 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	C10-1	2002-04-10
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre			Amendment number- Numéro de la modification
Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-10 DÉTERMINATION DE LA QUANTITÉ DE PLOMB ET DE CADMIUM LESSIVABLE DANS LES PRODUITS CÉRAMIQUES ÉMAILLÉS ET LES PRODUITS DE VERRE			30

1 PORTÉE


- 1.1 Cette méthode décrit une marche à suivre générale utilisée pour déterminer la quantité de plomb et de cadmium libérée des produits céramiques émaillés et des produits de verre visés à l'article 20.1 de la partie II de l'annexe I de la *Loi sur les produits dangereux* (LPD).
- 1.2 Cette méthode a été rédigée à partir du Règlement sur les produits dangereux à des fins d'efficacité de procédure seulement. Pour les besoins d'ordre juridique, l'analyste doit se reporter à la marche à suivre décrite dans le *Règlement sur les produits dangereux (produits céramiques émaillés et produits de verre)*.
- 1.3 Lorsqu'il est précisé que l'on doit analyser le bord et le rebord d'un verre ou d'un produit céramique ayant une décoration extérieure à moins de 200 mm du rebord, la procédure décrite dans la méthode d'essai normalisée C927 de l'ASTM doit être utilisée (document 1, ci-joint), avec les exceptions mentionnées à la section 6.3.

2 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE

- 2.1 Méthode d'essai normalisée C738 - 81 (réapprouvée en 1988).
- 2.2 Méthode d'essai normalisée C927 - 80 (réapprouvée en 1993).
- 2.3 LPD, Règlement sur les produits dangereux (produits céramiques émaillés et produits de verre), DORS 98-175.
- 2.4 Norme internationale ISO 6486/1-1981 (E).
- 2.5 DSLES, rapport de projet 93-0381 (janvier 1994).
- 2.6 DSLES, rapport de projet 2001-0645 (avril 2002).
- 2.7 MON Varian AA 220 FS AAS (partie B).

3 DÉFINITIONS

- 3.1 *Tasse* : Un article creux d'une capacité inférieure à 1,1 litre qui est utilisé pour consommer des liquides.
- 3.2 *Plat* : Un produit dont la profondeur interne, mesurée dans un plan vertical à partir du point intérieur le plus bas, jusqu'au plan horizontal qui contient le point de débordement, est inférieure ou égale à 25 mm.
- 3.3 *Article creux* : Un produit dont la profondeur interne, mesurée dans un plan vertical à partir du point intérieur le plus bas, jusqu'au plan horizontal qui contient le point de débordement, est supérieure à 25 mm.
- 3.4 *Grand article creux* : Un article creux dont la capacité est égale ou supérieure à 1,1 litre.
- 3.5 *Cruche* : Un vaisseau creux d'une capacité de 1,1 litre ou plus qui est utilisé communément pour entreposer et distribuer des liquides. Cette catégorie ne comprend néanmoins pas les crémiers, les cafetières ou les théières.
- 3.6 *Petit article creux* : Un article creux d'une capacité inférieure à 1,1 litre.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	C10-2	2002-04-10
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-10 DÉTERMINATION DE LA QUANTITÉ DE PLOMB ET DE CADMIUM LESSIVABLE DANS LES PRODUITS CÉRAMIQUES ÉMAILLÉS ET LES PRODUITS DE VERRE			Amendment number- Numéro de la modification 30

4 RÉACTIFS ET APPAREILS

- 4.1 Une règle d'une précision de $\pm 0,5$ mm.
- 4.2 Bécher en nalgene de 100 mL (ou un contenant approprié).
- 4.3 Paper filtre Whatman 40.
- 4.4 Une solution d'acide acétique (CH_3COOH), 4 % (volume/volume) : Préparer suffisamment de solution d'acide acétique (4 ml d'acide acétique glacial par 100 ml d'eau distillée, 4+96 par volume) pour remplir tous les échantillons, et pour préparer une série de solutions étalons et une solution témoin.
- 4.5 Un spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA) ou un autre instrument analytique pouvant détecter i) le plomb à une concentration de 0,1 mg/l ou moins, et ii) le cadmium à une concentration de 0,02 mg/l ou moins.
- 4.6 Une solution étalon de référence certifiée de cadmium (Cd) de concentration connue, p. ex. 1000 mg/l.
- 4.7 Une solution étalon de référence certifiée de plomb (Pb) de concentration connue, p. ex. 1000 mg/l.
- 4.8 Une solution diluée de détergent non acide : Préparer une solution composée de 2 à 3 ml d'un détergent pour vaisselle non acide convenable (*Note 1*) par litre d'eau tiède du robinet.
- 4.9 Des contenants de laboratoire chimiquement inertes de grandeur convenable (1,25 à 2 fois le diamètre des récipients), dans lesquels on peut retourner les récipients à boire (essai du bord et du rebord seulement).
- 4.10 Des couvercles opaques et inertes pour les échantillons ou les contenants mentionnés ci-dessus.
- 4.11 Des bouteilles de prélèvement propres en plastique, qui ne contamineront pas les échantillons (ou lavées à l'acide : Laisser tremper jusqu'au lendemain dans une solution d'HCl 0,75 M et d' HNO_3 0,25 M. Rincer avec de l'eau distillée et laisser sécher à l'air.)

5 ÉCHANTILLONNAGE


- 5.1 La méthode nécessite un échantillon composé de six spécimens identiques du produit pour l'essai de la surface de contact des aliments et un autre échantillon de six spécimens identiques pour l'essai du bord et du rebord.

6 MARCHE À SUIVRE

6.1 Identification et étiquetage d'avertissement des produits décoratifs

- 6.1.1 Noter si le produit comporte une caractéristique nominale comme un trou, un crochet ou une autre caractéristique qui indique qu'il s'agit d'un article décoratif.

Note 1: Le savon à vaisselle liquide Sunlight®, un produit et marque de commerce de la société Lever, Toronto (Ontario) M4M 1B6, convient bien à cette analyse.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C10-3	Effective En vigueur 2002-04-10
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-10 DÉTERMINATION DE LA QUANTITÉ DE PLOMB ET DE CADMIUM LESSIVABLE DANS LES PRODUITS CÉRAMIQUES ÉMAILLÉS ET LES PRODUITS DE VERRE			Amendment number- Numéro de la modification 30

- 6.1.2 Noter précisément le contenu de toutes les étiquettes d'avertissement apposées sur le produit (incluant le texte anglais et/ou français, en notant si l'écriture est composée entièrement de lettres majuscules). Mesurer et noter la hauteur des lettres majuscules du texte (en millimètres).
- 6.1.3 Indiquer si on peut facilement enlever l'étiquette avec l'ongle, afin d'évaluer la permanence de l'étiquette d'avertissement.

6.2 Surface de contact des aliments


- 6.2.1 Laver soigneusement l'échantillon à la main avec une solution diluée de détergent non abrasive et non acide, en prenant soin de ne pas écorcher la surface que l'on veut analyser. Rincer avec de l'eau du robinet et ensuite avec de l'eau distillée, puis laisser sécher à l'air.
- 6.2.2 Mesurer et noter la profondeur interne de tout plat ou bol dans le plan vertical, à partir du point intérieur le plus bas, jusqu'au plan horizontal qui contient le point de débordement.
- 6.2.3 Remplir l'article à analyser jusqu'à 5 mm du point de débordement (distance mesurée le long de la surface de l'échantillon à partir du rebord, et non dans le plan vertical) avec une solution d'acide acétique (CH_3COOH) à 4 % (v/v) à une température de $22 \pm 2^\circ\text{C}$. Mesurer et noter le volume de la solution d'acide acétique utilisée.
- 6.2.4 Couvrir avec un couvercle de matière inerte et opaque afin d'empêcher l'évaporation de la solution. Laisser reposer la solution dans l'obscurité totale (*Note 2*) pendant une période de 24 heures \pm 10 minutes à la température de la pièce ($22 \pm 2^\circ\text{C}$).
- 6.2.5 Après la période d'extraction de 24 heures, bien mélanger la solution d'extraction afin de s'assurer qu'elle est homogène, en prenant soin de ne pas user la surface de l'échantillon par le frottement.
- 6.2.6 Transférer un aliquot de la solution dans une bouteille de prélèvement. La solution doit être analysée dans un délai de 8 heures.

6.3 Bord et rebord

La méthode suivante est reproduite essentiellement de la Gazette du Canada partie II, vol. 132, no. 7, 1^{er} avril 1998, et est basée sur la norme C927-80 (1993) de l'ASTM mais diffère de cette dernière comme suit :

La **distance** mesurée le long de la surface intérieure du vaisseau à partir du rebord, afin d'établir le volume interne, est de **5 mm** (et non de 7 mm).

Note 2: Comme alternative, si aucun couvercle opaque n'est disponible, couvrir le produit d'un matériau opaque convenable afin d'empêcher d'exposer le produit à la lumière. On a trouvé que la quantité de cadmium libérée dans la solution dépend de la présence de la lumière pendant le procédé de lessivage. On peut toutefois omettre cette étape lorsqu'il s'agit de l'analyse du plomb lessivable seulement.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	C10-4	2002-04-10
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre			Amendment number- Numéro de la modification
Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-10 DÉTERMINATION DE LA QUANTITÉ DE PLOMB ET DE CADMIUM LESSIVABLE DANS LES PRODUITS CÉRAMIQUES ÉMAILLÉS ET LES PRODUITS DE VERRE			30

- 6.3.1 Laver soigneusement le récipient à boire à la main avec une solution diluée de détergent non abrasive et non acide, en prenant soin de ne pas écorcher la surface que l'on veut analyser. Rincer avec de l'eau du robinet (*Note 3*), ensuite rincer avec de l'eau distillée, puis laisser sécher à l'air.
- 6.3.2 Mesurer le volume interne du récipient à boire en millilitres en le remplissant d'eau jusqu'à 5 mm du point de débordement (*Note 4*), noter le volume interne (V_2) et jeter l'eau; rincer avec de l'eau distillée et laisser sécher à l'air si on a utilisé de l'eau du robinet pour mesurer le volume.
- 6.3.3 Retourner le récipient à boire dans un contenant de laboratoire convenable dont le diamètre est au moins 1,25 et au plus 2 fois le diamètre extérieur du spécimen à analyser, mesuré au rebord.
- 6.3.4 Ajouter au contenant de laboratoire suffisamment de la solution d'extraction d'acide acétique 4 % (volume/volume) dans l'eau pour recouvrir le récipient à boire jusqu'à 20 mm du rebord, et noter le volume de solution d'extraction utilisée (V_1).
- 6.3.5 Couvrir le contenant de laboratoire avec un couvercle de matière inerte et opaque (*Note 2*) et laisser reposer la solution pendant 24 heures \pm 10 minutes à une température de $22 \pm 2^\circ\text{C}$.
- 6.3.6 Retirer le récipient à boire et mélanger la solution d'extraction afin de s'assurer qu'elle est homogène.
- 6.3.7 Prendre un aliquot de la solution d'extraction et la mettre dans une bouteille d'échantillonnage. La solution doit être analysée dans un délai de 8 heures.


7 ANALYSE

- 7.1 Préparer une série d'au moins trois solutions étalons de travail de plomb et de cadmium, de concentrations appropriées, en diluant au besoin les solutions de référence certifiées de Pb et de Cd (p. ex. 1000 mg/l) avec la même solution mère d'acide acétique (CH_3COOH) 4 % (v/v) que l'on a utilisé pour faire l'extraction. Préparer une solution témoin avec la même solution mère d'acide acétique 4 % (v/v).
- 7.2 Utiliser une méthode analytique qui permet de détecter les concentrations de plomb et de cadmium suivantes :
 - i) le plomb à 0,1 mg/l ou moins;
 - ii) le cadmium à 0,02 mg/l ou moins.

Mesurer l'absorbance des solutions étalons et de la solution de lessivage de l'échantillon, préparées selon les directives des alinéas 6.2 ou 6.3, à l'aide du spectrophotomètre

Note 3: Il peut s'avérer commode de mesurer le volume à ce stade-ci, tel que décrit à l'étape suivante, à l'aide de l'eau du robinet, avant de rincer à l'eau distillée.

Note 4: On doit mesurer la distance de 5 mm le long de la surface de l'article à l'essai, à partir du rebord, et non dans le plan vertical.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C10-5	Effective En vigueur 2002-04-10
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-10 DÉTERMINATION DE LA QUANTITÉ DE PLOMB ET DE CADMIUM LESSIVABLE DANS LES PRODUITS CÉRAMIQUES ÉMAILLÉS ET LES PRODUITS DE VERRE			Amendment number- Numéro de la modification 30

d'absorption atomique, utilisé en mode de flamme ou en mode de four au graphite, à une longueur d'onde de 217,0 nm ou de 283,3 nm pour le plomb, et de 228,8 nm pour le cadmium, en suivant les indications du fabricant de l'instrument (*Note 5*). Pour chaque élément, préparer une courbe d'étalonnage de l'absorbance en fonction de la concentration, à l'aide des solutions étalons de travail de plomb et de cadmium dans la gamme appropriée. Déterminer la teneur en plomb et en cadmium dans la solution d'échantillon. Déterminer la teneur en plomb et en cadmium de la solution témoin et soustraire cette ou ces valeurs, s'il y a lieu, de la teneur en plomb et en cadmium de l'échantillon. Si nécessaire, diluer la solution de lessivage de l'échantillon avec de l'acide acétique (CH₃COOH) 4 % (v/v) par un facteur approprié pour s'assurer que les mesures demeurent dans la gamme dynamique linéaire de l'instrument.

- 7.3 Se reporter au MON d'instruments, dans la partie B, pour connaître le fonctionnement et l'entretien des instruments.

8 COMPTE RENDU

- 8.1 Indiquer si le produit possède un élément qui le caractérise comme étant un article décoratif.
- 8.2 Indiquer si le produit a une étiquette d'avertissement, et noter son contenu précis en anglais et en français, la hauteur des lettres majuscules et si l'étiquette s'enlevait facilement.
- 8.3 Inclure une photo du produit dans le rapport. Inclure d'autres photos au besoin pour indiquer toutes les étiquettes d'avertissement, les trous, les crochets ou tout autre élément qui caractérise le produit comme étant un article décoratif.
- 8.4 Lorsque l'analyse démontre que l'échantillon ne contient pas de plomb ou de cadmium, ce fait doit être noté en indiquant une teneur en plomb ou en cadmium inférieure ou égale au seuil de détection de la méthode d'analyse utilisée, ou égale à la limite précisée à la section 11 du présent document.
- 8.5 **Surface de contact des aliments**
- 8.5.1 Pour chaque article analysé, indiquer la quantité de plomb et de cadmium métallique mesurée directement dans la solution de lessivage de l'échantillon en milligrammes par litre.
- 8.5.2 Si applicable, les résultats des analyses doivent être présentés selon le format suivant :

Note 5: On peut utiliser d'autres techniques de mesure instrumentales, comme la SM-PHF ou la SÉA-PHF, pour faire cette analyse.



N° d'échantillon	N° de spécimen	Catégorie de produit [†]	Volume (ml)	[Pb] _{lessivable} (mg/l) ^{††}	[Cd] _{lessivable} (mg/l)
999990	1	<i>petit article creux</i>	450	xx,x	x,xx
999990	2...	<i>petit article creux...</i>	460...	xx,x	x,xx
999990	6	<i>petit article creux</i>	455	xx,x	x,xx

† Catégorie de produit = "tasse", "plat", "petit article creux", "grand article creux" ou "cruche" selon les définitions présentées à la section 3.

†† 1 ppm = 1 mg/l

8.6 Bord et rebord

8.6.1 Indiquer les quantités de plomb et de cadmium, exprimées en milligrammes par litre de solution d'extraction, par rapport au volume interne du récipient à boire comme suit :

$$A = \frac{C \times V_1}{V_2}$$


où

C est la concentration de plomb ou de cadmium en mg/l dans la solution d'extraction;

V₁ est le volume en millilitres de la solution d'extraction utilisée;

V₂ est le volume interne du récipient à boire en millilitres.


N° d'échantillon	N° de spécimen	Vol. de la solution de lessivage V ₁ (ml)	Volume interne V ₂ (ml)	[Cd] dans les eaux de lessivage C _{Cd} (mg/l)	[Cd] par rapport au vol. int. A _{Cd} (mg/l)	[Pb] dans les eaux de lessivage C _{Pb} (mg/l)	[Pb] par rapport au vol. int. A _{Pb} (mg/l)
999991	1	193	164	c,cc	a,aa	cc,c	aa,a
999991	2...	211	164
999991	6	196	168	c,cc	a,aa	cc,c	aa,a

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	C10-7	2002-04-10
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-10 DÉTERMINATION DE LA QUANTITÉ DE PLOMB ET DE CADMIUM LESSIVABLE DANS LES PRODUITS CÉRAMIQUES ÉMAILLÉS ET LES PRODUITS DE VERRE			Amendment number- Numéro de la modification 30

9 PROCÉDURES DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

- 9.1 Les procédures de contrôle de la qualité doivent être effectuées en même temps que l'analyse de l'échantillon afin de s'assurer que les instruments disponibles fonctionnent correctement et que l'exactitude et la précision des mesures analytiques respectent les prescriptions de la méthode.
- 9.2 Le SAA doit être vérifié conformément aux directives suivantes pour s'assurer qu'il fonctionne correctement et normalement :
- 9.2.1 *Pour le SAA en mode de flamme* : Mesurer l'absorbance d'une solution étalon de travail de 10 mg/l de Pb et d'une solution étalon de travail de 1,0 mg/l de Cd.
- 9.2.2 Noter l'absorbance des solutions étalons de travail dans le livret de contrôle de la qualité de l'instrument analytique, et vérifier si les lectures sont dans les limites de tolérance des valeurs attendues. Si ces mesures de contrôle sont dans les limites acceptables, inscrire une note dans le dossier de l'échantillon indiquant que l'étalonnage de l'instrument était « dans les limites de contrôle ». Si l'instrument est brisé ou déréglé, on doit immédiatement faire réparer ou étalonner le SAA pour que celui-ci remplit les conditions de fonctionnement prescrites avant de faire l'analyse.
- 9.3 La méthode d'essai doit être vérifiée conformément aux directives suivantes pour s'assurer qu'elle donne des résultats corrects et normaux :
- 9.3.1 Peser précisément 50 mg d'un matériau de référence comme la glaçure de plomb fritté FZ-6 de Fusion Ceramics Inc. dans un contenant de plastique approprié. Ajouter 50 ml de la solution de lessivage d'acide acétique (CH₃COOH) à 4 % (v/v), recouvrir et laisser reposer pendant 24 heures dans des conditions expérimentales identiques à celles de l'échantillon. Filtrer la solution dans une bouteille de prélèvement de plastique convenable et déterminer la concentration de plomb dans le filtrat. Noter le résultat de l'analyse dans le livret de contrôle de la qualité de l'instrument analytique, et vérifier si la lecture est dans les limites de tolérance de la valeur attendue. Si cette mesure de contrôle est dans les limites acceptables, ajouter une note dans le dossier de l'échantillon indiquant que la méthode d'essai était « dans les limites de contrôle ». Si le résultat de l'essai pour l'échantillon de contrôle n'est pas dans les limites prescrites pour la méthode, la procédure analytique doit être répétée au complet, à condition qu'un échantillon frais soit disponible (*Note 6*).

Note 6: Étant donné la nature destructive de cette analyse sur la surface d'essai de l'échantillon, une fois qu'on a analysé un échantillon, il est impossible de l'analyser de nouveau. On ne peut donc répéter l'analyse qu'avec un article pour essai frais.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C10-8	Effective En vigueur 2002-04-10
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-10 DÉTERMINATION DE LA QUANTITÉ DE PLOMB ET DE CADMIUM LESSIVABLE DANS LES PRODUITS CÉRAMIQUES ÉMAILLÉS ET LES PRODUITS DE VERRE			Amendment number- Numéro de la modification 30

10 PRÉCISION ET ERREUR


- 10.1 *Répétabilité* : Lorsque la méthode d'essai fonctionne correctement et normalement, l'écart entre les résultats d'essais répétés, avec la glaçure de plomb fritté FZ-6, obtenus par le même analyste avec le même instrument et dans des conditions d'utilisation constantes avec du matériau identique, devrait rencontrer ou dépasser une limite de répétabilité de 13,3 % dans l'intervalle de confiance de 95 % pour une valeur nominale de 2,98 mg/L de Pb lessivable.
- 10.2 *Reproductibilité* : Cette section est en cours de préparation et sera ajoutée à une version révisée lorsque complétée.
- 10.3 *Erreur* : Cette section est en cours de préparation et sera ajoutée à une version révisée lorsque complétée.

11 SEUIL DE DÉTECTION

- 11.1 Le seuil de détection de la présente méthode, tel que déterminé au moyen du SAA en mode de flamme à 283,3 nm pour le plomb et à 228,8 nm pour le cadmium, a été établi à 0,03 mg/l et 0,02 mg/l respectivement.

12 LIMITE DE QUANTIFICATION

- 12.1 La limite de quantification de la méthode déterminée par SAA par la flamme à 183,3 nm pour le plomb et à 228,8 nm pour le cadmium, est de 0,01 mg/L et de 0,07 mg/L respectivement.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C10-9	Effective En vigueur 2002-04-10
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, méthode C-10 Pièce jointe 1 : Ce document est fourni pour usage interne seulement. Des exemplaires de cette publication sont disponibles de l'American Society of Testing and Materials à l'adresse www.astm.org			Amendment number- Numéro de la modification 30

..... FIN

