



Gouvernement
du Canada

Government
of Canada

Office des normes
générales du Canada

Canadian General
Standards Board

CAN/CGSB-3.0
N° 60.32-2013

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

**Méthode d'essai normalisée à la laine d'argent pour
la détermination de la corrosivité des essences, des
distillats moyens et des carburants oxygénés pour
l'argent (méthode ultrasonique rapide)**

ICS 77.060



Conseil canadien des normes
Standards Council of Canada

Norme nationale du Canada

Canada

Expérience et excellence
Experience and excellence



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'utilisateur 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'examen 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 <i>ou</i>
— 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 |

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Méthode d'essai normalisée à la laine d'argent pour la détermination de la corrosivité des essences, des distillats moyens et des carburants oxygénés pour l'argent (méthode ultrasonique rapide)

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, décembre 2013, 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 (2013).

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

Wispirski, D¹ 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 Analytics Inc.
Levesque, P. SGS Canada Inc.
MacDonald, P. Ressources naturelles Canada
Moser, P. Saskatchewan Research Council
Owega, S. Défense nationale (CETQ)
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 de la traduction de la présente Norme nationale du Canada.

¹ Utilisateur

Table des matières		Page
1	Objet	1
2	Références normatives	1
3	Résumé de la méthode d'essai	1
4	Termes et définitions.....	2
5	Importance et utilisation	2
6	Appareillage.....	2
7	Matériel.....	4
8	Procédure.....	5
8.1	Échantillonnage de carburant.....	5
8.2	Essais	6
9	Calculs.....	10
9.1	Interprétation	10
10	Rapport.....	13
11	Précision et biais	13
	Annexe A (normative) Soins spéciaux et manipulation de la laine d'argent	14

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Méthode d'essai normalisée à la laine d'argent pour la détermination de la corrosivité des essences, des distillats moyens et des carburants oxygénés pour l'argent (méthode ultrasonique rapide)

1 Objet

Cette méthode permet de déterminer le degré de corrosivité des essences et des distillats moyens pour l'argent ou les alliages d'argent utilisés dans des composants des systèmes d'alimentation.

Cette méthode s'applique également aux mélanges de diesel et d'essences oxygénées, aux produits intermédiaires ou aux composants des mélanges comme les alkylats, les reformatés et les isomérats.

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'équipements 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'utilisateur 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.

2 Références normatives

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

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 précisée de la référence 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-après.

2.1 ASTM International

D5191 — *Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products.*

2.1.1 Source

La publication susmentionnée est diffusée par 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.

2.2 United States Environment Protection Agency

9240.0-05A EP A540/R-93/051 PB93-63316 — *Specifications and guidance for contaminant-free sample containers.*

2.2.1 Source

La publication susmentionnée peut être obtenue de la United States Environment Protection Agency, Office of Solid Waste and Emergency Response, 1200 Pennsylvania Avenue, N, W, Washington, DC 20460. Téléphone 202-272-0167, site Web www.epa.gov.

3 Résumé de la méthode d'essai

3.1 Dans un bain à ultrasons, un échantillon de 0,100 g de laine d'argent est exposé à 180 mL d'un échantillon de carburant, dans une cellule d'essai en verre pendant 1 h à 50 °C.

3.2 Une fois écoulé le temps d'essai, on retire aussitôt la laine d'argent de l'échantillon de carburant, on la rince avec un solvant de lavage et on la fait sécher.

3.3 Ensuite, on presse la laine en un disque et on en évalue le degré de corrosion.

4 Termes et définitions

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

4.1

laine en vrac

laine d'argent qui a été ouverte et datée à la première utilisation et dont on forme des sous-échantillons (quantités de travail).

4.2

quantité de travail

laine d'argent qui a été sous-échantillonnée et préparée à partir de la « laine en vrac » et répartie en échantillons de travail hebdomadaires.

5 Importance et utilisation

5.1 Les composants faits d'argent ou d'alliages d'argent utilisés dans les systèmes d'alimentation et qui sont en contact avec les carburants peuvent subir une corrosion de surface due à certaines espèces sulfureuses à l'état trace (comme le H₂S et le soufre élémentaire, même à des concentrations fractionnaires en ppm), présentes à l'occasion dans l'essence ou les distillats. Les roulements d'argent ou plaqués argent utilisés dans certaines pompes à essence, et certains contacts d'argent ou d'alliages d'argent utilisés dans les transmetteurs de niveau de carburant sont des exemples de composants qui peuvent ainsi être touchés. Une couche de sulfure d'argent sur un contact électrique d'argent peut en modifier la résistance, et ainsi produire des signaux électriques erronés envoyés du transmetteur de niveau de carburant à la jauge de carburant.

5.2 La présente méthode offre un moyen relativement rapide de déterminer le degré de corrosivité de l'essence, des oxygénats d'essence, des distillats moyens et des mélanges de carburant biodiesel pour l'argent. On peut également adapter cette méthode aux essais de produits sur le terrain.

6 Appareillage

6.1 **Cellules d'essai** : elles doivent respecter les critères *Specifications and Guidance for Contaminant-Free Sample Containers* de l'US EPA. Capacité de 250 mL, à goulot large, bords en verre transparent (habituellement avec un diamètre intérieur de 50 mm et une hauteur de 127 mm), et couvercles avec garniture en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

NOTE Les cellules I-Chem Certified 200 Series sont conformes aux spécifications ci-dessus.

6.2 **Minuterie** : minuterie de banc de travail ou minuterie numérique intégrée au bain à ultrasons (voir 6.3). La minuterie doit présenter une plage minimale de 90 min, avec une précision de 15 s sur 90 min.

6.3 **Bain à ultrasons à température contrôlée** : bain avec dispositif de chauffage pouvant maintenir une température de 50 ± 2 °C. On doit utiliser un bain avec transducteurs superposés de qualité industrielle et utilisant un balayage de fréquence. Avant son utilisation, on doit équiper ou modifier le bain selon 6.3.1 à 6.3.3.

6.3.1 On doit utiliser un plateau perforé en acier inoxydable ou un panier en treillis pour maintenir les cellules d'essai au-dessus du fond du bain et au niveau de submersion requis (voir 8.2.4.7), lorsque le bain est rempli de liquide au niveau requis pour la procédure. Consulter le fabricant ou le fournisseur du bain.

6.3.2 En fonctionnement normal, la température du bain aura tendance à augmenter au fil du temps en raison de l'apport d'énergie des ultrasons. Il est donc nécessaire d'utiliser un serpentin de refroidissement pour assurer un contrôle adéquat de la température. On a constaté qu'un serpentin de refroidissement fait d'un tube d'acier inoxydable à paroi mince de 6,35 mm ($\frac{1}{4}$ po), replié pour s'insérer correctement dans le bain, donne de bons résultats. Un simple robinet d'étranglement permet de régler le débit de l'eau de refroidissement.

NOTE Dans l'industrie de la tubulure, les dimensions sont habituellement exprimées en pouces.

6.3.2.1 Le serpentin de refroidissement doit être placé à 1 ou 2 cm sous la surface de l'eau pour offrir une efficacité maximale. L'utilisation de crochets en fil métallique simple, attachés aux côtés du bain, a été jugée acceptable. Si on place le serpentin directement au fond du bain, la densité aura pour effet de ralentir le refroidissement, qui sera moins efficace.

6.3.2.2 Pour les petits bains pouvant recevoir quatre cellules d'essai ou moins, l'utilisation d'une seule boucle de refroidissement est adéquate, comme sur la figure 1.

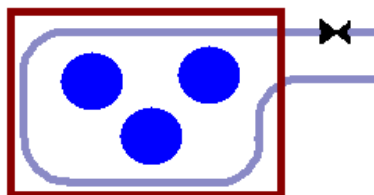


Figure 1 — Serpentin de refroidissement à boucle simple pour les bains de petite capacité

6.3.2.3 Pour les bains de plus grande capacité (neuf cellules d'essai ou plus), on recommande d'utiliser un serpentin de refroidissement. On doit tenir compte de l'emplacement des échantillons dans le bain avant de plier le serpentin, de sorte que les boucles du serpentin délimiteront l'emplacement des échantillons, comme sur la figure 2. Les boucles du serpentin peuvent d'ailleurs servir de séparateurs de cellules d'essai.

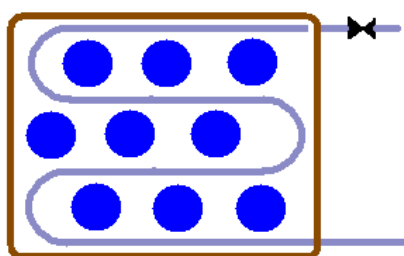


Figure 2 — Serpentin de refroidissement pour les bains de grande capacité

6.3.3 Remplir le bain d'eau au niveau prescrit par le fabricant. On peut ajouter entre 3 à 6 mg/L de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) afin d'empêcher la croissance des algues, le cas échéant.

Mise en garde : Une concentration excessive de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ peut causer des dépôts salissants.

6.4 Dispositif de mesure de la température : on recommande d'utiliser un thermocouple étalonné. On ne doit pas utiliser de thermomètre à liquide sous verre (mercure ou alcool) pour mesurer la température opérationnelle du bain, car l'énergie des ultrasons peut en fausser la réponse.

6.5 Balance analytique : pourvue d'un pare-vent et pouvant mesurer à 1 mg près.

6.6 Récipients gradués : capacité de 250 mL, classe B ou classe A, « à livrer ».

6.7 Dessiccateur à vide : diamètre intérieur d'environ 200 à 250 mm, avec plaque de dessiccateur en porcelaine ou en polypropylène. On peut utiliser des dessiccateurs en polycarbonate ou en polypropylène. Il est préférable d'utiliser un dessiccateur à vide en verre, quoique ce type soit moins robuste et plus coûteux. Certains plastiques sont perméables au gaz, alors que le verre ne l'est pas. Comme le dessiccateur servira à entreposer un matériau oxydant, il est recommandé d'utiliser un dessiccateur en verre.

6.8 Nacelle de pesée : jetable, en polystyrène, de forme carrée ou hexagonale de 90 à 105 mm. On peut également utiliser un verre de montre de 90 mm de diamètre.

6.9 Ciseaux : en acier inoxydable, qualité chirurgicale.

6.10 Pincés : longueur nominale de 152 mm, acier inoxydable, qualité chirurgicale, deux paires.

6.11 Papier filtre : diamètre d'environ 9 cm, Whatman qualité 1 ou l'équivalent.

6.12 Seringues en plastique : capacité de 10 mL, modifiées selon les figures 3 et 4.

6.13 Flacon laveur : capacité de 500 mL, de type à ventilation de solvant.

6.14 Bouteilles pour échantillon de laine d'argent : capacité de 60 mL, transparentes, en verre, goulot large, avec couvercles. Utilisées pour conserver des quantités de travail de laine d'argent¹.

6.15 Éclairage standard : éclairage D5000K ou D6500K fourni par des sources tungstène-halogène filtrées ou des lampes fluorescentes hepta-phosphore, comme la lampe OTT-LITE, modèle OTL-13TCG disponible chez Environmental Lighting Concepts, Inc.², ou l'équivalent.

NOTE Le type d'éclairage est important pour percevoir correctement les couleurs, car les lampes fluorescentes tri-phosphore ordinaires produisent davantage de lumière dans les bleus et les verts, ce qui intensifie ces couleurs et supprime les rouges.

6.16 Fond d'évaluation : le fond d'évaluation (figure 6) consiste en barres noires et blanches alternées, disposées parallèlement les unes aux autres. Elles servent d'arrière-fond pour voir les disques et simuler le fond de la grille de classification des couleurs (figure 4).

6.17 Grille de classification des couleurs : on doit entreposer la grille de classification des couleurs à l'écart des sources directes de lumière et de chaleur afin d'éviter qu'elle ne s'estompe. On suggère de la conserver dans une enveloppe brun foncé quand elle n'est pas utilisée.

6.18 Bouteilles d'échantillon de carburant : capacité de 1 L, verre ambre, avec couvercles vissables. Les couvercles doivent être pourvus de garnitures inertes, p. ex., en PTFE. On ne doit pas utiliser de couvercles en liège ou en caoutchouc, car ils peuvent constituer des sources de contamination.

6.18.1 Les bouteilles en plastique sont perméables à certains hydrocarbures et on ne doit pas les utiliser pour l'échantillonnage et l'entreposage des carburants. Dans certains cas, les bouteilles en plastique ont retenu certains agents de dégagement du silicium utilisés pendant le processus de moulage, ce qui peut avoir une incidence sur les résultats.

7 Matériel

7.1 Laine d'argent : pureté minimale de 99,9 %, diamètre de 0,05 mm, référence : annexe A.

¹ Les bouteilles devraient répondre aux critères « *US EPA Specifications and Guidance for Contaminant-Free Sample Containers* ».

² Environmental Lighting Concept Inc., 1214 West Cass Street, Tampa, FL, 33606, 1-800-842-8848.

7.1.1 La laine d'argent doit être « brillante » quand on l'utilise. Tout ternissement ou toute perte de brillance de la surface est inacceptable. La laine doit être emballée dans des bouteilles en plastique ou des sacs en plastique scellés. La laine nouvellement achetée, si elle est comprimée en disque, devrait avoir une cote de « A », ou mieux. Une cote de « A1 » indique qu'elle n'est pas apte à l'emploi.

NOTE Lorsqu'on commande la laine, il est recommandé que l'acheteur stipule que la laine d'argent soit « brillante » et expédiée dans des bouteilles en plastique ou des sacs en plastique scellés.

7.1.1.2 Comme la durée de conservation de la laine d'argent est limitée, toute laine en vrac et toute laine de travail doit être jetée après quatre mois. Pareillement, toutes quantités achetées (mais non ouvertes), le cas échéant, doivent être jetées quatre mois après la date de réception. Si, sur réception, la laine est décolorée, on ne doit pas l'utiliser pour les essais. Une quantité de 1 g est suffisante pour 8 essais, 5 g pour 40 à 45 essais, tandis qu'une quantité de 25 g est suffisante pour 200 essais ou plus.

7.2 Solvant de lavage : isooctane (2,2,4-triméthylpentane), de qualité ACS (American Chemical Society) ou mieux.

7.3 Solvant de rinçage : dichlorométhane ou toluène. Le dichlorométhane doit être de qualité pesticide ou mieux, stabilisé à l'amylène ou au cyclohexène. Le toluène doit être de qualité pesticide ou de qualité pour analyse des résidus, ou mieux.

7.4 Graisse à vide : de type silicium, requise pour les dessiccateurs à vide en verre et pour les dessiccateurs à vide en plastique qui ne sont pas pourvus de joints sans graisse.

8 Procédure

8.1 Échantillonnage de carburant

8.1.1 Nettoyer et faire sécher les bouteilles d'échantillon de carburant (les bouteilles selon 6.17), et les recouvrir d'un couvercle jusqu'à ce qu'elles soient nécessaires pour l'échantillonnage.

8.1.2 Rincer le point d'échantillonnage pour éviter toute contamination de l'échantillon par des matières étrangères qui peuvent être présentes au point d'échantillonnage et autour, pendant l'échantillonnage.

8.1.3 Rincer la bouteille d'échantillonnage deux fois avec environ 25 à 50 mL d'échantillon avant de la remplir. On ne doit pas toucher le point d'échantillonnage avec la bouteille.

8.1.4 Prélever un échantillon représentatif d'au moins 500 mL. Remplir la bouteille d'échantillonnage, en laissant une marge de remplissage de 10 à 15 %. Juste après l'échantillonnage, fermer la bouteille au moyen d'un couvercle vissable avec garniture en PTFE. Un couvercle avec garniture en polyéthylène est également acceptable, pourvu que l'échantillon soit analysé dans les 24 heures.

8.1.5 On doit minimiser autant que possible l'oxydation de l'échantillon pendant l'échantillonnage. On doit aussi minimiser l'aération de l'échantillon pendant le remplissage de la bouteille d'échantillonnage en faisant couler l'échantillon le long des parois de la bouteille. On peut aussi utiliser le tube en PTFE ou en polyéthylène attaché au robinet.

8.1.6 Entreposer l'échantillon à 4 °C jusqu'au moment de l'essai. Laisser l'échantillon se réchauffer à 15 °C avant de mesurer son volume pour l'essai. L'échantillon doit être à une température égale ou supérieure à 15 °C avant d'être placé dans le bain à ultrasons.

8.2 Essais

8.2.1 On doit placer le bain à ultrasons et à température contrôlée dans une hotte ou un autre endroit approprié et ventilé pouvant supprimer en toute sécurité les vapeurs d'hydrocarbures, sans entraver le fonctionnement du bain (courants d'air forts). Si on doit tester des échantillons ayant une tension de vapeur supérieure à 107 kPa (mesurée dans le vide selon D5191 de l'ASTM), on utilisera une hotte dont les composants électriques (p. ex., appareils d'éclairage et prises électriques) sont conçus pour éliminer les étincelles, en d'autres termes une hotte antidéflagrante ou à sécurité intrinsèque.

8.2.2 Nettoyer à fond le dessiccateur à vide et la plaque du bas avant d'entreposer de la laine d'argent. Appliquer avec parcimonie de la graisse de silicium pour vide poussée, sur les joints du verre. **Ne placer** aucun déshydratant dans le fond du dessiccateur.

8.2.3 Préparation de la laine d'argent

Quand on manipule la laine d'argent, elle ne doit jamais entrer en contact direct avec la peau. Les huiles et l'humidité transférées depuis les doigts peuvent produire des résultats imprévisibles. On ne doit pas laisser la laine d'argent exposée à l'atmosphère, car elle commencera à se ternir aussitôt. Entreposer la laine d'argent (emballage non ouvert), la laine en vrac et la laine en quantité de travail dans un dessiccateur à vide, sous un vide partiel d'au moins 10 mm Hg. On peut aussi entreposer la laine d'argent dans un dessiccateur, sous une couche d'azote plutôt que sous vide, ce qui est une solution acceptable. Voir l'annexe A pour d'autres instructions au sujet de la manipulation.

8.2.3.1 On ne doit pas manipuler l'extrémité des pinces ou les lames du ciseau avec les doigts. Nettoyer ces outils au besoin au dichlorométhane ou au toluène (solvant de rinçage, selon 7.3).

8.2.3.2 Quand on répartit la laine d'argent en vrac en quantités de travail hebdomadaires approximatives, retirer suffisamment de laine pour un mois d'essais, puis la répartir dans des bouteilles d'échantillon de 60 mL pour chaque lot d'essais hebdomadaires, et refermer hermétiquement les bouteilles. Utiliser des pinces pour manipuler la laine d'argent.

8.2.3.3 Placer toute quantité restante de laine d'argent en vrac et de travail dans le dessiccateur et entreposer sous vide partiel. On doit entreposer la laine d'argent en vrac dans son sac en plastique d'origine.

8.2.4 Réalisation des essais

Au moment de l'essai, prendre de la laine d'argent préalablement préparée, ou ouverte, dans les lots de travail. Placer la laine sur un papier filtre propre et démêler lentement les brins pour créer une surface d'exposition uniforme, en utilisant les pinces. On recommande d'utiliser des brins d'une longueur de 3 à 7 cm. Si les brins sont plus longs, on peut les couper avec des ciseaux en acier inoxydable.

8.2.4.1 Peser environ $0,100 \pm 0,005$ g de laine d'argent sur la nacelle de pesée préalablement tarée. À l'aide des pinces, plier et façonner le gros de la laine pesée, afin qu'elle ait une forme plus ou moins sphérique (gonflée), puis la transférer dans la nouvelle cellule d'essai (on ne doit pas réutiliser les cellules d'essai). Placer le couvercle sur la cellule d'essai. Préparer autant de cellules d'essai que nécessaire avec la laine de travail, pour le lot courant d'échantillons.

NOTE On devrait plier et manipuler la laine pour en faire une forme ouverte dans laquelle les brins sont dégagés et s'écartent du fond de la cellule pendant l'essai. Ainsi, on obtiendra de meilleurs résultats et des disques plus uniformes quand on pressera la laine.

8.2.4.2 On doit entreposer les cellules d'essai contenant de la laine d'argent dans un dessiccateur à vide, si on ne les utilise pas sur-le-champ. S'assurer que les couvercles sont placés de façon lâche sur les cellules d'essai avant de fermer le couvercle du dessiccateur et de créer un vide; sinon, les couvercles « sauteront » ou se déformeront.

8.2.4.3 Ranger les pinces et les ciseaux dans un bécher propre et bien étiqueté, ou une cellule d'essai réservée à cette fin, dans le dessiccateur à vide.

8.2.4.4 Vérifier que la température du bain est stable à 50 ± 2 °C avant d'y insérer les cellules d'essai, et vérifier qu'une petite quantité d'eau de refroidissement s'écoule dans le serpentin. Ajuster la température au besoin.

8.2.4.5 Ajuster le débit d'eau de refroidissement selon la température de l'eau de refroidissement entrante et la taille du bain à refroidir. On a constaté que des débits de 30 à 100 mL/min sont acceptables si on utilise l'eau du robinet.

Mise en garde : On doit changer complètement l'eau du bain si des hydrocarbures y sont déversés. Même en petites quantités, certains hydrocarbures peuvent provoquer une accumulation rapide de chaleur dans le bain, de sorte que la température deviendra incontrôlable en deçà des limites prescrites.

8.2.4.6 Rincer un récipient gradué de 250 mL, nettoyé au préalable, avec deux parties de 10 mL d'échantillon de carburant. Transférer 180 ± 2 mL d'échantillon dans la cellule d'essai contenant la laine d'argent (préparée en 8.2.4.1), en utilisant le récipient gradué. Serrer aussitôt le couvercle et placer la cellule dans le bain à ultrasons. Consigner l'heure.

8.2.4.6.1 Échantillons à une tension inférieure à 107 kPa

Pour tester selon la présente méthode des produits dont la tension de vapeur est inférieure à 107 kPa (à 37,8 °C), il faut percer un minuscule trou d'épingle dans le couvercle en plastique et la garniture de la cellule d'essai pour assurer une ventilation; pour ce faire, utiliser une aiguille de calibre 16 ou l'équivalent. La taille du trou d'aiguille doit être ajustée pour assurer une réduction de pression adéquate. On a constaté que l'insertion de l'aiguille à un angle compris entre 30° et 45° donne de bons résultats.

8.2.4.6.2 Échantillons à une tension égale ou supérieure à 107 kPa

Certains carburants ont une tension de vapeur plus élevée que celles qui sont caractéristiques de l'essence automobile. Pour les échantillons ayant une tension de vapeur supérieure à 107 kPa (à 37,8 °C), une ventilation additionnelle peut être requise pour éviter l'accumulation de pression à l'intérieur de la cellule d'essai. On peut alors insérer une aiguille hypodermique de calibre 13 à un angle de 45° au travers du couvercle en plastique et la garniture. Une fois l'aiguille insérée, on doit s'assurer que le trou n'est pas bloqué. On devrait placer l'aiguille à au moins 2 cm au-dessus du niveau du liquide, lorsque le couvercle est vissé sur la cellule d'essai. De plus, le trou d'aiguille doit permettre le raccord d'un petit tuyau en plastique qui aidera à canaliser les vapeurs pour les expulser de façon sécuritaire hors du bain.

8.2.4.7 On doit immerger les cellules d'essai jusqu'au niveau de l'échantillon de carburant, et séparer chaque cellule des autres cellules d'au moins 4 cm afin d'assurer une répartition uniforme de la chaleur et des ultrasons.

8.2.4.8 Étiqueter les couvercles en y inscrivant l'identifiant (ID) de l'échantillon et l'heure de début, ce qui permettra d'identifier facilement les échantillons sans devoir les retirer du bain pendant la sonication.

8.2.4.9 Après 1 h dans le bain à ultrasons, retirer les cellules d'essai du bain et faire décanter aussitôt le carburant, tout en laissant la laine d'argent en contact avec le fond de la cellule d'essai. Rincer la laine d'argent avec environ 10 mL d'isooctane (solvant de lavage selon 7.2), en utilisant une bouteille de lavage. Répéter l'étape de lavage une autre fois.

8.2.4.10 Utiliser des pinces propres pour retirer en douceur la laine de la cellule d'essai et la placer sur un morceau propre de papier filtre. En utilisant un deuxième morceau de papier filtre, assécher très doucement la laine en prenant soin de ne pas la rouler, ni d'y appliquer aucune force latérale.

8.2.4.11 Comprimer avec soin la laine d'argent en un disque uniformisé de 1,5 cm de diamètre, au moyen d'une seringue en plastique de 10 mL modifiée (figures 3 et 4).

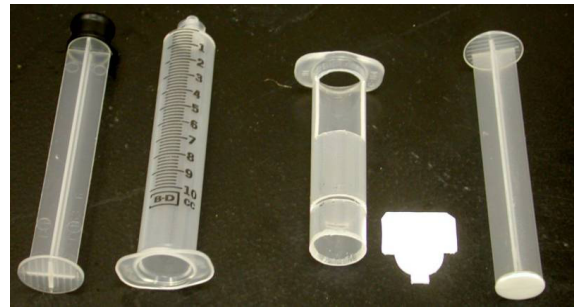
8.2.4.12 Observer la laine d'argent contre le fond de bandes noires et blanches alternées, en utilisant la grille de classification normalisée (figure 6), car les couleurs plus foncées seront plus apparentes contre un fond foncé. Examiner la laine à divers angles afin de percevoir les subtilités de couleur. On doit réaliser cet examen dans un endroit bien éclairé, sous un éclairage reproductible.

8.2.4.13 Comparer et consigner la ou les couleurs de la laine d'argent, par rapport aux descriptions normalisées présentées à la figure 5 et dans le tableau 1.

8.2.4.14 Utiliser un éclairage diurne équilibré de type D5000K ou D6500K fourni par une source d'éclairage standard, comme une source tungstène-halogène filtrée ou une lampe fluorescente hepta-phosphore (voir 6.15).

8.2.4.15 Après avoir testé le carburant, le jeter, ainsi que la cellule d'essai, le couvercle et la laine d'argent.

8.2.4.16 Les cellules d'essai ne doivent pas être réutilisées. Les additifs anticorrosion à l'argent utilisés parfois dans l'essence ou les produits de distillat sont très tensioactifs et peuvent donc adhérer aux parois des cellules d'essai. On peut ainsi obtenir un résultat faussement négatif, la corrosivité de l'échantillon étant masquée par l'effet de mémoire de l'additif sur la cellule d'essai.



Seringue en plastique modifiée, servant à créer des disques de laine d'argent uniformisés. Pour fabriquer ce dispositif, on coupe l'extrémité de la seringue, on coupe un trou d'accès dans le cylindre et on fabrique une plaque de polytétrafluoroéthylène (téflon®) qui s'insère dans une fente taillée perpendiculairement au cylindre. En outre, il faut retirer l'extrémité en caoutchouc du piston et la remplacer par un embout en polytétrafluoroéthylène.

Figure 3 — Seringue en plastique modifiée

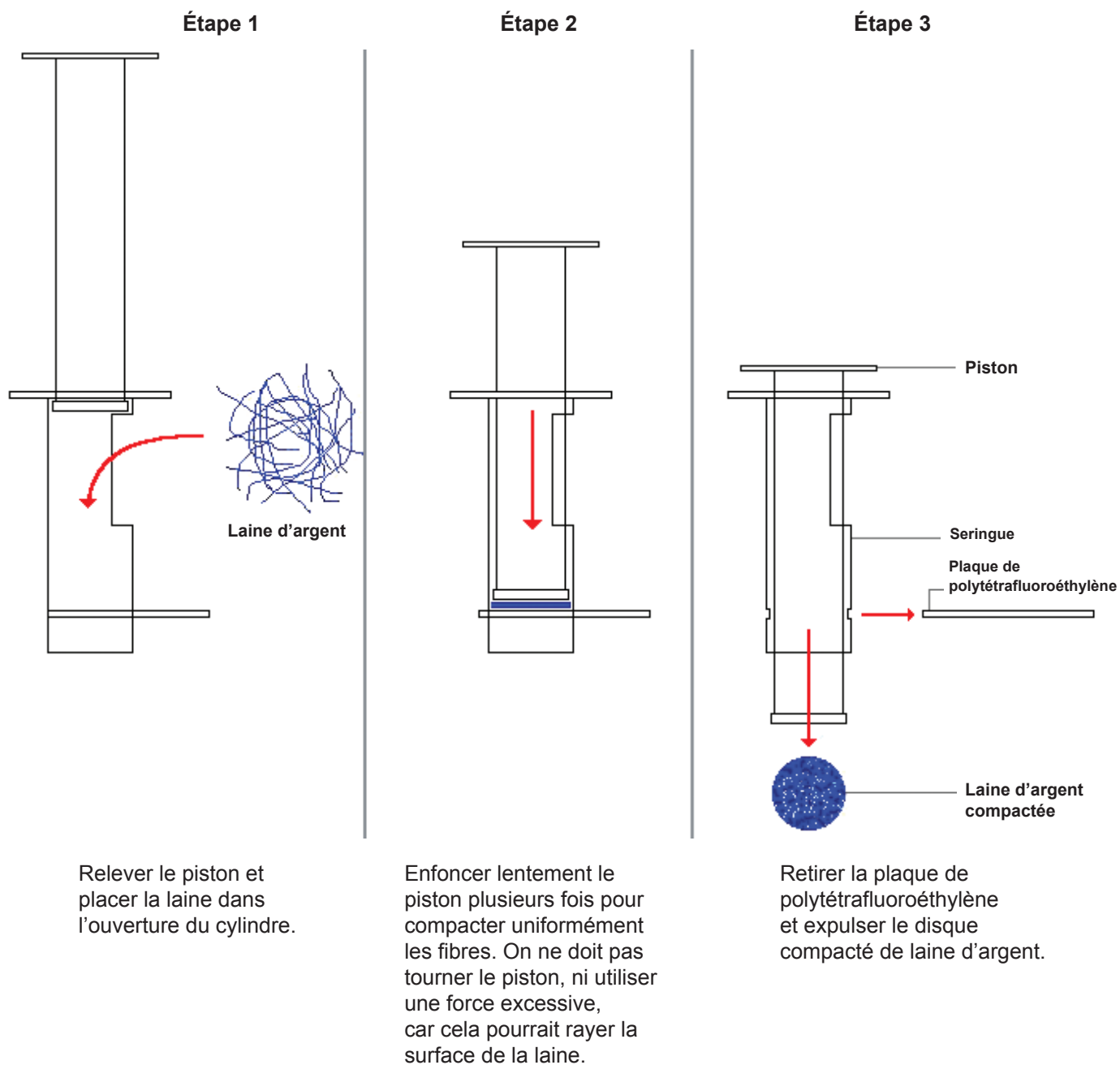
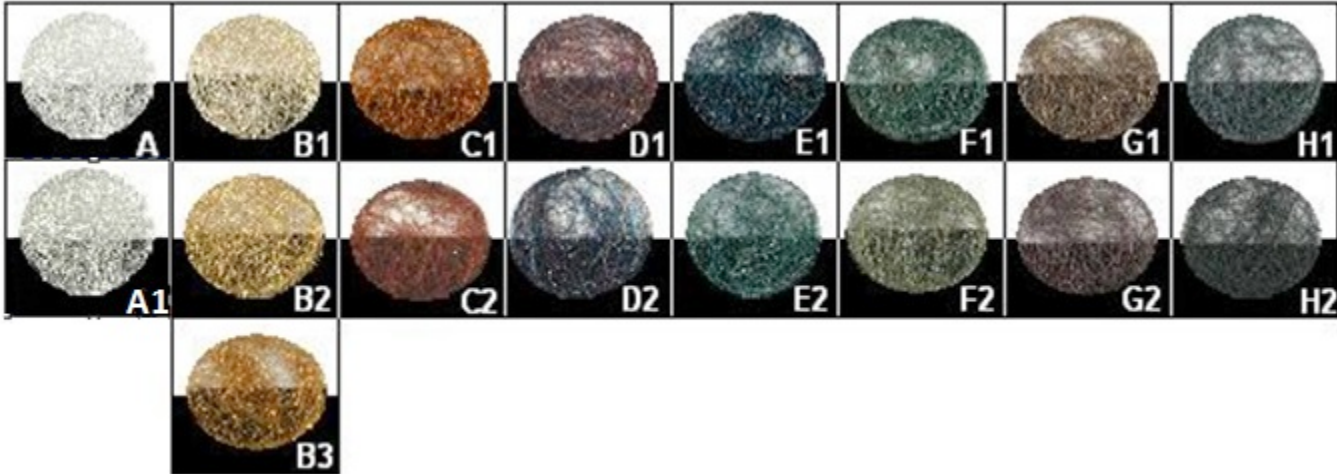


Figure 4 — Procédures de compactage de la laine d'argent en un disque normalisé

9 Calculs

9.1 Interprétation

9.1.1 Les échantillons présenteront un spectre continu de couleurs, allant du moins corrodé au plus corrodé. Une cote de « A » indique qu'il n'y a aucun ternissement ni corrosion, tandis qu'une cote de « H2 » indique une corrosion grave.



NOTE On devrait imprimer cette grille sur du papier photographique lustré de haute qualité pour assurer une reproduction fidèle des couleurs.

Figure 5 — Grille de classification des couleurs de la laine d'argent

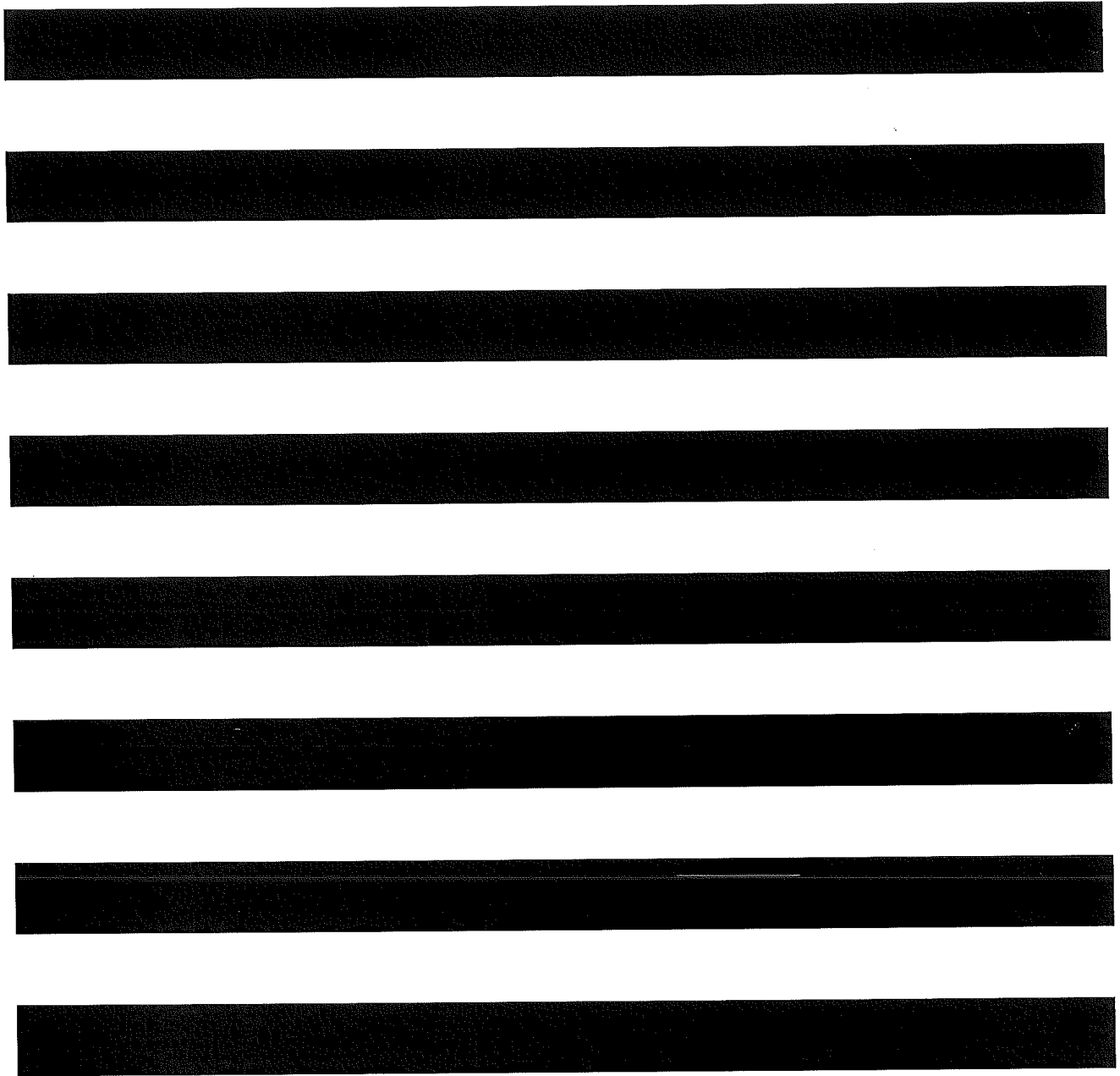
9.1.2 Consigner la cote de corrosion de la laine d'argent en utilisant la description standard du tableau 1. La grille de couleurs de la figure 5 doit être utilisée comme guide. Si une cote se trouve entre deux niveaux, utiliser toujours le niveau supérieur.

9.1.2.1 Faire preuve de prudence avec la grille des couleurs. Celle-ci est avant tout un guide qui représente la succession de couleurs la plus courante, constatée avec la plupart des carburants standard. Certaines couleurs ont été observées avec des produits intermédiaires, comme le naphte de cokéfaction (hautement oléfinique), et qui ne sont pas incluses dans la grille de couleurs normalisée. Dans de tels cas, l'utilisateur devrait envisager des études échelonnées dans le temps.

9.1.2.2 S'il est difficile de différencier entre des cotes, il faudra alors peut-être refaire l'essai et vérifier visuellement l'échantillon de laine d'argent à l'intérieur du bocal à intervalles de 15 min, afin de consigner la transition entre les différentes cotes. Par exemple, on pourra ainsi différencier les cotes C2 et G1.

Tableau 1 — Cotes de corrosion de la laine d'argent — Grille de classification des couleurs

Cotation de la laine d'argent	Description
A	Pas de corrosion, surface vive, brillante et lustrée – comme la laine non exposée
A1	Perte de lustre ou de brillance de la surface, sans autre changement visible de couleur – aspect mat, sans lustre
B1	Doré pâle
B2	Doré
B3	Doré foncé
C1	Cuivré
C2	Cuivré rougeâtre, oxyde rouge
D1	Rouge paon (rouge avec une combinaison d'or, de bleu et/ou de fibres de cuivre)
D2	Bleu paon (bleu avec une combinaison de fibres rouges, qui peut donner un aspect violet foncé)
E1	Bleu
E2	Bleu verdâtre, bleu sarcelle
F1	Vert
F2	Vert jaunâtre, vert olive
G1	Orange-rose (saumon), orange brûlé
G2	Violet rosâtre (couleur prune ou bourgogne)
H1	Gris bleuâtre ou violacé
H2	Anthracite ou noir



NOTE On devrait imprimer ce fond d'évaluation sur du papier photographique lustré de haute qualité, afin de permettre une comparaison exacte des disques compactés, selon la grille de classification des couleurs de la figure 5.

Figure 6 — Corrosion de la laine d'argent — Fond d'évaluation

10 Rapport

10.1 On doit établir un rapport sur les cotes de corrosion de la laine d'argent selon 9.1.2. Signaler toute couleur inhabituelle qui ne correspond pas à la grille de classification standard des couleurs.

11 Précision et biais

11.1 Répétabilité et reproductibilité

Il n'est pas possible de spécifier la précision de cette méthode d'essai, car les résultats qu'elle donne ne peuvent pas être analysés par des méthodes statistiques standard.

11.2 Biais

Cette méthode d'essai ne présente aucun biais, car la grille de corrosion de la laine d'argent est définie seulement en termes de la présente méthode d'essai.

Annexe A (normative)

Soins spéciaux et manipulation de la laine d'argent

A1 La présente annexe traite des pratiques s'appuyant sur le bon sens qui doivent être suivies pour assurer des résultats fiables lorsque l'on utilise de la laine d'argent. La laine est faite d'argent de grande pureté et réagit fortement à de nombreux composants que l'on trouve couramment dans un environnement de laboratoire de produits pétroliers. Les pratiques décrites ci-dessous sont en sus de celles qui sont mentionnées à la section Procédure de la méthode.

Mise en garde : Réduire autant que possible l'exposition de la laine d'argent à l'atmosphère. La laine d'argent exposée à l'air humide, à l'ozone ou à d'autres substances réactives comme les vapeurs de HCl, perdra sa brillance et son lustre de surface. La laine d'argent aura alors un aspect mat ou terne, sans présenter de signe de décoloration. Dans les cas graves, elle commencera à présenter des tons de gris. Si on utilise une laine d'argent décolorée, les résultats seront faussés, car le degré de « gravité » de la corrosion sera abaissé, ce qui donnera un résultat faux négatif (par rapport à une limite de spécification).

A1.1 Le processus d'inspection et de partage de la laine en vrac en quantités de travail doit être réalisé dans un endroit propre et exempt de la plupart des composés réactifs présents dans l'air, entre autres : sulfure d'hydrogène, dioxyde de soufre, thiols volatils, sulfures organiques et inorganiques volatils, acide chlorhydrique, ammoniac, chlorure d'ammonium, acide fluorhydrique et ozone (décharge corona des photocopieurs).

A1.2 Afin d'assurer de bonnes pratiques analytiques, la laine minérale neuve doit être immédiatement vérifiée sur réception pour en déterminer l'aptitude à l'emploi. La laine d'argent doit présenter un aspect uniformément brillant et lustré, sans aucune trace de décoloration. On devrait apposer une étiquette sur le contenant et y inscrire la date de réception, la date d'inspection et la date de première utilisation de la laine d'argent provenant de ce contenant. Cette laine est appelée « laine d'argent en vrac », et est différente de la « laine d'argent de travail », comme nous l'expliquons ci-dessous. Voici un exemple suggéré d'étiquette :

Laine d'argent à utiliser avec CAN/CGSB-3.0 N° 60.32		
En vrac	Date (aaaa-mm-jj)	Initiales
Date de réception		
Date d'inspection et d'approbation pour utilisation		
Date de première utilisation		
Jeter après :	Cette laine d'argent n'est plus apte à l'emploi 120 jours après sa première utilisation, ou avant ce temps en cas de décoloration.	

Figure A1 — Étiquette suggérée pour le contenant de laine d'argent en vrac

A1.3 Le contenant de laine en vrac devrait être ouvert juste assez longtemps pour que l'on en retire suffisamment de laine pour préparer les quantités de travail nécessaires. On doit refermer le contenant et le remettre dans le dessiccateur.

NOTE La laine d'argent en vrac est mieux conservée dans son emballage d'origine si on peut le sceller correctement sous vide.

A1.4 Il est nécessaire de répartir la laine en vrac en quantités de travail, afin de minimiser la corrosion de la laine en vrac lorsqu'elle est exposée à l'atmosphère. On obtient des quantités de travail de laine d'argent à même la laine en vrac, et on scelle individuellement ces quantités de travail, tout dépendant du nombre d'essais que l'on prévoit réaliser. Pour déterminer la quantité de laine de travail, il faut connaître le nombre d'échantillons à tester chaque semaine pendant une période de temps donnée (habituellement un mois). Par conséquent, on devrait retirer une quantité suffisante de laine d'argent de travail de la laine en vrac pour couvrir environ quatre semaines d'essais. On répartit ensuite les quantités de travail en lots hebdomadaires, que l'on scelle individuellement.

A1.5 Le contenant de laine de travail qui est « en utilisation » au cours d'une semaine donnée doit être rangé dans le dessiccateur, sous vide. Par conséquent, ce contenant n'est plus hermétiquement scellé, mais il doit être fermé suffisamment pour empêcher la laine d'argent de tomber hors du contenant ou pour empêcher des contaminants d'y tomber. Comme le contenant sera rangé sous vide, il doit « respirer ». La laine dans le contenant « en utilisation » doit être jetée sept jours plus tard, même si elle n'est pas entièrement consommée.

A1.6 On devrait acheter la laine d'argent en quantités suffisantes, selon le nombre d'essais à réaliser ou prévus pour une période de quatre mois. On peut acheter la laine d'argent en quantités de 1, 5 et 25 g, ce qui équivaut approximativement à 8, 42 et 220 essais. Le tableau A1 sert de guide à cette fin.

Tableau A1 — Guide d'achat des quantités de laine d'argent

Nombre d'essais par semaine	Quantité achetée	Quantité de travail
1 ou moins	1 g (au besoin)	1 g (laisser dans le contenant original, jeter après 120 jours)
2 ou moins	1 g (2 x 1 g)	0,25 g
3 à 4	5 g	0,50 g
5 à 8	5 g (2 x 5 g)	0,83 g
10 ou plus	25 g (au besoin)	Au besoin

A1.6.1 Si on travaille avec des paquets doubles (p. ex., 2 x 1 g), la meilleure façon est de séparer un paquet à la fois, et d'utiliser le contenant original comme contenant de laine de travail.

A1.6.2 Si on sépare correctement un paquet en vrac de 25 g, on peut le séparer en deux lots de laine en vrac. Les deux quantités séparées doivent être placées dans un contenant propre et facilement scellable, comme une bouteille I-Chem en verre à goulot large de 60 mL, stérile et sans contaminant. On doit vérifier séparément chaque quantité en vrac avant de l'utiliser.

A1.7 La laine d'argent qui a dépassé sa « date de péremption » (selon A1.2) ne doit pas être utilisée pour la présente procédure.

Bibliographie

- [1] CAN/CGSB-3.5 — *Essence automobile sans plomb*
- [2] CAN/CGSB-3.6 — *Carburant diesel à teneur régulière en soufre*
- [3] CAN/CGSB-3.511 — *Essence automobile sans plomb oxygénée contenant de l'éthanol*
- [4] CAN/CGSB-3.517 — *Carburant diesel pour véhicules automobiles (routiers)*
- [5] ASTM D4057 — *Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products*