
NORME INTERNATIONALE **ISO** 2096



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Glycérines à usage industriel — Méthodes d'échantillonnage

Première édition — 1972-06-15

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2096:1972](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/337ab185-8269-4fd3-ab12-fcf7b41348a9/iso-2096-1972)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/337ab185-8269-4fd3-ab12-fcf7b41348a9/iso-2096-1972>

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2096 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en mars 1971 par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Tchécoslovaquie
Allemagne	Italie	Thaïlande
Autriche	Nouvelle-Zélande	Turquie
Belgique	Pays-Bas	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Portugal	U.S.A.
France	Royaume-Uni	
Hongrie	Suisse	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Glycérines à usage industriel – Méthodes d'échantillonnage

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale fixe des méthodes d'échantillonnage des lots de glycérine, brute ou raffinée, à usage industriel soit en cours de remplissage (chapitre 4) soit déjà contenue en fûts (chapitre 5) ou en réservoirs (chapitre 6) mobiles ou fixes.

2 PRINCIPES GÉNÉRAUX

2.1 La préparation d'un échantillon représentatif présente des difficultés particulières, du fait de l'hétérogénéité fréquente des lots. Celle-ci peut résulter soit de la sédimentation des matières solides en suspension, dans le cas des glycérines brutes, soit de la stratification en couches de densités différentes au cours de la conservation, surtout si la glycérine s'est solidifiée après le remplissage des fûts ou réservoirs et a ensuite fondu.

2.2 Il est, par conséquent, recommandé d'adopter, autant que possible, un procédé d'échantillonnage en cours de remplissage (chapitre 4) ou, au moins, d'effectuer l'échantillonnage des lots aussitôt après cette opération, pendant que le produit est encore homogène.

2.3 Si l'on doit échantillonner de la glycérine conservée depuis quelque temps, il convient de choisir l'un des procédés décrits dans la présente Norme Internationale, selon le récipient dans lequel le produit a été conservé, et selon les indications fournies sur son état par quelques prises d'échantillon localisées.

2.4 Habituellement on divise l'échantillon global en au moins trois portions, chacune bouchée et scellée par l'opérateur. Une portion est destinée à l'acheteur, une au vendeur, et l'autre est conservée pour analyse arbitrale en cas de contestation.

3 PRÉCAUTIONS PARTICULIÈRES

3.1 Etant donné la nature très hygroscopique de la glycérine, il est essentiel que les échantillons soient, à tout moment, protégés de l'humidité et de l'air humide. Les récipients utilisés pour leur mélange et leur conservation doivent être hermétiques et maintenus fermés entre les remplissages et les prélèvements. Autant que possible, l'échantillonnage doit être effectué à couvert, en protégeant notamment les récipients de la pluie ou de toute autre pollution accidentelle.

3.2 Les échantillons pour laboratoire doivent être versés dans des flacons en verre chimiquement résistant, fermés par des bouchons en verre rodé. Dans certains cas, ces flacons peuvent être fermés par des couvercles à visser garnis d'un joint en polyéthylène ou en aluminium. Les flacons destinés aux laboratoires doivent être scellés par l'échantillonneur responsable, à l'aide de cire à cacheter.

3.3 Lorsque le produit contient des matières en dépôt ou en suspension, les récipients doivent être remplis aux deux tiers de leur capacité, pour faciliter l'homogénéisation. Dans les autres cas, les récipients doivent être remplis complètement.

3.4 Tous les appareils et récipients doivent être propres et secs au moment de leur utilisation.

4 MÉTHODE D'ÉCHANTILLONNAGE DES GLYCÉRINES AU COURS DU REMPLISSAGE

4.1 Méthode discontinue ou «à la louche»

4.1.1 Principe

Prélèvements successifs, à intervalles réguliers, de quantités égales d'échantillon pendant tout le remplissage. Mélange de ces prises successives, homogénéisation et prélèvement des échantillons pour laboratoire.

4.1.2 Appareillage

4.1.2.1 **Louche d'échantillonnage**, munie d'une poignée, d'une capacité de 300 à 500 ml, en laiton ou, pour les glycérines raffinées, en acier inoxydable.

4.1.2.2 **Récipient cylindrique** de capacité appropriée, en même matériau que la louche (4.1.2.1), ou de préférence en verre, et muni d'un couvercle hermétique. Ce récipient sert à recevoir et à mélanger les prélèvements successifs d'échantillons.

4.1.3 Mode opératoire

Déterminer le nombre de prélèvements à effectuer et l'intervalle de temps entre ceux-ci, en fonction de la quantité de produit à échantillonner et du débit du remplissage.

Prélever le produit, à l'aide de la louche d'échantillonnage (4.1.2.1), à l'extrémité de décharge de la conduite de remplissage, en espaçant les prises aussi uniformément que possible.

Avant chaque prélèvement, mais après avoir renversé la louche (4.1.2.1) pour la laisser égoutter, la rincer à l'aide de la glycérine à échantillonner. Réunir les prises successives dans le récipient (4.1.2.2), maintenu fermé entre chaque introduction.

Homogénéiser rapidement l'échantillon global à l'aide d'une palette en acier inoxydable ou, **de préférence**, par rotation du récipient **fermé** et couché, autour de son axe. Prélever aussitôt les échantillons pour laboratoire, d'une masse unitaire d'environ 500 g, et les enflaconner immédiatement en prenant les précautions indiquées en 3.2, 3.3 et 3.4.

4.2 Méthode continue par piquage

4.2.1 Principe et domaine d'application

Prélèvement d'une partie aliquote par écoulement d'une proportion constante du produit à travers un dispositif spécial, adapté à la conduite de remplissage. Homogénéisation et prélèvement des échantillons pour laboratoire.

Ce procédé ne s'applique qu'aux glycérines exemptes de matières en suspension.

4.2.2 Appareillage

4.2.2.1 Echantillonneur par piquage, en acier inoxydable, composé des parties suivantes :

- élément tubulaire coudé à 90° ou coupé en biseau à 45°, fixé dans une partie verticale à courant ascendant, d'une conduite de pompage, l'ouverture de cet élément étant placée au milieu du courant, et dirigée vers le bas (Figure 1).
- robinet de réglage du débit, fixé à l'élément tubulaire ci-dessus.
- tube de décharge souple reliant le robinet de réglage au récipient collecteur (4.2.2.2) dans lequel il plonge jusqu'au fond à travers une tubulure d'entrée.

4.2.2.2 Récipient collecteur cylindrique, de capacité appropriée, en acier inoxydable ou en verre, fermant hermétiquement, et muni d'une tubulure d'entrée et d'un orifice de ventilation tel que l'air du récipient puisse s'échapper au fur et à mesure du remplissage, sans risque de pollution de l'échantillon par de l'humidité.

4.2.3 Mode opératoire

Choisir l'ouverture du robinet de l'échantillonneur (4.2.2.1) et la capacité du récipient de mélange (4.2.2.2) en fonction de la quantité de produit à échantillonner. Il est recommandé de prélever environ 1 kg d'échantillon global par tonne de glycérine, avec un maximum de 50 kg.

Laisser couler la glycérine pendant toute la durée du remplissage, sans modifier le réglage du robinet.

Homogénéiser et prélever les échantillons pour laboratoire comme indiqué en 4.1.3, dernier alinéa.

5 MÉTHODE D'ÉCHANTILLONNAGE DE LA GLYCÉRINE EN FÛTS

5.1 Domaine d'application

Cette méthode n'est applicable en sa forme générale, qu'aux glycérines ne comportant pas de dépôt solide au fond des fûts.

5.1.1 Cas particulier

Echantillonnage de glycérines brutes présentant un dépôt solide au fond des fûts (voir 5.4.2).

5.2 Principe

Prélèvement d'un échantillon par fût à échantillonner, sur toute la hauteur de ce dernier, à l'aide d'une sonde tubulaire passant par la bonde.

Mélange de ces prises, homogénéisation et prélèvement des échantillons pour laboratoire.

Il est recommandé de ne pas grouper plus de 100 fûts par échantillon global.

5.3 Appareillage

5.3.1 Sonde tubulaire (Figure 2), constituée de deux cylindres en laiton ou, pour les glycérines raffinées, en acier inoxydable ou en tout autre matériau chimiquement résistant; ces deux cylindres sont exactement ajustés l'un dans l'autre et pourvus de fentes longitudinales alternées en deux lignes réparties sur un quart de leur circonférence et sur toute leur longueur. Ces fentes peuvent coïncider ou être obturées par rotation du tube intérieur, commandé par une poignée. Cette dernière est munie d'un index tournant sur un cadran, solidaire du tube extérieur et portant divers repères.

En position «remplissage», les fentes forment deux lignes discontinues d'ouvertures permettant d'admettre l'échantillon dans la sonde, simultanément à tous les niveaux du fût.

Les deux cylindres sont percés, à leur base, d'ouvertures qui coïncident lorsque l'index est placé en position «vidange» tandis que les fentes longitudinales restent alors fermées.

La longueur de la sonde tubulaire doit être proportionnelle à l'épaisseur de matière à échantillonner et son volume utile environ 0,1 % de celui d'un fût.

5.3.2 Bouchon essuyeur, adaptable à la bonde des fûts à échantillonner.

5.3.3 Récipient collecteur cylindrique, en même matériau que la sonde ou, de préférence, en verre, muni d'un couvercle hermétique et dont la capacité est de 1,5 l environ par tonne de produit à échantillonner.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Cas général

Si les fûts ne sont pas fraîchement remplis, s'assurer, au moyen d'une sonde-bâton à extrémité plate, qu'un dépôt solide ne s'est pas formé au fond du fût. Si un tel dépôt existe, et pour autant que la chose soit encore possible, remettre ce dépôt en suspension en réchauffant la matière et en l'homogénéisant par rotation répétée du fût couché sur son axe.

Introduire la sonde tubulaire (5.3.1), fermée, au travers du bouchon essuyeur (5.3.2), jusqu'au fond du fût. Ouvrir les fentes longitudinales en plaçant l'index sur la position «remplissage». Attendre que la sonde soit pleine, puis refermer les fentes, retirer l'appareil dont l'extérieur se nettoie par frottement contre le bouchon essuyeur (5.3.2).

NOTE — Le temps nécessaire au remplissage varie avec la viscosité du produit, elle-même influencée par la température ambiante. Il doit être déterminé par un essai préliminaire.

Introduire la sonde tubulaire (5.3.1), remplie, dans le récipient collecteur (5.3.3) et placer l'index sur la position «vidange». Vider la sonde et opérer ainsi successivement pour toutes les prises en maintenant le récipient (5.3.3) fermé entre chaque introduction. Homogénéiser et prélever les échantillons pour laboratoire, comme indiqué en 4.1.3.

5.4.2 Cas particulier

Si les matières solides restent en dépôt compact après le traitement indiqué au paragraphe 5.4.1, il n'est pas possible d'obtenir, au moyen de la sonde tubulaire (5.3.1), un échantillon représentatif global.

Dans ce cas, échantillonner séparément d'une part la phase liquide, comme indiqué en 5.4.1 et, d'autre part, le dépôt solide. Pour effectuer ce dernier échantillonnage, vidanger la phase liquide, peser le fût avec le dépôt solide, dissoudre, si possible, ce dernier dans une quantité d'eau connue et échantillonner la solution obtenue. En outre, évaluer l'importance du dépôt par différence entre la masse obtenue ci-avant et celle du fût seul pesé après l'avoir vidangé totalement.

NOTE — Mentionner dans le procès-verbal la présence éventuelle de matières insolubles.

6 MÉTHODE D'ÉCHANTILLONNAGE DES GLYCÉRINES EN RÉSERVOIRS

6.1 Remarques générales

Il est difficile de définir une seule méthode normalisée, applicable à tous les cas d'échantillonnage de glycérine en réservoir. La forme de ceux-ci et la disposition des lieux détermineront le choix entre les trois méthodes suivantes :

- méthode par prélèvements localisés à la sonde;
- méthode par prélèvements localisés à la bouteille lestée;
- méthode par prélèvements continus.

Les prélèvements localisés demandent plus de temps, mais fournissent des échantillons plus représentatifs que les prélèvements en continu. Si le réservoir contient un dépôt solide, il n'est pas possible de prélever un échantillon entièrement représentatif. Les prélèvements n'intéresseront que la phase liquide. On évaluera toutefois l'épaisseur du dépôt à l'aide d'une sonde-bâton ou d'une sonde-ruban, munie d'un poids plat à son extrémité, et on en fera mention au procès-verbal.

6.2 Méthode par prélèvements localisés, à la sonde

6.2.1 Principe

Prélèvements successifs, à la surface du liquide, à différents niveaux et au fond du réservoir, d'échantillons localisés représentatifs du niveau considéré, à l'aide, par exemple, d'une sonde cylindrique à fond ouvrant.

Mélange de ces prises successives, homogénéisation et prélèvement des échantillons pour laboratoire.

6.2.2 Appareillage

6.2.2.1 Sonde cylindrique à fond ouvrant (Figure 3), de capacité appropriée; en laiton ou, pour les glycéries raffinées, en acier inoxydable, composée des parties suivantes :

- a) corps cylindrique vertical, ouvert aux deux extrémités, dont le fond peut être fermé à distance par un jeu de leviers agissant sur un clapet en caoutchouc;
- b) deux cordes ou chaînettes, garnies de repères régulièrement espacés, servant à manoeuvrer et à contrôler la position de la sonde.

Celle-ci doit pouvoir prélever un échantillon jusqu'à 10 mm environ du fond du réservoir.

6.2.2.2 Récipient collecteur, identique à celui décrit en 5.3.3.

6.2.3 Mode opératoire

Déterminer le nombre de prélèvements, et les divers niveaux où ils seront effectués, répartis sur toute la hauteur du réservoir en fonction de la forme de ce dernier et de la quantité à échantillonner. Il est recommandé de prélever environ 1 kg d'échantillon global par couche correspondant à 1 t de glycérine, avec un maximum de 50 kg.

Pour effectuer les prélèvements, opérer de la façon suivante:

En utilisant la corde ou la chaînette attachée au corps cylindrique de la sonde (6.2.2.1), laisser descendre verticalement cette dernière dans le contenu du réservoir, à une vitesse telle que la glycérine traverse le cylindre de bas en haut pendant la descente et que le contenu de l'appareil, à n'importe quel moment, représente exactement le niveau traversé.

A la profondeur choisie, fermer le clapet en tirant fermement sur la corde ou la chaînette commandant les leviers, puis retirer la sonde en utilisant cette même corde ou

chaînette. Essuyer soigneusement les parois extérieures de la sonde.

Décharger les prises successives dans le récipient collecteur (6.2.2.2) maintenu fermé entre chaque introduction. Homogénéiser la totalité de l'échantillon, et prélever les échantillons pour laboratoire, comme indiqué en 4.1.3, dernier alinéa.

6.3 Méthode par prélèvements localisés, à la bouteille lestée

6.3.1 Principe

Identique à celui de la méthode à la sonde (6.2.1), cette dernière étant remplacée par une bouteille lestée ou tout autre dispositif simple pouvant être rempli à un niveau défini du réservoir.

6.3.2 Appareillage

6.3.2.1 Bouteille lestée (Figure 4), en laiton ou, pour les glycérides raffinés en acier inoxydable ou en verre, munie d'un bouchon amovible à distance et manoeuvrée à l'aide d'une corde, d'une chaînette ou d'un bâton.

6.3.2.2 Récipient collecteur identique à celui décrit au paragraphe 5.3.3, en même matériau que la bouteille lestée ou en verre.

6.3.3 Mode opératoire

Déterminer le nombre de prélèvements et la quantité de l'échantillon, comme indiqué en 6.2.3, et poursuivre comme suit :

Laisser descendre la bouteille lestée (6.3.2.1) munie de son bouchon, à la profondeur choisie, la déboucher, attendre le temps nécessaire au remplissage et la retirer. Essuyer soigneusement les parois extérieures.

Échantillonner également le fond du réservoir, soit au moyen d'une bouteille lestée manoeuvrée horizontalement à l'aide d'un bâton, soit au moyen d'une petite bouteille lestée à fond plat, de quelques centimètres seulement de hauteur, et de capacité proportionnée à la hauteur de la couche du sédiment. Vider les prises successives dans le récipient collecteur (6.3.2.2) maintenu fermé entre chaque introduction. Homogénéiser, et prélever les échantillons pour laboratoire comme indiqué en 4.1.3, dernier alinéa.

6.4 Méthode par prélèvements continus à l'aide d'un récipient ouvert se déplaçant dans la masse à échantillonner

6.4.1 Principe

Prélèvements répétés d'échantillons représentatifs du produit, par prise continue à l'aide d'un dispositif se remplissant progressivement pendant qu'il est déplacé à différents niveaux du réservoir.

Mélange de ces prises, et prélèvement des échantillons pour laboratoire.

6.4.2 Appareillage

6.4.2.1 Bouteille lestée, analogue à celle décrite en 6.3.2.1.

6.4.2.2 Bouchon pour échantillonnage en continu (Figure 4), adaptable à la bouteille lestée (6.4.2.1) et percé d'une ouverture de diamètre tel que la glycerine pénètre lentement dans le récipient pendant que ce dernier est déplacé dans le réservoir.

6.4.2.3 Récipient collecteur identique à celui décrit en 5.3.3, en même matériau que la bouteille lestée, ou en verre.

6.4.3 Mode opératoire

Effectuer un nombre de prélèvements proportionnel à la quantité à échantillonner. Il est recommandé de prélever environ 1 kg d'échantillon global par tonne de glycerine, avec un maximum de 50 kg. Laisser descendre lentement la bouteille lestée (6.4.2.1) munie d'un bouchon (6.4.2.2), jusqu'à la poser sur le fond du réservoir puis la relever lentement, à la même vitesse uniforme, de façon à ce que la bouteille ne soit pas pleine en émergeant. Essuyer soigneusement les parois extérieures. Échantillonner également le fond du réservoir, selon 6.3.3, et poursuivre les opérations qui y sont indiquées, de manière à obtenir finalement l'échantillon pour laboratoire.

7 PROCÈS-VERBAL D'ÉCHANTILLONNAGE

Étant donné la liberté relative laissée à l'échantillonneur responsable, quant au choix du procédé à utiliser et de ses modalités, en fonction des circonstances locales, il est essentiel que l'échantillonnage fasse l'objet d'un procès-verbal.

Celui-ci doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la méthode employée;
- b) la proportion du lot constituant l'échantillon global, le nombre de prélèvements effectués pour l'obtenir et, éventuellement, la masse de dépôt solide constaté, la présence de matières insolubles, etc.;
- c) le nombre d'échantillons pour laboratoire préparés avec indication des caractéristiques les définissant (emballage, masse, destination, etc.), et de l'existence éventuelle d'échantillons séparés de dépôt salin avec, dans ce cas, indication des opérations effectuées;
- d) tous détails particuliers éventuels, relevés au cours de l'échantillonnage.
- e) le compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou toutes opérations facultatives.

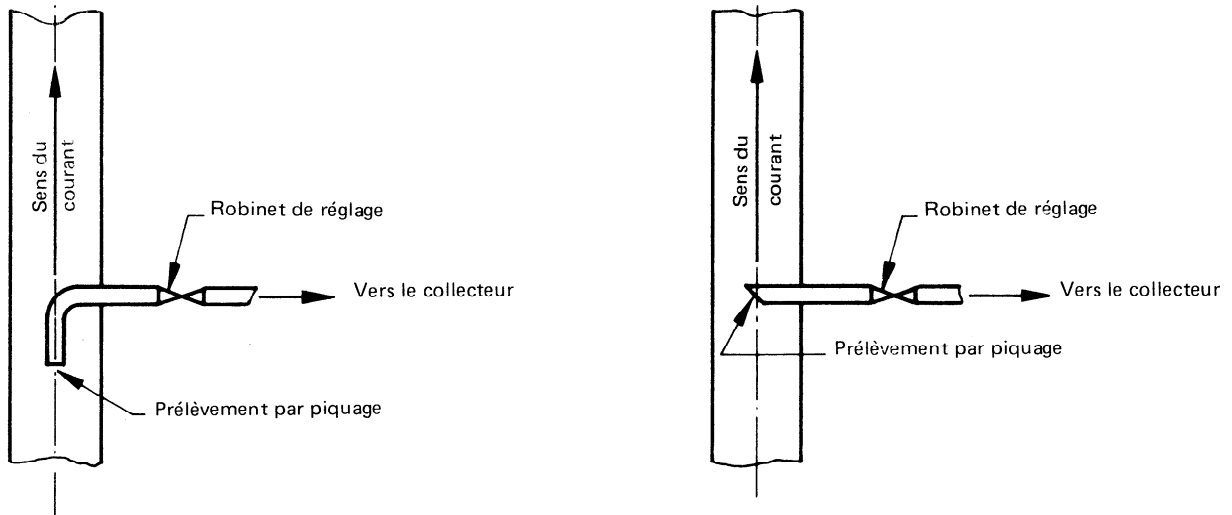


FIGURE 1 — Exemples d'échantillonneur par piquage (4.2.2.1)

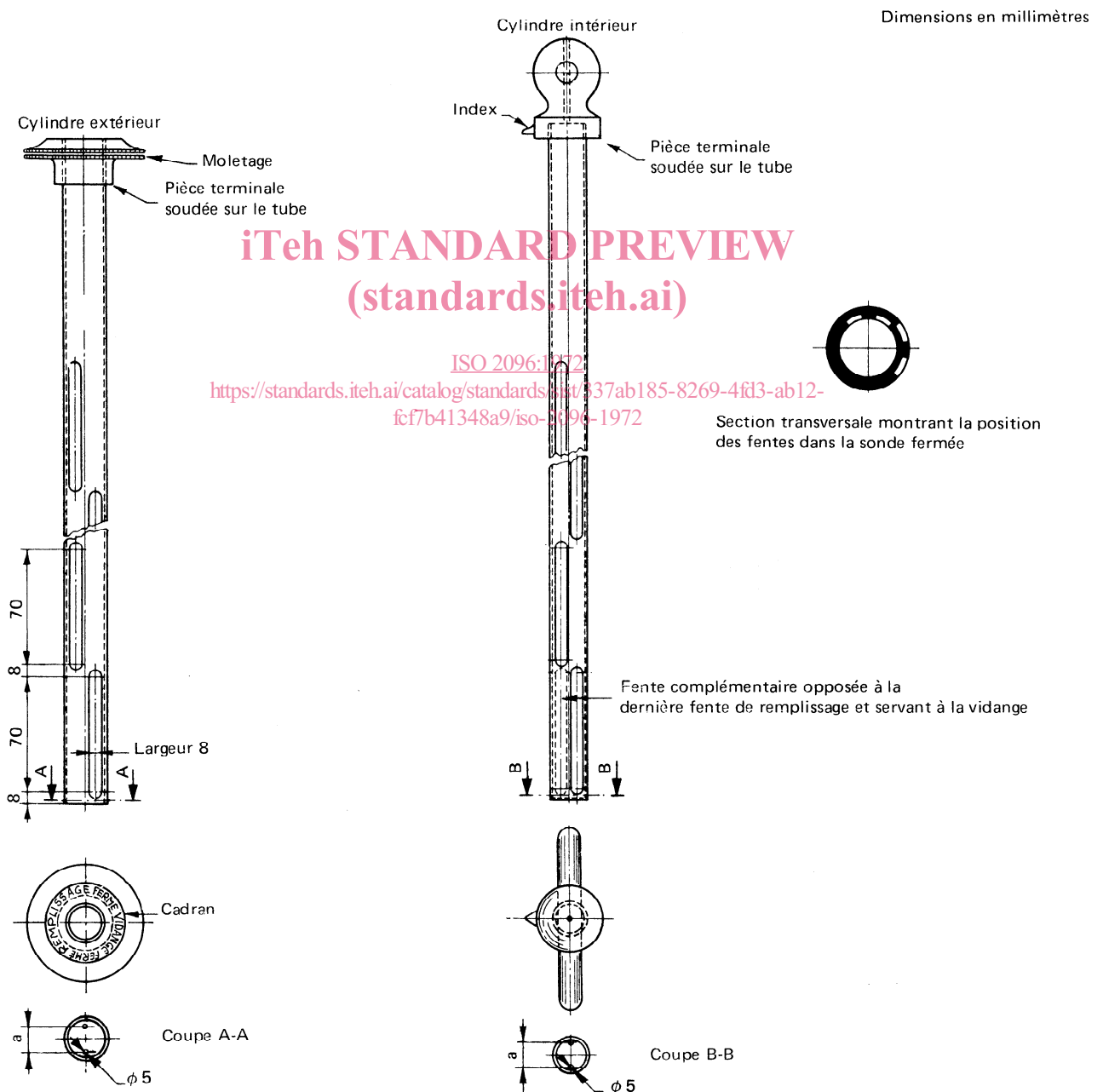


FIGURE 2 — Exemple de sonde tubulaire (5.3.1) (Dimensions à titre indicatif)

Dimensions en millimètres

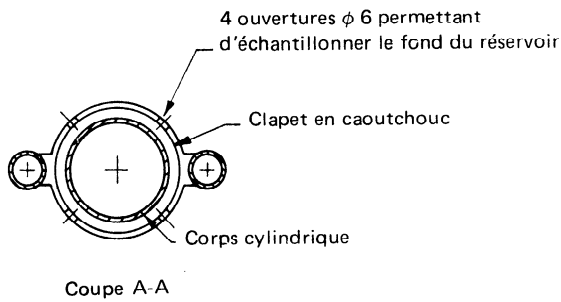
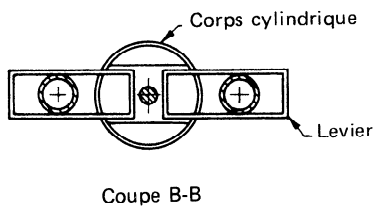
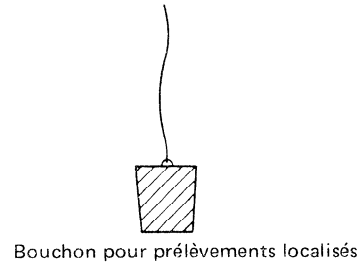
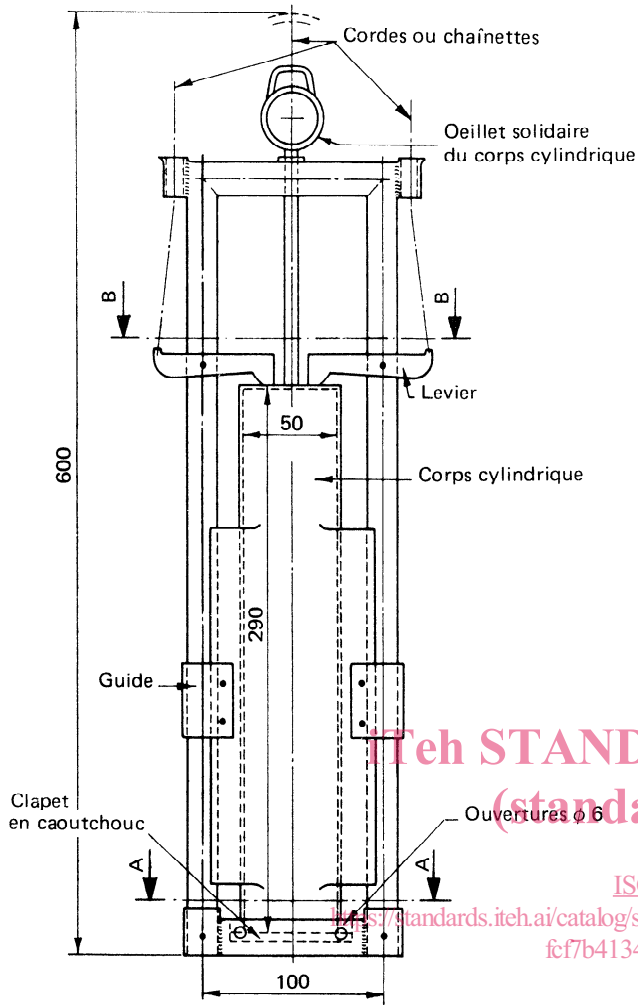


FIGURE 3 – Exemple de sonde cylindrique à fond ouvrant (6.2.2.1) (Dimensions à titre indicatif)

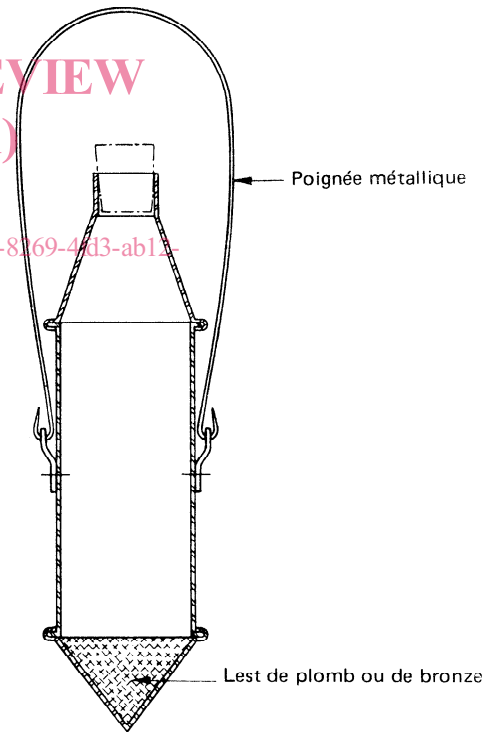


FIGURE 4 – Exemple de bouteille lestée pour l'échantillonnage des réservoirs (6.3.2.1)