

DENATURANTS COMPLETS ET ALCOOLS DENATURES DOSAGE DES CONSTITUANTS (CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE)

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination qualitative et quantitative des constituants du dénaturant complet seul ou en mélange dans l'alcool ; elle est bien entendu applicable au dénaturant type "REGIE" seul ou en mélange dans l'alcool.

Le dénaturant complet est constitué de 3,5 parties de "méthylène type REGIE" et de 1 partie d'alcool isopropylique à 91 % (en masse) non dénaturé.

Le "méthylène type Régie" est obtenu par carbonisation du bois. Il est constitué essentiellement de méthanol, il contient également d'autres alcools, des cétones, des esters méthyliques, des hydrocarbures benzéniques, de l'eau et des impuretés pyrogénées.

2.PRINCIPE

Le dosage s'effectue par chromatographie en phase gazeuse suivant la méthode de l'étalonnage interne.

3.APPAREILLAGE

3.1.CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE

à programmation de température, muni de deux détecteurs :

- un détecteur à ionisation de flamme air-hydrogène,
- un détecteur à conductibilité thermique.

3.2.COLONNE EN ACIER INOXYDABLE

- Diamètre intérieur : 2,10 mm.
- Longueur : 2 m.
- Phase stationnaire PORAPAK S.

3.3.COLONNE EN ACIER INOXYDABLE

- Diamètre intérieur : 2,10 mm.
- Longueur : 5 m.
- Phase stationnaire TCEP : [20 % de 1.2.3. Tris (2-cyanoéthoxy) propane FIRE BRICK 50/60 mesh].

3.4.INTEGRATEUR (FACULTATIF)

3.5.ENREGISTREUR POTENTIOMETRIQUE

3.6.BALANCE DE PRECISION

au dixième de milligramme.

3.7.DEUX FIOLES ERLLENMEYERS

de 25 ml à bouchon rodé.

3.8.PIPETTES CALIBREES

de 0,5 à 10 ml.

3.9.SERINGUE

de 1 µl.

4.REACTIFS

Les produits utilisés doivent tous être de qualité pour analyses.

4.1.METHANOL**4.2.ETHANOL ABSOLU****4.3.ISOPROPANOL****4.4.ISOBUTANOL****4.5.ACETONE****4.6.METHYLETHYLCETONE****4.7.ACETATE DE METHYLE****4.8.PROPIONATE DE METHYLE****4.9.ESSENCE A****4.10.ESSENCE C****4.11.EAU BIDISTILLEE.****4.12.TOLUENE****4.13.N-PROPANOL (ETALON INTERNE)**

Nota : Des composés tels que benzène, xylène, 2-pentanone, cétones en C5 peuvent être également nécessaires.

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DE LA SOLUTION SYNTHETIQUE

Peser, avec précision, dans un erlenmeyer de 25 ml, une quantité des différents solvants présumés entrer dans la composition du dénaturant complet (voir nota ci-après) ainsi que l'étalon interne. Boucher et agiter pour homogénéiser. A titre indicatif, le mélange synthétique peut avoir la composition suivante :

- eau : environ 1 gramme,
- isopropanol : environ 2,5 grammes,
- méthanol : environ 9,5 grammes,
- pour chaque autre constituant : de 0,2 à 0,3 gramme,
- étalon interne : 1 gramme.

Nota : Il est souhaitable de faire, préalablement, une identification qualitative dans différents constituants présents dans l'échantillon, à partir d'un mélange synthétique renfermant tous les constituants possibles (voir § 4.0).

5.2.PREPARATION DE L'ECHANTILLON A ANALYSER

Peser, avec précision, dans un erlenmeyer de 25 ml, environ 15 g du mélange à doser. Ajouter environ 1 g d'étalon, pesé exactement. Boucher et agiter pour homogénéiser.

5.3.ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse est réalisée en deux temps.

5.3.1.ANALYSE PAR DETECTION CONDUCTIMETRIQUE (DETECTEUR A CATHAROMETRE) REALISE SUR PORAPAK S

Conditions :

- température injecteur : 250 °C,
- température détecteur : 250 °C,
- température colonne : 120 °C pendant 3 minutes, puis montée à 240 °C à raison de 10 °C/min,
- catharomètre : intensité filaments 160 mA ; sensibilité 8 x 0,5 mV,
- gaz vecteur : hélium ; débit : 10 ml/min,
- quantité injectée : 0,5 µl.

Cette méthode permet le dosage de l'eau, du méthanol, de l'éthanol, de l'acétone, de l'isopropanol, du toluène (éventuellement du benzène et des xylènes).

Voir un exemple de chromatogramme en annexe 1.

5.3.2.ANALYSE PAR DETECTION A IONISATION DE FLAMME (FID) REALISEE SUR TCEP

Conditions :

- température injecteur : 200 °C,
- température détecteur : 220 °C,
- température colonne isotherme : 65 °C,
- sensibilité FID : 8 x 0,5 mV,
- gaz vecteur : azote,
- quantité injectée : 0,2 µl.

Cette méthode permet le dosage des autres constituants, en particulier l'acétate de méthyle et le méthyléthylcétone.

Voir un exemple de chromatogramme en annexe 2.

Nota : Dans certains cas, il est peut être nécessaire de faire appel à une troisième colonne de type SP 2100, d'une longueur de 6 mètres. Celle-ci doit alors être montée en parallèle à la colonne PORAPAK S.