


| | | | |
|--|--|------------------------|---|
|  Health Santé Canada Canada | Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politique et procédures de laboratoire | Page C02.3-1 | Effective En vigueur 96-07-31 |
| Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02.3 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES STORES À MINI-LAMELLES EN POLY[CHLORURE DE VINYLE] PAR DIGESTION PAR MICRO-ONDES EN RÉCIPIENT HERMÉTIQUE | | | Amendment number- Numéro de la modification 4 |

1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode décrit une marche à suivre générale utilisée pour déterminer la teneur totale en plomb dans les stores à mini-lamelles en poly[chlorure de vinyle], ou autres produits de consommation semblables, par la méthode de digestion par micro-ondes en récipient hermétique.

2 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE

- 2.1 Méthode d'essai, norme 1-GP-500.1, « Methods of Test for Toxic Trace Elements in Protective Coatings - Determination of Lead (Pb) in Low Concentration ».
- 2.2 Santé Canada, Bureau de la sécurité des produits, Méthode d'essai C-02 de la DSLES, « Détermination de la teneur totale en plomb dans les peintures et les revêtements appliqués ».

3 RÉACTIFS ET APPAREILS

- 3.1 Spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA).
- 3.2 Spectrographe de plasma d'arc à courant continu (SPA-CC) [optionnel].
- 3.3 Papier filtre, Whatman n° 44.
- 3.4 Spectromètre de masse de plasma induit par haute fréquence, d'ablation par laser (SM-PHF-AL) [optionnel].
- 3.5 Solution standard de plomb (Pb), certifiée, 1000 µg/ml.
- 3.6 Système de préparation des échantillons pour digestion par micro-ondes :
- 3.6.1 Four à digestion par micro-ondes [CEM, n° de modèle MDS-2000, puissance de sortie nominale de 650 watts].
- 3.6.2 Récipient de digestion revêtu de Teflon®; capacité de 100 ml.
- 3.6.3 Membranes de rupture, pression de régime maximale de 200 livres par pouce carré.
- 3.7 Acide nitrique concentré (HNO₃), (Nota 1).
- 3.8 Scalpel ou autre outil à lame approprié.
- 3.9 Fiole jaugée, 50 ml.

4 MARCHE À SUIVRE

- 4.1 Si désiré, vérifier si l'article pour essai contient du plomb à l'aide du SPA-CC selon la marche à suivre décrite dans la méthode d'essai C-01 de la DSLES, ou à l'aide du SM-PHF-AL, en suivant les directives du fabricant. Si l'échantillon contient du plomb, effectuer les étapes suivantes :

Nota 1: On devrait utiliser autant que possible des réactifs qui ne contiennent que d'infimes quantités de métaux. On peut obtenir de E. Merck des réactifs d'acide nitrique et d'acide sulfurique ayant une teneur en mercure certifiée de moins de 10 µg/l qui conviennent à cette analyse.




- 4.2 Enlever ou couper l'article pour essai propre et sec à l'aide d'un scalpel ou d'un autre outil à lame approprié. Transférer précisément 100 mg de l'échantillon à un récipient de digestion de 100 ml taré, revêtu de Teflon® PFA, et les peser à 0,1 mg près.
- 4.3 Ajouter avec précaution 10 ml d'HNO₃ concentré à l'échantillon et monter le récipient de digestion et les raccords avec une seule membrane de rupture de pression nominale maximale de 200 livres par pouce carré (1380 kPa). Placer le récipient fermé hermétiquement dans le plateau rotatif dans la cavité de l'appareil à micro-ondes et installer le système de contrôle de la pression selon les directives du fabricant (*Nota 2*). Avec la porte de l'instrument ouverte, tourner le plateau de quelques tours afin de s'assurer que le tube sensible à la pression ne s'emmêle pas. Digérer l'échantillon en employant les réglages suivants :

| DIGESTION STANDARD ÉTAPE | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|
| PUISSANCE | 100% | 100% | 100% | 100% | 0% |
| PRESSION | 060 | 090 | 120 | 145 | 020 |
| TEMPS D'OPÉRATION | 30:00 | 30:00 | 30:00 | 30:00 | 00:00 |
| TEMPS @ P | 05:00 | 05:00 | 05:00 | 20:00 | 00:00 |
| TEMPERATURE | 0°C | 0°C | 0°C | 0°C | 0°C |
| VITESSE DU VENTILATEUR | 100% | 100% | 100% | 100% | 100% |
| NOMBRE DE RÉCIPIENTS : 12 VOLUME PAR RÉCIPIENT : 10 mL POIDS D'ÉCHANTILLON : 0.1 g ACIDE : HNO ₃ , 65% | | | | | |

- 4.4 Après l'étape de digestion, laisser les récipients dans la cavité à micro-ondes pendant au moins 5 minutes avec l'appareil hors tension avant d'ouvrir la porte du système à micro-ondes. Retirer le plateau rotatif et les récipients de la cavité à micro-ondes et laisser refroidir à l'air jusqu'à la température ambiante. Diriger l'évent au loin de vous et relâcher lentement toute pression résiduelle en desserrant graduellement la tige de ventilation. Ouvrir soigneusement le récipient et filtrer la solution digérée dans une fiole jaugée de 50 ml (*Nota 3*). Rincer le revêtement et le couvercle du récipient dans la fiole avec de l'eau distillée. Laisser refroidir le filtrat jusqu'à la température ambiante et remplir la fiole jusqu'au volume jaugé.

Nota 2: On ne devrait pas faire cet essai avec moins de 4 récipients. L'augmentation rapide de la pression et de la température causée par le chauffage d'une petite charge par les micro-ondes peut causer la rupture du récipient. Le récipient de référence de la pression devrait être celui qui contient l'échantillon le plus lourd.

Nota 3: Comme alternative, transvaser la solution digérée directement dans la fiole et laisser le résidu se sédimer.

| | | | |
|--|--|------------------------|---|
|  Health Santé Canada Canada | Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politique et procédures de laboratoire | Page C02.3-3 | Effective En vigueur 96-07-31 |
| Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02.3 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES STORES À MINI-LAMELLES EN POLY[CHLORURE DE VINYLE] PAR DIGESTION PAR MICRO-ONDES EN RÉCIPIENT HERMÉTIQUE | | | Amendment number- Numéro de la modification 4 |

5 ANALYSE

- 5.1 Préparer une série d'au moins trois solutions standard de plomb, ayant des concentrations appropriées, en diluant au besoin avec de l'eau distillée la solution standard certifiée de Pb de 1000 µg/ml.
- 5.2 Préparer une solution témoin composée de 10 ml d'HNO₃ concentré dans une fiole jaugée de 50 ml. Remplir la fiole avec de l'eau distillée jusqu'au volume jaugé.
- 5.3 Mesurer l'absorbance de la solution digérée, préparée selon les directives de l'alinéa 4.4, à l'aide du spectrophotomètre d'absorption atomique utilisé en mode de flamme à une longueur d'onde de 217,0 ou de 283,3 nm, en suivant les directives du fabricant de l'instrument (*Nota 4*). Diluer la solution digérée, au besoin, avec de l'eau distillée afin de s'assurer que les lectures demeurent à l'intérieur de la gamme dynamique linéaire de l'instrument. Préparer une courbe d'étalonnage d'absorbance en fonction de la concentration à l'aide des solutions standard de plomb dans la gamme appropriée, et déterminer la concentration de plomb dans la solution d'échantillon. Déterminer la teneur en plomb de la solution témoin et soustraire cette valeur de la teneur en plomb de l'échantillon.

6 CALCULS ET MÉTHODE DE PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

- 6.1 Calculer le pourcentage de plomb par poids dans l'échantillon pour essai à l'aide de l'équation suivante :

$$\text{Plomb (Pb), \% (p/p)} = \frac{0.005 \times C \times D_f}{P}$$

où :


C = Concentration de plomb mesurée dans la solution d'échantillon digérée (µg/ml),

D_f = facteur de dilution,

P = poids de l'échantillon utilisé (g).

- 6.2 Lorsqu'il y a suffisamment de matière dans l'échantillon pour essai et lorsque c'est pratique de le faire, les résultats des analyses doivent être présentés sous forme de moyenne d'au moins deux analyses répétées dont la précision rencontre ou dépasse les spécifications définies à l'alinéa 8.1 de la section 8.

Nota 4: On a trouvé que d'autres techniques de mesure instrumentales, comme la spectroscopie d'émission (SÉA-PHF) et la spectrométrie de masse (SM-PHF) sont également appropriées pour cette analyse.

| | | | |
|---|--|------------------------|---|
|  Health Santé Canada Canada | Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politique et procédures de laboratoire | Page C02.3-4 | Effective En vigueur 96-07-31 |
| Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02.3 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES STORES À MINI-LAMELLES EN POLY[CHLORURE DE VINYLE] PAR DIGESTION PAR MICRO-ONDES EN RÉCIPIENT HERMÉTIQUE | | | Amendment number- Numéro de la modification 4 |

- 6.3 Lorsque l'analyse démontre qu'il n'y a pas de plomb dans l'échantillon, ce résultat doit être présenté comme plus petit ou égal au seuil de détection de la méthode d'analyse utilisée, ou égal à la limite précisée à la section 9 du présent document.
- 6.4 Si applicable, l'écart moyen de l'analyse en double ou l'écart type des analyses répétées (s pour $n > 2$) doit être calculé (*Nota 5*), et les résultats des analyses doivent être présentés selon le format suivant :


| N° d'échantillon | N° de spécimen | Couleur/ description | [Plomb] _{totale} % (p/p) |
|------------------|----------------|-------------------------|--------------------------------------|
| 1 | 1A | Blanc | x.xx ± 2 s |

7 PROCÉDURES DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

- 7.1 Les procédures de contrôle de la qualité qui suivent doivent être effectuées en même temps que les analyses de l'échantillon pour essai 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.
- 7.2 Le SAA doit être vérifié conformément aux lignes directrices suivantes pour s'assurer qu'il fonctionne correctement et normalement :
- 7.2.1 Mesurer l'absorbance d'une solution standard de travail de 10 µg/ml de Pb.
- 7.2.2 Noter l'absorbance de la solution standard de travail dans le registre de contrôle de la qualité de l'instrument analytique, et vérifier que la lecture est dans les limites de tolérance de la valeur attendue. Si cette mesure de contrôle est 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 dérégulé ou brisé, on doit immédiatement faire réparer ou étalonner le SAA pour que celui-ci rencontre les conditions de fonctionnement prescrites, avant de faire l'analyse.
- 7.3 La méthode d'essai doit être vérifiée conformément aux lignes directrices suivantes pour s'assurer qu'elle fonctionne correctement et normalement :

Nota 5: On peut se servir de l'équation suivante pour calculer l'écart type (s) des résultats des essais; x_i est le résultat de chaque analyse individuelle, \bar{x} est la moyenne des analyses répétées et n est le nombre total d'analyses répétées.

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

| | | | |
|--|--|------------------------|---|
|  Health Santé Canada Canada | Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politique et procédures de laboratoire | Page C02.3-5 | Effective En vigueur 96-07-31 |
| Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02.3 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES STORES À MINI-LAMELLES EN POLY[CHLORURE DE VINYLE] PAR DIGESTION PAR MICRO-ONDES EN RÉCIPENT HERMÉTIQUE | | | Amendment Number- Numéro de la modification 4 |

- 7.3.1 Effectuer l'analyse d'un matériau de référence certifié tel que la « peinture au plomb en poudre », matériau de référence certifié n° 2582 ou 1579a du NIST (*Nota 6*) dans des conditions expérimentales identiques à celles de l'échantillon pour essai. Noter le résultat de l'analyse dans le registre de contrôle de la qualité de l'instrument analytique, et vérifier que la lecture est dans les limites de tolérance de la valeur attendue. Si cette mesure de contrôle est dans les limites acceptables, inscrire une note dans le 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 au complet.

8 PRÉCISION ET ERREUR


- 8.1 Lorsque la méthode d'essai fonctionne correctement et normalement, l'écart entre les résultats des essais répétés sur du matériau pour essai non divisé, effectués par deux analystes différents avec le même appareillage, dans des conditions expérimentales constantes, devrait rencontrer ou dépasser une limite de fidélité de 3,7 % dans l'intervalle de confiance de 95 % sur la gamme d'essai de 0,52 à 1,33 % (p/p) de Pb.
- 8.2 Les résultats des essais obtenus par cette méthode étaient en moyenne à 15,7 % près de ceux obtenus à l'aide d'une méthode de digestion par acide à reflux (méthode 5.009 de l'AOAC modifiée) sur une gamme d'essai de 0,52 à 1,04 % (p/p) de Pb dans les stores à mini-lamelles en poly[chlorure de vinyle]. Les données nécessaires à la validation sont présentées dans le tableau suivant :

| N° d'échantillon. | [plomb] _{totale} , %(p/p) | |
|-------------------|------------------------------------|------------------------------------|
| | Méthode C-02.3 de la DSLES | Méthode 5.009 de l'AOAC, modifiée* |
| 96-0044 | 0,520 | 0,354 |
| 96-0045 | 0,761 | 0,757 |
| 96-0046 | 1,045 | 1,050 |

* Reflux dans 15 ml d'HNO₃ concentré pendant 19 heures

- 8.3 Puisqu'il n'existe aucun matériau de référence certifié pour le plomb dans le poly[chlorure de vinyle] qui convient pour évaluer l'exactitude de la procédure décrite dans la présente méthode, il est impossible d'évaluer l'erreur relativement à une référence certifiée.

Nota 6: Utiliser environ 200 à 250 mg du matériau NIST 2582 (teneur en plomb certifiée de 0,02088 ± 0,00049 pourcentage massique), ou environ 10 à 20 mg dans 250 ml de volume de digestion totale du matériau NIST 1579a (teneur en plomb certifiée de 11,995 ± 0,031 pourcentage massique).

| | | | |
|--|--|------------------------|---|
|  Health Canada / Santé Canada | Title of publication-Titre de la publication Bureau de la sécurité des produits Manuel de référence Livre 5 - Politique et procédures de laboratoire | Page C02.3-6 | Effective / En vigueur 96-07-31 |
| Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02.3 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES STORES À MINI-LAMELLES EN POLY[CHLORURE DE VINYLE] PAR DIGESTION PAR MICRO-ONDES EN RÉCIPIENT HERMÉTIQUE | | | Amendment number- Numéro de la modification 4 |

9 SEUIL DE DÉTECTION

- 9.1 Le seuil de détection de la présente méthode, tel que déterminé au moyen du SAA en mode de flamme à 283,3 nm et du SM-PHF au nombre de masse 208, est d'approximativement de 0,005 et de 0,00002 % (p/p) de Pb, respectivement.