 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication <b>Bureau de la sécurité des produits</b> <b>Manuel de référence</b> <b>Livre 5 - Politique et procédures de laboratoire</b>	Page <b>C15-1</b>	Effective En vigueur 94-12-05
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-15 <b>DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN AMMONIAC LIBRE ET EN HYDROXYDE D'AMMONIUM DANS LES PRODUITS DE CONSOMMATION</b>			Amendment number- Numéro de la modification 4

## 1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode décrit une marche à suivre générale utilisée pour déterminer la teneur en ammoniac libre et en hydroxyde d'ammonium dans les produits de consommation visés par le paragraphe 2(a) de la partie II de l'annexe I de la *Loi sur les produits dangereux*.

## 2 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE

- 2.1 Norme 2-GP-11a de l'ONGC, méthode d'essai 6.4 (octobre 1958).  
 2.2 Méthode d'essai, norme 15-GP-30a de l'ONGC (juillet 1971).

## 3 RÉACTIFS ET APPAREILS

- 3.1 Appareil Büchi de distillation par entraînement à la vapeur d'eau.  
 3.2 Éprouvette graduée de 50 ml.  
 3.3 Fiole Erlenmeyer de 250 ml.  
 3.4 Rouge de méthyle : faire dissoudre 0,02 g de rouge de méthyle dans 60 ml d'éthanol et diluer avec de l'eau distillée jusqu'à un volume final de 100 ml.  
 3.5 Solution-étalon d'hydroxyde de sodium (NaOH), 0,1 N.  
 3.6 Solution-étalon d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), 0,1 N.  
 3.7 Seringue de 5 ml.

## 4 MARCHE À SUIVRE

- 4.1 Tirer une aliquote de 5 ml de l'échantillon avec une seringue. Peser avec précision la seringue chargée et transférer son contenu à un récipient de distillation Büchi contenant 100 ml d'eau distillée. Peser une fois de plus la seringue et noter le poids, calculé par différence, à 1 mg près, de l'aliquote d'échantillon.
- 4.2 Transférer immédiatement la solution d'échantillon à l'appareil de distillation par entraînement à la vapeur d'eau<sup>1</sup>. Distiller l'échantillon par entraînement à la vapeur d'eau selon les indications du fabricant de l'appareil, et recueillir le distillat dans une fiole Erlenmeyer de 250 ml contenant 50 ml d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 N et suffisamment d'eau distillée pour s'assurer que l'ammoniac passe en bulles à travers la solution d'acide de façon convenable. Recueillir 100 ml du distillat et titrer l'excédant d'acide sulfurique avec une solution-étalon de NaOH 0,1 N à l'aide de la solution de rouge de méthyle. Noter le volume de solution de titration utilisée à 0,1 ml près<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> Il faut prendre soin de minimiser la perte d'ammoniac lorsqu'on pèse et transfère l'aliquote d'échantillon à l'appareil de distillation. Ces étapes devraient être exécutées aussi rapidement que possible afin de s'assurer que la précision et l'exactitude des mesures analytiques satisfont aux exigences de la méthode.

<sup>2</sup> Le volume de l'aliquote d'échantillon devrait être suffisant pour exiger l'emploi d'au moins 10 ml de solution titrante.



## 5 CALCULS ET COMPTE RENDU

- 5.1 Calculer le pourcentage massique d'ammoniac libre dans l'échantillon pour essai selon l'équation suivante :

$$\text{Ammoniac (NH}_3\text{), \% (p/p)} = 1,703 \times \frac{(N_A V_A - N_B V_B)}{P}$$

où :

$N_A$  = normalité de la solution-étalon d'acide sulfurique (0,1 N),

$V_A$  = volume de la solution-étalon d'acide sulfurique utilisée (50 mL),

$N_B$  = normalité de la solution-étalon d'hydroxyde de sodium (0,1 N),

$V_B$  = volume de la solution-étalon d'hydroxyde de sodium utilisée pour titrer (ml),

$P$  = poids de l'aliquote d'échantillon utilisée (g).

- 5.2 Lorsque l'échantillon est un produit aqueux, le pourcentage massique équivalent d'hydroxyde d'ammonium doit être calculé selon la formule de conversion suivante :


$$\text{Hydroxide d'ammonium (NH}_4\text{OH), \% (p/p)} = 2,058 \times [\% (p/p) \text{ NH}_3]$$

- 5.3 Lorsqu'il y a suffisamment de matière dans l'échantillon pour essai et lorsque c'est pratique de le faire, le résultat de l'analyse doit être présenté sous forme de moyenne d'au moins deux analyses répétées dont la précision rencontre ou dépasse les spécifications définies à l'alinéa 7.1.
- 5.4 Lorsque l'analyse démontre qu'il n'y a pas d'ammoniac 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 8 du présent document.
- 5.5 Si applicable, l'écart moyen de l'analyse effectuée en double, ou l'écart type des analyses répétées (s pour  $n > 2$ ) doit être calculé <sup>3</sup>, et les résultats des analyses doivent être présentés selon le format suivant :

N° d'échantillon	N° de spécimen	[Ammoniac] % (p/p)
1	1A	x,xx ± 2s

<sup>3</sup> 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 <b>Bureau de la sécurité des produits</b> <b>Manuel de référence</b> <b>Livre 5 - Politique et procédures de laboratoire</b>	Page <b>C15-3</b>	Effective En vigueur 94-12-05
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-15 <b>DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN AMMONIAC LIBRE ET EN HYDROXYDE D'AMMONIUM DANS LES PRODUITS DE CONSOMMATION</b>			Amendment number- Numéro de la modification 4


## 6 PROCÉDURES DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

- 6.1 Les procédures de contrôle de la qualité qui suivent doivent être effectuées en même temps que l'analyse 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.
- 6.2 La méthode d'essai doit être vérifiée conformément aux lignes directrices suivantes pour s'assurer qu'elle donne des résultats corrects et normaux :
- 6.2.1 Préparer une solution-étalon de  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 N en diluant au besoin, avec de l'eau distillée, une solution de référence normalisée <sup>4</sup>.
- 6.2.2 Faire l'analyse de 5 g de la solution-étalon de  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 N (pourcentage massique d'ammoniac de 0,17 %) dans des conditions expérimentales identiques à celles de l'échantillon pour essai. Noter le résultat de l'analyse dans le livret de contrôle de la qualité de l'appareil Büchi de distillation par entraînement à la vapeur d'eau, 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, 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, l'appareillage doit être immédiatement réparé ou étalonné de nouveau pour qu'il rencontre les exigences prescrites, et la procédure analytique doit être répétée au complet.

## 7 PRÉCISION ET ERREUR

- 7.1 Lorsque la méthode d'essai donne des résultats corrects et normaux, l'écart entre les résultats des essais répétés, obtenus par un même analyste deux jours différents, avec le même instrument et dans des conditions d'utilisation constantes sur du matériau identique, devrait rencontrer ou dépasser une limite de fidélité de 2,8 % dans l'intervalle de confiance de 95 % pour une valeur d'essai nominale 0,642 % de  $\text{NH}_3$ .
- 7.2 L'exactitude des résultats d'analyse obtenus à l'aide de cette méthode a été déterminée avec une solution-étalon d'hydroxyde d'ammonium. La valeur obtenue était en moyenne à -0,85 % de la valeur de référence acceptée pour une concentration de  $\text{NH}_3$  de 0,647 % (p/p).

<sup>4</sup> Le concentré analytique d'hydroxyde d'ammonium DILUT-IT® N/10, disponible de J.T.Baker Chemical Co. convient à cette analyse. Sinon, il faut standardiser le réactif de  $\text{NH}_4\text{OH}$  disponible en le titrant avec une solution-étalon d' $\text{HCl}$  0,1 N, et le diluer par un facteur convenable.

 Health Santé Canada Canada	Title of publication-Titre de la publication <b>Bureau de la sécurité des produits</b> <b>Manuel de référence</b> <b>Livre 5 - Politique et procédures de laboratoire</b>	Page <b>C15-4</b>	Effective En vigueur 94-12-05
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-15 <b>DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN AMMONIAC LIBRE ET EN HYDROXYDE          D'AMMONIUM DANS LES PRODUITS DE CONSOMMATION</b>			Amendment number- Numéro de la modification 4

## 8 SEUIL DE DÉTECTION

- 8.1 Le seuil de détection de la présente méthode est d'approximativement de 0,005 % (p/p) de NH<sub>3</sub> ou de 0,01 % (p/p) de NH<sub>4</sub>OH.