

ATMOSPHERES DES ATELIERS D'ELECTROPHORESE ANIONIQUE PRELEVEMENT ET DOSAGE DES SOLVANTS

Page 1/8

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de décrire le mode opératoire permettant de contrôler les teneurs en alcools et éthers de glycols (en particulier alcool butylique et éthers monoéthylique et monobutylique de l'éthylène-glycol) dans les atmosphères des ateliers ou étuves d'électrophorèse.

2.PRINCIPE

On fait barboter un volume adéquat et connu d'air à travers trois flacons absorbeurs placés en série et contenant de l'eau. Celle-ci retient les alcools et les éthers de glycols qui sont ensuite dosés par chromatographie en phase gazeuse.

3.APPAREILLAGE

3.1.POUR LES PRELEVEMENTS

(Voir schéma 1 en annexe 1)

- Trois flacons absorbeurs gradués de 250 ml avec tube d'admission muni d'une pastille frittée (voir schéma 2 en annexe 1).
- Trois béciers de 2 litres (en matière plastique de préférence).
- Pompe à membrane Reciprotor A/S.
- Robinet à pointeau.
- Compteur à gaz (compteur sec Gallus).
- Chariot de transport.

3.2.POUR L'ANALYSE

- Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme.
- Programmateur de température.
- Fioles jaugées de 50 ml.
- Pipettes de précision de 1 ml, 10 ml et 20 ml.
- Seringues de 1 l.
- Erlenmeyers de 25 ml à bouchons rodés.
- Colonne 10 % carbowax 20 M sur chromosorb W-AW 80-100 mesh longueur 6 mètres, diamètre 1/8 pouce.

4. PRODUITS UTILISES

- Eau distillée.
- Glace pilée.
- Etalon interne : éther monométhylque de l'éthylène glycol (méthylcellosolve).
- Acétone.
- Alcool éthylique.
- Alcool isopropylique.
- Alcool butylique.
- Alcool isobutylique.
- Ether monoéthylique de l'éthylène glycol (éthylcellosolve).
- Ether monobutylique de l'éthylène glycol (butylcellosolve).

Les solvants référencés ci-dessus seront de qualité pour analyse.

5. PRELEVEMENT

(Voir schéma 1 en annexe 1)

- Monter en série 3 flacons absorbeurs avec frittés après avoir versé 70 ml d'eau distillée dans le premier et 40 ml d'eau distillée dans chacun des deux autres.
- Les flacons sont placés dans les béciers et entourés de glace pilée ; le troisième flacon est relié au robinet à pointeau, suivent le compteur à gaz, puis la pompe à membrane (schéma 1 en annexe 1) ; on peut faire ce montage sur un chariot spécialement aménagé. Faire passer 150 à 160 litres d'air à travers les flacons absorbeurs avec un débit se situant entre 1 et 2 litres/minute.

6. PARTIE ANALYTIQUE

6.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS

6.1.1. SOLUTION D'ETALON INTERNE

- Verser 40 ml d'eau distillée dans une fiole jaugée de 50 ml. Peser avec précision. Ajouter 1 ml de l'étalon interne choisi (éther monométhylque de l'éthylène glycol).

Remarque :

L'étalon interne doit être un corps parent de l'un des corps à doser et doit avoir un temps de rétention voisin des constituants sans cependant interférer dans le dosage. Repeser. La différence ΔP entre les deux pesées donne le poids d'étalon interne dans la fiole (en milligrammes). Compléter à 50 ml avec de l'eau distillée. Agiter.

- Prélever (avec une pipette de précision) 5 ml de cette solution-mère et les verser dans une deuxième fiole jaugée de 50 ml. Compléter avec de l'eau distillée. Agiter.

1 ml de cette deuxième solution contient :

$$P_E = \frac{\Delta P}{10 \cdot 50} = \frac{\Delta P}{500} \text{ mg d'étalon interne}$$

6.1.2. PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR CHROMATOGRAPHIE

- Premier flacon absorbeur
Dans un erlenmeyer taré de 25 ml avec bouchon rodé, prélever avec une pipette de précision 10 ml de solution du flacon absorbeur 1. Ajouter (pipette de 1 ml) 1 ml de la deuxième solution d'étalon interne. Bien mélanger.
- Deuxième flacon absorbeur
Prélever 20 ml de solution du flacon absorbeur à l'aide d'une pipette de précision et les transvaser dans un autre erlenmeyer de 25 ml à bouchon rodé. Ajouter (pipette de 1 ml) 0,5 ml de la deuxième solution étalon.
- Troisième flacon absorbeur
En général il est inutile de recommencer l'opération pour le troisième flacon absorbeur qui ne doit contenir que des traces indosables. S'en assurer par injection chromatographique aux conditions définies plus loin.

6.2.ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

(Voir chromatogramme type en annexe 2)

Conditions de travail

- Gaz vecteur : azote 25 ml/min.
- Température de l'injecteur : 150 °C.
- Quantité injectée : 0,1 l.
- Température du four : programmation de température
 - Isotherme pendant 10 min à 60 °C, puis
 - Montée en 2 °C/min jusqu'à 90 °C, puis
 - Isotherme à 90 °C jusqu'à la fin d'analyse.

Il est recommandé de faire 5 injections de chaque mélange avec étalon interne afin de pouvoir éliminer un résultat aberrant.

Le facteur de correction de chacun des constituants à doser par rapport à l'étalon interne sera déterminé en injectant dans les mêmes conditions un mélange de cet étalon et des constituants, en quantités à peu près identiques à celles du mélange à doser.

6.3.EXPLOITATION DES CHROMATOGRAMMES

On utilisera de préférence un intégrateur calculeur avec imprimante, sinon on calculera la surface des pics en multipliant leur hauteur par leur largeur à mi-hauteur.