 Health Canada / Santé Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	<b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	C17-1	2003-01-20
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-17 <b>DÉTECTION DU NITRATE DE CELLULOSE DANS LES MONTURES DE LUNETTES, LES JOUETS ET D'AUTRES PRODUITS DE CONSOMMATION POUR ENFANTS</b>			Amendment number- Numéro de la modification  30

## 1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode décrit une procédure générale pour déterminer la présence de nitrate de cellulose dans les montures de lunettes, les jouets et d'autres produits de consommation pour enfants visés par les articles 6 et 7 de la partie I de l'annexe I de la *Loi sur les produits dangereux*.

## 2 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE


- 2.1 Méthode d'essai normalisée de l'ASTM pour la détermination quantitative du nitrate de cellulose dans les laques à l'alkyde modifiées par spectrophotométrie infrarouge, D-3133, 1996.
- 2.2 J. Haslaw, H.A. Willis et D.C.H. Squirrel, *Identification and Analysis of Plastics*, 2<sup>e</sup> édition, Butlerworth and Co., chapitre 2, 1972.
- 2.3 Rapport de projet 98-0467 : *Determination of cellulose nitrate in children's toys*.
- 2.4 B. Séguin, *Revision of Method C17 - Detection of cellulose nitrate in children's optical frames, toys, and other consumer products*, Santé Canada, LSP, rapport de projet 2002-0712 (2003).

## 3 RÉACTIFS ET APPAREILS

- 3.1 Spectrophotomètre infrarouge muni d'un système d'acquisition à transformée de Fourier
- 3.2 Broyeur électrique
- 3.3 Lampe infrarouge
- 3.4 Acétone, certifié A.C.S.
- 3.5 Dichlorométhane, qualité optima
- 3.6 Tétrahydrofurane, qualité HPLC
- 3.7 Plat en aluminium (plat à peser)
- 3.8 Bromure de potassium (KBr), qualité IR
- 3.9 Presse hydraulique servant à fabriquer les pastilles de KBr (pression maximale de 25 tonnes)
- 3.10 Filtres de nitrate de cellulose (Whatman 0,45 µm, 25 mmφ)
- 3.11 Ensemble de moules de KBr
- 3.12 Étalons de polystyrène du NIST

## 4 MARCHE À SUIVRE

- 4.1 Couper l'échantillon en petites portions. Déposer les portions de l'échantillon sur un plat en aluminium et les faire dissoudre avec de l'acétone, du dichlorométhane ou de la tétrahydrofurane, selon le genre de plastique. Laisser évaporer le solvant organique à la température de la pièce afin de recueillir le film de plastique qui se forme dans cette procédure. On peut utiliser une lampe infrarouge pour réduire le temps de séchage.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	<b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	C17-2	2003-01-20
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-17 <b>DÉTECTION DU NITRATE DE CELLULOSE DANS LES MONTURES DE LUNETTES, LES          JOUETS ET D'AUTRES PRODUITS DE CONSOMMATION POUR ENFANTS</b>			30

- 4.2 S'il y a production de film, on peut l'utiliser dans le porte-échantillon (section 4.4). S'il n'y a pas production de film, broyer le matériau plastique en particules fines et suivre les directives de la section 4.2.1.


#### 4.2.1 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 dessicateur.

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

- 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.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication	Page	Effective En vigueur
	<b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	C17-3	2003-01-20
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre  Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-17 <b>DÉTECTION DU NITRATE DE CELLULOSE DANS LES MONTURES DE LUNETTES, LES JOUETS ET D'AUTRES PRODUITS DE CONSOMMATION POUR ENFANTS</b>			Amendment number- Numéro de la modification  30

#### 4.2.2 Préparation des disques d'échantillon

- Mélanger l'échantillon avec du KBr selon une proportion approximative de 1:3 et suivre les directives de la section 4.2.1 ci-dessus.
- L'échantillon est alors prêt à être analysé (voir la section 4.4).

#### 4.3 Paramètres de réglage de l'instrument FT-IR

Choisir l'expérience « C17- Detection of cellulose nitrate » de l'appareil FT-IR qui comprend les paramètres suivants :

- Nombre de balayages : 32
- 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


S'assurer de compléter tous les contrôles de l'instrument avant chaque analyse et de remplir le livret de contrôle. Analyser le signal de fond en employant un disque de KBr ne contenant pas d'échantillon.

On obtient le spectre infrarouge en déposant le film ou la pastille de KBr sur l'échantillon à analyser sur le porte-échantillon du spectrophotomètre infrarouge. Les résultats obtenus sont comparés au spectre infrarouge d'un échantillon témoin (filtres de nitrate de cellulose, Whatman 0,45 µm, 25 mmφ).

### 5 CALCULS ET COMPTE RENDU

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


N° d'échantillon	N° de spécimen	Description	Présence de nitrate de cellulose
			Oui/non

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication <b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	Page  C17-4	Effective En vigueur  2003-01-20
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-17 <b>DÉTECTION DU NITRATE DE CELLULOSE DANS LES MONTURES DE LUNETTES, LES JOUETS ET D'AUTRES PRODUITS DE CONSOMMATION POUR ENFANTS</b>			Amendment number- Numéro de la modification  30

## 6 PROCÉDURE DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

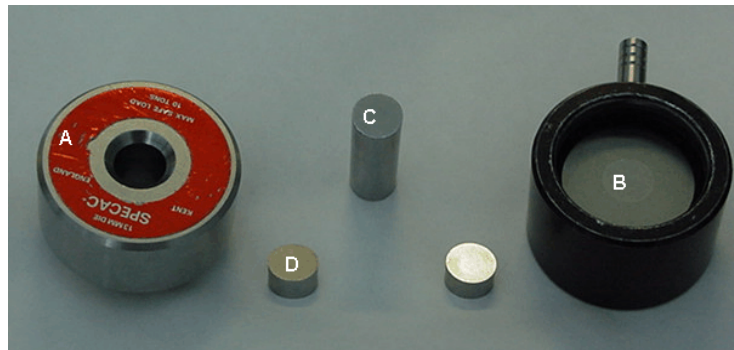
6.1 Le spectromètre doit être vérifié pour s'assurer qu'il fonctionne normalement et correctement selon les directives suivantes :

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 <b>Manuel de référence de la sécurité des produits</b>  <b>Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire</b>	Page C17-5	Effective En vigueur  2003-01-20
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-17 <b>DÉTECTION DU NITRATE DE CELLULOSE DANS LES MONTURES DE LUNETTES, LES JOUETS ET D'AUTRES PRODUITS DE CONSOMMATION POUR ENFANTS</b>			Amendment number- 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 des filtres témoins de nitrate de cellulose (Whatman 0,45 µm, 25 mmφ)

