

Notes explicatives de la nomenclature combinée de l'Union européenne

(2016/C 357/04)

En vertu de l'article 9, paragraphe 1, point a), du règlement (CEE) n° 2658/87 du Conseil ⁽¹⁾, les notes explicatives de la nomenclature combinée de l'Union européenne ⁽²⁾ sont modifiées comme suit:

À la page 138, l'annexe A aux notes explicatives du chapitre 27 est remplacée par le texte suivant:

«ANNEXE A

**MÉTHODE POUR DÉTERMINER LA TENEUR EN CONSTITUANTS AROMATIQUES DANS LES
PRODUITS DONT LE POINT FINAL DE LA DISTILLATION SE SITUE AU-DESSUS DE 315
DEGRÉS CELSIUS**

1. Champ d'application

La présente méthode d'essai a pour objet la détermination de la teneur en constituants aromatiques et non aromatiques dans les huiles minérales.

2. Définition

- 2.1. Constituants aromatiques: la partie de l'échantillon dissoute dans le solvant et adsorbée sur le gel de silice. Les constituants aromatiques peuvent contenir: des hydrocarbures aromatiques, des composés aromatiques-naphténiques condensés, des oléfines aromatiques, des asphaltènes, des composés aromatiques contenant du soufre, de l'azote, de l'oxygène et des composés aromatiques polaires.
- 2.2. Constituants non aromatiques: la partie de l'échantillon qui n'est pas adsorbée sur le gel de silice et qui est éluée par le solvant (par exemple hydrocarbures non aromatiques).

3. Principe de la méthode

L'échantillon, dissous dans du *n*-pentane, est soumis à la percolation dans une colonne chromatographique spéciale, remplie de gel de silice. Les constituants non aromatiques, élués avec du solvant, sont ensuite recueillis et dosés par pesage après évaporation du solvant.

Les échantillons insolubles dans le *n*-pentane sont dissous dans du cyclohexane.

4. Appareils et réactifs

Colonne chromatographique: celle-ci se compose d'un tube en verre dont les dimensions et la forme figurent dans le croquis ci-dessous. L'ouverture supérieure doit pouvoir être fermée par un joint en verre dont la surface plane dépolie est raccordée à la partie supérieure de la colonne par deux brides métalliques recouvertes de caoutchouc. La fermeture doit être parfaitement étanche pour l'application d'une pression d'azote ou d'air.

Gel de silice: d'une granulométrie égale ou supérieure à 200 mesh, il doit, avant son utilisation, être activé pendant sept heures dans une étuve à 170 degrés Celsius et être conservé dans un desiccateur pour refroidissement. Après activation, le gel de silice doit être utilisé dans un délai de quelques jours.

Solvant I *n*-pentane: degré de pureté de 95 % au minimum, exempt d'aromatiques.

Solvant II cyclohexane: degré de pureté de 98 % au minimum, exempt d'aromatiques.

5. Procédé 1 (colonne chromatographique 1)

Préparation de la solution de l'échantillon: dissoudre approximativement 3,6 g de l'échantillon (pesé avec précision) dans 10 ml de *n*-pentane (I). Si l'échantillon est insoluble dans le *n*-pentane, le dissoudre dans du cyclohexane. La détermination est alors réalisée avec du cyclohexane (II) et non avec du *n*-pentane (I).

Remplir la colonne chromatographique (colonne chromatographique 1) avec le gel de silice préalablement activé, jusqu'à environ 10 centimètres du ballon en verre supérieur, en tassant avec soin le contenu de la colonne au moyen d'un vibreur, afin de ne pas laisser de canalicules. Placer ensuite un tampon de laine de verre dans la partie supérieure de la colonne de gel de silice.

Humidifier préalablement le gel de silice avec 180 ml de solvant (I) ou (II) et appliquer par en haut une pression d'air ou d'azote jusqu'à ce que le niveau supérieur du liquide rejoigne le niveau supérieur du gel de silice.

Couper avec précaution la pression à l'intérieur de la colonne et introduire une quantité d'environ 3,6 g (exactement pesés avec une précision à 2 décimales) de l'échantillon dissous dans 10 ml de solvant (I) ou (II); rincer ensuite le béccher avec 10 ml de solvant (I) ou (II) supplémentaires que l'on introduit également dans la colonne.

⁽¹⁾ Règlement (CEE) n° 2658/87 du Conseil du 23 juillet 1987 relatif à la nomenclature tarifaire et statistique et au tarif douanier commun (JO L 256 du 7.9.1987, p. 1).

⁽²⁾ JO C 76 du 4.3.2015, p. 1.

Appliquer progressivement la pression en faisant couler goutte à goutte le liquide du tube capillaire inférieur de la colonne à une vitesse d'environ 1 ml par minute et recueillir ce liquide dans un ballon de 500 ml.

Lorsque le niveau du liquide contenant la substance à séparer rejoint le niveau supérieur du gel de silice, couper de nouveau la pression avec précaution et ajouter 230 ml de solvant (I) ou (II); remettre immédiatement la pression et faire descendre le niveau du liquide jusqu'à la surface du gel de silice en recueillant l'éluat dans le même ballon qu'auparavant.

Avant que le niveau du liquide contenant la substance à séparer rejoigne le niveau supérieur du gel de silice, vérifier la présence d'aromatiques dans l'éluat au moyen de la spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier (IRTF). Si l'éluat contient uniquement des hydrocarbures aliphatiques, ajouter à nouveau 50 ml de solvant (I) ou (II), après avoir coupé la pression. Répéter cette étape si nécessaire.

Faire évaporer la fraction recueillie, jusqu'à faible volume, dans une étuve à vide à 35 degrés Celsius ou dans un évaporateur à vide rotatif ou dans un appareil similaire, effectuer ensuite un transvasement quantitatif dans un bécher taré, en utilisant du solvant (I) ou (II).

Évaporer le contenu du bécher dans l'étuve à vide à 35 degrés Celsius jusqu'à poids constant (P). La différence entre les deux derniers poids ne doit pas excéder 0,01 g. Les deux pesées doivent être espacées d'au moins 30 minutes.

Le pourcentage en poids des constituants non aromatiques (A) est donné par la formule suivante:

$$A = P/P_1 \cdot 100$$

dans laquelle P_1 représente le poids de l'échantillon.

La différence par rapport à 100 est le pourcentage des constituants aromatiques absorbés par le gel de silice.

6. Précision de la méthode

Répétabilité: 5 %.

Reproductibilité: 10 %.

7. Procédé 2 (colonne chromatographique 2)

Préparation de la solution de l'échantillon: dissoudre approximativement 0,9 g de l'échantillon (pesé avec précision) dans 2,5 ml de *n*-pentane (I). Si l'échantillon est insoluble dans le *n*-pentane, le dissoudre dans du cyclohexane. La détermination est alors réalisée avec du cyclohexane (II) et non avec du *n*-pentane (I).

Remplir la colonne chromatographique (colonne chromatographique 2) avec du gel de silice préalablement activé, jusqu'à environ 2,5 centimètres du ballon en verre supérieur, en tassant avec soin le contenu de la colonne au moyen d'un vibreur, afin de ne pas laisser de canalicules. Placer ensuite un tampon de laine de verre dans la partie supérieure de la colonne de gel de silice.

Humidifier préalablement le gel de silice avec 45 ml de solvant (I) ou (II) et appliquer par en haut une pression d'air ou d'azote jusqu'à ce que le niveau supérieur du liquide rejoigne le niveau supérieur du gel de silice.

Couper avec précaution la pression à l'intérieur de la colonne et introduire une quantité d'environ 0,9 g (exactement pesés avec une précision à 2 décimales) de l'échantillon dissous dans 2,5 ml de solvant (I) ou (II); rincer ensuite le bécher avec 2,5 ml de solvant (I) ou (II) supplémentaires que l'on introduit également dans la colonne.

Appliquer progressivement la pression en faisant couler goutte à goutte le liquide du tube capillaire inférieur de la colonne à une vitesse d'environ 1 ml par minute et recueillir ce liquide dans un ballon de 250 ml.

Lorsque le niveau du liquide contenant la substance à séparer rejoint le niveau supérieur du gel de silice, couper de nouveau la pression avec précaution et ajouter 57,5 ml de solvant (I) ou (II); remettre immédiatement la pression et faire descendre le niveau du liquide jusqu'à la surface du gel de silice en recueillant l'éluat dans le même ballon qu'auparavant.

Avant que le niveau du liquide contenant la substance à séparer rejoigne le niveau supérieur du gel de silice, vérifier la présence d'aromatiques dans l'éluat au moyen de la spectroscopie infrarouge à transformation de Fourier (IRTF). Si l'éluat contient uniquement des hydrocarbures aliphatiques, ajouter à nouveau 12,5 ml de solvant (I) ou (II), après avoir coupé la pression. Répéter cette étape si nécessaire.

Faire évaporer la fraction recueillie, jusqu'à faible volume, dans une étuve à vide à 35 degrés Celsius ou dans un évaporateur à vide rotatif ou dans un appareil similaire, effectuer ensuite un transvasement quantitatif dans un bécher taré, en utilisant du solvant (I) ou (II).

Évaporer le contenu du bécher dans l'étuve à vide à 35 degrés Celsius jusqu'à poids constant (P). La différence entre les deux derniers poids ne doit pas excéder 0,01 g. Les deux pesées doivent être espacées d'au moins 30 minutes.

Le pourcentage en poids des constituants non aromatiques (A) est donné par la formule suivante:

$$A = P/P_1 \cdot 100$$

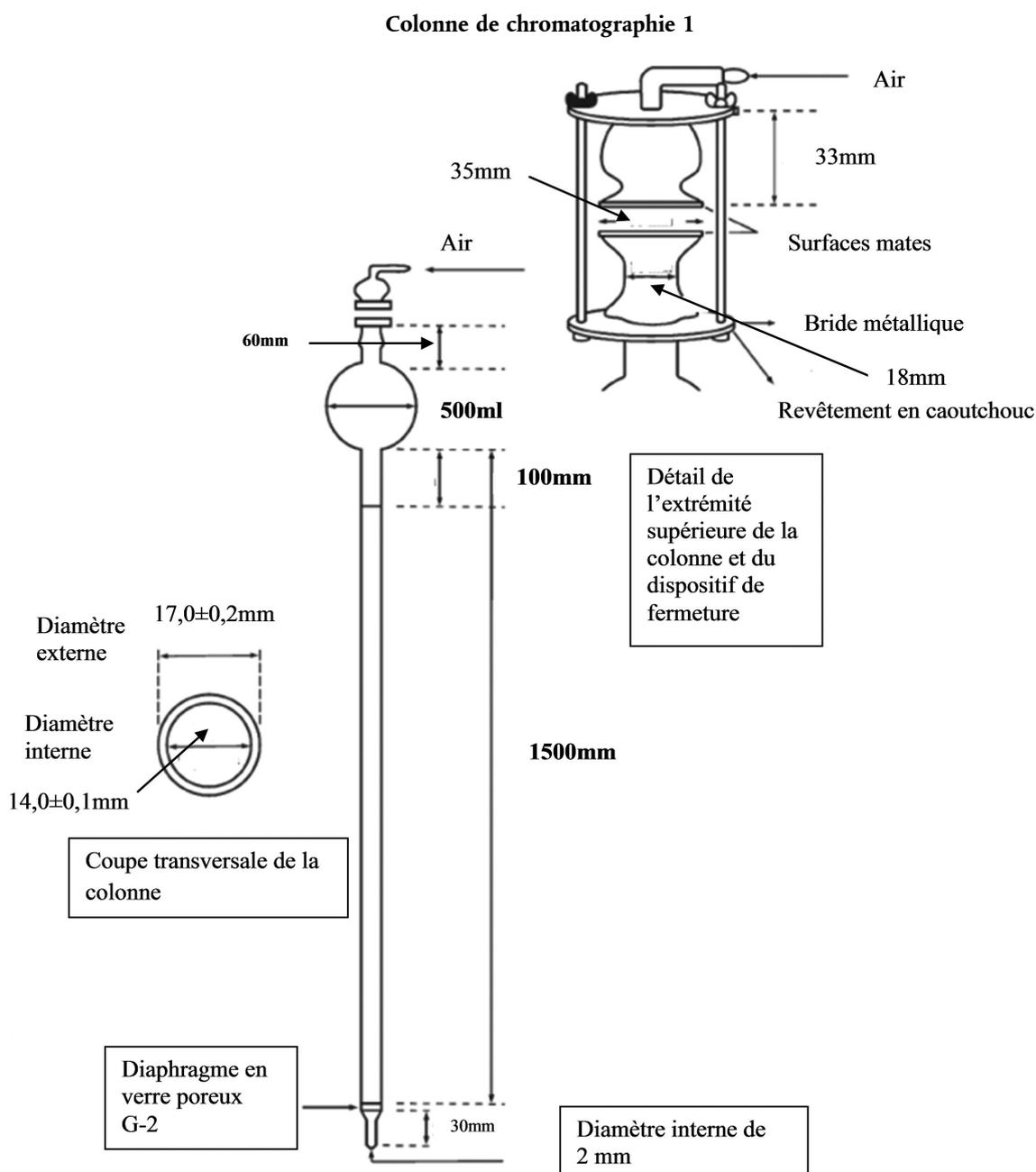
dans laquelle P_1 représente le poids de l'échantillon.

La différence par rapport à 100 est le pourcentage des constituants aromatiques absorbés par le gel de silice.

8. Précision de la méthode

Répétabilité: 5 %.

Reproductibilité: 10 %.



Colonne de chromatographie 2

