Government of Canada | Gouvernement du Canada

Canadian General Standards Board | Office des normes générales du Canada

CAN/CGSB-3.0
No./Nº 15.0-2002

ICS 75.040.50

WITHDRAWAL

December 2016

Methods of testing petroleum and associated products
Standard test method for the determination of aromatic hydrocarbons by their ring number in petroleum middle distillates by supercritical fluid chromatography

This National Standard of Canada is hereby withdrawn due to limited use and support for its revision.

The Standards Council of Canada requires that accredited Standards Development Organizations, such as the CGSB, regularly review a consensus Standard to determine whether to re-approve, revise or withdraw. The review cycle is normally five years from the publication date of the latest edition of the Standard.

The information contained in the Standard was originally developed pursuant to a voluntary standards development initiative of the CGSB. The information contained therein may no longer represent the most current, reliable, and/or available information on this subject. CGSB hereby disclaims any and all claims, representation or warranty of scientific validity, or technical accuracy implied or expressed respecting the information therein contained. The CGSB shall not take responsibility nor be held liable for any errors, omissions,

RETRAIT

Décembre 2016

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes
Méthode normalisée de dosage des hydrocarbures aromatiques, en fonction du nombre de cycles, dans les distillats moyens de pétrole, par chromatographie en fluide supercritique

Cette Norme nationale du Canada est retirée par le présent avis en raison de son utilisation limitée et du manque de support pour sa révision.

Le Conseil canadien des normes exige que les organismes accrédités d'élaboration de normes, tel que l'ONGC, effectue régulièrement un examen des normes consensuelles afin de déterminer s'il y a lieu d'en renouveler l'approbation, de les réviser ou de les retirer. Le cycle d'examen d'une norme est généralement de cinq ans à partir de la date de publication de la dernière édition de celle-ci.

L'information contenue dans la norme a été élaborée initialement en vertu d'une initiative volontaire d'élaboration de normes de l'ONGC. Elle peut ne plus représenter l'information disponible et/ou l'information la plus actuelle ou la plus fiable à ce sujet. L'ONGC décline par la présente toute responsabilité à l'égard de toute affirmation, déclaration ou garantie de validité scientifique ou d'exactitude technique implicite ou explicite relative à l'information contenue dans la norme. L'ONGC n'assumera aucune responsabilité et ne

inaccuracies or any other liabilities that may arise from the provision or subsequent use of such information.

Copies of withdrawn standards are available from the CGSB Sales Centre by telephone at 819-956-0425 or 1-800-665-2472, by fax at 819-956-5740, by Internet at www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb/index-eng.html, by e-mail at ncr.CGSB-ONGC@tpsgc-pwgsc.gc.ca or by mail at Sales Centre, Canadian General Standards Board, 11 Laurier Street, Gatineau, Canada K1A 1G6.

sera pas tenu responsable quant à toute erreur, omission, inexactitude ou autre conséquence pouvant découler de la fourniture ou de l'utilisation subséquente de cette information.

Des copies des normes retirées peuvent être obtenues auprès du Centre des ventes de l'ONGC. Il suffit d'en faire la demande par téléphone au 819-956-0425 ou 1-800-665-2472, par télécopieur au 819-956-5740, par Internet à : www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb/index-fra.html, par courriel à ncr.CGSB-ONGC@tpsgc-pwgsc.gc.ca, ou par courrier adressé au Centre des ventes, Office des normes générales du Canada, 11, rue Laurier, Gatineau, Canada K1A 1G6.

CAN/CGSB-3.0
No./N° 15.0-2002
AMENDMENT NO. 1
MODIFICATIF N° 1
February/Février 2004

ICS 71.040.50

CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD

METHODS OF TESTING PETROLEUM AND ASSOCIATED PRODUCTS

STANDARD TEST METHOD FOR THE DETERMINATION OF AROMATIC HYDROCARBONS BY THEIR RING NUMBER IN PETROLEUM MIDDLE DISTILLATES BY SUPERCRITICAL FLUID CHROMATOGRAPHY

Title

Change the title of this test method to read:

Standard Test Method for the Determination of Aromatic Hydrocarbons by Their Ring Number in Petroleum Naphthas and Middle Distillates by Supercritical Fluid Chromatography

1. SCOPE

1.3 Change this paragraph to read:

This test method is applicable to petroleum fractions in the boiling range of 25 to 385°C, including those with dark coloration. However, precision has only been determined for middle distillate fuels, not for naphthas or other hydrocarbon streams outside the normal distillation range of middle distillates.

1.4 This change applies to French only.

OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

MÉTHODES D'ESSAI DES PRODUITS PÉTROLIERS ET PRODUITS CONNEXES

MÉTHODE NORMALISÉE DE DOSAGE DES HYDROCARBURES AROMATIQUES, EN FONCTION DU NOMBRE DE CYCLES, DANS LES DISTILLATS MOYENS DE PÉTROLE, PAR CHROMATOGRAPHIE EN FLUIDE SUPERCRITIQUE

Titre

Modifier le titre de cette méthode d'essai comme suit:

Méthode normalisée de dosage des hydrocarbures aromatiques, en fonction du nombre de cycles, dans les naphthas et les distillats moyens de pétrole, par chromatographie en fluide supercritique

OBJET

Modifier ce paragraphe comme suit:

La présente méthode d'essai s'applique aux fractions de pétrole dont le point d'ébullition se situe entre 25 et 385°C, y compris les fractions foncées. Cependant, la justesse n'a été déterminée que pour les combustibles de distillat moyen, et non pour les naphthas ou autres hydrocarbures à l'extérieur de l'intervalle normal de distillation des distillats moyens.

Modifier ce paragraphe comme suit:

Les hydrocarbures saturés sont d'abord séparés des hydrocarbures aromatiques, puis les hydrocarbures aromatiques sont fractionnés sur une colonne capillaire remplie de silice, selon le nombre de cycles benzéniques qu'ils contiennent.

Withdrawn/Retired

2. REFERENCED PUBLICATION

2.2 Change this paragraph to read:

A dated reference in this method is to the issue specified. An undated reference in this method is to the latest issue, unless otherwise specified by the authority applying this method. The sources are given in the Notes section.

3. SUMMARY OF TEST METHOD

3.1 Change the first sentence of this paragraph to read:

A hydrocarbon sample is injected onto the silica chromatographic column and eluted using supercritical fluid carbon dioxide mobile phase.

4. SIGNIFICANCE AND USE

4.1 Change the second sentence of this paragraph to read:

Total aromatic hydrocarbon content and monoaromatic,[1] diaromatic[2] and polyaromatic[3] hydrocarbon components of naphthas and middle distillate fuels (jet, diesel) can be determined more rapidly and at lower cost than Mass Spectroscopic techniques.

5. APPARATUS

5.1.1 ***Chromatographic columns***

Change the first sentence of this paragraph to read:

Chromatographic columns: a 4.6 × 250 mm column packed with silica (5 µm diameter) is used.

9. PRECISION[5] AND BIAS

Add the following new par. 9.1.3:

9.1.3 The precision of this test method for naphthas and hydrocarbon streams outside the normal range of middle distillates has not been determined.

PUBLICATION DE RÉFÉRENCE

Modifier ce paragraphe comme suit:

Toute référence datée dans la présente méthode renvoie à l'édition mentionnée. Sauf indication contraire de l'autorité appliquant la présente méthode, toute référence non datée dans cette dernière renvoie à l'édition la plus récente. Les sources de diffusion sont indiquées dans la section intitulée Remarques.

RÉSUMÉ DE LA MÉTHODE D'ESSAI

Modifier la première phrase de ce paragraphe comme suit:

On injecte un échantillon d'hydrocarbure dans la colonne chromatographique remplie de silice, puis on l'élue au moyen du dioxyde de carbone supercritique comme phase mobile.

PORTÉE ET UTILISATION

Modifier la deuxième phrase de ce paragraphe comme suit:

Elle permet de doser les hydrocarbures aromatiques totaux et les hydrocarbures aromatiques monocycliques,[1] dicycliques[2] et polycycliques[3] dans les naphthas et les combustibles de distillats moyens (carburéacteur, carburant diesel) plus rapidement et à un coût moindre que les techniques de spectroscopie de masse.

APPAREILLAGE

Colonnes chromatographiques

Modifier la première phrase de cet alinéa comme suit:

Colonnes chromatographiques: on utilise une colonne de 4.6 × 250 mm remplie de silice (5 µm de diamètre).

JUSTESSE[5] ET ERREUR SYSTÉMATIQUE

Ajouter le nouvel al. 9.1.3 suivant:

La justesse de cette méthode d'essai pour les naphthas et les hydrocarbures à l'extérieur de l'intervalle normal de distillation des distillats moyens n'a pas été déterminée.

Withdrawn/Retirée

10. NOTES

10.2 Source of Referenced Publications

Change this paragraph to read:

Source of Referenced Publications — The publications referred to in par. 2.1.1 and 10.1 may be obtained from ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, U.S.A., telephone (610) 832-9585, fax (610) 832-9555, Web site www.astm.org, or from IHS Canada, 1 Antares Drive, Suite 200, Ottawa, Ontario K2E 8C4, telephone (613) 237-4250 or 1-800-267-8220, fax (613) 237-4251, e-mail gic@ihscanada.ca.

REMARQUES

Source de diffusion des publications de référence

Modifier ce paragraphe comme suit:

Source de diffusion des publications de référence — Les publications mentionnées à l'al. 2.1.1 et au par. 10.1 sont diffusées 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 Canada, 1, promenade Antares, pièce 200, Ottawa (Ontario) K2E 8C4, téléphone (613) 237-4250 ou 1-800-267-8220, télécopieur (613) 237-4251, courriel gic@ihscanada.ca.

Withdrawn/Retired

Gouvernement du Canada
Government of Canada

Office des normes générales du Canada
Canadian General Standards Board

CAN/CGSB-3.0
Nº 15.0-2002

Remplace CAN/CGSB-3.0
Nº 15.0-94

Withdrawn/Retirée

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Méthode normalisée de dosage des hydrocarbures aromatiques, en fonction du nombre de cycles, dans les distillats moyens de pétrole, par chromatographie en fluide supercritique

Norme nationale du Canada

Canada

Expérience et excellence
Experience and excellence
ONGC CGSB

La présente Norme nationale du Canada 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 fabricants, 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 pour l'élaboration et la mise à jour des normes de l'ONGC.

Étant donné l'évolution technique, les normes de l'ONGC font l'objet de révisions périodiques. 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 publié chaque année. Cette publication peut également être obtenue sur demande, sans frais. Une version électronique, ECAT, est également disponible. Des renseignements supplémentaires sur les produits et les services de l'ONGC sont disponibles à notre site Web — http://www.tpsgc.gc.ca/ongc.

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

La mise à l'essai et l'évaluation d'un produit en regard de la présente norme peuvent nécessiter l'emploi de matériaux ou d'équipement susceptibles d'être dangereux. Le présent document n'entend pas traiter de tous les aspects liés à la sécurité de son utilisation. Il appartient à l'usager de la norme de se renseigner auprès des autorités compétentes et d'adopter des pratiques d'hygiène 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
Groupe de la normalisation stratégique
Office des normes générales du Canada
Ottawa, Canada
K1A 1G6

Le CONSEIL CANADIEN DES NORMES est l'organisme de coordination du Système national de normes, une fédération d'organismes indépendants et autonomes qui travaillent au développement et à l'amélioration de la normalisation volontaire dans l'intérêt national.

Les principaux buts du Conseil sont d'encourager et de promouvoir la normalisation volontaire comme moyen d'améliorer l'économie nationale, d'améliorer la santé, la sécurité et le bien-être du public, d'aider et de protéger le consommateur, de faciliter le commerce national et international et de favoriser la coopération internationale dans le domaine de la normalisation.

Une Norme nationale du Canada est une norme, approuvée par le Conseil canadien des normes, qui reflète une entente raisonnable parmi les points de vue d'un certain nombre de personnes compétentes dont les intérêts réunis forment, au degré le plus élevé possible, une représentation équilibrée des producteurs, utilisateurs, consommateurs et d'autres personnes intéressées, selon le domaine envisagé. Il s'agit généralement d'une norme qui peut apporter une contribution appréciable, en temps opportun, à l'intérêt national.

L'approbation d'une norme en tant que Norme nationale du Canada indique qu'elle est conforme aux critères et méthodes établis par le Conseil canadien des normes. L'approbation ne porte pas sur l'aspect technique de la norme; cet aspect demeure la responsabilité de l'organisme d'élaboration de normes accrédité.

Il est recommandé aux personnes qui ont besoin de normes de se servir des Normes nationales du Canada lorsque la chose est possible. Ces normes font l'objet d'examens périodiques; c'est pourquoi il est recommandé aux utilisateurs de se procurer l'édition la plus récente de la norme auprès de l'organisme qui l'a préparée.

La responsabilité d'approuver les Normes nationales du Canada incombe au:

Conseil canadien des normes
270, rue Albert
Bureau 200
Ottawa, Ontario
K1P 6N7

Comment commander des publications de l'ONGC:

par téléphone	— (819) 956-0425 *ou* — 1-800-665-CGSB *(Canada seulement)*
par télécopieur	— (819) 956-5644
par la poste	— Centre des ventes de l'ONGC Ottawa, Canada K1A 1G6
en personne	— Place du Portage Phase III, 6B1 11, rue Laurier Hull, Québec
par courrier électronique	— ncr.cgsb-ongc@tpsgc.gc.ca
sur le Web	— http://www.tpsgc.gc.ca/ongc

Withdrawn/Retirée

NORME NATIONALE DU CANADA

CAN/CGSB-3.0
Nº 15.0-2002

Remplace CAN/CGSB-3.0
Nº 15.0-94

MÉTHODES D'ESSAI DES PRODUITS PÉTROLIERS ET PRODUITS CONNEXES

MÉTHODE NORMALISÉE DE DOSAGE DES HYDROCARBURES AROMATIQUES, EN FONCTION DU NOMBRE DE CYCLES, DANS LES DISTILLATS MOYENS DE PÉTROLE, PAR CHROMATOGRAPHIE EN FLUIDE SUPERCRITIQUE

Withdrawn/Retirée

Préparée par
l'Office des normes générales du Canada

Approuvée par le
Conseil canadien des normes

Publiée, septembre 2002, par
l'Office des normes générales du Canada
Ottawa, 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 (2002).

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

(Composition à la date d'approbation)

Lee, S.W.	*Président*	Ressources naturelles Canada
Bélanger, C.		Ultramar Canada Ltée
Coble, N.D.		Expert-conseil
Glavincevski, B.		Expert-conseil
Heakes, J.		Shell Canada Ltée
Hemming, C.		Défense nationale
Jackson, C.		Betz Dearborn Hydrocarbon Process Group Inc.
Jacula, T.		Maxxam Analytics Inc.
Lalonde, P.J.		Santé Canada
Lando, T.		Certispec Services Inc.
Landry, A.		Intertek Testing Services – Caleb Brett
Lau, A.		Compagnie pétrolière impériale Ltée – Division des produits pétroliers et chimiques
L'Heureux, L.		Agence des douanes et du revenu du Canada
Loescher, B.		Zenon Environmental Laboratories
McGetrick, J.		Arco Products Company
Olesen, A.		Chemin de fer Canadien Pacifique
Pickard, A.L.		Petro-Canada
Pijpelink, J.		AC Analytical Controls Inc.
Rebus, B.		Alberta Research Council
Rice, F.		Sunoco Inc.
Sahli, E.		UOP LLC
Samiullah, M.		Sentinel Canada
Squires, B.		Manaste Inspection Quality Quantity Canada Inc.
Strigner, P.L.		Expert-conseil
Tharby, R.D.		Tharby and Associates, Consultants
Turle, R.		Environnement Canada
Yazdani, R.		Ressources naturelles Canada
Miller, P.	*Secrétaire*	Office des normes générales du Canada

Withdrawn/Retirée

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

Norme nationale du Canada

ONGC Ottawa Canada K1A 1G6	**MÉTHODES D'ESSAI DES PRODUITS PÉTROLIERS ET PRODUITS CONNEXES**	**CAN/CGSB-3.0**
	Méthode normalisée de dosage des hydrocarbures aromatiques, en fonction du nombre de cycles, dans les distillats moyens de pétrole, par chromatographie en fluide supercritique	**Nº 15.0-2002**

Remplace CAN/CGSB-3.0
Nº 15.0-94

Withdrawn/Retirée

1. OBJET

1.1 La présente méthode permet de déterminer la concentration, en pourcentage massique, d'hydrocarbures saturés et d'hydrocarbures monocycliques, dicycliques et polycycliques dans les fractions de pétrole qui se distillent à une température inférieure à 385°C. Les distillats devraient être constitués surtout d'hydrocarbures et ne devraient pas renfermer des quantités importantes d'hétéroatomes tels que l'azote, le soufre et l'oxygène. La méthode ne s'applique pas à des échantillons contenant des oléfines. Comme l'élution des oléfines procède principalement, mais non exclusivement, dans la région des hydrocarbures saturés, la présence d'oléfines dans les échantillons entraînera une erreur systématique.

1.2 Dans cette méthode d'essai, les hydrocarbures sont séparés par chromatographie en fluide supercritique (CFS), puis dosés par détection à ionisation de flamme (DIF).

1.3 La présente méthode d'essai s'applique aux fractions de pétrole dont le point d'ébullition se situe entre 25 et 385°C inclusivement, y compris les fractions foncées.

1.4 Les hydrocarbures saturés sont d'abord séparés des hydrocarbures aromatiques, puis les hydrocarbures aromatiques sont fractionnés sur une colonne capillaire remplie, en silice, selon le nombre de cycles benzéniques qu'ils contiennent.

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

2. PUBLICATION DE RÉFÉRENCE

2.1 La présente méthode fait référence à la publication suivante:

2.1.1 ASTM International

E 691 — Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method.

2.2 Tout renvoi à un règlement s'entend de l'édition la plus récente. Toute référence datée renvoie à l'édition mentionnée. Sauf indication contraire de l'autorité appliquant la présente méthode, toute référence non datée renvoie à l'édition la plus récente. Les sources de diffusion sont indiquées dans la section intitulée Remarques.

3. RÉSUMÉ DE LA MÉTHODE D'ESSAI

3.1 On injecte un échantillon de distillat moyen dans la colonne chromatographique en silice, puis on l'élue en utilisant du dioxyde de carbone supercritique comme phase mobile. On calcule le pourcentage massique des hydrocarbures saturés totaux et des hydrocarbures monocycliques, dicycliques et polycycliques, à partir de l'aire sous les pics correspondants sur le chromatogramme. On définit les points de séparation entre chaque type de constituants à partir des temps de rétention des constituants d'un mélange de référence préparé avec des composés modèles (par. 6.3).

4. PORTÉE ET UTILISATION

4.1 La présente méthode est destinée à être utilisée dans les laboratoires d'analyse des pétroles. Elle permet de doser les hydrocarbures aromatiques totaux et les hydrocarbures aromatiques monocycliques,[1] dicycliques[2] et polycycliques[3] dans les distillats moyens (carburéacteur, carburant diesel) plus rapidement et à un coût moindre que les techniques de spectroscopie de masse. La méthode utilisée couramment pour le dosage des hydrocarbures aromatiques dans les carburants, soit la méthode D 1319 de l'ASTM, qui comporte l'adsorption d'un indicateur fluorescent, ne permet pas de doser les divers groupes de constituants aromatiques.

5. APPAREILLAGE

5.1 **Appareil pour chromatographie en fluide supercritique (CFS):** un chromatographe CFS commercial muni d'un détecteur à ionisation de flamme satisfaisant aux exigences fonctionnelles de la section 7. Le système peut être muni d'un dispositif à injection manuel ou d'un auto-échantillonneur.

5.1.1 ***Colonnes chromatographiques:*** on utilise une colonne de 4.6×250 mm remplie (5 µm), en silice. La colonne doit permettre de séparer, avec une résolution de 10, les hydrocarbures saturés et les hydrocarbures monocycliques. On peut utiliser d'autres colonnes pour chromatographie en phase liquide ou en phase supercritique, qui permettent de séparer les hydrocarbures saturés et les hydrocarbures monocycliques, dicycliques et polycycliques et qui satisfont aux exigences fonctionnelles de la section 7.

5.1.2 ***Restricteur:*** s'assurer que la longueur du restricteur permet d'obtenir, pour le carbone, une réponse relative égale à $1 \pm 2\%$ de la valeur pour le mélange de référence.

6. PRODUITS

6.1 **Dioxyde de carbone supercritique:** bouteilles commerciales sous pression de fluide supercritique, de qualité pour chromatographie, renfermant 99.99% de dioxyde de carbone liquide.

6.2 **Disulfure de carbone:** disulfure de carbone de qualité ACS, pur à 99%, pour préparer les mélanges de référence. Manipuler ce produit avec soin, car il est extrêmement inflammable et toxique (veuillez consulter la fiche technique santé-sécurité avant d'utiliser ce produit).

6.3 **Mélange de référence:** mélange de composés modèles, dont la masse de chacun représente 15% de la masse totale, à l'exception du docosane dont la masse représente 10% de la masse totale, pour déterminer les temps de rétention des types d'hydrocarbures caractéristiques. Préparer ce mélange en ajoutant les quantités décrites de docosane (n-C_{22}), de 2-éthyl-toluène, de tétraline, de naphtalène, de dibenzothiophène, d'anthracène et de pyrène dans une quantité connue de disulfure de carbone. Un rapport de dilution donnant une concentration de 0.01 g du constituant par millilitre de disulfure de carbone est convenable.

6.4 **Échantillon de contrôle de la qualité:** mélange contenant des hydrocarbures connus ou un échantillon de distillat de pétrole véritable pour évaluer le rendement de l'appareil.

6.5 **Air:** air comprimé exempt d'hydrocarbure pour le détecteur à ionisation de flamme.

6.6 **Hydrogène:** hydrogène exempt d'hydrocarbure, comme combustible dans le détecteur à ionisation de flamme.

7. MODE OPÉRATOIRE

7.1 **Préparation de l'appareillage** — Installer l'appareil de CFS conformément aux instructions du fabricant. Les paramètres caractéristiques de l'appareil sont donnés au tableau 1. Les conditions optimales dépendent de la colonne utilisée, des paramètres de l'appareil et du rendement du système.

7.2 **Rendement du système** — Avant d'analyser les échantillons, il faut évaluer le rendement de l'appareil de CFS en utilisant les mélanges de référence décrits au par. 6.3. Il faut apporter les corrections nécessaires de température, de

---

[1] *Hydrocarbures contenant un cycle benzénique, comme les alkylbenzènes.*

[2] *Hydrocarbures contenant deux cycles benzéniques, comme les alkylnaphtalènes.*

[3] *Hydrocarbures contenant au moins trois cycles benzéniques, comme les alkylanthracènes.*

Withdrawn/Retiree

pression et de débit et faire les réglages de colonne qui s'imposent, si les critères de rendement relatifs au temps de rétention et à la résolution ne sont pas dans les limites.

7.2.1 ***Répétabilité des temps de rétention***[4] — Analyser le mélange de référence pour déterminer les temps de rétention des différents hydrocarbures. Des injections répétées devraient donner, pour les temps de rétention du n-C_{22} et du 2-éthyl-toluène, une répétabilité de 0.5% ou moins.

Les temps de rétention caractéristiques de certains des hydrocarbures modèles sont donnés au tableau 2. Le chromatogramme correspondant est donné à la figure 1.

7.2.2 ***Résolution*** — Calculer la résolution chromatographique de deux pics quelconques à partir des résultats de l'analyse du mélange de référence, à l'aide de la formule ci-après:

$$R = \frac{1.18\ dT}{(L_1 + L_2)}$$

où:

R = résolution des pics
dT = temps de rétention, en minutes, du pic_2 moins temps de rétention, en minutes, du pic_1
L_1 = largeur à mi-hauteur, en minutes, du pic_1
L_2 = largeur à mi-hauteur, en minutes, du pic_2

La résolution entre les hydrocarbures saturés et les hydrocarbures aromatiques monocycliques doit être d'au moins dix, et celle entre les hydrocarbures aromatiques monocycliques et les hydrocarbures aromatiques polycycliques doit être d'au moins huit.

7.3 **Vérification de la précision du détecteur** — Déterminer la réponse par rapport au carbone du détecteur à ionisation de flamme à partir des résultats de l'analyse du mélange de référence. Calculer le facteur de réponse par rapport au docosane pour chaque constituant, à l'aide de la formule ci-après:

$$RRC_i = \frac{\left(\frac{M_{C22}}{M_i}\right) \times \left(\frac{A_i}{A_{C22}}\right)}{\left(\frac{12.01 \times n_i}{MM_i}\right) \times \left(\frac{310.61}{12.01 \times 22}\right)}$$

où:

RRC_i = réponse relative du constituant i par rapport au carbone
M_{C22} = masse du docosane, en grammes
M_i = masse du constituant i, en grammes
A_i = aire sous le pic du constituant i
A_{C22} = aire sous le pic du docosane
12.01 = masse atomique du carbone
n_i = nombre d'atomes de carbone dans la molécule de constituant i
MM_i = masse moléculaire du constituant i
310.61 = masse moléculaire du docosane
22 = nombre d'atomes de carbone dans la molécule de docosane

Les facteurs de réponse relative des constituants devraient concorder à 2% près, à l'exception du facteur de réponse du dibenzothiophène qui est plus faible en raison de la présence de soufre dans ce composé. Régler la position du restricteur dans le détecteur à ionisation de flamme, pour obtenir ces valeurs.

7.4 **Méthode d'analyse**

7.4.1 En maintenant les conditions optimales déterminées plus haut, analyser le mélange de référence, l'échantillon de contrôle de la qualité et les échantillons. Mettre un échantillon du mélange de référence et un échantillon de contrôle de la qualité ou un échantillon déjà analysé au début, au milieu et à la fin d'une série d'échantillons. Les résultats

[4] *Les temps de rétention peuvent être différents de ceux donnés au tableau 2, si les paramètres de l'appareil sont différents.*

Withdrawn/Retirée

obtenus avec le mélange de référence doivent satisfaire aux exigences du par. 7.3, et ceux obtenus avec l'échantillon de contrôle de la qualité doivent satisfaire aux exigences relatives à la répétabilité de la section 9.

7.4.2 Enregistrer le chromatogramme jusqu'à élution complète de l'échantillon de la colonne. Le point d'élution finale est atteint lorsque le signal provenant du détecteur retourne à la ligne de base, après l'élution des hydrocarbures aromatiques polycycliques. Comme la concentration des hydrocarbures aromatiques polycycliques est faible dans certains échantillons, il y a lieu de vérifier le chromatogramme pour s'assurer que les aires intégrées dans cette région représentent les constituants correspondants et ne sont pas le résultat du bruit qui accompagne le signal ou de résidus de l'échantillon précédent. L'utilisation d'un détecteur à barettes de diodes permettra de confirmer la présence de petites quantités d'hydrocarbures aromatiques polycycliques. Un chromatogramme caractéristique d'un carburant diesel est donné à la figure 2. Un tel chromatogramme comporte généralement un pic relativement effilé correspondant aux hydrocarbures saturés, ainsi qu'un ou plusieurs pics plus larges correspondant aux hydrocarbures aromatiques.

7.4.3 Sur le chromatogramme du mélange de référence, noter les temps de rétention des hydrocarbures (les temps de rétention caractéristiques de ces composés sont donnés au tableau 2) et déterminer les points de séparation entre les hydrocarbures aromatiques monocycliques et dicycliques et entre les hydrocarbures aromatiques dicycliques et polycycliques. Le point de séparation entre les hydrocarbures aromatiques monocycliques et dicycliques se trouve à mi-chemin entre le pic de la tétraline et le pic du naphtalène; pour calculer sa position, additionner les temps de rétention des deux pics, puis diviser la somme obtenue par 2. Le point de séparation entre les hydrocarbures aromatiques dicycliques et polycycliques se trouve à mi-chemin entre le pic du dibenzothiophène et le pic de l'anthracène.

7.4.4 Par intégration, déterminer l'aire totale sous le tracé du chromatogramme de l'échantillon, à partir du début du premier pic jusqu'au point où le tracé retourne à la ligne de base. Le point le plus bas entre le pic correspondant aux hydrocarbures saturés et les pics correspondant aux hydrocarbures aromatiques (entre le temps de rétention du docosane et le temps de rétention du 2-éthyl-toluène) est défini comme le point de séparation entre les hydrocarbures saturés et les hydrocarbures aromatiques monocycliques.

7.4.5 L'aire intégrée entre le début du premier pic jusqu'au point de séparation entre les hydrocarbures saturés et les hydrocarbures aromatiques monocycliques est attribuée aux hydrocarbures saturés; l'aire intégrée entre le point de séparation entre les hydrocarbures saturés et les hydrocarbures aromatiques monocycliques et le point de séparation entre les hydrocarbures aromatiques monocycliques et les hydrocarbures aromatiques dicycliques est attribuée aux hydrocarbures aromatiques monocycliques; l'aire intégrée entre le point de séparation entre les hydrocarbures aromatiques monocycliques et les hydrocarbures aromatiques dicycliques et le point de séparation entre les hydrocarbures aromatiques dicycliques et les hydrocarbures aromatiques polycycliques est attribuée aux hydrocarbures aromatiques dicycliques; et l'aire intégrée entre le point de séparation entre les hydrocarbures aromatiques dicycliques et les hydrocarbures aromatiques polycycliques et le point d'élution finale est attribuée aux hydrocarbures aromatiques polycycliques.

8. CALCUL DES RÉSULTATS

8.1 Calculer le pourcentage massique d'hydrocarbures saturés en divisant l'aire attribuée aux hydrocarbures saturés par l'aire totale sous le tracé, puis en multipliant le quotient par 100. Procéder de la même façon pour calculer le pourcentage massique des autres hydrocarbures aromatiques.

8.2 **Rapport** — Noter à un dizième de 1% (0.1%) près les concentrations, en pourcentage massique, des différents types d'hydrocarbures.

Withdrawn/Retired

9. JUSTESSE ET ERREUR SYSTÉMATIQUE[5]

9.1 La justesse, déterminée par examen statistique des résultats d'analyse interlaboratoires, du mode opératoire utilisé dans la présente méthode de dosage des hydrocarbures aromatiques, en fonction du nombre de cycles, dans les distillats moyens, par chromatographie en fluide supercritique est donnée ci-après:

9.1.1 ***Répétabilité*** — L'écart entre des résultats successifs obtenus par la même personne analysant la même substance avec le même appareil présentant les mêmes paramètres ne devrait, à la longue, au cours de l'utilisation normale et correcte de la méthode d'analyse, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur vingt:

Répétabilité:

Pour les hydrocarbures aromatiques monocycliques:	$r = 0.032 \times \%$ massique
Pour les hydrocarbures aromatiques dicycliques:	$r = [0.038 \times \%$ massique$] + 0.431$
Pour les hydrocarbures aromatiques polycycliques:	$r = [0.772 \times \%$ massique$] + 0.5$

9.1.2 **Reproductibilité** — L'écart entre deux résultats uniques et indépendants obtenus par différentes personnes analysant la même substance dans des laboratoires différents devrait, à la longue, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur vingt:

Reproductibilité:

Pour les hydrocarbures aromatiques monocycliques:	$R = 0.270 \times \%$ massique
Pour les hydrocarbures aromatiques dicycliques:	$R = [0.224 \times \%$ massique$] + 5.42$
Pour les hydrocarbures aromatiques polycycliques:	$R = [1.70 \times \%$ massique$] + 0.67$

9.2 **Erreur systématique** — Comme il n'existe aucun étalon approprié permettant de déterminer l'erreur systématique des valeurs obtenues avec le mode opératoire de la présente méthode, cette erreur ne peut être établie.

10. REMARQUES

10.1 **Publications connexes**

D 1319 — Standard Test Method for Hydrocarbon Types in Liquid Petroleum Products by Fluorescent Indicator Adsorption

D 4057 — Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

D 4307 — Standard Practice for Preparation of Liquid Blends for Use as Analytical Standards

D 5186 — Standard Test Method for Determination of the Aromatic Content and Polynuclear Aromatic Content of Diesel Fuels and Aviation Turbine Fuels by Supercritical Fluid Chromatography

D 6299 — Standard Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

E 355 — Standard Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships.

10.2 **Source de diffusion des publications de référence** — Les publications mentionnées à l'al. 2.1.1 et au par. 10.1 sont diffusées par ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, U.S.A., ou par IHS Canada, 240, rue Catherine, pièce 305, Ottawa, Ontario K2P 2G8, téléphone (613) 237-4250 ou 1-800-854-7179, télécopieur (613) 237-4251.

---

[5] *La répétabilité et la reproductibilité ont été calculées par examen statistique des résultats interlaboratoires, conformément aux méthodes décrites dans E 691 de l'ASTM. On peut se procurer un rapport technique sur cette étude interlaboratoire auprès du Bureau des affaires du Centre de la technologie de l'énergie CANMET — Ottawa, Ressources naturelles Canada. Les équations pour r et R pour tous les types d'hydrocarbures aromatiques ont été obtenues par modélisation des résultats d'essai représentant des échantillons dont le pourcentage massique d'hydrocarbures aromatiques totaux variait de 8 à 44%.*

Withdrawn/Retirée

TABLEAU 1

Chromatographie en fluide supercritique — Paramètres de la colonne

Colonne	Silice
Longueur, mm	250
Diamètre intérieur, mm	4.6
Tailles des particules, µm	5
Température, °C	35
Pression de CO_2, Mpa	15.0
Température de l'injecteur, °C	25
Température du détecteur à ionisation de flamme, °C	250
Débit d'air, mL/min	350
H_2, mL/min	40
N_2, mL/min	27
Débit de CO_2, mL/min	2

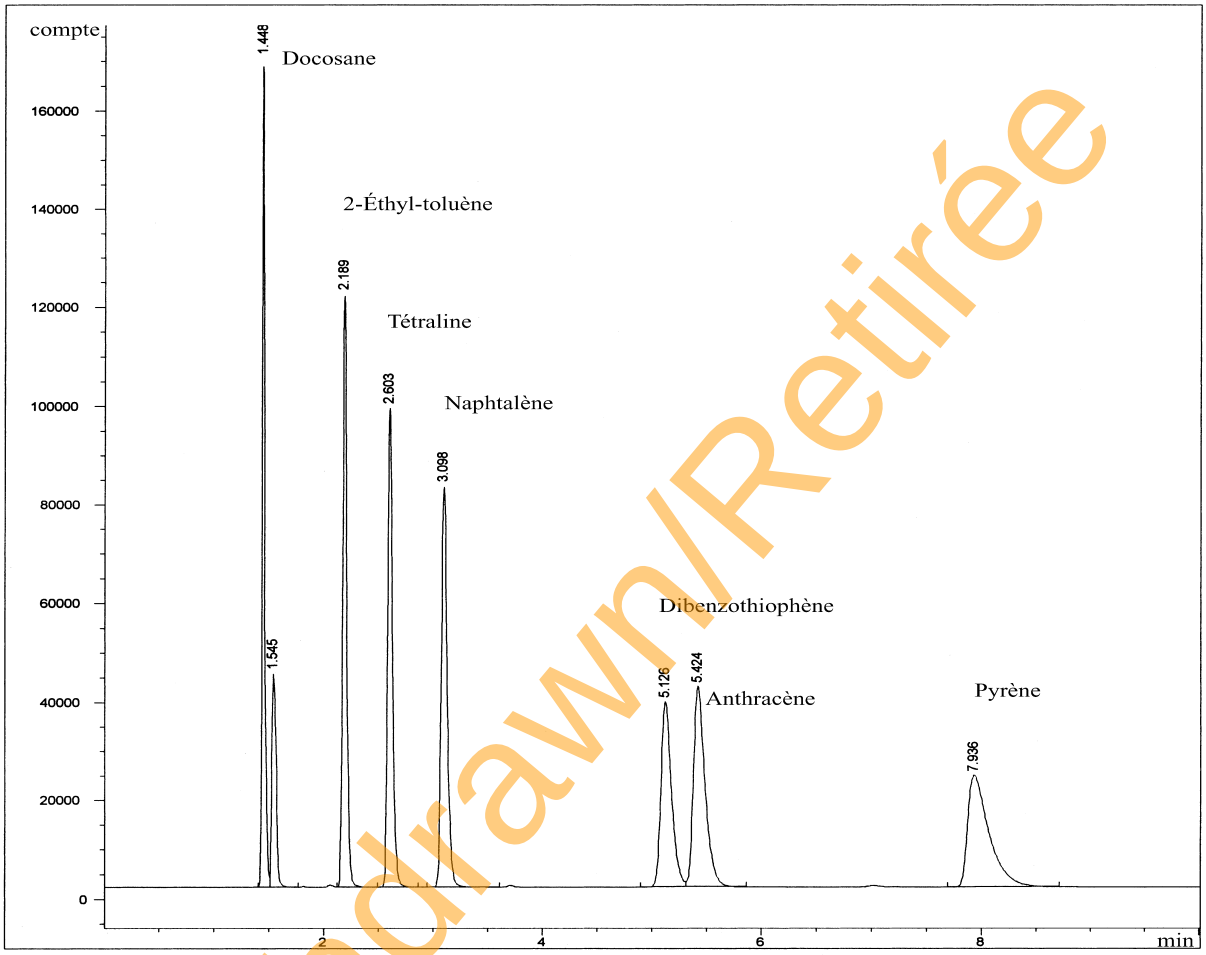
TABLEAU 2

Temps de rétention des composés modèles obtenus avec les paramètres du tableau 1

Composés	**Type d'hydrocarbure**	**Temps de rétention, min**
Docosane	n-Alcane	1.45
2-Éthyl-toluène	Monocyclique	2.19
Tétraline*	Monocyclique	2.60
Naphtalène	Dicyclique	3.10
Dibenzothiophène	Dicyclique	5.13
Anthracène	Polycyclique	5.42
Pyrène	Polycyclique	7.94

*(1,2,3,4-Tétrahydronaphtalène)

Withdrawn/Retirée



Withdrawn/Retirée

FIGURE 1

Chromatogramme en fluide supercritique du mélange de référence permettant de déterminer les temps de rétention et les points de séparation

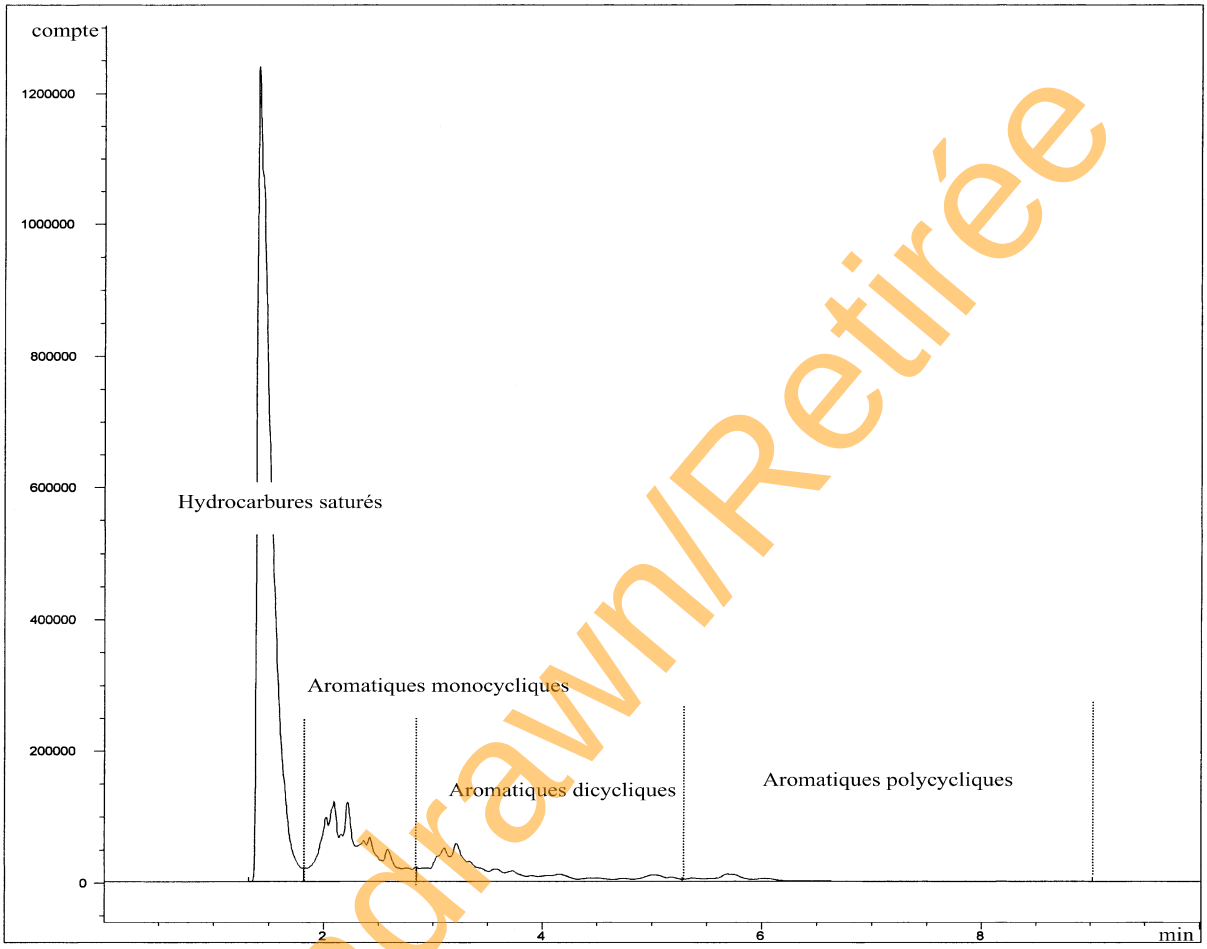


FIGURE 2

Chromatogramme en fluide supercritique caractéristique d'un carburant diesel

Withdrawn/Retirée