

 Health Canada / Santé Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits	Page	Effective En vigueur
	Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	C16-1	2003-01-16
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-16 ANALYSE DU CYANOACRYLATE D'ALKYLE DANS LES COLLES ET ADHÉSIFS			Amendment number-Numéro de la modification 30

1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode décrit une procédure générale pour identifier le cyanoacrylate d'alkyle dans les colles et adhésifs visés par la partie 4 du *Règlement sur les produits chimiques et contenants de consommation*, DORS/2001-269.

2 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE

- 2.1 Guide des utilisateurs des spectromètres FT-IR NEXUS 470 par Nicolet.
- 2.2 B. Marchand et P. Lambert, *Analysis of glues and adhesives for alkyl cyanoacrylate*, Laboratoire de la sécurité des produits, rapport de projet 99-0549, mars 2000.
- 2.3 P. Lambert, échantillon S-1001712, gel adhésif Pro-seal-Future, mars 2000.
- 2.4 B. Séguin, révision de la méthode C16 : *Analysis of alkyl cyanoacrylate in glues and adhesives*, Santé Canada, LSP, rapport de projet 2002-0713, 2003.

3 RÉACTIFS ET APPAREILS

- 3.1 Spectrophotomètre infrarouge muni d'un système d'acquisition à transformée de Fourier
- 3.2 Cellule de KBr
- 3.3 Éthyl-2 cyanoacrylate, E-1505, Sigma-Aldrich Co.
- 3.4 Étalons de polystyrène du NIST
- 3.5 Des Kimwipes ou un autre genre de papier non abrasif convenable
- 3.6 Bromure de potassium (KBr), qualité IR
- 3.7 Presse hydraulique servant à préparer les pastilles de KBr (pression maximale de 25 tonnes)
- 3.8 Ensemble de moules de KBr

4 MARCHE À SUIVRE

4.1 Préparation des disques

Pour obtenir de meilleurs résultats, il est préférable de faire sécher la poudre de KBr en la laissant dans un plat de faible profondeur pendant approximativement 24 heures dans un four à 120 °C. On peut ensuite la transférer à une bouteille et la garder dans un dessiccateur.

Préparation des disques de KBr

On doit préparer un disque ne contenant pas d'échantillon afin de vérifier le signal de fond.

 Health Canada / Santé 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	C16-2	2003-01-16
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-16 ANALYSE DU CYANOACRYLATE D'ALKYLE DANS LES COLLES ET ADHÉSIFS			30

- Mettre 3 microspatules pleines (approximativement 0,225 g) de KBr dans le mortier. Écraser le mélange à l'aide du mortier et du pilon.
- Utiliser l'ensemble de moules de KBr (voir l'annexe) pour former un disque. Avant de préparer les disques, s'assurer que toutes les pièces de l'ensemble de moules sont propres et sèches. Utiliser un papier Kimwipe ou un autre papier convenable et de l'eau pour les nettoyer.
- Assembler la base et le cylindre.
- Mettre une des pastilles dans le cylindre, la surface polie vers le haut.
- Mettre une quantité de poudre de KBr dans le cylindre suffisante pour recouvrir la pastille.
- Répartir la poudre le plus également possible en secouant légèrement.
- Laisser tomber la pastille supérieure dans le cylindre (surface polie vers le bas) et appuyer légèrement vers le bas avec le plongeur.
- Mettre le moule sous la presse à pastilles et régler la hauteur en tournant la roue noire à la surface de la presse.
- Actionner la poignée pour obtenir une pression de 5 tonnes; attendre 5 minutes.
- Laisser diminuer la pression lentement jusqu'à zéro.
- Actionner la poignée pour obtenir une pression de 10 tonnes; attendre 10 minutes.
- Laisser diminuer la pression lentement jusqu'à zéro.
- Retirer le moule de la presse.
- Retourner et soutenir le reste de l'ensemble sur le plongeur.
- Retirer lentement la base.
- Sur un comptoir, appliquer lentement une pression sur le plongeur jusqu'à ce qu'il pénètre le cylindre, soulevant ainsi la pastille inférieure et le disque du cylindre.
- Mettre le disque sur le support pour procéder à l'analyse.

Remarque : Il est recommandé de manipuler les disques avec des pinces. On ne doit JAMAIS toucher les disques avec les mains nues.

4.2 Préparation des disques étalons et d'échantillon

4.2.1 Préparation d'un disque étalon

- Étendre l'étalon (éthyl-2 cyanoacrylate) sur une cellule de KBr à l'aide de Kimwipes ou d'un autre genre de papier convenable et le mettre dans le compartiment d'échantillons de l'instrument. Analyser l'échantillon selon les sections 4.3 et 4.4.

4.2.2 Préparation d'un disque d'échantillon

- Étendre l'échantillon sur une cellule de KBr avec des Kimwipes ou un autre genre de papier convenable et le mettre dans le compartiment d'échantillons de l'instrument. Analyser l'échantillon selon la section 4.4.

 Health Canada / Santé Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits	Page	Effective En vigueur
	Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	C16-3	2003-01-16
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-16 ANALYSE DU CYANOACRYLATE D'ALKYLE DANS LES COLLES ET ADHÉSIFS			Amendment number-Numéro de la modification 30

4.3 Paramètres de réglage de l'instrument FT-IR

Choisir l'expérience « C16- Detection of alkyl cyanoacrylate » qui comprend tous les paramètres indiqués ci-dessous :

- Nombre de balayages : 200
- Résolution : 4
- Gamme spectrale : 4000 à 400
- Source : IR
- Détecteur : DTGS KBR
- Séparateur de faisceaux : KBr
- Prise d'un spectre de fond de KBr toutes les 60 minutes

4.4 Analyse de l'échantillon

Analyser le disque à l'aide de l'instrument FT-IR. S'assurer de compléter tous les contrôles de l'instrument avant chaque analyse et de remplir le livret de contrôle.

Prendre le spectre de l'échantillon à analyser et le comparer au spectre de la banque (polymères et additifs Hummel et CCAC du Laboratoire de la sécurité des produits).

La bande caractéristique du groupement CN se situe à environ 2240 cm^{-1} et celle du groupement R-COO-R' est à environ 1750 cm^{-1} . Le spectre obtenu pour l'éthyl-2 cyanoacrylate illustré à la figure 2 a été ajouté à la banque CCAC du LSP comme contrôle (la spectre de la banque est nommé « ethyl 2-cyanoacrylate on KBr disc 20030407 »).

Remarque : Si vous obtenez un spectre dont la transmittance est inférieure à 60 %, vous devez refaire le disque en employant une quantité moindre d'échantillon en suivant les étapes 4.2 et 4.3. Un pourcentage de transmittance faible signifie que le disque est trop opaque.

5 CALCULS ET COMPTE RENDU

5.1 Les résultats de l'analyse doivent être indiqués selon le format suivant :

N° d'échantillon	N° de spécimen	Description	Présence de cyanoacrylate d'alkyle
			Oui/non

 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 C16-4	Effective En vigueur 2003-01-16
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-16 ANALYSE DU CYANOACRYLATE D'ALKYLE DANS LES COLLES ET ADHÉSIFS			Amendment number- Numéro de la modification 30

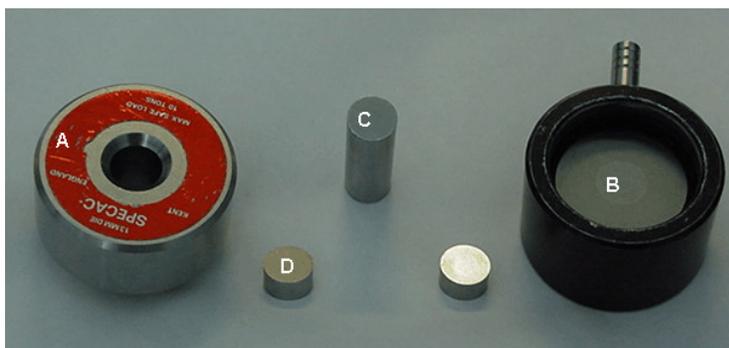
6 PROCÉDURE DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

- 6.1 Le spectromètre doit être vérifié pour s'assurer qu'il fonctionne normalement et correctement selon les directives suivantes :
- 6.1.1 Faire la validation de l'instrument à l'aide des étalons de polystyrène de 1,5 mil et de 3,0 mils du NIST. Si les résultats réussissent tous les essais de validation, le rapport de validation du système doit être inclus dans le livret de contrôle. De plus, toutes les diverses sections du livret de contrôle doivent être remplies. Si le spectromètre échoue les essais de validation, l'instrument doit être vérifié ou réparé et les essais de validation doivent être répétés pour satisfaire les exigences prescrites par le fabricant.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits	Page C16-5	Effective En vigueur 2003-01-16
	Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire		
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-16 ANALYSE DU CYANOACRYLATE D'ALKYLE DANS LES COLLES ET ADHÉSIFS			Amendment Numéro de la modification 30

ANNEXE

Figure 1 : Pièces du moule de 13 mm du KBr (pression maximale sécuritaire de 10 tonnes)



- A : Cylindre
- B : Base
- C : Plongeur
- D : Deux pastilles aux surfaces polies

Figure 2 : Spectre typique de l'étalon éthyl-2 cyanoacrylate ($\text{CH}_2=\text{C}(\text{CN})\text{COOCH}_2\text{CH}_3$)

