

HUILES MINERALES ANALYSE QUALITATIVE ET QUANTITATIVE

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet l'analyse complète des huiles minérales tous types et de leurs additifs. Dans le cas des huiles solubles, après élution de l'huile elle-même avec l'hexane puis le benzène, il faut augmenter les quantités des autres éluants utilisés et terminer la chromatographie avec l'eau.

2.PRINCIPE

On détermine qualitativement et semi-quantitativement chacun des constituants de l'huile. La séparation est réalisée par chromatographie sur colonne, l'identification par spectrométrie infrarouge.

3.REACTIFS ET APPAREILLAGE

- Hexane pour analyses.
- Benzène pour analyses.
- Ether diéthylique pour analyses.
- Acétate d'éthyle pour analyses.
- Acétone pour analyses.
- Alcool méthylique pour analyses.
- Gel de silice pour chromatographie sur colonne, granulométrie 70-230 mesh ou alumine neutre.

Remarque :

Dans certains cas particuliers, l'alumine permet souvent une élution plus rapide, mais il y a risque de décomposition plus rapide de certains additifs et absorption irréversible des sulfonates.

- Colonne de chromatographie (longueur 450 mm environ, diamètre 19 mm) avec ampoule et raccord rodé adaptable sur l'ampoule (voir schémas en annexe 1) pouvant être relié à une arrivée d'air comprimé.
- Entonnoir à petite tige effilée.
- Evaporateur rotatif.
- Ballons évaporateurs de 250 ml.
- Spectrographe infrarouge.

4.MODE OPERATOIRE

4.1.PRISE D'ESSAI

Peser environ 0,5 g d'huile. Le poids de la prise d'essai doit se situer entre 1/30 et 1/100 du poids d'absorbant de la colonne.

4.2.REMPLISSAGE DE LA COLONNE

Remplir la colonne avec de l'hexane. Au niveau du col rodé, on place un entonnoir à petite tige légèrement effilée, dans lequel on adapte un agitateur avec une extrémité en forme de goutte qui bouche le trou d'écoulement du cône de l'entonnoir. On remplit l'entonnoir d'absorbant et on imprime un léger mouvement de rotation de l'agitateur (voir annexe 2) de façon à obtenir un écoulement régulier de la poudre dans le liquide de la colonne. En même temps, on laisse écouler ce dernier par le robinet. Il faut régler les deux débits de telle manière que le niveau du liquide dans la colonne reste à peu près constant. Quand l'absorbant est au niveau voulu (environ 20 mm au-dessous de la surface du liquide), on ferme le robinet de la colonne, puis on introduit un disque de papier filtre de diamètre légèrement inférieur au diamètre intérieur de la colonne à travers le liquide surnageant. Ce disque se met de lui-même dans la position correcte.

4.3.MISE EN PLACE DE L'ECHANTILLON

Diluer la prise d'essai du § 4.1 dans 1 ou 2 ml d'hexane et après avoir ouvert le robinet de la colonne, la vider sur le haut de celle-ci au moment où le liquide surnageant arrive au niveau du papier filtre. Ce remplissage se fait soit au moyen d'une pipette, soit au moyen d'un entonnoir effilé. Rincer plusieurs fois les récipients utilisés avec de très petites quantités de solvant, les liquides de rinçage étant déposés avec les mêmes précautions sur la partie supérieure de la colonne.

4.4.ELUTION

Elle commence quand l'échantillon a juste pénétré dans la colonne. On utilise successivement, dans le cas des huiles :

- 100 ml d'hexane,
- 100 ml de benzène,
- 100 ml d'éther diéthylique,
- 100 ml d'acétate d'éthyle,
- 100 ml d'acétone,
- 100 ml d'alcool méthylique.

Le passage d'un éluant à un autre se fait progressivement, soit A et B deux de ces éluants. Quand la quantité indiquée de l'éluant A a pénétré dans la colonne, on fait passer successivement :

9 ml de A et 1 ml de B
 puis 7 ml de A et 3 ml de B
 " 5 ml de A et 5 ml de B
 " 3 ml de A et 7 ml de B
 et 1 ml de A et 9 ml de B

puis la quantité indiquée de l'éluant B.

Quand la chromatographie se fait sur alumine, supprimer l'acétone (formation de diacétone-alcool).

L'éluant est placé dans une ampoule adaptée à la colonne au moyen d'un rodage ; si l'écoulement est trop lent, on accélère par une faible pression d'air comprimé de façon à obtenir un bon débit moyen de l'ordre de 5 à 20 gouttes par minute d'éluant.

Les produits sont recueillis dans des ballons évaporateurs rotatifs tarés (solvants purs et fractions intermédiaires). On évapore les solvants à l'évaporateur rotatif et on repère les ballons. On fait ensuite les spectres infrarouges.