

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

⑫

N° 80 25862

⑭ Procédé et appareillage pour la détermination rapide des caractéristiques d'un polluant pétrolier.

⑮ Classification internationale (Int. Cl.⁷). G 01 N 33/26, 9/02, 25/08.

⑯ Date de dépôt..... 5 décembre 1980.

⑰ ⑱ ⑲ Priorité revendiquée : *Belgique, 12 juin 1980, n° 0/201011.*

⑳ Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 51 du 18-12-1981.

㉑ Déposant : LABOFINA, SA, résidant en Belgique.

㉒ Invention de : André Lepain, Robert Bronchart et Roger Remacle.

㉓ Titulaire : *Idem* ㉑

㉔ Mandataire : R. Baudin,
10, rue de la Pépinière, 75008 Paris.

- 1 -

La présente invention se rapporte à un procédé simple ainsi qu'à un appareillage pour la détermination rapide des caractéristiques d'un polluant pétrolier à l'emplacement où il est répandu à la surface de l'eau, sur les plages et les côtes.

Il est bien connu que, lorsque du pétrole brut ou une fraction de pétrole brut est déversé sur un plan d'eau, et en particulier sur l'eau de mer, l'huile se maintient en surface et forme alors une nappe continue qui a tendance à s'étaler. Ces nappes d'huile sont naturellement indésirables, car elles empêchent notamment le transfert d'oxygène de l'atmosphère ainsi que de la lumière, qui sont nécessaires à la vie marine.

D'autre part, lorsque ces nappes d'huile ne sont pas dispersées dans des délais relativement courts, ces nappes d'huile vieillissent ou se gonflent d'eau de mer formant ainsi une émulsion, communément appelée mousse au chocolat, qui est pratiquement indispersible, ce qui conduit inévitablement à des problèmes d'ordre écologique.

L'ampleur de ces problèmes écologiques dépend principalement de la rapidité avec laquelle on intervient avec des moyens adéquats. Ceux-ci doivent nécessairement être adaptés au polluant à éliminer. Cependant, la mise en oeuvre des moyens adéquats pour l'élimination du polluant ne peut être réalisée qu'après détermination de certaines caractéristiques du polluant à traiter.

Or, ces déterminations ne sont généralement pas effectuées sur place mais dans des laboratoires, ce qui provoque nécessairement des pertes de temps dues notamment au transport des échantillons à tester vers des laboratoires.

Il est par conséquent indispensable et même impératif de pouvoir posséder beaucoup plus rapidement les informations nécessaires afin de pouvoir mettre en oeuvre les moyens adéquats le plus rapidement possible pour éliminer efficacement le polluant.

Or, comme il s'avère très difficile, pour des raisons de logistique, de transférer sur le site tout un matériel de laboratoire ainsi que des produits sophistiqués, il faut faire appel au contraire à un matériel simple, à

- 2 -

des produits extrêmement courants et à des méthodes qui ne sont pas nécessairement dérivées des procédures spécialisées et évoluées de laboratoires, pour déterminer les caractéristiques principales du polluant à éliminer.

La demanderesse a maintenant trouvé un procédé et un dispositif qui permettent d'attendre cet objectif.

La présente invention a pour objet un procédé et un dispositif pour la détermination rapide des caractéristiques d'un polluant pétrolier, utilisant un matériel et des méthodes simples ainsi que des produits extrêmement courants.

La présente invention a également pour objet un procédé et un dispositif pour la détermination rapide des caractéristiques d'un polluant pétrolier qui sont directement applicables sur le site.

Le procédé et appareillage de la présente invention pour la détermination rapide des caractéristiques d'un polluant pétrolier contenant de l'eau sont caractérisés en ce qu'ils consistent à:

- a) déterminer la teneur en eau dans le mélange eau-polluant - en introduisant dans la partie supérieure d'un tube en verre, séparée de la partie inférieure par un robinet, une nacelle remplie par le mélange eau-polluant, une quantité suffisante d'un solvant de produits pétroliers, pratiquement insoluble dans l'eau, ayant une densité significativement supérieure à celle de l'eau et un agent coalesceur hydrofuge,
- en fermant l'extrémité supérieure de ce tube par un bouchon,
- en agitant le tube jusqu'à solubilisation totale du mélange eau-polluant dans le dit solvant,
- en ouvrant le robinet séparant la partie supérieure du tube de la partie inférieure pour permettre la décantation du mélange en deux phases, la phase aqueuse venant au-dessus de la phase organique,
- en mettant le niveau zéro d'une plaque préalablement étalonnée en pourcentage en eau et mobile le long de la partie inférieure du tube, en face du ménisque supérieur de la phase aqueuse, la graduation de la plaque mobile

- 3 -

en face du ménisque inférieur de la phase aqueuse, donnant la teneur en eau du mélange eau-polluant,

- b) déterminer la densité du mélange eau-polluant
- 5 - en suspendant à un ressort taré, introduit dans un tube en verre pouvant être accroché à tout endroit accessible, un récipient de volume connu rempli par le mélange eau-polluant et fermé par un couvercle dans lequel passe la tige de fixation du ressort taré,
- 10 - en lisant la graduation indiquée sur une plaque fixe attachée au tube en verre, préalablement étalonnée en densité, située en face du repère sur le ressort taré,
- c) déterminer le point d'ébullition initial du polluant
- en introduisant dans un tube en verre, comportant à sa
- 15 partie supérieure un dispositif de fermeture et à sa partie inférieure un robinet, une quantité suffisante de mélange eau-polluant et une quantité suffisante d'un solvant, soluble dans l'eau et pratiquement insoluble dans le polluant, du type dérivé de glycol, favorisant la
- 20 séparation de l'eau hors du mélange eau-polluant,
- en laissant décanter le mélange jusqu'à la formation de deux phases, la phase aqueuse étant en-dessous de la phase organique,
- en éliminant la phase aqueuse par ouverture du robinet,
- 25 - en introduisant ensuite dans le tube en verre une quantité suffisante d'un mélange de chlorure de calcium et de sulfate de sodium anhydres pour parfaire l'élimination d'eau présente dans la phase organique,
- en récupérant l'échantillon de polluant débarrassé de l'eau
- 30 qu'il contenait, par ouverture du robinet, le chlorure de calcium et le sulfate de sodium étant retenus dans le fond du tube en verre par un verre fritté,
- en introduisant l'échantillon du polluant débarrassé de
- 35 l'eau qu'il contenait dans un dispositif formé par un tube en verre comportant une première tubulure latérale inclinée contenant un thermomètre, et une seconde tubulure latérale diamétralement opposée à la première composée de deux branches horizontales reliées entre elles par une branche
- 40 verticale, cette branche verticale étant surmontée par une mise à l'air, cette seconde tubulure assurant le reflux des

- 4 -

- matières distillées vers le tube en verre, via les différentes branches, la branche horizontale inférieure étant prolongée à l'intérieur du tube en verre pour favoriser
- 5 la formation d'un bouchon liquide évitant l'échappement des vapeurs directement par la seconde tubulure latérale,
- en accrochant ce dispositif sur un cylindre métallique disposé autour d'un brûleur d'une lampe à souder alimentée par une petite bonbonne de gaz,
- 10 - en chauffant le dispositif jusqu'au moment où le reflux s'établit
- en notant la température au thermomètre lorsque le reflux est établi.

La présente invention concerne également un appareillage pour la détermination des caractéristiques décrites ci-dessus, cet équipement étant caractérisé en ce qu'il comprend:

- un dispositif pour la détermination rapide de la teneur en eau du mélange eau-polluant, composé d'une nacelle étroite et allongée d'un volume connu, d'un tube en verre disposé verticalement constitué par deux tubes juxtaposés bout à bout et reliés entre eux au moyen d'une bride extérieure, le tube supérieur ayant un diamètre constant supérieur à celui de la nacelle, le tube inférieur ayant un diamètre constant inférieur à celui du tube supérieur et comportant à sa partie supérieure un robinet et à son extrémité inférieure une sphère, et finalement d'une plaque mobile, préalablement étalonnée en pourcentage en eau et coulissant le long du tube en verre inférieur;
- 20
- 30 - un dispositif, pour la détermination rapide de la densité du mélange eau-polluant, composé d'un fil métallique rigide disposé verticalement recourbé à son extrémité supérieure pour former un crochet, sa partie inférieure étant introduite dans un tube en verre, d'un ressort taré accroché à l'extrémité inférieure du dit fil métallique, ce ressort taré
- 35
- comportant un repère à son extrémité inférieure, et d'un second fil métallique rigide attaché à l'extrémité inférieure du ressort taré, l'extrémité inférieure du second fil métallique sortant du fond du tube en verre, d'un récipient
- 40
- rempli de mélange eau-polluant dont on veut déterminer la

densité, accroché à l'extrémité inférieure du second fil
métallique rigide et d'un dispositif fixe gradué en densi-
té relié extérieurement au tube en verre, et disposé de
5 telle sorte que la graduation zéro du dispositif soit en
regard du repère du ressort taré lorsque le récipient
accroché est vide,
- un dispositif pour la détermination rapide du point
d'ébullition initial du polluant, composé d'un dispositif
10 de chauffage, constitué par une lampe à souder alimentée
par une bonbonne de gaz, la conduite horizontale de la
lampe à souder étant coudée verticalement vers le haut,
pour constituer la tête du brûleur, la tête de ce brûleur
étant placée dans une enceinte métallique cylindrique,
15 d'un tube en verre disposé verticalement contenant du
polluant à tester dont on a enlevé l'eau qu'il contenait,
ce tube en verre comprenant à sa partie supérieure une
première tubulure latérale externe inclinée vers le haut
dans laquelle on introduit un thermomètre de telle sorte
20 que le bulbe du thermomètre atteigne la partie axiale du
tube en verre, et une seconde tubulure latérale externe
assurant la condensation et le reflux des produits
distillés, diamétralement opposée à la première
tubulure latérale externe et constituée de deux branches
25 horizontales reliées entre elles par une branche verticale,
cette dernière branche comportant une mise à l'air,
l'extrémité de la branche horizontale supérieure se
trouvant face au bulbe du thermomètre, la branche horizon-
tale inférieure comportant à l'intérieur du tube en verre
30 un prolongement vertical vers le bas de diamètre progressi-
vement restreint, le dit tube en verre étant introduit
dans l'enceinte métallique cylindrique et fixé à celle-ci
de telle sorte que le fond du tube en verre soit toujours
à la même hauteur vis-à-vis de la flamme du brûleur, et
35 que la partie graduée du thermomètre soit en-dehors de
l'enceinte métallique cylindrique.

La détermination des diverses caractéristiques
décrites ci-dessus par le procédé de l'invention et au mo-
yen de l'équipement de l'invention permet de choisir rapi-
40 dement avec certitude les moyens à mettre en oeuvre pour

- 6 -

l'élimination du polluant pétrolier.

Ainsi la détermination de la teneur en eau du polluant pétrolier permet de choisir le type de récupérateur le plus adéquat. La détermination de la densité permet de prévoir les modalités de chalutage les plus adéquates pour garantir un rendement élevé de récupération.

La détermination du point d'ébullition initial du polluant permet, par corrélation au moyen d'une abaque, de connaître la gamme de températures dans laquelle se situe le point éclair du polluant. La connaissance de cette caractéristique est très importante du point de vue sécurité (risque d'explosions) des moyens à mettre en oeuvre.

Il existe également d'autres caractéristiques qui peuvent faire l'objet d'une détermination rapide au moyen de méthodes utilisant un matériel simple. Dans ce domaine, on peut notamment citer la détermination de la viscosité au moyen d'un viscomètre à chute de bille ou d'une jauge d'écoulement si le liquide est très visqueux, ou encore la détermination du point de trouble et du point de congélation, ou encore de tester la rédaction du polluant vis-à-vis de quelques dispersants et désémulsionnants usuels.

La présente invention est maintenant décrite en se référant aux dessins annexés dans lesquels,
la Figure 1 représente un schéma du dispositif de la détermination de la teneur en eau du mélange eau-polluant
la Figure 2 représente un schéma du dispositif de la détermination de la densité du mélange eau-polluant
la Figure 3 représente un schéma du dispositif de la détermination du point d'ébullition initial du polluant
la Figure 4 représente un schéma du dispositif pour éliminer l'eau du mélange eau-polluant
la Figure 5 représente l'abaque donnant la gamme du point éclair en fonction de la température d'ébullition initiale du polluant.

Au moyen du dispositif décrit à la Figure 1, on détermine la teneur en eau du mélange eau-polluant en remplissant tout d'abord la nacelle 10 jusqu'à ras bord avec le mélange eau-polluant. La forme de la nacelle peut être quelconque pour autant qu'on puisse l'introduire

- 7 -

aisément dans le tube en verre 11 et qu'elle puisse se mouvoir librement dans ce tube.

Après avoir introduit la nacelle 10 chargée du mélange eau-polluant dans le tube 11, on introduit ensuite dans le tube 11, le robinet 12 étant fermé, un solvant de produit pétrolier, pratiquement insoluble dans l'eau dont la densité est supérieure à celle de l'eau, contenant un agent hydrofuge coalesceur. Ce solvant doit être un solvant courant, et généralement on utilise du chloroforme ou du tétrachlorure de carbone. On ferme ensuite le tube 11 au moyen du bouchon 13 et on agite le dispositif jusqu'à dissolution totale du mélange eau-polluant se trouvant dans la nacelle 10. A ce moment, on ouvre le robinet 12 et on laisse s'écouler le liquide dans le tube 14 qui se termine par une sphère 15. Le liquide se sépare en deux phases, une phase organique et une phase aqueuse, la phase aqueuse se trouvant au-dessus de la phase organique vu la densité du solvant. On amène ensuite la graduation 0 de la plaque mobile coulissant le long du tube 14 en face du ménisque supérieur de la phase aqueuse, la graduation située en face du ménisque inférieur de la phase aqueuse donne le pourcentage en eau. La plaque mobile 16 a été préalablement graduée en pourcentage en eau. L'échelle des graduations dépend du volume de la nacelle 10 et du diamètre du tube 14 le long duquel coulisse la plaque mobile 16.

Selon un mode d'exécution préféré du dispositif de la présente invention, la nacelle 10 a une forme étroite et allongée de façon à être facilement introduite dans le tube 11. Le dispositif est de préférence constitué de 3 parties démontables comprenant le tube 11, une partie centrale comprenant le robinet 12 d'une part surmonté d'un tube 17 relié au tube 11 au moyen d'une bride extérieure, et d'autre part prolongé par un tube 18 relié au tube 14 au moyen d'une bride extérieure. De préférence, le tube 14 a un diamètre plus petit que celui du tube 11 afin d'améliorer la précision de la lecture.

Au moyen du dispositif décrit à la Figure 2, on détermine la densité du mélange eau-polluant en remplis-

sant tout d'abord un récipient 20 fermé au moyen d'un couvercle 21 dans lequel est accroché un fil métallique rigide 22. La partie supérieure de ce fil métallique 22 est introduite dans un tube en verre 23 et l'extrémité supérieure de ce fil métallique 22 est accrochée à l'extrémité inférieure d'un ressort taré 24. L'extrémité inférieure du ressort taré 24 comporte un repère 25, qui lorsque rien n'est suspendu au fil métallique 22, se trouve en face de la graduation 0 d'une plaque fixe, préalablement étalonnée en densité, accrochée extérieurement au tube en verre 23. L'extrémité supérieure du ressort taré 24, qui se trouve toujours dans le tube en verre 23, est accrochée à l'extrémité inférieure d'un fil métallique rigide 26 dont la partie supérieure sort du tube en verre 23 et est recourbée en forme de crochet.

La longueur de la course du ressort taré 24, dans le tube en verre 23 a été fixée pour obtenir une bonne précision de la mesure. Généralement une course de environ 10 cm pour un intervalle de densité compris entre 0,6 et 1 est préféré.

Au moyen du dispositif représenté à la Figure 3, on détermine le point d'ébullition initial du polluant que l'on a débarassé préalablement de l'eau qu'il contenait. Cette opération est réalisée en utilisant le dispositif décrit à la Figure 4. Elle consiste à introduire dans un tube en verre 40 prolongé à sa partie inférieure par un robinet 41 et comportant à la partie inférieure un verre fritté 42, une quantité suffisante de mélange eau-polluant, ainsi qu'un solvant soluble dans l'eau et pratiquement insoluble dans le polluant pétrolier. Le solvant utilisé est généralement du type dérivé de glycol et plus particulièrement le propylène-glycol. Ces types de solvant ne sont pas gênants pour la détermination du point initial d'ébullition du polluant car leur point d'ébullition est de loin supérieur à celui des légers que le polluant pétrolier peut contenir. On referme le tube 40, le robinet 41 étant également fermé et on agite pour extraire l'eau du polluant pétrolier. Le mélange se sépare en deux phases, une phase aqueuse contenant le solvant et l'eau, l'autre phase con-

tenant le polluant. On ouvre le robinet 41 et on laisse s'écouler la phase aqueuse. Afin d'éliminer les dernières traces d'eau présente dans le polluant pétrolier, on introduit dans le tube 40 une quantité suffisante d'un mélange de chlorure de calcium et de sulfate de sodium anhydres. On agite le mélange et ensuite on récupère la phase liquide constituée par le polluant débarrassé de l'eau qu'il contenait, le mélange de chlorure de calcium et de sulfate de sodium étant retenus sur le verre fritté 42. La quantité de polluant récupérée va être traitée dans le dispositif décrit à la Figure 3.

La quantité de polluant débarrassé de l'eau qu'il contenait est introduite dans un tube en verre 30 disposé verticalement et comportant une tubulure latérale 31 inclinée extérieurement vers le haut et une seconde tubulure latérale 32 diamétralement opposée à la première. La tubulure latérale 32 comporte deux branches horizontales 33 et 34 reliées par une branche verticale 35 prolongée par une mise à l'air 36. La branche 34 se termine à l'intérieur du tube 30 par un prolongement, disposé verticalement vers le bas, et de diamètre progressivement restreint de façon à jouer le rôle de bouchon liquide lors de la distillation des produits. Cette tubulure 32 est destinée à assurer la condensation et le reflux des produits distillés vers le tube 30. Dans la tubulure 31, on introduit un thermomètre 37 dont le bulbe 38 se trouve dans la partie axiale du tube 30 et face à la branche 33 de la tubulure 32.

Ce dispositif est accroché au moyen d'un clips de fixation à une enceinte cylindrique métallique 50, disposée verticalement.

Le chauffage nécessaire pour la distillation du polluant est assuré par le brûleur 51 d'une lampe à souder 52 alimentée par une petite bonbonne de gaz 53. La conduite horizontale 54 reliant la bonbonne 53 à la tête de brûleur 51 est soudée verticalement vers le haut afin de pouvoir placer la tête du brûleur dans l'enceinte métallique 50.

Lorsque l'on chauffe le polluant se trouvant dans

- 10 -

le tube 30, les vapeurs montent dans le tube 30, se condensent sur le thermomètre et dans la branche 33 éventuellement refroidie par un bout d'ouate humide, le condensat s'écoulant dans les branches 35 et 34, assurant le reflux vers le tube 30 et formant bouchon liquide de façon à éviter que les vapeurs ne s'échappent directement via les branches 34, 35 et 36. Lorsque le reflux est ainsi établi et que des gouttes perlent sur le bulbe du thermomètre, on est en régime stationnaire et on lit alors la température au thermomètre. Cette valeur de la température, reportée sur un abaque donnant la gamme dans laquelle se trouve le point éclair du polluant en fonction de la température d'ébullition initiale, permet de déterminer le point éclair le plus probable du polluant considéré.

Exemple ci-après est donné afin de mieux illustrer la présente invention, mais sans pour autant en limiter la portée.

20 Exemple 1:

On a utilisé un polluant contenant 22% de pétrole brut et 78% d'eau. Ce polluant se présente sous forme d'une émulsion inverse du type mousse au chocolat. On a déterminé avec précision la densité du mélange eau-polluant qui était de 0,01, ainsi que le point éclair du polluant qui était de 36°C.

On a ensuite utilisé le procédé et l'équipement de la présente invention pour déterminer les différentes caractéristiques du polluant.

30 On a tout d'abord rempli la nacelle à ras bord avec du mélange eau-polluant. On l'a introduite dans le tube en verre décrit à la Figure 1. On a ensuite introduit dans ce tube en verre 100 ml de chloroforme et 2 gouttes d'acétate d'amine primaire oléique comme coalesceur hydrofuge. On a laissé s'écouler le mélange par le robinet dans le tube inférieur et on a déterminé la teneur en eau du mélange eau-polluant selon la méthode décrite plus avant. On a trouvé 72%.

40 On a ensuite rempli le récipient décrit à la Figure 2 avec du mélange eau-polluant afin d'en déterminer

- 11 -

la densité. On a suspendu le récipient rempli à ras bord au dispositif décrit à la Figure 2 et on a trouvé une densité de 1,03.

5 On a ensuite introduit 40 ml de mélange eau-polluant dans le tube en verre décrit à la Figure 4, avec 60 ml de propylèneglycol.

 On a laissé décanter le mélange en 2 phases et on a éliminé la phase aqueuse. On a ensuite introduit dans
10 ce même tube 20 g d'un mélange 4/1 de CaCl_2 et de Na_2SO_4 . On a agité le mélange et on a récupéré le polluant débarassé de l'eau qu'il contenait.

 On a introduit cette quantité de polluant dans le tube en verre décrit à la Figure 3, on a allumé le
15 brûleur de la lampe à souder afin d'effectuer la distillation du polluant. Lorsque le reflux a été établi, une goutte perlait sur le bulbe du thermomètre. On a lu la température indiquée au thermomètre qui était de 105°C .

 On a porté cette température sur l'abaque
20 représenté à la Figure 5 et on a déterminé le point éclair correspondant qui était d'environ 39°C .

 On remarquera que la détermination des caractéristiques du polluant selon le procédé de l'invention est
25 d'une précision suffisante pour pouvoir décider du choix des moyens à mettre en oeuvre pour éliminer le polluant pétrolier.

Revendications:

1. Procédé pour la détermination rapide des caractéristiques d'un polluant pétrolier contenant de l'eau caractérisé en ce qu'il consiste à:
- 5 l'eau caractérisé en ce qu'il consiste à:
- a) déterminer la teneur en eau dans le mélange eau-polluant - en introduisant dans la partie supérieure d'un tube en verre (11), séparée de la partie inférieure (14) par un robinet (12), une nacelle (10) remplie par le mélange eau-polluant, une quantité suffisante d'un solvant de produits pétroliers, pratiquement insoluble dans l'eau et ayant une densité significativement supérieure à celle de l'eau, et un agent coalesceur hydrofuge,
- 10 - en fermant l'extrémité supérieure de ce tube (11) par un bouchon (13),
- en agitant le tube (11) jusqu'à solubilisation totale du mélange, eau-polluant dans le dit solvant,
- en ouvrant le robinet (12) séparant la partie supérieure (11) du tube de la partie inférieure (14) pour permettre
- 20 la décantation du mélange en deux phases, la phase aqueuse venant au-dessus de la phase organique,
- en mettant le niveau zéro d'une plaque (16) préalablement étalonnée en pourcentage en eau, mobile le long de la partie inférieure (14) du tube, en face du ménisque supérieur
- 25 de la phase aqueuse, la graduation de la plaque mobile (16) en face du ménisque inférieur de la phase aqueuse, donnant la teneur en eau du mélange eau-polluant,
- b) déterminer la densité du mélange eau-polluant
- en suspendant à un ressort taré (24), introduit dans un
- 30 tube en verre (23) pouvant être accroché à tout endroit accessible, un récipient (20) de volume connu rempli par le mélange eau-polluant et fermé par un couvercle (21) dans lequel passe la tige de fixation (22) du ressort taré (24),
- en lisant la graduation indiquée sur une plaque fixe
- 35 attachée au tube en verre, préalablement étalonnée en densité, située en face du repère (25) sur le ressort taré (24),
- c) déterminer le point d'ébullition initial du polluant
- en introduisant dans un tube en verre (40), comportant à sa partie supérieure un dispositif de fermeture et à sa
- 40 partie inférieure un robinet (41), une quantité suffisante

- de mélange eau-polluant et une quantité suffisante d'un solvant, soluble dans l'eau et pratiquement insoluble dans le polluant, du type dérivé de glycol, favorisant la séparation de l'eau hors du mélange eau-polluant
- 5 - en laissant décanter le mélange jusqu'à la formation de deux phases, la phase aqueuse étant en-dessous de la phase organique,
 - 10 - en éliminant la phase aqueuse par ouverture du robinet (41),
 - en introduisant ensuite dans le tube en verre (40) une quantité suffisante d'un mélange de chlorure de calcium et de sulfate de sodium anhydres pour parfaire l'élimination de l'eau présente dans la phase organique,
 - 15 - en récupérant l'échantillon de polluant débarassé de l'eau qu'il contenait, par ouverture du robinet (41), le chlorure de calcium et de sulfate de sodium étant retenus dans le fond du tube en verre (40) par un verre fritté (42)
 - 20 - en introduisant l'échantillon de polluant débarassé de l'eau qu'il contenait dans un dispositif formé par un tube en verre (30) comportant une première tubulure latérale (31) inclinée contenant un thermomètre (37), et une seconde tubulure latérale (32) diamétralement opposée à la première composée de deux branches horizontales (33 et 34) reliées
 - 25 entre elles par une branche verticale (35), cette branche verticale (35) étant surmontée par une mise à l'air (36), cette seconde tubulure (32) assurant le reflux des matières distillées vers le tube en verre (30), via les différentes branches, la branche horizontale inférieure (34) étant pro-
 - 30 longée à l'intérieur du tube en verre (30) pour favoriser la formation d'un bouchon liquide évitant l'échappement des vapeurs directement par la seconde tubulure latérale (32),
 - en accrochant ce dispositif sur un cylindre métallique
 - 35 (50) disposé autour d'un brûleur (51) d'une lampe à souder (52) alimentée par une petite bonhomme de gaz (53),
 - en chauffant le dispositif jusqu'au moment où le reflux s'établit,
 - en notant la température au thermomètre (37) lorsque le
 - 40 reflux est établi.

- 14 -

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le solvant de produits pétroliers pratiquement insoluble dans l'eau et de densité significativement supérieure à celle de l'eau, introduit dans le tube (11) est choisi dans le groupe comprenant le chloroforme et le tétrachlorure de carbone.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le solvant soluble dans l'eau et pratiquement insoluble dans le polluant pétrolier introduit dans le tube (40), est choisi dans le groupe comprenant les dérivés de glycol.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le solvant introduit dans le tube (40) est le propylène glycol.

5. Appareillage pour la détermination rapide des caractéristiques d'un polluant pétrolier contenant de l'eau caractérisé en ce qu'il comprend :

- un dispositif pour la détermination rapide de la teneur en eau du mélange eau-polluant, composé d'une nacelle (10) étroite et allongée de volume connu, d'un tube en verre disposé verticalement constitué par deux tubes (11) et (14) juxtaposés bout à bout et reliés entre eux au moyen d'une bride extérieure, le tube supérieur (11) ayant un diamètre constant supérieur à celui de la nacelle (10), le tube inférieur (14) ayant un diamètre constant inférieur à celui du tube supérieur (11) et comportant à sa partie supérieure un robinet (12) et à son extrémité inférieure une sphère (15), et finalement d'une plaque mobile (16), préalablement étalonnée en pourcentage en eau et coulissant le long du tube en verre inférieur (14);

- un dispositif, pour la détermination rapide de la densité du mélange eau-polluant, composé d'un fil métallique rigide (26) disposé verticalement recourbé à son extrémité supérieure pour former un crochet, sa partie inférieure étant introduite dans un tube en verre (23), d'un ressort taré (24) accroché à l'extrémité inférieure du dit fil métallique (26), ce ressort taré (24) comportant un repère (25) à son extrémité inférieure, et d'un second fil métallique rigide (22) attaché à l'extrémité inférieure du ressort taré (24), l'extrémité inférieure du second fil métallique (22) sortant du

- fond du tube en verre (23), d'un récipient (20), rempli de mélange eau-polluant dont on veut déterminer la densité, accroché à l'extrémité inférieure du second fil métallique
- 5 rigide (22), et d'un dispositif fixe gradué en densité relié extérieurement au tube en verre (23) et disposé de telle sorte que la graduation zéro du dispositif soit en regard du repère (25) du ressort taré (24) lorsque le récipient (20) accroché est vide.
- 10 - un dispositif pour la détermination rapide du point d'ébullition initial du polluant, composé d'un dispositif de chauffage, constitué par une lampe à souder (52), alimentée par une bonbonne de gaz (53), la conduite horizontale (54) de la lampe à souder (52) étant coudée ver-
- 15 ticalement vers le haut pour constituer la tête de brûleur (51), la tête de brûleur (51) étant placée dans une enceinte métallique cylindrique (50), d'un tube en verre (30) contenant du polluant à tester dont on a enlevé l'eau qu'il contenait, ce tube en verre (30) comprenant à sa partie
- 20 supérieure une première tubulure latérale externe (31) inclinée vers le haut dans laquelle on introduit un thermomètre (37) de telle sorte que le bulbe (38) du thermomètre (37) atteigne la partie axiale du tube de verre (30), et une seconde tubulure latérale externe (32), assurant la
- 25 condensation et le reflux des produits distillés, diamétralement opposée à la première tubulure latérale externe (31) et constituée de deux branches horizontales (33) et (34) reliées entre elles par une branche verticale (35), cette dernière branche (35) comportant une mise à l'air
- 30 (36), l'extrémité de la branche horizontale supérieure (33) se trouvant face au bulbe (38) du thermomètre (37), la branche horizontale inférieure (34) comportant à l'intérieur du tube en verre (30) un prolongement vertical vers le bas de diamètre progressivement restreint, le dit tube
- 35 en verre (30) étant introduit dans l'enceinte métallique cylindrique (50) et fixé à celle-ci de telle sorte que le fond du tube en verre (30) soit toujours à la même hauteur vis-à-vis de la flamme du brûleur (51) et que la partie graduée du thermomètre (37) soit en dehors de l'enceinte
- 40 métallique cylindrique (50).

- 16 -

6. Appareillage selon la revendication 5, caractérisé en ce que le dispositif de détermination de la teneur en eau du mélange eau-polluant est constitué de trois parties 5 démontables comprenant le tube en verre (11), une partie centrale contenant le robinet (12), et le tube en verre (14), ces parties étant reliées entre elles par des brides extérieures.

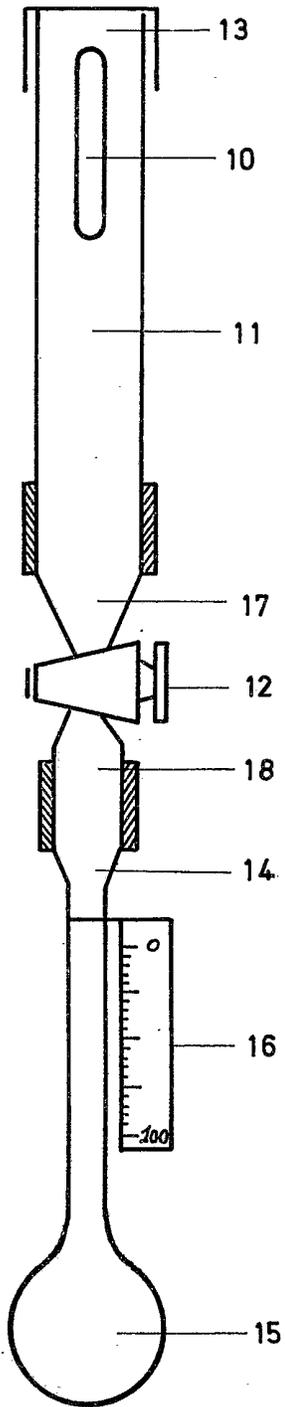


FIG. 1

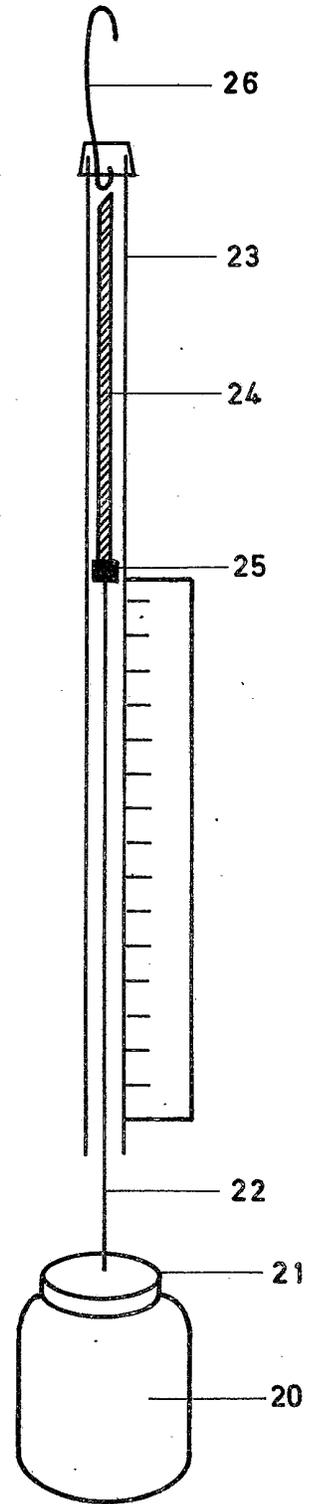


FIG. 2

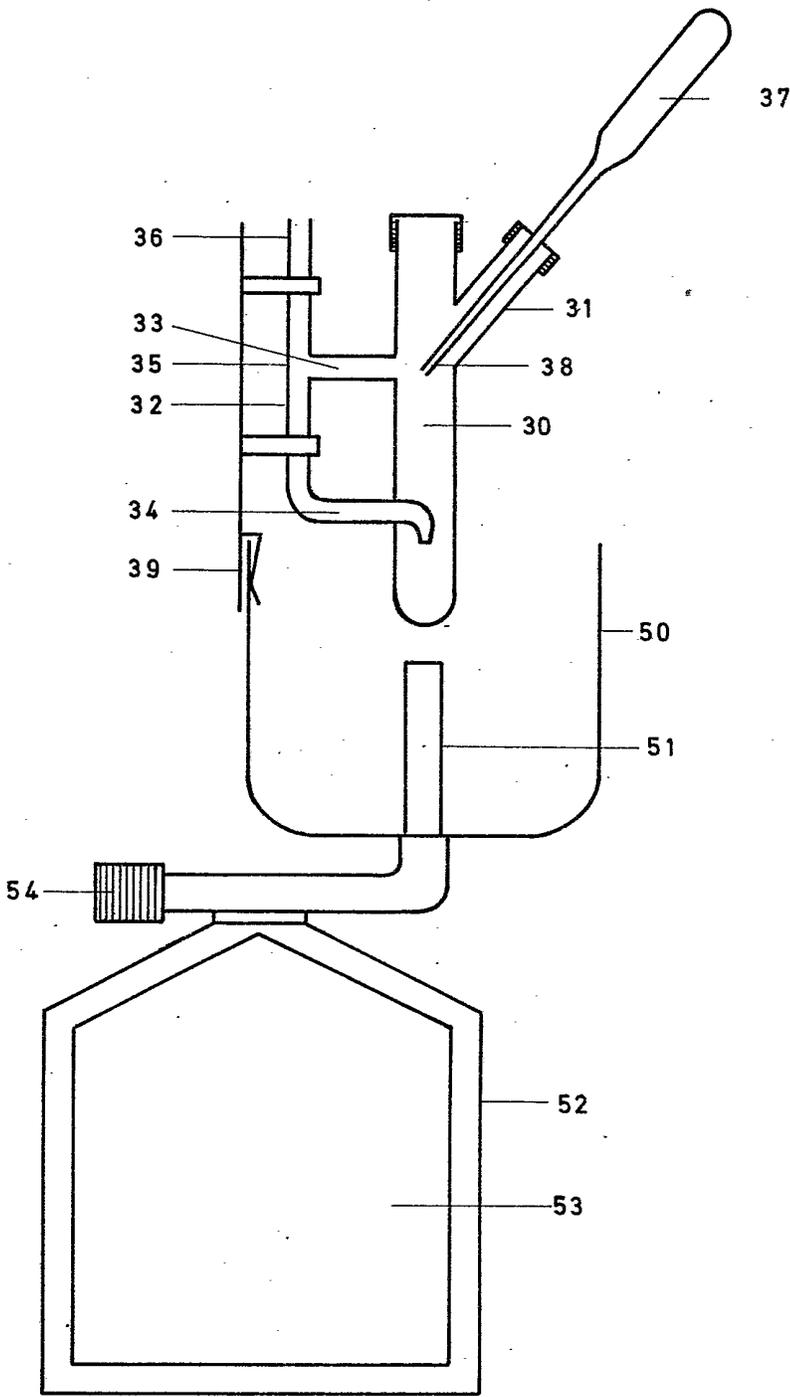


FIG. 3

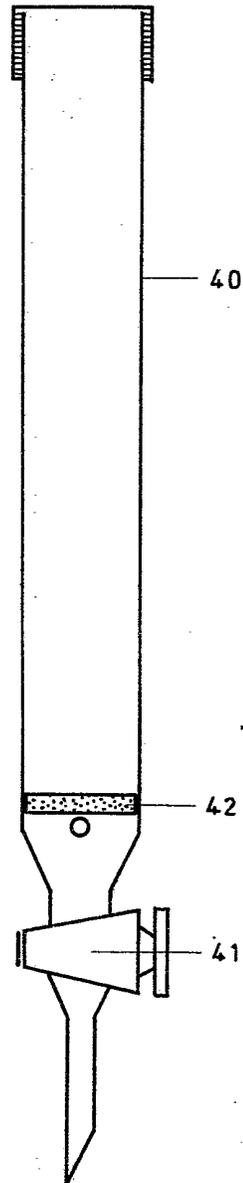


FIG. 4

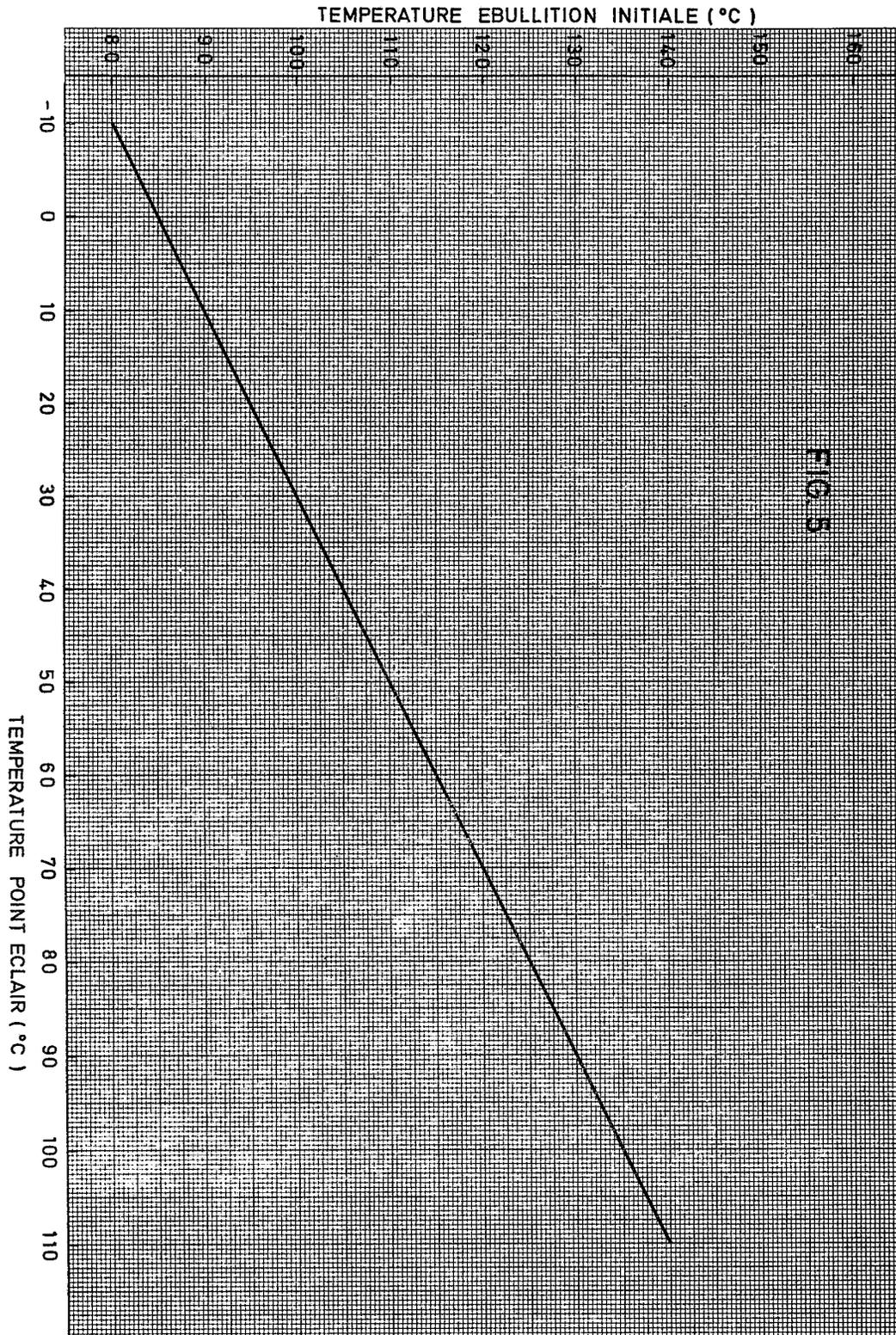


FIG. 5