



Gouvernement
du Canada

Office des normes
générales du Canada

Government
of Canada

Canadian General
Standards Board

CAN/CGSB-3.0
N° 60.32-2024

Remplace CAN/CGSB-3.0
N° 60.32-2019



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)**

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, 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
- 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.

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.

NORME NATIONALE DU CANADA

CAN/CGSB-3.0

N° 60.32-2024

Remplace CAN/CGSB-3.0

N° 60.32-2019

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.

ICS 77.060

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 No 60.32-2024 remplace l'édition de 2019.

Changements depuis la dernière édition

- À la section Résumé de la méthode d'essai, remplacement de « grille de cotation alphanumérique de la corrosion » par « grille de classification des couleurs ».
- Remplacement de l'expression « sous-échantillons » par « quantités de travail ».
- Modification des définitions de laine en vrac/laine d'argent en vrac et quantité de travail/laine (d'argent) de travail.
- Modification du nom de l'appareillage utilisé pour la laine d'argent de travail.
- Déplacement de l'information relative à l'importance d'utiliser de nouvelles cellules d'essai à l'étape du mode opératoire la plus appropriée.
- À l'annexe, reformulation de l'énoncé sur les pratiques courantes à des fins de clarté.

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.

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	Importance et utilisation	2
6	Appareillage	2
7	Matériel	5
8	Mode opératoire	5
9	Calculs	9
10	Rapport	11
11	Précision et biais	11
Annexe A (normative) Soins spéciaux et manipulation de la laine d'argent		12

Figures

Figure 1 – Serpentin de refroidissement à boucle simple pour les bains de petite capacité	3
Figure 2 – Serpentin de refroidissement pour les bains de grande capacité	3
Figure 3 – Seringue en plastique modifiée	8
Figure 4 – Procédure de compactage de la laine d'argent en un disque normalisé	9
Figure 5 – Grille de classification des couleurs de la laine d'argent	9
Figure 6 – Corrosion de la laine d'argent – Fond d'évaluation	11
Figure A.1 – Étiquette suggérée pour le contenant de laine d'argent en vrac	12

Tableaux

Tableau 1 – Cotes de corrosion de la laine d'argent – Grille de classification des couleurs	10
Tableau A.1 – Guide d'achat des quantités de laine d'argent	13

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

La présente 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 reformats et les isomérats.

Unités de mesure — Dans la présente norme, les grandeurs et les dimensions sont exprimées en unités SI tandis que les équivalents en unités anglo-saxonnes (la plupart ayant été obtenus par conversion arithmétique) sont indiqués entre parenthèses. Les unités SI feront foi en cas de litige ou en cas de difficultés imprévues résultant de la conversion en unités anglo-saxonnes.

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 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 ASTM International

ASTM D5191 – *Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products and Liquid Fuels (Mini Method)* (disponible en anglais seulement)

2.1.1 Coordonnées

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

2.2 United States Environmental Protection Agency (U.S. EPA)

Certified Gasoline Detergents

Specifications and Guidance for Contaminant-Free Sample Containers

2.2.1 Coordonnées

Les publications susmentionnées peuvent être obtenues auprès de l'Environmental Protection Agency, Transportation and Air Quality des États-Unis. Site Web : <https://nepis.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 le temps d'essai écoulé, retirer aussitôt la cellule d'essai du bain et faire décanter l'échantillon de carburant. Rincer la laine d'argent avec un solvant de lavage, puis la retirer de la cellule d'essai en verre et la faire sécher.

3.3 Ensuite, presser la laine en un disque et en évaluer le degré de corrosion conformément à la grille de classification des couleurs.

4 Termes et définitions

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

laine en vrac/laine d'argent en vrac

laine d'argent qui a été ouverte et datée à la première utilisation et dont on prélève des quantités de travail.

quantité de travail/laine (d'argent) de travail

partie de laine d'argent qui est prélevée à partir de la « laine en vrac » et répartie en quantités 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 présenter 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 parties par million [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 (ou capteurs) 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 transmis du transmetteur de niveau de carburant à la jauge de carburant.

5.2 La méthode offre un moyen relativement rapide de déterminer le degré de corrosivité de l'essence, de l'essence oxygénée, 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 : cellules d'essai en verre homologuées ou traitées, telles que les cellules I-Chem Certified 200 Series ou leur équivalent, conformes aux critères énoncés dans le document *Specifications and Guidance for Contaminant-Free Sample Containers* de l'US EPA. Les cellules doivent présenter les caractéristiques suivantes : capacité de 250 mL, goulot large, bords en verre transparent (elles ont habituellement un diamètre intérieur de 50 mm et une hauteur de 127 mm) et couvercles avec garniture en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

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 la procédure mentionnée en 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 8.2.4.8), lorsque le bain est rempli de liquide au niveau requis pour la procédure. Consulter le fabricant ou le fournisseur du bain.

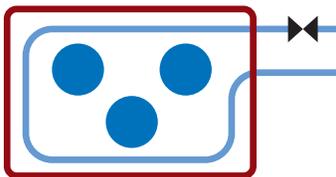
6.3.2 En fonctionnement normal, la température du bain aura tendance à augmenter au fil du temps en raison de l'apport d'énergie des ultrasons. Il est donc nécessaire d'utiliser un serpentin de refroidissement pour assurer un contrôle adéquat de la température. On a constaté qu'un serpentin de refroidissement fait d'un tube d'acier inoxydable à paroi mince de 6,35 mm (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 positionné 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.

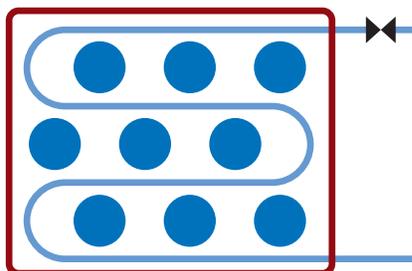
6.3.2.2 Pour les petits bains pouvant recevoir quatre cellules d'essai ou moins, l'utilisation d'une seule boucle de refroidissement est adéquate, comme sur la figure 1.

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 délimitent 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 opérationnel prescrit par le fabricant. On peut ajouter entre 3 et 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 dans le bain.

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 Récipient gradué : 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. Il doit pouvoir maintenir un vide de 84 kPa (25 po Hg).

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 de qualité chirurgicale.

6.10 Pincettes : longueur nominale de 152 mm, en acier inoxydable, de 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 quantité de travail 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'argent.^{1,2}

6.15 Éclairage standard : éclairage D5000K ou D6500K fourni par des sources tungstène-halogène filtrées ou des lampes fluorescentes hepta-phosphore, comme la lampe d'appoint OttLite 13w Slimline³ 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 (voir la 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 (voir la figure 5).

6.17 Grille de classification des couleurs : série d'images montrant les différents degrés de corrosion de la laine d'argent généralement observés, en ordre croissant; les images sont cotées de façon alpha numérique de A à H2. La grille doit être imprimée sur du papier photographique lustré de haute qualité. 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.

¹ Voir aussi A.1.6.2.

² Les bouteilles devraient respecter les critères énoncés dans le document *Specifications and Guidance for Contaminant-Free Sample Containers* de l'US EPA.

³ OttLite, www.ottlite.com, 1-800-842-8848.

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 %, fibres d'un diamètre de 0,05 mm (voir l'annexe A).

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 un contenant scellé. 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 ne convient pas aux essais.

Note : Lorsqu'on commande la laine, il est recommandé que l'acheteur stipule que la laine d'argent soit « brillante » et expédiée dans un contenant scellé, comme une bouteille en verre ou un sac en plastique scellé.

7.1.2 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, à la 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 : 2-méthyltétrahydrofurane ou toluène. Le 2-méthyltétrahydrofurane doit être anhydre et avoir une pureté minimale de 99,0 %. Le toluène doit être de qualité pesticide ou de qualité pour analyse des résidus, ou mieux.

7.3.1 Se débarrasser du solvant de rinçage conformément à la réglementation ou aux exigences propres au site.

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 Mode opératoire

8.1 Échantillonnage de carburant

8.1.1 Utiliser une bouteille d'échantillonnage propre et sèche (les bouteilles décrites en 6.18) pour prélever les échantillons de carburant à analyser.

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

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.

8.1.6 Entreposer l'échantillon à 4 °C jusqu'au moment de l'essai. Laisser l'échantillon se réchauffer jusqu'à 15 °C avant de mesurer le volume requis 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 la norme ASTM D5191), 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 poussé, 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 sous un vide d'au moins 84 kPa (25 po Hg). 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 2-méthyltétrahydrofurane ou au toluène.

8.2.3.2 Au moment de répartir la laine d'argent en vrac en quantités de travail hebdomadaires approximatives, retirer suffisamment de laine du contenant de laine en vrac 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. Chaque bouteille d'échantillonnage doit contenir assez de laine pour environ une semaine d'essais. 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 devrait entreposer la laine d'argent en vrac dans son contenant 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 quantités de travail hebdomadaires. 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 à l'aide de 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 une 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.

8.2.4.1.1 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.

8.2.4.1.2 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 prévoit pas de les utiliser 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.

8.2.4.7 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 de début.

8.2.4.7.1 Échantillons à une tension d'au plus 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° par rapport à la surface du couvercle donne de bons résultats.

8.2.4.7.2 Échantillons à une tension supérieure à 107 kPa

Certains carburants ont une tension de vapeur bien 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.

8.2.4.8 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.

8.2.4.9 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.

8.2.4.10 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.

8.2.4.11 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.

8.2.4.12 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 (voir les figures 3 et 4).

8.2.4.13 Observer la laine d'argent contre le fond de bandes noires et blanches alternées, en utilisant la grille de classification normalisée (voir la 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 en utilisant une source d'éclairage équilibré de type D5000K ou D6500K conformément à 6.15.

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

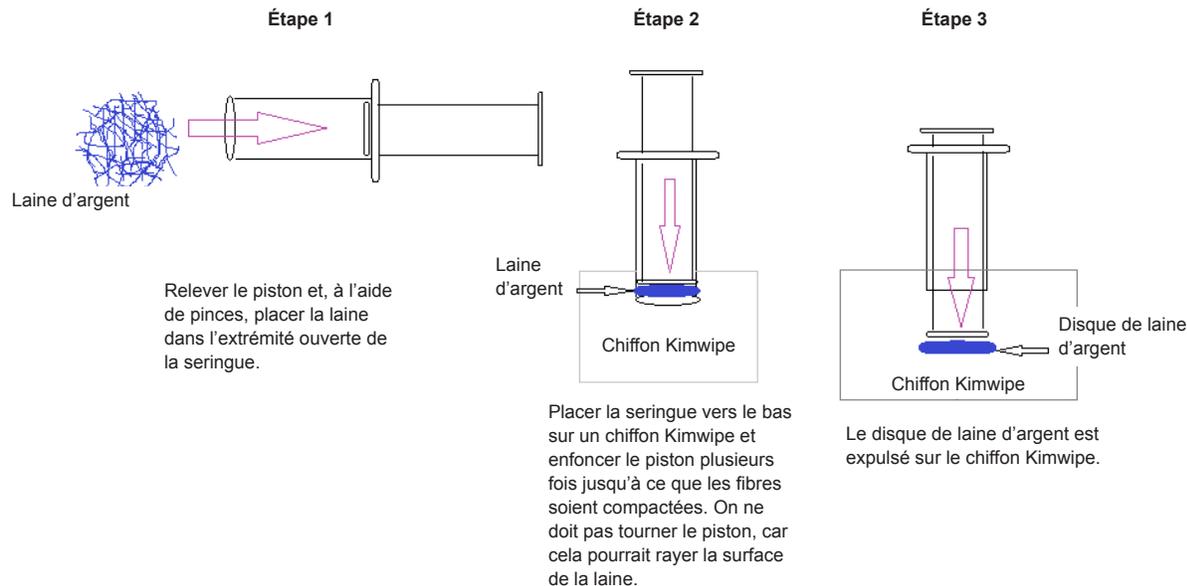
8.2.4.15 Après avoir testé le carburant, le jeter, ainsi que la cellule d'essai, le couvercle et la laine d'argent.

Figure 3 – Seringue en plastique modifiée



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. En outre, il faut retirer l'extrémité en caoutchouc du piston et la remplacer par un embout en polytétrafluoroéthylène.

Figure 4 – Procédure de compactage de la laine d'argent en un disque normalisé

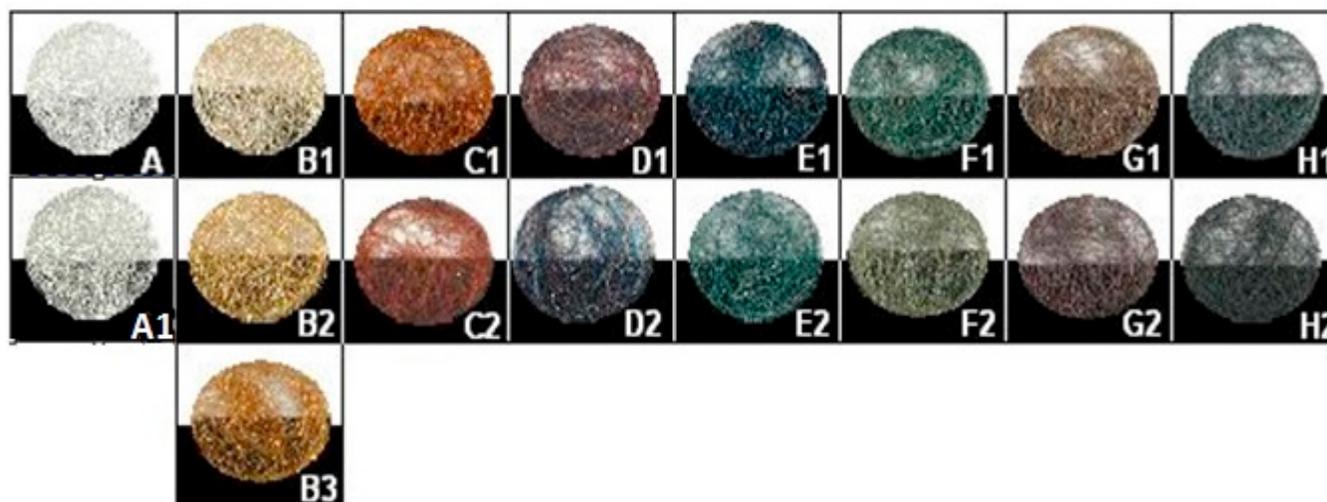


9 Calculs

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 aucune corrosion, tandis qu'une cote de « H2 » indique une corrosion grave.

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



Note : Il est préférable d'imprimer cette grille sur du papier photographique lustré de haute qualité pour assurer une reproduction fidèle des couleurs.

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 le plus corrodé.

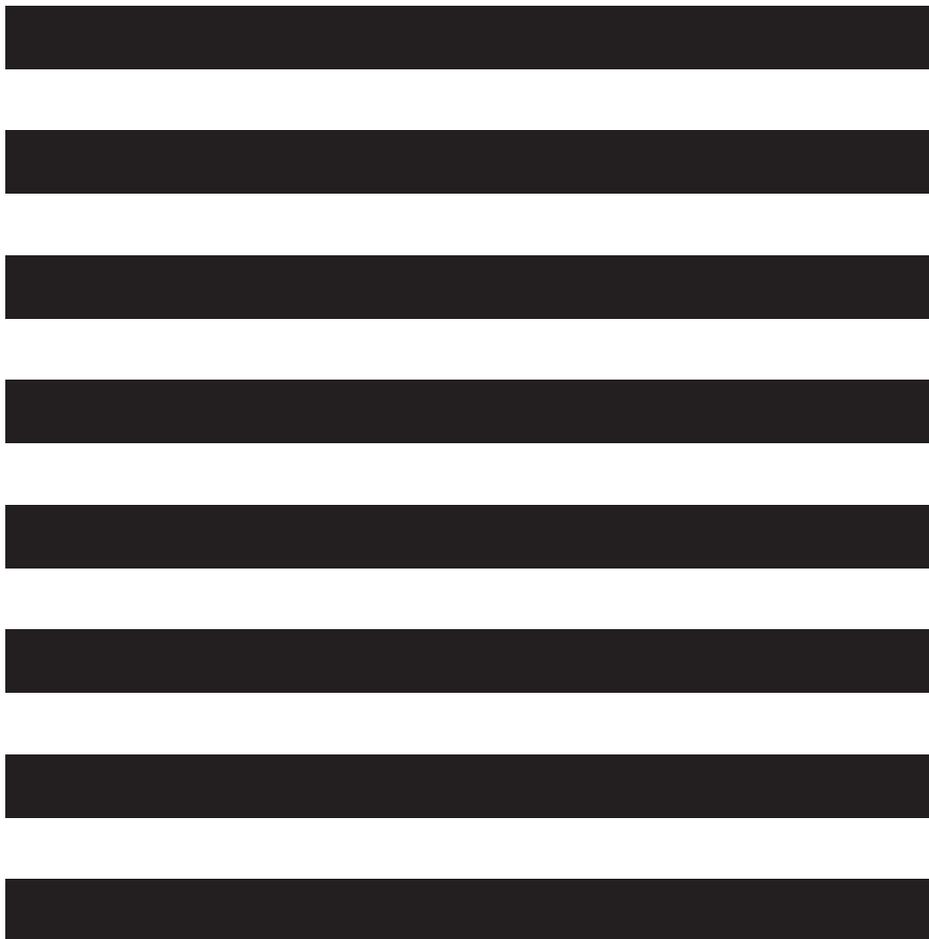
9.1.2.1 Faire preuve de prudence avec la grille des couleurs. Celle-ci est avant tout un guide qui représente la succession de couleurs la plus courante, constatée avec la plupart des carburants standard. Certaines couleurs ont été observées avec des produits intermédiaires, comme le naphte de cokéfaction (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 (voir 9.1.2.2).

9.1.2.2 S'il est difficile de différencier entre des cotes, il faudra alors peut-être refaire l'essai en préparant quatre bocaux d'échantillonnage et en inspectant un bocal toutes les 15 min jusqu'à ce que les quatre bocaux aient été inspectés sur une période de 60 min. Inspecter le premier bocal après 15 min, le deuxième bocal après 30 min, le troisième bocal après 45 min et le quatrième bocal après 60 min. 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, terne
B1	Doré pâle
B2	Doré
B3	Doré foncé
C1	Cuivré
C2	Cuivré rougeâtre, oxyde rouge, brun rougeâtre
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, couleur pin
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

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



Note : Il est préférable d'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.

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

A.1 La présente annexe traite des pratiques 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 elle réagit fortement à de nombreux composants que l'on trouve couramment dans un environnement de laboratoire de produits pétroliers. Les pratiques décrites ci-dessous s'ajoutent à celles qui sont mentionnées à la section Mode opératoire de la méthode.

Mise en garde : Réduire autant que possible l'exposition de la laine d'argent à l'air. 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).

A.1.1 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).

A.1.2 Afin d'assurer de bonnes pratiques analytiques, la laine d'argent neuve doit être immédiatement vérifiée au moment de la 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 il est précisé ci-dessous. Voici un exemple suggéré d'étiquette.

Figure A.1 – Étiquette suggérée pour le contenant de laine d'argent en vrac

Laine d'argent à utiliser avec la norme CAN/CGSB-3.0 No. 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 ne convient plus aux essais 120 jours après sa réception, ou avant ce temps en cas de décoloration.	

A.1.3 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.

A.1.4 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 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.

A.1.5 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.

A.1.6 On devrait acheter la laine d'argent en quantité suffisante, selon le nombre d'essais à réaliser ou prévus pour une période de quatre mois. On peut acheter la laine d'argent en quantité de 1, 5 et 25 g, ce qui équivaut approximativement à 8, 42 et 220 essais. Le tableau A.1 sert de guide à cette fin.

Tableau A.1 – 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 d'origine, 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

A.1.6.1 Si on travaille avec des paquets doubles (p. ex., 2 x 1 g), il est préférable de séparer un paquet à la fois, et d'utiliser le contenant d'origine comme contenant de laine de travail.

A.1.6.2 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.

A.1.7 La laine d'argent qui a dépassé sa « date de péremption » (voir A.1.2) ne doit pas être utilisée pour la présente procédure.