

~~611521~~

MÉTHODE D'EXTRACTION DU SOLVANT DES PEINTURES
À BASE DE RÉSINE ALKYDE ET DOSAGE DE LA
PARTIE AROMATIQUE PAR CHROMATOGRAPHIE
EN PHASE GAZEUSE

(Méthode de référence Pro-1CTCD et Pro-1ATCT)

CANQ
TR
GE
RC
128

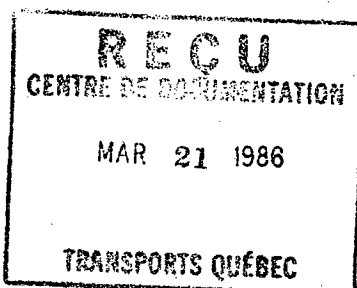
470 838

LABORATOIRE CENTRAL - MINISTÈRE DES TRANSPORTS

MINISTÈRE DES TRANSPORTS
CENTRE DE DOCUMENTATION
~~200, RUE DORCHESTER SUD, 7^e~~
~~QUÉBEC, (QUÉBEC)~~
~~G1K 5Z1~~

MÉTHODE D'EXTRACTION DU SOLVANT DES PEINTURES
À BASE DE RÉSINE ALKYDE ET DOSAGE DE LA
PARTIE AROMATIQUE PAR CHROMATOGRAPHIE
EN PHASE GAZEUSE

(Méthode de référence Pro-1CTCD et Pro-1ATCT)



Ministère des Transports
Centre de documentation
930, Chemin Ste-Foy
6^e étage
Québec (Québec)
G1S 4X9

SAINTÉ-FOY, 1^e 31 août 1984

MAM/fg

CANQ
TR
GE
RC
128

TABLE DES MATIÈRES

	<u>PAGE</u>
I- INTRODUCTION	1
II- MATÉRIEL REQUIS	1
III- PROCÉDURE D'EXTRACTION DU SOLVANT	1
IV- ANALYSE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE DES SOLVANTS DES PEINTURES AUX RÉSINES ALKYDES	8
V- CALCUL DU % DE LA FRACTION AROMATIQUE DES SOLVANTS DES PEINTURES AUX RÉSINES ALKYDES	14
ANNEXE	15

I- INTRODUCTION

Cette méthode a pour principal objectif de déterminer le pourcentage total en hydrocarbures aromatiques des solvants des peintures à base de résines alkydes. La méthode se divise en deux, soit l'extraction du solvant et le dosage de ses constituants par chromatographie en phase gazeuse.

II- MATÉRIEL REQUIS

Cette liste de matériel contient ce qui est sujet à épuisement et qui devrait être vérifié et commandé si des analyses considérables sont envisagées.

- 1- Standards - # 25C (Hydrocarbons Aromatics) et
 # 21C (Hydrocarbons C₆-C₁₉)
- 2- Bouteilles à septum 3,5 ml
- 3- Microseringue de 10 micro l
- 4- Bonbonnes de gaz carbonique (Hy-dry-syphon)
- 5- 2 colonnes: 20% N'N'-2 Cyano Ethyl Formamide On P Aw
 60/80 16' x .125" O.D. # 3 et # 4.

III- PROCÉDURE D'EXTRACTION DU SOLVANT

1- Agiter l'échantillon (un litre ou un quart de litre) durant environ deux minutes.

2- Peser la fiole de Engler avec son bouchon ainsi que le ballon de recueillement du solvant sur la balance précise au centième de gramme.

3- Prélever entre 13 et 18 cc de peinture dépendamment de sa densité.

4- Peser, au centième près, environ 15 grammes de peinture dans la fiole de Engler. (Peser la peinture avec le bouchon).

5- Peser 8 g de tricrésil phosphate dans la fiole (2).

6- Placer les deux ballons (7) et (2) sur le montage (voir figures 1, 2 et 6).

7- Préparer la glace carbonique (gros format) et placer celle-ci dans le bēcher isolé (1). Verser tranquillement du méthanol sur la glace sèche. Le mélange devrait atteindre une température de -70°C (-90 à 95°F). Si toute la glace sèche s'est dissoute lors du transvidage du méthanol, on devrait en ajouter. Il est important que le ballon soit immergé dans un bain de glace.

8- Placer la fiole de Engler (2) dans le bain de glace (1) à l'aide de l'élévateur variable (3) (voir figure 1).

9- Attendre 10 minutes environ, le temps que la peinture soit complètement gelée.

10- Allumer le réchaud du bain d'huile (9) à l'aide du rhéostat (4) et amener la température du bain à 155°C environ.

11- Préparer trois (3) grosses briques de glace sèche et placer les dans le réservoir (15) de l'appareil à réfrigération (14) dans 1 cm de méthanol (voir figures 3, 4 et 5).

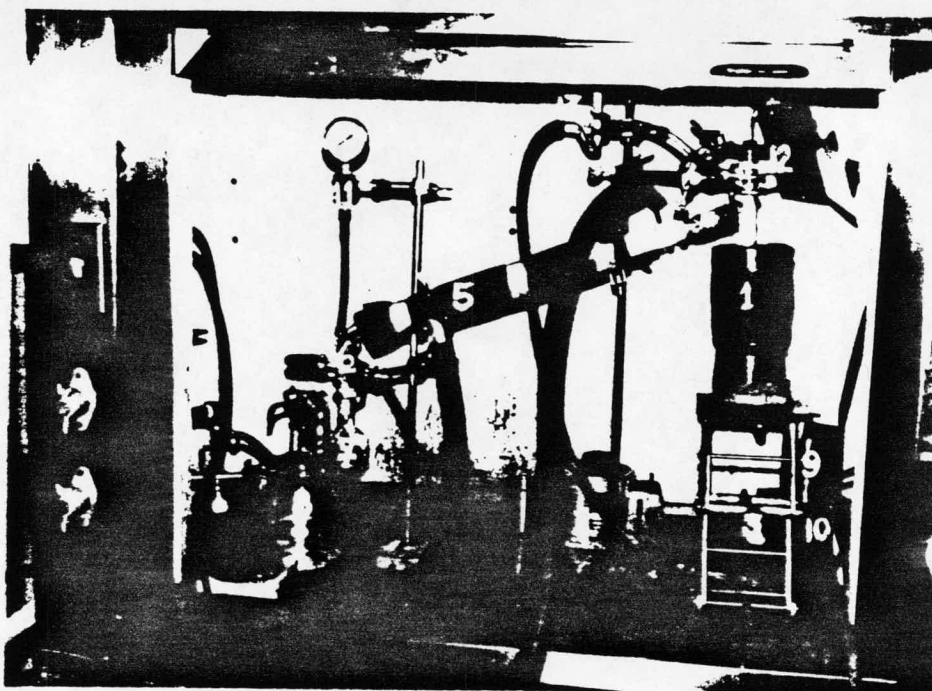


FIGURE 1: Montage à distillation. Congélation de la peinture aux résines alkydes. 1: bain de glace; 2: fiole de Engler de 125 ml; 3: élévateur à hauteur variable; 4: rhéostat; 5: réfrigérant; 6: coude à double paroi; 7: ballon à fond plat de 125 ml; 8: trompe à eau; 9: bain d'huile; 10: plaque chauffante; 11: manomètre à vide; 12: mirois; 13: valve d'admission d'air

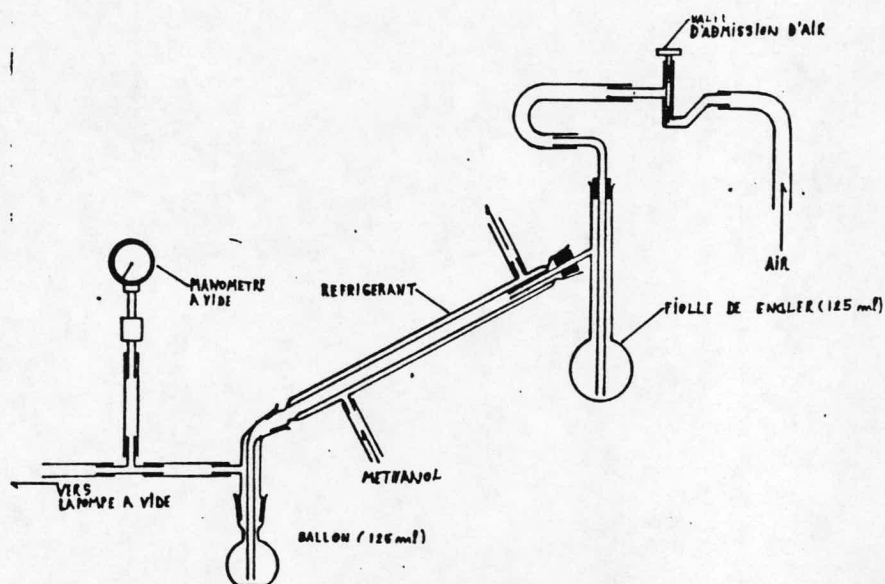


FIGURE 2: Schéma du montage à distillation



FIGURE 3: Appareil à réfrigération
(Model CCS2 Circulation flow)

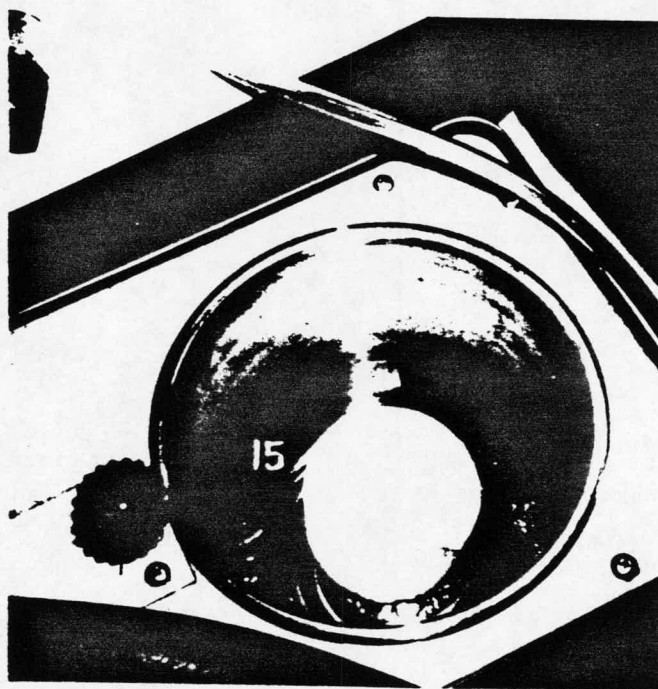


FIGURE 4: Réservoir de l'appareil à réfrigération;
il doit contenir environ 1 cm de méthanol

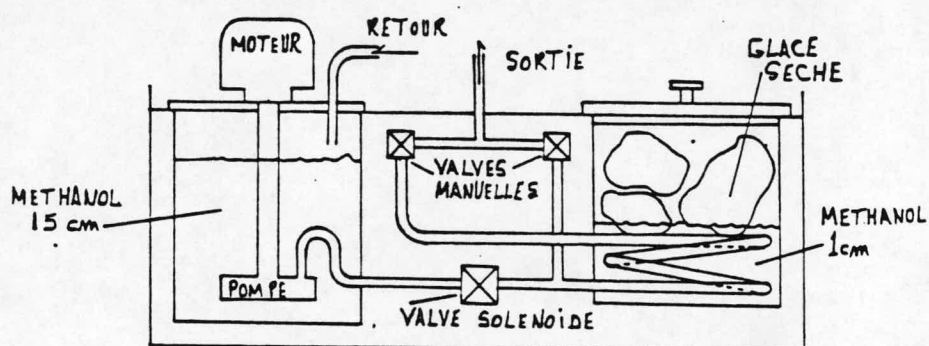


FIGURE 5: Schéma de l'appareil à réfrigération (model CCS2)

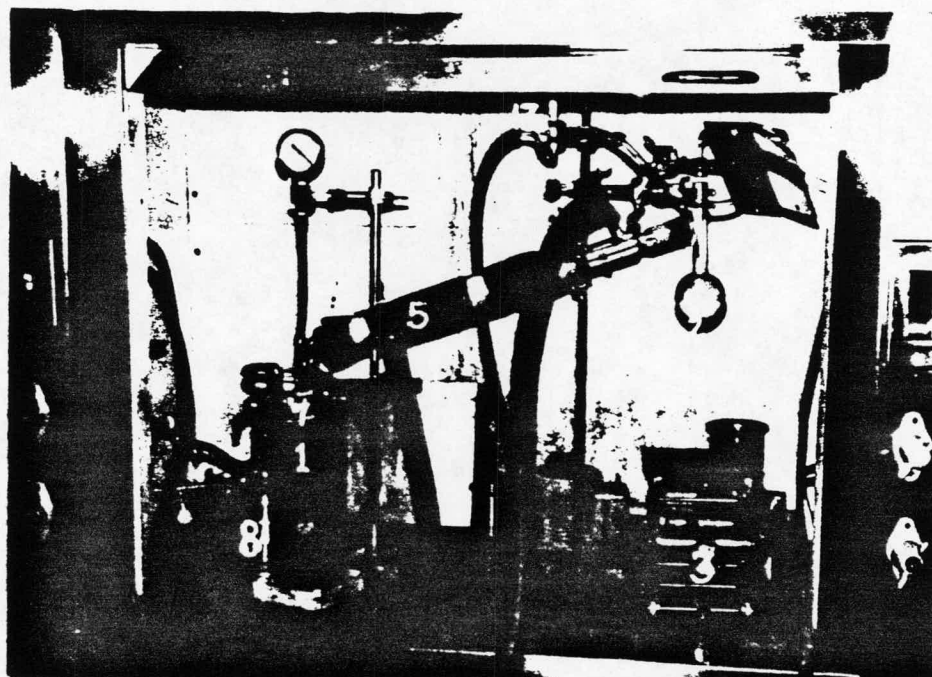


FIGURE 6: Montage à distillation. Transfert du bain de glace et liquéfaction lente de la peinture

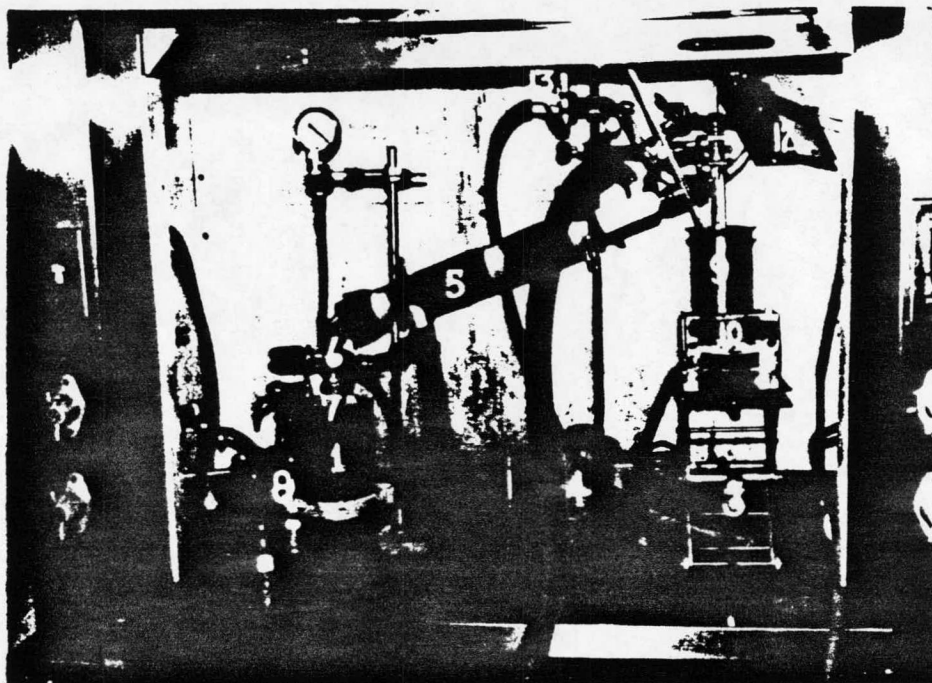


FIGURE 7: Montage à distillation. Montage en position de distillation

12- Fermer la valve (13) d'admission d'air du ballon (2)
(voir figure 6).

13- Faire le vide à l'intérieur du système en ouvrant la valve de
la trompe à eau (8) (position verticale) durant 5 minutes.

14- Fermer la valve de vide.

15- Sortir le ballon (2) de la glace et l'amener à la température
de la pièce.

16- Transférer le bain de glace (1) vers le ballon (7)
(voir figure 6).

17- Placer le bain d'huile sur l'élévateur (3) et réchauffer tranquillement la peinture au taux de 1°C/min. environ (voir figure 6).

18- Ouvrir la valve d'admission d'air (13) et ajuster le débit à 120 bulles/min. La pression à l'intérieur de ce tube doit toujours être supérieure à celle du système. Si cette condition n'est pas remplie, la peinture monte dans le tube et peut même atteindre la valve (13).

19- Attendre que l'ébullition se soit stabilisée, réouvrir la valve de vide et exercer celle-ci 10 minutes à intervalles de 5 minutes jusqu'à la fin de la distillation. La température finale de la distillation est environ 235°C. La durée totale de la distillation est d'environ 1,5 heure. À la fin de la distillation, la résine et le pigment sont figés dans le ballon (2) et ne présentent plus aucun mouvement d'ébullition.

20- Fermer la valve de vide de la trompe à eau (8).

21- Abaisser le bain d'huile (9) et sortir le ballon (7) du bain de glace.

22- Augmenter la pression du système en augmentant le débit d'air à l'aide de la valve (13). Ne pas réouvrir la valve de la trompe à eau (8) puisque cela risquerait de créer une pression plus grande que celle du tube d'admission d'air et ferait monter la résine restante dans ce tube.

23- Attendre que l'aiguille du manomètre soit à 0.

24- Essuyer et détacher les ballons, peser, prélever le solvant à l'aide d'une seringue à aiguille et placer dans une bouteille à septum.

25- Méthode de calcul du % de rendement en extraction.

$$\% \text{ de solvant} = \frac{\text{poids de solvant}}{\text{poids de peinture}} \times 100$$

$$\% \text{ de résidu} = \frac{\text{poids de résidu}^*}{\text{poids de peinture}} \times 100$$

$$\% \text{ de perte} = \frac{\text{poids de résidu} + \text{poids de solvant}}{\text{poids de peinture}} \times 100$$

- 100

*Soustraire le poids du tricrésil phosphate du poids final de la fiole de Engler.

IV- ANALYSE PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE DES SOLVANTS À FAIBLE ODEUR DES PEINTURES AUX RÉSINES ALKYDES

A) Mise en marche et calibration du VISTA 401

1- Appuyer sur la touche **START**

2- Faire **S T ENTER** et écrire l'heure et la date si cela n'est pas fait.

3- Faire **S C ENTER** et écrire **G C ENTER D S** et **ENTER** .

4- Introduire la disquette PRO-1CTCD (solvant de peinture).
Faire **D F ENTER** 3 fois pour connaître le contenu de la disquette.

5- Faire **START D L ENTER** . Écrire le nom de la méthode
P R O 1 - C T C D ENTER ENTER .

6- Pour changer la colonne, fermer les gaz du détecteur, soit l'air et l'hydrogène en soulevant le couvercle du dessus à droite et en fermant

les boutons noir et rouge marqués A.

7- Arrêter le gaz vecteur (hélium) en fermant le bouton situé au-dessus de ceux du détecteur (bouton chiffré) et le tourner vers la gauche jusqu'à résistance.

8- Programmer la température de la chambre à 34°C pour permettre de changer la colonne. Pour ce faire, commander

INST
STAT

 et

COL
TEMP

 sur le clavier à l'extrême gauche du VISTA 6000. Attendre la stabilisation de la température.

9- Sortir les deux colonnes 20% N'N'-2 Cyano Ethyl Formamide On P Aw 60/80 16' X .125" O.D. # 3 et # 4 (# indiqué au bout du ruban métallique). Dévisser délicatement à l'aide de la clef à molette et de la clef ouverte là où les colonnes précédentes. Installer la colonne # 3 du côté droit en introduisant le bout le plus long dans l'orifice de droite soit l'injecteur. Insérer l'autre bout dans l'orifice de droite près de la porte de la chambre. Répéter l'opération du côté gauche avec cette fois la colonne # 4.

10- Faire

INST
STAT

COL
TEMP

COL
TEMP

BACK

: col limit

1

5

0

ENTER

et

COL
TEMP

1

3

5

 .

11) Réouvrir le gaz vecteur et ajuster le débit du côté A à gauche à 38,5 ml/min. et celui du côté B à droite à 34,5 ml/min. (voir item 7 pour position), ce qui correspond en réalité à 30 ml/min. pour les deux colonnes. (Essais avec le débitmètre à bulle).

B) Préparation du mélange standard (STD-C)

Le mélange standard servira à mettre à jour les temps de rétention des produits de la table de pic de la méthode PRO-1CTCD (section 3, pages 2 et 3). Ces produits serviront de repères dans le groupement des hydrocarbures aliphatiques et aromatiques. Si le mélange standard est épuisé ou trop vieux, il doit être préparé comme suit à partir des boîtes de standards # 25 (hydrocarbures aromatiques) et # 21 (hydrocarbures C₆-C₁₉).

1- Peser précisément, dans une bouteille à septum vissable, environ .1000 g de n-nonane.

2- Répéter pour le n-décane, le n-undécane, le benzène, le m-xylène (.0500 g), le p-xylène (.0500 g), le n-propylbenzène, l'o-xylène et le n-hexylbenzène.

C) État (status) des instruments

1- Appuyer sur la touche **START** et **M R ENTER P R O -**
1 C T C D et 7 fois **ENTER** . Attendre 20 secondes environ et faire
START S O ENTER channel **1 ENTER** . Attendre que les instruments se stabilisent. Le voyant rouge "not ready" reste allumé tant que les instruments ne sont pas stabilisés. Si l'on veut modifier l'état des instruments ultérieurement, on fait **STATUS** channel **1** et on modifie la section 1 ou 2 selon les besoins. On ne peut cependant enregistrer la température limite de la colonne qui ne se fait que tel qu'indiqué à la section IV A) # 10.

D) Préparation de la ligne de base

La ligne de base est un "running" de la méthode PRO-1CTCD (ou autre) qui sert en fait une fois enregistrée à soustraire les valeurs de bruits de fond au chromatogramme réel. Les étapes sont les suivantes:

1- Appuyer sur la touche **START** . Faire **M** **R** **ENTER** .
Ecrire **P** **R** **O** **-** **1** **C** **T** **C** **D** **ENTER**.

2- Effectuer les commandes suivantes:

Monitor : **Y** (changé) **ENTER**

Run Type : **B** (changé) **ENTER**

Sample Id: **B** **L** **A** **N** **K** (changé) **ENTER**

Divisor : 1.0000 (inchangé) **ENTER**

AMT STD : 1.0000 (inchangé) **ENTER**

MLT PLR : 1.0000 (inchangé) **ENTER**

3- Faire **START** **S** **A** **ENTER** . Attendre que le moniteur indique **READY** .

4- Appuyer sur le déclancheur de l'orifice d'injection du côté gauche sans injecter quoi que ce soit.

5- Attendre 40.00 minutes, le temps programmé pour l'enregistrement de la ligne de base de cette méthode.

E) Calibration à l'aide du mélange standard STD-C (hydrocarbures aliphatiques et aromatiques)

1- S'assurer que le septum de l'injecteur de gauche est en bon état. On peut le vérifier une fois le débit du gaz vecteur ajusté

en vérifiant les manomètres situés sur la façade du VISTA 6000. À un débit de 30 ml/min., ils devraient se trouver tous les deux à 340 kPa. Si le septum est endommagé, la pression de la colonne A peut descendre au-dessous de 300 kPa. Cela a comme conséquence de déplacer les temps de rétention et de nuire à la reproductibilité des résultats. Il doit donc être changé en suivant la procédure expliquée au manuel d'opération du VISTA 6000.

2- Appuyer sur la touche **START** . Faire **M** **R** **ENTER** .
Écrire **P** **R** **O** **-** **1** **C** **T** **C** **D** **ENTER** .

3- Faire **ENTER** 6 fois et **START** **S** **A** **ENTER** . Attendre que le moniteur indique READY.

4- Prélever un (1) micro litre de solution de la bouteille de standard STD-C et injecter quand l'appareil est prêt.

5- Les nouveaux temps de rétention sont enregistrés dans la section 3, pages 2 et 3 de la méthode PRO-1CTCD et sur le chromatogramme. Attendre la fin de l'élution, soit 40.00 min.

6- Faire **START** **M** **C** **ENTER** **P** **R** **O** **-** **1** **C** **T** **C** **D** **ENTER**
P **R** **O** **-** **1** **A** **T** **C** **D** **ENTER** .

7- Faire **S** **T** **A** **R** **T** **M** **M** **ENTER** **P** **R** **O** **-** **A** **T** **C** **D**
ENTER Section **1** **ENTER** **PAGE** **FWD** **A** **ENTER** **ENTER** **SECT** **2** **ENTER** enter
line # **1** **ENTER** **5** **0** **0** **ENTER** **SECT** **1** **0** **ENTER** enter line # **1** **ENTER**
Q **U** **A** **N** **T** **I** **T** **E** **S** **I** **N** **J** **E** **C** **T** **E** **S** **:** **.** **5** **M** **I** **C** **R** **O**
L **I** **T** **R** **E** **ENTER** .

8- Faire **START M R ENTER ENTER Y ENTER ENTER 8 S**
(C Y C 6 3) ENTER ENTER ENTER START S A ENTER . Attendre que l'appareil soit prêt et injecter .5 microlitre de l'échantillon 8S (cyclosol 63 de Shell) certifié à 97,0% en hydrocarbures aromatiques. Répéter l'opération avec l'échantillon 9S (cyclosol 53 de Shell) certifié à 97,7% en hydrocarbures aromatiques.

9- Faire **START M M P R O - 1 A T C D** . Consulter les chromatogrammes 8S (CYC63) et 9S (CYC53) et ajouter à la table de pic de la section 3 de la méthode les temps de rétention autres que ceux du STD-C. Taper *** C Y C 6 3** pour les temps ne figurant qu'au chromatogramme 8S et taper *** C Y C 5 3** pour ceux ne figurant qu'au chromatogramme 9S. Ajouter aussi le # du groupe où se situe le produit, soit 1 ou 2. Le groupe 1 correspond à tout temps antérieur à celui du benzène. Le groupe 2 correspond à tout temps ultérieur au benzène et inclut celui-ci. Le groupe 1 correspond aux hydrocarbures aliphatiques et le 2 aux hydrocarbures aromatiques. Ce regroupement permet d'obtenir un chromatogramme contenant le calcul des surfaces additionnées en fonction des deux groupes (voir annexe I). Pour les temps qui figurent sur les deux chromatogrammes, inscrire *** C Y C 5 3 & 6 3** . La méthode PRO-1ATCD est donc entièrement construite à partir de la méthode PRO-1CTCD, puisque celle-ci fournit une ligne de base et les temps de rétention du STD-C à jour. Finalement, il est préférable d'injecter deux (2) fois chacun des solvants 8S et 9S pour s'assurer de la reproductibilité des temps de rétention et des % de surface. Une fois les temps ajoutés à la table de pic de la méthode PRO-1ATCD, on peut réinjecter une fois chacun les solvants 8S et 9S et ensuite procéder aux analyses.

V- CALCUL DU % DE LA FRACTION AROMATIQUE DES SOLVANTS DES PEINTURES
AUX RÉSINES ALKYDES

Le calcul est entièrement programmé de sorte qu'il ne reste qu'à lire le % total donné pour le groupe 2. La précision des résultats est fixée à une décimale après le point, soit plus ou moins .5%.

Marc-André Morin
Chimiste

SAINTE-FOY, août 1984

ANNEXE

TRACÉS DES CHROMATOGRAMMES DE CALIBRATION

ET LISTING DES MÉTHODES

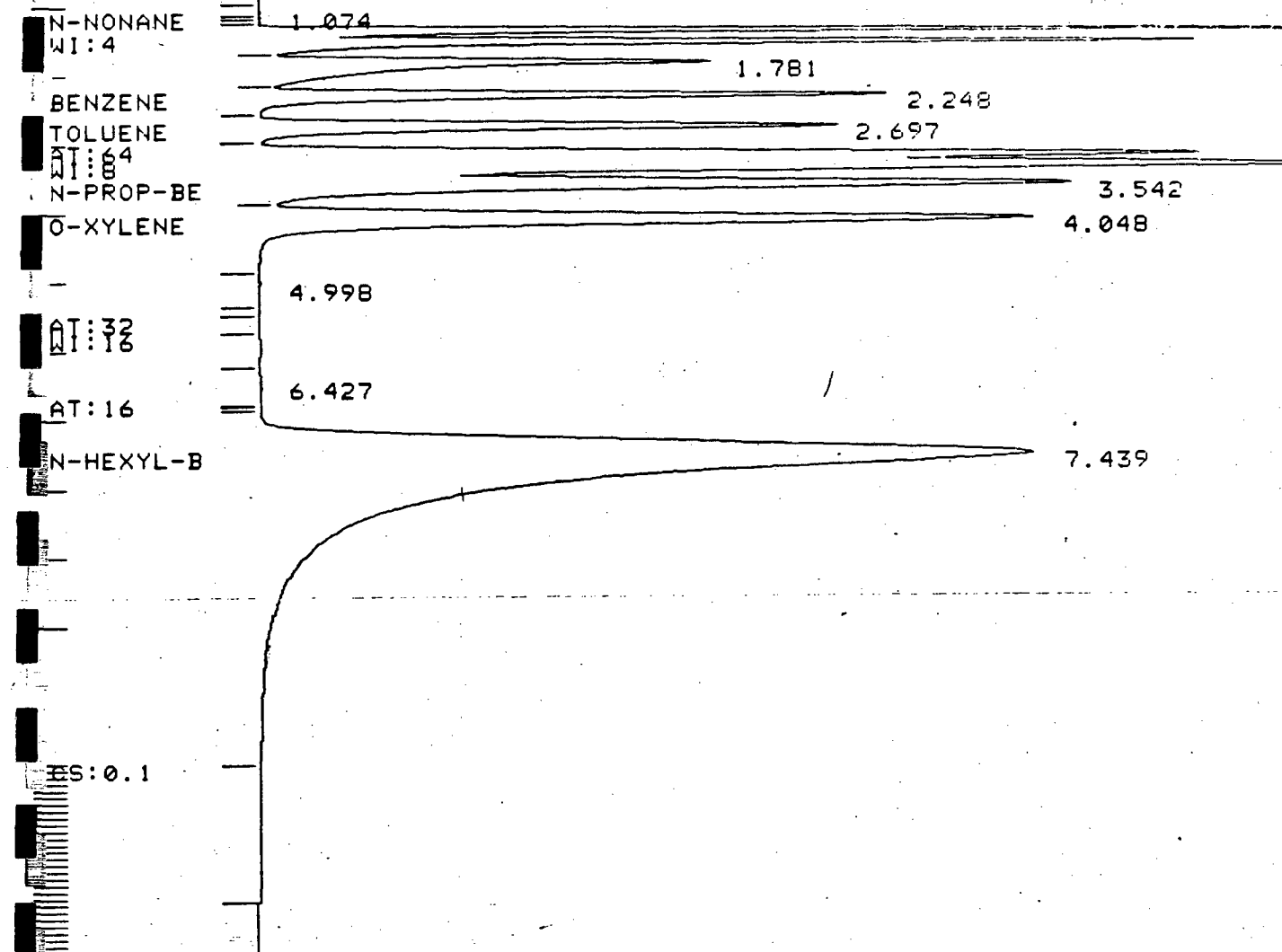
PRO-1CTCD ET PRO-1ATCD

TRACÉ DE LA LIGNE DE BASE

CHART SPEED 1.0 CM/MIN
ATTEN: 128 ZERO: 10% 1 MIN/TICK

STAT : INJECT





CHROMATOGRAMME DU STD-C (1ère INJECTION)

CALCULS ET TEMPS DE RÉTENTION DU STD-C (1ère INJECTION)

ECALC

TITLE: SOLVANT DE PEINTURE

16:13 29 AUG 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: STD-C

METHOD: PRO-1CTCD

PK NO	PEAK NAME	RESULT % SURF	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	N-NONANE	10.3414	1.310	0.000	504086	VV	? 1.90
2	N-DECANE	11.4424	1.482	0.002	557753	VV	4.45
3	N-UNDECAN	9.8185	1.781	0.001	478598	VV	6.90
4	BENZENE	9.5985	2.248	-0.002	467873	VV	5.85
5	TOLUENE	9.9860	2.697	-0.003	486764	VV	6.65
6	ETHYL-BEN	7.8817	3.116	-0.004	384192	VV	? 6.80
7	M+P-XYLEN	11.7095	3.269	-0.001	570775	VV	? 10.90
8	N-PROP-BE	9.9578	3.542	0.002	485387	VV	9.55
9	O-XYLENE	9.9327	4.048	-0.002	484166	VV	9.95
10	N-HEXYL-B	9.3315	7.439	-0.001	454859	BB	30.00

TOTALS: 100.0000 -0.008 4874450

DETECTED PKS: 16 REJECTED PKS: 6

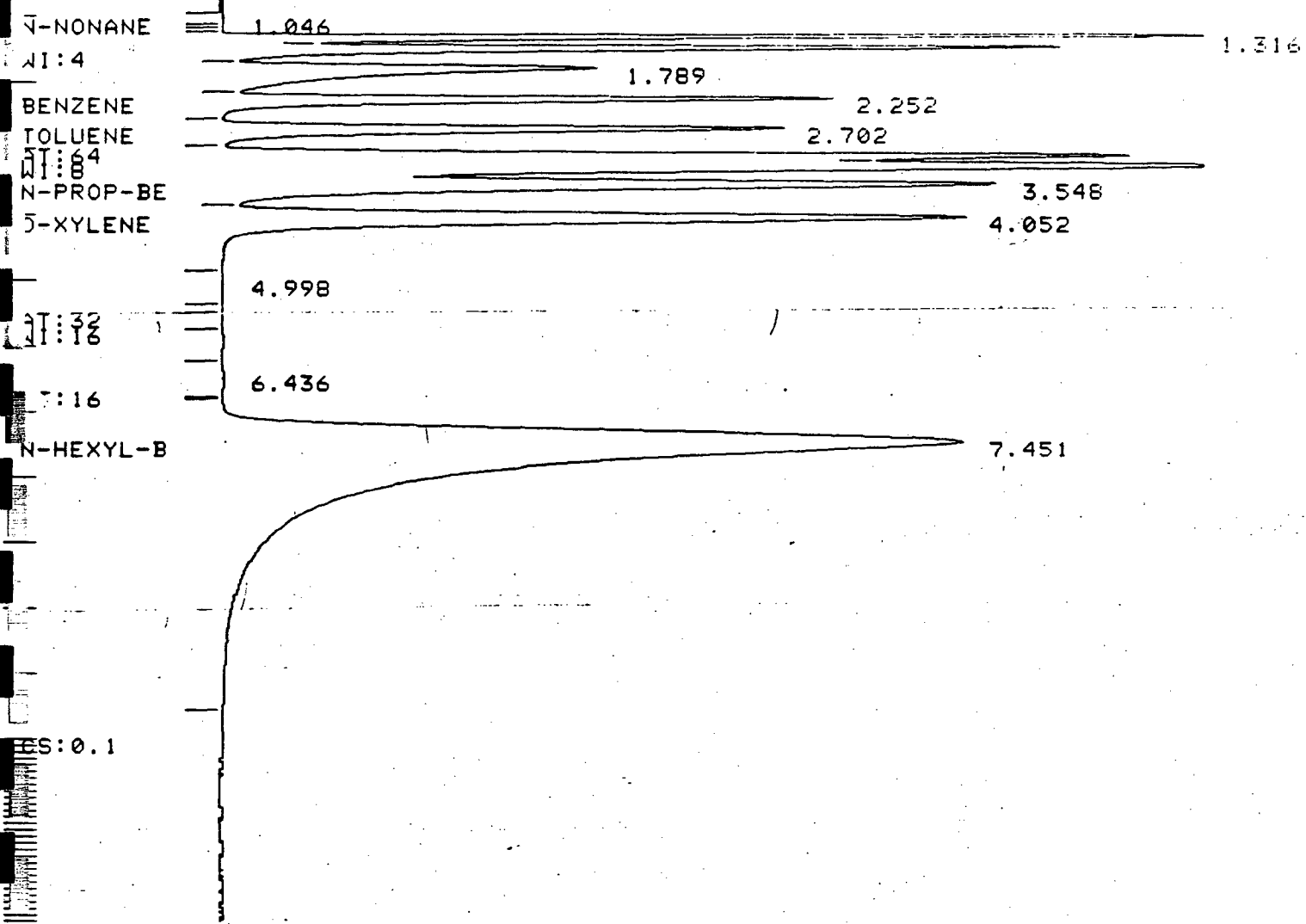
MULTIPLIER: 1.00000

NOISE: 2.4 OFFSET: -11

NOTES:

QUANTITES INJECTES: 1 MICRO LITRE
POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES
SAVED FILE: QW060

CHART SPEED 1.0 CM/MIN
ATTEN: 128 ZERO: 10% 1 MIN/TICK



CHROMATOGRAMME STD-C (2ième INJECTION)

CALCULS STD-C (2ième INJECTION)

CALC

TITLE: SOLVANT DE PEINTURE

18:00 29 AUG 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: STD-C

METHOD: PRO-1CTCD

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT % SURF	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	N-NONANE	10.3801	1.316	0.006	507874	VV	2.10
2	N-DECANE	11.4380	1.487	0.007	559636	VV	4.95
3	N-UNDECAN	9.7984	1.789	0.009	479414	VV	8.75
4	BENZENE	9.6118	2.252	0.002	470284	VV	5.75
5	TOLUENE	9.9768	2.702	0.002	488144	VV	6.60
6	ETHYL-BEN	7.9618	3.121	0.001	389551	VV	6.90
7	M+P-XYLEN	11.6508	3.274	0.004	570048	VV	10.75
8	N-PROP-BE	9.9402	3.548	0.008	486353	VV	9.60
9	O-XYLENE	9.9380	4.052	0.002	486246	VV	9.95
10	N-HEXYL-B	9.3040	7.451	0.011	455223	VB	29.80

TOTALS: 99.9999 0.052 4892770

DETECTED PKS: 16 REJECTED PKS: 6

MULTIPLIER: 1.00000

NOISE: 2.4 OFFSET: -26

NOTES:

QUANTITES INJECTES: 1 MICRO LITRE
POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

SECTION 1: BASIC

PAGE 1

ANALYSIS PARAMETERS

CHANNEL: 1

CALCULATION: A%

AREA/HT: A

STOP TIME: 40.00

NUMB EXPECTED PKS: 500

EQUILIBRATION TIME: 0

UNRETAINED PK TIME: 0.00

UNIDENT PK FACTOR: 0.000000

SLICE WIDTH: 100

PAGE 2

SAMPLE PARAMETERS

RUN TYPE: L

SAMPLE ID: STD-C

DIVISOR: 1.000000

AMT STD: 1.000000

MLTPLR: 1.000000

PAGE 3

REPORT INSTRUCTIONS

WHERE TO REPORT: L

COPIES: 1

TITLE: SOLVANT DE PEINTURE

FORMAT: E

DECIMAL PLACE: 4

RESULT UNITS: % SURF

REPORT UNIDENT PKS: Y

REPORT INSTRUMENT CONDITIONS: N

PAGE 4

PLOT INSTRUCTIONS

PLOT: Y

ZERO OFFSET: 10

ANNOTATION

RETENTION TIME: Y

PLOT CONTROL: Y

TIME TICKS: Y

TIME EVENTS: Y

PK START/END: Y

PAGE 5

CHART SPEED

PAGES OR CM/MIN: C

INIT VALUE: 1.0

LINE# TIME CHART SPEED

1 12.00 0.1

PAGE 6

PLOT ATTEN

INIT PLOT ATTEN: 128

LINE# TIME PLOT ATTEN

1 3.00 64

2 5.50 32

3 6.50 16

SECTION 2: TIME EVENTS

PAGE 1

LINE#	TIME	EVENT	VALUE
1	0.00	PR	15000
2	0.00	SN	5
3	0.00	TX	5.0
4	0.00	WI	1
5	0.00	SB	5
6	1.31	WI	4
7	3.12	WI	8
8	5.44	WI	16

SECTION 3: PEAK TABLE

PAGE 1

- 22 -

STD PK#: 0
RELATIVE RETEN PK#: 0
RESOLUTION PK#: 0
RESOLUTION MINIMUM: 0.0
FACT%: 5.0
IDENTIFICATION TIME WINDOWS +/-
REF

MIN: 0.30
NON REF
MIN: 0.30

PAGE 2

PK#	TIME	NAME	FACTOR	AMOUNT	REF	GR#	MUST LO	MUST HI
1	1.31	*N-NONANE	0.000000	0.105800		1	0.000000	0.000000
2	1.48	*N-DECANE	0.000000	0.109500		1	0.000000	0.000000
3	1.78	*N-UNDECAN	0.000000	0.096100		1	0.000000	0.000000
4	2.25	*BENZENE	0.000000	0.106400		2	0.000000	0.000000
5	2.70	*TOLUENE	0.000000	0.107000		2	0.000000	0.000000
6	3.12	*ETHYL-BEN	0.000000	0.100500		2	0.000000	0.000000
7	3.27	*M+P-XYLEN	0.000000	0.111800		2	0.000000	0.000000
8	3.54	*N-PROP-BE	0.000000	0.102000		2	0.000000	0.000000
9	4.05	*O-XYLENE	0.000000	0.105400		2	0.000000	0.000000
10	7.44	*N-HEXYL-B	0.000000	0.102500		2	0.000000	0.000000

SECTION 4: GC INSTRUMENT CONTROL

PAGE 1

COL TEMP
ISO/INIT COL TEMP: 135
INIT HOLD TIME: 40.00

PAGE 2

DETECTORS
DET A TYPE: TCD
DET B TYPE:
LN# TIME SIDE ATTN RANGE ZERO
1 0.00 A 1024 .5 Y
2 0.00 B Y

PAGE 3

TEMP/FLOW
INJ A TEMP: 180
INJ B TEMP: 180
ION TEMP: 0
TCD TEMP: 200
TCD FIL TEMP: 300
AUX TEMP: 0
COL A FLOW: 30
COL B FLOW: 30

PAGE 4

SECTION 7: POST RUN

PAGE 1

FILE NAME: QW

SAVE INSTRUCTIONS

TYPE: RAW

WHERE TO SAVE: U

TRANSMIT/RELOT INSTRUCTIONS

TRANSMIT RAW DATA: N

RELOT WITH BASELINES: N

RAW DATA LOCATION: U

TRANSMIT REPORT: N

- 23 -

71

PAGE 2

METHOD LINKING INSTRUCTIONS

METHOD:

LINK CALC RESULTS: N

PROGRAM EXECUTION

PROGRAM:

PARAMETERS:

RESERVE PRINTER: Y

SECTION 10: NOTE PAD

PAGE 1

LINE#

VALUE

1 QUANTITES INJECTES: 1 MICRO LITRE

2 POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

HART SPEED 1.0 CM/MIN
TEN: 128 ZERO: 10% 1 MIN/TICK

- 24 -

STAT : INJECT

1- NONANE
WI: 4

1.053
1.697

BENZENE

2.476
2.778

AT: 64

1- P-XYLEN

3.352

1- XYLENE

3.864

4.354
4.615

5.047

AT: 32

I: 16

T: 16

5.871

N-HEXYL-B

7.359

8.005

9.004

9.504

10.747

S: 0.1

16.444

36.351

CHROMATOGRAMME 8S (CYC 63) (1ère INJECTION)

06362.00

CALCULS 8S (CYC 63) (1ère INJECTION)

TITLE: SOLVANT DE PEINTURE

17:16 29 AUG 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: BS(CYC63)

METHOD: PRO-1ATCD

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT % SURF	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1		0.2069	1.193		4966	VV	? 8.20
2	N-NONANE	0.0644	1.270	-0.040	1545	VV	? 5.80
3		0.0728	1.404		1748	VV	? 4.60
4	N-DECANE	0.3357	1.492	0.012	8059	VV	? 2.90
5		0.2508	1.537		6020	VV	? 4.20
6		0.8553	1.697		20531	VV	? 7.90
7	N-UNDECAN	0.6242	1.782	0.002	14984	VV	? 8.75
8		0.1165	2.476		2796	VV	? 10.15
9	TOLUENE	0.0528	2.658	-0.042	1268	VV	? 6.80
10		0.0473	2.778		1136	VV	? 9.00
11	M+P-XYLEN	0.2701	3.352	0.082	6484	VV	? 8.10
12	N-PROP-BE	0.9524	3.608	0.068	22863	VV	? 7.90
13		3.8785	3.864		93105	VV	? 10.90
14	O-XYLENE	1.6861	4.045	-0.005	40476	VV	? 13.55
15		8.8140	4.354		211583	VV	? 12.30
16		7.2098	4.615		173073	VV	? 16.30
17		14.2359	5.047		341737	VV	? 15.05
18		16.7841	5.871		402907	VV	? 19.85
19		10.0480	6.495		241206	VV	? 28.65
20	N-HEXYL-B	3.9827	7.359	-0.081	95605	VV	? 31.15
21		13.1364	8.005		315343	VV	? 23.80
22		2.2479	9.004		53961	VV	? 29.50
23		3.5612	9.504		85487	VV	? 31.70
24		5.9254	10.747		142241	VV	? 43.20
25		0.4449	12.411		10681	VV	? 74.70
26		0.3326	13.944		7985	VB	? 62.90
27		0.0593	16.444		1423	BB	? 37.65
28		3.8041	36.351		91318	BB	? 98.70

TOTALS: 100.0000 -0.004 2400530

GROUP#	RESULT
1	1.0243
2	6.9441

DETECTED PKS: 30 REJECTED PKS: 2

MULTIPLIER: 1.00000

NOISE: 3.6 OFFSET: -19

SAVED FILE: QW061

NOTES:

QUANTITES INJECTES: .5 MICRO LITRE
POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

ART SPEED 1.0 CM/MIN
TEN: 128 ZERO: 10% 1 MIN/TICK

STAT : INJECT

N-NONANE
1:4

1.056
1.706

BENZENE

2.484
2.782

T: 64

P-XYLEN

3.358

O-XYLENE

3.871

4.363
4.622

5.055

AT: 32

5.880

1: 16
AT: 16

-HEXYL-B

7.370

8.018

9.025

9.516

10.775

S: 0.1

16.464

36.418

CHROMATOGRAMME 8S (CYC 63) (2ième INJECTION)

CALCULS 8S (CYC 63) (2ième INJECTION)

TLE: SOLVANT DE PEINTURE

18:52 29 AUG 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: BS(CYC63)

METHOD: PRO-1ATCD

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT % SURF	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1		0.2081	1.198		4881	VV	? 8.55
2	N-NONANE	0.0634	1.275	-0.035	1487	VV	? 5.65
3		0.0736	1.412		1727	VV	? 4.70
4	N-DECANE	0.3369	1.500	0.020	7903	VV	? 2.90
5		0.2491	1.545		5845	VV	? 4.00
6		0.8571	1.706		20107	VV	? 7.90
7	N-UNDECAN	0.6222	1.789	0.009	14597	VV	? 8.45
8		0.1182	2.484		2774	VV	? 10.45
9	TOLUENE	0.0539	2.666	-0.034	1265	VV	? 6.90
10		0.0477	2.782		1118	VV	? 9.35
11	M+P-XYLEN	0.2737	3.358	0.088	6421	VV	? 8.15
12	N-PROP-BE	0.9528	3.616	0.076	22352	VV	? 8.00
13		3.8677	3.871		90735	VV	? 10.80
14	O-XYLENE	1.6743	4.052	0.002	39280	VV	? 13.60
15		8.7912	4.363		206241	VV	? 12.40
16		7.1707	4.622		168223	VV	? 16.25
17		14.1694	5.055		332413	VV	? 14.80
18		16.7442	5.880		392818	VV	? 19.60
19		10.0179	6.502		235018	VV	? 28.90
20	N-HEXYL-B	3.9810	7.370	-0.070	93394	VV	? 31.05
21		13.0809	8.018		306876	VV	? 23.85
22		2.2142	9.025		51945	VV	? 29.60
23		3.5947	9.516		84331	VV	? 31.80
24		5.9127	10.775		138712	VV	? 43.45
25		0.4528	12.382		10622	VV	? 64.80
26		0.3526	13.951		8272	VB	? 70.40
27		0.0946	16.464		2220	BV	? 47.15
28		0.0731	17.587		1714	VB	? 50.15
29		3.9514	36.418		92699	BB	? 102.95

TOTALS: 100.0000 0.056 2345990

OUP# RESULT

1 1.0225

2 6.9358

DETECTED PKS: 31 REJECTED PKS: 2

MULTIPLIER: 1.00000

GAIN: 2.4 OFFSET: -32

SAVED FILE: QW063

NOTES:

QUANTITES INJECTES: 5 MICRO LITRE
POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

ART SPEED 1.0 CM/MIN
TEN: 128 ZERO: 10% 1 MIN/TICK

STAT : INJECT

N-NONANE
N-DECANE
I: 4

1.035
1.332

TOLUENE
AT: 64
THYL-BEN
I: 8
-PROP-BE

2.739

3.295

3.817

4.616

5.026

AT: 32

AT: 16

6.475

-HEXYL-B

7.437

S: 0.1

CHROMATOGRAMME 9S (CYC 53) (1ère INJECTION)

CALCULS 9S (CYC 53) (1ère INJECTION)

TITLE: SOLVANT DE PEINTURE

19:38 29 AUG 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: 9S(CYC53)

METHOD: PRO-1ATCD

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT % SURF	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	N-NONANE	0.4143	1.332	0.022	10405	BV	? 3.70
2	N-DECANE	1.0101	1.429	-0.051	25368	VB	? 7.40
3	M+P-XYLEN	7.7461	3.295	0.025	194544	BV	? 7.95
4	N-PROP-BE	4.3003	3.554	0.014	108003	VV	? 9.00
5		22.7800	3.817		572125	VV	? 11.30
6	O-XYLENE	15.5523	4.021	-0.029	390600	VV	? 15.75
7		8.2031	4.616		206024	VV	? 13.30
8		32.1598	5.026		807702	VV	? 13.05
9		0.1239	5.854		3111	T	? 13.90
10		6.0314	6.475		151481	VV	? 15.20
11	N-HEXYL-B	1.6170	7.437	-0.003	40611	VB	? 18.45
12		0.0618	13.738		1551	BB	? 32.55

TOTALS: / 100.0000 -0.022 2511520

GROUP#	RESULT
1	1.4244
2	29.2156

DETECTED PKS: 14 REJECTED PKS: 2

MULTIPLIER: 1.00000

WISE: 2.4 OFFSET: -38

SAVED FILE: QW064

NOTES:
QUANTITES INJECTES: .5 MICRO LITRES
POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

version / summa, callif n/n 03-906362-00

CHART SPEED 1.0 CM/MIN
TEN: 128 ZERO: 10% 1 MIN/TICK

- 30 -

STAT : INJECT

N-NONANE
N-DECANE
11:4

1.042
1.337

AT: 64
THYL-BEN
11:8
N-PROP-BE

3.301

3.822

4.620

5.030

AT: 32
11:12

AT: 16

6.470

-HEXYL-B

7.441

S: 0.1

80

CHROMATOGRAMME 9S (CYC 53) (2ième INJECTION)

CALCULS 9S (CYC 53) (2ième INJECTION)

varian /summvale, calif. d/n 03-906362-00



TITLE: SOLVANT DE PEINTURE

20:20 29 AUG 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: 9S(CYC53)

METHOD: PRO-1ATCD

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT % SURF	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	N-NONANE	0.4148	1.337	0.027	10229	BV	? 3.10
2	N-DECANE	0.9894	1.434	-0.046	24400	VB	? 8.05
3	M+P-XYLENE	7.7458	3.301	0.031	191026	BV	? 8.00
4	N-PROPEL-BE	4.2917	3.559	0.019	105841	VV	? 9.00
5		22.8225	3.822		562848	VV	? 11.30
6	O-XYLENE	15.5339	4.026	-0.024	383098	VV	? 15.70
7		8.1948	-4.620		202101	VV	13.35
8		32.1701	-5.030		793379	VV	13.05
9		0.1233	-5.859		3040	T	? 13.10
10		6.0303	-6.478		148720	VV	17.25
11	N-HEXYL-B	1.6226	-7.441	0.001	40017	VB	18.45
12		0.0609	13.729		1501	BB	? 32.80

TALS: / 100.0000 0.008 2466200

GROUP#	RESULT
1	1.4041
2	29.1940

DETECTED PK: 13 REJECTED PK: 1

MULTIPLIER: 1.00000

DISC: 3.6 OFFSET: -42

SAVED FILE: QW065

NOTES:
QUANTITES INJECTES: .5 MICRO LITRES
POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

SECTION 1: BASIC

PAGE 1

ANALYSIS PARAMETERS

CHANNEL: 1

CALCULATION: A%

AREA/HT: A

STOP TIME: 40.00

NUMB EXPECTED PKS: 500

EQUILIBRATION TIME: 0

UNRETAINED PK TIME: 0.00

UNIDENT PK FACTOR: 0.000000

SLICE WIDTH: 100

PAGE 2

SAMPLE PARAMETERS

RUN TYPE: A

SAMPLE ID: 95(CYC53)

DIVISOR: 1.000000

AMT STD: 1.000000

MLTPLR: 1.000000

PAGE 3

REPORT INSTRUCTIONS

WHERE TO REPORT: L

COPIES: 1

TITLE: SOLVANT DE PEINTURE

FORMAT: E

DECIMAL PLACE: 4

RESULT UNITS: % SURF

REPORT UNIDENT PKS: Y

REPORT INSTRUMENT CONDITIONS: N

PAGE 4

PLOT INSTRUCTIONS

PLOT: Y

ZERO OFFSET: 10

ANNOTATION

RETENTION TIME: Y

PLOT CONTROL: Y

TIME TICKS: Y

TIME EVENTS: Y

PK START/END: Y

PAGE 5

CHART SPEED

PAGES OR CM/MIN: C

INIT VALUE: 1.0

LINE# TIME CHART SPEED

1 12.00 0.1

PAGE 6

PLOT ATTEN

INIT PLOT ATTEN: 128

LINE# TIME PLOT ATTEN

1 3.00 64

2 5.50 32

3 6.50 16

SECTION 2: TIME EVENTS

PAGE 1

LINE# TIME EVENT VALUE

0.00 PR 500

0.00 IN 5

0.00 TX 5.0

0.00 WI 2

0.00 SB 5

1.31 WI 4

3.12 WI 8

5.44 WI 16

SECTION 3: PEAK TABLE

PAGE 1

- 33 -

STD PK#: 0
RELATIVE RETEN PK#: 0
RESOLUTION PK#: 0
RESOLUTION MINIMUM: 0.0
FACT%: 5.0
IDENTIFICATION TIME WINDOWS +/-
REF

%: 0
MIN: 0.30
NON REF
%: 0
MIN: 0.30

PAGE 2

PK#	TIME	NAME	FACTOR	AMOUNT	REF	GR#	MUST LO	MUST HI
1	1.15	*CYC63	0.000000	1.000000		1	0.000000	0.000000
2	1.20	*CYC63	0.000000	1.000000		1	0.000000	0.000000
3	1.31	*N-NONANE	0.000000	0.105800		1	0.000000	0.000000
4	1.41	*CYC63	0.000000	1.000000		1	0.000000	0.000000
5	1.48	*N-DECANE	0.000000	0.109500		1	0.000000	0.000000
6	1.55	*CYC63	0.000000	1.000000		1	0.000000	0.000000
7	1.71	*CYC63	0.000000	1.000000		1	0.000000	0.000000
8	1.78	*N-UNDECAN	0.000000	0.096100		1	0.000000	0.000000
9	2.25	*BENZENE	0.000000	0.106400		2	0.000000	0.000000
10	2.48	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
11	2.70	*TOLUENE	0.000000	0.107000		2	0.000000	0.000000
12	2.78	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
13	3.12	*ETHYL-BEN	0.000000	0.100500		2	0.000000	0.000000
14	3.27	*M+P-XYLEN	0.000000	0.111800		2	0.000000	0.000000
15	3.54	*N-PROP-BE	0.000000	0.102000		2	0.000000	0.000000
16	3.85	*CYC53&63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
17	4.05	*O-XYLENE	0.000000	0.105400		2	0.000000	0.000000
18	4.36	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
19	4.62	*CYC53&63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
20	5.05	*CYC53&63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
21	5.87	*CYC53&63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
22	6.48	*CYC53&63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
23	7.44	*N-HEXYL-B	0.000000	0.102500		2	0.000000	0.000000
24	8.02	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
25	9.02	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
26	9.52	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
27	10.78	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
28	12.38	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
29	13.73	*CYC53	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
30	13.95	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
31	16.46	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
32	17.59	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000
33	36.42	*CYC63	0.000000	1.000000		2	0.000000	0.000000

PAGE 1

- 34 -

COL TEMP

ISO/INIT COL TEMP: 135

INIT HOLD TIME: 40.00

PAGE 2

DETECTORS:

DET A TYPE: TCD

DET B TYPE:

LN#	TIME	SIDE	ATTN	RANGE	ZERO
-----	------	------	------	-------	------

END	TIME	SIZE	MIN	RANGE	EE
1	0.00	A	1024	.5	Y

[illegible]

PAGE 3

TEMP/FLOW

INJ. A TEMP: 180

INJ, B TEMP: 180

ION: TEMP: 0

TCD TEMP: 200

TCD FIL TEMP: 300

AUX TEMP: 0

COL A FLOW: 30

COL B FLOW: 30

- PAGE 4

SECTION 7: POST RUN

PAGE 1

FILE NAME: QW

SAVE INSTRUCTIONS

TYPE: RAW

WHERE TO SAVE: U

TRANSMIT/REPLOTTING INSTRUCTIONS

TRANSMIT RAW DATA: N

REPLOTT WITH BASELINES: N

RAW DATA LOCATION: U

TRANSMIT REPORT: N

PAGE 2

METHOD LINKING INSTRUCTIONS

METHOD:

LINK CALC RESULTS: N

PROGRAM EXECUTION

PROGRAM:

PARAMETERS:

RESERVE PRINTER: Y

SECTION 10: NOTE PAD

PAGE 1

LINE#	VALUE
-------	-------

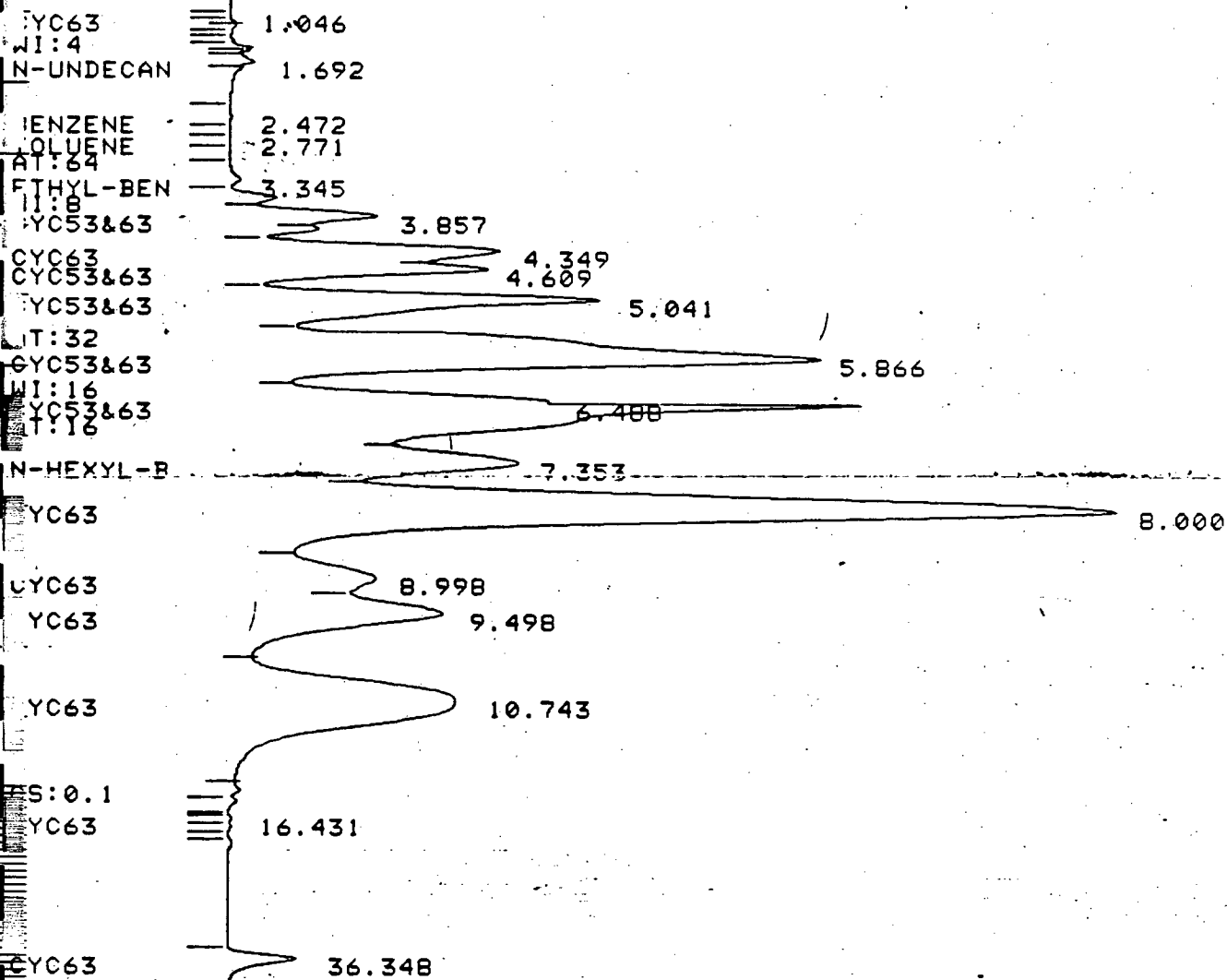
1 QUANTITES INJECTES: .5 MICRO LITRES

2 POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

© 2011 Universal Music Group, Inc. All rights reserved. UMG

PART SPEED 1.0 CM/MIN
TEN: 128 ZERO: 10% 1 MIN/TICK

- 35 -



CHROMATOGRAMME 8S (CYC 63) (3ième INJECTION)

CALCULS 8S (CYC 63) (3ième INJECTION)

TITLE:

SOLVANT DE PEINTURE

21:48 29 AUG 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: BS(CYC63)

METHOD: PRO-1ATCD

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT % SURF	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	CYC63	0.0840	1.149	-0.001	2098	VV	? 3.50
2	CYC63	0.1238	1.187	-0.013	3092	VV	? 6.90
3	N-NONANE	0.0632	1.265	-0.045	1578	VV	? 5.35
4	CYC63	0.0729	1.399	-0.011	1821	VV	? 4.60
5	N-DECANE	0.3375	1.487	0.007	8430	VV	? 2.90
6	CYC63	0.2500	1.532	-0.018	6245	VV	? 4.20
7	CYC63	0.8588	1.692	-0.018	21455	VV	? 8.05
8	N-UNDECAN	0.6179	1.777	-0.003	15437	VV	? 9.15
9	CYC63	0.1164	2.472	-0.008	2909	VV	? 10.50
10	TOLUENE	0.0522	2.655	-0.045	1304	VV	? 7.20
11	CYC63	0.0461	2.771	-0.009	1152	VV	? 9.25
12	M+P-XYLEN	0.2681	3.345	0.075	6697	VV	? 8.05
13	N-PROP-BE	0.9517	3.602	0.062	23774	VV	? 7.90
14	CYC53&63	3.8738	3.857	0.007	96774	VV	? 10.80
15	O-XYLENE	1.6774	4.039	-0.011	41903	VV	? 13.50
16	CYC63	8.8377	4.349	-0.011	220779	VV	? 12.40
17	CYC53&63	7.1570	4.609	-0.011	178792	VV	? 16.25
18	CYC53&63	14.1987	5.041	-0.009	354702	VV	? 14.85
19	CYC53&63	16.7460	5.866	-0.004	418337	VV	? 19.55
20	CYC53&63	10.0103	6.488	0.008	250071	VV	? 28.35
21	N-HEXYL-B	3.9723	7.353	-0.087	99234	VV	? 30.80
22	CYC63	13.0795	8.000	-0.020	326743	VV	? 23.75
23	CYC63	2.2271	8.998	-0.022	55637	VV	? 29.60
24	CYC63	3.5687	9.498	-0.022	89151	VV	? 31.25
25	CYC63	5.9153	10.743	-0.037	147772	VV	? 43.20
26	CYC63	0.4549	12.364	-0.016	11364	VV	? 66.70
27	CYC63	0.3559	13.929	-0.021	8891	VB	? 70.70
28	CYC63	0.0830	16.431	-0.029	2074	BV	? 40.50
29	CYC63	0.0674	17.535	-0.055	1684	VB	? 41.00
30	CYC63	3.9324	36.348	-0.072	98238	BB	? 101.85

TOTALS: 100.0000 -0.439 2498140

GROUP# RESULT

1 2.4080

2 97.5920

DETECTED PKS: 32 REJECTED PKS: 2

MULTIPLIER: 1.00000

NOISE: 2.4 OFFSET: -55

NOTES:

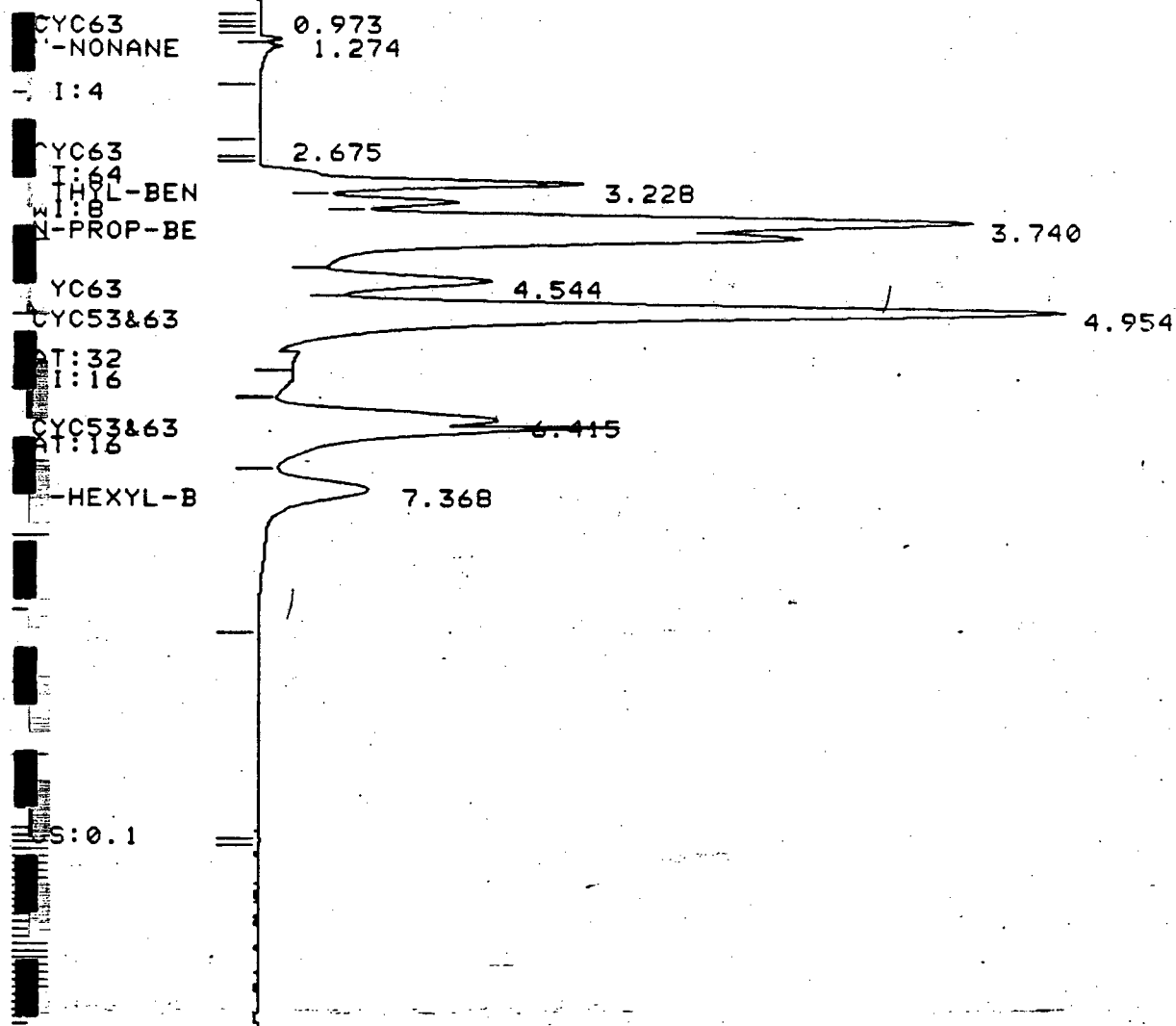
QUANTITES INJECTES: .5 MICRO LITRES

POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

CART SPEED 1.0 CM/MIN
ATTEN: 128 ZERO: 10% 1 MIN/TICK

- 37 -

TAT : INJECT



CHROMATOGRAMME 9S (CYC 53) (3ième INJECTION)

CALCULS 9S (CYC 53) (3ième INJECTION)

TITLE: SOLVANT DE PEINTURE

22:35 29 AUG 84

CHANNEL NO: 1

SAMPLE: 9S(CYC53)

METHOD: PRO-1ATCD

PEAK NO	PEAK NAME	RESULT % SURF	TIME (MIN)	TIME OFFSET	AREA COUNTS	SEP CODE	W1/2 (SEC)
1	N-NONANE	0.3966	1.274	-0.036	8696	BV ?	4.00
2	CYC63	0.9592	1.369	-0.041	21032	VB ?	7.25
3	M+P-XYLEN	7.3890	3.228	-0.042	162008	BV	7.70
4	N-PROP-BE	4.3766	3.479	-0.061	96003	VV ?	7.40
5	CYC53&63	21.0753	3.740	-0.110	462087	VV ?	10.70
6	O-XYLENE	17.3836	3.952	-0.098	381143	VV ?	16.00
7	CYC53&63	8.0359	4.544	-0.076	176190	VV	14.05
8	CYC53&63	32.6033	4.954	-0.096	714843	VV	13.45
9	CYC53&63	0.0878	5.840	-0.030	1926	T ?	7.60
10	CYC53&63	5.9963	6.415	-0.065	131471	VV ?	15.50
11	N-HEXYL-B	1.6389	7.368	-0.072	35934	VB	19.00
12	CYC53	0.0555	13.676	-0.054	1216	BB ?	33.15

TOTALS: / 100.0000 -0.781 2192550

GROUP#	RESULT
1	1.3559
2	98.6441

DETECTED PKS: 15 REJECTED PKS: 3

MULTIPLIER: 1.00000

NOISE: 2.4 OFFSET: -59

AVED FILE: QW067

NOTES:
QUANTITES INJECTES: 5 MICRO LITRES
POIDS TOTAL DU STD-C: 1.0470 GRAMMES

Q1

50

