

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①① N° de publication : **2 618 55**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national : **88 0948**

⑤① Int Cl<sup>4</sup> : G 01 N 33/26, 30/02.

①② **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

**A**

②② Date de dépôt : 12 juillet 1988.

③③ Priorité : BR, 21 juillet 1987, n° PI 8703790.

④③ Date de la mise à disposition du public de la  
demande : BOPI « Brevets » n° 4 du 27 janvier 1989.

⑥③ Références à d'autres documents nationaux appa-  
rentés :

⑦① Demandeur(s) : Société dite : PETROLEO BRASILEIRA  
S.A. - PETROBRAS. — BR.

⑦② Inventeur(s) : Ináí Martins Ribeiro de Andrade Brünir

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : Cabinet Lavoix.

⑤④ Procédé de détermination de la polarité chimique d'une huile brute et de ses fractions lourdes.

⑤⑦ Suivant ce procédé on mesure les interactions chimiques  
que l'huile brute exerce, induit et subit lorsqu'elle est en  
contact avec une série de substances de polarité connue et  
d'interaction également connue.

Le procédé comprend la mesure, par chromatographie en  
phase gazeuse inversée, des indices de rétention des sub-  
stances connues injectées premièrement dans une colonne  
dans laquelle la phase stationnaire est l'huile brute et, deuxiè-  
mement, dans une colonne dans laquelle la substance non  
polaire est la phase stationnaire.

Ces premières et secondes valeurs, pour la totalité des  
substances connues, donnent des troisièmes valeurs qui par  
exemple, lorsqu'on les additionne, donnent la polarité relative  
de l'huile brute.

Application : Industrie pétrolière.

**R 2 618 558 - A1**

La présente invention concerne un procédé pour déterminer la polarité chimique d'une huile brute et de ses fractions lourdes en les employant comme phase stationnaire, en mettant une série de substances connues en contact avec l'huile brute et en mesurant les interactions entre l'huile brute et les substances connues par la technique de chromatographie en phase gazeuse inversée.

La chromatographie en phase gazeuse ou chromatographie gaz-liquide ou chromatographie gazeuse est bien connue pour l'analyse de substances qui sont mises en contact avec un liquide ou avec un liquide sur un support. Le liquide est la phase stationnaire et la substance à analyser se trouve dans la phase mobile.

Dans la chromatographie inversée, au contraire, la phase stationnaire est la substance à analyser et la phase mobile comprend une série de substances connues dont les interactions avec la phase stationnaire sont mesurées. Dans la chromatographie gazeuse, il peut se produire entre les phases une adsorption et une désorption de la phase mobile, par exemple, du fait de l'action du gaz inerte qui entraîne les substances vaporisées contenues dans la phase mobile à travers un lit solide qui contient la phase stationnaire.

Les interactions (adsorption, par exemple) sont en relation avec les polarités des substances entre lesquelles elles se produisent. La polarité d'une substance est définie comme étant la capacité de sa molécule à avoir, en deux points distincts, des caractéristiques différentes ou opposées provenant de la répartition hétérogène des charges électroniques dans sa structure moléculaire. La polarité d'une substance donnée est donc la résultante de la polarité

des liaisons atomiques. Les liaisons entre des atomes égaux ou entre des atomes qui ont la même densité électronique sont non-polaires ; lorsque les atomes sont différents, ils ont une électronégativité différente et les liaisons sont alors polaires. Une molécule polaire a un moment électrique, une constante diélectrique et un moment dipolaire.

Lorsqu'on évalue la polarité moléculaire d'une substance organique donnée, il faut tenir compte à la fois de sa caractéristique polaire permanente ou isolée et de la polarité résultant d'une polarisation de la molécule (influence de son environnement). Cette polarité est la résultante de la somme des forces d'interaction des substances avec les molécules des substances qui constituent l'environnement.

Les hydrocarbures paraffiniques ou alcanes sont non-polaires, le moment dipolaire du méthane étant égal à zéro. Les hydrocarbures aromatiques, cependant, bien que leurs liaisons se fassent entre des atomes égaux, ont des densités électroniques localisées et sont polarisables ; par conséquent, dans un milieu solvant polaire, ils ont une polarité induite relativement importante.

Si une substance organique donnée a un ou plusieurs hétéroatomes, sa polarité augmente fortement, de même que les effets électrostatiques et les interactions moléculaires.

Les huiles brutes consistent en un mélange extrêmement complexe de substances dont la nature chimique dépend de leur origine et de leur histoire géologique.

La composition chimique, en particulier, détermine la polarité d'une huile brute donnée et de ses fractions. La composition et la polarité sont

intimement liées. La polarité d'une huile brute donnée représente l'action synergique des polarités de ses constituants.

5 Un des problèmes de l'analyse des huiles brutes est de déterminer la polarité des huiles brutes, ce qui est important car la polarité détermine le comportement des huiles brutes dans les opérations industrielles de production, traitement, transport et raffinage.

10 Dans la composition des huiles brutes, ce sont toujours les hydrocarbures saturés et les hydrocarbures aromatiques qui prédominent. Il y a, en proportion plus faible, un certain nombre d'autres constituants qui comportent des hétéroatomes comme  
15 l'azote, l'oxygène, le soufre et des métaux dans leurs molécules. Ces composés présentent des caractéristiques polaires et, même lorsqu'ils sont présents en petite quantité, ils sont responsables des difficultés rencontrées dans la production, le transport  
20 et l'utilisation industrielle des huiles brutes. On s'intéresse donc beaucoup à l'évaluation de ces composés, mais la grande variété qualitative et les faibles concentrations rendent leur analyse extrêmement difficile.

25 On sait toutefois que ces composés hétéroatomiques se concentrent dans les fractions les plus lourdes des huiles brutes, qui sont par conséquent les plus polaires. Ces composés hétéroatomiques sont désignés traditionnellement sous le nom de résines et  
30 d'asphaltènes et comprennent des entités moléculaires ayant une grande variété de fonctions chimiques comme les acides naphthéniques, les acides carboxyliques, les quinoléines, les carbazoles, les phénols, les pyridines, les thiophénols, les benzothiophènes, les  
35 alkylphénols, les thiols, les thiophènes, etc. Tous

sont des molécules polaires ou polarisables et la polarité résultant de leur mélange et de leur action synergique, à la fois entre eux et avec le milieu principalement non-polaire des hydrocarbures et fractions pétrolières, sera la polarité présentée par l'huile brute et ses fractions.

Outre l'adsorption, d'autres propriétés sont reliées à la polarité. Toutefois, aucune propriété physique prise isolément n'est capable d'évaluer complètement et correctement la polarité, même celle d'une substance pure. Pour une huile brute donnée, la difficulté est évidemment encore plus grande. Des propriétés physiques comme la constante diélectrique, le moment dipolaire, l'indice de réfraction, la chaleur de vaporisation, le point d'ébullition, etc. ont déjà été reliées à la polarité de la substance.

On connaît bien aussi la tentative pour établir des paramètres de polarité empirique, basée sur des méthodes spectroscopiques, comme dans les articles de KOSOWER, E.M. (J. Chem. Phys., 61:230, 1964) et RUMMENS, F.H.A. (Can. J. Chem., 54:254, 1976) ou sur des méthodes chromatographiques comme dans les articles de ROHRSCHEIDER, L. (J. Chromatog., 17:1-12, 1965 et ibidem, 22:6-22, 1966), Mc REYNOLDS, W.O. (J. of Chromatog. Sci. 8:685, 1970), KOVATS, E. (Helv. Chim. Acta, 41:1915, 1958), ETTRE, L.S. (Anal. Chem., 36(8): 31A-41A, 1964) et Mc NAIR, H.M. & BONELLI, E.J. (Basic Gas Chromatography, Palo Alto - California, Varian, 1968). Ces articles concernent des substances pures. Jusqu'à aujourd'hui, aucun moyen de mesurer la polarité des huiles brutes n'a été mentionné. On signale un moyen pour mesurer, au moyen de la résonance magnétique nucléaire, la polarité d'un mélange de trois constituants qui simule un

pétrole brut, dans la demande de brevet français FR 2 495 780, publiée le 11 juin 1982 de M. AMAT.

La présente invention a pour but de résoudre les problèmes de la mesure de la polarité de mélanges complexes de composés polaires insuffisamment connus.

La présente invention vise à appliquer des méthodes chromatographiques comme celles citées dans les références, à les ajuster au nouveau but des essais, pour obtenir la polarité chimique relative de chaque pétrole ou produit pétrolier testé.

Selon la présente invention, la polarité chimique d'une huile brute et de ses fractions lourdes est déterminée par un procédé qui comprend les étapes consistant à :

- a) préparer une colonne de chromatographie en phase gazeuse dans laquelle l'huile brute et ses fractions lourdes sont employées comme phase stationnaire.
- b) mesurer comment cette phase stationnaire réagit avec certaines substances connues, lorsque ces dernières sont injectées dans la colonne ainsi préparée. Pour chaque substance, on obtient une première valeur.
- c) préparer une seconde colonne de chromatographie en phase gazeuse en employant comme phase stationnaire une substance fortement non-polaire et considérée comme étant de polarité zéro.
- d) mesurer comment cette phase stationnaire non-polaire réagit avec les mêmes substances injectées précédemment, mais qui sont injectées maintenant dans la colonne de phase non-polaire. Pour chaque substance, on obtient une seconde valeur.

- e) à partir des premières valeurs et des secondes valeurs, calculer une troisième valeur, une pour chacune de ces substances connues.
- f) à partir des troisièmes valeurs, qui se rap-  
5 portent à toutes ces substances connues, cal-  
culer la polarité.

Ci-dessous est décrit un mode opératoire général qui utilise les concepts de la présente invention.

10 Les huiles brutes ou leurs fractions lourdes sont employées comme phases stationnaires dispersées sur un support inerte de matière siliceuse contenant des quantités variables d'oxyde d'aluminium et de fer, de façon à recouvrir ledit support d'une façon homogène et complète. Comme les huiles brutes ont des  
15 constituants légers qui empêcheraient leur utilisation en chromatographie gazeuse, on emploie leur coupe lourde de point d'ébullition égal ou supérieur à 200 ou 260°C, de façon à éliminer les constituants légers de point d'ébullition inférieur à 200 ou 260°C  
20 suivant le chiffre choisi. On prépare la phase stationnaire avec l'huile brute ainsi préalablement débarrassée de ses constituants de point d'ébullition inférieur à 200°C par exemple. Les constituants de point d'ébullition inférieur à 200°C ou 260°C ne  
25 contribuent pratiquement pas à la polarité et leur élimination n'affecte pas celle-ci, en particulier quand la polarité relative de l'huile brute doit être déterminée.

Pour couvrir le support avec la phase  
30 stationnaire, on emploie la technique chromatographique traditionnelle. L'huile brute, déjà débarrassée de ses constituants de bas point d'ébullition, est dissoute dans un solvant et mélangée audit support inerte ; on élimine le solvant par évapo-  
35 ration, en agitant en permanence. Ce qui reste est

une coupe pétrolière (huile brute débarrassée de ses constituants légers) déposée sur le support inerte constituant le garnissage de la colonne de traitement chromatographique.

5        Ce garnissage est ensuite employé pour remplir un tube métallique, comme il est d'usage dans la préparation d'une colonne de chromatographie en phase gazeuse. La colonne est adaptée à un appareil chromatographique existant comportant tous les dispositifs  
10 habituellement nécessaires pour la réalisation d'une analyse chromatographique - injecteur, détecteur, enregistreur, intégrateur, etc.

On injecte dans cette colonne de chromatographie différentes substances connues de polarité connue,  
15 représentatives des différentes fonctions organiques de la chimie, c'est-à-dire alcool primaire, alcool tertiaire, amines, substances halogénées, hydrocarbures aromatiques, cétones aliphatiques et cycliques, thiophènes, mélanges de paraffines normales, etc.  
20 Pour chaque substance connue, on détermine le temps de rétention, corrigé par la co-injection d'une substance inerte qui ne réagit pas avec la phase stationnaire, comme l'air ou le méthane. Le temps de rétention corrigé est le temps écoulé entre la  
25 détection de la substance inerte et la détection de la substance connue.

On calcule les indices de rétention d'après les temps de rétention, ainsi qu'il est connu et décrit par KOVATS et ETTRE, déjà mentionné(s) et ainsi qu'il  
30 est indiqué ci-après page 9.

On prépare ensuite une seconde colonne, par la même technique que celle qui vient d'être décrite, mais avec une phase stationnaire totalement non-polaire comme le squalane ou l'apolane ou un autre  
35 hydrocarbure également non-polaire.

Dans cette seconde colonne, on injecte les mêmes substances connues que celles qui ont été injectées dans la colonne contenant une huile brute, dans les mêmes conditions chromatographiques de fonctionnement, on détermine leurs temps de rétention corrigés et leurs indices de rétention.

Ainsi, chaque substance connue aura deux valeurs pour l'indice de rétention, suivant la colonne dans laquelle elle a été injectée.

Pour chaque substance injectée, on calcule ensuite une troisième valeur, qui est fonction des valeurs de l'indice de rétention. La troisième valeur est habituellement la différence entre les deux indices de rétention. Une fonction mathématique de toutes les troisièmes valeurs pour les substances injectées doit représenter la différence entre les interactions subies dans une substance totalement non-polaire (squalane, apolane ou analogue) considérée comme étant de polarité zéro et celles subies dans une substance polaire qui doit être classifiée (pétrole ou produit pétrolier). Ce nombre représente la polarité relative de l'huile brute ou de son produit. La fonction mathématique des troisièmes valeurs est de préférence la somme des différences.

Les temps de rétention et les indices de rétention sont des moyens de quantifier les interactions entre la phase stationnaire et la substance. On peut employer d'autres types d'interaction qui sont aussi quantifiables, sans s'écarter de l'esprit de l'invention.

On présente trois exemples qui montrent les détails opératoires du procédé de la présente invention :

Exemple 1

On distille un volume de presque 500 ml d'huile brute A, provenant du Sud-Est du Brésil, ce qui fournit une coupe 260°C<sup>+</sup>. On prépare une solution de 0,2 g de cette fraction lourde dans 30 ml de benzène et ensuite on l'ajoute à 20 g de support Vollaspher A2, 80/100 mesh (177 à 149 µm d'ouverture de maille). On évapore le solvant sous vide, à 60°C, dans un évaporateur rotatif, jusqu'à ce que l'on obtienne des granules complètement secs. Ces granules, constitués par la phase stationnaire et le support, sont employés pour remplir un tube métallique de 1 mètre de longueur et de 0,32 cm de diamètre interne. Ce tube constitue la colonne, que l'on place à l'intérieur d'un chromatographe et que l'on conditionne à 100°C pendant 12 heures sous un courant d'azote de 10 ml/min.

Au bout de cette durée, on prépare l'appareil de façon à opérer à des températures de 100°C dans la colonne, 250°C dans l'injecteur et dans le détecteur et sous un courant de gaz vecteur de 10 ml/min.

On injecte les substances suivantes : 1-butanol, 2-pentanone, benzène, pyridine, triéthylamine, 2-nitropropane, 2-méthyl-2-pentanol, dioxane, iodo-butane, thiophène et un mélange de paraffines normales qui comprend des hydrocarbures allant du pentane normal au nonane normal. On injecte chaque substance avec du méthane, ce qui permet de déterminer son temps de rétention corrigé.

L'indice de rétention est donné par

$$I = \frac{100 \log x_i - \log x_{(n-C)}}{z} + 100 z$$

$$\frac{\log x_{(n-C)} - \log x_{(n-C)}}{z+1}$$

Ici,  $x_i$  est le temps de rétention corrigé pour la substance  $i$  ;  $x_{(n-C_z)}$  est le temps de rétention corrigé pour la paraffine normale ayant  $z$  atomes de carbone, élue avant la substance  $i$  ;  $x_{(n-C_{z+1})}$  est le temps de rétention corrigé pour la paraffine normale ayant  $z + 1$  atomes de carbone élue avant la substance  $i$ .

Pour chaque substance  $i$  injectée, on calcule l'indice de rétention respectif dans la colonne.

On répète l'opération mais en utilisant des huiles brutes B et C provenant aussi du sud-est du Brésil.

On répète ensuite l'opération en employant du squalane comme phase stationnaire, dans la proportion de 0,2 g de squalane pour 1,0 g de Vollaspher A2, 80/100 mesh, mais en employant de l'hexane normal comme solvant. Le reste du mode opératoire est identique à celui qui a été adopté pour les huiles brutes A, B et C.

Le Tableau 1 énumère les résultats obtenus, les différences entre les indices de rétention de chaque huile brute et ceux du squalane et la somme de ces différences pour chaque huile brute, c'est-à-dire la polarité relative.

D'après les résultats obtenus, on peut dire que l'huile brute A est la plus polaire (594,3), suivie de l'huile brute B (485,3) et de l'huile brute C (409,5), dans cet ordre. En outre, on peut affirmer que l'huile brute A est presque de 50 % plus polaire que l'huile brute C. On peut donc s'attendre, pour la première, à de plus grandes difficultés de séparation eau/huile dans les opérations de production.

#### Exemple 2

Etant données deux fractions d'asphaltènes obtenues à partir d'huile brute du Nord-Est, on

souhaite comparer leurs polarités. On pèse une quantité de 0,2 g de chaque fraction et on la dissout dans 50 ml de benzène. On verse cette solution sur 2,0 g de Chemosorb W, 60/80 mesh (250  $\mu$ m/177  $\mu$ m d'ouverture de maille). Ensuite, on procède comme dans l'Exemple 1 et on obtient les résultats énumérés dans le Tableau 2.

D'après ces résultats, on constate que les asphaltènes étudiés sont très similaires du moins en ce qui concerne leurs polarités, qui diffèrent de moins de 10 % de l'une à l'autre. Leurs propriétés sont très similaires et leurs applications peuvent être similaires.

### Exemple 3

Dans le but de déterminer la polarité de trois résidus sous vide provenant respectivement de bruts d'Iran, de Sergipe à terre et d'Arabie léger, on prépare trois solutions à chaud à partir de 0,2 g de chaque résidu et de portions de toluène de 50 ml. On ajoute chaque solution à 2,0 g de Vollaspher A2 80/100 mesh (177-149  $\mu$ m) et on évapore ainsi qu'il est décrit dans l'Exemple 1. Le reste du mode opératoire est comme dans l'Exemple 1 et les résultats obtenus se trouvent dans le Tableau III.

On constate ainsi que le résidu sous vide le plus polaire est celui du brut d'Iran, suivi de Sergipe à terre et du brut d'Arabie léger. Donc les propriétés du résidu sous vide provenant du brut d'Iran le rendent plus facilement émulsifiable pour la combustion et le transport.

TABLEAU I

POLARITE : Résultats obtenus pour les huiles brutes A, B et C provenant du Sud-Est du Brésil

| Substances injectées (i) | Huile brute A |       | Huile brute B |       | Huile brute C |       | Squalane |       | $\Delta I$ |       |       |
|--------------------------|---------------|-------|---------------|-------|---------------|-------|----------|-------|------------|-------|-------|
|                          | $x_i$         | $I_i$ | $x_i$         | $I_i$ | $x_i$         | $I_i$ | $x_i$    | $I_i$ | A          | B     | C     |
| Butanol-1                | 0,54          | 673,4 | 0,58          | 657,4 | 0,43          | 650,8 | 0,74     | 596,6 | 76,8       | 60,8  | 54,2  |
| 2-pentanon               | 0,60          | 687,4 | 0,67          | 675,8 | 0,51          | 672,8 | 0,93     | 627,4 | 60,0       | 48,4  | 45,4  |
| Triéthylamine            | 0,66          | 700,0 | 0,77          | 693,5 | 0,59          | 691,6 | 1,32     | 680,6 | 44,9       | 12,9  | 11,0  |
| Benzène                  | 0,63          | 693,8 | 0,74          | 688,5 | 0,53          | 677,7 | 1,09     | 684,9 | 19,4       | 39,6  | 28,8  |
| Thiophène                | 0,72          | 711,5 | 0,83          | 703,2 | 0,58          | 689,3 | 1,09     | 654,5 | 57,0       | 48,7  | 34,8  |
| Dioxanne                 | 0,72          | 711,5 | 0,84          | 704,7 | 0,61          | 695,8 | 1,10     | 656,5 | 55,0       | 48,2  | 39,3  |
| 2-nitropropane           | 0,91          | 739,4 | 0,98          | 724,7 | 0,70          | 714,0 | 1,13     | 653,1 | 44,1       | 71,6  | 60,9  |
| 2-méthyl-2-pentanol      | 0,89          | 742,3 | 1,01          | 728,7 | 0,79          | 730,0 | 1,47     | 695,3 | 89,2       | 33,4  | 34,7  |
| Pyridine                 | 1,37          | 796,2 | 1,49          | 779,1 | 1,03          | 765,1 | 1,73     | 700,7 | 95,5       | 78,4  | 64,4  |
| Iodobutane               | 2,31          | 866,6 | 2,70          | 857,5 | 1,95          | 850,2 | 3,65     | 814,2 | 52,4       | 43,3  | 36,0  |
| n-pentane                | 0,13          | 500,0 | 0,16          | 500,0 | 0,13          | 500,0 | 0,35     | 500,0 | 0          | 0     | 0     |
| n-hexane                 | 0,31          | 600,0 | 0,37          | 600,0 | 0,29          | 600,0 | 0,72     | 600,0 | 0          | 0     | 0     |
| n-heptane                | 0,66          | 700,0 | 0,81          | 700,0 | 0,63          | 700,0 | 1,52     | 700,0 | 0          | 0     | 0     |
| n-octane                 | 1,41          | 800,0 | 1,75          | 800,0 | 1,34          | 800,0 | 3,31     | 800,0 | 0          | 0     | 0     |
| n-nonane                 | 2,96          | 900,0 | 3,72          | 900,0 | 2,83          | 900,0 | 6,64     | 900,0 | 0          | 0     | 0     |
| $\Sigma \Delta I$        | -             | -     | -             | -     | -             | -     | -        | -     | 594,3      | 485,3 | 409,5 |

Note :

 $x_i$  : Temps de rétention corrigé pour la substance  $i$  $I_i$  : Indice de rétention de chaque substance  $i$  $\Delta I$  : Différence des indices de rétention de la substance  $i$  dans l'huile brute et dans le squalane $\Sigma \Delta I$  : Somme des différences des indices de rétention - représente la polarité de chaque huile brute

TABLEAU II

POLARITE : Résultats obtenus pour des asphaltènes provenant d'huiles brutes du Nord-Est

| Substances<br>injectées (i) | Asphaltène A |       | Asphaltène B |       | Squalane |       | 4I           |              |
|-----------------------------|--------------|-------|--------------|-------|----------|-------|--------------|--------------|
|                             | $x_i$        | $I_i$ | $x_i$        | $I_i$ | $x_i$    | $I_i$ | Asphaltène A | Asphaltène B |
| Benzène                     | 0,10         | 732,2 | 0,09         | 717,0 | 1,09     | 648,9 | 83,3         | 68,1         |
| 2-pentanone                 | 0,11         | 746,0 | 0,11         | 745,9 | 0,93     | 627,4 | 118,6        | 118,5        |
| Thiophène                   | 0,12         | 758,5 | 0,11         | 745,9 | 1,09     | 654,5 | 104,0        | 91,4         |
| Dioxane                     | 0,13         | 770,0 | 0,12         | 758,5 | 1,10     | 656,6 | 113,5        | 102,0        |
| Butanol-1                   | 0,15         | 791,0 | 0,14         | 780,7 | 0,74     | 596,6 | 194,4        | 184,7        |
| 2-méthyl-2-pentanol         | 0,17         | 808,4 | 0,16         | 800,0 | 1,47     | 695,3 | 113,1        | 104,7        |
| 2-nitropropane              | 0,19         | 823,7 | 0,18         | 816,3 | 1,13     | 653,1 | 170,6        | 163,2        |
| Iodobutane                  | 0,33         | 900,0 | 0,31         | 891,4 | 3,65     | 814,2 | 85,8         | 77,2         |
| n-heptane                   | 0,08         | 700,0 | 0,08         | 700,0 | 1,52     | 700,0 | 0            | 0            |
| n-octane                    | 0,16         | 800,0 | 0,16         | 800,0 | 3,31     | 800,0 | 0            | 0            |
| n-nonane                    | 0,33         | 900,0 | 0,33         | 900,0 | 6,64     | 900,0 | 0            | 0            |
| $\Sigma 4I$                 | -            | -     | -            | -     | -        | -     | 984,3        | 909,2        |

Remarques : Mêmes symboles que dans le Tableau I.

TABLEAU III

POLARITE : Résultats obtenus pour des résidus sous vide provenant de différentes sources

| Substances injectées | Résidu sous vide provenant d'Iran |       |       |       | Résidu sous vide provenant de Sergipe à terre |       |       |       | Squalane |       |       |       | $\Delta I$                                                  |                                                  |                                                             |                                                   |
|----------------------|-----------------------------------|-------|-------|-------|-----------------------------------------------|-------|-------|-------|----------|-------|-------|-------|-------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------|
|                      | $x_i$                             | $I_i$ | $x_i$ | $I_i$ | $x_i$                                         | $I_i$ | $x_i$ | $I_i$ | $x_i$    | $I_i$ | $x_i$ | $I_i$ | Résidu sous vide provenant d'huile brute de Sergipe à terre | Résidu sous vide provenant d'huile brute de Iran | Résidu sous vide provenant d'huile brute de Sergipe à terre | Résidu sous vide provenant d'huile brute d'Arabie |
| 2-pentanone          | 0,80                              | 714,1 | 0,73  | 713,5 | 0,70                                          | 698,3 | 0,93  | 627,4 |          |       |       |       | 86,7                                                        | 86,1                                             | 70,9                                                        |                                                   |
| Butanol-1            | 0,84                              | 720,6 | 0,73  | 713,5 | 0,68                                          | 694,8 | 0,74  | 596,6 |          |       |       |       | 124,0                                                       | 86,1                                             | 85,8                                                        |                                                   |
| Benzène              | 0,85                              | 722,2 | 0,75  | 717,2 | 0,78                                          | 712,3 | 1,09  | 648,9 |          |       |       |       | 73,3                                                        | 68,3                                             | 63,4                                                        |                                                   |
| Thiophène            | 0,99                              | 742,6 | 0,87  | 737,1 | 0,89                                          | 729,7 | 1,09  | 654,5 |          |       |       |       | 88,1                                                        | 82,6                                             | 75,2                                                        |                                                   |
| Dioxane              | 1,02                              | 746,6 | 0,94  | 747,5 | 0,89                                          | 729,7 | 1,10  | 656,5 |          |       |       |       | 90,1                                                        | 91,0                                             | 73,2                                                        |                                                   |
| 2-méthyl-2-pentanol  | 1,26                              | 774,9 | 0,73  | 713,5 | 1,06                                          | 752,7 | 1,47  | 695,3 |          |       |       |       | 79,6                                                        | 18,2                                             | 57,4                                                        |                                                   |
| Nitropropane         | 1,40                              | 789,0 | 1,16  | 775,7 | 1,19                                          | 767,9 | 1,13  | 653,1 |          |       |       |       | 135,9                                                       | 122,6                                            | 114,8                                                       |                                                   |
| Iodobutane           | 3,01                              | 894,2 | 2,60  | 886,8 | 2,76                                          | 880,8 | 3,65  | 814,2 |          |       |       |       | 80,0                                                        | 72,6                                             | 66,6                                                        |                                                   |
| n-hexane             | 1,33                              | 600,0 | 0,30  | 600,0 | 0,31                                          | 600,0 | 0,72  | 600,0 |          |       |       |       | 0                                                           | 0                                                | 0                                                           |                                                   |
| n-heptane            | 0,72                              | 700,0 | 0,66  | 700,0 | 0,71                                          | 700,0 | 1,52  | 700,0 |          |       |       |       | 0                                                           | 0                                                | 0                                                           |                                                   |
| n-octane             | 1,52                              | 800,0 | 1,39  | 800,0 | 1,52                                          | 800,0 | 3,31  | 800,0 |          |       |       |       | 0                                                           | 0                                                | 0                                                           |                                                   |
| n-nonane             | 3,14                              | 900,0 | 2,86  | 900,0 | 3,18                                          | 900,0 | 6,64  | 900,0 |          |       |       |       | 0                                                           | 0                                                | 0                                                           |                                                   |
| $\Sigma \Delta I$    | -                                 | -     | -     | -     | -                                             | -     | -     | -     | -        | -     | -     | -     | 757,7                                                       | 699,6                                            | 607,3                                                       |                                                   |

Remarques : Mêmes symboles que dans le Tableau I.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de détermination de la polarité chimique d'une huile brute et de ses fractions lourdes par chromatographie en phase gazeuse inversée, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- a) on prépare une colonne de chromatographie en phase gazeuse en employant ladite huile brute et ses fractions lourdes comme phase stationnaire ;
  - b) on mesure les interactions de la phase stationnaire de l'étape a avec certaines substances connues, en injectant ces substances connues dans la colonne de l'étape a, ce qui donne une première valeur pour chaque substance ;
  - c) on prépare une colonne de chromatographie en phase gazeuse en employant comme phase stationnaire une substance très non polaire, considérée comme de polarité zéro ;
  - d) on mesure les interactions de la phase stationnaire de l'étape c avec lesdites substances connues en injectant celles-ci dans la colonne de l'étape c, ce qui donne une seconde valeur pour chaque substance ;
  - e) on calcule une troisième valeur pour chaque substance connue, cette valeur étant fonction de la première et de la seconde valeurs mesurées dans les étapes c et d ;
  - f) on calcule la polarité comme fonction mathématique des troisièmes valeurs obtenues dans l'étape e, se rapportant à toutes lesdites substances connues.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'interaction de la phase stationnaire avec

chaque substance connue est l'indice de rétention de la dernière dans la première.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la troisième valeur est la différence entre la première et la deuxième valeur.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la polarité est la somme des troisièmes valeurs.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les substances sélectionnées sont choisies parmi les hydrocarbures, les alcools, les amines, les cétones, les thiophènes, les substances halogénées et les substances nitrées.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'huile brute a été préalablement débarrassée de ses constituants de point d'ébullition inférieur à 200°C.