Gouvernement du Canada
Government of Canada

Office des normes générales du Canada
Canadian General Standards Board

CAN/CGSB-3.0
Nº 142.0-2014

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Tendance au colmatage des filtres après trempage à froid du biodiesel (B100)

ICS 77.060

Conseil canadien des normes
Standards Council of Canada

Norme nationale du Canada

Canada

Expérience et excellence
Experience and excellence
ONGC CGSB

La présente norme a été élaborée sous les auspices de l'OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA (ONGC), qui est un organisme relevant de Travaux publics et Services gouvernementaux Canada. L'ONGC participe à la production de normes facultatives dans une gamme étendue de domaines, par l'entremise de ses comités des normes qui se prononcent par consensus. Les comités des normes sont composés de représentants des groupes intéressés aux normes à l'étude, notamment les producteurs, les consommateurs et autres utilisateurs, les détaillants, les gouvernements, les institutions d'enseignement, les associations techniques, professionnelles et commerciales ainsi que les organismes de recherche et d'essai. Chaque norme est élaborée avec l'accord de tous les représentants.

Le Conseil canadien des normes a conféré à l'ONGC le titre d'organisme d'élaboration de normes nationales. En conséquence, les normes que l'Office élabore et soumet à titre de Normes nationales du Canada se conforment aux critères et procédures établis à cette fin par le Conseil canadien des normes. Outre la publication de normes nationales, l'ONGC rédige également des normes visant des besoins particuliers, à la demande de plusieurs organismes tant du secteur privé que du secteur public. Les normes de l'ONGC et les normes nationales de l'ONGC sont conformes aux politiques énoncées dans le Manuel des politiques et des procédures pour l'élaboration et le maintien des normes de l'ONGC.

Étant donné l'évolution technique, les normes de l'ONGC font l'objet de révisions périodiques. L'ONGC entreprendra le réexamen de la présente norme dans les cinq années suivant la date de publication. Toutes les suggestions susceptibles d'en améliorer la teneur sont accueillies avec grand intérêt et portées à l'attention des comités des normes concernés. Les changements apportés aux normes font l'objet de modificatifs distincts ou sont incorporés dans les nouvelles éditions des normes.

Une liste à jour des normes de l'ONGC comprenant des renseignements sur les normes récentes et les derniers modificatifs parus, et sur la façon de se les procurer figure au Catalogue de l'ONGC disponible sur notre site Web — www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb ainsi que des renseignements supplémentaires sur les produits et les services de l'ONGC.

Même si l'objet de la présente norme précise l'application première que l'on peut en faire, il faut cependant remarquer qu'il incombe à l'utilisateur, au tout premier chef, de décider si la norme peut servir aux fins qu'il envisage.

La mise à l'essai et l'évaluation d'un produit en regard de la présente norme peuvent nécessiter l'emploi de matériaux ou d'équipement susceptibles d'être dangereux. Le présent document n'entend pas traiter de tous les aspects liés à la sécurité de son utilisation. Il appartient à l'usager de la norme de se renseigner auprès des autorités compétentes et d'adopter des pratiques de santé et de sécurité conformes aux règlements applicables avant de l'utiliser. L'ONGC n'assume ni n'accepte aucune responsabilité pour les blessures ou les dommages qui pourraient survenir pendant les essais, peu importe l'endroit où ceux-ci sont effectués.

Il faut noter qu'il est possible que certains éléments de la présente norme canadienne soient assujettis à des droits conférés à un brevet. L'ONGC ne peut être tenu responsable de nommer un ou tous les droits conférés à un brevet. Les utilisateurs de la norme sont informés de façon personnelle qu'il leur revient entièrement de déterminer la validité des droits conférés à un brevet.

Pour de plus amples renseignements sur l'ONGC, ses services et les normes en général, prière de communiquer avec:

Le Gestionnaire
Division des normes
Office des normes générales du Canada
Gatineau, Canada
K1A 1G6

Le Conseil canadien des normes (CCN) est le coordonnateur du réseau canadien de normalisation, lequel est composé de personnes et d'organismes qui participent à l'élaboration, la promotion et la mise en oeuvre des normes. Grâce aux efforts conjugués des membres du réseau canadien de normalisation, les travaux de normalisation contribuent à améliorer le bien-être collectif et économique du Canada et à protéger la santé et la sécurité des Canadiens. Le CCN veille au bon déroulement des activités du réseau. Les principaux objectifs du CCN sont d'encourager et de favoriser une normalisation volontaire en vue de faire progresser l'économie nationale, de contribuer au développement durable, d'améliorer la santé, la sécurité et le bien-être des travailleurs et du public, d'aider et de protéger le consommateur, de faciliter le commerce intérieur et extérieur et de développer la coopération internationale en matière de normalisation.

Un aspect important du système canadien d'élaboration de normes est l'application des principes suivants : consensus; égalité d'accès et participation efficace des parties concernées; respect des divers intérêts et détermination des intérêts auxquels il faudrait donner accès au processus afin d'assurer l'équilibre nécessaire entre les intérêts; mécanisme de règlement des différends; ouverture et transparence; liberté d'accès des parties intéressées aux procédures qui orientent le processus d'élaboration de normes; clarté des processus; prise en compte de l'intérêt du Canada comme fondement initial de l'élaboration des normes.

Une Norme nationale du Canada (NNC) est une norme qui a été préparée ou examinée par un organisme d'élaboration de normes (OEN) accrédité et approuvée par le CCN au regard des exigences d'approbation des NNC. L'approbation ne porte pas sur le contenu technique de la norme, cet aspect demeurant la responsabilité de l'OEN. Une NNC reflète un consensus parmi les points de vue d'un certain nombre de personnes compétentes dont les intérêts réunis forment, dans la plus grande mesure possible, une représentation équilibrée des intérêts généraux et de ceux des producteurs, des organismes de réglementation, des utilisateurs (y compris les consommateurs) et d'autres personnes intéressées, selon le domaine visé. Les NNC ont pour but d'apporter une contribution appréciable, en temps opportun, à l'intérêt du Canada.

Il est recommandé aux personnes qui ont besoin d'utiliser des normes de se servir des NNC. Ces normes font l'objet d'examens périodiques; c'est pourquoi l'on recommande aux utilisateurs de se procurer l'édition la plus récente de la norme auprès de l'OEN qui l'a publiée.

La responsabilité d'approuver les normes comme NNC incombe au :

Conseil canadien des normes
270, rue Albert, bureau 200
Ottawa (Ontario) K1P 6N7 CANADA

Comment commander des publications de l'ONGC :

par téléphone	— 819-956-0425 *ou* — 1-800-665-2472
par télécopieur	— 819-956-5740
par la poste	— Centre des ventes de l'ONGC Gatineau, Canada K1A 1G6
en personne	— Place du Portage Phase III, 6B1 11, rue Laurier Gatineau (Québec)
par courrier électronique	— ncr.cgsb-ongc@tpsgc-pwgsc.gc.ca
sur le Web	— www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb

NORME NATIONALE DU CANADA

CAN/CGSB-3.0
Nº 142.0-2014

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Tendance au colmatage des filtres après trempage à froid du biodiesel (B100)

THIS NATIONAL STANDARD OF CANADA IS AVAILABLE IN BOTH FRENCH AND ENGLISH.

Préparée par

l'Office des normes générales du Canada

Approuvée par le

Conseil canadien des normes
Standards Council of Canada

Publiée, février 2014, par
l'Office des normes générales du Canada
Gatineau, Canada K1A 1G6

© SA MAJESTÉ LA REINE DU CHEF DU CANADA,
représentée par le ministre des Travaux publics et des Services gouvernementaux,
le ministre responsable de l'Office des normes générales du Canada (2014).

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite d'aucune manière sans la permission préalable de l'éditeur.

OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

Comité des méthodes d'essai des produits pétroliers

(Membres votants à la date d'approbation)

Président

Wispinski, D.[1]	Alberta Innovates – Technology Futures

Catégorie intérêt général

MacLean, G.	Intertek Commodities Division
Ménard, L.	Advanced Engine Technology Ltd.
Satsangi, T.	Garde côtière canadienne
Snow, M.	PerkinElmer

Catégorie producteur

Boroniec, J.	Produits Suncor Énergie
Castro, R.	Shell Canada Ltd.
Gupta, R.	Husky Energy
Lachine, J.	Compagnie Pétrolière Impériale Ltée
Pierceall, R.	Archer Daniels Midland
Porter, S.	Association canadienne des carburants renouvelables

Catégorie organisme de réglementation

Tardif, M.	Environnement Canada

Catégorie utilisateur

Hanganu, A.	OTI Canada Group
Jacula, T.	Maxxam Analytique Inc.
Levesque, P.	SGS Canada Inc.
MacDonald, P.	Ressources naturelles Canada
Moser, P.	Saskatchewan Research Council
Owega, S.	Défense nationale (QETE)
Vidian-Jones, C.	Certispec Services Inc.

Secrétaire (non-votant)

Newton, J.	Office des normes générales du Canada

Nous remercions le Bureau de la traduction de Travaux publics et Services gouvernementaux Canada pour la traduction de la présente Norme nationale du Canada.

[1] Utilisateur

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

Table des matières

Page

1 Objet 1

2 Références normatives 1

3 Résumé de la méthode d'essai 2

4 Termes et définitions 2

5 Interférences 3

6 Appareil 3

7 Réactifs 6

8 Précautions 6

9 Préparation de l'appareil 7

10 Échantillonnage 7

11 Procédure 8

12 Calculs 9

13 Rapports 10

14 Précision et erreur 10

Annexe A (normative) Publications de référence de l'ASTM 12

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Tendance au colmatage des filtres après trempage à froid du biodiesel (B100)

1 Objet

La présente méthode évalue la tendance au colmatage des filtres après trempage à froid (TCFTF) du biodiesel (B100).

Des constituants mineurs de certains esters de biodiesel, dont les monoglycérides saturés, peuvent se séparer à une température supérieure au point de trouble d'un mélange de carburant contenant du biodiesel. La TCFTF quantifie la tendance de ces matières à se séparer d'un mélange de biodiesel et de solvant à base d'isoparaffines après un cycle de trempage à froid.

La mise à l'essai et l'évaluation d'un produit en regard de la présente méthode peuvent nécessiter l'emploi de matériaux et d'équipement susceptibles d'être dangereux. Le présent document n'entend pas traiter de tous les aspects liés à la sécurité de son utilisation. Il appartient à l'usager de la méthode de se renseigner auprès des autorités compétentes et d'adopter des pratiques de santé et de sécurité conformes aux règlements applicables avant de l'utiliser.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants renferment des dispositions qui, par renvoi au présent document, constituent des dispositions de la présente méthode. Les documents de référence peuvent être obtenus auprès des sources mentionnées ci-après.

NOTE Les adresses indiquées ci-dessous étaient valides à la date de publication de la présente norme.

Sauf indication contraire de l'autorité appliquant la présente méthode, toute référence non datée s'entend de l'édition ou de la révision la plus récente de la référence ou du document en question. Une référence datée s'entend de la révision ou de l'édition de la référence précisée ou du document en question. Toutefois, les parties ayant signé les accords fondés sur la présente méthode sont invitées à étudier la possibilité d'appliquer les plus récentes éditions des documents normatifs mentionnés ci-dessous.

2.1 Office des normes générales du Canada (ONGC)

CAN/CGSB-3.0 — *Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes*

Nº 28.8 — *Évaluation visuelle de la turbidité des mazouts distillés*

CAN/CGSB-3.524 — *Biodiesel (B100) à mélanger dans les distillats moyens.*

2.1.1 Source

Les publications susmentionnées peuvent être obtenues auprès de l'Office des normes générales du Canada, Centre des ventes, Gatineau, Canada K1A 1G6. Téléphone 819-956-0425 ou 1-800-665-2472. Télécopieur 819-956-5740. Courriel ncr.cgsb-ongc@tpsgc-pwgsc.gc.ca. Site Web www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb.

2.2 Alberta Innovates Technology Futures

2012/2013 Inter-laboratory Study (ILS) for cold soak filter blocking tendency draft CAN/CGSB-3.0 No. 142.0.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

2.2.1 Source

Les publications susmentionnées peuvent être obtenues auprès de l'Alberta Innovates Technology Futures, 250 chemin Karl Clark, Edmonton (Alberta) T6N 1E4. Téléphone 780-450-5111. Télécopieur 780-450-5333. Site Web www.albertatechfutures.ca.

2.3 ASTM International

Annual Book of ASTM Standards (annexe A).

2.3.1 Source

Les publications susmentionnées peuvent être obtenues auprès de l'ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, U.S.A. Téléphone 610-832-9585. Télécopieur 610-832-9555. Site Web www.astm.org. ou par IHS Global Canada Ltd., 200-1331 MacLeod Trail SE, Calgary (Alberta) T2G 0K3, téléphone 613-237-4250 ou 1-800-267-8220, télécopieur 613-237-4251, site Web www.global.ihs.com.

3 Résumé de la méthode d'essai

3.1 Conditionner un échantillon de biodiesel pour effacer ses antécédents thermiques.

3.2 Préparer ensuite un mélange contenant 20 % en volume de cet échantillon de biodiesel dans un solvant à base d'isoparaffines et le « tremper à froid » à 1 °C durant 16 h.

3.3 Réchauffer le mélange 20 % à 25 °C durant 2 à 4 h.

3.4 Après le chauffage, passer le mélange 20 % « trempé à froid » à débit constant (20 mL/min) à travers un filtre en fibre de verre (pores de 1,6 µm).

3.4.1 Contrôler la perte de charge d'un côté à l'autre du filtre jusqu'à ce que 300 mL du mélange 20 % soient passés à travers le filtre.

3.4.2 Si une perte de charge maximale de 105 kPa est atteinte avant que tout le volume du mélange 20 % soit filtré, noter le volume filtré au moment où la perte de charge atteint sa valeur maximale, et s'en servir pour calculer la TCFTF.

3.5 La valeur de la TCFTF peut aller de 1, pour un biodiesel ayant une très bonne filtrabilité (pratiquement aucune matière séparée dans les conditions de l'essai), à plus de 10, pour un carburant ayant une mauvaise filtrabilité (quantité relativement élevée de matières séparées dans les conditions de l'essai).

4 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente méthode, les termes et définitions suivants s'appliquent.

4.1
mélange 20 %
mélange contenant 20 % en volume de biodiesel et 80 % en volume de solvant standard à base d'isoparaffines.

4.2
biodiesel (B100)
esters monoalkyliques d'acides gras à longue chaîne dérivés de sources renouvelables. À l'état pur, le biodiesel est couramment appelé B100. Dans le contexte de la présente méthode, le biodiesel est destiné à entrer dans la composition d'un produit fini de carburant diesel ou de mazout de chauffage.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

4.3
tendance au colmatage des filtres après trempage à froid (TCFTF)
valeur sans dimension qui définit la tendance d'un carburant contenant du biodiesel à colmater ou à bloquer un filtre et qu'on obtient en utilisant l'augmentation de la pression ou le volume filtré. Voir en 12.1 les équations permettant de calculer la valeur de la TCFTF.

4.4
combustible de distillat moyen
combustible composé d'hydrocarbures et de produits autres que des hydrocarbures d'origine naturelle et dérivés du pétrole, dont le point d'ébullition se situe entre 130 et 400 °C.

4.5
solvant standard à base d'isoparaffines
solvant naphte lourd désaromatisé à base d'isoparaffines, tel qu'il est prescrit en 7.1.

5 Interférences

L'eau et les sédiments inorganiques peuvent interférer avec le calcul de la TCFTF. Cependant, pour les échantillons de biodiesel qui satisfont aux exigences de la norme CAN/CGSB-3.524, l'eau et les sédiments ne devraient causer aucune interférence. Une forte contamination particulaire de l'échantillon de biodiesel, lorsqu'elle est mesurée conformément à D7321 de l'ASTM, peut augmenter le résultat de l'essai de la TCFTF. Il est également possible d'utiliser D6304 de l'ASTM pour déterminer la teneur en eau dissoute.

6 Appareil

6.1 L'appareil est illustré à la figure 1. Il est possible de se le procurer auprès de certains fournisseurs ou de l'assembler à l'aide des pièces suivantes :

6.1.1 Pompe à piston : capacité à porter puis maintenir le mélange 20 % ou le solvant standard à base d'isoparaffines à un débit constant de 20 ± 1 mL/min.

6.1.2 Régulateur de pulsations : mécanisme permettant de maintenir constant le débit du mélange 20 % ou du solvant standard à base d'isoparaffines durant son passage à travers le filtre, jusqu'à la pression maximale pour l'essai (105 kPa).

6.1.3 Manomètre : jauge ou dispositif équivalent de mesure de la pression, étalonné et gradué, dont l'étendue de mesure va de 0 à 150 kPa, avec une précision de ± 1 kPa.

6.1.4 Soupape de surpression : sert à faire diminuer la pression en cas de blocage du filtre et durant la vérification du manomètre. Régler la pression de sécurité à au moins 125 kPa.

6.1.5 Filtre : filtre en fibre de verre, taille nominale des pores de 1,6 µm, diamètre de 13 mm. Des filtres de seringue en microfibre de verre Whatman Puradisc GF/A de 13 mm de diamètre sont exigés (nº de pièce 6820-1316 ou 6806-1316). La figure 2 illustre l'orientation du filtre de seringue Whatman Puradisc.

NOTE Il est possible de réduire la variabilité d'un lot à l'autre en utilisant les filtres Whatman Puradisc certifiés par Stanhope-Seta (nº de pièce 91616-00).

6.1.6 Récipient à carburant : recueille le carburant à sa sortie de la pompe.

6.1.7 Dispositif de mesure de la température : l'étendue de mesure allant de 0 à 60 °C, avec une précision de ± 1 °C.

6.1.8 Cylindre gradué : capacité nominale de 25 mL, verre, graduations tous les 0,5 mL, pour vérifier le débit.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

6.1.9 Cylindre gradué : capacité nominale de 500 mL, verre, graduations tous les 5 mL, pour vérifier le débit et mesurer le volume de carburant dans le récipient à carburant.

6.1.10 Adaptateur de filtre : un adaptateur est nécessaire pour raccorder le côté conique du filtre (voir 6.1.5) à la sortie de l'appareil de filtration.

6.1.11 Mise à la terre électrique :

6.1.11.1 Fil de mise à la terre : flexible torsadé nu de 0,912 à 2,59 mm (nº 10 – nº 19) en acier inoxydable ou en cuivre installé comme il est décrit ci-après.

6.1.11.2 Le réservoir d'entrée du carburant est placé sur une surface mise à la terre pour toute la durée de l'essai.

6.1.11.3 Le tube d'entrée du carburant est mis à la terre. Si le tube est non conducteur, un fil de mise à la terre doit être placé à l'ouverture de l'entrée du tube et sur toute la longueur du tube jusqu'au réservoir d'entrée (voir figure 1).

6.1.11.4 Le tube de sortie du carburant est mis à la terre. Si le tube est non conducteur, un fil de mise à la terre doit être placé le long du tube (voir figure 1).

6.1.11.5 Un fil de mise à la terre électrique doit être utilisé pour relier la sortie du filtre au fond du récipient à carburant de sorte que le carburant coule le long du fil (voir figure 1).

6.1.12 Chronomètre : manuel ou électronique, précision nominale de 1 s, pour vérifier le débit, la durée d'agitation et la durée de repos de l'échantillon.

6.1.13 Bain : bain à circulation liquide ou cuve de refroidissement à air forcé pouvant supporter une température de 1 ± 1,0 °C durant au moins 16 h et contenir le nombre requis de contenants à échantillon de 500 mL. Un réfrigérateur de qualité commerciale ne peut satisfaire à cette exigence.

6.1.14 Bain à circulation liquide : capable de supporter une température de 25 ± 1,0 °C durant 4 h et de contenir le nombre requis de contenants à échantillon de 500 mL. Il est également possible d'utiliser le même bain que celui décrit en 6.1.13 si celui-ci respecte les exigences du présent article.

6.1.15 Réservoir d'entrée du mélange 20 % : bouteille en verre transparent de 500 mL (voir 6.2) ou bécher en verre de 500 mL.

6.2 Contenant à échantillon : volume de 500 mL, pour le conditionnement des échantillons par trempage à froid, verre transparent avec couvercle vissé ayant un revêtement inerte (voir 11.1).

6.2.1 Les contenants en verre transparent facilitent l'inspection visuelle du contenu et du contenant avant et après le remplissage. Ils permettent également d'effectuer une inspection visuelle du contenant après le retrait de l'échantillon pour vérifier que le contenant est complètement vide. Avant d'être utilisé, le contenant doit être rincé avec environ 50 mL du solvant à base d'isoparaffines prescrit ou d'un solvant similaire.

6.2.1.1 Éviter de trop exposer à la lumière les échantillons de biodiesel dans des contenants en verre transparent, ce qui pourrait entraîner une dégradation par photo-induction. Éviter d'utiliser des contenants de plastique, desquels les esters du carburant peuvent extraire des antioxydants et des plastifiants.

6.3 Matériau filtrant : nylon, 0,45 µm, pour filtrer le solvant standard à base d'isoparaffines (voir 7.1).

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

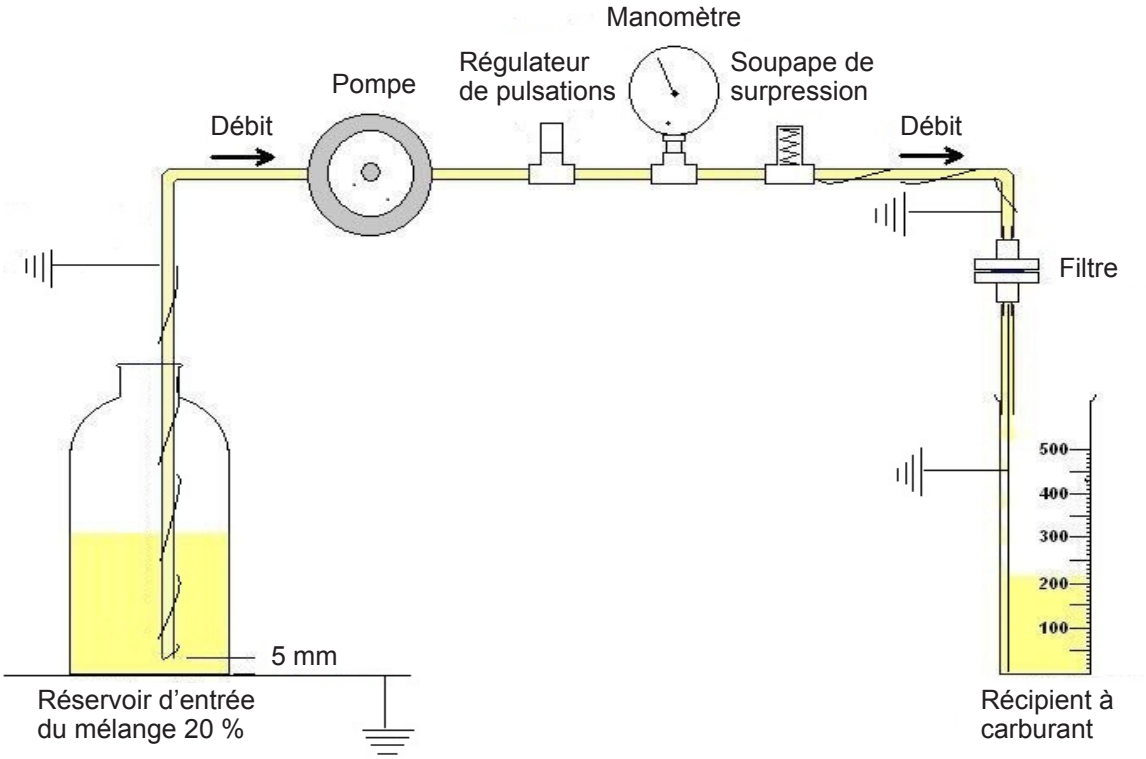

Figure 1— Schéma de l'appareil d'essai de filtration

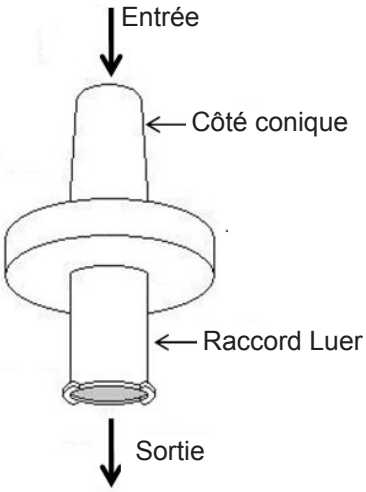

Figure 2 — Orientation du filtre de seringue Whatman Puradisc

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

7 Réactifs

7.1 Solvant standard à base d'isoparaffines (voir 4.5)

Un solvant à base d'isoparaffines respectant les spécifications suivantes est approprié pour cet essai.

Propriété	Méthode d'essai	Minimum	Maximum
Apparence	CAN/CGSB-3.0 Nº 28.8 **OU** ASTM D4176	Limpide	
% en volume d'aromatiques	ASTM D1319		0,25
Plage d'ébullition, °C	ASTM D86	171	210
Point d'éclair, °C	ASTM D93	43	
Soufre, mg/kg	ASTM D5453		1
Eau, mg/kg	ASTM D6304, procédure A		105
Viscosité cinématique à 25 °C, mm^2/s	ASTM D445	1,5	2,1
NOTE Voici des solvants qui respectent ces exigences : ISOPAR K, ISOPAR L, SHELLSOL OMS et ASHPAR L.			

7.1.1 Filtrer le solvant à l'aide d'un filtre de nylon de 0,45 µm. N'utiliser le solvant que lorsqu'il a atteint une température de 20 à 25 °C.

8 Précautions

8.1 Suivre les instructions du fabricant pour s'assurer que l'appareil de filtration est correctement assemblé et mis à la terre. Consulter D4865 *Standard Guide for Generation and Dissipation of Static Electricity in Petroleum Fuel Systems* de l'ASTM. Au minimum, l'entrée et la sortie de l'échantillon doivent être mises à la terre.

8.2 La pression dans l'appareil augmente lorsque le filtre d'essai se bouche. Une soupape de surpression est donc en place. Surveiller l'augmentation de la pression et ne pas laisser la pression dépasser celle prévue pour l'essai ni la limite de sécurité de l'appareil.

8.3 Ne pas mettre à l'essai de l'essence ou des distillats plus légers qui présenteraient un danger en raison de leur volatilité plus élevée et de leur point d'éclair plus bas (< 40 °C).

8.4 Porter des gants adéquats résistants aux solvants et réduire l'exposition au minimum en travaillant dans un endroit bien aéré.

8.5 Porter des gants résistants aux coupures pour manipuler des articles de verre qui pourraient se briser.

8.6 Le matériel de nettoyage imbibé de biodiesel (chiffons et autres) peut s'enflammer spontanément. Prendre les précautions nécessaires pour que ce type de déchets soit éliminé en temps opportun et de façon sécuritaire. Il convient notamment de nettoyer les chiffons avec de l'eau et du savon et de les laisser sécher dans un endroit aéré avant d'en disposer.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

9 Préparation de l'appareil

9.1 Pression et température : Vérifier la lecture du manomètre, à 0 kPa (pression atmosphérique ambiante) et à 100 kPa, au moins tous les six mois. Vérifier les dispositifs de mesure de la température (thermomètre numérique ou thermomètre en verre), à 25 °C et à 0 °C pour le bain au moins une fois par année.

9.2 Vérification du débit et de la pression du système : Une fois par mois, vérifier que le débit dans l'appareil de filtration, installé conformément à 11.7 est de 20 mL ± 1 mL/min en mesurant le volume de solvant standard pompé, puis consigner la pression à 20 s, et ensuite à toutes les 60 s durant une période de 15 min. Le volume mesuré devrait être entre 285 et 315 mL. La pression devrait être de 5 ± 2 kPa. Le débit peut être vérifié plus souvent en mesurant le volume pompé pendant 1 min. Dans ce cas, le volume devrait être entre 19 et 21 mL. Si les vérifications montrent un débit différent de 20 mL ± 1 mL/min, ajuster le régulateur de débit de la pompe en suivant les instructions du fabricant.

9.3 Assemblage de l'appareil : Assembler l'appareil comme il est illustré à la figure 1, sans raccorder le filtre.

10 Échantillonnage

10.1 Prélever l'échantillon conformément aux pratiques D4057 ou D4177 de l'ASTM ou à des pratiques équivalentes propres au site.

10.1.1 Éviter la contamination de l'échantillon, notamment en choisissant un point d'échantillonnage approprié. Il est préférable de prélever les échantillons dynamiquement à partir d'une boucle d'échantillonnage sur une conduite de distribution ou à partir de la conduite de rinçage d'une trousse d'échantillonnage sur le terrain. Rincer la conduite qui servira à l'échantillonnage avec le produit avant de prélever l'échantillon de biodiesel.

10.1.2 Utiliser des contenants à échantillon propres et étanches au biodiesel. Rincer les contenants trois fois avec le produit à échantillonner avant de prélever l'échantillon.

10.1.3 Ne pas transférer l'échantillon de carburant dans un contenant d'entreposage intermédiaire. Si le contenant d'origine est endommagé ou s'il présente des fuites, prélever un nouvel échantillon.

10.1.4 Si l'on souhaite prélever les échantillons dans une installation d'entreposage statique, ou s'il s'agit de la seule option, suivre les procédures de D4057 de l'ASTM ou l'équivalent, et prendre les précautions nécessaires relatives à la propreté de tout l'équipement utilisé. L'échantillon doit être transféré dans le moins de contenants intermédiaires possible avant de se retrouver dans le contenant final.

10.1.5 Les échantillons prélevés dans des installations d'entreposage statique peuvent produire des résultats non représentatifs du contenu global du réservoir en raison de la sédimentation des matières particulaires. Dans la mesure du possible, le contenu du réservoir devrait être remué ou agité avant l'échantillonnage ou les prélèvements devraient être effectués peu après le remplissage du réservoir.

10.1.6 Si de l'eau libre est visible (ce qui peut être déterminé par les méthodes d'essai D4176 de l'ASTM ou la norme CAN/CGSB-3.0 Nº 28.8), jeter l'échantillon et le remplacer par un nouveau.

10.1.7 Dans la mesure du possible, entreposer l'échantillon de biodiesel dans une atmosphère inerte.

10.2 Chauffer l'ensemble de l'échantillon de biodiesel à 60 °C, de préférence dans une atmosphère inerte, durant 3 h, avant l'analyse pour en effacer les antécédents thermiques et s'assurer que toutes les matières séparées sont dissoutes dans l'échantillon.

NOTE L'évaluation de la robustesse par plusieurs laboratoires a montré que le conditionnement des échantillons de tous les biodiesels, selon la méthode décrite en 10.2, réduisait au minimum les divergences entre les résultats.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

10.2.1 Afin de réduire au minimum la dégradation du biodiesel, ne pas le chauffer inutilement, surtout si l'échantillon ne peut être placé dans une atmosphère inerte.

10.2.2 Après avoir chauffé l'échantillon à 60 °C durant 3 h, le laisser refroidir à 24 ± 3 °C. Un bain liquide entre 20 et 25 °C peut être utilisé.

10.2.2.1 L'étape de conditionnement de l'échantillon peut être omise si l'échantillon de biodiesel a été prélevé dans un réservoir chauffé à une installation de production. Le cas échéant, passer directement à 11.1.

10.2.2.2 Si des doutes subsistent quant aux antécédents thermiques de l'échantillon de biodiesel, effectuer l'étape de conditionnement (voir 10.2).

11 Procédure

11.1 Agiter vigoureusement le biodiesel durant 1 min. Prélever une aliquote de 70 mL dans un contenant en verre transparent de 500 mL (voir 6.2) et chauffer le contenant dans un four ou un bain à 60 ± 1 °C durant 45 min. Laisser refroidir jusqu'à 24 ± 4 °C.

11.1.1 Ce chauffage peut être omis si l'étape 10.2.2 a été effectuée moins de 10 h auparavant ou si 10.2.2.1 s'applique.

11.1.2 Le chauffage à 60 °C a pour but de dissoudre les matières séparées qui se forment dans le biodiesel à température ambiante. Si le biodiesel a été refroidi sous 20 °C, répéter l'étape 10.2 avant de commencer la procédure.

11.2 Ajouter 280 mL de solvant standard à base d'isoparaffines (voir 7.1) aux 70 mL de biodiesel pour obtenir un mélange de 20 % en volume de biodiesel et de 80 % en volume de solvant standard à base d'isoparaffines. Bien mélanger pour obtenir une solution homogène.

11.3 Placer le contenant dans un bain liquide à 1 ± 1 °C durant 16 ± 1 h.

11.4 Retirer le mélange 20 % du bain. Si de l'eau libre (non dissoute) est apparente dans le carburant à cette étape, mettre fin à l'essai et signaler la présence d'eau.

11.5 Agiter doucement le mélange 20 % et le placer dans un bain à circulation à 25 ± 1 °C durant 2 ± 0,25 h. Il est également possible d'utiliser le même bain si la température est réglée à 25 °C immédiatement après l'agitation. Si le mélange 20 % présente des résidus solides ou un aspect trouble après la période de chauffage de 2 h, l'agiter vigoureusement pendant 20 ± 10 s et continuer à le chauffer durant 2 h supplémentaires. Si le mélange présente toujours des résidus solides ou un aspect trouble après 4 h de chauffage, indiquer « résidus solides ou aspect trouble » et poursuivre l'essai.

11.5.1 Retirer le mélange 20 % du bain à 25 ± 1 °C et effectuer les étapes restantes de la section 11 dès que possible et dans les 2 h qui suivent.

11.5.2 Agiter vigoureusement le mélange 20 % durant 60 ± 10 s et le verser dans le réservoir d'entrée du mélange (voir 6.1.15). Il est également possible de se servir de la bouteille utilisée pour le conditionnement par trempage à froid comme réservoir d'entrée. Placer le réservoir sur une surface mise à la terre pour tout le reste de l'essai.

11.6 Placer la conduite d'aspiration de la pompe dans le mélange 20 % de sorte que l'ouverture arrive à environ 5 mm du fond du réservoir d'entrée. Laisser l'échantillon reposer sur une surface sans vibration durant 120 ± 15 s avant la filtration. Démarrer la pompe sans le filtre jusqu'à ce que le mélange 20 % atteigne le récipient à carburant. Recueillir environ 20 mL du mélange 20 %. Arrêter la pompe et vider le récipient à carburant. Vérifier que les conduites ne contiennent pas d'air avant de raccorder le filtre.

11.7 Fixer l'extrémité conique du filtre à l'adaptateur (voir 6.1.10) du système.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

11.7.1 Redémarrer la pompe et démarrer le chronomètre.

NOTE Un adaptateur fait d'un matériau souple, comme un tube de plastique ou un raccord Luer, est susceptible de se déformer ou de craqueler par suite d'un usage répété. Il faut le changer fréquemment et vérifier que le joint d'étanchéité est adéquat en effectuant un essai de détection des fuites (voir 11.10).

11.8 Noter la pression après 20 s. La pression devrait être égale ou supérieure à celle notée durant la vérification de la pression du système (voir 9.2). Une pression inférieure pourrait être causée par une fuite au niveau du filtre. Noter la pression après 60 s, puis toutes les 60 s jusqu'à la fin de l'essai[1]. Si la pression atteint 105 kPa, arrêter la pompe immédiatement. Empêcher l'échantillon de continuer à se déverser dans le récipient à carburant, ce qui pourrait modifier le volume mesuré. Mesurer le volume recueilli et le prendre en note en arrondissant à 10 mL près.

11.9 Lorsque 300 mL du mélange 20 % ont été pompés sans que la pression atteigne 105 kPa, arrêter la pompe. Noter la pression maximale atteinte, à au moins 5 kPa près.

11.10 Si le graphique en 12.2 indique une courbe anormale, il faut alors, avant de démanteler le système et de le nettoyer, vérifier la présence de fuites qui pourraient avoir eu une incidence sur le résultat de l'essai.

11.10.1 Ne pas retirer du système le filtre qui a été utilisé pour l'essai. Laisser en place le récipient d'entrée du carburant et le récipient à carburant.

11.10.2 Brancher la sortie du filtre et pomper le liquide jusqu'à ce que la pression atteigne environ 105 kPa.

11.10.3 Arrêter la pompe et observer la pression. La pression ne devrait pas baisser de plus de 3 kPa durant une période de 30 s.

11.11 Pomper au moins 50 mL de solvant standard à base d'isoparaffines filtré (voir 7.1) dans les conduites de l'appareil afin d'éliminer la contamination qui pourrait entraîner le colmatage du filtre pour l'échantillon suivant.

11.12 Il est possible de vérifier la propreté et le degré de restriction de l'appareil en fixant un filtre, comme il est décrit en 11.6, et en faisant fonctionner la pompe avec le solvant standard à base d'isoparaffines. La pression devrait demeurer à l'intérieur des valeurs obtenues durant la vérification de la pression du système (voir 9.2).

12 Calculs

12.1 Calculer la TCFTF à l'aide d'une ou l'autre des équations suivantes :

$$\mathrm{TCFTF} = \sqrt{1 + (P / 105)^2}$$

(1) Si 300 mL du mélange 20 % ont traversé le filtre sans que la pression atteigne 105 kPa.

$$\mathrm{TCFTF} = \sqrt{1 + (300 / V)^2}$$

(2) Si la pression a atteint 105 kPa et que l'essai a été interrompu.

P représente la pression maximale atteinte pour que 300 mL du mélange 20 % traversent le filtre (kPa).

V représente le volume de mélange 20 % ayant traversé le filtre avant que la pression atteigne 105 kPa (mL).

12.2 Pour des résultats de la TCFTF supérieurs ou égaux à 1,07 (pression maximale ≥ 40 kPa), tracer les valeurs de la pression en fonction du volume pompé dans un graphique similaire à celui de la figure 3 (voir 11.8).

12.2.1 Les points devraient former une courbe régulière croissante continue présentant une pente courbée positive ou linéaire (voir figure 3).

[1] La collecte automatisée de données peut être appropriée pour cette étape.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

12.2.2 Plus particulièrement à l'endroit où P ≥ 40 kPa, un plateau, ou baisse de pression ($P_v \geq P_{v + 20\ mL}$), ou une courbe négative prononcée pourrait indiquer la présence d'une fuite dans le système ou une crevaison apparente du filtre. Vérifier que l'instrument fonctionne adéquatement et revérifier les résultats.

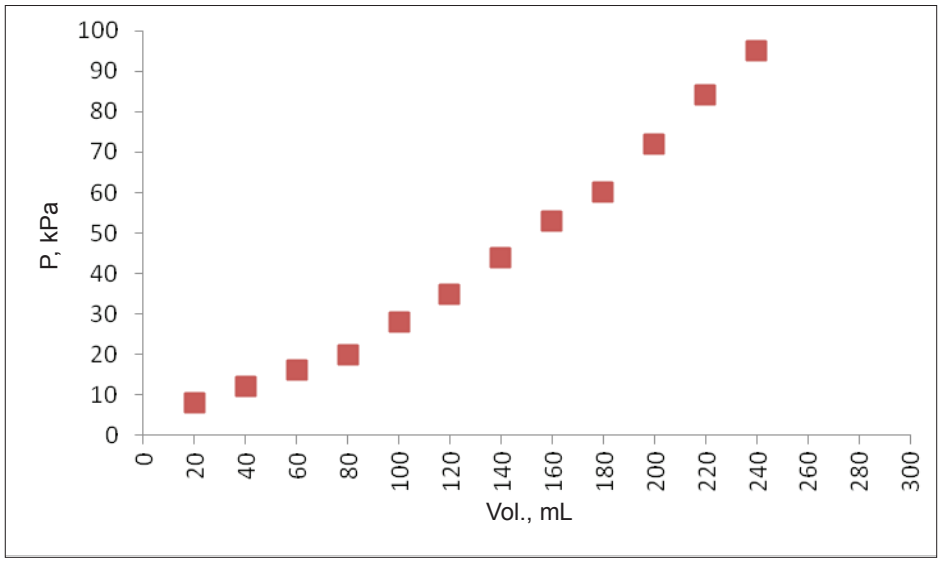

Figure 3 — Colmatage des filtres (pression) en fonction du volume pompé

13 Rapports

13.1 Indiquer les résultats de l'essai sous l'une des formes suivantes, en incorporant un renvoi à la présente méthode d'essai :

13.1.1 Si de l'eau libre a été observée (voir 11.4), indiquer « présence d'eau libre (non dissoute), essai non effectué ».

13.1.2 Si l'échantillon présentait des résidus solides ou un aspect trouble (voir 11.5) après 4 h de chauffage, indiquer « résidus solides ou aspect trouble » et la valeur de la TCFTF.

13.2 Indiquer les valeurs suivantes :

a. La TCFTF arrondie au dixième près, comme elle a été calculée en 12.1.

b. La pression maximale (P) atteinte (voir 11.8) pour que 300 mL de carburant traversent le filtre, arrondie à 5 kPa près.

c. Le volume de carburant (V) ayant traversé le filtre au moment où la pression avait atteint 105 kPa (voir 11.8), arrondi à 10 mL près.

14 Précision et erreur

14.1 La précision de la méthode a été élaborée en 2012 dans le cadre d'un programme d'essai interlaboratoires mené par 13 laboratoires, avec dix échantillons d'essai (voir 2.2.1). Chaque échantillon a été analysé deux fois. Des instruments commerciaux et des instruments assemblés sur place ont été utilisés. L'analyse de la fidélité et de la reproductibilité de tous les instruments, en tant qu'un groupe, a été effectuée conformément à la pratique de D6300 de l'ASTM. La précision et l'erreur entre les types d'instruments ont été analysées conformément à la pratique de D6708 de l'ASTM.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

14.1.1 Un ensemble de données a été exclu en raison d'une variation sensiblement nulle par rapport à la valeur de la TCFTF de 1,0.[2]

14.1.2 Fidélité

Les résultats obtenus par une même personne pour un échantillon analysé en double devraient être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus des quantités données par l'équation $(r) = 0{,}284*(X)^{1{,}67}$, qui est valide pour une plage de >1,0 à 3,5, où X = valeur de la TCFTF.

14.1.3 Reproductibilité

Les résultats obtenus par deux laboratoires pour un même échantillon devraient être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus des quantités données par l'équation $(R) = 0{,}49*(X)^{1{,}67}$, qui est valide pour une plage de >1,0 à 3,5, où X = valeur de la TCFTF.

14.1.4 Différence entre les types d'instruments

Il n'y a pas de différence statistiquement reconnaissable entre la précision des instruments commerciaux et celle des instruments assemblés sur place. Il y a une erreur constante légère, mais reconnaissable, entre les deux types, l'erreur associée aux instruments commerciaux étant supérieure en moyenne de 0,17 à la valeur de la TCFTF.

[2] Tous les laboratoires ont obtenu le même résultat de 1,0 pour un échantillon. Il n'y avait donc pas de variation, alors que le traitement statistique actuel des données d'essai interlaboratoires exige une certaine variation. Cet ensemble de données a été exclu, car il donnait d'excellents résultats qui varient très peu, et non parce que les données étaient suspectes ou de piètre qualité.

© ONGC 2014 — Tous droits réservés

Annexe A
(normative)

Publications de référence de l'ASTM (voir 2.3)

Annual Book of ASTM Standards

NOTE Les publications de l'ASTM ne sont disponibles qu'en anglais.

D86 — *Standards test method for distillation of petroleum products at atmospheric pressure*

D93 — *Standards test method for flash point by Pensky-Martens closed cup tester*

D445 — *Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity)*

D1319 — *Standard test method for hydrocarbon types in liquid petroleum products by fluorescent indicator adsorption*

D4057 — *Standard practice for manual sampling of petroleum and petroleum products*

D4176 — *Standard test method for free water and particulate contamination in distillate fuels (visual inspection procedures)*

D4177 — *Standard practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products*

D4865 — *Standard guide for generation and dissipation of static electricity in petroleum fuel systems*

D5453 — *Standard test methods for determination of total sulfur in light hydrocarbons, spark ignition engine fuel, diesel engine fuel, and engine oil by ultraviolet fluorescence*

D6300 — *Standard practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants*

D6304 — *Standard test method for determination of water in petroleum products, lubricating oils, and additives by coulometric Karl Fischer titration*

D6708 — *Standard practice for statistical assessment and improvement of expected agreement between two test methods that purport to measure the same property of a material*

D7321 — *Standard test method for test method for particulate contamination of biodiesel B100 blend stock. Biodiesel esters and biodiesel blends by laboratory filtration*

© ONGC 2014 — Tous droits réservés