

LIQUIDES POUR LAVE-VITRES ET LAVE-PROJECTEURS DOSAGE DU METHANOL

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Ce document est équivalent au document Renault D50 1654.

Il ne doit pas être modifié sans une consultation préalable du Service Normalisation de ce Groupe.

Il est conforme à l'accord intervenu entre ce Groupe et PSA Peugeot Citroën en Mars 1998.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination de la teneur en méthanol contenu dans les liquides pour lave-vitres ou pour lave-projecteurs.

Elle s'applique à des liquides dont la teneur en méthanol est inférieure à 10 %.

Nota : *La même démarche analytique utilisée pour doser le méthanol peut être réalisée pour l'isopropanol en tenant compte de sa densité propre dans les calculs.*

2.PRINCIPE

La présence de méthanol et l'absence de n.butanol, choisi comme étalon interne, sont préalablement vérifiées par couplage chromatographique phase gazeuse / spectrométrie de masse.

Le dosage de la teneur en méthanol est effectué par chromatographique phase gazeuse avec détection à ionisation de flamme.

3.EXEMPLE D'APPAREILLAGE

3.1.CHROMATOGRAPHE

en phase gazeuse VARIAN 3400 équipé de :

- AUTOSAMPLER 8035,
- INJECTEUR SPLIT/SPLITLESS 1077,
- DETECTEUR A IONISATION DE FLAMME.

3.2.FIOLES ERLLENMEYER

de 20 ml à bouchon rodé.

3.3.PIPETTES CALIBREES

de 0,5 ml et 10 ml.

3.4.LOGICIEL VARIAN STAR

(contrôle, acquisition et intégration).

3.5.BALANCE

précise au 1/10 mg.

4.SOLVANTS ET ETALONS

4.1.METHANOL

(pureté > 99,5 %) Densité 20/4 = 0,792.

4.2.ETHANOL ABSOLU

(pureté > 99,5 %) Densité 20/4 = 0,790.

4.3.ISOPROPANOL

(pureté > 99,5 %) Densité 20/4 = 0,785.

4.4.N-BUTANOL

(pureté > 98,5 %) Densité 20/4 = 0,810.

Nota : Toutes les densités doivent être connues.

5.PREPARATION DES SOLUTIONS

5.1.PREPARATION DE LA SOLUTION ETALON

A l'aide de pipettes (3.3) verser dans l'Erlenmeyer (3.2) :

- 0,5 ml de méthanol (4.1),
- 0,5 ml de n-butanol (4.4),
- 10 ml d'éthanol (4.2).

Fermer l'Erlenmeyer avec son bouchon rodé et agiter pour homogénéiser.

5.2.PREPARATION DE LA SOLUTION A DOSER

Peser l'Erlenmeyer (3.2) vide avec son bouchon.

A l'aide de la pipette (3.3) verser 10 ml de concentré de liquides lave-vitre ou liquide lave-projecteur à doser dans l'Erlenmeyer et peser avec le bouchon sur la balance (3.5).

A l'aide de la pipette (3.3) verser 0,5 ml de n-butanol dans l'Erlenmeyer, le fermer avec son bouchon rodé et agiter pour homogénéiser.

Nota : Si les solutions ne sont pas utilisées immédiatement, les conserver au réfrigérateur afin d'éviter toute perte de produit par évaporation.

6.MODE OPERATOIRE

6.1.REGLAGE DU CHROMATOGRAPHE

Colonne :

- Type SUPELCOWAX 10 de 30 m, diamètre 0,32 mm et film de 0,50 µm.

Gaz vecteur :

- Hélium qualité IC (référence AIR GAZ) débit 1,5 ml/min,
- Split 100 à 150 ml/min.

Programmation des températures du four :

- isotherme de 1 min. à 35 °C,
- gradient : 10 °C/min,
- isotherme de 2 min. à 50 °C,
- gradient : 20 °C/min,
- isotherme final de 2 min. à 250 °C.

Injecteur :

- température injecteur : 250 °C,
- insert de split.

FID :

- température détecteur : 250 °C,
- make up hélium : 30 ml/min,
- hydrogène qualité 5.6 : 30 ml/min,
- atténuation : 4,
- gamme de sensibilité (RANGE) : 11.

Autosampler 8035 :

- mode : multi,
- volume d'injection : 1 µl (séringue de 10 µl SGE),
- nombre de purges : 2,
- nombre d'injection par échantillon : 3.

Positionner les vials contenant les solutions et les étalons dans l'autosampler.

Intercaler un vial de rinçages (plot bleu devant) entre les échantillons et les étalons.

6.2.REALISATION DES ANALYSES

Remplir la liste d'échantillons (sample liste) et l'activer.

Démarrer la séquence (bouton start sur le chromatographe (3.1)).

Nota : Les chromatographes obtenus doivent être conformes à ceux de l'annexe.

7.EXPRESSION DES RESULTATS

7.1.DETERMINATION DU COEFFICIENT DE REPONSE K ENTRE LE PRODUIT A DOSER ET L'ETALON INTERNE

Nota : Le coefficient "K" (moyenne des trois injections) déterminé n'est valable que dans les conditions opératoires particulières adoptées pour l'essai.

Il est calculé à partir des chromatogrammes obtenus pour la solution étalon. Il est obtenu à l'aide de la formule suivante :

$$K = \frac{\sum_{i=1}^3 \frac{V_M \cdot S_B \cdot d_M}{V_B \cdot S_M \cdot d_B}}{3} \quad (\text{moyenne des 3 injections}).$$

dans laquelle :

- V_M = volume de méthanol, exprimé en millilitres (ml),