

**PRODUITS PETROLIERS
DOSAGE DE L'ESSENCE
DANS LES HUILES MOTEURS
METHODE D'ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE**

Page 1/7

Sans restriction d'utilisation**AVANT-PROPOS**

Cette norme est l'évolution de la norme ASTM D3525-93 permettant le dosage de l'essence dans les huiles moteurs usagées.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet d'évaluer les teneurs en essence > 0,1 % massique contenues dans les huiles moteurs usagées par chromatographie en phase gazeuse.

Cette méthode est limitée aux appareils chromatographiques gaz équipés d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) et d'un four programmable.

2.PRINCIPE

La technique utilisée est la chromatographie en phase gazeuse. Il s'agit de séparer l'essence de l'huile par chromatographie.

On dose l'essence par étalonnage et standard interne, le dodécane (C12).

3.REACTIFS

- Colonne remplie type : DEXSIL 300.
- Support solide pour colonne : type CHROMOSORB WAW^B.
- Gaz vecteur : Hélium.
- n-dodécane (C12) (pureté minimale à 99 %). (1)
- Essence prédistillée (coupe > 150 °C). (1)
- Huile neuve (ou "vieille" sur moteur mais exempte d'essence). (1)
- dichlorométhane pour analyse (rinçage de la seringue). (1)

Nota (1) : ATTENTION PRODUITS INFLAMMABLES ET TOXIQUES.

4. APPAREILLAGE

4.1. CHROMATOGRAPHE EN PHASE GAZEUSE

- **INJECTEUR** : Direct ou "On-Column". Il doit être capable de travailler au moins à 300 °C sans générer de points froids.
- **COLONNE** : Plusieurs types de colonnes peuvent être utilisés à conditions de respecter les critères suivants :
 - Tenue à haute température sans relargage de phase stationnaire (Bleeding).
 - Séparation des hydrocarbures dans l'ordre de leur point d'ébullition.
 - Résolution suffisante (voir § 6.3.).
- **FOUR A COLONNE** : Le système doit être capable de réaliser une programmation en température permettant d'aller de la température ambiante à 350 °C et de maintenir un palier à la température de 350 °C. La programmation doit être répétable ; pas de dérive > 0,1 minute sur le temps de rétention de chaque composé.
- **DETECTEUR** : On ne peut utiliser qu'un détecteur à ionisation de flamme (Flame Ionization Detector – FID). Sa sensibilité doit être suffisante pour détecter 1 % de n-dodécane avec l'obtention d'un pic d'une hauteur d'au moins 40 % de la pleine échelle de l'enregistreur. Il doit être capable de demeurer continuellement à une température équivalente à celle de la température finale de programmation de la colonne et ne pas générer de points froids. Quand on travaille à ce niveau de sensibilité, la stabilité du détecteur doit être telle que la ligne de base ne dérive pas plus de 1 % par heure.
- **CONTROLEUR DE DEBIT DE GAZ** : Ils doivent être suffisamment précis pour maintenir les débits stables pendant l'analyse. Pas de variation > 1 %.

4.2. ENREGISTREUR/INTEGRATEUR

Plusieurs types d'appareillages peuvent être utilisés. L'idéal est de privilégier l'utilisation d'un PC. Le dispositif doit être capable d'intégrer des surfaces de pics chromatographiques, de retraiter, de grouper ou d'inhiber ces derniers.

4.3. DISPOSITIF D'INJECTION

On utilise une seringue de 1 µl car on injecte 0,7 µl de produit. Par ailleurs, il est préférable d'utiliser un passeur automatique d'échantillons (avec une seringue de 10 µl), gain de temps et de répétabilité des profits chromatographiques.

4.4. FLACONS

On utilise des flacons de 15 cm³ pour la préparation des échantillons et des étalons.

5.EXEMPLE DE CONDITIONS CHROMATOGRAPHIQUES

- Pré-colonne : 1/8" vide – longueur 12 cm.
- Injection directe dans la pré-colonne.
- Colonne remplie 1/8" de 60 cm en phase DEXSIL 300^A sur CHROMOSORB WAW^B 80/100 mesh.
- Température initiale : 40 °C pendant 10 minutes.
- Rampe de température 1 : 6 °C/min jusqu'à 115 °C.
- Rampe de température 2 : 16 °C/min de 115 °C à 325 °C.
- Température finale : 325 °C pendant 10 minutes.
- Détecteur FID : 350 °C.
- Température de l'injecteur : 300 °C.
- Volume injecté : 0,7 µl.
- Débit d'hélium : 30 ml/min.

6.MODE OPERATOIRE

6.1.PREMIERE UTILISATION DE LA COLONNE

Faire une programmation en température du four jusqu'à température maximale de la colonne avec une rampe de 2 °C/min, faire des cycles pendant 12 heures.

6.2.CONDITIONNEMENT DE LA COLONNE

6.2.1.SI LA COLONNE N'A PAS ETE UTILISEE PENDANT UN LAPS DE TEMPS SUPERIEUR A 15 JOURS.

- Installer la colonne côté injecteur, ne pas la connecter au détecteur immédiatement.
- Vérifier la circulation de gaz vecteur.
- Appliquer le programme de température de 40 °C à 325 °C avec une rampe de 5 °C/min et un isotherme de 2 heures à 325 °C.
- Renouveler l'opération 3 à 4 fois.
- Connecter la colonne au détecteur.

6.2.2.SI UTILISATION QUOTIDIENNE

Avant utilisation chaque jour faire une programmation de montée en température du four dans les conditions analytiques.

Enregistrer le cycle et vérifier si la ligne de base est stable.

Renouveler cette opération si nécessaire.