

**DOSAGE DES INHIBITEURS DE CORROSION
DANS LES ANTIGELS OU AUTRES FLUIDES
CHROMATOGRAPHIE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE**

Page 1/7

Sans restriction d'utilisation**1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION**

Cette méthode a pour objet la séparation et le dosage des inhibiteurs de corrosion (Benzotriazole, Tolutriazole et Acide Benzoïque) en milieux glycol en régime de gradient d'élution. Elle s'applique au dosage des inhibiteurs de corrosion dans les antigels ou autres fluides.

2.PRINCIPE

L'échantillon est injecté puis entraîné par un éluant. Les inhibiteurs de corrosion sont séparés sur une colonne puis détectés par UV à 254 nm et la surface intégrée est proportionnelle à la concentration en inhibiteurs détectés.

Le dosage est fait par étalonnage externe.

3.APPAREILLAGE**3.1.CHAÎNE CHROMATOGRAPHIQUE LIQUIDE HAUTE PERFORMANCE,**

comprenant :

- un passeur d'échantillons,
- une pompe à gradient,
- un détecteur à barrette de diodes,
- un micro-ordinateur.

3.2.PRECOLONNE LICHROART 4-4,

Lichrospher 100 RP 18 End Capped (5 μ) Référence MERCK 1.50962 ou autre colonne similaire.

3.3.COLONNE LICHROART 250-4,

Lichrospher 100 RP 18 End Capped (5 μ) Référence MERCK 1.50995 ou autre colonne similaire.

3.4.BALANCE DE PRECISION,

à 1 mg près.

3.5.FIOLES JAUGÉES,

de 10, 20, 25, 50, 100, 200 et 500 ml de classe A pour la préparation des étalons.

3.6.FIOLES JAUGÉES,

pour la préparation des éléments de 1 et 2 l de classe A pour la préparation des éluants.

3.7.PIPETTES DE PRECISION,

de 1, 2, 5, 10, 20 et 25 ml de classe A.

4.PRODUITS

4.1.REACTIFS

4.1.1.ACIDE FORMIQUE RP REFERENCE PROLABO 20318.297

4.1.2.ACETONITRILE REFERENCE MERCK 1.00030.2500

4.1.3.BENZOTRIAZOLE REFERENCE MERCK 8.22315.0100

4.1.4.TOLUTRIAZOLE

4.1.5.ACIDE BENZOÏQUE REFERENCE MERCK 8.22257.0100

4.1.6.EAU,

servant à la préparation des solutions, elle doit être dibistillée ou désionnisée (résistivité $\geq 18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$).

Nota : Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité "ultra purs".

5.MODE OPERATOIRE

5.1.PREPARATION DES ETALONS

5.1.1.SOLUTION MERE

Peser à 1 mg près avec la balance de précision (3.4) :

- 0,5 g de Benzotriazole (4.1.3.),
- 0,5 g de Tolutriazole (4.1.4.),
- 5 g d'acide Benzoïque (4.1.5.).

5.1.2.SOLUTIONS ETALONS

Dissoudre le Benzotriazole, le Tolutriazole et l'Acide Benzoïque dans un volume minimum d'Acétonitrile (4.1.2.), compléter à 500 ml avec de l'eau (4.1.6.). Diluer la solution mère au 1/2 et 1/5. Ces solutions étalons auront les concentrations suivantes :

Inhibiteur (mg/l)	Solution mère	Dilution 1/2	Dilution 1/5
Benzotriazole	1000	500	200
Tolutriazole	1000	500	200
Acide Benzoïque	10000	5000	2000

Nota : Les dilutions 1/2 et 1/5 sont préparées uniquement pour l'étalonnage.

5.2.PREPARATION DES ELUANTS

5.2.1.ELUANT A :

acide Formique (4.1.1.) en solution dans l'eau à 0,1 %.

5.2.2.ELUANT B :

eau (4.1.6.).

5.2.3.ELUANT C :

acétonitrile (4.1.2.)

5.3.ANALYSE

5.3.1.ANALYSE DE L'ECHANTILLON

Avant chaque série d'analyses, programmer l'injection d'une solution étalon, par exemple la solution mère, pour vérifier la réponse (en temps de rétention, forme des pics et surfaces intégrées).

- Programmer trois injections de l'échantillon à analyser. Si la concentration est trop élevée, diluer l'échantillon pour éviter la saturation du détecteur.

5.3.2.MISE EN PLACE DE LA CHAÎNE CHROMATOGRAPHIQUE

- Mettre en marche l'appareil en suivant les instructions.
- Laisser le système s'équilibrer, c'est-à-dire jusqu'à l'obtention d'une ligne de base stable.
- Lancer le programme d'élution.

5.3.3.PROGRAMMATION DU GRADIENT D'ELUTION

Etape	Temps (min)	Débit (ml/min)	Eluant		
			A (%)	B (%)	C (%)
1	0	1	100	0	0
2	5	1	100	0	0
3	35	1	0	0	100
4	45	1	0	0	100
5	55	1	100	0	0

5.4.REALISATION DE LA COURBE D'ETALONNAGE

Cette courbe doit être établie à la mise en service d'une colonne neuve et vérifiée après la visite annuelle d'entretien.

Pour cela :

- programmer au minimum trois injections de la solution mère et des dilutions 1/2 et 1/5,
- l'ordre de sortie des produits, à 254 nm est le suivant :
 - Benzotriazole, Tolutriazole, Acide Benzoïque (voir Annexe 1).

5.5.DETERMINATION DE L'EQUATION DE LA DROITE D'ETALONNAGE

Elle est de la forme $S = a.C + b$.

où S = surfaces intégrées et C = concentrations en mg/l. Les logiciels calculent directement les coefficients a et b .

Tracer les courbes d'étalonnage : $S = f(C)$ à l'aide du logiciel ou sur papier millimétré (voir Annexe 2).