITS CONNEXES ET SOUS-COMITÉ DE LA MARINE

(Membership at date of Approval by the Committee)
(Composition à la date d'approbation)

Department of National Defence	Allan, B.C.	Ministère de la Défense nationale
National Research Council	Ashton, H.E.	Conseil national de recherches du Canada
Hydro Québec	Attendu, M.C.	Hydro Québec
Canadian Paint Manufacturers Association	Barry, E.	Canadian Paint Manufacturers Association
Department of Industry, Trade and Commerce	Bauset, R.	Ministère de l'Industrie et Commerce
Canadian Penitentiary Service	Beck, C.M.	Service canadien des pénitenciers
Department of National Defence	Bendell, N.R.	Ministère de la Défense nationale
Department of Supply and Services	Bowles, A.	Ministère des Approvisionnements et Services
Glidden Co. Ltd.	Buckley, D.	Glidden Co. Ltd.
Department of National Defence	Carson, J.	Ministère de la Défense nationale
The Standard Manufacturing Co. Ltd	Chancey, R.S.	The Standard Manufacturing Co. Ltd
Department of National Defence	Cheesman, H.	Ministère de la Défense nationale
SICO Inc.	Delamater, K.	SICO Inc.
Department of the Environment	Desai, Dr R.L.	Ministère de l'Environnement
Department of Supply and Services	Dubau, J.F.	Ministère des Approvisionnements et Services
Department of Transport	Gallant, Capt J.A.	Ministère des Transports
Ministère de l'Industrie et Commerce, P.Q.	Gareau, A.A.	Ministère de l'Industrie et Commerce, P.Q.
Sherwin-Williams Co. of Canada Ltd.	Hargrave, D.	Sherwin-Williams Co. of Canada Ltd.
Canadian Pittsburgh Industries Ltd.	Head, E.M.	Industries Pittsburgh du Canada Ltée
International Paints (Canada) Ltd.	Hebdige, B.A.	Peintures internationales (Canada) Ltée
Mobil Paints Co.	Horrocks, D.	Mobil Paints Co.
INMONT Canada Ltd.	Hughes, L.	INMONT Canada Ltd.
Department of Transport	Ireland, D.J.	Ministère des Transports
Canadian Industries Ltd.	Kaufmann, C.H.	Canadian Industries Ltd.
Crown Diamond Paint Co.	Krayer Krauss, E.	Crown Diamond Paint Co.
Department of Public Works	Krokosh, H.G.	Ministère des Travaux publics
Department of National Defence	Lamarche, R.M.	Ministère de la Défense nationale
Department of Public Works	Sub/Committee Chairman/ Président du Sous-comité	Ministère des Travaux publics
Department of National Defence	Laycraft, N.E.	Ministère de la Défense nationale
BAPCO Paint Ltd.	Chairman/Président	BAPCO Paint Ltd.
Department of National Defence	Majid, Lt-cdr I.	Ministère de la Défense nationale
Ontario Research Foundation	Nickells, R.G.	Fondation de recherches de l'Ontario
International Paints (Canada) Ltd.	Nolan, V.P.	Peintures internationales (Canada) Ltée
Department of Public Works	Perlus, T.G.	Ministère des Travaux publics
Department of National Defence	Rourke, J.	Ministère de la Défense nationale
Department of Public Works	Rubec, P.	Ministère des Travaux publics
Department of National Defence	Smith, Lt-cdr D.G.	Ministère de la Défense nationale
Tibbetts Paints Ltd.	Stubbs, K.E.	Ministère des Travaux publics
Corrosion Service Co. Ltd.	Tate, H.W.	Ministère de la Défense nationale
National Harbours Board	Tibbetts, R.C.	Tibbetts Paints Ltd.
Master Painters and Decorators Association of B.C.	Trim, J.D.	Corrosion Service Co. Ltd.
Federated Genco Ltd.	Watt, J.S.	Conseil des ports nationaux
Department of Supply and Services/ Canadian Government Specifications Board	Wiezoreck, G.	Master Painters and Decorators Association of B.C.
	Young, R.O.	Federated Genco Ltd.
	Balon, P.B.	Ministère des Approvisionnements et Services/ Office des normes du gouvernement canadien
	Secretary/Secrétaire	

CANADIAN GOVERNMENT
SPECIFICATIONS BOARDOFFICE DES NORMES DU
GOUVERNEMENT CANADIEN

Standard for

Norme

COATING, VINYL, PRETREATMENT, FOR
METALS (VINYL WASH PRIMER)ENDUIT AUX RÉSINES VINYLIQUES
PRÉPARATION DES SURFACES
MÉTALLIQUES (PEINTURE PRIMAIRE
RÉACTIVE VINYLIQUE)

1. SCOPE

OBJET

- 1.1 This standard applies to a preliminary coating or tie-coat for use on clean, dry, metal surfaces as a treatment prior to the application of a succeeding coating system. The purpose of the material is to increase the adhesion of the coating system.

La présente norme s'applique à l'enduit préliminaire ou couche d'accrochage, destiné à servir, sur des surfaces métalliques propres et sèches, de préparation préalable à l'application d'un système de revêtement. Le produit est utilisé pour améliorer l'adhérence du système de revêtement.

- 1.2 For more detailed information on uses see par. 7.2.

Voir au par. 7.2 des précisions sur l'emploi du produit.

2. APPLICABLE PUBLICATIONS

PUBLICATIONS APPLICABLES

- 2.1 The following publications are applicable to this standard:

Les publications suivantes s'appliquent à la présente norme:

- 2.1.1 Canadian Government Specifications Board (CGSB)

Office des normes du gouvernement canadien (ON)

- 1-GP-71 — Methods of Testing Paints and Pigments

(F)1-GP-71 — Méthodes d'essai des peintures et pigments

- 2.1.2 American Society for Testing and Materials (ASTM)

American Society for Testing and Materials (ASTM)

Standards on Paint, Varnish, Lacquer and Related Products

Standard on Paint, Varnish, Lacquer and Related Products

- 2.1.3 Regulations of the Board of Transport Commissioners

Règlements des commissaires de la Commission de transports

- 2.1.4 Department of National Revenue Circular No. ED 204, Denatured Alcohol and Specially Denatured Alcohol

Circulaire E.D. 204 du ministère du Revenu national
Alcool spécialement dénaturé et alcool dénaturé.

- 2.2 Reference to the above publications and other standards herein is to the latest issues, unless otherwise specified by the authority applying this standard.

Sauf indication contraire de l'autorité appliquant la présente norme, ces publications s'entendent de l'édition la plus récente.

3. GENERAL REQUIREMENTS

EXIGENCES GÉNÉRALES

- 3.1 Vinyl coating complying with this standard shall be supplied as a two-component system. The components (i.e. resin and acid) shall be packaged in separate

L'enduit aux résines vinyliques conforme à la présente norme doit être fourni sous forme d'un système à composants. Les constituants (soit la résine et l'acide)

containers and in such a manner as to comply with the applicable regulations of the Board of Transport Commissioners.

The raw materials of the resin component shall be mixed and milled as required to produce a product that is uniform, stable, free from grit and entirely suitable for the purpose intended. The ingredients of the acid component shall be uniform in composition.

The resin component shall be capable of being broken up with a paddle to a smooth, uniform consistency and shall not liver, thicken, curdle, gel or show any other objectionable properties.

Mixing and Application Properties — The acid and resin components, when mixed together in the proportion of 1:4 by volume, shall form a smooth and homogeneous mixture and shall show no signs of gelation on storage for 8 h. The components shall mix readily at any temperature between 5 and 32°C, and shall be suitable for spray application within that temperature range.

The mixed coating shall exhibit good adhesion when applied to cleaned aluminum, steel and galvanized steel panels to a dry thickness of 5 – 12 µm.

The components, when stored in their respective original unopened containers for one year from date of shipment at temperatures not exceeding 38 °C, shall be readily mixed to a uniform condition by stirring and, when mixed together, shall meet the requirements for Drying Time (par. 4.4.1).

Odor — The odor of the resin component and the acid component shall be normal for the permitted volatiles.

Color — The color of the coating after drying shall be characteristic of the pigments specified.

Toxic Elements — This material shall be manufactured to conform to the requirements of the Hazardous Products Act in respect to designated toxic elements.

Formula — The coating shall consist of the following ingredients in approximate proportions specified. The formula of the base is given slightly in excess of 360 g to allow for normal manufacturing loss.

doivent être conditionnés dans des récipients séparés et de manière à satisfaire aux règlements applicables des commissaires de la Commission des transports.

Les substances brutes qui composent le constituant résine doivent être mélangées et broyées au besoin pour donner un produit uniforme, stable, exempt de granules et qui convient parfaitement à l'utilisation prévue. Les substances qui composent le constituant acide doivent être uniformes quant à leur composition.

Le constituant résine doit pouvoir être trituré à l'aide d'une spatule jusqu'à obtention d'une consistance lisse et uniforme, il ne doit pas prendre en masse, s'épaissir, former de grumeaux, se gélifier ni accuser d'autres propriétés nuisibles.

Caractéristiques de mélange et d'application — Les constituants acide et résine mélangés respectivement selon une proportion volumique de 1 pour 4, doivent donner un mélange lisse et homogène et ne doivent accuser aucun indice de gélification en cours d'entreposage pendant une période de 8 h. Les constituants doivent se mélanger facilement à toute température comprise entre 5 et 32°C et ils doivent convenir pour l'application au pistolet dans cet intervalle de température.

L'enduit mélangé doit manifester une bonne adhérence lorsqu'il est appliqué sur des plaques d'aluminium, d'acier ou d'acier galvanisé propres en un feuillet sec de 5 – 12 µm d'épaisseur.

Lorsqu'ils sont entreposés dans leur récipient d'origine, non ouvert, pendant un an à compter de la date d'expédition, à une température ne dépassant pas 38°C, les constituants acide et résine doivent facilement acquérir, par remuage, une consistance homogène; lorsqu'ils sont mélangés, ils doivent satisfaire aux exigences de durée de séchage (al. 4.4.1).

Odeur — L'odeur du constituant résine et du constituant acide doit correspondre à l'odeur normale des matières volatiles permises.

Couleur — La couleur de l'enduit après séchage doit être caractéristique des pigments prescrits.

Éléments toxiques — L'enduit doit être fabriqué conformément aux exigences stipulés dans la Loi sur les produits dangereux en ce qui concerne les éléments toxiques.

Formule — L'enduit doit être composé des substances suivantes dans les proportions approximatives prescrites. La formule de la base est légèrement supérieure à 360 g pour compenser la perte normale à la fabrication.

Solvent 387.5

% RELATIVE
 M-BUTANOL 21.67 %
 ETHANOL (ou ISOPROPANOL) 60.9 %
 ETHANOL DENATURÉ 17.41 %

Per 450 g of mixed material
 Par 450 g de produit mélangé

Ingredients of Resin Component -

360 g

Polyvinyl-butyral resin*	30.5
Zinc tetroxychromate**	29.4
Magnesium silicate (ASTM D 605)	4.4
Lampblack (ASTM D 209)	0.33
Butanol, normal (ASTM D 304)	68
Ethanol, denatured***	207

27.4	6.1%
7.1	1.5%
1.6	.35%
0.18	.04%
84	19.8%
236	52.8%

Substances du constituant résine -
360 g

Résine de poly (butyral de vinyle)*
 Chromate basique de zinc**
 Silicate de magnésium (ASTM D 605)
 Noir de lampe (ASTM D 209)
 Butanol normal (ASTM D 304)
 Éthanol dénaturé***

Ingredients of Acid Component -

90 g

Phosphoric acid (85%, Technical Grade)	15.3
Water (max.)	13.6
Ethanol, denatured***	57.1

9.0	2.0%
13.5	3.0%
67.5	15.12%

Substances du constituant acide -
90 g

Acide phosphorique (85%, technique)
 Eau (max.)
 Éthanol dénaturé***

TOT 446.28 100%

4. **DETAIL REQUIREMENTS**

EXIGENCES PARTICULIÈRES

4.1 Resin Component - The resin component shall comply with the following requirements:

Constituant résine - Le constituant résine doit satisfaire aux exigences suivantes:

	Min.	Max.	Test Method		
			1-GP-71	ASTM	
4.1.1 Pigment, % by mass	9.0	11.0	21.1****	-	Pigment, % en masse
4.1.2 Nonvolatile vehicle, % by mass	8.5	10.5	19.1	-	Liant non volatil, % en masse
4.1.3 Coarse particles, % retained on 45 µm (No. 325) sieve	-	0.5	-	D 185	Particules grossières, refusées sur tamis de 45 µm (n° 325), %

* The resin shall be a polyvinyl partial butyral resin containing only polyvinyl butyral, polyvinyl alcohol, and polyvinyl acetate in the molecule. The resin shall conform to the following requirements:

* La résine doit être une résine polyvinylique, dont la molécule est constituée de poly (butyral de vinyle), de poly (alcool de vinyle) et de poly (acétate de vinyle) uniquement. La résine doit satisfaire aux exigences suivantes:

	Min.	Max.
Polyvinyl alcohol, % by mass	18.0	20.0
Polyvinyl acetate, % by mass		1.0
Viscosity, 6% in methanol, mPa.s at 20°C	13	18
Relative density at 20°C	1.05	1.15

	Min.	Max.
Poly (alcool de vinyle), % en masse	18.0	20.0
Poly (acétate de vinyle), % en masse		1.0
Viscosité d'une solution à 6% dans du méthanol à 20°C, mPa.s	13	18
Densité relative à 20°C	1.05	1.15

** The zinc chromate shall be low-solubility type, showing on analysis 16 to 19% CrO₃, 67 to 72% ZnO, and more than 1% water soluble salts.

** Le chromate de zinc doit être du type à faible solubilité, révélant à l'analyse une teneur en CrO₃ de 16 à 19%, en ZnO de 67 à 72% et pas plus de 1% de sels solubles dans l'eau.

*** Denatured ethanol used shall comply with formula DAG No. 2-D of the latest revision of Circular EB 204, Department of National Revenue. Technical isopropanol or blends of isopropanol and methanol denatured ethanol containing not more than 5% water may be substituted on an equal basis for denatured ethanol.

*** L'éthanol dénaturé utilisé doit être conforme à la formule DAG n° 2-D de la dernière révision de la circulaire ED 204 du ministère du Revenu national. On peut remplacer en quantité égale l'éthanol dénaturé par de l'isopropanol technique ou par des mélanges d'isopropanol et d'éthanol dénaturé avec du méthanol, renfermant au plus 5% d'eau.

**** Except that ethanol shall be used as the extraction liquid.

**** Sauf qu'il faut utiliser de l'éthanol comme liquide d'extraction.

		Min.	Max.	Test Method		
				1-GP-71	ASTM	
1.4	Viscosity, Krebs units	58	75	4.5	—	Viscosité, unités Krebs
4.1.5	Fineness of grind, Hegman	6	—	—	D 1210	Finesse de broyage, Hegman
1.6	Pigment analysis, % by mass					Analyse des pigments, % en masse
	Chromium oxide (CrO ₃)	14.0	—	—	—	oxyde de chrome (CrO ₃)
	Zinc oxide (ZnO)	57.0	—	—	—	oxyde de zinc (ZnO)
4.1.7	Solvent content (Gas-Liquid Chromatographic Method)			28.4		Composition du solvant (déterminé par chromatographie gaz-liquide)
1.7.1	n-butanol, % by mass	18				n-butanol, % en masse
1.7.2	Ethanol or isopropanol % by mass	59				Éthanol ou isopropanol, % en masse

4.2 Vehicle Composition — The separate sample of the copolymer resin used in the coating and supplied with the sample (par. 6.1.2) shall comply with the following requirements:

Composition du liant — L'échantillon de résine copolymère entrant dans la composition de l'enduit et fourni avec l'échantillon du produit (al. 6.1.2) doit satisfaire aux exigences suivantes:

		Min.	Max.	1-GP-71 Method	
4.2.1	Vinyl alcohol, % by mass	17.5	30	82.4	Alcool vinylique, % en masse
4.2.2	Butyraldehyde, % by mass	34	39	82.5	Butyraldéhyde, % en masse

4.3 Acid Component — The acid component shall comply with the following requirements:

Constituant acide — Le constituant acide doit satisfaire aux exigences suivantes:

		Min.	Max.	1-GP-71	
4.3.1	Phosphoric acid, % by mass	15.0	16.5	77.1	Acide phosphorique, % en masse
4.3.2	Distillation				Distillation
	Initial boiling point, °C	72	83		Point d'ébullition initial, °C
	Temp. at 105 ml point, °C	—	83		Temp. après obtention de 105 ml de distillat °C
	Volume at end point, ml	120	—		Volume de distillat au point d'ébullition final, ml
	Max temp. during distillation, °C	—	102		Temp. max. pendant la distillation, °C

4.4 Mixed Pretreatment Coating — When the components are mixed in the proportion specified, the mixed coating shall comply with the following requirements:

Enduit mélangé — Lorsque les constituants sont mélangés dans les proportions prescrites, l'enduit mélangé doit satisfaire aux exigences suivantes:

4.4.1 Drying Time — The pretreatment coating shall dry hard in not more than 30 min when applied on a steel panel.

Durée de séchage — L'enduit de préparation doit être durci à coeur en 30 min au plus lorsqu'il est appliqué sur une plaque d'acier.

Method 5.1

Méthode 5.1

4.4.2 *Dilution Stability* – Immediately, and 30 min after mixing, there shall be no curdling, precipitation, separation nor other evidence of incompatibility when 50 ml of prepared coating (par. 3.4) is mixed with 50 ml of ethanol.

Method 45.1

Stabilité de dilution – Immédiatement, et 30 min après mélange, il ne doit y avoir ni formation de grumeaux, ni précipitation, ni séparation ou autre trace d'incompatibilité lorsque 50 ml de l'enduit préparé (par. 3.4) sont mélangés avec 50 ml d'éthanol.

Méthode 45.1

4.4.3 *Metal and Coating Anchorage* – The pretreatment coating itself, and when primed with 1-GP-132 primer and topcoated with standard test lacquer, shall show satisfactory substrate and intercoat adhesion.

Par. 6.4

Adhérence de l'enduit au métal – L'enduit de préparation en soi, et lorsqu'il est recouvert d'une couche d'impression (F) 1-GP-132 et d'une couche de finition composée d'un vernis laque d'essai normalisé doit accuser une bonne adhérence au subjectile et à la couche qui le recouvre.

Par. 6.4

5. PREPARATION FOR DELIVERY

PRÉPARATION POUR LA LIVRAISON

5.1 Labelling

Étiquetage

5.1.1 In addition to the labelling requirements of any relevant Acts or Regulations, each container of acid and resin components shall be clearly labelled stating the proportions of each to be used, and shall have the following information applied by stencil, lithograph or securely affixed label:

En plus de satisfaire aux conditions d'étiquetage édictées par les lois et règlements applicables chaque récipient des constituants acide et résine doit être lisiblement étiqueté quant aux proportions de chacun des constituants à utiliser, et il doit porter les indications suivantes appliquées au pochoir, par lithographie ou au moyen d'une étiquette solidement fixée:

- Manufacturer's Name and Address
- Name of Material
- CGSB Standard No.
- Qualification No. (when required)
- Manufacturer's Batch No.
- Manufacturer's Code No.
- Date of Manufacture

- nom et adresse du fabricant;
- désignation du produit;
- n° de norme ONGC;
- n° d'agrément (au besoin);
- n° de lot du fabricant;
- n° de code du fabricant;
- date de fabrication.

CAUTIONARY NOTE TO STATE THAT:

AVERTISSEMENT:

- The acid component should not be stored in direct sunlight or at a temperature exceeding 38°C.
- The components should not be mixed by shaking in a closed container.
- Materials more than one year old should be checked for serviceability before use.
- This is an acid containing material and should therefore be handled with care.

- ne pas exposer le constituant acide à la lumière solaire directe ou à une température dépassant 38°C.
- ne pas mélanger les constituants en les secouant dans un récipient clos.
- les produits fabriqués depuis plus d'un an doivent être contrôlés pour leur tenue en service avant l'emploi.
- produit contenant de l'acide, manipuler avec précaution.

5.1.2 *Instructions for Use* – The instructions shall include the following information:

Mode d'emploi – Le mode d'emploi doit inclure les renseignements suivants:

5.1.2.1 *Coating* – Vinyl, Pretreatment is an etching primer for unpainted metals such as:

Enduit – La préparation aux résines vinyliques est une peinture primaire réactive destinée à être appliquée sur les métaux non peints tels que:

aluminum	cadmium	silver
steel	zinc	nickel
copper	galvanized iron	
brass		

aluminium	cadmium	argent
acier	zinc	nickel
cuirve	fer galvanisé	
laiton		

5.1.2.2 *Preparation of Surface* — The surface must be clean, dry and free from rust and grease.

Préparation de la surface — La surface doit être propre et sèche, sans rouille ni graisse.

1.2.3 *Preparation* — Stir the base thoroughly and add the acid component and thinners slowly with constant agitation in the following proportions:

Préparation — Bien agiter la base et ajouter lentement le constituant acide et les diluants en brassant constamment, dans les proportions suivantes:

Resin Component	4 parts by volume
Acid Component	1 part by volume
1-GP-164 Solvent-Thinner	Up to 2 parts by volume

Constituant résine	4 parties en volume
Constituant acide	1 partie en volume
Solvant-diluant (F)1-GP-164	jusqu'à 2 parties en volume

1.2.4 *Application* — Apply by spray at 240-275 kPa pressure. The gun must not be held at a greater distance than 0.3 m from the surface. Small areas may be brushed.

Application — Appliquer au pistolet sous une pression de 240-275 kPa. Le pistolet doit être tenu à 0.3 m au plus de la surface. Appliquer au pinceau sur les petites surfaces.

1.2.5 *Overcoating Time* — The coating must not be overcoated before 30 min after application and must be overcoated within 8 h.

Nouvelle couche — L'enduit ne doit pas recevoir une autre couche dans les 30 min qui suivent l'application mais il doit la recevoir dans les 8 h qui suivent cette même application.

5.1.2.6 *Coverage* — The recommended dry film thickness is 7.5 — 10 µm. It should be noted that this is a semi-transparent covering that will not hide the substrate.

Pouvoir couvrant — Un feuil sec de 7.5 — 10 µm d'épaisseur est recommandé. Noter qu'il s'agit d'un enduit semi-transparent qui ne masque pas le subjectile.

5.1.2.7 *Precautions* —

- Only enough material should be mixed for use within 8 h, since after this time gelation may occur.
- Acid component must not be used as a thinner.
- Adequate ventilation must be provided at all times during application of the wash primer.

Précautions —

- Ne mélanger que la quantité de produit nécessaire pour une période de 8 h, puisqu'au terme de cette période il peut se produire une gélification.
- Ne pas utiliser le constituant acide comme diluant.
- Assurer toujours une aération adéquate au cours de l'application de la peinture primaire réactive.

5.1.2.8 *Equipment* may be cleaned with 1-GP-164 solvent-thinner.

L'équipement peut être nettoyé à l'aide du solvant-diluant (F)1-GP-164.

5.2 **Packaging**

Conditionnement

2.1 The materials shall be packaged in one of the following ways, as specified (par. 7.1).

Les produits peuvent être conditionnés de l'une des façons suivantes prescrites (par. 7.1):

1. 16 l resin component and 4 l acid component
2. 4 l resin component and 1 l acid component
3. 1 l resin component and 250 ml acid component

1. 16 l de constituant résine et 4 l de constituant acide;
2. 4 l de constituant résine et 1 l de constituant acide;
3. 1 l de constituant résine et 250 ml de constituant acide.

5.2.2 The acid component shall be packaged in suitable nonmetallic containers.

Le constituant acide doit être conditionné dans des récipients non métalliques appropriés.

5.2.3 The supplier shall fill the containers in such a manner that the total contents of one container of the resin component, when mixed with the total contents of the curing agent, shall constitute one unit. Unless otherwise specified (par. 7.1), all components shall be packed together in one carton.

Le fournisseur doit remplir les récipients de façon que tous les composants du constituant résine contenu dans un récipient, mélangés à l'ensemble des composants de l'agent de durcissement, forment une unité. Sauf indication contraire (par. 7.1) tous les constituants doivent être emballés dans un même carton.

5.3 Packing — Unless otherwise specified (par. 7.1), commercial packing shall be acceptable.

Emballage — Sauf indication contraire (par. 7.1), l'emballage commercial est admis.

6. INSPECTION

INSPECTION

6.1 Sampling

Échantillonnage

6.1.1 Sampling shall be carried out in accordance with CGSB 1-GP-71, Method 1.1 except that 1 g samples of the resin and acid components shall be taken and placed in separate, clean, dry, suitable nonmetallic containers.

Les échantillons doivent être prélevés conformément à la méthode 1.1 de la norme (F)1-GP-71 de l'ONG sauf que des échantillons de 1 g des constituants résine et acide doivent être prélevés et placés respectivement dans des récipients non métalliques appropriés séparés, propres et secs.

6.1.2 *Special Samples* — When requested by the laboratory or as per par. 7.1, samples of the following ingredient materials may be taken for test purposes:

Échantillons spéciaux — A la demande du laboratoire ou conformément aux prescriptions du par. 7.1, des échantillons des produits constitutifs suivants peuvent être prélevés aux fins d'essai:

- 500 ml polyvinyl butyral resin
- 250 ml zinc tetroxy chromate
- 250 ml lampblack
- 250 ml magnesium silicate
- 500 ml ethanol (or isopropanol)
- 250 ml (bottle) phosphoric acid
- 500 ml normal butanol.

- 500 ml de résine de poly (butyral de vinyle)
- 250 ml de chromate basique de zinc
- 250 ml de noir de lampe
- 250 ml de silicate de magnésium
- 500 ml d'éthanol (ou d'isopropanol)
- 250 ml d'acide phosphorique (bouteille)
- 500 ml de butanol normal.

6.2 Testing

Essais

6.2.1 The methods of test shall be as specified with each requirement.

Les méthodes d'essai sont celles figurant aux exigences correspondantes.

6.3 Classification of Tests — Tests to determine compliance with this standard shall be classified as follows:

Classification des essais — Les essais de conformité de la présente norme sont les suivants:

6.3.1 *Qualification Tests* — Qualification tests are those tests that are performed on samples submitted for qualification as a satisfactory product. They shall consist of the tests necessary to establish compliance with all the requirements of this standard.

Essais d'agrément — Essais effectués sur les échantillons présentés à l'agrément. Ils comprennent les essais nécessaires pour établir la conformité à chacune des exigences de la présente norme.

6.3.2 *Lot Acceptance Tests* — Lot acceptance tests are those tests that are used to determine the acceptability of a lot or batch of a product. The inspecting authority may request the testing of the material for compliance with any of the requirements of this standard and may reject a lot or batch on the basis of noncompliance with any of the requirements.

Essais de réception de lot — Essais décidant de l'acceptation d'un lot d'un produit agréé. Les services d'inspection peuvent faire contrôler la conformité à n'importe quelle exigence de la norme, et refuser le lot pour non-conformité à l'une quelconque de ces exigences.

6.4 Metal and Coating Anchorage — Coat (Method 98.2) a 100 x 300 mm aluminum panel (Method 99.1) to a dry film thickness of 5 — 12 µm, with vinyl wash primer that has been prepared in the proportions of 4 volumes of base solution to 1 volume of acid component to 1 volume of 1-GP-164 solvent. After air drying 30 min, spray on the lower half of the panel one single wet coat of 1-GP-132 to an additional dry film thickness of 5 to 8 µm. After the primer has air dried 30 min to 2 h., topcoat the lower half of the panel (which has been primed) with

Adhérence de l'enduit au métal — Recouvrir (méthode 98.2) une plaque d'aluminium de 100 x 300 mm (méthode 99.1) en un feuillet sec d'une épaisseur de 5 — 12 µm, de peinture primaire réactive vinylique mélangée dans les proportions de 4 volumes de solution de base à 1 volume du constituant acide et 1 volume du solvant (F)1-GP-164. Après séchage à l'air de 30 min, appliquer au pistolet sur la moitié inférieure de la plaque une seule couche fraîche de (F)1-GP-132 de façon à obtenir un feuillet sec supplémentaire de 5 à 8 µm d'épaisseur. Après séchage de la couche d'impression

two coats of standard test lacquer (Method 150.4), allowing 30 min between coats. Each lacquer topcoat shall be applied to a dry film thickness of 15 to 18 µm. Determine the adhesion of the pretreatment coating to the panel and to the outercoat of the system, in accordance with Method 135.1, after the last coat of lacquer has dried 24 h.

pendant une période comprise entre 30 min et 2 h, recouvrir d'une couche de finition la moitié inférieure de la plaque (ayant reçu une couche d'impression) au moyen de deux couches de vernis-laque d'essai normalisé (méthode 150.4), la seconde couche étant appliquée 30 min après la première. Chaque couche supérieure de vernis-laque doit être appliquée en un feuil sec de 15 à 18 µm d'épaisseur. Déterminer l'adhérence de l'enduit pour préparation à la plaque et à la couche supérieure du système conformément à la méthode 135.1, après séchage de 24 h de la dernière couche de vernis-laque.

NOTES

REMARQUES

Options — The following options provided in this standard should be specified in application of this standard:

Options — Les options suivantes qui sont prévues dans la présente norme devraient être précisées lors de son application:

- a. Type of packaging (par. 5.2.1)
- b. If components to be packed in other than one carton (par. 5.2.3)
- c. If packing to be other than to normal commercial practice (par. 5.3)
- d. If special samples required (par. 6.1.2)
- e. If a qualified product is required (par. 7.3)

- a. type de conditionnement (al. 5.2.1);
- b. si les constituants doivent être emballés dans plus d'un carton (al. 5.2.3);
- c. si l'emballage diffère des usages commerciaux (par. 5.3);
- d. si des échantillons spéciaux sont exigés (al. 6.1.2);
- e. si un produit agréé est exigé (par. 7.3).

Intended Uses

Utilisations prévues

Vinyl pretreatment coating complying with this standard is intended for use as a pretreatment or tie-coat to improve the adhesion of coatings to metals. For use in vinyl systems such as on sandblasted or sandwashed ship bottoms, the pretreatment must always be used prior to application of 1-GP-122 primer.

L'enduit aux résines vinyliques de préparation conforme à la présente norme est destiné à être utilisé comme couche de liaison pour améliorer l'adhérence des enduits aux métaux. Lorsqu'il est destiné à servir dans les systèmes vinyliques tels que ceux appliqués sur les carènes de navire décapées ou lavées au sable, l'enduit de préparation doit toujours être utilisé avant l'application de la peinture d'impression (F)1-GP-122.

This coating may be used as a tie-coat over 1-GP-171 prior to topcoating.

L'enduit peut être utilisé comme couche de liaison sur (F)1-GP-171 avant l'application de la couche de finition.

This coating may also be used under 1-GP-48 and 1-GP-132 primers, and under 1-GP-183 coating.

L'enduit peut être utilisé sous les peintures d'impression (F)1-GP-48 et (F)1-GP-132 et sous l'enduit (F)1-GP-183.

Although vinyl pretreatment coating is compatible with bituminous coatings, it need not be used with bituminous materials that have good adhesion by themselves.

Même si l'enduit aux résines vinyliques de préparation est compatible avec les enduits bitumineux, il n'est pas nécessaire de l'utiliser avec des produits bitumineux qui ont une bonne adhérence.

When necessary, 1-GP-121 mixed coating may be thinned with 1-GP-164 solvent in the proportion necessary to obtain the required film thickness. Equipment used in applying the coating may be cleaned with 1-GP-164 solvent.

Si nécessaire, l'enduit mélangé (F)1-GP-121 peut être dilué avec le solvant (F)1-GP-164 dans la proportion nécessaire pour obtenir l'épaisseur de feuil requise. L'équipement utilisé pour l'application de l'enduit peut être nettoyé avec le solvant (F)1-GP-164.

7.2.6 Magnesium parts used with aluminum and other metals must have a pretreatment with 31-GP-110 conversion coating, or other durable masking agent, to prevent direct contact between the primer and magnesium surfaces, before application of 1-GP-121 wash primer.

Les pièces en magnésium utilisées avec de l'aluminium et d'autres métaux doivent recevoir un revêtement chimique conforme à la norme (F)31-GP-110, ou un autre revêtement isolant durable, pour prévenir le contact direct entre la peinture d'impression et les surfaces en magnésium, avant l'application de la peinture primaire réactive (F)1-GP-121.

7.3 Product Qualification (Federal Government) — The federal government administers a qualification program for products to this standard. Information of this program, and on procedures for products qualification may be obtained from:

Agrément des produits — Gouvernement fédéral — Le gouvernement fédéral administre un programme d'agrément des produits conformes à la présente norme. Les demandes de renseignements sur ce programme et sur la procédure d'agrément doivent être envoyées à l'adresse suivante:

Director General Quality Assurance,
Department of National Defence,
Ottawa, Ontario
K1A 0K2

Directeur général Assurance de la qualité,
Ministère de la Défense nationale
Ottawa (Ontario)
K1A 0K2

7.4 Related CGSB Standards, as to use in the system:

Normes ONGC connexes quant à l'usage dans le système:

- 1-GP-122 — Primer, Vinyl, Anticorrosive
- 1-GP-123 — Paint, Vinyl, Antifouling, for Ship Bottoms
- 1-GP-171 — Coating, Inorganic Zinc
- 1-GP-172 — Paint, Vinyl, Antifouling, Black
- 1-GP-173 — Enamel, Vinyl-Alkyd, Exterior, Flat Black
- 1-GP-182 — Paint, Vinyl, Exterior
- 1-GP-183 — Coating, Zinc Rich, Epoxy

- 1-GP-122 — Peinture pour couche primaire, aux résines vinyliques, anticorrosion
- 1-GP-123M — Peinture aux résines vinyliques antialissure, pour carènes
- (F)1-GP-171 — Revêtement par peinture au zinc minéral
- (F)1-GP-172 — Peinture aux résines vinyliques, antialissure, noire
- (F)1-GP-173 — Peinture, émail pour couche primaire aux résines vinyliques — alkydes, d'extérieur, noir mat
- (F)1-GP-182 — Peinture à la résine vinylique pour l'extérieur
- (F)1-GP-183 — Enduit riche en zinc, aux résines époxydiques

7.5 Other Related Specifications

Autres normes connexes

7.5.1 U.S. Military Specification MIL-C-8514, Coating Compound, Metal Pretreatment, Resin-Acid.

U.S. Military Specification MIL-C-8514, Coating Compound, Metal Pretreatment, Resin-Acid.

7.5.2 U.S. Military Specification MIL-P-15328, Coating, Pretreatment (Formula No. 117 for Metals).

U.S. Military Specification MIL-P-15328, Coating, Pretreatment (Formula No. 117, for Metals).

7.6 The publication referred to in par. 2.1.1 is obtainable from the Canadian Specifications Board.

La publication mentionnée à l'al. 2.1.1 est diffusée par par l'Office des normes du gouvernement canadien.

7.7 The publication referred to in par. 2.1.1 is obtainable from the American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa., 19103, U.S.A.

La publication mentionnée à l'al. 2.1.2 est diffusée par l'American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa., 19103, U.S.A.

7.8 The publications referred to in par. 2.1.3 and 2.1.4 are obtainable from DSS Publishing Centre, Printing and Publishing, Ottawa, Canada. K1A 0S9.

Les publications mentionnées aux al. 2.1.3 et 2.1.4 sont diffusées par le Centre MAS de l'édition, Impimerie et Édition, Ottawa, Canada K1A 0S9.

ANALYSE DES SOLVANTS PAR CHROMATOGRAPHIE – (GAZ-LIQUIDE)

Objet – La présente méthode permet de déterminer la composition de mélanges de solvants par chromatographie (gaz-liquide).

Résumé – Un étalon interne est ajouté au produit soumis à l'essai et le mélange est dilué avec un solvant approprié. Une quantité aliquote du produit dilué est introduite dans une colonne chromatographique à gaz maintenue dans des conditions isothermes. La concentration de chaque constituant est déterminée en fonction de courbes d'étalonnage obtenues à partir de mélanges de solvants synthétiques qui ont subi le même traitement.

Appareillage et matériaux – Généralités

Chromatographe – Chromatographe gaz-liquide muni d'un détecteur à ionisation de flamme pourvu que le système soit suffisamment sensible pour déceler 0.01% d'un solvant d'un enregistreur capable de reporter des variations d'au moins 2 mm lorsque le rapport minimal signal/bruit est de 5 à 1. On peut utiliser d'autres détecteurs qui satisfassent à cette exigence.

Colonne – Tube en acier inoxydable ou en verre rempli d'un matériau support solide dont la granulométrie est généralement comprise entre 60 et 80 (250-180 μm) et qui a été soumis à une phase liquide assurant une bonne séparation des constituants. On peut obtenir les colonnes dans le commerce ou les préparer selon la méthode classique de barbotine et d'évaporation décrite dans la publication Anal. Chem., vol. 35, n° 4, p. 592, avril 1963. La méthode E 260 de l'ASTM intitulée "Recommended Practice" contient des renseignements utiles sur les matériaux et la préparation des colonnes.

Micro-seringue – Micro-seringue d'une capacité maximale de 10 μL .

Enregistreur – Potentiomètre enregistreur ayant une déflexion d'échelle totale de 10 mV ou moins et un temps de réponse d'échelle totale de 2 s ou moins. L'utilisation d'un intégrateur améliore la mesure des aires de pics.

Étalons – Des échantillons étalons des constituants sont requis aux fins d'identification par temps de rétention. On peut utiliser des étalons internes spécifiques pour les déterminations quantitatives.

Mode opératoire – Généralités

Conditionnement – Fixer une extrémité des colonnes qui viennent d'être remplies ou achetées au côté admission de l'appareil, l'autre extrémité de la colonne étant libre. Faire passer le gaz vecteur dans la colonne qui se trouve à la température ambiante et élever la température à raison de 10°C/min jusqu'à ce qu'elle dépasse la température maximale de détermination de 25°C. Maintenir cette température pendant 1 h afin de débarrasser la colonne de toute matière volatile qui risquerait de modifier les résultats des déterminations ultérieures.

Mode opératoire – Installer la ou les colonne(s) dans le chromatographe et déterminer les conditions de l'appareil et la taille de l'échantillon requises pour obtenir la sensibilité et la résolution voulues. Régler l'atténuation de façon que les hauteurs de pic soient comprises entre 25 et 95% de l'échelle du graphique.

Étalonnage – Étalonner la colonne et le chromatographe en fonction des produits qui doivent être identifiés. Déterminer le temps de rétention relatif en injectant de petites quantités de chaque constituant ou des mélanges de composition connue. L'aire située sous chaque pic du chromatogramme correspond à la mesure quantitative du mélange correspondant. L'aire relative est proportionnelle à la concentration seulement si la réponse du détecteur est identique pour tous les constituants du produit. En cas d'utilisation de détecteurs à ionisation de flamme à conductibilité thermique, en général, la réponse aux divers constituants diffère considérablement. On peut corriger cette différence de réponse en utilisant des facteurs de réponse relatifs obtenus en injectant des constituants purs ou des mélanges connus et en mesurant la réponse à ces produits.

Mesure des aires des pics – On peut mesurer les aires des pics au moyen d'intégrateurs, de planimètres, de méthode de la triangulation ou de découpage dans le papier. L'intégration est la méthode la plus précise.

Analyse du diluant pour revêtements aux résines vinyliques 1-GP-124M

Matériaux – Benzène de qualité réactif, éthanol (95% ou absolu) et toluène. Méthylisobutylcétone de qualité pur (ASTM D 1153)

Étalon – n-octane, 99 + mol %

MÉTHODE 28.5

Appareillage

Colonnes — Tube de 1.8 m et de diamètre extérieur de 6.3 mm (Voir Appareillage et matériaux — Généralités) rempli de phtalate de diisodécyle à 5% et d'un dérivé organique de bentonite* à 5% déposés sur un support constitué de silice** d'infusoires calcinée lavée non acide dont la granulométrie est comprise entre 60 et 80.

Étalonnage — Préparer cinq mélanges étalons de toluène et de méthylisobutylcétone selon les rapports en volume suivants mesurés avec précision: 60:40, 55:45, 50:50, 45:55 et 40:60. Préparer une solution de benzène à 10% en volume dans l'éthanol. Verser 4.00 mL des mélanges étalons susmentionnés dans cinq fioles volumétriques de 10 mL, à raison d'un mélange-étalon par fiole. Ajouter dans chaque fiole 2.00 mL de n-octane et au mélange à volumes égaux 1.00 mL de la solution de benzène à 10%. Diluer chaque mélange avec de l'éthanol jusqu'à obtention du volume requis et bien mélanger. Actionner l'appareil en respectant les conditions prescrites au tableau correspondant à l'analyse*** du diluant conforme à la norme 1-GP-124M. Après obtention d'une ligne de base stable réglée au zéro, injecter 1 µL de chaque mélange étalon. Obtenir un chromatogramme pour chaque mélange, en changeant, au besoin, l'atténuation de façon à pouvoir enregistrer les pics. Mesurer les aires des pics sur chaque chromatogramme. Pour chaque mélange étalon, calculer les rapports des aires des pics obtenus à partir du méthylisobutylcétone et du toluène à l'aire de l'étalon interne. Porter les résultats sur un graphique par rapport à la concentration respective de méthylisobutylcétone et de toluène contenue dans les mélanges étalons afin d'obtenir des courbes d'étalonnage.

Analyse — Transvider 4.00 mL de l'échantillon dans une fiole volumétrique de 10 mL, ajouter 2.00 mL de n-octane et diluer avec de l'éthanol jusqu'à obtention du volume requis. Bien mélanger. Dans les mêmes conditions d'appareillage que pour l'étalonnage, injecter 1 µL de l'échantillon dilué. Obtenir un chromatogramme en changeant, au besoin, l'atténuation de façon à pouvoir enregistrer les pics. Mesurer les aires des pics et calculer les rapports des aires des pics obtenus à partir du méthylisobutylcétone et du toluène à l'aire du n-octane. Interpoler les concentrations de méthylisobutylcétone et de toluène à partir des courbes d'étalonnage. Au cas où la présence de benzène est détectée séparément, injecter 2 µL de l'échantillon dilué et 2 µL du mélange à volumes égaux contenant du benzène. Estimer la teneur en benzène de l'échantillon à partir des pics de benzène apparaissant sur les chromatogrammes.

Précision

Répétabilité — La différence entre deux déterminations effectuées par le même opérateur d'un laboratoire où des déterminations successives ont été exécutées, ne doit pas dépasser 3.5% absolus pour le méthylisobutylcétone et 0.9% absolu pour le toluène lorsque la teneur de ces deux produits correspond à environ 50%.

Analyse du diluant pour revêtement aux résines époxydiques 1-GP-197M

Matériaux — Benzène de qualité réactif, éthanol (95% ou absolu) et xylène. Méthylisobutylcétone de qualité pur (ASTM D 1153) et acétate de 2-éthoxyéthyle (ASTM D 331).

Étalons — n-octane, 99 + mol % et undécane.

Appareillage — Voir norme 1-GP-124M.

Détermination du benzène

Étalonnage — Verser 0.20, 0.50, 1.00 et 1.50 mL de benzène respectivement dans quatre fioles volumétriques de 100 mL et diluer avec de l'éthanol jusqu'à obtention de 100 mL. Bien mélanger. Actionner l'appareil en respectant les conditions prescrites au tableau correspondant à l'analyse du diluant 1-GP-197M. Après obtention d'une ligne de base stable réglée au zéro, injecter séparément 1 µL de chaque étalon. Obtenir un chromatogramme pour chaque étalon en changeant l'atténuation, au besoin, de façon à pouvoir enregistrer les pics. Mesurer l'aire des pics et la représenter graphiquement par rapport à la concentration du benzène afin de tracer la courbe d'étalonnage.

* Le bentone 34 vendu par Enelchem Products satisfait à cette exigence.

** Chromasorb W. NAW fabriqué par Johns-Manville Co. satisfait à cette exigence.

*** Dans ces conditions opératoires, les constituants ont les temps de rétention suivants par rapport à l'éthanol: benzène 1.8, n-octane 2.1, toluène 3.0, méthylisobutylcétone 3.5.

Analyse — Dans les mêmes conditions d'appareillage que pour l'étalonnage, injecter 1 μ L de l'échantillon. Obtenir un chromatogramme en changeant l'atténuation au besoin, de façon à pouvoir enregistrer les pics. Examiner le chromatogramme pour déceler les pics présentant un grand intérêt et au cas où du benzène est présent*, mesurer l'aire du pic correspondant. Déterminer la concentration de benzène à partir de la courbe d'étalonnage.

Analyse du solvant

Étalonnage — Préparer un mélange étalon constitué de méthylisobutylcétone, de xylène et d'acétate de 2-éthoxyéthyle selon le rapport en volume exact de 20:20:10. Préparer un mélange d'étalons internes constitués de n-octane et d'undécane suivant le rapport exact de 20:6. Verser 4.00, 4.50, 5.00 et 5.50 mL des mélanges étalons respectivement dans quatre fioles volumétriques de 10 mL. Ajouter à chaque fiole 2.60 mL du mélange étalon interne et diluer chaque mélange avec de l'éthanol jusqu'à obtention du volume requis. Bien mélanger. Actionner l'appareil en respectant les conditions prescrites pour l'analyse** du diluant 1-GP-197M. Après obtention d'une ligne de base stable réglée au zéro, injecter séparément 1.5 μ L de chaque solution étalon. Obtenir un chromatogramme pour chaque mélange en changeant l'atténuation au besoin, de façon à pouvoir enregistrer les pics. Mesurer l'aire des pics sur chaque chromatogramme. Calculer pour chaque solution étalon les rapports des aires des pics obtenues à partir du méthylisobutylcétone et du xylène à l'aire du n-octane et le rapport de l'aire de l'acétate de 2-éthoxyéthyle à celle de l'undécane. Représenter les résultats sur un graphique par rapport aux concentrations respectives de méthylisobutylcétone, de xylène et d'acétate de 2-éthoxyéthyle dans les solutions étalons afin d'obtenir les courbes d'étalonnage.

Analyse — Transvider 5.00 mL de l'échantillon dans une fiole volumétrique de 10 mL, ajouter 2.60 mL du mélange étalon interne et diluer avec de l'éthanol jusqu'à obtention du volume requis. Bien mélanger. Dans les mêmes conditions d'appareillage que pour l'étalonnage, injecter 1.5 μ L de l'échantillon dilué. Obtenir un chromatogramme en changeant, au besoin, l'atténuation de façon à pouvoir enregistrer les pics. Mesurer les aires des pics et calculer les rapports des aires du méthylisobutylcétone et du xylène à l'aire de n-octane et le rapport de l'aire de l'acétate de 2-éthoxyéthyle à celle de l'undécane. Interpoler à partir des courbes d'étalonnage les concentrations de méthylisobutylcétone, de xylène, et d'acétate de 2-éthoxyéthyle dans l'échantillon dilué. Multiplier par deux pour obtenir la concentration dans l'échantillon initial.

Précision

Répétabilité — La différence entre deux déterminations effectuées par le même opérateur d'un laboratoire où des déterminations successives ont été exécutées ne doit pas dépasser 0.1% absolu pour le méthylisobutylcétone, 1.5% absolu pour le xylène et 0.7% absolu pour l'acétate de 2-éthoxyéthyle lorsque les teneurs du méthylisobutylcétone et du xylène correspondent à environ 40% et celle de l'acétate de 2-éthoxyéthyle à environ 20%.

ANALYSE DU SOLVANT DU CONSTITUANT RÉSINE DE L'ENDUIT AUX RÉSINES VINyliQUES, POUR PRÉPARATION DES SURFACES MÉTALLIQUES (PEINTURE PRIMAIRE RÉACTIVE VINyliQUE) 1-GP-121M

Matériaux — Méthanol de qualité réactif, éthanol (absolu), n-butanol et isopropanol.

Étalon — T-butanol de qualité réactif.

Appareillage

Colonne — Tube de 1.8 et de diamètre extérieur de 6.3 mm (voir Appareillage et matériaux — Généralités) rempli d'un copolymère d'éthylvinylbenzène et de divinylbenzène*** de granulométrie comprise entre 80 et 100.

* Dans ces conditions opératoires, les constituants ont les temps de rétention suivants: benzène 1.6 min, méthylisobutylcétone 2.8 min, xylène (isomères) 4.1 et 5.0 min, acétate de 2-éthoxyéthyle 7.0 min.

** Dans ces conditions opératoires, les constituants ont les temps de rétention suivants par rapport à l'éthanol: benzène (si détecté), 1.3, n-octane 1.5, méthylisobutylcétone 2.0, xylène (isomères séparés incomplètement) 3.0 et 3.5, acétate de 2-éthoxyéthyle 4.8 et undécane 6.4

*** Le produit Porapak Q vendu par Waters Associates satisfait à cette exigence.

Centrifugeur

Échantillon

*difficile
Whisper n° 12
contient du t-butanol*

Préparation de l'échantillon — Peser avec précision environ 5 g du constituant résine et 3 g de t-butanol dans une fiole volumétrique de 50 mL. Diluer avec du méthanol jusqu'à obtention du volume requis et bien mélanger. Transvider environ 30 mL de la solution dans un tube centrifugeur de 35 mL à bouchon de verre. Centrifuger pendant 30 min environ à 2000 r/min approximativement jusqu'à ce que le pigment soit complètement déposé.

Détermination qualitative du solvant — Ajouter à 5 mL de la solution centrifugée 0.25 mL d'éthanol. Ajouter à une quantité égale de la solution centrifugée 0.25 mL d'isopropanol. Bien mélanger chacune des deux solutions. Actionner l'appareil en respectant les conditions prescrites au tableau correspondant à l'analyse de l'enduit 1-GP-121M. Après obtention d'une ligne de base stable réglée au zéro, injecter séparément 2 μ L de la solution centrifugée et de chaque mélange afin d'obtenir des chromatogrammes pour chaque produit. Comparer les trois chromatogrammes pour déceler les pics de l'éthanol et de l'isopropanol. Si l'échantillon contient de l'éthanol, le pic correspondant sera plus élevé sur le chromatogramme obtenu à partir de la solution à laquelle de l'éthanol a été ajouté. Si le mélange contient de l'isopropanol, un nouveau pic apparaîtra sur le chromatogramme obtenu à partir de la solution à laquelle une quantité aliquote d'éthanol a été ajoutée et inversement pour la solution à laquelle une quantité aliquote d'isopropanol a été ajoutée.

Étalonnage — Préparer des étalons contenant de l'éthanol ou de l'isopropanol ou les deux selon les résultats obtenus lors de la détermination qualitative. Peser avec précision 0.60, 1.00, 1.40 et 1.80 g de n-butanol et 2.20, 2.80, 3.40 et 4.00 g d'éthanol ou d'isopropanol respectivement dans quatre fioles volumétriques de 50 mL. Ajouter 3.00 g de t-butanol pesés avec précision dans chaque fiole, diluer avec du méthanol jusqu'à obtention de 50 mL et bien mélanger. Actionner l'appareil selon les conditions prescrites et injecter séparément 2 μ L de chaque étalon de façon à pouvoir obtenir un chromatogramme de chaque étalon. Mesurer l'aire des pics sur chaque chromatogramme. Calculer pour chaque solution étalon les rapports des aires des pics obtenus à partir de l'éthanol, de l'isopropanol et du n-butanol à l'aire du pic du t-butanol. Les porter sur un graphique en fonction des rapports de masse des matériaux par rapport à celle du t-butanol et tracer les courbes d'étalonnage.

Analyse — Dans les mêmes conditions d'appareillage que pour l'étalonnage, injecter 2 μ L de la solution centrifugée afin d'obtenir un chromatogramme. Mesurer les aires des pics et calculer les rapports des aires du n-butanol, de l'éthanol ou de l'isopropanol ou des deux à l'aire du t-butanol. Déterminer la masse des alcools présents dans l'échantillon à partir des courbes d'étalonnage, et à partir de la masse de l'échantillon, calculer le pourcentage en masse des constituants.

Précision

Répétabilité — La différence entre deux déterminations effectuées dans un laboratoire où des déterminations successives ont été exécutées ne doit pas dépasser 0.65% absolu pour le n-butanol, 0.8% absolu pour l'éthanol et 0.6% absolu pour l'isopropanol lorsque la teneur du n-butanol correspond à environ 17% et celle de l'éthanol et de l'isopropanol à 63%.

TABLEAU 1
CONDITIONS TYPIQUES POUR DÉTERMINATIONS DE SOLVANTS

	1-GP-124M	1-GP-197M	1-GP-121M
Températures, °C			
Colonne, isothermale	80	120	225
Orifice d'injection	205	200	225
Bloc détecteur	240	225	250
Débit du gaz vecteur, mL/min	30	40	40
Gaz du détecteur à ionisation de flamme			
Débit de l'hydrogène, mL/min	30	40	30
Débit de l'air, mL/min	300	300	300
Vitesse de déroulement du papier de l'enregistreur, mm/min	6	6	6
Taille de l'échantillon, μ L	1.0	1.5	2

MINISTÈRE DES TRANSPORTS



QTR A 102 180