



Gouvernement  
du Canada

Office des normes  
générales du Canada

Government  
of Canada

Canadian General  
Standards Board

**CAN/CGSB-3.0**  
**N° 142.0-2024**

Remplace CAN/CGSB-3.0  
N° 142.0-2019



# Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

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

Office des normes générales du Canada 

CCN  SCC

**Canada** 

*Expérience et excellence*  
*Experience and excellence*

**ONGC**  
**CGSB**

## Énoncé de l'Office des normes générales du Canada

La présente norme a été élaborée sous les auspices de l'OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA (ONGC), qui est un organisme relevant de Services publics et Approvisionnement 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, 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 national. En conséquence, les normes que l'Office élabore et soumet à titre de Normes nationales du Canada se conforment aux exigences et lignes directrices établies à cette fin par le Conseil canadien des normes. Outre la publication de normes nationales, l'ONGC rédige également d'autres documents normatifs qui répondent à 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 élaborées conformément 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 et la publiera dans un délai qui n'excédera pas cinq ans 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 peuvent faire l'objet de modificatifs ou être 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, figure au Catalogue de l'ONGC disponible sur le site Web suivant [www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb/index-fra.html](http://www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb/index-fra.html), 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 ou service en regard de la présente norme peuvent nécessiter l'emploi de matériaux et/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 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 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.

À des fins d'application, les normes sont considérées comme étant publiées la dernière journée du mois de leur date de publication.

### Communiquez avec l'Office des normes générales du Canada

Pour de plus amples renseignements sur l'ONGC, ses services et ses normes ou pour obtenir des publications de l'ONGC, veuillez nous contacter :

- sur le Web — <http://www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb/index-fra.html>
- par courriel — [ncr.cgsb-ongc@tpsgc-pwgsc.gc.ca](mailto:ncr.cgsb-ongc@tpsgc-pwgsc.gc.ca)
- par téléphone — 1-800-665-2472
- par la poste — Office des normes générales du Canada  
140, rue O'Connor, Tour Est  
Ottawa (Ontario) Canada K1A 0S5

### Énoncé du Conseil canadien des normes

Une Norme nationale du Canada est une norme qui a été élaborée par un organisme d'élaboration de normes (OEN) titulaire de l'accréditation du Conseil canadien des normes (CCN) conformément aux exigences et lignes directrices du CCN. On trouvera des renseignements supplémentaires sur les Normes nationales du Canada à l'adresse : [www.ccn.ca](http://www.ccn.ca).

Le CCN est une société d'État qui fait partie du portefeuille d'Innovation, Sciences et Développement économique Canada (ISDE). Dans le but d'améliorer la compétitivité économique du Canada et le bien-être collectif de la population canadienne, l'organisme dirige et facilite l'élaboration et l'utilisation des normes nationales et internationales. Le CCN coordonne aussi la participation du Canada à l'élaboration des normes et définit des stratégies pour promouvoir les efforts de normalisation canadiens.

En outre, il fournit des services d'accréditation à différents clients, parmi lesquels des organismes de certification de produits, des laboratoires d'essais et des organismes d'élaboration de normes. On trouvera la liste des programmes du CCN et des organismes titulaires de son accréditation à l'adresse : [www.ccn.ca](http://www.ccn.ca).

**NORME NATIONALE DU CANADA**

**CAN/CGSB-3.0**  
**N° 142.0-2024**

Remplace CAN/CGSB-3.0  
N° 142.0-2019

# **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.

ICS 75.160.40

Publiée en mars 2024 par  
**l'Office des normes générales du Canada**  
Ottawa (Ontario) K1A 0S5

© SA MAJESTÉ LE ROI DU CHEF DU CANADA,  
représenté par le ministre de Services publics et Approvisionnement Canada,  
ministre responsable de l'Office des normes générales du Canada (2024).

Aucune partie de la présente 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 combustibles

(Membres votants à la date de scrutin)

**Président**

Scott Harvie Co-op Refinery Complex (Producteur)

**Catégorie intérêt général**

Alberto Villegas	Anton Paar Canada Inc.
Andrew Pickard	Expert-conseil (indépendant)
Aurelian Hanganu	Bureau Veritas
Dan Wispinski	VUV Analytics
Glen MacLean	Intertek Caleb Brett
Gordon Chiu	Petroleum Analyzer Company (PAC)
Hu Wu	AmSpec Services Llc.
Lee Marotta	PerkinElmer
Luc Menard	CFR Engines Canada ULC
Pierre Lévesque	SGS Canada Inc.
Pierre Poitras	Fuel+Consulting

**Catégorie producteur**

Andrew Brown	Irving Oil Ltd.
Bonnie Sparling	Parkland Refining (BC) Ltd.
Emma Franzmann	Produits Suncor Énergie S.E.N.C.
Gandalf O'Breham	Shell Canada Ltée.
Greg Rockwell	La Compagnie Pétrolière Impériale Limitée
Kevin Adlaf	Archer Daniels Midland Company
Ken Mitchell	Expert-conseil pour l'Association canadienne des carburants
Matthew Barnes	Baker Hughes
Rajesh Gupta	Cenovus Energy
Randy Jennings	Darling Ingredients
Rhonda Hiscock	NARL Logistics LP
Stu Porter	Expert-conseil pour Industries renouvelables Canada

**Catégorie organisme de réglementation**

Michelle Raizenne Environnement et Changement climatique Canada

**Catégorie utilisateur**

Ajae Hall	Ressources naturelles Canada
Amanda Prefontaine	InnoTech Alberta
Michael Kopac	Défense nationale

**Gestionnaire du comité (non votante)**

Astrid Lozano Office des normes générales du Canada

La traduction de la présente Norme nationale du Canada a été effectuée par le gouvernement du Canada.

## Préface

La présente Norme nationale du Canada CAN/CGSB-3.0 N° 142.0-2024 remplace l'édition de 2019.

### Changements depuis la dernière édition

- À la section 4, modification de la définition de biodiesel (B100) pour préciser qu'il peut contenir jusqu'à 0,5 % en volume de distillat moyen.
- À la section 4, modification de la définition de combustible de distillat moyen pour inclure les hydrocarbures synthétiques.
- À la section 4, suppression de la définition de solvant standard à base d'isoparaffines qui était inexacte.
- À l'article 6.1.5, ajout d'une note de bas de page indiquant la raison pour laquelle des filtres de seringue précis sont exigés.
- À l'article 6.1.7, modification de la description des dispositifs de mesure de la température pour spécifier qu'il peut s'agir de thermomètres numériques ou de thermomètres en verre.
- Aux articles 6.1.14, 10.2.1.2 et 11.5, modification de la description des bains pour indiquer que des cuves à air forcé sont acceptables.
- Au tableau 1, réduction de la teneur maximale en soufre exigée pour le solvant standard à base d'isoparaffines à 5 mg/kg.

Les définitions suivantes s'appliquent lorsqu'il s'agit de comprendre comment mettre en œuvre une Norme nationale du Canada :

- « doit » indique une **exigence obligatoire**;
- « devrait » exprime une **recommandation**;
- « peut » exprime une **permission**, une **possibilité**, ou une **option**, par exemple, qu'un organisme peut faire quelque chose.

Les notes accompagnant les articles ne renferment aucune exigence ni recommandation. Elles servent à séparer du texte les explications ou les renseignements qui ne font pas proprement partie du corps de la norme. Les annexes sont désignées comme normative (obligatoire) ou informative (non obligatoire) pour en préciser l'application.

<b>Table des matières</b>		<b>Page</b>
1	Objet .....	1
2	Références normatives .....	1
3	Résumé de la méthode d'essai .....	2
4	Termes et définitions .....	2
5	Interférences .....	3
6	Appareillage .....	3
7	Réactifs .....	6
8	Précautions .....	7
9	Préparation de l'appareil .....	7
10	Échantillonnage et préparation des échantillons .....	7
11	Mode opératoire .....	8
12	Calculs .....	10
13	Rapport .....	11
14	Précision et biais .....	11
Annexe A (normative) Publications de référence de l'ASTM International .....		12

---

### Figures

Figure 1 — Schéma de l'appareil d'essai de filtration .....	5
Figure 2 — Orientation du filtre de seringue Whatman Puradisc .....	6
Figure 3 — Colmatage des filtres (pression) en fonction du volume pompé .....	10

### Tableau

Tableau 1 — Spécifications pour les solvants à base d'isoparaffines .....	6
---	---

# 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. L'essai de la TCFTF quantifie la tendance de ces constituants 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 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.

Unités de mesure – Dans la présente norme, les grandeurs et les dimensions sont exprimées en unités du Système international d'unités (unités SI) tandis que les équivalents en unités anglo-saxonnes sont indiqués entre parenthèses (le cas échéant). Dans la présente norme, les valeurs exprimées en « % en volume » représentent l'unité de mesure nominale standard de l'industrie en Amérique du Nord. L'unité SI équivalente est « % (V/V) (volume/volume) ».

### 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 coordonnées fournies ci-dessous étaient valides à la date de publication de la présente méthode.

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.

#### 2.1 Office des normes générales du Canada (ONGC)

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

N° 28.8 — *Évaluation visuelle de la turbidité des combustibles liquides*

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

##### 2.1.1 Coordonnées

Les publications susmentionnées peuvent être obtenues auprès de l'Office des normes générales du Canada. Téléphone: 1-800-665-2472. Courriel: [ncr.cgsb-ongc@tpsgc-pwgsc.gc.ca](mailto:ncr.cgsb-ongc@tpsgc-pwgsc.gc.ca). SiteWeb: <https://www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb/index-fra.html>.

## 2.2 InnoTech Alberta

2012/2013 Inter-laboratory Study (ILS) for Cold Soak Filter Blocking Tendency Draft C\*\*/CGSB-3.0 No. 142.0  
(disponible en anglais seulement)

### 2.2.1 Coordonnées

La publication susmentionnée peut être obtenue auprès d'InnoTech Alberta. Téléphone : 780-450-5111. Site Web : <https://innotechalberta.ca/>.

## 2.3 ASTM International

*Annual Book of ASTM Standards* (voir l'annexe A)

### 2.3.1 Coordonnées

La publication susmentionnée peut être obtenue auprès de l'ASTM International. Téléphone : 1-877-909-2786. Site Web : <https://www.astm.org>. Elle est également disponible auprès du Standards Store by Accuris. Téléphone : 1-800-447-2273. Site Web : <https://global.ihs.com>.

## 3 Résumé de la méthode d'essai

3.1 Conditionner un échantillon de biodiesel afin d'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 conserver à 1 °C durant 16 h.

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

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

- a) Surveiller 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. La perte de charge maximale sert à calculer la valeur de la TCFTF.
- b) Si une perte de charge de 105 kPa est atteinte avant que 300 mL du mélange 20 % soit filtré, le volume filtré lorsque la pression de 105 kPa est atteinte doit être utilisé pour calculer la TCFTF.

3.5 La valeur de la TCFTF peut aller de 1,0 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.

### **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. Le biodiesel peut contenir jusqu'à 0,5 % en volume de distillat moyen.

### **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.



### **mélange 20 %**

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

### **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.

## **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 la norme ASTM D7321, peut augmenter le résultat de l'essai de la TCFTF. Il est également possible d'utiliser la norme ASTM D6304 pour déterminer la teneur en eau dissoute.

## **6 Appareillage**

**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**

Pompe à piston d'une capacité à porter et à maintenir le mélange 20 % ou le solvant standard à base d'isoparaffines à un débit constant de  $20 \pm 1$  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, dont l'étendue de mesure va de 0 (pression atmosphérique ambiante) à 150 kPa, avec une précision de  $\pm 1$  kPa.

### **6.1.4 Soupape de surpression**

Soupape servant 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 dont la taille nominale des pores est de 1,6  $\mu\text{m}$ . Des filtres de seringue en microfibre de verre Whatman Puradisc GF/A de 13 mm de diamètre sont exigés (n° de pièce 6820-1316 ou 6806-1316)<sup>1</sup>. 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 (n° de pièce 91616-00).

<sup>1</sup> Ces filtres de seringues ont été utilisés pour l'élaboration de la présente méthode d'essai, puisqu'on ne connaît pas d'autres filtres ou matériaux permettant d'obtenir des résultats et une précision équivalents.

#### 6.1.6 Récipient à carburant

Contenant utilisé pour recueillir le carburant à sa sortie de la pompe.

#### 6.1.7 Dispositif de mesure de la température

Thermomètre numérique ou thermomètre en verre ayant une étendue de mesure de 0 à 60 °C et une précision de  $\pm 1$  °C.

#### 6.1.8 Cylindre gradué (25 mL)

Cylindre en verre d'une capacité nominale de 25 mL, gradué tous les 0,5 mL, servant à mesurer le débit.

#### 6.1.9 Cylindre gradué (500 mL)

Cylindre en verre d'une capacité nominale de 500 mL, gradué tous les 5 mL, servant à mesurer le débit et 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/mise à la masse

Fil de mise à la terre : fil flexible torsadé nu de 0,912 à 2,59 mm (calibre 10 à 19 American Wire Gauge) 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 la 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 la 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 la figure 1).

#### 6.1.12 Chronomètre

Chronomètre manuel ou électronique ayant une 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 (1 °C)

Bain à circulation de liquide ou cuve de refroidissement à air forcé pouvant supporter une température de  $1 \pm 1,0$  °C durant au moins 16 h et contenir le nombre requis de contenants à échantillon de 500 mL.

Note : Un réfrigérateur de qualité commerciale ne peut satisfaire à cette exigence.

#### 6.1.14 Bain (25 °C)

Bain à circulation de liquide ou cuve de refroidissement à air forcé capable de supporter une température de  $25 \pm 1,0$  °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

Bouteille en verre transparent de 500 mL avec couvercle vissé ayant un revêtement inerte (voir 11.1 à 11.5).

**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 devrait 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 pour solvant

Filtre en nylon dont la taille nominale des pores est de 0,45 µm utilisé pour filtrer le solvant standard à base d'isoparaffines (voir 7.1).

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

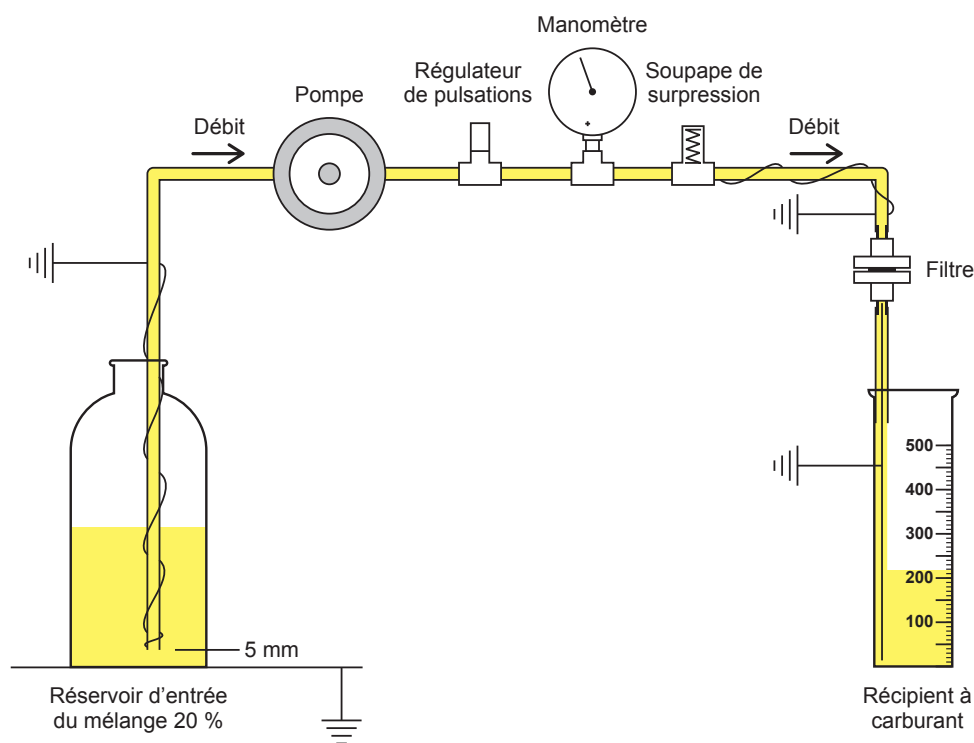
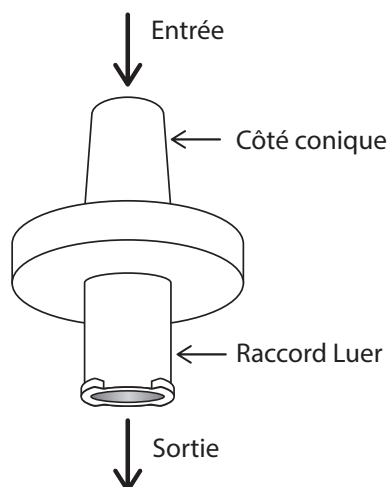


Figure 2 — Orientation du filtre de seringue Whatman Puradisc



## 7 Réactifs

### 7.1 Solvant standard à base d'isoparaffines

Un solvant à base d'isoparaffines respectant les spécifications du tableau 1 est requis pour cet essai.

Tableau 1 — Spécifications pour les solvants à base d'isoparaffines

Propriété	Méthode d'essai	Minimum	Maximum
Aspect	CAN/CGSB-3.0 N° 28.8 ou ASTM D4176	Clair et limpide	—
Composés aromatiques, volume %	ASTM D1319 ou ASTM D6379	—	0,25
Plage d'ébullition, °C	ASTM D86	171	210
Point d'éclair, °C	ASTM D93	43	—
Soufre, mg/kg	ASTM D5453	—	5
Eau, mg/kg	ASTM D6304, Procédure A	—	105
Viscosité cinématique à 25 °C, mm <sup>2</sup> /s	ASTM D445	1,5	2,1

Note : Les solvants offerts sur le marché qui respectent ces exigences sont Isopar<sup>MC</sup> K et Isopar<sup>MC</sup> L.

7.1.1 Filtrer le solvant à l'aide d'un filtre de nylon de 0,45 µm à 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 la norme ASTM D4865. 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 (comme des chiffons) 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.

## 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 pour les bains, à 25 °C et à 0 °C, 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  $20 \pm 1$  mL/min en mesurant le volume de solvant standard à base d'isoparaffines pompé, puis consigner la pression à 20 s, 60 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  $5 \pm 2$  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  $20 \pm 1$  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 et préparation des échantillons

**10.1** Prélever l'échantillon conformément aux pratiques énoncées dans la norme ASTM D4057 ou D4177 ou 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 de son contenant d'origine 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 prescrites dans la norme ASTM D4057 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 ASTM D4176 ou CAN/CGSB-3.0 N° 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 Élimination des antécédents thermiques

**10.2.1** Chauffer l'ensemble de l'échantillon de biodiesel à 60 °C, de préférence dans une atmosphère inerte, durant 3 h, avant l'analyse pour éliminer tous 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 10.2.1, réduisait au minimum les divergences entre les résultats.

**10.2.1.1** 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.

**10.2.1.2** Après avoir chauffé l'échantillon à 60 °C pendant 3 h, le laisser refroidir à  $24 \pm 4$  °C. Un bain entre 20 et 25 °C peut être utilisé.

**10.2.2** L'étape de conditionnement de l'échantillon (voir 10.2.1) peut être omise si l'échantillon de biodiesel a été prélevé dans un réservoir chauffé à une installation de production et n'a pas été refroidi en-dessous de 20 °C.

**10.2.3** Si des doutes subsistent quant aux antécédents thermiques de l'échantillon de biodiesel, effectuer l'étape de conditionnement de l'échantillon (voir 10.2.1).

## 11 Mode opératoire

**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 °C durant 45 min. Laisser refroidir l'aliquote jusqu'à  $24 \pm 4$  °C.

**11.1.1** L'étape du chauffage a pour but de dissoudre les matières séparées qui se forment dans le biodiesel à température ambiante. Elle peut être omise moins de 10 h avant d'effectuer l'étape en 10.2.1 ou moins de 10 h après un prélèvement dans un réservoir chauffé à une installation de production. Dans les deux cas, si le biodiesel a été refroidi en-dessous de 20 °C, répéter 10.2.1 avant de débiter 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 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 à  $1 \pm 1$  °C pendant  $16 \pm 1$  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  $25 \pm 1$  °C durant  $2 \pm 0,25$  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  $20 \pm 10$  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  $25 \pm 1$  °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  $60 \pm 10$  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  $120 \pm 15$  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.

**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. Changer ces composants 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<sup>2</sup>. 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 (voir 12.2.2), il faut alors, avant de démanteler le système et de le nettoyer, vérifier la présence de fuites dans le système comme suit.

**11.10.1** Ne pas retirer du système le filtre qui a été utilisé pour l'essai.

**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 pendant 30 s. La pression ne devrait pas baisser de plus de 3 kPa.

<sup>2</sup> La collecte automatisée de données peut être appropriée pour cette étape.

**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 11.7, 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 :

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

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

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

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

où :

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

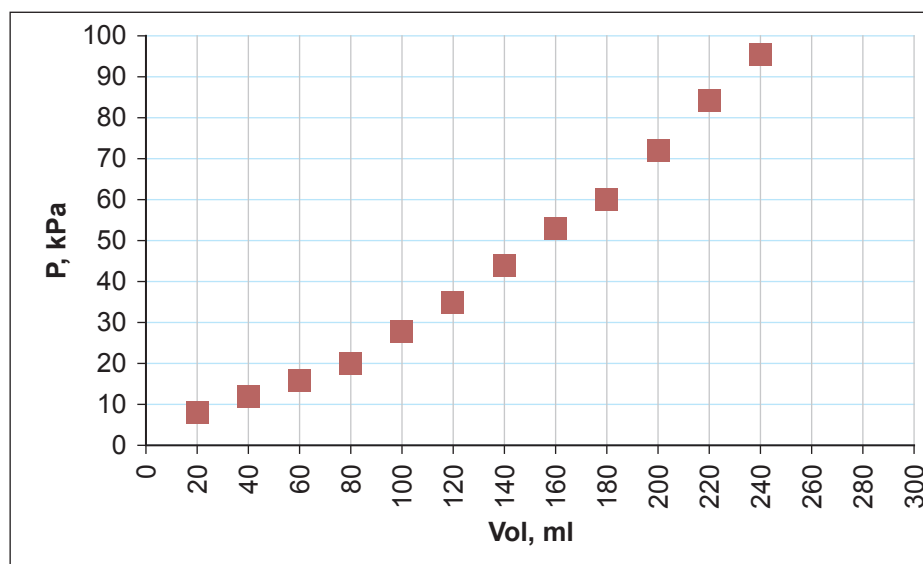
$V$  représente le volume (mL) de mélange 20 % ayant traversé le filtre avant que la pression atteigne 105 kPa.

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

**12.2.1** Les points devraient former une courbe douce, régulière croissante présentant une pente constante ou croissante (voir figure 3).

**12.2.2** Plus particulièrement à l'endroit où la pression devient  $\geq 40$  kPa, un plateau, ou baisse de pression pourrait indiquer la présence d'une fuite dans le système ou une crevasion apparente du filtre. Si tel est le cas, vérifier si l'instrument fonctionne adéquatement (voir 11.10).

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





## 13 Rapport

**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** Sinon, indiquer les résultats de la TCFTF comme suit :

- a) la TCFTF arrondie au dixième près (0,1), comme elle a été calculée en 12.1;
- b) la pression maximale ( $P$ ) arrondie à 5 kPa près, ou le volume de mélange 20 % ( $V$ ) arrondie à 10 mL près (voir 12.1);
- c) si l'échantillon présentait des résidus solides ou un aspect trouble après 4 h de chauffage (voir 11.5), indiquer « résidus solides ou aspect trouble ».

## 14 Précision et biais

**14.1** La précision de la méthode a été élaborée en 2012 dans le cadre d'un programme d'essais interlaboratoires mené par 13 laboratoires, avec dix échantillons d'essai (voir 2.3). Chaque échantillon a été analysé deux fois. Des instruments commerciaux et des instruments assemblés sur place ont été utilisés. La fidélité et la reproductibilité de tous les instruments, en tant qu'un groupe, ont été analysées conformément à l'ASTM D6300. La précision et l'erreur entre les types d'instruments ont été analysées conformément à la norme ASTM D6708.

**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.<sup>3</sup>

### 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.

<sup>3</sup> 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.

## **Annexe A** (normative)

### **Publications de référence de l'ASTM International (voir 2.3)**

#### **A.1 Annual Book of ASTM Standards**

Note : Les publications de l'ASTM International ne sont disponibles qu'en anglais.

ASTM D86 — Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products and Liquid Fuels at Atmospheric Pressure

ASTM D93 — Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester

ASTM D445 — Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)

ASTM D1319 — Standard Test Method for Hydrocarbon Types in Liquid Petroleum Products by Fluorescent Indicator Adsorption

ASTM D4057 — Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

ASTM D4176 — Standard Test Method for Free Water and Particulate Contamination in Distillate Fuels (Visual Inspection Procedures)

ASTM D4177 — Standard Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

ASTM D4865 — Standard Guide for Generation and Dissipation of Static Electricity in Petroleum Fuel Systems

ASTM D5453 — Standard Test Method for Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Spark Ignition Engine Fuel, Diesel Engine Fuel, and Engine Oil by Ultraviolet Fluorescence

ASTM D6300 — Standard Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants

ASTM D6304 — Standard Test Method for Determination of Water in Petroleum Products, Lubricating Oils, and Additives by Coulometric Karl Fischer Titration

ASTM D6379 — Standard Test Method for Determination of Aromatic Hydrocarbon Types in Aviation Fuels and Petroleum Distillates — High Performance Liquid Chromatography Method with Refractive Index Detection

ASTM 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

ASTM D7321 — Standard Test Method for Particulate Contamination of Biodiesel B100 Blend Stock Biodiesel Esters and Biodiesel Blends by Laboratory Filtration