 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C09-1	Effective En vigueur 2000-06-15
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-09 ANALYSE DU PLOMB LESSIVABLE DANS LES BOUILLOIRES			Amendment number- Numéro de la modification 24

1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode est une procédure générale utilisée pour analyser la concentration de plomb dégagée des bouilloires et s'applique à l'article 28 de la partie II de l'annexe I de la *Loi sur les produits dangereux* (LPD).

2 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE


- 2.1 Article 28 de la partie II de l'annexe 1 de la LPD : Règlement sur les produits dangereux (bouilloires), DORS91-259
- 2.2 M. Lanouette, *Determination of Lead Released by Kettles*, Laboratoire de la sécurité des produits, rapport de projet 98-0439
- 2.3 B. Marchand, *Standard Operating Procedures (SOP) for the ICP-MS*, Laboratoire de la sécurité des produits, rapport de projet 98-0471
- 2.4 M. Lanouette, Révision de la méthode C-09 du Livre 5 du Manuel de référence, Laboratoire de la sécurité des produits, rapport de projet 2000-0559

3 RÉACTIFS ET APPAREILS

- 3.1 Pipettes automatiques Gilson Pipetman, 100 µL, 200 µL et 1000 µL
- 3.2 Spectrophotomètre d'absorption atomique par la flamme (SAAF). (Seuil de détection de 0,050 ppm).
Pour avoir un seuil de détection plus bas, utiliser soit un spectrophotomètre d'absorption atomique à four au graphite (SAAF_G), soit un spectromètre à plasma induit par hautes fréquences (PIH-SM).
- 3.3 Plomb en feuilles (100 %) utilisé comme échantillon témoin interne.
- 3.4 Solution de référence certifiée de plomb (Pb), 1000 µg/mL.
- 3.5 Eau distillée au verre et désionisée (Millipore), pH 6,0-8,0.
- 3.6 Bécher de 2 litres.
- 3.7 Acide nitrique concentré 68 à 70 % (p/p) de qualité réactif ACS, Fisher Scientific (ou l'équivalent).

4 MARCHE À SUIVRE

- 4.1 Préparer la bouilloire selon les instructions du fabricant, s'il y a lieu. S'il n'y a pas d'instructions, rincer la bouilloire une fois avec l'eau du robinet, ensuite deux fois avec de l'eau distillée au verre, en utilisant approximativement 200 mL d'eau chaque fois.
- 4.2 Déterminer la capacité maximale de la bouilloire en la remplissant d'eau distillée et en mesurant le volume à l'aide d'un cylindre gradué. (La capacité maximale est déterminée au point de déversement).
- 4.3 Transférer un volume d'eau égal à 75 % de la capacité maximale à la bouilloire et la laisser bouillir pendant 15 minutes en utilisant l'élément chauffant de la bouilloire selon

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C09-2	Effective En vigueur 2000-06-15
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-09 ANALYSE DU PLOMB LESSIVABLE DANS LES BOUILLOIRES			Amendment number- Numéro de la modification 24


- les instructions du fabricant (dans le cas de bouilloires électriques). Dans le cas de bouilloires non électriques, utiliser un élément chauffant plat comme une plaque chauffante ou un poêle domestique, en le réglant d'abord à sa position maximale puis en réduisant la chaleur d'un quart lorsque l'eau commence à bouillir vigoureusement, pour empêcher les secousses. Commencer la minuterie lorsqu'on observe la vapeur.
- 4.4 Après 15 minutes d'ébullition, transférer le liquide à un cylindre gradué et le laisser refroidir jusqu'à la température de la pièce.
 - 4.5 Ajouter suffisamment d'HNO₃ concentré pour obtenir 1 % (v/v) du volume initial évaporé par ébullition (75 % de la capacité maximale d'eau).
 - 4.6 Ajouter de l'eau distillée au verre et désionisée Millipore, pH 6,0-8,0, pour obtenir le volume initial (75 % de la capacité maximale) et transférer la solution à une bouteille de plastique (polyéthylène ou polypropylène).
 - 4.7 Analyser la solution par PIH-SM ou par AA au four à graphite.

5 ANALYSE

- 5.1 Préparer une série d'au moins trois solutions étalons aqueuses de travail de plomb, de concentrations appropriées, en diluant la solution de plomb de référence de 1000 µg/mL avec de l'acide nitrique (1%) au besoin.
- 5.2 Préparer une solution à blanc composée d'eau distillée au verre et désionisée Millipore contenant 1 % (v/v) d'HNO₃ concentré.
- 5.3 Mesurer l'absorbance de la solution de lessivage, préparée selon les directives de la section 4, à l'aide du SAA en mode de flamme pour les concentrations supérieures à 0,05 ppm. Si la concentration est égale ou inférieure à 0,05 mm, analyser l'échantillon par AA en mode de four au graphite à une longueur d'onde de 217,0 nm ou de 283,3 nm pour le plomb, ou par PIH-SM.
- 5.4 Si nécessaire, diluer la solution de lessivage avec de l'eau distillée au verre et désionisée Millipore par un facteur approprié afin de s'assurer que les mesures sont effectuées dans la gamme dynamique linéaire de l'instrument.
- 5.5 Préparer une courbe d'étalonnage de l'absorbance en fonction de la concentration de plomb, en utilisant les solutions étalons de travail de plomb dans la gamme appropriée, et déterminer la concentration de plomb dans la solution d'essai. Déterminer la teneur en plomb de la solution à blanc et soustraire cette valeur, s'il y a lieu, de la teneur en plomb de l'échantillon.

6 PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

- 6.1 Indiquer la quantité de plomb métallique mesurée directement dans la solution de lessivage de l'échantillon, exprimée en mg/L (ppm), pour chaque bouilloire analysée.
- 6.2 Si les résultats de l'analyse indiquent que l'échantillon ne contient aucun plomb, la concentration de plomb doit être indiquée comme étant inférieure ou égale au seuil de détection de la méthode d'analyse utilisée, ou la valeur précisée à la section 9.1.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C09-3	Effective En vigueur 2000-06-15
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-09 ANALYSE DU PLOMB LESSIVABLE DANS LES BOUILLOIRES			Amendment number- Numéro de la modification 24


6.3 S'il y a lieu, les résultats des analyses doivent être présentés dans le format suivant :

Méthod e	N° d'échantillon	N° de spécimen	Vol. (init.)* mL	Conc. Pb mg/L (ppm)
C 09	1	1A	XXXX	X,XXX

*75 % de la capacité maximale de la bouilloire

7 PROCÉDURE DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

- 7.1 Afin de s'assurer que les instruments disponibles sont en bon état de marche et que la précision et l'exactitude des mesures analytiques répondent aux spécifications de la méthode, les procédures de contrôle de la qualité suivantes doivent être suivies en même temps que les analyses de l'échantillon.
- 7.2 Le SAA doit être vérifié selon les directives suivantes pour s'assurer qu'il fonctionne normalement et que les lectures de l'instrument sont exactes :
- 7.2.1 *Pour le SAA en mode de flamme* : Mesurer l'absorbance d'une solution étalon de travail de Pb d'une concentration de 10 µg/mL.
- 7.2.2 *Pour le SAA en mode de four au graphite* : Mesurer l'absorbance de 10 µL d'une solution étalon de travail de Pb d'une concentration de 0,10 µg/mL.
- 7.2.3 Noter l'absorbance des solutions étalons de travail dans le carnet de contrôle de la qualité de l'instrument analytique, et s'assurer que la lecture est 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 pour essai indiquant que l'étalonnage de l'instrument était « dans les limites de contrôle ». Si l'instrument est brisé ou déréglé, on doit immédiatement le faire réparer ou l'étalonner pour qu'il réponde aux conditions de fonctionnement prescrites avant de faire l'analyse.
- 7.3 La méthode d'essai doit être vérifiée selon les directives suivantes pour s'assurer qu'elle fonctionne normalement et correctement :
- 7.3.1 Mesurer 1000 mL en transférant une fiole jaugée de 1 litre remplie d'eau distillée au verre et désionisée Millipore (pH 6,0-8,0) dans un béccher de verre de 2 litres. Amener l'eau au point d'ébullition sur une plaque chauffante réglée à la position maximale et ajouter une feuille de plomb pesée de 2 cm sur 2 cm (100 % Pb lavé au préalable avec de l'acétone/méthanol). Réduire la chaleur d'un quart de tour pour empêcher les secousses et laisser la solution bouillir pendant 15 minutes. S'assurer que la feuille métallique ne flotte pas à la surface de l'eau pendant la période d'ébullition. Après 15 minutes, retirer la feuille de plomb du béccher, transférer l'eau à une fiole jaugée de 1000 mL en rinçant le béccher et laisser la solution refroidir jusqu'à la température de la pièce. Ajouter 10 mL d'HNO₃ concentré pour obtenir 1 % HNO₃ (v/v) du volume initial et ajouter de

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C09-4	Effective En vigueur 2000-06-15
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-09 ANALYSE DU PLOMB LESSIVABLE DANS LES BOUILLOIRES			Amendment number- Numéro de la modification 24

l'eau distillée au verre et désionisée Millipore (pH 6,0-8,0) pour obtenir un volume final de 1000 mL .

- 7.3.2 Déterminer la concentration de plomb dans la solution. Noter le résultat de l'essai dans le carnet de contrôle de la qualité de l'instrument analytique (section sur les bouilloires) et vérifier si le résultat est dans les limites de tolérance de la valeur attendue. Si cette mesure de contrôle est dans les limites acceptables, inscrire une note dossier de l'échantillon pour essai 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, à condition qu'un échantillon frais soit disponible¹.

8 PRÉCISION ET ERREUR

- 8.1 Lorsque la méthode d'essai fonctionne normalement et correctement, l'écart entre deux résultats d'essais répétés des jours différents sur du matériau d'essai identique, effectués par le même analyste avec le même appareillage et dans des conditions expérimentales constantes, devrait rencontrer ou dépasser une limite de fidélité de 30 % dans l'intervalle de confiance de 95 % pour une valeur expérimentale nominale de 0,38 µg/mL de Pb lessivable [telle que déterminée en analysant un échantillon de contrôle interne (feuille de plomb de 2 cm x 2 cm) ayant une teneur en plomb de 100 %]. (Projet 98-0439)
- 8.2 La précision des résultats d'essai obtenus à l'aide de cette méthode ne peut pas être déterminée statistiquement parce que le résultat ne s'applique qu'à un seul article pour essai. La précision dépend donc de la possibilité d'obtenir des échantillons vraiment représentatifs.
- 8.3 La propriété mesurée par cette méthode ne peut être définie qu'en fonction des conditions expérimentales de la méthode d'essai. Il est donc impossible de préciser l'erreur de cette méthode puisque la quantité de plomb lessivable mesurée n'est définie qu'en fonction de la présente méthode.

9 SEUIL DE DÉTECTION

- 9.1 Le seuil de détection de la présente méthode, tel que déterminé par PIH-SM, est de 0,3 partie par milliard de Pb, en se basant sur la méthode D4210 de l'ASTM. (Projet N° 98-0471)

Note 1 : Étant donné la nature destructive de cette analyse sur la surface d'essai, une fois qu'on a analysé un article, il est impossible d'analyser ce même article à nouveau. Il faut donc répéter l'analyse avec un nouvel article d'essai.