



DIRECTION DES SERVICES À L'APPUI DES OPÉRATIONS
RAPPORT DU LABORATOIRE D'INGÉNIERIE

LP148/2013

Analyse d'échantillons de pétrole brut

Montreal, Maine & Atlantic Railway Train, MMA-002

Date de l'événement: 06-juillet-2013

À NOTER :

DROIT D'AUTEUR DE LA COURONNE. LE PRÉSENT RAPPORT EST DIFFUSÉ UNIQUEMENT À DES FINS DE SÉCURITÉ ET IL PEUT ÊTRE MODIFIÉ AVANT OU APRÈS LA DIFFUSION DU RAPPORT FINAL DU BST. LA REPRODUCTION DU PRÉSENT DOCUMENT, EN TOUT OU EN PARTIE, PEUT UNIQUEMENT ÊTRE AUTORISÉE À LA SUITE D'UNE DEMANDE AU BST. LA DIFFUSION À L'EXTÉRIEUR DU BST DOIT ÊTRE ÉVALUÉE PAR LE BUREAU DE L'ACCÈS À L'INFORMATION ET PROTECTION DES RENSEIGNEMENTS PERSONNELS

| NUMÉRO DE L'ÉVÉNEMENT | CLASSIFICATION DE L'ÉVÉNEMENT | NOMBRE DE PAGES | NOMBRE D'ANNEXES | LA PUBLICATION HORS DU BST REQUIERT LA RÉVISION DU (DE LA) COORDONNATEUR(TRICE) DE L'ACCÈS À L'INFORMATION. | OUI | NON |
|-----------------------|-------------------------------|-----------------|------------------|---|-------------------------------------|--------------------------|
| R13D0054 | 2 | 25 | 1 | | <input checked="" type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

PRÉPARÉ PAR

Original en anglais

S. Dionne, Ph.D. (Gestionnaire, Analyse du matériel et des structures)

APPROUVÉ PAR

Original en anglais

V. Guertsman, Ph.D. (Ingénieur spécialiste principal – Métallurgie)

DIFFUSÉ PAR

Original en anglais

L. Donati, Ph.D. (Directeur, Services à l'appui des opérations)

DIFFUSÉ LE

06 février 2014

RÉVISION

Table des matières

| | | |
|-----|--|----|
| 1.0 | INTRODUCTION | 1 |
| 1.1 | Description de l'événement | 1 |
| 1.2 | Services techniques demandés | 1 |
| 2.0 | EXAMEN | 1 |
| 2.1 | Procédure d'échantillonnage..... | 1 |
| 2.2 | Température du point d'éclair..... | 3 |
| 2.3 | Distribution du point d'ébullition | 5 |
| 2.4 | Analyse de la densité | 8 |
| 2.5 | Pression de vapeur Reid..... | 8 |
| 2.6 | Teneur en soufre | 9 |
| 2.7 | Fluidité – Point d'écoulement et viscosité | 9 |
| 2.8 | Chaleur de combustion | 10 |
| 2.9 | Composés BTEX | 11 |
| 3.0 | DISCUSSION..... | 12 |
| 3.1 | Classification du pétrole brut de l'événement | 12 |
| 3.2 | Propriétés chimiques et physiques du pétrole brut de l'événement..... | 12 |
| 3.3 | Teneur en soufre du pétrole brut de l'événement | 15 |
| 3.4 | BTEX dans le pétrole brut de l'événement..... | 15 |
| 3.5 | Effet des propriétés du pétrole brut sur le déversement et l'incendie qui ont suivi le déraillement..... | 16 |
| 4.0 | CONCLUSION..... | 19 |

Liste des tableaux

| | |
|--|----|
| Tableau 1 : Échantillons de pétrole brut | 2 |
| Tableau 2 : Résultats relatifs au point d'éclair..... | 5 |
| Tableau 3 : Résultats relatifs au point initial d'ébullition (PIE)..... | 7 |
| Tableau 4 : Résumé des résultats de la distillation atmosphérique (ASTM D86)..... | 7 |
| Tableau 5 : Analyse de la densité d'une sélection d'échantillons de pétrole brut | 8 |
| Tableau 6 : Pression de vapeur Reid (ASTM D323) et résultats de la teneur totale en soufre (ASTM D4294)..... | 9 |
| Tableau 7 : Résultats relatifs au point d'écoulement (ASTM D5853) et à la viscosité (ASTM D7042)..... | 10 |
| Tableau 8 : Résultats relatifs à la chaleur de combustion (ASTM D240) | 11 |
| Tableau 9 : Résultats BTEX | 12 |
| Tableau 10 : Comparaison des propriétés du pétrole brut de l'événement avec les propriétés publiées pour ce produit..... | 14 |
| Tableau 11 : Limites d'exposition recommandées pour les composés BTEX | 16 |
| Tableau 12 : Chaleur de combustion de certains combustibles liquides | 19 |

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure 1 : Photographie de 2 échantillons représentatifs du pétrole brut de l'événement (NATX310406-C-BOT et NATX310406-C-TOP)..... | 21 |
|---|----|

| | |
|---|----|
| Figure 2 : Distribution du point d'ébullition (ASTM D86) pour 9 échantillons de pétrole brut prélevés sur le train MMM-002 de l'événement | 22 |
| Figure 3 : Distribution du point d'ébullition (ASTM D86) pour 2 échantillons de pétrole brut prélevés sur le train-bloc MMA-874 situé à Farnham (Québec)..... | 23 |
| Figure 4 : Distribution du point d'ébullition (ASTM D7169) pour 4 échantillons de pétrole brut prélevés sur le train MMM-002 de l'événement | 24 |
| Figure 5 : Arbre d'événements pour le déversement de pétrole brut des wagons-citernes détaillés..... | 25 |

Liste des annexes

| | |
|--|-----|
| Annexe A : Rapports analytiques fournis par les laboratoires externes..... | A-1 |
|--|-----|

1.0 INTRODUCTION

1.1 Description de l'événement

1.1.1 Le 6 juillet 2013, un train-bloc transportant du pétrole brut et exploité par le chemin de fer Montreal, Maine & Atlantic Railway déraile à Lac-Mégantic (Québec). De nombreux wagons-citernes se rompent et un incendie s'ensuit. Selon l'information recueillie, la température ambiante de l'air au moment du déraillement est d'environ 21 °C.

1.2 Services techniques demandés

1.2.1 Le bureau des Opérations d'enquête de la région de l'Est - Rail/Pipeline du Bureau de la sécurité des transports du Canada (BST) a demandé une analyse d'échantillons de pétrole brut provenant de quelques wagons-citernes.

2.0 EXAMEN

2.1 Procédure d'échantillonnage

2.1.1 Les échantillons de pétrole brut ont été prélevés sur certains wagons-citernes, sous la direction d'un enquêteur du BST. Le tableau 1 résume les détails de l'échantillonnage. On a recueilli des échantillons sur les 9 wagons-citernes non déraillés qui étaient placés à la fin du train (MMA-002) de l'événement et qui avaient été ramenés à Nantes (Québec) après le déraillement. Il en a été de même avec 2 wagons-citernes stationnés à Farnham (Québec); ces wagons faisaient partie d'un autre train-bloc exploité par la Montreal, Maine & Atlantic Railway (MMA-874) et transportaient du pétrole brut de la même origine que celui à bord du train de l'événement.

2.1.2 On n'a pas tenté de prélever des échantillons sur les wagons-citernes déraillés, puisque tous avaient été dans une certaine mesure exposés à l'incendie qui a suivi le déraillement. Il a été estimé que cette exposition à la chaleur ait probablement amené des composés volatils du pétrole brut à s'échapper par des brèches dans la citerne ou au cours du déclenchement du dispositif de décharge de pression. Par conséquent, il était très probable qu'aucun des échantillons prélevés sur les wagons-citernes déraillés n'aurait été représentatif du chargement avant le déraillement.

2.1.3 Avant la collecte d'échantillons, l'espace de vapeur de chaque wagon-citerne a été vérifié au moyen d'un détecteur portatif de sulfure d'hydrogène. Aucune quantité mesurable de ce gaz n'a été détectée.

Tableau 1 : Échantillons de pétrole brut

| Marque et numéro du wagon | Lieu de la collecte | Date de la collecte (AA-MM-JJ) | Méthode d'échantillonnage (se reporter au paragraphe 2.1.4) | Quantité recueillie | Identification de l'échantillon |
|---------------------------|---------------------|--------------------------------|---|----------------------|--------------------------------------|
| NATX 310533 | Nantes | 13-07-07 | A | 250 ml 250 ml | NATX310533-A NATX310533-B |
| | | 13-08-07 | C | 1 000 ml 1 000 ml | NATX310533-C-TOP NATX31533-C-BOT |
| NATX 310595 | Nantes | 13-07-17 | A | 250 ml 250 ml | NATX310595-A NATX310595-B |
| | | 13-08-07 | C | 1 000 ml 1 000 ml | NATX310595-C-TOP NATX310595-C-BOT |
| NATX 310406 | Nantes | 13-07-23 | B | 250 ml | NATX310406 |
| | | 13-08-08 | C | 1 000 ml 1 000 ml | NTAX310406-C-TOP NATX310406-C-BOT |
| WFIX 130629 | Nantes | 13-07-23 | B | 250 ml | WFIX130629 |
| | | 13-08-08 | C | 1 000 ml 1 000 ml | WFIX130629-C-TOP WFIX130629-C-BOT |
| PROX 44211 | Nantes | 13-07-23 | B | 250 ml | PROX44211 |
| | | 13-08-08 | C | 1 000 ml 1 000 ml | PROX44211-C-TOP PROX44211-C-BOT |
| NATX 310425 | Nantes | 13-07-23 | B | 250 ml | NATX310425 |
| | | 13-08-08 | C | 1 000 ml 1 000 ml | NATX310425-C-TOP NATX310425-C-BOT |
| ACFX 73452 | Nantes | 13-07-23 | B | 250 ml | ACFX73452 |
| | | 13-08-07 | C | 1 000 ml 1 000 ml | ACFX73452-C-TOP ACFX73452-C-BOT |
| NATX 310572 | Nantes | 13-07-23 | B | 250 ml | NATX310572 |
| | | 13-08-08 | C | 1 000 ml 1 000 ml | NATX310572-C-TOP NATX310572-C-BOT |
| NATX 310487 | Nantes | 13-07-23 | B | 250 ml | NATX310487 |
| | | 13-08-07 | C | 1 000 ml 1 000 ml | NATX310487-C-TOP NATX310487-C-BOT |
| | | | | 500 ml 500 ml | NATX310487-D-TOP NATX310487-D-BOT |
| NATX 303425 | Farnham | 13-07-25 | A | 500 ml | NATX303425 |
| PROX 44169 | Farnham | 13-07-25 | B | 500 ml | PROX 44169 |

2.1.4 On a utilisé trois méthodes d'échantillonnage (désignées par les lettres A, B et C dans le tableau 1) conformes à la norme ASTM D4057¹. Pour la méthode A, un échantillon médian² a été prélevé au moyen d'une pipette de verre d'un diamètre

¹ ASTM D4057-12 Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products.

² Un échantillon médian est un échantillon prélevé au milieu du contenu de la citerne (à la moitié de la profondeur de liquide sous la surface de celui-ci) (se reporter à la norme ASTM D4057).

de 3/4 pouce et d'une longueur de 60 pouces. Pour la méthode B, on a recueilli un échantillon supérieur³ au moyen d'une écope de plastique⁴. Dans le cas de la méthode C, on s'est servi d'une pompe péristaltique pour recueillir des échantillons inférieurs⁵ (identifiés par le suffixe –BOT dans le tableau 1) et supérieurs (identifiés par le suffixe –TOP dans le même tableau), après avoir vérifié l'absence de toute stratification dans le wagon-citerne. À cette fin, et conformément à la norme ASTM D5495, une colonne verticale de liquide représentant le liquide dans la citerne a été recueillie au moyen d'un échantillonneur de déchets liquides composites (COLIWASA, « composite liquid waste sampler »)^{6 7}. L'inspection des échantillons COLIWASA n'a révélé aucune stratification visible.

2.1.5 Les échantillons ont tous été transférés immédiatement de l'outil d'échantillonnage à des bouteilles de verre, que l'on a scellées hermétiquement et entreposées à la température ambiante jusqu'à l'étape de l'analyse. La figure 1 montre 2 échantillons représentatifs du pétrole brut de l'événement. Le pétrole était d'une couleur gris foncé et verdâtre.

2.1.6 Les échantillons de pétrole brut ont été envoyés pour analyse à 4 laboratoires externes – Core Lab.⁸, Maxxam Analytical⁹, AITF¹⁰ et Cassen¹¹. L'annexe A présente les rapports analytiques et les certificats d'analyse d'origine fournis par les laboratoires externes.

2.2 Température du point d'éclair

2.2.1 La température du point d'éclair est une mesure de la tendance d'un échantillon à former un mélange inflammable avec l'air dans des conditions de laboratoire contrôlées. Dans la réglementation sur le transport et la sécurité, le point d'éclair sert à déterminer les matières inflammables et combustibles et à les classer en fonction du danger correspondant^{12 13}. Le point d'éclair peut indiquer la présence

³ Un échantillon supérieur est un échantillon prélevé à partir du tiers supérieur du contenu de la citerne (soit à 1/6 de la profondeur de liquide sous la surface de celui-ci) (se reporter à la norme ASTM D4057).

⁴ L'écope consistait en un cylindre d'une longueur de 1 mètre et d'un diamètre de 2 pouces, avec fermeture de fond.

⁵ Un échantillon inférieur est un échantillon prélevé à partir du milieu du tiers inférieur du contenu de la citerne (soit à 5/6 de la profondeur de liquide sous la surface de celui-ci) (se reporter à la norme ASTM D4057).

⁶ ASTM D5495-03(2011) Standard Practice for Sampling with a Composite Liquid Waste Sampler (COLIWASA).

⁷ L'échantillonneur COLIWASA avait un diamètre de 1/2 pouce et une longueur de 11,6 pieds; il était fait de polypropylène.

⁸ Core Laboratories Canada Ltd., 2810 - 12th Street N.E., Calgary (Alberta) T2E 7P7 (accrédité à la norme ISO 9001).

⁹ Maxxam Analytical, 6744 – 50 Street, Edmonton (Alberta) T6B 3M9 (accrédité à la norme ISO/IEC 17025).

¹⁰ Alberta Innovates-Technology Futures, Fuels and Lubricants Laboratory, 250 Karl Clark Road, Edmonton (Alberta) T6N 1E4 (accrédité à la norme ISO/IEC 17025).

¹¹ Cassen Testing Laboratories, 51 International Blvd. Toronto (Ontario) M9W 6H3 (accrédité à la norme ISO/IEC 17025).

¹² *Règlement du Canada sur le transport des marchandises dangereuses*, Partie II, Classe 3 Liquides inflammables, 2.18 Généralités et 2.19 Groupes d'emballage.

¹³ U. S. Code of Federal Regulations Title 49 Part 173.120 Class 3-Definitions and 173.121 Class 3-Assignment of packing group.

- possible de constituants hautement volatils et inflammables au sein d'une matière relativement non volatile ou ininflammable.
- 2.2.2 Les méthodes d'essai ASTM D93 décrivent la façon de déterminer, par un appareil Pensky-Martens en vase clos¹⁴, le point d'éclair des produits pétroliers dans la plage de températures comprise entre 40 et 370 °C. Les valeurs inférieures à 40 °C peuvent être mesurées au moyen de la procédure D93, mais la précision¹⁵ de telles valeurs n'a pas été déterminée.
- 2.2.3 Les méthodes d'essai ASTM D3828 prescrivent les façons de procéder pour déterminer, à l'aide d'un appareil d'essai à petite échelle en vase clos, le point d'éclair des produits pétroliers et des biocarburants (diesel) liquides dans la plage de -30 à 300 °C¹⁶. Il conviendrait de noter que les valeurs du point d'éclair sont fonction du mode de fonctionnement, de la conception et de l'état de l'appareil utilisé. Par conséquent, il est possible que les résultats obtenus à l'aide de différentes méthodes d'essai ne permettent pas d'établir des corrélations valides.
- 2.2.4 Certains échantillons de pétrole brut ont été envoyés aux laboratoires Core Lab., Maxxam Analytical et AITF pour qu'ils déterminent le point d'éclair d'après les normes ASTM D93 et ASTM D3828. On a fractionné les échantillons des wagons NATX 310406, WFIX 130629, NATX 303425 et PROX 44169 de façon qu'une portion d'environ 65 ml soit envoyée à AITF et le reste (quelque 185 ml) à Maxxam Analytical. Le tableau 2 résume les résultats relatifs au point d'éclair. Tous les échantillons ont donné des points d'éclair corrigés sensiblement inférieurs à 23 °C¹⁷. Remarquer, comme on l'a déjà mentionné, que les différents seuils signalés par les 3 laboratoires reflètent les différences dans la méthode et l'appareil utilisés.

¹⁴ ASTM D93-13 Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester.

¹⁵ Dans le présent contexte, la précision désigne le contrôle statistique de la méthode d'essai, c'est-à-dire le degré d'accord entre les mesures obtenues par un seul laboratoire (répétabilité) et par différents laboratoires (reproductibilité) faisant appel à cette méthode. (<http://www.astm.org/COMMIT/D07PrecisionBias2.pdf>, site Web consulté le 21 janvier 2014).

¹⁶ ASTM D3828-12a Standard Test Methods for Flash Point by Small Scale Closed Cup Tester.

¹⁷ Un point d'éclair inférieur à 23 °C constitue un des critères pour classer un liquide inflammable dans le groupe d'emballage II; se reporter au paragraphe 3.1.1 à ce sujet.

Tableau 2 : Résultats relatifs au point d'éclair

| Identification de l'échantillon | Laboratoire | Méthode d'essai | Point d'éclair (°C) corrigé Remarque 1 |
|---------------------------------|-------------------|-----------------|---|
| NATX310533-A | Core Lab. | ASTM D93 | <-5 |
| NATX310533-B | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| NATX310595-A | Core Lab. | ASTM D93 | <-5 |
| NATX310595-B | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| NATX310406 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| | AITF | ASTM D3828 | <-30 |
| WFIX130629 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| | AITF | ASTM D3828 | <-30 |
| PROX44211 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| NATX310425 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| ACFX73452 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| NATX310572 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| NATX310487 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| NATX303425 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| | AITF | ASTM D3828 | <-30 |
| PROX 44169 | Maxxam Analytical | ASTM D93 | <-35 |
| | AITF | ASTM D3828 | <-30 |

Remarque 1 : point d'éclair observé après une correction pour tenir compte de la pression barométrique ambiante.

2.3 Distribution du point d'ébullition

2.3.1 La méthode ASTM D86 (distillation atmosphérique) constitue la méthode d'essai de base pour déterminer les caractéristiques de l'intervalle d'ébullition d'un produit pétrolier¹⁸. Dans cette méthode, un échantillon de 100 ml est distillé dans un appareil de distillation discontinue en laboratoire à la température ambiante et dans des conditions prescrites. Dans une distillation ASTM D86, le point initial d'ébullition (PIE) est la valeur corrigée de la température au moment où la première goutte de condensat tombe de l'extrémité inférieure du tube de condenseur.

2.3.2 La méthode ASTM D7169 décrit la façon de déterminer, par chromatographie en phase gazeuse à température élevée, la distribution du point d'ébullition et les intervalles des points de fractionnement des pétroles bruts et de leurs résidus¹⁹. On se sert d'un appareil de chromatographie en phase gazeuse pour obtenir un chromatogramme de l'échantillon (tracé du signal de carbone par rapport au délai de rétention); la distribution du point d'ébullition est calculée à partir de ce chromatogramme après l'apport des corrections appropriées. Le PIE désigne la

¹⁸ ASTM D86-12 Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure.

¹⁹ ASTM D7169-11 Standard Test Method for Boiling Point Distribution of Samples with Residues Such as Crude Oils and Atmospheric and Vacuum Residues by High Temperature Gas Chromatography.

- température correspondant à un pourcentage cumulatif de 0,5 % d'un échantillon élué²⁰ après correction pour la récupération de l'échantillon.
- 2.3.3 Le PIE et la distribution du point d'ébullition de certains échantillons de pétrole brut ont été déterminés par les laboratoires Core Lab., Maxxam Analytical et AITF en conformité avec les normes ASTM D86 et ASTM D7169. Le tableau résume les PIE obtenus avec les échantillons de pétrole brut. Tous les échantillons analysés au moyen de la méthode ASTM D86 ont donné des PIE compris entre 43,9 et 50,0 °C. Les PIE obtenus selon la méthode ASTM D86 par Core Lab. concordaient bien avec ceux obtenus par Maxxam Analytical (la différence était de 2,0 °C pour l'échantillon du wagon NATX310533 et de 4,5 °C pour l'échantillon du wagon NATX310595).
- 2.3.4 Le tableau 4 résume les résultats de la distillation atmosphérique obtenus par Maxxam Analytical pour les échantillons de pétrole brut. L'analyse par distillation atmosphérique est également présentée sous forme de tracés de la température en fonction du pourcentage en volume pour les 9 échantillons prélevés sur le train de l'événement (figure 2) et pour les 2 échantillons recueillis sur le train-bloc de comparaison à Farnham (figure 3). Ces 11 échantillons ont tous donné des distributions du point d'ébullition très semblables.
- 2.3.5 Il y avait une certaine crainte que le chargement des wagons-citernes de queue ait pu être exposé à la chaleur avant que ces wagons soient ramenés à Nantes, ce qui aurait affecté la validité des résultats. Cependant, les wagons en question n'ont montré aucun signe de dommages par le feu, comme de la peinture décolorée ou brûlée. De plus, aucune variation inhabituelle n'a été constatée dans les résultats obtenus pour les échantillons provenant de ces mêmes wagons-citernes de queue. Ces échantillons ont donné des résultats très semblables à ceux obtenus du train-bloc de comparaison, qui n'a pas été exposé à l'incendie (comparer les figures 2 et 3).
- 2.3.6 Les PIE obtenus selon la méthode ASTM D7169 pour les échantillons prélevés sur les wagons NATX 310406, WFIX 130629, NATX 303425 et PROX 44169 étaient d'au moins 10 °C plus bas que ceux obtenus selon la méthode ASTM D86 (tableau 3). La figure 4 présente les distributions du point d'ébullition obtenues à l'aide de la méthode ASTM D7169. Les 4 échantillons analysés selon cette méthode ont donné des résultats semblables. On a remarqué que la méthode ASTM D7169 donne des pourcentages de récupération légèrement plus élevés que ceux obtenus par la méthode ASTM D86 dans la portion du graphique correspondant aux fractions légères (c.-à-d., montrant des points d'ébullition plus bas) (comparer les figures 2 et 4). Comme on l'a déjà mentionné, les 2 méthodes définissent différemment le PIE et utilisent des équipements complètement différents. Par conséquent, les plages de températures prises en considération et la précision diffèrent. Cela explique probablement les résultats différents obtenus pour la partie des fractions légères des échantillons.

²⁰ L'éluion est le processus par lequel les composants d'un échantillon sont séparés en vue de leur analyse dans l'appareil de chromatographie en phase gazeuse.

Tableau 3 : Résultats relatifs au point initial d'ébullition (PIE)

| Identification de l'échantillon | Laboratoire | Méthode d'essai | Point initial d'ébullition (°C) ^{Remarque 1} |
|---------------------------------|-------------------|-----------------|---|
| NATX310533-A | Core Lab. | ASTM D86 | 48,0 |
| NATX310533-B | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 46,0 |
| NATX310595-A | Core Lab. | ASTM D86 | 50,0 |
| NATX310595-B | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 45,5 |
| NATX310406 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 46,2 |
| | AITF | ASTM D7169 | <36,1 |
| WFIX130629 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 46,7 |
| | AITF | ASTM D7169 | <36,1 |
| PROX44211 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 48,5 |
| NATX310425 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 44,7 |
| ACFX73452 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 48,5 |
| NATX310572 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 43,9 |
| NATX310487 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 46,3 |
| NATX303425 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 46,2 |
| | AITF | ASTM D7169 | <36,1 |
| PROX44169 | Maxxam Analytical | ASTM D86 | 46,3 |
| | AITF | ASTM D7169 | <36,1 |

Remarque 1 : Les résultats obtenus selon la méthode ASTM D86 sont corrigés à 101,3 kPa.

Tableau 4 : Résumé des résultats de la distillation atmosphérique (ASTM D86)

| Ident. de l'échantillon | Résidus de distillation (% vol.) | Récupération par distillation (% vol.) | Perte à la distillation (% vol.) | Naphta de distillation (% vol.) | Kérosène de distillation (% vol.) |
|-------------------------|----------------------------------|--|----------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------|
| NATX310533-B | 32,6 | 66,4 | 1,0 | 32,4 | 15,2 |
| NATX310595-B | 23,8 | 75,2 | 1,0 | 34,7 | 15,2 |
| NATX310406 | 26,2 | 72,8 | 1,0 | 35,9 | 15,0 |
| WFIX130629 | 32,9 | 66,1 | 1,0 | 32,1 | 15,0 |
| PROX44211 | 23,1 | 75,9 | 1,0 | 34,1 | 15,2 |
| NATX310425 | 34,3 | 64,7 | 1,0 | 31,2 | 14,8 |
| ACFX73452 | 19,7 | 79,3 | 1,0 | 32,4 | 15,2 |
| NATX310572 | 30,3 | 68,7 | 1,0 | 33,3 | 15,2 |
| NATX310487 | 31,7 | 67,3 | 1,0 | 33,7 | 14,5 |
| NATX303425 | 33,8 | 65,2 | 1,0 | 31,3 | 14,9 |
| PROX44169 | 32,8 | 66,2 | 1,0 | 32,2 | 15,1 |

2.4 Analyse de la densité

2.4.1 La méthode ASTM D5002 prescrit la façon de déterminer la densité et la densité relative des pétroles bruts qui peuvent être manutentionnés à titre de liquides à des températures comprises entre 15 et 35 °C²¹. La densité désigne la masse par volume unitaire à une température donnée. La densité relative constitue le rapport entre la densité d'une matière et la densité de l'eau à une température donnée. La densité API est une fonction spéciale de la densité relative à 15,56 °C (60 °F) et se calcule comme suit²² :

$$\text{Densité API} = \left(\frac{141,5}{\text{Densité relative à } 60^\circ\text{F}} \right) - 131,5$$

2.4.2 Quatre échantillons représentatifs de pétrole brut ont été envoyés au laboratoire Maxxam Analytical en vue d'une analyse de densité. On a prélevé les échantillons sur les wagons-citernes qui avaient donné les PIE les plus faibles et les plus élevés (NATX 310572 et PROX 44211 - se reporter au tableau 3). Une analyse a été effectuée sur les échantillons inférieurs et supérieurs de ces deux wagons pour voir s'ils présentaient un gradient de densité.

2.4.3 Les résultats indiquent que les échantillons prélevés sur les wagons-citernes NATX 310572 et PROX 44211 avaient des propriétés de densité similaires (tableau 5). Il n'y avait aucune différence marquée entre les échantillons inférieurs et supérieurs. Cette similitude concorde avec l'absence de stratification dans les wagons-citernes, absence qui avait été constatée visuellement au moment de la collecte des échantillons (se reporter au paragraphe 2.1.4).

Tableau 5 : Analyse de la densité d'une sélection d'échantillons de pétrole brut

| Identification de l'échantillon | Densité à 15 °C (kg/m ³) | Densité relative à 15 °C | Densité API |
|---------------------------------|--------------------------------------|--------------------------|-------------|
| NATX310572-C-TOP | 815,9 | 0,8166 | 41,8 |
| NATX310572-C-BOT | 816,5 | 0,8172 | 41,7 |
| PROX44211-C-TOP | 821,9 | 0,8226 | 40,5 |
| PROX44211-C-BOT | 821,8 | 0,8225 | 40,5 |

2.5 Pression de vapeur Reid

2.5.1 La pression de vapeur des pétroles bruts est une caractéristique physique importante qui influe sur les pratiques générales de manutention et de raffinage. Elle tient également lieu de mesure indirecte du taux d'évaporation des produits pétroliers volatils. La méthode d'essai ASTM D323 sert à déterminer la pression

²¹ ASTM D5002-99(2010) Standard Test Method for Density and Relative Density of Crude Oils by Digital Density Analyzer.

²² Significance of Tests for Petroleum Products, MNL 1, Seventh Edition, Ed. S. J. Rand, (ASTM International, 2003), page 52.

de vapeur à 37,8 °C (100 °F) de produits pétroliers et de pétroles bruts ayant des PIE au-dessus de 0 °C (32 °F)²³.

- 2.5.2 La pression de vapeur des 4 échantillons de pétrole brut envoyés au laboratoire Maxxam Analytical a été déterminée en conformité avec la procédure A de l'ASTM D323. Les résultats indiquent que les échantillons prélevés sur les wagons-citernes NATX 310572 et PROX 44211 avaient des pressions de vapeur Reid comprises entre 62,3 et 66,1 kPa (tableau 6). Il n'y avait aucune différence marquée entre les échantillons inférieurs et supérieurs.

Tableau 6 : Pression de vapeur Reid (ASTM D323) et résultats de la teneur totale en soufre (ASTM D4294)

| Identification de l'échantillon | Pression de vapeur Reid (kPa) | Teneur totale en soufre (% massique) |
|---------------------------------|-------------------------------|--------------------------------------|
| NATX310572-C-TOP | 66,1 | 0,096 |
| NATX310572-C-BOT | 64,3 | 0,096 |
| PROX44211-C-TOP | 62,3 | 0,117 |
| PROX44211-C-BOT | 62,4 | 0,117 |

2.6 Teneur en soufre

- 2.6.1 La teneur en soufre des pétroles bruts influe sur leur corrosivité et leur toxicité. La méthode d'essai ASTM D4294 prescrit la façon de mesurer la teneur en soufre des hydrocarbures dans la gamme de pourcentages massiques compris entre 0,0150 et 5,00²⁴. La teneur totale en soufre des 4 échantillons envoyés au laboratoire Maxxam Analytical a été déterminée en conformité avec la norme ASTM D4294. Les résultats indiquent que les échantillons de pétrole brut présentaient un pourcentage massique en soufre de 0,096 à 0,117 (tableau 6). Il n'y avait aucune différence entre les échantillons inférieurs et supérieurs.

2.7 Fluidité – Point d'écoulement et viscosité

- 2.7.1 Les valeurs du point d'écoulement et de la viscosité servent à déterminer les caractéristiques de manutention des pétroles bruts à basses températures. Les propriétés de fluidité donnent également une indication de la composition des pétroles bruts. Par exemple, les pétroles bruts présentant une plus grande concentration de composés de paraffine sont en général d'une viscosité plus élevée que les pétroles bruts comportant de plus grandes concentrations de composés aromatiques et naphthéniques²⁵.
- 2.7.2 La méthode ASTM D5853 porte sur la détermination du point d'écoulement des pétroles bruts²⁶. Pour connaître les caractéristiques d'écoulement d'un échantillon, on le refroidit à une vitesse donnée tout en l'examinant à des intervalles de 3 °C.

²³ ASTM D323-08 Standard Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Reid Method).

²⁴ ASTM D4294-10 Standard Test Method for Sulphur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry.

²⁵ Significance of Tests for Petroleum Products, MNL 1, Seventh Edition, Ed. S. J. Rand, (ASTM International, 2003), page 54.

²⁶ ASTM D5853-11 Standard Test Method for Pour Point of Crude Oils.

Le point d'écoulement est la plus basse température à laquelle on observe un déplacement du spécimen. Le tableau 7 présente les points d'écoulement obtenus pour les 4 échantillons envoyés à Maxxam Analytical. Tous les échantillons ont donné des points d'écoulement inférieurs à -65 °C.

Tableau 7 : Résultats relatifs au point d'écoulement (ASTM D5853) et à la viscosité (ASTM D7042)

| Identification de l'échantillon | Point d'écoulement (°C) | Viscosité cinématique (mm ² /s) Remarque 1 | | | |
|---------------------------------|-------------------------|---|-------------------|-------------------|-------------------|
| | | Viscosité à 10 °C | Viscosité à 20 °C | Viscosité à 30 °C | Viscosité à 40 °C |
| NATX310572-C-TOP | <-65 | 3,639 | 2,882 | 2,295 | 1,910 |
| NATX310572-C-BOT | <-65 | 3,720 | 2,982 | 2,467 | 2,080 |
| PROX44211-C-TOP | <-65 | 4,100 | 3,259 | 2,665 | 2,230 |
| PROX44211-C-BOT | <-65 | 4,078 | 3,220 | 2,548 | 2,205 |

Remarque 1 : 1 mm²/s = 1 centistoke (cSt)

2.7.3 La méthode d'essai ASTM D7042 prescrit une façon de mesurer simultanément la viscosité dynamique et la densité des produits pétroliers liquides et des pétroles bruts²⁷. La viscosité dynamique est une mesure de la résistance d'un liquide à l'écoulement sous l'action de forces de cisaillement externes. La viscosité cinématique est une mesure de la résistance d'un liquide à la gravité; on obtient la valeur de cette viscosité en divisant la viscosité dynamique par la densité obtenue à la même température.

2.7.4 La viscosité cinématique des 4 échantillons envoyés à Maxxam Analytical a été déterminée à l'aide d'un viscosimètre Stabinger, en conformité avec la norme ASTM D7042. On a analysé les échantillons à des températures de 20, 30 et 40 °C, puis utilisé les résultats pour en extrapoler la viscosité à 10 °C. Les résultats sont résumés dans le tableau 7. Les échantillons provenant du wagon-citerne PROX 44211 ont donné à chacune de ces températures des valeurs légèrement plus élevées que celles obtenues du wagon-citerne NATX 310572. Dans le cas des échantillons du wagon NATX 310572, l'échantillon inférieur (NATX310572-C-BOT) a donné des résultats légèrement plus élevés à chacune des températures que l'échantillon supérieur (NATX310572-C-TOP). Cette tendance a été l'inverse pour les échantillons prélevés sur le wagon PROX 44211.

2.8 Chaleur de combustion

2.8.1 La méthode d'essai ASTM D240²⁸ prescrit la façon de déterminer la chaleur de combustion des hydrocarbures liquides dont la viscosité varie des distillats légers aux combustibles résiduels. La chaleur de combustion est une mesure de l'énergie disponible provenant d'un combustible donné. La chaleur de combustion brute est définie dans la norme ASTM D240 comme la quantité d'énergie dégagée quand une masse unitaire de combustible est brûlée dans une enceinte à volume

²⁷ ASTM D7042-12a Standard Test Method for Dynamic Viscosity and Density of Liquids by Stabinger Viscometer (and the Calculation of Kinematic Viscosity).

²⁸ ASTM D240-09 Standard Test Method for Heat of Combustion of Liquid Hydrocarbon Fuels by Bomb Calorimeter.

constant, les produits se trouvant à l'état gazeux, sauf l'eau qui se condense à l'état liquide.

- 2.8.2 Le tableau 8 résume les résultats relatifs à la chaleur brute de combustion obtenus sur les 4 échantillons de pétrole brut envoyés à Maxxam Analytical. Les 4 échantillons ont donné des résultats similaires, compris entre 18 445 et 19 416 Btu/lb²⁹ (42,905 à 45,160 MJ/kg). Les échantillons supérieurs (NATX310572-C-TOP et PROX44211-C-TOP) ont donné des valeurs légèrement plus élevées que les échantillons inférieurs correspondants (NATX310572-C-BOT et PROX44211-C-BOT).

Tableau 8 : Résultats relatifs à la chaleur de combustion (ASTM D240)

| Identification de l'échantillon | Chaleur brute de combustion | |
|---------------------------------|-----------------------------|-----------------------|
| | (Btu/lb) | (MJ/kg) Remarque 1 |
| NATX310572-C-TOP | 19 247 | 44,770 |
| NATX310572-C-BOT | 18 445 | 42,905 |
| PROX44211-C-TOP | 19 416 | 45,160 |
| PROX44211-C-BOT | 19 164 | 44,575 |

Remarque 1 : 1 Btu/lb = 0,002326 MJ/kg

2.9 Composés BTEX

- 2.9.1 BTEX est l'acronyme utilisé pour désigner un groupe de composés organiques volatils (COV) : le benzène, le toluène, l'éthylbenzène et les isomères de xylène^{30 31}. Les composés BTEX sont présents à l'état naturel dans le pétrole brut. Ils forment la fraction la plus soluble et la plus mobile du pétrole brut; par conséquent, ils entrent facilement dans le sol et la nappe phréatique au cours de déversements accidentels. Ces substances ont des effets toxiques et donnent lieu à des limites d'exposition en milieu de travail. Les BTEX sont classés comme des polluants prioritaires par Environnement Canada et l'Agence de protection de l'environnement (EPA) des États-Unis.
- 2.9.2 Des aliquotes (20 ml en volume) ont été prélevées sur les 4 quatre échantillons choisis de pétrole brut et envoyées au laboratoire Cassen en vue d'une analyse des BTEX au moyen de la méthode par couplage entre la chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse (GC-SM)³². Les résultats sont résumés dans le tableau 9. La teneur en benzène mesurée dans les 4 échantillons variait de 1 470 à 1 850 ppm³³ (de 0,147 à 0,185 %). Globalement, les concentrations obtenues

²⁹ British thermal unit per pound - unité thermique britannique par livre.

³⁰ Un isomère est l'un d'au moins deux composés ayant le même nombre et type d'atomes, mais une structure et des propriétés différentes.

³¹ Il existe 3 formes de xylène dans lesquelles les groupes méthyl varient sur l'anneau benzénique : le *méto*-xylène (*m*-xylène), le *para*-xylène (*p*-xylène) et l'*ortho*-xylène (*o*-xylène).

³² Cassen method M.3005.R0, reference method EPA 600/R-03/072, "Characteristics of Spilled Oils, Fuels, and Petroleum Products: 1. Composition and Properties of Selected Oils", juillet 2003

³³ Parties par million.

pour les composés BTEX allaient d'une valeur plancher de 768 ppm (0,0768 %) pour le toluène à une valeur plafond de 3 500 ppm (0,35 %) pour le *m/p*-xylène³⁴.

Tableau 9 : Résultats BTEX

| Analyte | Numéro CAS ³⁵ | Résultats des analyses (ppm) | | | |
|--------------------|--------------------------|------------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| | | NATX310572-C-TOP | NATX310533-C-TOP | NATX310595-C-TOP | ACFX73452-C-TOP |
| Benzène | 71-43-2 | 1850 | 1720 | 1800 | 1470 |
| Toluène | 108-88-3 | 3170 | 2870 | 2920 | 2770 |
| Éthylbenzène | 100-41-4 | 850 | 768 | 789 | 852 |
| <i>m/p</i> -xylène | 106-42-3 | 3500 | 3300 | 3310 | 2890 |
| <i>o</i> -xylène | 95-47-6 | 1660 | 1560 | 1620 | 1500 |

3.0 DISCUSSION

3.1 Classification du pétrole brut de l'événement

3.1.1 D'après le *Règlement sur le transport des marchandises dangereuses* (TMD)³⁶ et le titre 49 du Code of Federal Regulations des États-Unis³⁷, les liquides ou les liquides contenant des solides en solution ou en suspension sont inclus dans la classe 3, Liquides inflammables, s'ils ont un point d'éclair inférieur ou égal à 60 °C selon la méthode d'essai en vase clos. De plus, les liquides inflammables sont classés dans un des trois groupes d'emballage suivants :

- le groupe d'emballage I, si leur point initial d'ébullition est inférieur ou égal à 35 °C à une pression absolue de 101,3 kPa, quel que soit le point d'éclair;
- le groupe d'emballage II, si leur point initial d'ébullition est supérieur à 35 °C à une pression absolue de 101,3 kPa et à un point d'éclair inférieur à 23 °C;
- le groupe d'emballage III, s'ils ne satisfont pas aux critères d'inclusion dans les groupes d'emballage I ou II.

3.1.2 Les résultats obtenus relativement au point d'éclair des échantillons de pétrole brut considérés ont tous été sensiblement inférieurs à 23 °C (tableau 2), tandis que les PIE déterminés à l'aide de la méthode ASTM D86 variaient de 43,9 à 50,0 °C (tableau 3). Tous ces échantillons de pétrole brut satisfaisaient donc aux critères d'inclusion dans la classe 3, groupe d'emballage II.

3.2 Propriétés chimiques et physiques du pétrole brut de l'événement

3.2.1 Les résultats des analyses chimiques et physiques obtenus sur les 9 échantillons de pétrole brut de l'événement indiquent peu de variation d'un wagon-citerne à un autre. Les échantillons inférieurs et supérieurs ont donné des résultats similaires,

³⁴ *m/p*-xylène est la teneur combinée en *mé*ta- et *para*-xylène.

³⁵ Le numéro CAS (Chemical Abstracts Service) est un identifiant unique pour une substance chimique. Il ne possède aucune signification chimique intrinsèque, mais fournit une façon non ambiguë d'identifier une substance chimique ou une structure moléculaire quand de nombreuses appellations possibles sont en usage.

³⁶ *Règlement du Canada sur le transport des marchandises dangereuses*, Partie II, Classe 3 Liquides inflammables, 2.18 Généralités et 2.19 Groupes d'emballage.

³⁷ U. S. Code of Federal Regulations Title 49 Part 173.120 Class 3-Definitions and 173.121 Class 3-Assignment of packing group.

- ce qui suggère l'absence d'une stratification importante de la phase liquide à l'intérieur des wagons-citernes.
- 3.2.2 Le pétrole brut a été défini comme une « combinaison complexe d'hydrocarbures qui consiste pour l'essentiel en hydrocarbures aliphatiques, alicycliques et aromatiques. Cette combinaison peut aussi contenir de petites quantités de composés d'azote, d'oxygène et de soufre. Cette catégorie d'hydrocarbures englobe les pétroles légers, intermédiaires et lourds ainsi que ceux extraits de sables bitumineux » (traduction)³⁸. Les pétroles bruts sont des produits naturels dont les propriétés chimiques et physiques peuvent varier en fonction de leur origine et de la méthode d'extraction utilisée.
- 3.2.3 On trouve le pétrole classique, qui peut varier de léger à moyen en qualité, dans des roches-réservoirs d'une perméabilité suffisante pour lui permettre de s'écouler de la roche à un puits. Le pétrole brut transporté à bord du train de l'événement provenait de fournisseurs ayant des puits de production dans la région de la formation schisteuse de Bakken dans le Dakota du Nord. Cette formation est un réservoir de pétrole à faible perméabilité (« tight oil »). Ce pétrole est un type de pétrole classique qui se trouve à l'intérieur de réservoirs très peu perméables. La plus grande partie du pétrole produit à partir de ces réservoirs est de la variété légère à moyenne, avec une faible viscosité. Des techniques avancées de production, tel le forage horizontal couplé à la fracturation hydraulique en plusieurs étapes, sont nécessaires pour extraire le pétrole de ces réservoirs étanches³⁹. Le processus de fracturation hydraulique applique une pression en pompant des liquides dans le trou de forage pour ouvrir des chemins qui permettent au pétrole de s'écouler dans le puits. L'eau est couramment utilisée comme principal constituant du fluide de fracturation; on y ajoute de petites quantités de différents additifs pour réduire le frottement et empêcher la corrosion et l'encrassement biologique⁴⁰.
- 3.2.4 Le tableau 10 compare les résultats obtenus sur les échantillons de pétrole brut de l'événement avec les valeurs publiées pour des produits pétroliers allant des condensats au pétrole brut lourd. Par mesure de simplicité, seuls les échantillons supérieurs (NATX310572-C-TOP et PROX44211-C-TOP) sont montrés, puisque des résultats similaires ont été obtenus avec les échantillons inférieurs. Les valeurs publiées proviennent du 2013 Crude Characteristics Booklet⁴¹, document récapitulatif d'une sélection de propriétés chimiques et physiques de pétroles bruts acheminés dans le réseau d'Enbridge Pipelines/Enbridge Energy Partners.
- 3.2.5 L'Office national de l'énergie du Canada (ONÉ) définit le « pétrole brut léger » comme du pétrole ayant une densité égale ou inférieure à 875,7 kg/m³⁴². La

³⁸ Toxic Substances Control Act Definition 2008, <http://chem.sis.nlm.nih.gov/chemidplus/rn/8002-05-9>, site Web consulté le 20 novembre 2013.

³⁹ Understanding Tight Oils, Canadian Society for Unconventional Resources, http://www.csur.com/sites/default/files/Understanding_TightOil_FINAL.pdf, site Web consulté le 21 novembre 2013.

⁴⁰ <http://fracfocus.org/water-protection/drilling-usage>, site Web consulté le 21 novembre 2013.

⁴¹ <http://www.enbridge.com/DeliveringEnergy/Shippers/CrudeOilCharacteristics.aspx>, site Web consulté le 13 janvier 2014.

⁴² *Règlement de l'Office national de l'énergie concernant le gaz et le pétrole* (partie VI de la Loi) (DORS/96-244), article 2.

densité des échantillons de pétrole brut de l'événement variait de 815,9 à 821,9 kg/m³, ce qui est conforme à la définition de l'ONÉ pour le « pétrole brut léger ». Ces résultats de densité étaient similaires à la densité déclarée pour le MST (Manitoba Sweet Tundra), un produit de pétrole brut léger (tableau 10). La pression de vapeur et la viscosité des échantillons de pétrole brut de l'événement étaient également similaires à celles déclarées pour le MST. Les pétroles bruts lourds⁴³ ont une pression de vapeur sensiblement inférieure, une densité plus élevée et une viscosité beaucoup plus grande que les pétroles bruts légers - se reporter par exemple au produit WCB dans le tableau 10.

3.2.6 Les condensats sont des mélanges d'hydrocarbures légers (avec certains gaz d'hydrocarbure dissous comme le butane et le propane) qui demeurent liquides sous des pressions modérées à température ambiante. Les condensats sont récupérés principalement des réservoirs de gaz et possèdent une densité et une viscosité de beaucoup inférieures à celles des autres pétroles bruts - se reporter par exemple au produit CPM (Pembina Condensate) dans le tableau 10. Les analyses publiées indiquent que le CPM contient un pourcentage volumique total approximatif de 80 % en C12- (hydrocarbures avec 12 atomes de carbone ou moins)⁴⁴. Il est intéressant de noter que les échantillons de pétrole brut de l'événement et le produit MST ont une pression de vapeur similaire à celle du CPM, ce qui donne à penser qu'il en est de même de leur volatilité. Les points d'éclair ne sont pas indiqués dans le 2013 Crude Characteristics Booklet.

Tableau 10 : Comparaison des propriétés du pétrole brut de l'événement avec les propriétés publiées pour ce produit

| Source | Identifiant du produit | Teneur totale en soufre (% massique) | Pression de vapeur Reid (kPa) | Densité (kg/m ³) | Viscosité (cSt) à la température de | | | |
|---|------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-------------------------------------|-------|-------|-------|
| | | | | | 10 °C | 20 °C | 30 °C | 40 °C |
| Résultats des essais relatifs à l'événement | NATX310572-C-TOP | 0,096 | 66,1 | 815,9 | 3,639 | 2,882 | 2,295 | 1,910 |
| | PROX44211-C-TOP | 0,117 | 62,3 | 821,9 | 4,100 | 3,259 | 2,665 | 2,230 |
| 2013 Crude Characteristics Booklet | CPM (Pembina Condensate) | 0,10 | 70,6 | 757,4 | 1,21 | 1,07 | 0,960 | 0,860 |
| | MST (Manitoba Sweet Tundra) | 0,41 | 71,0 | 825,3 | 4,44 | 3,50 | 2,83 | 2,36 |
| | WCB (Western Canadian Blend) | 3,04 | 22,0 | 927,5 | 285 | 149 | 85,4 | 53,1 |

3.2.7 La base de données sur les propriétés du pétrole du Centre de technologie environnementale (CTE) indique les propriétés ci-après pour l'essence sans plomb⁴⁵ :

- Point d'éclair -30 °C
- Densité à 15 °C 750 à 850 kg/m³
- Viscosité cinématique <1 cSt à 38 °C

⁴³ Le Règlement de l'ONÉ définit le « pétrole brut lourd » comme du pétrole ayant une densité supérieure à 875,7 kg/m³ ».

⁴⁴ <http://www.crudemonitor.ca/condensate.php?acr=CPM>, site Web consulté le 13 janvier 2014.

⁴⁵ [http://www.etc-cte.ec.gc.ca/databases/Oilproperties/pdf/WEB_Gasoline_\(Unleaded\).pdf](http://www.etc-cte.ec.gc.ca/databases/Oilproperties/pdf/WEB_Gasoline_(Unleaded).pdf), site Web consulté le 14 janvier 2014.

Si on compare ces valeurs aux résultats pour le pétrole brut de l'événement résumés dans le tableau 2, il est évident que le point d'éclair de ce pétrole est similaire à celui de l'essence sans plomb. La densité obtenue pour les échantillons de ce même pétrole (se reporter au tableau 10) se situe également dans la gamme des valeurs déclarées pour l'essence sans plomb. Cependant, l'essence sans plomb a une viscosité moins élevée que les échantillons de pétrole brut de l'événement.

3.3 Teneur en soufre du pétrole brut de l'événement

3.3.1 Le Centre canadien d'information sur l'énergie définit le « pétrole brut non corrosif » comme du pétrole brut qui contient moins de 0,5 % de soufre⁴⁶. Dans le cas présent, l'analyse du soufre dans des échantillons représentatifs du pétrole brut de l'événement a donné des résultats pour la teneur totale en soufre qui varient de 0,096 à 0,117 en % massique, ce qui est conforme à la définition ci-dessus. La teneur totale en soufre du pétrole brut de l'événement est inférieure à celle déclarée pour le MST et similaire à celle du CPM (tableau 10). Par comparaison, le produit WCB a une teneur en soufre beaucoup plus élevée, ce qui le place dans la catégorie du pétrole brut corrosif.

3.3.2 Le sulfure d'hydrogène est un gaz toxique qui peut être présent sous forme de composé dissous dans le pétrole brut. Il peut aussi se dégager quand les composés de soufre dans le pétrole brut se décomposent au cours de la distillation ou d'autres processus de chauffage. Lors d'un déversement de pétrole, la présence de sulfure d'hydrogène constitue une préoccupation relative à la sécurité; c'est en effet une substance extrêmement inflammable et toxique⁴⁷. Dans le cas présent, le CTEH⁴⁸ a surveillé le site du déraillement au cours de l'enquête du BST sur le terrain. Aucun niveau détectable de sulfure d'hydrogène n'a été trouvé, ce qui concorde avec la faible teneur totale en soufre mesurée dans les échantillons de pétrole brut de l'événement.

3.4 BTEX dans le pétrole brut de l'événement

3.4.1 La teneur en BTEX du pétrole brut de l'événement (tableau 9) est comparable aux valeurs typiques déclarées pour les pétroles bruts⁴⁹. Le tableau 11 résume quelques-unes des limites d'exposition recommandées pour les composés BTEX. Le CTEH a déclaré des teneurs en benzène et autres COV bien supérieures à ces limites d'exposition dans la partie du site du déraillement qui était grandement contaminée par le pétrole brut déversé⁵⁰. Ces teneurs sont conformes aux concentrations importantes de benzène et d'autres COV mesurées dans les échantillons de pétrole brut de l'événement (tableau 9).

⁴⁶ <http://www.centreforenergy.com/Glossary.asp?EnergyType=1&Template=1,1#83>, site Web consulté le 20 novembre 2013.

⁴⁷ http://www.ccohs.ca/oshanswers/chemicals/chem_profiles/hydrogen_sulfide.html, site Web consulté le 20 novembre 2013.

⁴⁸ Center for Toxicology and Environmental Health, L.L.C. (CTEH®) est une société privée spécialisée dans la prestation de services de consultation en toxicologie et en santé humaine.

⁴⁹ <http://www.etc-cte.ec.gc.ca/databases/oilproperties/Default.aspx>.

⁵⁰ Cette partie du site du déraillement, appelée la « zone rouge », n'était pas accessible au public; la mesure visait à protéger le site et à mettre la population à l'abri d'expositions potentielles.

Tableau 11 : Limites d'exposition recommandées pour les composés BTEX⁵¹

| Substance | ACGIH® ⁵² VLE ⁵³ (ppm) | Lignes directrices sur l'exposition - commentaires |
|--------------|--|---|
| Benzène | 2,5 | Limite d'exposition à court terme (15 min) Carcinogène humain confirmé |
| Toluène | 20 | Concentration moyenne pondérée en fonction du temps (8 h) Ne peut pas être classé comme carcinogène humain |
| Éthylbenzène | 20 | Limite d'exposition à court terme (15 min) Peut être carcinogène humain |
| Xylène | 100 | Concentration moyenne pondérée en fonction du temps (8 h) Ne peut pas être classé comme carcinogène humain |

3.5 Effet des propriétés du pétrole brut sur le déversement et l'incendie qui ont suivi le déraillement

3.5.1 Ci-dessous figurent quelques-unes des propriétés qui déterminent le comportement des pétroles bruts au cours d'un déversement de pétrole⁵⁴ :

- le degré d'évaporation du pétrole, qui est lié à sa pression de vapeur;
- la vitesse de propagation du pétrole déversé et de sa pénétration dans le sol, qui dépend de sa viscosité;
- la densité du pétrole, qui détermine s'il va probablement tomber au fond ou flotter sur l'eau;
- les dangers, pour la santé du personnel sur le site, provenant des composés organiques volatils et du sulfure d'hydrogène (s'il est présent).

3.5.2 Globalement, le pétrole brut de l'événement a donné des valeurs peu élevées pour la densité, la teneur totale en soufre, la viscosité, le point d'écoulement et le point d'éclair, résultats qui sont généralement comparables à d'autres produits de pétrole brut léger non corrosif. Une pression de vapeur élevée a été mesurée dans les échantillons liés à l'événement, semblable à celle déclarée pour d'autres produits de pétrole brut non corrosif et de condensat. Les PIE établis selon la méthode ASTM D7169 (chromatographie en phase gazeuse) se situaient sous la barre des 36 °C, ce qui correspond au point d'ébullition normal du pentane (C5)⁵⁵. Ces données suggèrent que les échantillons contenaient une certaine quantité d'hydrocarbures plus légers, ce qui cadre bien avec les résultats élevés obtenus pour leur pression de vapeur.

⁵¹ Sources: CAREX Canada (http://www.carexcanada.ca/en/profiles_and_estimates/); Canadian Center for Occupational Health and Safety (http://www.ccohs.ca/oshanswers/chemicals/chem_profiles/), sites Web consultés le 20 novembre 2013.

⁵² American Conference of Governmental Industrial Hygienists.

⁵³ Valeur limite d'exposition.

⁵⁴ Properties of Crude Oils and Oil Products Database - Introduction, Environnement Canada, <http://www.oilproduction.net/files/Introduction.pdf> (site Web consulté le 21 novembre 2013).

⁵⁵ Se reporter à la norme ASTM D7169-11 au tableau 3 des points d'ébullition des paraffines.

- 3.5.3 Les résultats (point d'éclair bas, PIE bas, pression de vapeur élevée) obtenus pour les échantillons de pétrole brut de l'événement portent à croire que ces derniers contenaient une certaine quantité d'hydrocarbures très légers. Le fait que ces échantillons ont été prélevés à la pression atmosphérique pourrait conduire à sous-estimer la volatilité du pétrole brut, car il est possible que la concentration d'hydrocarbures légers ait été plus élevée au moment du chargement, pour ensuite diminuer en raison des pertes par évaporation.
- 3.5.4 Le BST n'est pas au courant de méthodes normalisées visant à échantillonner et à quantifier la teneur en gaz liquéfié ou dissous du pétrole brut des wagons-citernes. Bien que la pratique normalisée ASTM D3700 décrive l'équipement et les façons de procéder pour prélever des échantillons représentatifs de gaz de pétrole liquéfié (GPL) à phase unique⁵⁶, cette pratique ne vise pas les produits hors normes qui contiennent des quantités importantes de gaz dissous, d'eau libre ou d'autres substances à phases séparées, tels les mélanges gaz-liquides bruts ou non traités et les substances connexes. Le même équipement pourrait être utilisé à cette fin, mais il faudrait prendre des précautions supplémentaires pour prélever des échantillons représentatifs.
- 3.5.5 L'arbre d'événements du déversement de pétrole brut de wagons-citernes déraillés peut suivre deux chemins, selon que le déversement s'accompagne ou non d'un allumage immédiat (figure 5). L'allumage se définit comme le déclenchement de la combustion (inflammation); à cette fin, 3 conditions doivent être présentes⁵⁷ :
- la matière doit dégager des quantités suffisantes de vapeurs ou de gaz;
 - les vapeurs ou les gaz doivent être mélangés à une quantité suffisante de comburant (oxygène dans l'air);
 - le mélange air-vapeur doit se trouver à une température suffisamment élevée pour provoquer un auto-allumage (oxydation auto-accélérate), ou il faut fournir une source d'allumage (étincelle, petite flamme ou autre source localisée de chaleur).
- 3.5.6 Dans le cas présent, un grand nombre de wagons-citernes ont subi d'importantes ruptures au cours du déraillement et ont déversé leur contenu très rapidement. Le pétrole brut déversé possédait une pression de vapeur élevée et un point d'éclair bas (<-35° C), de beaucoup inférieur à la température au moment de l'événement (21 °C), indication qu'il était donc facilement inflammable. Le site du déraillement présentait de multiples sources d'allumage, telles que les lignes électriques endommagées, le matériel déraillé, etc. Par conséquent, toutes les conditions nécessaires à un allumage étaient réunies. Quand le rejet prend la forme d'un déversement important accompagné d'un allumage immédiat (figure 5), il en résulte habituellement une boule de feu, dont les dimensions dépendent fortement de l'étendue de la vaporisation instantanée et de l'entraînement liquide qui se produisent au cours du déversement⁵⁸. Cela donne à penser que des matières plus volatiles (dont la pression de vapeur est plus élevée) et des déraillements à grande vitesse (avec impacts plus énergiques et perte de

⁵⁶ ASTM D3700-12 Standard Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder.

⁵⁷ SPFE Handbook of Fire Protection Engineering, 4th Edition (National Fire Protection Association, 2008), Chapter 2-8 Ignition of Liquids.

⁵⁸ Ibid, Chapter 3-10 Fire Hazard Calculations for Large, Open Hydrocarbon Fires.

- chargement) se traduisent par de plus grosses boules de feu. La matière déversée qui ne s'allume pas immédiatement (branche gauche de la figure 5) se répand et s'accumule dans une mare. Cette mare continue de s'agrandir jusqu'à ce qu'une frontière physique soit atteinte ou que la matière s'allume et brûle, donnant ainsi naissance à un feu en nappe.
- 3.5.7 Le pétrole brut de l'événement avait une viscosité semblable à celle d'autres produits de pétrole brut léger non corrosif; on s'attendrait donc à ce qu'il possède des caractéristiques de propagation similaires au cours d'un déversement. La faible viscosité du pétrole brut de l'événement a sans doute contribué à la propagation rapide du déversement et à l'écoulement du pétrole brut dans la ville jusqu'au lac. Ce pétrole était très volatil, comme l'indiquaient son point d'éclair bas et sa pression de vapeur élevée. En résumé, on estime que les grandes quantités de pétrole brut déversé, la rapidité du déversement ainsi que la grande volatilité et la faible viscosité du pétrole ont sans doute été les principaux facteurs contributifs à l'importance de la boule de feu et du feu en nappe.
- 3.5.8 La chaleur de combustion (appelée aussi valeur calorifique) est une mesure de la quantité totale d'énergie qui peut être dégagée quand un combustible brûle jusqu'au bout. Le tableau 12 compare la chaleur de combustion brute obtenue des échantillons de pétrole brut de l'événement avec les valeurs déclarées dans la documentation disponible pour les autres types de combustibles⁵⁹. Les résultats obtenus pour ces échantillons sont semblables à ceux déclarés pour le pétrole brut, l'essence et les carburants diesel, indication que tous ces combustibles dégagent des quantités similaires d'énergie dans des conditions idéales où le combustible est brûlé jusqu'au bout. Cependant, on sait que cela ne se produit jamais dans des feux réels. Même dans des conditions de ventilation illimitée (à l'air libre), les produits de combustion contiennent des composés partiellement oxydés, tels que le monoxyde de carbone, les aldéhydes, les cétones et les particules de suie (carbone); c'est là une indication que l'énergie disponible n'a pas été libérée dans sa totalité⁶⁰.

⁵⁹ Biomass Energy Data Book, Edition 4, Appendix A (U.S. Department of Energy, 2011), <http://cta.ornl.gov/bedb>, site Web consulté le 14 janvier 2014.

⁶⁰ SPFE Handbook of Fire Protection Engineering, 4th Edition (National Fire Protection Association, 2008), Chapter 5-1 Ignition of Liquids.

Tableau 12 : Chaleur de combustion de certains combustibles liquides

| Produit | Chaleur de combustion (MJ/kg) | Densité (kg/m ³) | Référence |
|---|-------------------------------|------------------------------|--------------------------|
| Échantillons de pétrole brut de l'événement | 42,905 à 45,160 | 815,9 à 821,9 | Tableau 8 |
| Pétrole brut | 45,543 | 821,8 | Biomass Energy Data Book |
| Essence ordinaire | 46,536 | 722,8 | |
| Diesel ordinaire | 45,766 | 812,1 | |
| Éthanol | 29,847 | 766,2 | |
| Gaz de pétrole liquéfié | 50,152 | 493,1 | |

3.5.9 Les dangers de rayonnement thermique provenant des feux en nappe d'hydrocarbures dépendent de paramètres comme la composition en hydrocarbures, la taille et la forme de la nappe, la durée de l'incendie, la proximité et les caractéristiques thermiques des objets exposés au feu⁶¹. On fait appel à des méthodes semi-empiriques pour estimer le champ de rayonnement thermique autour d'un incendie. Une telle estimation pour l'incendie de l'événement dépasse le cadre du présent rapport. Cependant, il est question dans la documentation disponible des températures qui sévissent au sein des feux en nappe. Sur une vaste gamme de dimensions de nappe (de 0,1 à 50 mètres de diamètre), on a constaté que les températures maximales moyennes de la flamme, pondérées en fonction du temps, oscillent entre 900 et 1100 °C environ, indépendamment du type de combustible⁶².

4.0 CONCLUSION

- 4.1 Le point d'éclair obtenu pour les échantillons de pétrole brut de l'événement était de beaucoup inférieur à 23 °C, et les PIE déterminés au moyen de la méthode ASTM D86 variaient de 43,9 à 50,0 °C. Par conséquent, le pétrole brut des échantillons satisfaisait clairement aux critères de la réglementation fédérale pour être classé comme liquide inflammable de la classe 3, groupe d'emballage II.
- 4.2 Les échantillons de pétrole brut de l'événement ont donné les résultats suivants : faible densité (815,9 à 821,9 kg/m³), faible teneur totale en soufre (0,096 à 0,117 en % massique), faible viscosité (2,882 à 3,259 cSt à 20 °C), point d'écoulement bas (<-65 °C), point d'éclair bas (<-35°C) et pression de vapeur Reid élevée (62,3 à 66,1 kPa).
- 4.3 Les propriétés du pétrole brut de l'événement étaient compatibles avec celles d'un pétrole brut léger non corrosif, avec une volatilité comparable à celle d'un condensat ou d'une essence.
- 4.4 Rien n'indiquait que les propriétés du pétrole brut de l'événement avaient été modifiées par la contamination provenant des additifs pour liquides de fracturation.

⁶¹ Ibid, Chapter 3-10 Fire Hazard Calculations for Large, Open Hydrocarbon Fires.

⁶² Ibid, page 3-295.

- 4.5 Les échantillons de pétrole brut de l'événement ont été prélevés à la pression atmosphérique, ce qui pourrait porter à sous-estimer la volatilité du pétrole brut en raison de la perte par évaporation de constituants très légers.
- 4.6 Les grandes quantités de pétrole brut déversé, la rapidité du déversement ainsi que la grande volatilité et la faible viscosité du pétrole ont sans doute été les principaux facteurs contributifs à l'importance de la boule de feu et du feu en nappe qui ont suivi le déraillement.
- 4.7 Le pétrole brut de l'événement contenait des concentrations de BTEX comparables aux valeurs typiques déclarées pour les pétroles bruts. Cet état de choses explique pourquoi les concentrations de benzène et d'autres COV détectées sur le site du déraillement étaient bien supérieures aux limites d'exposition.



Figure 1 : Photographie de 2 échantillons représentatifs du pétrole brut de l'événement (NATX310406-C-BOT et NATX310406-C-TOP)

Analyse de distillation

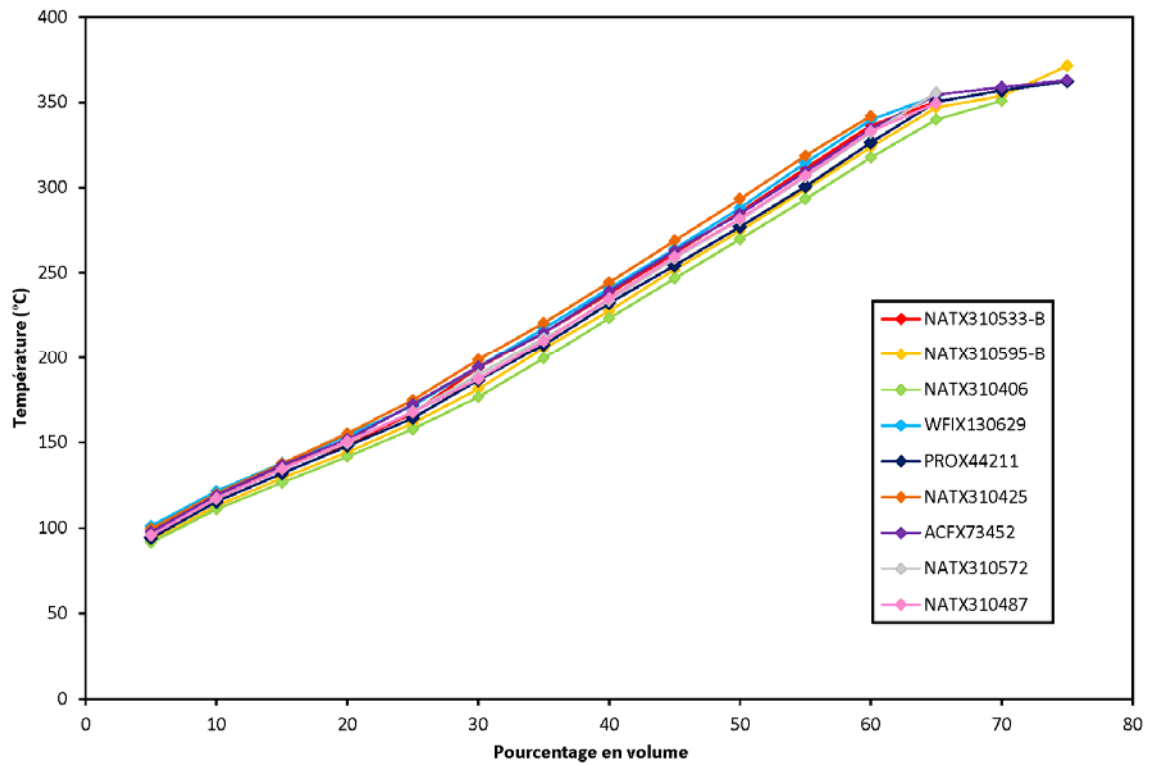


Figure 2 : Distribution du point d'ébullition (ASTM D86) pour 9 échantillons de pétrole brut prélevés sur le train MMM-002 de l'événement

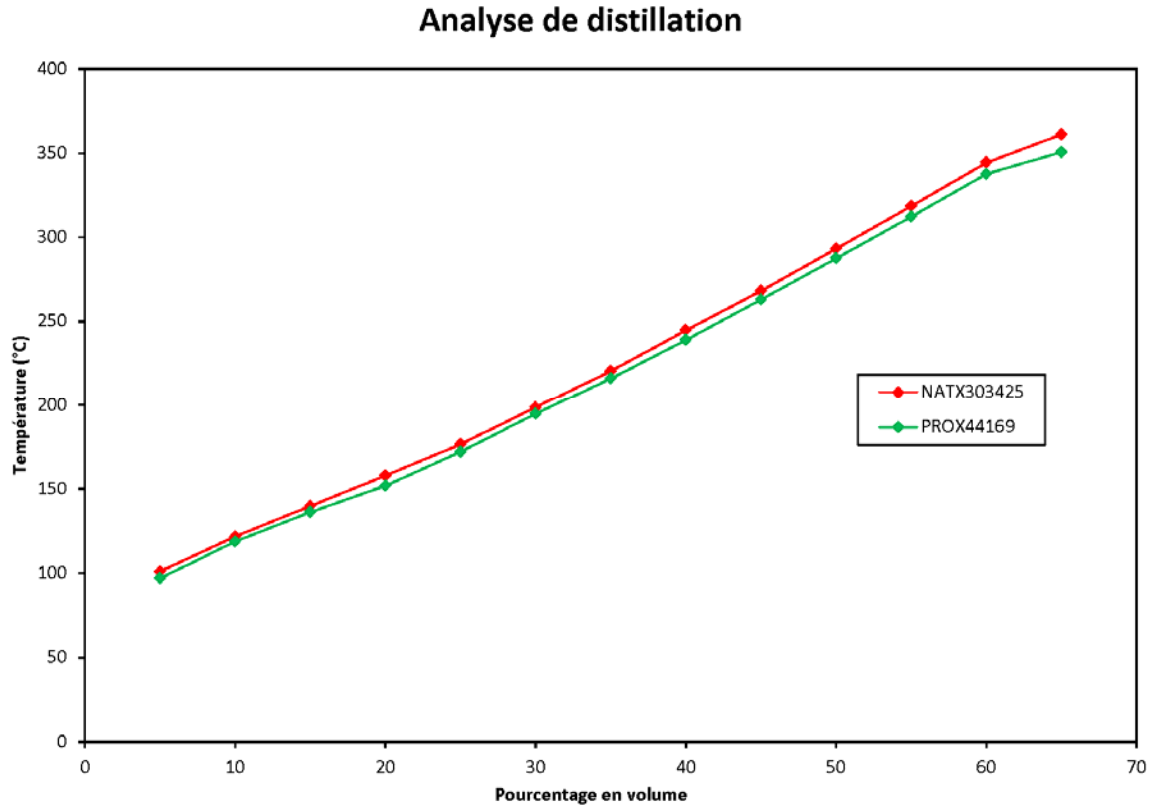


Figure 3 : Distribution du point d'ébullition (ASTM D86) pour 2 échantillons de pétrole brut prélevés sur le train-bloc MMA-874 situé à Farnham (Québec)

Distribution du point d'ébullition

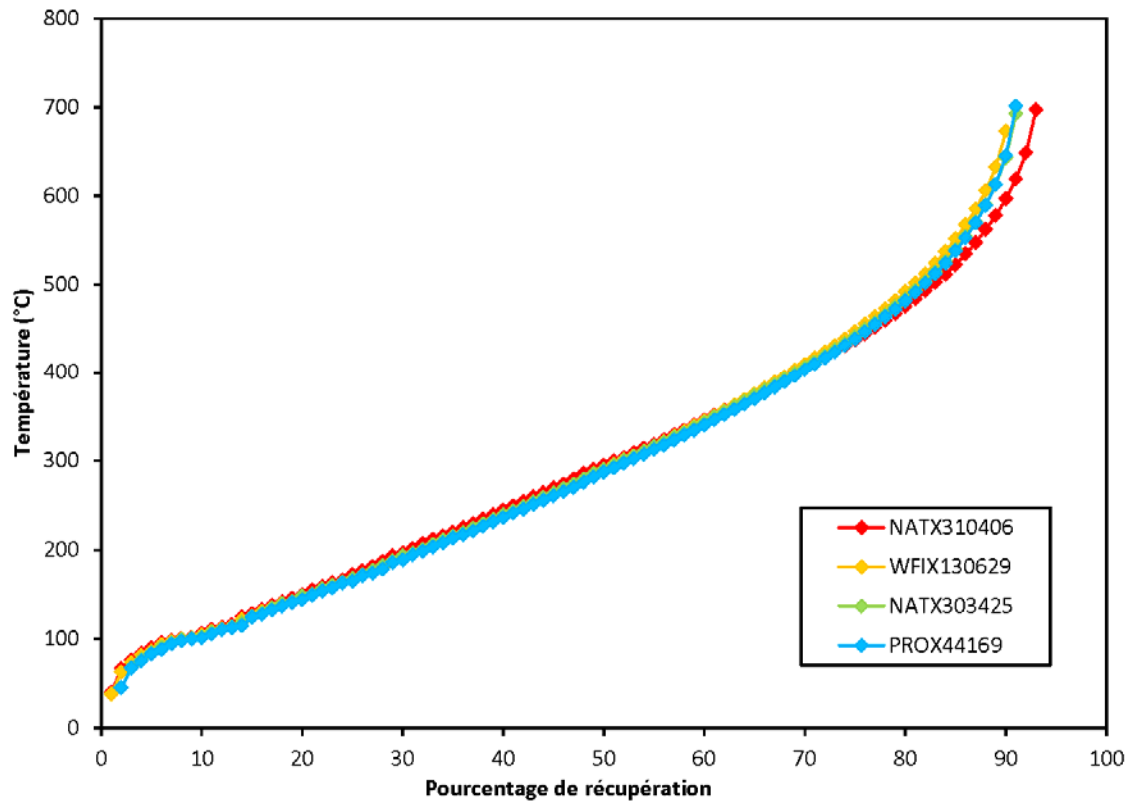


Figure 4 : Distribution du point d'ébullition (ASTM D7169) pour 4 échantillons de pétrole brut prélevés sur le train MMM-002 de l'événement

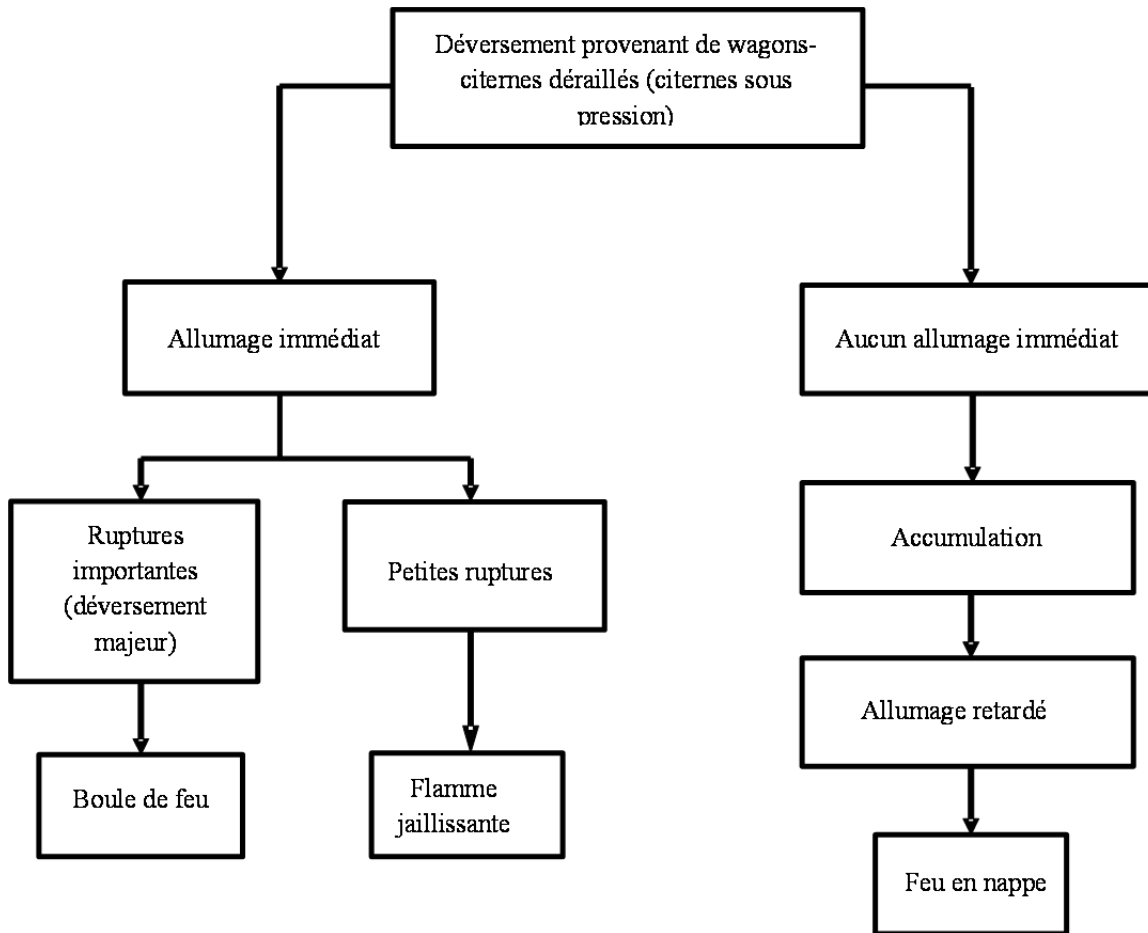


Figure 5 : Arbre d'événements pour le déversement de pétrole brut des wagons-citernes déraillés⁶³

⁶³ Adapté du SPFE Handbook of Fire Protection Engineering, 4th Edition (National Fire Protection Association, 2008), Figure 3-10.1, page 3-272.

Annexe A Rapports analytiques fournis par les laboratoires externes

NOTE: Les rapports dans cette annexe proviennent de laboratoires externes et sont disponibles en anglais seulement.



LABORATORY TEST RESULTS

FILE NUMBER: 52137-2013-2615

COMPANY: Transportation Safety Board of Canada

SAMPLE NAME: NATX 310533 A
 DATE SAMPLED: 26-Jul-13
 SAMPLE DESCRIPTION: Oil

LABORATORY I.D.: 52137-2013-2615-1-342
 DATE RECEIVED: 30-Jul-13

| TEST DESCRIPTION | RESULTS | UNIT OF MEASURE | TEST METHOD | DATE ANALYZED | TECH |
|-----------------------------------|----------------|-----------------------|-------------|---------------|------|
| Pensky-Martens Flash Point | < -5 | °C | ASTM D-93 | 30-Jul-13 | JC |
| Atmospheric Distillation | | °C (AET Corrected) | ASTM D-86 | 30-Jul-13 | SP |
| Initial Boiling Point | 48.0 | | | | |
| 5 % Off | 82.0 | | | | |
| 10 % Off | 101.5 | | | | |
| 15 % Off | 118.0 | | | | |
| 20 % Off | 134.0 | | | | |
| 25 % Off | 150.0 | | | | |
| 30 % Off | 168.0 | | | | |
| 35 % Off | 186.5 | | | | |
| 40 % Off | 204.5 | | | | |
| 45 % Off | 231.5 | | | | |
| 50 % Off | 253.0 | | | | |
| 55 % Off | 274.0 | | | | |
| 60 % Off | 297.0 | | | | |
| 65 % Off | 327.5 | | | | |
| 70 % Off | 351.5 | | | | |
| 75 % Off | 367.5 | | | | |
| 80 % Off | 369.5 | | | | |
| 85 % Off | 372.5 | | | | |
| 90 % Off | 375.5 | | | | |
| Crack Point | 376.5 | | | | |
| Final Boiling Point | 376.5 | | | | |
| Percent Recovery | 94 | | | | |
| Percent Residue | 6 | | | | |
| Percent Loss | 0 | | | | |

CORE LABORATORIES
 2810 - 12th Street N.E.
 CALGARY, ALBERTA T2E 7P7



LABORATORY TEST RESULTS

FILE NUMBER: 52137-2013-2615

COMPANY: Transportation Safety Board of Canada

SAMPLE NAME: NATX 310595 A
 DATE SAMPLED: 26-Jul-13
 SAMPLE DESCRIPTION: Oil

LABORATORY I.D.: 52137-2013-2615-2-343
 DATE RECEIVED: 30-Jul-13

| TEST DESCRIPTION | RESULTS | UNIT OF MEASURE | TEST METHOD | DATE ANALYZED | TECH |
|-----------------------------------|----------------|-----------------------|-------------|---------------|------|
| Pensky-Martens Flash Point | < -5 | °C | ASTM D-93 | 30-Jul-13 | JC |
| Atmospheric Distillation | | °C (AET Corrected) | ASTM D-86 | 30-Jul-13 | SP |
| Initial Boiling Point | 50.0 | | | | |
| 5 % Off | 85.5 | | | | |
| 10 % Off | 105.5 | | | | |
| 15 % Off | 122.5 | | | | |
| 20 % Off | 138.0 | | | | |
| 25 % Off | 154.0 | | | | |
| 30 % Off | 175.0 | | | | |
| 35 % Off | 196.5 | | | | |
| 40 % Off | 217.0 | | | | |
| 45 % Off | 240.5 | | | | |
| 50 % Off | 261.5 | | | | |
| 55 % Off | 286.0 | | | | |
| 60 % Off | 314.5 | | | | |
| 65 % Off | 343.5 | | | | |
| 70 % Off | 361.5 | | | | |
| 75 % Off | 366.5 | | | | |
| 80 % Off | 369.5 | | | | |
| 85 % Off | 373.5 | | | | |
| 90 % Off | 375.5 | | | | |
| Crack Point | 375.5 | | | | |
| Final Boiling Point | 375.5 | | | | |
| Percent Recovery | 93 | | | | |
| Percent Residue | 7 | | | | |
| Percent Loss | 0 | | | | |

CORE LABORATORIES
 2810 - 12th Street N.E.
 CALGARY, ALBERTA T2E 7P7

Report of Analysis

This report may only be reproduced in its entirety

Reported: 25-Sep-2013
Revision: 2013-1

Report To:

Transportation Safety Board of Canada
1901 Research Road
Ottawa, Ontario, K1A 1K8

Attention: Dr. Sylvie Dionne
E-mail: sylvie.dionne@tsb-bst.gc.ca
Fax: 613- 998-5572

Invoice To:

Transportation Safety Board of Canada
1901 Research Road
Ottawa, Ontario K1A 1K8

Attention: Dr. Sylvie Dionne
E-mail:
Fax:

Order Id: FL13_1205
Contract #:
Contract Name:
PO#:

Page 1 of 2

| Lab Sample Number | Client's Reference Matrix; Date Received | Test | Method | Analysis Parameter | Result | Notes |
|-------------------|--|------------|----------|------------------------|--------------|-------|
| FL13_1205-001 | TSB CAR 1 Crude Oil; 02-Aug-2013 | ASTM D3828 | Method B | Corrected Flash Point | <-30.0 °C | 1 |
| | | ASTM D7169 | | Simulated Distillation | See Attached | |
| | | | | | | |
| FL13_1205-002 | TSB CAR 2 Crude Oil; 02-Aug-2013 | ASTM D3828 | Method B | Corrected Flash Point | <-30.0 °C | 1 |
| | | ASTM D7169 | | Simulated Distillation | See Attached | |
| | | | | | | |
| FL13_1205-003 | TSB CAR 3 Crude Oil; 02-Aug-2013 | ASTM D3828 | Method B | Corrected Flash Point | <-30.0 °C | 1 |
| | | ASTM D7169 | | Simulated Distillation | See Attached | |
| | | | | | | |
| FL13_1205-004 | TSB CAR 4 Crude Oil; 02-Aug-2013 | ASTM D3828 | Method B | Corrected Flash Point | <-30.0 °C | 1 |
| | | ASTM D7169 | | Simulated Distillation | See Attached | |
| | | | | | | |

Results relate only to items tested.

Report of Analysis

This report may only be reproduced in its entirety

Reported: 25-Sep-2013
Revision: 2013-1

Report To:

Transportation Safety Board of Canada
1901 Research Road
Ottawa, Ontario, K1A 1K8

Attention: Dr. Sylvie Dionne
E-mail: sylvie.dionne@tsb-bst.gc.ca
Fax: 613- 998-5572

Invoice To:

Transportation Safety Board of Canada
1901 Research Road
Ottawa, Ontario K1A 1K8

Attention: Dr. Sylvie Dionne
E-mail:
Fax:

Order Id: FL13_1205


Contract #:
Contract Name:
PO#:

| Lab Sample Number | Client's Reference Matrix; Date Received | Test | Method | Analysis Parameter | Result | Notes |
|-------------------|--|------|--------|--------------------|--------|-------|
|-------------------|--|------|--------|--------------------|--------|-------|

Remarks and Notes

- The containers for samples TSB CAR 1 and TSB CAR 3 were leaking upon arrival.

Results relate only to items tested.

Approved by: 
 Susan Brown
 Specification Analytical Coordinator

Contact Information
 Portfolio Manager: Dan Wispinski
 Phone: (780) 450-5108
 Email: dan.wispinski@albertainnovates.ca

File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\FL13-1205-001.D\FL13-1205-001_FID1_A.CDF Sep-13, 07:02:34
 Sample: FL13-1205-001 Operator:
 Parameter: HTSD7169

Boiling Point Table (%Off)

ASTM D7169

Carbon (0) Channel

| <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> | <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> | <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> |
|-------------|--------------|-------------|--------------|-------------|--------------|
| IBP | < 36.1 | 39.00 | 234.8 | 77.00 | 444.2 |
| 2.00 | 39.4 | 40.00 | 239.9 | 78.00 | 451.5 |
| 3.00 | 66.5 | 41.00 | 245.0 | 79.00 | 459.2 |
| 4.00 | 75.8 | 42.00 | 249.7 | 80.00 | 467.2 |
| 5.00 | 83.8 | 43.00 | 254.3 | 81.00 | 475.2 |
| 6.00 | 89.6 | 44.00 | 259.6 | 82.00 | 483.7 |
| 7.00 | 95.3 | 45.00 | 264.3 | 83.00 | 492.8 |
| 8.00 | 98.4 | 46.00 | 269.3 | 84.00 | 502.0 |
| 9.00 | 100.4 | 47.00 | 273.9 | 85.00 | 511.6 |
| 10.00 | 101.6 | 48.00 | 279.8 | 86.00 | 522.1 |
| 11.00 | 105.9 | 49.00 | 285.8 | 87.00 | 534.5 |
| 12.00 | 110.6 | 50.00 | 290.1 | 88.00 | 547.3 |
| 13.00 | 113.0 | 51.00 | 295.0 | 89.00 | 562.2 |
| 14.00 | 115.8 | 52.00 | 300.1 | 90.00 | 578.0 |
| 15.00 | 125.0 | 53.00 | 303.8 | 91.00 | 596.8 |
| 16.00 | 128.2 | 54.00 | 309.0 | 92.00 | 619.1 |
| 17.00 | 132.8 | 55.00 | 314.4 | 93.00 | 648.5 |
| 18.00 | 137.6 | 56.00 | 318.4 | 94.00 | 697.3 |
| 19.00 | 141.4 | 57.00 | 324.0 | | |
| 20.00 | 145.4 | 58.00 | 329.6 | | |
| 21.00 | 149.7 | 59.00 | 334.7 | | |
| 22.00 | 155.0 | 60.00 | 340.7 | | |
| 23.00 | 158.5 | 61.00 | 345.9 | | |
| 24.00 | 163.4 | 62.00 | 351.7 | | |
| 25.00 | 166.4 | 63.00 | 357.1 | | |
| 26.00 | 172.1 | 64.00 | 363.1 | | |
| 27.00 | 176.7 | 65.00 | 368.8 | | |
| 28.00 | 181.3 | 66.00 | 374.8 | | |
| 29.00 | 187.2 | 67.00 | 380.8 | | |
| 30.00 | 193.2 | 68.00 | 387.0 | | |
| 31.00 | 196.9 | 69.00 | 393.1 | | |
| 32.00 | 201.6 | 70.00 | 399.6 | | |
| 33.00 | 207.3 | 71.00 | 405.6 | | |
| 34.00 | 212.1 | 72.00 | 412.0 | | |
| 35.00 | 215.8 | 73.00 | 418.0 | | |
| 36.00 | 220.0 | 74.00 | 424.1 | | |
| 37.00 | 225.3 | 75.00 | 430.6 | | |
| 38.00 | 230.0 | 76.00 | 437.2 | | |

Recovery: 94.15 @707.8C
Analysis Area: 1.08194e-01
Detector RF: 5.68108e-08
R.Time Date: 9/23/2013

Start Time: 0.098 min.
Start Signal: 0.000 pA
Sample Amt: 0.2053
R.Factor Date: 9/23/2013

End Time: 28.558 min.
End Signal: 0.000 pA
Solvent Amt: 12.5472

Response Factor: 1.40081e-01
R.Time File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RT-INITR.D\RT-INITR_FID1_A.CDF
R.Factor File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RF-INIT.D\RF-INIT_FID1_A.CDF
Blank File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\BLANK3B.D\BLANK3B_FID1_A.CDF

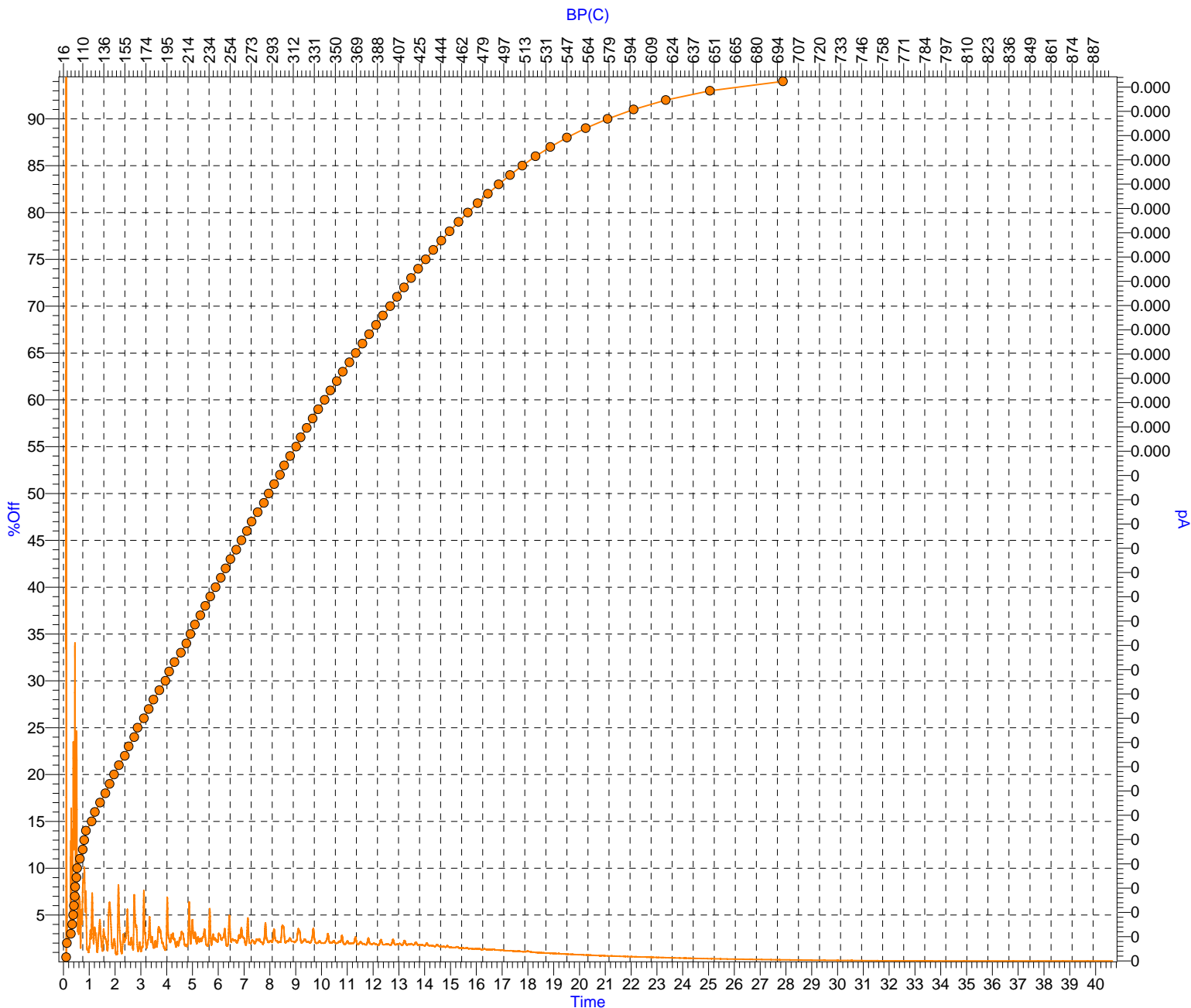
File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\FL13-1205-001.D\FL13-1205-001_FID1_A.CDF
 Sample: FL13-1205-001
 Parameter: HTSD7169

Sep-13, 07:02:34
 Operator:

Distillation Chart

ASTM D7169

Carbon (0) Channel



Recovery: 94.15 @707.8C
Analysis Area: 1.08194e-01
Detector RF: 5.68108e-08
R.Time Date: 9/23/2013

Start Time: 0.098 min.
Start Signal: 0.000 pA
Sample Amt: 0.2053
R.Factor Date: 9/23/2013

End Time: 28.558 min.
End Signal: 0.000 pA
Solvent Amt: 12.5472

Response Factor: 1.40081e-01
R.Time File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RT-INITR.D\RT-INITR_FID1_A.CDF
R.Factor File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RF-INIT.D\RF-INIT_FID1_A.CDF
Blank File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\BLANK3B.D\BLANK3B_FID1_A.CDF

File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\FL13-1205-002.D\FL13-1205-002_FID1_A.CDF Sep-13, 10:02:04
 Sample: FL13-1205-002 Operator:
 Parameter: HTSD7169

Boiling Point Table (%Off)

ASTM D7169

Carbon (0) Channel

| <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> | <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> | <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> |
|-------------|--------------|-------------|--------------|-------------|--------------|
| IBP | < 36.1 | 39.00 | 229.4 | 77.00 | 455.2 |
| 2.00 | 37.9 | 40.00 | 234.4 | 78.00 | 463.9 |
| 3.00 | 62.7 | 41.00 | 239.4 | 79.00 | 472.7 |
| 4.00 | 73.1 | 42.00 | 244.2 | 80.00 | 481.8 |
| 5.00 | 81.4 | 43.00 | 249.0 | 81.00 | 491.8 |
| 6.00 | 86.5 | 44.00 | 253.9 | 82.00 | 501.8 |
| 7.00 | 93.5 | 45.00 | 259.3 | 83.00 | 512.2 |
| 8.00 | 97.0 | 46.00 | 264.0 | 84.00 | 524.1 |
| 9.00 | 99.8 | 47.00 | 269.0 | 85.00 | 537.3 |
| 10.00 | 100.7 | 48.00 | 273.9 | 86.00 | 551.5 |
| 11.00 | 104.3 | 49.00 | 279.8 | 87.00 | 567.5 |
| 12.00 | 108.8 | 50.00 | 285.9 | 88.00 | 585.2 |
| 13.00 | 111.6 | 51.00 | 290.6 | 89.00 | 606.1 |
| 14.00 | 113.9 | 52.00 | 295.6 | 90.00 | 632.8 |
| 15.00 | 122.1 | 53.00 | 301.2 | 91.00 | 673.2 |
| 16.00 | 125.9 | 54.00 | 305.7 | | |
| 17.00 | 130.6 | 55.00 | 311.1 | | |
| 18.00 | 135.3 | 56.00 | 316.2 | | |
| 19.00 | 140.0 | 57.00 | 321.8 | | |
| 20.00 | 141.9 | 58.00 | 327.7 | | |
| 21.00 | 148.5 | 59.00 | 332.8 | | |
| 22.00 | 150.3 | 60.00 | 339.0 | | |
| 23.00 | 156.3 | 61.00 | 344.8 | | |
| 24.00 | 160.1 | 62.00 | 350.7 | | |
| 25.00 | 163.6 | 63.00 | 356.6 | | |
| 26.00 | 167.3 | 64.00 | 363.0 | | |
| 27.00 | 172.1 | 65.00 | 369.1 | | |
| 28.00 | 176.7 | 66.00 | 375.7 | | |
| 29.00 | 181.4 | 67.00 | 382.1 | | |
| 30.00 | 187.0 | 68.00 | 389.0 | | |
| 31.00 | 192.1 | 69.00 | 395.7 | | |
| 32.00 | 196.2 | 70.00 | 402.5 | | |
| 33.00 | 200.8 | 71.00 | 409.6 | | |
| 34.00 | 206.4 | 72.00 | 416.6 | | |
| 35.00 | 210.8 | 73.00 | 423.6 | | |
| 36.00 | 215.1 | 74.00 | 431.0 | | |
| 37.00 | 219.3 | 75.00 | 438.7 | | |
| 38.00 | 224.5 | 76.00 | 446.8 | | |

Recovery: 91.52 @707.8C
Analysis Area: 1.02733e-01
Detector RF: 5.68108e-08
R.Time Date: 9/23/2013

Start Time: 0.099 min.
Start Signal: 0.000 pA
Sample Amt: 0.2033
R.Factor Date: 9/23/2013

End Time: 28.558 min.
End Signal: 0.000 pA
Solvent Amt: 12.7227

Response Factor: 1.40081e-01
R.Time File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RT-INITR.D\RT-INITR_FID1_A.CDF
R.Factor File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RF-INIT.D\RF-INIT_FID1_A.CDF
Blank File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\BLANK4B.D\BLANK4B_FID1_A.CDF

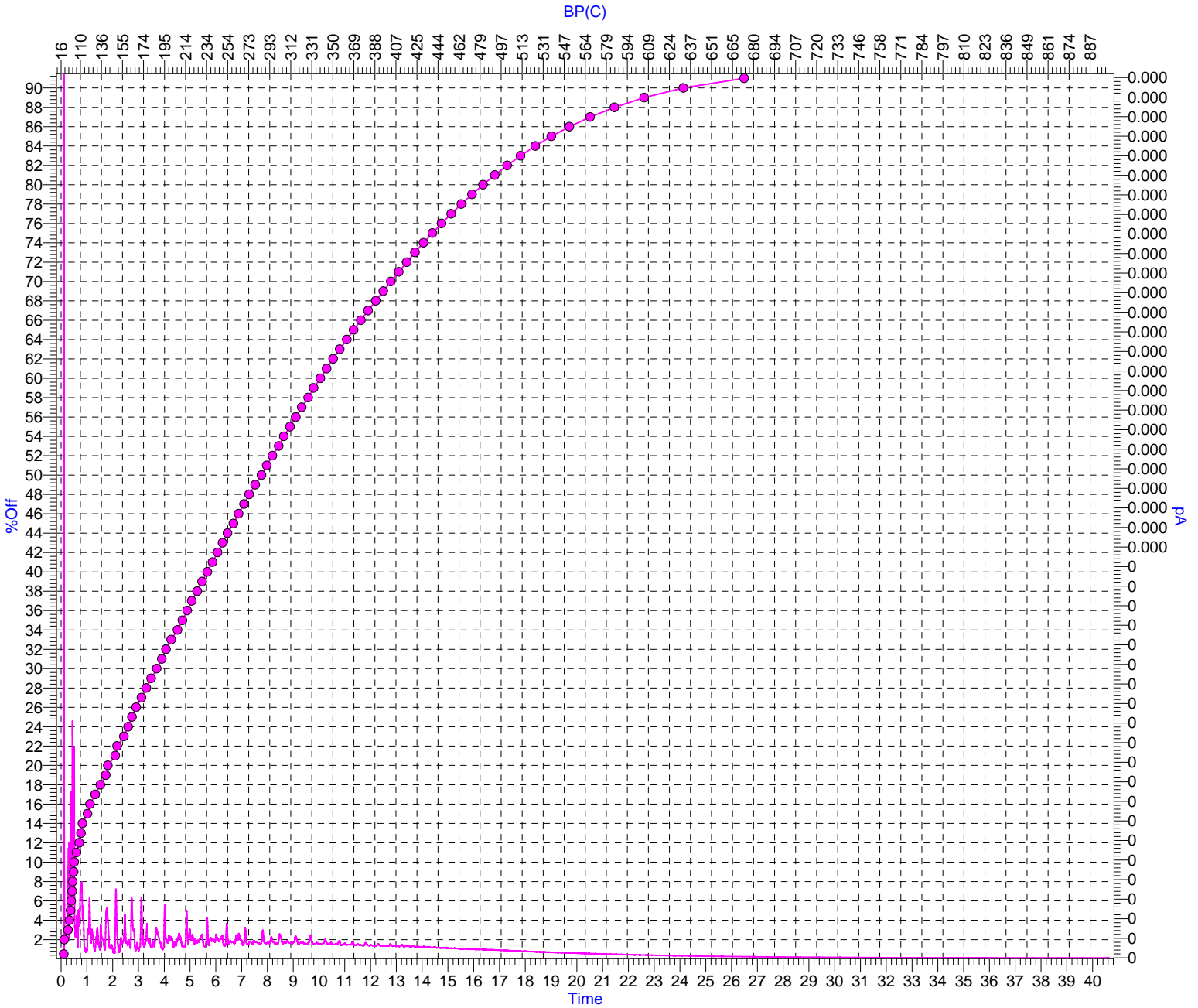
File: O:\SimDDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\FL13-1205-002.D\FL13-1205-002_FID1_A.CDF
 Sample: FL13-1205-002
 Parameter: HTSD7169

Sep-13, 10:02:04
 Operator:

Distillation Chart

ASTM D7169

Carbon (0) Channel



Recovery: 91.52 @707.8C
Analysis Area: 1.02733e-01
Detector RF: 5.68108e-08
R.Time Date: 9/23/2013

Start Time: 0.099 min.
Start Signal: 0.000 pA
Sample Amt: 0.2033
R.Factor Date: 9/23/2013

End Time: 28.558 min.
End Signal: 0.000 pA
Solvent Amt: 12.7227

Response Factor: 1.40081e-01
R.Time File: O:\SimDDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RT-INITR.D\RT-INITR_FID1_A.CDF
R.Factor File: O:\SimDDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RF-INIT.D\RF-INIT_FID1_A.CDF
Blank File: O:\SimDDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\BLANK4B.D\BLANK4B_FID1_A.CDF

File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\FL13-1205-003.D\FL13-1205-003_FID1_A.CDF
Sample: FL13-1205-003
Parameter: HTSD7169

Sep-13, 13:01:55
Operator:

Boiling Point Table (%Off)

ASTM D7169
Carbon (0) Channel

| <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> | <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> | <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> |
|-------------|--------------|-------------|--------------|-------------|--------------|
| IBP | < 36.1 | 40.00 | 234.5 | 78.00 | 457.3 |
| 3.00 | 45.3 | 41.00 | 239.7 | 79.00 | 466.0 |
| 4.00 | 67.7 | 42.00 | 244.3 | 80.00 | 474.5 |
| 5.00 | 77.2 | 43.00 | 249.1 | 81.00 | 483.6 |
| 6.00 | 83.8 | 44.00 | 254.0 | 82.00 | 493.6 |
| 7.00 | 90.5 | 45.00 | 259.4 | 83.00 | 503.5 |
| 8.00 | 95.3 | 46.00 | 264.0 | 84.00 | 514.2 |
| 9.00 | 98.9 | 47.00 | 268.9 | 85.00 | 526.2 |
| 10.00 | 100.4 | 48.00 | 273.9 | 86.00 | 539.5 |
| 11.00 | 102.5 | 49.00 | 279.6 | 87.00 | 554.4 |
| 12.00 | 107.5 | 50.00 | 285.6 | 88.00 | 570.7 |
| 13.00 | 110.9 | 51.00 | 290.3 | 89.00 | 589.8 |
| 14.00 | 113.2 | 52.00 | 295.3 | 90.00 | 612.7 |
| 15.00 | 118.1 | 53.00 | 300.8 | 91.00 | 643.0 |
| 16.00 | 125.5 | 54.00 | 305.4 | 92.00 | 692.8 |
| 17.00 | 129.3 | 55.00 | 310.6 | | |
| 18.00 | 134.4 | 56.00 | 315.8 | | |
| 19.00 | 139.7 | 57.00 | 321.1 | | |
| 20.00 | 141.8 | 58.00 | 326.8 | | |
| 21.00 | 148.4 | 59.00 | 331.8 | | |
| 22.00 | 150.4 | 60.00 | 337.8 | | |
| 23.00 | 156.4 | 61.00 | 343.6 | | |
| 24.00 | 160.4 | 62.00 | 349.2 | | |
| 25.00 | 163.7 | 63.00 | 355.2 | | |
| 26.00 | 168.0 | 64.00 | 361.1 | | |
| 27.00 | 172.3 | 65.00 | 367.2 | | |
| 28.00 | 177.1 | 66.00 | 373.3 | | |
| 29.00 | 182.5 | 67.00 | 379.7 | | |
| 30.00 | 187.4 | 68.00 | 386.0 | | |
| 31.00 | 193.2 | 69.00 | 392.6 | | |
| 32.00 | 196.6 | 70.00 | 399.3 | | |
| 33.00 | 201.1 | 71.00 | 405.9 | | |
| 34.00 | 206.6 | 72.00 | 412.7 | | |
| 35.00 | 211.3 | 73.00 | 419.4 | | |
| 36.00 | 215.3 | 74.00 | 426.4 | | |
| 37.00 | 219.7 | 75.00 | 433.6 | | |
| 38.00 | 224.7 | 76.00 | 441.2 | | |
| 39.00 | 229.6 | 77.00 | 449.1 | | |

Recovery: 92.36 @720.0C
Analysis Area: 1.16473e-01
Detector RF: 5.68108e-08
R.Time Date: 9/23/2013

Start Time: 0.098 min.
Start Signal: 0.000 pA
Sample Amt: 0.2302
R.Factor Date: 9/23/2013

End Time: 29.304 min.
End Signal: 0.000 pA
Solvent Amt: 12.8022

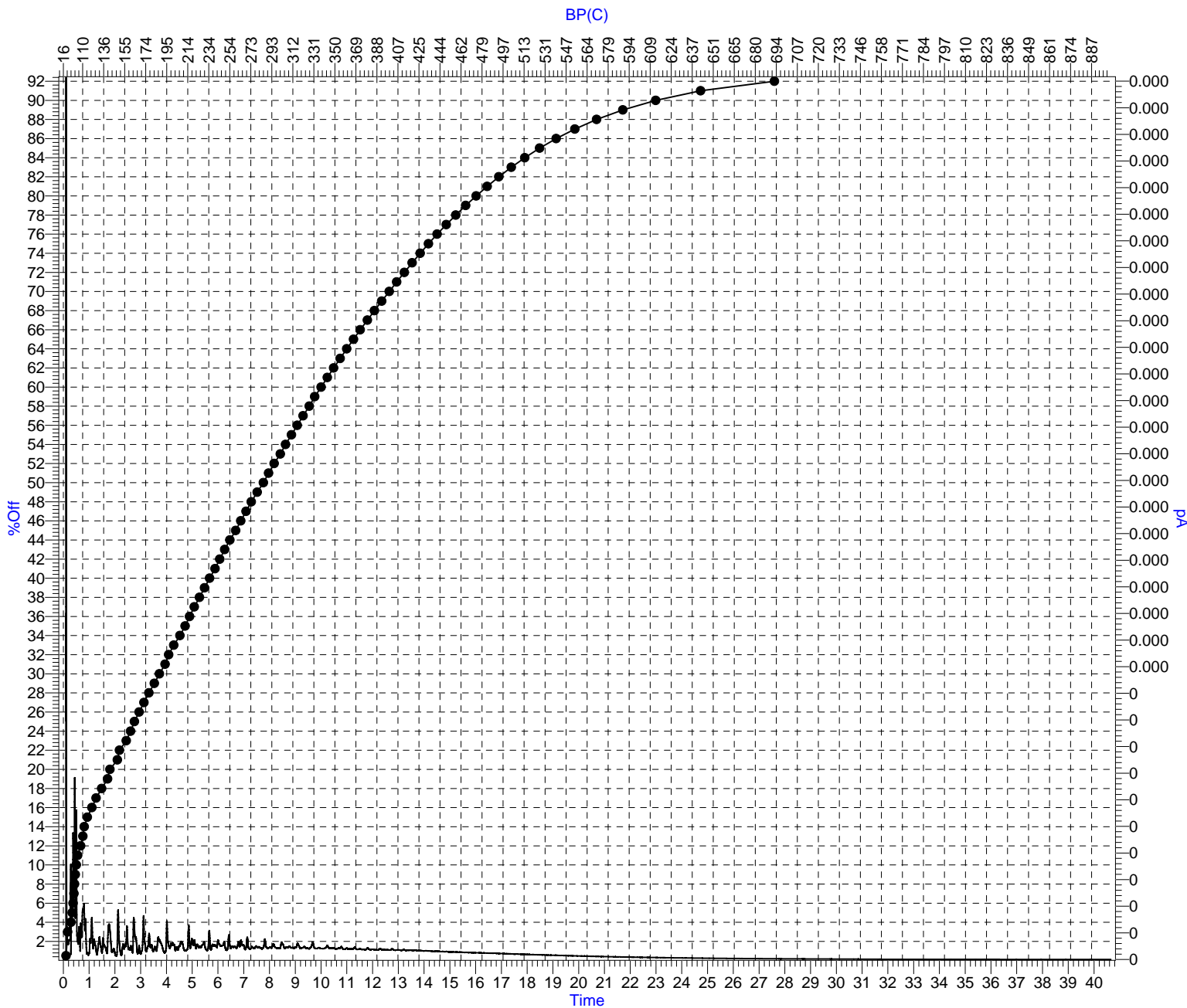
Response Factor: 1.40081e-01
R.Time File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RT-INITR.D\RT-INITR_FID1_A.CDF
R.Factor File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RF-INIT.D\RF-INIT_FID1_A.CDF
Blank File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\BLANK5B.D\BLANK5B_FID1_A.CDF

File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\FL13-1205-003.D\FL13-1205-003_FID1_A.CDF
 Sample: FL13-1205-003
 Parameter: HTSD7169

Distillation Chart

ASTM D7169

Carbon (0) Channel



Recovery: 92.36 @720.0C
Analysis Area: 1.16473e-01
Detector RF: 5.68108e-08
R.Time Date: 9/23/2013

Start Time: 0.098 min.
Start Signal: 0.000 pA
Sample Amt: 0.2302
R.Factor Date: 9/23/2013

End Time: 29.304 min.
End Signal: 0.000 pA
Solvent Amt: 12.8022

Response Factor: 1.40081e-01
R.Time File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RT-INITR.D\RT-INITR_FID1_A.CDF
R.Factor File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RF-INIT.D\RF-INIT_FID1_A.CDF
Blank File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\BLANK5B.D\BLANK5B_FID1_A.CDF

File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\FL13-1205-004.D\FL13-1205-004_FID1_A.CDF Sep-13, 16:01:13
 Sample: FL13-1205-004 Operator:
 Parameter: HTSD7169

Boiling Point Table (%Off)

ASTM D7169

Carbon (0) Channel

| <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> | <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> | <u>%Off</u> | <u>BP(C)</u> |
|-------------|--------------|-------------|--------------|-------------|--------------|
| IBP | < 36.1 | 40.00 | 231.7 | 78.00 | 454.7 |
| 3.00 | 44.9 | 41.00 | 236.4 | 79.00 | 463.3 |
| 4.00 | 67.0 | 42.00 | 241.4 | 80.00 | 472.1 |
| 5.00 | 75.0 | 43.00 | 246.1 | 81.00 | 481.2 |
| 6.00 | 83.0 | 44.00 | 251.4 | 82.00 | 491.2 |
| 7.00 | 88.1 | 45.00 | 255.9 | 83.00 | 501.4 |
| 8.00 | 94.3 | 46.00 | 261.2 | 84.00 | 512.0 |
| 9.00 | 97.6 | 47.00 | 265.4 | 85.00 | 524.1 |
| 10.00 | 100.0 | 48.00 | 270.1 | 86.00 | 537.7 |
| 11.00 | 100.9 | 49.00 | 275.9 | 87.00 | 552.7 |
| 12.00 | 105.4 | 50.00 | 281.6 | 88.00 | 569.6 |
| 13.00 | 110.0 | 51.00 | 287.1 | 89.00 | 589.2 |
| 14.00 | 112.3 | 52.00 | 292.3 | 90.00 | 613.0 |
| 15.00 | 115.0 | 53.00 | 297.2 | 91.00 | 645.4 |
| 16.00 | 124.2 | 54.00 | 302.3 | 92.00 | 701.4 |
| 17.00 | 127.5 | 55.00 | 307.4 | | |
| 18.00 | 132.4 | 56.00 | 312.7 | | |
| 19.00 | 136.9 | 57.00 | 317.5 | | |
| 20.00 | 140.8 | 58.00 | 323.2 | | |
| 21.00 | 144.0 | 59.00 | 329.0 | | |
| 22.00 | 149.1 | 60.00 | 334.3 | | |
| 23.00 | 153.7 | 61.00 | 340.4 | | |
| 24.00 | 157.4 | 62.00 | 346.0 | | |
| 25.00 | 162.8 | 63.00 | 351.9 | | |
| 26.00 | 164.8 | 64.00 | 357.7 | | |
| 27.00 | 171.2 | 65.00 | 363.9 | | |
| 28.00 | 173.6 | 66.00 | 370.0 | | |
| 29.00 | 178.5 | 67.00 | 376.4 | | |
| 30.00 | 185.0 | 68.00 | 382.9 | | |
| 31.00 | 188.8 | 69.00 | 389.6 | | |
| 32.00 | 194.7 | 70.00 | 396.2 | | |
| 33.00 | 198.5 | 71.00 | 402.9 | | |
| 34.00 | 203.2 | 72.00 | 409.8 | | |
| 35.00 | 208.0 | 73.00 | 416.7 | | |
| 36.00 | 213.6 | 74.00 | 423.6 | | |
| 37.00 | 216.9 | 75.00 | 430.8 | | |
| 38.00 | 221.2 | 76.00 | 438.4 | | |
| 39.00 | 226.6 | 77.00 | 446.4 | | |

Recovery: 92.09 @707.8C
Analysis Area: 1.06899e-01
Detector RF: 5.68108e-08
R.Time Date: 9/23/2013

Start Time: 0.098 min.
Start Signal: 0.000 pA
Sample Amt: 0.2096
R.Factor Date: 9/23/2013

End Time: 28.558 min.
End Signal: 0.000 pA
Solvent Amt: 12.6780

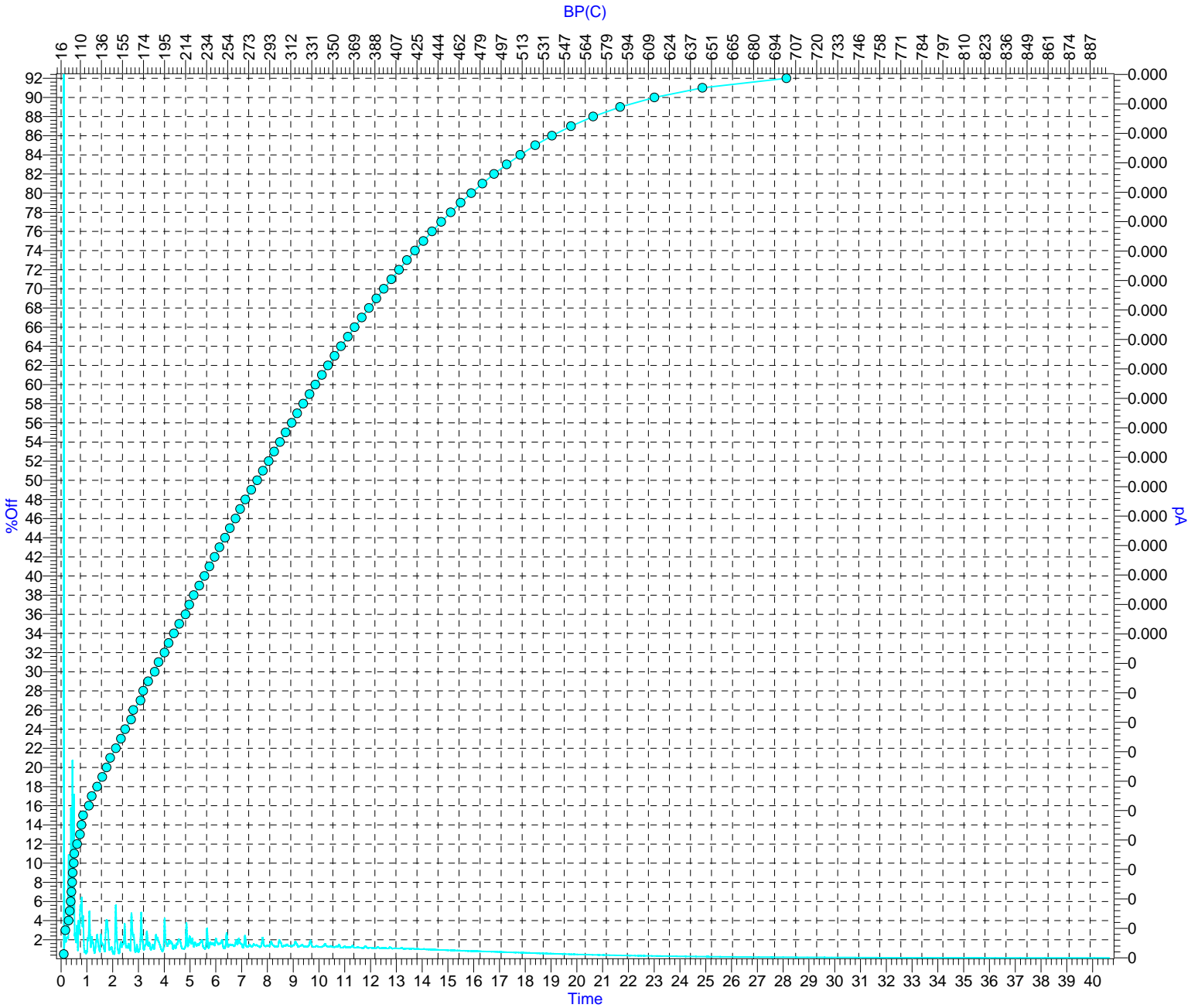
Response Factor: 1.40081e-01
R.Time File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RT-INITR.D\RT-INITR_FID1_A.CDF
R.Factor File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RF-INIT.D\RF-INIT_FID1_A.CDF
Blank File: O:\SimDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\BLANK6B.D\BLANK6B_FID1_A.CDF

File: O:\SimDDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\FL13-1205-004.D\FL13-1205-004_FID1_A.CDF
 Sample: FL13-1205-004
 Parameter: HTSD7169

Distillation Chart

ASTM D7169

Carbon (0) Channel



Recovery: 92.09 @707.8C
Analysis Area: 1.06899e-01
Detector RF: 5.68108e-08
R.Time Date: 9/23/2013

Start Time: 0.098 min.
Start Signal: 0.000 pA
Sample Amt: 0.2096
R.Factor Date: 9/23/2013

End Time: 28.558 min.
End Signal: 0.000 pA
Solvent Amt: 12.6780

Response Factor: 1.40081e-01
R.Time File: O:\SimDDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RT-INITR.D\RT-INITR_FID1_A.CDF
R.Factor File: O:\SimDDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\RF-INIT.D\RF-INIT_FID1_A.CDF
Blank File: O:\SimDDData\HPChem\1\data\FL13-1205F 2013-09-20 17-07-04\BLANK6B.D\BLANK6B_FID1_A.CDF



Attention: SYLVIE DIONNE

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA
OTTAWA
1901 RESEARCH ROAD
OTTAWA , ON
CANADA K1A 1K8

Report Date: 2013/08/16

| Job/Sample | Analysis Type | Well Name/Sample ID | Sample Point |
|-----------------|-------------------------|--|---------------|
| B366426/ HB6491 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | NATX 310533-B |
| B366426/ HB6492 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | NATX 310595-B |
| B366426/ HB6493 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | NATX 310406 |
| B366426/ HB6494 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | WFIX 130629 |
| B366426/ HB6495 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | PROX 44211 |
| B366426/ HB6496 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | NATX 310425 |
| B366426/ HB6497 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | ACFX 73452 |
| B366426/ HB6498 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | NATX 310572 |
| B366426/ HB6499 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | NATX 310487 |
| B366426/ HB6500 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA FARNHAM R13D0054 | NATX 303425 |
| B366426/ HB6501 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA FARNHAM R13D0054 | PROX 44169 |

Encryption Key

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to your Project Manager.

Victoria Martinek, Project Manager
Email: VMartinek@maxxam.ca
Phone# (780) 378-8554

=====
Maxxam has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per section 5.10.2 of ISO/IEC 17025:2005(E), signing the reports.

Report Distribution

0 Reports(B366426)SYLVIE DIONNE TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA 1901 RESEARCH ROAD OTTAWA , CANADA



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B366426:HB6495

| | | | |
|--|-------------------------------------|----------------------------|---|
| <i>MaxxID</i> | <i>Client ID</i> | <i>Meter Number</i> | <i>Laboratory Number</i> |
| TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA | | | |
| <i>Operator Name</i> | | <i>LSD</i> | <i>Well ID</i> |
| TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | | N/A | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANA |
| <i>Well Name</i> | | <i>Initials of Sampler</i> | <i>Sampling Company</i> |
| | | PROX 44211 | GLASS BOTTLE |
| <i>Field or Area</i> | <i>Pool or Zone</i> | <i>Sample Point</i> | <i>Container Identity</i> <i>Percent Full</i> |
| <i>Test Recovery</i> | | <i>Elevations (m)</i> | <i>Sample Gathering Point</i> <i>Solution Gas</i> |
| <i>Test Type</i> | <i>No.</i> <i>Multiple Recovery</i> | From: To: | <i>Well Fluid Status</i> <i>Well Status Mode</i> |
| <i>Production Rates</i> | | <i>Gauge Pressures kPa</i> | <i>Well Status Type</i> <i>Well Type</i> |
| <i>Water m3/d</i> | <i>Oil m3/d</i> <i>Gas 1000m3/d</i> | Source As Received | <i>Gas or Condensate Project</i> <i>Licence No.</i> |
| 2013/07/23 | | 2013/08/01 | 2013/08/16 |
| <i>Date Sampled Start</i> | <i>Date Sampled End</i> | <i>Date Received</i> | <i>Date Reported</i> <i>Date Reissued</i> |
| | | | APC,KMS |
| | | | <i>Analyst</i> |

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|---|--------|------|----------|
| Atmospheric Distillation | | | |
| Distillation Residue | 23.1 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Recovery | 75.9 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Loss | 1.0 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Naptha | 34.1 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Kerosene | 15.2 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Analysis | | | |
| Initial Boiling Point | 48.5 | °C | ASTM D86 |
| 5 Vol Percent | 94.0 | °C | ASTM D86 |
| 10 Vol Percent | 115.4 | °C | ASTM D86 |
| 15 Vol Percent | 132.0 | °C | ASTM D86 |
| 20 Vol Percent | 147.9 | °C | ASTM D86 |
| 25 Vol Percent | 164.3 | °C | ASTM D86 |
| 30 Vol Percent | 186.6 | °C | ASTM D86 |
| 35 Vol Percent | 207.6 | °C | ASTM D86 |
| 40 Vol Percent | 232.2 | °C | ASTM D86 |
| 45 Vol Percent | 254.3 | °C | ASTM D86 |
| 50 Vol Percent | 277.0 | °C | ASTM D86 |
| 55 Vol Percent | 300.6 | °C | ASTM D86 |
| 60 Vol Percent | 326.4 | °C | ASTM D86 |
| 65 Vol Percent | 350.4 | °C | ASTM D86 |
| 70 Vol Percent | 356.9 | °C | ASTM D86 |
| 75 Vol Percent | 362.3 | °C | ASTM D86 |
| Final Boiling Point | 362.4 | °C | ASTM D86 |
| Physical Properties | | | |
| Closed Cup Flash point | <-35 | °C | ASTM D93 |
| ** Information not supplied by client -- data derived from LSD information Results relate only to items tested | | | |

Remarks:
Distillation Corrected to 101.3 kPa



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B366426:HB6498

MaxxiD Client ID Meter Number Laboratory Number

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA

Operator Name LSD Well ID

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 N/A TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANA

Well Name Initials of Sampler Sampling Company

NATX 310572 GLASS BOTTLE

Field or Area Pool or Zone Sample Point Container Identity Percent Full

Test Recovery Interval Elevations (m) Sample Gathering Point Solution Gas

Test Type No. Multiple Recovery From: To: KB GRD Well Fluid Status Well Status Mode

Production Rates Gauge Pressures kPa Temperature °C Well Status Type Well Type
 Water m3/d Oil m3/d Gas 1000m3/d Source As Received Source As Received Gas or Condensate Project Licence No.

2013/07/23 2013/08/01 2013/08/16 2013/08/16 APC,KMS
 Date Sampled Start Date Sampled End Date Received Date Reported Date Reissued Analyst

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|---------------------------------|--------|------|----------|
| Atmospheric Distillation | | | |
| Distillation Residue | 30.3 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Recovery | 68.7 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Loss | 1.0 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Naptha | 33.3 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Kerosene | 15.2 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Analysis | | | |
| Initial Boiling Point | 43.9 | °C | ASTM D86 |
| 5 Vol Percent | 95.7 | °C | ASTM D86 |
| 10 Vol Percent | 117.2 | °C | ASTM D86 |
| 15 Vol Percent | 134.7 | °C | ASTM D86 |
| 20 Vol Percent | 149.9 | °C | ASTM D86 |
| 25 Vol Percent | 168.1 | °C | ASTM D86 |
| 30 Vol Percent | 189.7 | °C | ASTM D86 |
| 35 Vol Percent | 211.6 | °C | ASTM D86 |
| 40 Vol Percent | 233.6 | °C | ASTM D86 |
| 45 Vol Percent | 258.5 | °C | ASTM D86 |
| 50 Vol Percent | 281.0 | °C | ASTM D86 |
| 55 Vol Percent | 306.3 | °C | ASTM D86 |
| 60 Vol Percent | 332.1 | °C | ASTM D86 |
| 65 Vol Percent | 355.7 | °C | ASTM D86 |
| Final Boiling Point | 363.5 | °C | ASTM D86 |
| Physical Properties | | | |
| Closed Cup Flash point | <-35 | °C | ASTM D93 |

** Information not supplied by client -- data derived from LSD information

Results relate only to items tested

Remarks:

Distillation Corrected to 101.3 kPa



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B366426:HB6499

| | | | |
|--|-------------------------|----------------------------|---|
| <i>MaxxiD</i> | <i>Client ID</i> | <i>Meter Number</i> | <i>Laboratory Number</i> |
| TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA | | | |
| <i>Operator Name</i> | | <i>LSD</i> | <i>Well ID</i> |
| TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA R13D0054 | | N/A | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANA |
| <i>Well Name</i> | | <i>Initials of Sampler</i> | <i>Sampling Company</i> |
| | | NATX 310487 | GLASS BOTTLE |
| <i>Field or Area</i> | <i>Pool or Zone</i> | <i>Sample Point</i> | <i>Container Identity</i> <i>Percent Full</i> |
| | | | |
| <i>Test Recovery</i> | | <i>Interval</i> | <i>Elevations (m)</i> |
| <i>Test Type</i> | <i>No.</i> | <i>Multiple Recovery</i> | <i>Sample Gathering Point</i> |
| | | | <i>Well Fluid Status</i> |
| | | | <i>Well Status Mode</i> |
| <i>Production Rates</i> | | <i>Gauge Pressures kPa</i> | <i>Temperature °C</i> |
| <i>Water m3/d</i> | <i>Oil m3/d</i> | <i>Source</i> | <i>Source</i> |
| | | <i>As Received</i> | <i>As Received</i> |
| | | | <i>Well Status Type</i> |
| | | | <i>Well Type</i> |
| | | | <i>Gas or Condensate Project</i> |
| | | | <i>Licence No.</i> |
| 2013/07/23 | 2013/08/01 | 2013/08/16 | 2013/08/16 |
| <i>Date Sampled Start</i> | <i>Date Sampled End</i> | <i>Date Received</i> | <i>Date Reissued</i> |
| | | | APC,KMS |
| | | | <i>Analyst</i> |

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|---|--------|------|----------|
| Atmospheric Distillation | | | |
| Distillation Residue | 31.7 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Recovery | 67.3 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Loss | 1.0 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Naptha | 33.7 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Kerosene | 14.5 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Analysis | | | |
| Initial Boiling Point | 46.3 | °C | ASTM D86 |
| 5 Vol Percent | 95.7 | °C | ASTM D86 |
| 10 Vol Percent | 117.5 | °C | ASTM D86 |
| 15 Vol Percent | 134.4 | °C | ASTM D86 |
| 20 Vol Percent | 150.7 | °C | ASTM D86 |
| 25 Vol Percent | 167.7 | °C | ASTM D86 |
| 30 Vol Percent | 187.4 | °C | ASTM D86 |
| 35 Vol Percent | 209.8 | °C | ASTM D86 |
| 40 Vol Percent | 235.1 | °C | ASTM D86 |
| 45 Vol Percent | 259.6 | °C | ASTM D86 |
| 50 Vol Percent | 281.8 | °C | ASTM D86 |
| 55 Vol Percent | 307.1 | °C | ASTM D86 |
| 60 Vol Percent | 333.1 | °C | ASTM D86 |
| 65 Vol Percent | 349.5 | °C | ASTM D86 |
| Final Boiling Point | 350.3 | °C | ASTM D86 |
| Physical Properties | | | |
| Closed Cup Flash point | <-35 | °C | ASTM D93 |
| ** Information not supplied by client -- data derived from LSD information Results relate only to items tested | | | |

Remarks:
Distillation Corrected to 101.3 kPa



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B366426:HB6500

MaxxID _____ Client ID _____ Meter Number _____ Laboratory Number _____

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA

Operator Name _____ LSD _____ Well ID _____

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA FARNHAM R13D0054 N/A TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANA

Well Name _____ Initials of Sampler _____ Sampling Company _____

Field or Area _____ Pool or Zone _____ Sample Point _____ Container Identity _____ Percent Full _____

NATX 303425 GLASS BOTTLE

Test Recovery _____ Interval _____ Elevations (m) _____ Sample Gathering Point _____ Solution Gas _____

Test Type _____ No. _____ Multiple Recovery _____ From: _____ To: _____ KB _____ GRD _____ Well Fluid Status _____ Well Status Mode _____

Production Rates _____ Gauge Pressures kPa _____ Temperature °C _____ Well Status Type _____ Well Type _____

Water m3/d _____ Oil m3/d _____ Gas 1000m3/d _____ Source _____ As Received _____ Source _____ As Received _____ 23.0 _____ Gas or Condensate Project _____ Licence No. _____

2013/07/25 _____ 2013/08/01 _____ 2013/08/16 _____ 2013/08/16 _____ APC,KMS

Date Sampled Start _____ Date Sampled End _____ Date Received _____ Date Reported _____ Date Reissued _____ Analyst _____

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|---------------------------------|--------|------|----------|
| Atmospheric Distillation | | | |
| Distillation Residue | 33.8 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Recovery | 65.2 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Loss | 1.0 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Naptha | 31.3 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Kerosene | 14.9 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Analysis | | | |
| Initial Boiling Point | 46.2 | °C | ASTM D86 |
| 5 Vol Percent | 101.1 | °C | ASTM D86 |
| 10 Vol Percent | 121.8 | °C | ASTM D86 |
| 15 Vol Percent | 139.9 | °C | ASTM D86 |
| 20 Vol Percent | 157.9 | °C | ASTM D86 |
| 25 Vol Percent | 176.5 | °C | ASTM D86 |
| 30 Vol Percent | 198.5 | °C | ASTM D86 |
| 35 Vol Percent | 220.5 | °C | ASTM D86 |
| 40 Vol Percent | 244.7 | °C | ASTM D86 |
| 45 Vol Percent | 268.2 | °C | ASTM D86 |
| 50 Vol Percent | 293.2 | °C | ASTM D86 |
| 55 Vol Percent | 318.5 | °C | ASTM D86 |
| 60 Vol Percent | 344.4 | °C | ASTM D86 |
| 65 Vol Percent | 361.1 | °C | ASTM D86 |
| Final Boiling Point | 361.1 | °C | ASTM D86 |
| Physical Properties | | | |
| Closed Cup Flash point | <-35 | °C | ASTM D93 |

** Information not supplied by client -- data derived from LSD information

Results relate only to items tested

Remarks:

Distillation Corrected to 101.3 kPa



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B366426:HB6501

MaxxiD Client ID Meter Number Laboratory Number

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA

Operator Name LSD Well ID

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA FARNHAM R13D0054 N/A TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANA

Well Name Initials of Sampler Sampling Company

Field or Area Pool or Zone Sample Point Container Identity Percent Full

PROX 44169 GLASS BOTTLE

Test Recovery Interval Elevations (m) Sample Gathering Point Solution Gas

Test Type No. Multiple Recovery From: To: KB GRD Well Fluid Status Well Status Mode

Production Rates Gauge Pressures kPa Temperature °C Well Status Type Well Type

Water m3/d Oil m3/d Gas 1000m3/d Source As Received Source As Received Gas or Condensate Project Licence No.

2013/07/25 2013/08/01 2013/08/16 2013/08/16 APC,KMS

Date Sampled Start Date Sampled End Date Received Date Reported Date Reissued Analyst

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|---------------------------------|--------|------|----------|
| Atmospheric Distillation | | | |
| Distillation Residue | 32.8 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Recovery | 66.2 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Loss | 1.0 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Naptha | 32.2 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Kerosene | 15.1 | vol% | ASTM D86 |
| Distillation Analysis | | | |
| Initial Boiling Point | 46.3 | °C | ASTM D86 |
| 5 Vol Percent | 97.0 | °C | ASTM D86 |
| 10 Vol Percent | 118.9 | °C | ASTM D86 |
| 15 Vol Percent | 136.3 | °C | ASTM D86 |
| 20 Vol Percent | 151.9 | °C | ASTM D86 |
| 25 Vol Percent | 172.0 | °C | ASTM D86 |
| 30 Vol Percent | 194.7 | °C | ASTM D86 |
| 35 Vol Percent | 216.1 | °C | ASTM D86 |
| 40 Vol Percent | 239.0 | °C | ASTM D86 |
| 45 Vol Percent | 263.0 | °C | ASTM D86 |
| 50 Vol Percent | 287.5 | °C | ASTM D86 |
| 55 Vol Percent | 312.2 | °C | ASTM D86 |
| 60 Vol Percent | 337.6 | °C | ASTM D86 |
| 65 Vol Percent | 350.6 | °C | ASTM D86 |
| Final Boiling Point | 351.0 | °C | ASTM D86 |
| Physical Properties | | | |
| Closed Cup Flash point | <-35 | °C | ASTM D93 |

** Information not supplied by client -- data derived from LSD information

Results relate only to items tested

Remarks:

Distillation Corrected to 101.3 kPa



Attention: WENDY BRYSON

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA
OTTAWA
1901 RESEARCH ROAD
OTTAWA , ON
CANADA K1A 1K8

Report Date: 2013/10/17

| Job/Sample | Analysis Type | Well Name/Sample ID | Sample Point |
|-----------------|-------------------------|-----------------------------|-------------------|
| B391775/ HS9845 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD | NATX 310572-C-TOP |
| B391775/ HS9846 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD | NATX 310572-C-BOT |
| B391775/ HS9847 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD | PROX 44211-C-TOP |
| B391775/ HS9848 | Certificate of Analysis | TRANSPORTATION SAFETY BOARD | PROX 44211-C-BOT |

Encryption Key

Please direct all questions regarding this Certificate of Analysis to your Project Manager.

Victoria Martinek, Project Manager
Email: VMartinek@maxxam.ca
Phone# (780) 378-8554

=====

Maxxam has procedures in place to guard against improper use of the electronic signature and have the required "signatories", as per section 5.10.2 of ISO/IEC 17025:2005(E), signing the reports.

Report Distribution

| | | | | |
|---|-------------------------------|---------------------------------------|--------------------|-----------------|
| 0 | Reports(B391775)WENDY BRYSON | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA | 1901 RESEARCH ROAD | OTTAWA , CANADA |
| 0 | Reports(B391775)SYLVIE DIONNE | TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA | 1901 RESEARCH ROAD | OTTAWA , CANADA |



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B391775:HS9845

MaxxID _____ Client ID _____ Meter Number _____ Laboratory Number _____

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA

Operator Name _____ LSD _____ Well ID _____

TRANSPORTATION SAFETY BOARD _____ N/A _____ TRANSPORTATION SAFETY BOARD _____

Well Name _____ Initials of Sampler _____ Sampling Company _____

Field or Area _____ Pool or Zone _____ NATX 310572-C-TOP _____ GLASS BOTTLE _____

Sample Point _____ Container Identity _____ Percent Full _____

Test Recovery _____ Interval _____ Elevations (m) _____ Sample Gathering Point _____ Solution Gas _____

Test Type _____ No. _____ Multiple Recovery _____ From: _____ To: _____ KB _____ GRD _____ Well Fluid Status _____ Well Status Mode _____

Production Rates _____ Gauge Pressures kPa _____ Temperature °C _____ Well Status Type _____ Well Type _____

Water m3/d _____ Oil m3/d _____ Gas 1000m3/d _____ Source _____ As Received _____ Source _____ As Received _____ 23.0 _____ Gas or Condensate Project _____ Licence No. _____

2013/10/07 _____ 2013/10/17 _____ 2013/10/17 _____ SK1,NH4,KL9,MPW,BS7

Date Sampled Start _____ Date Sampled End _____ Date Received _____ Date Reported _____ Date Reissued _____ Analyst _____

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|-----------------------------------|--------|--------|------------|
| Density Analysis | | | |
| Absolute Density @ 15 °C | 815.9 | kg/m3 | ASTM D5002 |
| Measured Relative Density @ 15 °C | 0.8166 | N/A | ASTM D5002 |
| API Gravity @ 15 °C | 41.8 | N/A | |
| Heat of Combustion | | | |
| Measured Gross Heat of Combustion | 19247 | BTU/lb | ASTM D240 |
| Physical Properties | | | |
| Pour Point | <-65 | °C | ASTM D5853 |
| Reid Vapour Pressure | 66.1 | kPa | ASTM D323A |
| Total Sulphur (S) | 0.096 | mass% | ASTM D4294 |
| Viscosity Analysis | | | |
| Viscosity @ 20°C | 2.882 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 30°C | 2.295 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 10°C | 3.639 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 40°C | 1.910 | cSt | ASTM D7042 |

** Information not supplied by client -- data derived from LSD information

Results relate only to items tested

Remarks:

SAMPLE DATE NOT RECORDED
Viscosity at 10C was extrapolated from 20, 30, 40C.



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B391775:HS9846

MaxxID Client ID Meter Number Laboratory Number

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA

Operator Name LSD Well ID

TRANSPORTATION SAFETY BOARD N/A TRANSPORTATION SAFETY BOARD

Well Name Initials of Sampler Sampling Company

NATX 310572-C-BOT GLASS BOTTLE

Field or Area Pool or Zone Sample Point Container Identity Percent Full

Test Recovery Interval Elevations (m) Sample Gathering Point Solution Gas

Test Type No. Multiple Recovery From: To: KB GRD Well Fluid Status Well Status Mode

Production Rates Gauge Pressures kPa Temperature °C Well Status Type Well Type

Water m3/d Oil m3/d Gas 1000m3/d Source As Received Source As Received Gas or Condensate Project Licence No.

2013/10/07 2013/10/17 2013/10/17 SK1,NH4,KL9,MPW,BS7

Date Sampled Start Date Sampled End Date Received Date Reported Date Reissued Analyst

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|-----------------------------------|--------|--------|------------|
| Density Analysis | | | |
| Absolute Density @ 15 °C | 816.5 | kg/m3 | ASTM D5002 |
| Measured Relative Density @ 15 °C | 0.8172 | N/A | ASTM D5002 |
| API Gravity @ 15 °C | 41.7 | N/A | |
| Heat of Combustion | | | |
| Measured Gross Heat of Combustion | 18445 | BTU/lb | ASTM D240 |
| Physical Properties | | | |
| Pour Point | <-65 | °C | ASTM D5853 |
| Reid Vapour Pressure | 64.3 | kPa | ASTM D323A |
| Total Sulphur (S) | 0.096 | mass% | ASTM D4294 |
| Viscosity Analysis | | | |
| Viscosity @ 20°C | 2.982 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 30°C | 2.467 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 10°C | 3.720 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 40°C | 2.080 | cSt | ASTM D7042 |

** Information not supplied by client -- data derived from LSD information

Results relate only to items tested

Remarks:

SAMPLE DATE NOT RECORDED
Viscosity at 10C was extrapolated from 20, 30, 40C.



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B391775:HS9847

MaxxID Client ID Meter Number Laboratory Number

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA

Operator Name LSD Well ID

TRANSPORTATION SAFETY BOARD N/A TRANSPORTATION SAFETY BOARD

Well Name Initials of Sampler Sampling Company

Field or Area Pool or Zone Sample Point Container Identity Percent Full

PROX 44211-C-TOP GLASS BOTTLE

Test Recovery Interval Elevations (m) Sample Gathering Point Solution Gas

Test Type No. Multiple Recovery From: To: KB GRD Well Fluid Status Well Status Mode

Production Rates Gauge Pressures kPa Temperature °C Well Status Type Well Type

Water m3/d Oil m3/d Gas 1000m3/d Source As Received Source As Received Gas or Condensate Project Licence No.

2013/10/07 2013/10/17 2013/10/17 SK1,NH4,KL9,MPW,BS7
 Date Sampled Start Date Sampled End Date Received Date Reported Date Reissued Analyst

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|-----------------------------------|--------|--------|------------|
| Density Analysis | | | |
| Absolute Density @ 15 °C | 821.9 | kg/m3 | ASTM D5002 |
| Measured Relative Density @ 15 °C | 0.8226 | N/A | ASTM D5002 |
| API Gravity @ 15 °C | 40.5 | N/A | |
| Heat of Combustion | | | |
| Measured Gross Heat of Combustion | 19416 | BTU/lb | ASTM D240 |
| Physical Properties | | | |
| Pour Point | <-65 | °C | ASTM D5853 |
| Reid Vapour Pressure | 62.3 | kPa | ASTM D323A |
| Total Sulphur (S) | 0.117 | mass% | ASTM D4294 |
| Viscosity Analysis | | | |
| Viscosity @ 20°C | 3.259 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 30°C | 2.665 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 10°C | 4.100 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 40°C | 2.230 | cSt | ASTM D7042 |

** Information not supplied by client -- data derived from LSD information

Results relate only to items tested

Remarks:

SAMPLE DATE NOT RECORDED
Viscosity at 10C was extrapolated from 20, 30, 40C.



CERTIFICATE OF ANALYSIS

B391775:HS9848

MaxxID Client ID Meter Number Laboratory Number

TRANSPORTATION SAFETY BOARD OF CANADA

Operator Name LSD Well ID

TRANSPORTATION SAFETY BOARD N/A TRANSPORTATION SAFETY BOARD

Well Name Initials of Sampler Sampling Company

Field or Area Pool or Zone Sample Point Container Identity Percent Full

PROX 44211-C-BOT GLASS BOTTLE

Test Recovery Interval Elevations (m) Sample Gathering Point Solution Gas

Test Type No. Multiple Recovery From: To: KB GRD Well Fluid Status Well Status Mode

Production Rates Gauge Pressures kPa Temperature °C Well Status Type Well Type

Water m3/d Oil m3/d Gas 1000m3/d Source As Received Source As Received Gas or Condensate Project Licence No.

2013/10/07 2013/10/17 2013/10/17 MS7,SK1,KL9,MPW,BS7

Date Sampled Start Date Sampled End Date Received Date Reported Date Reissued Analyst

| PARAMETER DESCRIPTION | Result | unit | Method |
|-----------------------|--------|------|--------|
|-----------------------|--------|------|--------|

Density Analysis

| | | | |
|-----------------------------------|--------|-------|------------|
| Absolute Density @ 15 °C | 821.8 | kg/m3 | ASTM D5002 |
| Measured Relative Density @ 15 °C | 0.8225 | N/A | ASTM D5002 |
| API Gravity @ 15 °C | 40.5 | N/A | |

Heat of Combustion

| | | | |
|-----------------------------------|-------|--------|-----------|
| Measured Gross Heat of Combustion | 19164 | BTU/lb | ASTM D240 |
|-----------------------------------|-------|--------|-----------|

Physical Properties

| | | | |
|----------------------|-------|-------|------------|
| Pour Point | <-65 | °C | ASTM D5853 |
| Reid Vapour Pressure | 62.4 | kPa | ASTM D323A |
| Total Sulphur (S) | 0.117 | mass% | ASTM D4294 |

Viscosity Analysis

| | | | |
|------------------|-------|-----|------------|
| Viscosity @ 20°C | 3.220 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 30°C | 2.548 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 10°C | 4.078 | cSt | ASTM D7042 |
| Viscosity @ 40°C | 2.205 | cSt | ASTM D7042 |

** Information not supplied by client -- data derived from LSD information

Results relate only to items tested

Remarks:

SAMPLE DATE NOT RECORDED
Viscosity at 10C was extrapolated from 20, 30, 40C.



October 11, 2013

Sylvie Dionne
Transportation Safety Board of Canada
1901 Research Road
Ottawa, Ontario
K1A 1K8

**RE: Analytical Report for Transportation Safety Board of Canada Project: N/A
CASSEN Work Order No. 2505040**

Dear Sylvie,

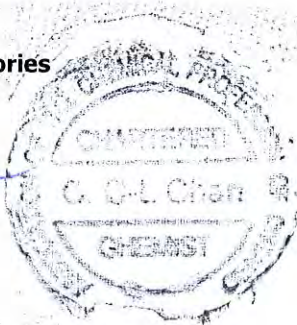
We have completed the analysis of the 4 Bulk Liquid samples that you submitted on October 04, 2013 for the determination of BTEX using gas chromatography mass spectrometry. Results of the analysis are summarized in the attached report, which includes the method description and quality control data.

Sylvie, please feel free to give me a call at (416) 679-9663 should you need any clarification. Thank you for using our services.

Sincerely,

CASSEN Testing Laboratories

Cecilia Chan, M.Sc., C.Chem
Laboratory Director



Determination of Target Analytes in Bulk Liquids, Using Gas Chromatography/Mass Spectrometry

Brief Description of the Method:

The sample was diluted with appropriate solvent then injected directly into a capillary column of GC/MS system for quantification of the target analytes.

CASSEN method #: M.3005.R0

Method Reference:

"Characteristics of Spilled Oils, Fuels, and Petroleum Products: 1. Composition and Properties of Selected Oils", EPA 600/R-03/072, July 2003

Analytical System:

Instrument:

| | |
|---------------|---|
| GC/MS System: | Varian Model CP-3800 Gas Chromatograph coupled with Varian Saturn 2200 MS/MS system |
| Autosampler: | Varian CP 8400 Autosampler |
| Data System: | Varian MS-Workstation Data Review system |
| LIM System: | CAS-LIMS Laboratory Information System |

Sampling Media: Bulk Liquid



CASSEN Testing Laboratories

51 International Blvd., Toronto, Ontario, M9W 6H3
Tel: (416) 679-9663 Fax: (416) 679-9668 Web: www.cassen.ca

Analytical Results

Date: October 10, 2013

Organization: Transportation Safety Board of Canada
Address: 1901 Research Road, Ottawa, Ontario, K1A 1K8
Contact: Sylvie Dionne
Project: N/A

Work Order No.: 2505040
Date Received: October 04, 2013

Analysis Requested: BTEX
CASSEN Method: M.3005.R0
Reference Method: EPA 600/R-03/072
Sampling Media: Bulk Sample
No. of Samples: 4
No. of Blanks: 0

Sample Identification: R13D0054-BTEX-1
Mass (g): 0.8152
Date Sampled: August 07, 2013
Date Analyzed: October 08, 2013

| # | Analyte | CAS | Analytical Results | | |
|---|--------------|-------------|--------------------|--------|-------|
| | | | Total (ug) | (ug/g) | (ppm) |
| 1 | Benzene | 000071-43-2 | 1510 | 1850 | 1850 |
| 2 | Toluene | 000108-88-3 | 2580 | 3170 | 3170 |
| 3 | Ethylbenzene | 000100-41-4 | 693 | 850 | 850 |
| 4 | m/p-Xylene | 000106-42-3 | 2850 | 3500 | 3500 |
| 5 | o-Xylene | 000095-47-6 | 1350 | 1660 | 1660 |

Sample Identification: R13D0054-BTEX-2
Mass (g): 0.8167
Date Sampled: August 07, 2013
Date Analyzed: October 08, 2013

| # | Analyte | CAS | Analytical Results | | |
|---|--------------|-------------|--------------------|--------|-------|
| | | | Total (ug) | (ug/g) | (ppm) |
| 1 | Benzene | 000071-43-2 | 1410 | 1720 | 1720 |
| 2 | Toluene | 000108-88-3 | 2340 | 2870 | 2870 |
| 3 | Ethylbenzene | 000100-41-4 | 627 | 768 | 768 |
| 4 | m/p-Xylene | 000106-42-3 | 2690 | 3300 | 3300 |
| 5 | o-Xylene | 000095-47-6 | 1270 | 1560 | 1560 |

Sample Identification: R13D0054-BTEX-3
Mass (g): 0.8161
Date Sampled: August 07, 2013
Date Analyzed: October 08, 2013

| # | Analyte | CAS | Analytical Results | | |
|---|--------------|-------------|--------------------|--------|-------|
| | | | Total (ug) | (ug/g) | (ppm) |
| 1 | Benzene | 000071-43-2 | 1470 | 1800 | 1800 |
| 2 | Toluene | 000108-88-3 | 2380 | 2920 | 2920 |
| 3 | Ethylbenzene | 000100-41-4 | 644 | 789 | 789 |
| 4 | m/p-Xylene | 000106-42-3 | 2700 | 3310 | 3310 |
| 5 | o-Xylene | 000095-47-6 | 1320 | 1620 | 1620 |

Notes:

- 1) <: Less than the indicated instrument detection limit (IDL).
- 2) N.A.: Information not available or not applicable.
- 3) The results have been lab blank subtracted.
- 4) This **Certificate of Analysis** shall not be reproduced except in full, without written approval of the laboratory. These analytical results pertain only to the samples as received in the laboratory. No responsibility or liability is assumed for the manner in which the results are used.



CASSEN Testing Laboratories

51 International Blvd., Toronto, Ontario, M9W 6H3
Tel: (416) 679-9663 Fax: (416) 679-9668 Web: www.cassen.ca

Analytical Results

Date: October 10, 2013

Organization: Transportation Safety Board of Canada
Address: 1901 Research Road, Ottawa, Ontario, K1A 1K8
Contact: Sylvie Dionne
Project: N/A

Work Order No.: 2505040
Date Received: October 04, 2013

Sample Identification: R13D0054-BTEX-4
Mass (g): 0.8201

Date Sampled: August 07, 2013
Date Analyzed: October 08, 2013

| # | Analyte | CAS | Analytical Results | | |
|---|--------------|-------------|--------------------|--------|-------|
| | | | Total (ug) | (ug/g) | (ppm) |
| 1 | Benzene | 000071-43-2 | 1200 | 1470 | 1470 |
| 2 | Toluene | 000108-88-3 | 2270 | 2770 | 2770 |
| 3 | Ethylbenzene | 000100-41-4 | 699 | 852 | 852 |
| 4 | m/p-Xylene | 000106-42-3 | 2370 | 2890 | 2890 |
| 5 | o-Xylene | 000095-47-6 | 1230 | 1500 | 1500 |

Notes:

- 1) <: Less than the indicated instrument detection limit (IDL).
- 2) N.A.: Information not available or not applicable.
- 3) The results have been lab blank subtracted.
- 4) This *Certificate of Analysis* shall not be reproduced except in full, without written approval of the laboratory. These analytical results pertain only to the samples as received in the laboratory. No responsibility or liability is assumed for the manner in which the results are used.



CASSEN Testing Laboratories

51 International Blvd., Toronto, Ontario, M9W 6H3
Tel: (416) 679-9663 Fax: (416) 679-9668 Web: www.cassen.ca

Analytical Results

Date: October 10, 2013

Organization: Transportation Safety Board of Canada
Address: 1901 Research Road, Ottawa, Ontario, K1A 1K8
Contact: Sylvie Dionne
Project: N/A

Work Order No.: 2505040
Date Received: October 04, 2013

Quality Control Batch #: 12285-153

| # | Analyte | CAS | Uncertainty % | IDL (ug) |
|---|--------------|-------------|---------------|----------|
| 1 | Benzene | 000071-43-2 | 8.91 | 0.00005 |
| 2 | Toluene | 000108-88-3 | 7.80 | 0.00005 |
| 3 | Ethylbenzene | 000100-41-4 | 12.05 | 0.00005 |
| 4 | m/p-Xylene | 000106-42-3 | 11.52 | 0.00005 |
| 5 | o-Xylene | 000095-47-6 | 10.87 | 0.00005 |

Notes:

Analyst:

Matthew Yao, M.Sc., Chemist

Reviewer:

Queenie Yip, B.Sc., C/Chem., Senior Chemist



Notes:

- 1) <: Less than the indicated instrument detection limit (IDL).
- 2) N.A.: Information not available or not applicable.
- 3) The results have been lab blank subtracted.
- 4) This **Certificate of Analysis** shall not be reproduced except in full, without written approval of the laboratory. These analytical results pertain only to the samples as received in the laboratory. No responsibility or liability is assumed for the manner in which the results are used.



CASSEN Testing Laboratories

Division of CASSEN Group Inc.

ANALYTICAL SERVICES REQUEST FORM

51 International Blvd.
Toronto, ON M9W 6H3
Tel: (416) 679-9663
Fax: (416) 679-9668
Toll Free: 1-866-423-3001
Web: www.cassen.ca

FOR CASSEN USE ONLY
CASSEN Work Order No:

2505040

Send Report To:

Check if this is a new address

Company: Transportation Safety Board of Canada
Address: 1901 Research Road
City: Ottawa Province: Ontario
Attention: Sylvie Dionne Postal Code: K1A1K8
Phone: 613-949-3949 Fax: 613-998-5572
Email: Sylvie.Dionne@tsb-bst.gc.ca

Invoice To (if different):

Check if this is a new address

Company: Transportation Safety Board of Canada
Address: 1901 Research Road
City: Ottawa Province: Ontario
Attention: Wendy Bryson Postal Code: K1A1K8
Phone: 613-990-0776 Fax: 613-998-5572
Email: Wendy.Bryson@tsb-bst.gc.ca

Required Turnaround Time

Regular Routine Analysis Turnaround Time (5 Days)*

Open Characterization with Interpretation Requires 8 Days* TAT

Rush Analysis Options (Please Call Ahead)

8 Hours 24 Hours 48 Hours 72 Hours

| Project Name / Number | Sampled By: | P.O. Number: | Sampling Data Sheet Attached |
|---|---------------------------|--------------|--|
| Client Sample Number Description/Identification | Date Sampled (DD/MM/YYYY) | Sample Type | Sample Type |
| R13D0054-BTEX-1 | 07/08/2013 | crude oil | Analysis Requested BTEX using GC/MS |
| R13D0054-BTEX-2 | 07/08/2013 | crude oil | Analysis Requested BTEX using GC/MS |
| R13D0054-BTEX-3 | 07/08/2013 | crude oil | Analysis Requested BTEX using GC/MS |
| R13D0054-BTEX-4 | 07/08/2013 | crude oil | Analysis Requested BTEX using GC/MS |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |
| | | | |

Special Instructions
As discussed with Cecilia Chan, we require a detection limit of 0.1 ppm (benzene) and 1 ppm (toluene, ethyl benzene, m,p,o-xylene).

| CHAIN OF CUSTODY | Print Name | Signature | Date (DD/MM/YYYY) | Time | Sample Condition Upon Receipt |
|------------------|---------------|--------------------|-------------------|---------|--|
| Relinquished by: | John Ferguson | <i>[Signature]</i> | 04/10/13 | 9:30 AM | <input checked="" type="checkbox"/> Acceptable |
| Received by Lab: | C. Resutco | <i>[Signature]</i> | 04/10/13 | 9:30 AM | <input type="checkbox"/> Other (Explain Below) |

Sample Condition Additional Comments:

* Working days only, please consult the laboratory regarding workload. Samples received after 3:00PM will be treated as next day's samples. CASSEN's terms and conditions form a part of this contract for services. (See forms section of our website)