

111 TRICHLOROETHANE DOSAGE DES STABILISANTS

Page 1/6

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode d'essai a pour objet de décrire le mode opératoire permettant la détermination du pourcentage de stabilisants contenu dans les 1.1.1 trichloroéthane.

2.PRINCIPE

L'analyse qualitative s'effectue par chromatographie en phase gazeuse, la détermination quantitative se fait par la méthode de l'étalon interne.

3.PRODUITS

Les solvants de référence seront de qualité pour analyse

- Ethanol (étalon interne)
- Alcool butylique tertiaire
- Nitrométhane
- Epoxybutane
- 2 - méthyl 3 - butène-ol
- 1.1.1 trichloroéthane exempt de stabilisants
- Trioxane
- Dioxane
- n-méthylpyrrole

4.APPAREILLAGE

- Chromatographe en phase gazeuse muni d'un détecteur à ionisation de flamme.
- Colonne de diamètre extérieur 1/8 de pouce, diamètre intérieur 2 mm, longueur 3 m.
- Remplissage de colonne : Porapak P 100 - 120 mesh.
- Seringue à liquide de 1 µl.
- Erlenmeyer de 10 ml.
- Système d'enregistrement : intégrateur calculateur ou enregistreur monovoie.

5. ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

(Voir chromatogramme type en annexe)

5.1. CONDITIONS OPERATOIRES

- Gaz vecteur azote.
- Débit du gaz vecteur en sortie de colonne : 25 ml/min.
- Température du four : isotherme à 135 °C.

5.2. PREPARATIONS DES ECHANTILLONS

5.2.1. SOLUTION SYNTHETIQUE

Peser avec précision une quantité des différents stabilisants présents dans le 1.1.1 trichloroéthane, équivalant à la teneur présumée dans les échantillons à analyser. Ajouter la quantité présumée de 1.1.1 trichloroéthane ainsi qu'un poids précis d'étalon interne (éthanol) dont la valeur sera la moyenne de celle des stabilisants.

5.2.2. ECHANTILLONS A DOSER

Peser avec précision dans un erlenmeyer de 10 ml environ 2 grammes de l'échantillon. Ajouter un poids d'étalon dont la valeur sera sensiblement la moyenne des stabilisant à doser.

5.3. DOSAGE

5.3.1. INJECTION

La quantité injectée sera d'environ 0,1 µl.

5.3.2. ANALYSE QUALITATIVE

L'identification des différents stabilisants se fera par comparaison de leur temps de rétention avec ceux des stabilisants connus d'un mélange synthétique.

5.3.3. ANALYSE QUANTITATIVE

Injecter successivement dans le chromatographe la solution synthétique puis l'échantillon à doser. Il est recommandé de faire de 3 à 5 injections de chaque solution, afin de pouvoir éliminer un résultat aberrant.