 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 C02-1	Effective En vigueur 94-12-12
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES PEINTURES ET LES REVÊTEMENTS APPLIQUÉS			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 peintures et les revêtements appliqués visés par les articles 2, 9 et 18 de la partie I, et l'article 31 de la partie II de l'annexe I de la Loi sur les produits dangereux.
- 1.2 Lorsqu'on a reçu une demande explicite de vérifier si un produit est conforme à l'article 18 de la partie I, ou à l'article 31 de la partie II de l'annexe I de la Loi sur les produits dangereux, l'essai doit être effectué selon la marche à suivre décrite dans la norme 1-GP-500.1 de l'ONGC. Les résultats doivent être rapportés selon les lignes directrices présentées dans les sections 6 et 7 de la présente méthode qui traitent, respectivement, de la présentation des résultats et du contrôle de la qualité.

2 DOCUMENTS DE RÉFÉRENCE

- 2.1 Méthode d'essai, norme 1-GP-500.1 de l'ONGC (décembre 1973).
- 2.2 Méthode d'essai 17.1, norme 1-GP-71 de l'ONGC (mai 1978).

3 RÉACTIFS ET APPAREILS


- 3.1 Acétone, dichlorométhane ou un autre solvant approprié.
- 3.2 Étuve à convection d'air ou étuve à vide.
- 3.3 Spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA).
- 3.4 Spectrographe de plasma d'arc à courant continu (SPA-CC) [optionnel].
- 3.5 Dessiccateur.
- 3.6 Papier filtre, Whatman n° 44.
- 3.7 Plaque chauffante.
- 3.8 Acide chlorhydrique (HCl), 6 N.
- 3.9 Spectromètre d'émission atomique de plasma induit par haute fréquence (SÉA-PHF) [optionnel].
- 3.10 Spectromètre de masse de plasma induit par haute fréquence, d'ablation par laser (SM-PHF-AL) [optionnel].
- 3.11 Solution standard de plomb (Pb), certifiée, 1000 µg/ml.
- 3.12 Four à moufle.
- 3.13 Acide nitrique (HNO₃), 6 N.
- 3.14 Creuset et couvercle de porcelaine, 25 ml.
- 3.15 Scalpel ou autre outil à lame approprié.
- 3.16 Fiole jaugée, 25 ml.
- 3.17 Récipient de pesage.

 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 C02-2	Effective En vigueur 94-12-12
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES PEINTURES ET LES REVÊTEMENTS APPLIQUÉS			Amendment number-Numéro de la modification 4

4 MARCHE À SUIVRE

- 4.1 Vérifier si l'échantillon 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 :
- 4.1.1 *Pour les peintures liquides* : Bien mélanger l'échantillon. Transférer environ 200 mg de la peinture liquide dans un creuset de porcelaine taré de 25 ml. Placer le creuset dans une étuve à convection d'air à 105°C et laisser sécher l'échantillon jusqu'à poids constant. Enlever le creuset de l'étuve, le laisser refroidir dans un dessiccateur et le peser à 0,1 mg près.
- 4.1.2 *Pour les revêtements appliqués* : Enlever, en grattant avec un scalpel ou un autre outil à lame approprié, le revêtement appliqué à l'article pour essai, en s'assurant de ne pas enlever le matériau se trouvant en dessous. Placer le revêtement que l'on a enlevé dans un récipient de pesage et le faire sécher jusqu'à poids constant dans une étuve à convection d'air à 105°C. Comme alternative, enlever le revêtement à l'aide d'un solvant approprié¹, et le recueillir dans un récipient de pesage convenable. Laisser évaporer le solvant et faire sécher le revêtement jusqu'à poids constant dans une étuve à convection d'air à 105°C, ou dans une étuve à vide à 60°C et à une pression de 25 mm Hg. Enlever le récipient de l'étuve et laisser refroidir l'échantillon dans un dessiccateur. Transférer précisément 100 mg du revêtement séché dans un creuset de porcelaine taré de 25 ml et le peser à 0,1 mg près.
- 4.2 Couvrir le creuset et le placer dans un four à moufle à 200°C. Augmenter graduellement la température du four jusqu'à 540°C, à raison d'environ 10°C/minute, et maintenir l'échantillon à cette température pendant une heure. Enlever le creuset du four et le laisser refroidir.
- 4.3 Ajouter avec précaution 4 ml d'HNO₃ 6 N et faire évaporer l'échantillon sur une plaque chauffante jusqu'à ce qu'il soit presque complètement sec. Ajouter 4 ml d'HCl 6 N et remuer. Ajouter 10 ml d'eau distillée chaude et bien mélanger. Filtrer la solution à chaud, à l'aide d'un papier filtre, dans une fiole jaugée de 25 ml et laver soigneusement avec de l'eau distillée chaude. Laisser refroidir le filtrat et remplir la fiole d'eau distillée jusqu'au volume jaugé.

¹ On peut utiliser de l'acétone ou du dichlorométhane pour enlever plus facilement le revêtement appliqué. Cependant, on ne doit pas utiliser ces solvants si le matériau en dessous du revêtement de l'article pour essai est une matière plastique.

 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	Effective En vigueur 94-12-12
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES PEINTURES ET LES REVÊTEMENTS APPLIQUÉS			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 4 ml d'HNO₃ 6 N et de 4 ml d'HCl 6 N dans une fiole jaugée de 25 ml. Remplir la fiole avec de l'eau distillée jusqu'au volume jaugé.
- 5.3 Mesurer l'absorbance de la solution de dosage (de l'échantillon) préparée selon les directives de l'alinéa 4.3, 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'instrument². Diluer la solution de dosage, 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 de dosage. Déterminer la teneur en plomb de la solution témoin et soustraire cette valeur, s'il y a lieu, 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 total de matières sèches dans l'échantillon pour essai à l'aide de l'équation suivante :

$$\text{Plomb (Pb), \% (p/p)} = \frac{0.0025 \times C \times D_f}{P}$$

où :


C = Concentration de plomb mesurée dans la solution de dosage (µg/ml),

D_f = facteur de dilution,

P = poids de l'échantillon sec 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 dans l'alinéa 8.1.

² On a trouvé que d'autres techniques de mesure instrumentales, comme la SM-PHF et la SÉA-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 C02-4	Effective En vigueur 94-12-12
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES PEINTURES ET LES REVÊTEMENTS APPLIQUÉS			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 $n > 2$)³ doit être calculé, et les résultats des analyses doivent être présentés selon le format suivant :


<i>N° d'échantillon</i>	<i>N° de spécimen</i>	<i>Couleur/ description</i>	<i>[Plomb]_{totale} % (p/p)</i>
1	1A	Bleu	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 brisé ou déréglé, 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 :
- 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 du NIST; (teneur en plomb certifiée :

³ 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 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 C02-5	Effective En vigueur 94-12-12
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode C-02 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN PLOMB DANS LES PEINTURES ET LES REVÊTEMENTS APPLIQUÉS			Amendment number- Numéro de la modification 4

0,02088 ± 0,00049 pourcentage massique) 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 Si la méthode d'analyse fonctionne correctement et normalement, l'écart entre les résultats des essais répétés, obtenus lors d'un programme intralaboratoire d'essais comparatifs effectués sur des échantillons d'éclats de peinture, devrait rencontrer ou dépasser la limite de fidélité de 14,4 % dans l'intervalle de confiance de 95 % sur la gamme d'essai de 0,02 à 13,6 % (p/p) de Pb.
- 8.2 L'exactitude des résultats d'analyse obtenus à l'aide de cette méthode a été déterminée par un programme interlaboratoire d'essais comparatifs effectués sur des échantillons d'éclats de peinture dans un minimum de 163 laboratoires employant diverses méthodes analytiques. La valeur moyenne était de +4,1 % de la valeur de référence acceptée sur la gamme d'essai de 0,02 à 12,3 % (p/p) de Pb.

9 SEUIL DE DÉTECTION

- 9.1 Le seuil de détection de la présente méthode, tel que déterminé au moyen de la SAA en mode de flamme à 283,3 nm est d'approximativement de 0,001 % (p/p) de Pb.