

 Health Canada / Santé Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C13-1	Effective En vigueur 2001-10-28
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-13 ANALYSE DU pH DES PRODUITS DE CONSOMMATION EN SOLUTION AQUEUSE			Amendment number-Numéro de la modification 29

1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode est une procédure générale utilisée pour analyser le pH des produits de consommation visés à l'alinéa 2a) de la partie II de l'annexe I de la *Loi sur les produits dangereux*.

2 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE

- 2.1 Méthode d'essai normalisée D1293-00 de l'ASTM.
 2.2 Méthode d'essai normalisée E70-90 de l'ASTM.
 2.3 Carrie Watson, *Update of Method C-13, Determination of the pH of Consumer Products in Aqueous Solutions*, rapport de projet 99-0487, septembre 1999.
 2.4 Carrie Watson, *Supplementary Report for the Update of Method C-13, "Determination of the pH of Consumer Products in Aqueous Solutions"*, rapport de projet 2001-0622, octobre 2001.

3 RÉACTIFS ET APPAREILS

- 3.1 Solutions tampons de référence de pH certifiées.
 3.2 Eau distillée, type I ou II (conforme à la norme D1193 de l'ASTM).
 3.3 pH-mètre et paire d'électrodes de verre (référence et mesure).
 3.4 Thermomètre, ± 1 °C (conforme à la norme E1 de l'ASTM).
 3.5 Instrument PC Titrate (PC 1000).

4 MARCHE À SUIVRE

- 4.1 S'assurer que l'échantillon est à la température de la pièce (22 ± 2 °C) et procéder à l'analyse comme suit :
- 4.1.1 *Dans le cas des produits liquides* : Analyser l'échantillon provenant directement du contenant.
- 4.1.2 *Dans le cas des produits solides ou sous forme de pâte ou de gel, ou sous une autre forme ne convenant pas à l'analyse directe du pH* : Préparer l'échantillon sous forme de solution aqueuse d'une concentration de 10 % (1 g d'échantillon + 10 g d'eau distillée).

 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 C13-2	Effective En vigueur 2001-10-28
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-13 ANALYSE DU pH DES PRODUITS DE CONSOMMATION EN SOLUTION AQUEUSE			Amendment number- Numéro de la modification 29

4.2 Choisir une paire d'électrodes convenant aux caractéristiques physiques et chimiques de l'échantillon (*Note 1 & Note 2*). Les nouvelles électrodes de mesure de verre et celles qui ont été entreposées à sec doivent être préparées selon les recommandations du fabricant. Noter la température de l'échantillon. En se servant de la compensation thermique appropriée, étalonner le pH-mètre et la paire d'électrodes selon les directives du fabricant, en utilisant au moins deux solutions tampons de référence qui encadrent de près, si possible, le pH prévu de l'échantillon (*Note 3*). Si on utilise l'appareil pour mesurer le pH seulement à l'occasion, il doit être étalonné chaque fois que l'on s'en sert. Si on effectue une longue série de mesures, il est recommandé de vérifier l'appareil à des intervalles réguliers.

4.3 Une fois que l'on a étalonné le pH-mètre, laver les électrodes trois fois à l'eau ou à l'aide du jet d'eau d'un flacon laveur et les sécher soigneusement au tampon. Transférer une partie de l'échantillon dans un bécher de verre propre pourvu d'un barreau agitateur ou d'un autre dispositif de mélange convenable. Analyser l'échantillon en l'agitant de manière à éviter les éclaboussures et minimiser le gain ou la perte de gaz acides ou alcalins par échange avec l'atmosphère. Dans le cas des échantillons non homogènes, agiter vigoureusement la solution, au besoin, pour mélanger les différentes phases. Immerger la paire d'électrodes dans l'échantillon, en s'assurant que la jonction liquide de l'électrode de référence est complètement immergée, et prendre une mesure préliminaire du pH (étant donné que cette première lecture peut dériver, on doit la considérer comme étant une valeur estimative).

4.3.1 Instrument PC Titrate

Suivre le mode d'emploi de l'instrument PC Titrate pour les mesures de pH. L'instrument est prêt à mesurer le pH après une minute, à moins que l'échantillon soit extrêmement stable. Dans ce cas, l'instrument indiquera le pH en moins d'une minute.

Note 1: L'analyse du pH des échantillons visqueux ou habituellement difficiles à analyser comme les émulsions, les suspensions et les mélanges semi-liquides, peut nuire de façon importante à la diffusion de la solution d'électrolytes par la jonction liquide de l'électrode de référence; et cela peut diminuer le temps de réponse et/ou donner lieu à des erreurs de mesure. Lorsqu'on analyse de tels échantillons, on doit choisir une électrode de référence ayant un débit d'écoulement nominal élevé à la jonction liquide.

Note 2: Si le pH prévu de l'échantillon est supérieur à 10,0, utiliser une électrode de verre conçu pour mesurer le pH dans les milieux très alcalins et suivre les directives du fabricant.

Note 3: Si la température de la paire d'électrodes diffère de façon appréciable de celle de l'échantillon, utiliser plusieurs portions de l'échantillon et immerger profondément les électrodes pour s'assurer que les deux électrodes et l'échantillon sont à la température voulue. Pour réduire l'effet du décalage thermique, garder la température de la paire d'électrodes, des solutions tampons de référence, et de l'eau de lavage aussi près que possible de celle de l'échantillon (à 2 °C près).

 Health Canada / Santé Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C13-3	Effective En vigueur 2001-10-28
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-13 ANALYSE DU pH DES PRODUITS DE CONSOMMATION EN SOLUTION AQUEUSE			Amendment number- Numéro de la modification 29

4.3.2 Mesures manuelles

Mesurer des portions successives de l'échantillon jusqu'à ce que 2 lectures successives soient identiques à 0,1 unité de pH près, et que la dérive soit inférieure à 0,05 unité de pH en 2 minutes. Dans le cas des solutions fortement tamponnées, trois lectures suffisent ordinairement pour obtenir des valeurs reproductibles. Noter le pH et la température de l'échantillon (*Note 4*).

5 PRÉSENTATION DES RÉSULTATS

- 5.1 Lorsque le volume de l'échantillon le permet et lorsque c'est pratique de le faire, le résultat de l'analyse doit être exprimé comme la moyenne d'au moins deux mesures successives, à 0,1 unité de pH près, à condition que la différence entre les valeurs ne dépasse pas 0,1 unité de pH, et la précision du résultat satisfait ou dépasse les spécifications précisées à l'alinéa 7.1.
- 5.2 Noter la température des mesures à 1 °C près.
- 5.3 S'il y a lieu, l'écart de la moyenne des analyses effectuées en double ou l'écart type des analyses répétées (s pour $n > 2$) doit être calculé (*Note 5*), et les résultats des analyses doivent être présentés selon le format suivant :

N° d'échantillon	N° de spécimen	Préparation de l'échantillon	pH à T °C
1	A	pur	xx,x ± 2 s

6 PROCÉDURES DE CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

- 6.1 On doit effectuer les procédures de contrôle de la qualité suivantes en même temps que l'analyse de l'échantillon afin de s'assurer que les instruments disponibles fonctionnent

Note 4: La compensation thermique permet de compenser l'effet de la température de l'échantillon sur la paire d'électrodes, mais ne permet pas de compenser les effets thermiques sur le système chimique sur lequel on effectue des mesures. Il ne permet pas d'ajuster le pH mesuré à une température commune et, par conséquent, la température doit être notée pour chaque lecture de pH.

Note 5: On peut calculer l'écart type (s) des résultats des analyses à l'aide de la formule suivante, où 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 Canada / Santé Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C13-4	Effective En vigueur 2001-10-28
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-13 ANALYSE DU pH DES PRODUITS DE CONSOMMATION EN SOLUTION AQUEUSE			Amendment number- Numéro de la modification 29

correctement et que l'exactitude et la précision des mesures analytiques respectent les prescriptions de la méthode.

- 6.2 Le pH-mètre et les électrodes doivent être vérifiés selon les directives suivantes pour s'assurer qu'ils fonctionnent correctement et normalement :
- 6.2.1 En se servant de la compensation thermique appropriée, étalonner le pH-mètre et la paire d'électrodes selon les directives du fabricant de l'appareil, en utilisant au moins deux solutions tampons de référence qui encadrent de près, si possible, le pH de l'échantillon, et mesurer la pente d'étalonnage de la paire d'électrodes.
- 6.2.2 Noter la pente d'étalonnage de la paire d'électrodes dans le livret de contrôle de la qualité de l'instrument analytique, et vérifier si la lecture se situe dans les limites de tolérance de la valeur attendue. (L'instrument PC Titrate est doté d'un régime de contrôle de la qualité intégré et indiquera si la mesure est dans les limites acceptables ou non). Si la mesure de contrôle est acceptable, noter dans le dossier de l'échantillon que l'étalonnage de l'instrument se situait dans les limites de contrôle. Si l'appareil est brisé ou dérégulé, on doit immédiatement faire réparer le pH-mètre ou les électrodes et/ou étalonner de nouveau cet ensemble d'appareils pour qu'il réponde aux conditions de fonctionnement prescrites avant de faire les analyses.
- 6.3 Suivre les directives suivantes pour vérifier l'état de fonctionnement de la méthode d'essai :
- 6.3.1 Mesurer le pH d'une solution tampon étalon certifiée, comme les solutions tampons certifiées de pH 4,00, 7,00 ou 10,00 ± 0,01 (à 25 °C) de Fisher Scientific Co., dans des conditions expérimentales identiques à celles de l'échantillon. Choisir la solution tampon dont le pH est le plus près de celui de l'échantillon. Noter le résultat de l'essai dans le livret de contrôle de la qualité de l'instrument analytique, et vérifier si la lecture de pH correspond au pH désigné de la solution de référence dans l'intervalle de tolérance de la valeur attendue. Si cette mesure de contrôle est acceptable, noter dans le dossier de l'échantillon que la méthode d'essai était dans les limites de contrôle. Si le résultat de l'analyse de l'échantillon témoin ne se situe pas dans l'intervalle de valeurs acceptables de la méthode, l'analyse doit être répétée au complet.

7 PRÉCISION

- 7.1 *Répétabilité* : Lorsque la méthode d'essai fonctionne normalement et correctement, l'écart entre les résultats d'analyses répétées, obtenus par le même analyste à l'aide des mêmes appareils dans des conditions constantes, avec du matériau d'essai identique, doit être égal ou inférieur aux valeurs suivantes à un niveau de probabilité de 95 % :

 Health Canada / Santé Canada	Title of publication-Titre de la publication Manuel de référence de la sécurité des produits Livre 5 - Politiques et procédures de laboratoire	Page C13-5	Effective / En vigueur 2001-10-28
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B : Section des méthodes d'essai, méthode C-13 ANALYSE DU pH DES PRODUITS DE CONSOMMATION EN SOLUTION AQUEUSE			Amendment number- / Numéro de la modification 29

pH ≤ 1,0 = 9,2 %
 pH ≥ 1,0 et ≤ 10,0 = 1,7 %
 pH ≥ 10,0 = 1,7 %

7.2 *Reproductibilité* : Lorsque la méthode d'essai fonctionne normalement et correctement, l'écart entre les résultats d'analyses répétées, obtenus par différents analystes des jours différents, à l'aide des mêmes appareils dans des conditions constantes doit être égal ou inférieur aux valeurs suivantes, à un niveau de probabilité de 95 % :

pH ≤ 1,0 = 38 %
 pH ≥ 1,0 et ≤ 10,0 = 6,4 %
 pH ≥ 10,0 = 3,9 %

..... FIN