 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 F22-1	Effective En vigueur 96-05-01
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode F-22 MÉTHODES DE DÉTECTION DES AGENTS IGNIFUGES DANS LES PRODUITS ET LES FIBRES TEXTILES			Amendment number- Numéro de la modification 3

1 PORTÉE

- 1.1 Cette méthode contient la marche à suivre pour détecter les éléments (aluminium, bore, phosphore, antimoine et halogènes) que l'on retrouve habituellement dans les produits ignifuges les plus communs. Trois méthodes sont disponibles : la spectrographie de plasma d'arc (pour l'aluminium, le bore, le phosphore et l'antimoine); le test Beilstein (pour le chlore) et un test de coloration de flamme (pour les borates ou l'acide borique).

2 DOCUMENT APPLICABLE

- 2.1 MONOGRAPHIE 3 DE L'AATCC
«Analytical Methods for a Textile Laboratory», deuxième édition, AATCC, 1968, chapitre 4 - «Identification of Textile Finishes on Fabrics,"Flame Resistant Finishes"», pages 105 et 106.

3 APPAREILS ET RÉACTIFS


3.1 Spectrographie de plasma d'arc

- 3.1.1 Spectrographe de plasma d'arc à réseau (1,5 m) Wadsworth 78-090.
- 3.1.2 Appareil de développement de film Jarrell-Ash modèle 34-300. ¹
- 3.1.3 Microphotomètre comparateur Jarrell-Ash modèle 21-300.
- 3.1.4 Poudre de graphite ayant une concentration maximale globale d'impuretés de 6 ppm et une concentration maximale d'impuretés de 1 ppm par élément.
- 3.1.5 Électrodes à cavité : électrodes de graphite ayant une concentration maximale globale d'impuretés de 6 ppm, une concentration maximale d'impuretés de 1 ppm par élément, une densité apparente de 1,75 g/cm³, une longueur totale de 38 mm et un diamètre de 3,0 mm. ²
- 3.1.6 Contre-électrodes (supérieures) : électrodes de graphite ayant une concentration maximale globale d'impuretés de 6 ppm, une concentration maximale d'impuretés de 1 ppm par élément, une densité apparente de 1,75 g/cm³, une longueur totale de 38 mm et un diamètre de 4,6 mm. ³
- 3.1.7 Matériaux de référence : feuille d'aluminium, bore (sous forme d'H₃BO₃), phosphore (sous forme de NaH₂PO₄) et antimoine (sous forme de Sb₂O₃).
- 3.1.8 Film : Kodak Spectrum Analysis, n° 1 (0667). (Note 4)
- 3.1.9 Solutions pour le traitement du film :
 Développeur : développeur Kodak D-19
 Bain d'arrêt : bain d'arrêt «Indicator» de Kodak

¹ Comme alternative, on peut utiliser une cuve de développement Paterson «Super System 4».

² La pièce n° 9007, catégorie 17 de la firme Xymotech Biosystems Inc., 1320, boul. Graham, bureau 327, Mt. Royal (Québec) H3P 3C8, (514) 738-1386, répond à ces critères.

³ La pièce n° 216 U, catégorie 17 de la firme Xymotech répond à ces critères.

 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 F22-2	Effective En vigueur 96-05-01
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode F-22 MÉTHODES DE DÉTECTION DES AGENTS IGNIFUGES DANS LES PRODUITS ET LES FIBRES TEXTILES			Amendment number- Numéro de la modification 3

Bain de fixage : «Rapid Fixer» de Kodak
 Les solutions mentionnées ci-dessus doivent être préparées et utilisées selon les directives du fabricant imprimées sur les emballages. ⁴

3.2 Test Beilstein

- 2.2.1 Brûleur Bunsen.
- 2.2.2 Fil de cuivre de 0,8 à 1,0 mm de diamètre.

3.3 Test de coloration de flamme

- 2.3.1 Plat de céramique ou creuset.
- 2.3.2 Éthanol.
- 2.3.3 Acide sulfurique concentré.

4 SPECTROGRAPHIE DE PLASMA D'ARC


4.1 Préparation des échantillons

- 4.1.1 Tasser quelques fibres de l'échantillon dans le réservoir de l'électrode à cavité. Ajouter de la poudre de graphite sur l'échantillon.
- 4.1.2 Appuyer sur l'excédant de poudre de graphite avec l'extrémité plate d'une spatule.
- 4.1.3 Répéter cette opération pour l'échantillon en blanc, qui ne contient que de la poudre de graphite, et les échantillons de contrôle, à l'aide d'une petite spatule pour les poudres, ou de ciseaux et de pinces fines pour la feuille d'aluminium.

4.2 Marche à suivre

- 4.2.1 Sortir environ 3 à 4 po de film du porte-film et le jeter. Retirer du porte-film la plaque d'acier protectrice foncée.
- 4.2.2 Mettre le ventilateur en marche et allumer la lumière dans le boîtier.
- 4.2.3 Régler les instruments comme suit :
 - régler l'obturateur à diaphragme (en queue de poisson) à approximativement 0,1 pour obtenir un spectre d'environ 0,5 mm de hauteur
 - régler la durée d'exposition à 9 secondes
 - régler la puissance à 6 ampères
 - régler le compteur à 5 (il s'agit du bouton noir qui est situé à l'extrémité du spectrographe où se trouve la fente et qu'on emploie pour faire monter et descendre le porte-film).
- 4.2.4 Mettre l'électrode à cavité qui contient l'échantillon dans la pince d'électrode inférieure du boîtier.

⁴ Ces produits sont disponibles de Kodak Canada Ltée., Toronto (Ontario) M6M 1V3

 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 F22-3	Effective En vigueur 96-05-01
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode F-22 MÉTHODES DE DÉTECTION DES AGENTS IGNIFUGES DANS LES PRODUITS ET LES FIBRES TEXTILES			Amendment number- Numéro de la modification 3

- 4.2.5 Mettre la contre-électrode dans la pince d'électrode supérieure et fermer la porte de la chambre d'excitation.
- 4.2.6 Aligner les électrodes et régler et centrer l'écart entre les deux électrodes à deux graduations de l'échelle étalonnée sur l'écran de projection.
- 4.2.7 Allumer la source de puissance.
- 4.2.8 Tourner le bouton de droite sur le devant du boîtier pour mettre les électrodes en contact, afin qu'elles produisent une étincelle, puis remettre immédiatement les électrodes à l'écart qu'ils avaient au début.
- 4.2.9 Mettre simultanément le compte-pose en marche. La minuterie s'arrêtera automatiquement après 9 secondes et se remettra à zéro.
- 4.2.10 Fermer la source de puissance.
- 4.2.11 Retirer les électrodes usées en tournant la commande d'ouverture de la pince d'électrode sur la porte avant du boîtier.

AVERTISSEMENT : Ne pas toucher les électrodes avec les mains nues.


- 4.2.12 Faire avancer le compteur.
- 4.2.13 Répéter toutes les étapes décrites dans les alinéas 3.2.1 à 3.2.11 pour chacun des échantillons, les matériaux de référence et l'échantillon en blanc.
On peut photographier un maximum de 21 spectres sur un film.
- 4.2.14 Une fois qu'on a terminé de traiter tous les échantillons, remettre la plaque d'acier protectrice foncée et retirer le porte-film du support afin de terminer de traiter le film dans la chambre noire.

4.3 Traitement du film

- 4.3.1 Dans la chambre noire, enlever le film du porte-film et l'insérer sur le cadre-support, avec la surface mate vers l'extérieur, et le serrer fermement.
- 4.3.2 Traiter le film en l'immergeant dans les solutions de traitement dans l'ordre suivant :
 - Développeur - 3 minutes, en agitant.
 - Bain d'arrêt - 15 à 20 secondes. Enlever le cadre-support et secouer pour enlever la solution.
 - Bain de fixage - 3 minutes, en agitant.
 - Bain d'eau courante - 3 minutes.
- 4.3.3 Enlever le film du cadre-support et le laisser sécher.

4.4 Examen du film

- 4.4.1 Insérer le film dans le microphotomètre comparateur selon les directives du fabricant et aligner le film avec le film témoin maître.
- 4.4.2 Identifier les raies spectrales de l'échantillon qui correspondent à celles des matériaux de référence (Al, P, B, Sb).

 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 F22-4	Effective En vigueur 96-05-01
Chapter and/or Section;-Number and title-Chapitre ou section-Numéro et titre Partie B: Section des méthodes d'essai, Méthode F-22 MÉTHODES DE DÉTECTION DES AGENTS IGNIFUGES DANS LES PRODUITS ET LES FIBRES TEXTILES			Amendment number- Numéro de la modification 3

5 ESSAI BEILSTEIN

- 5.1 Faire chauffer un fil de cuivre avec un brûleur Bunsen à flamme blanche jusqu'à ce qu'il ne donne plus de couleur à la flamme. Frotter le fil de cuivre sur un morceau de l'échantillon et introduire immédiatement le fil dans la partie extérieure de la flamme. Comme alternative, brûler un petit morceau de l'échantillon dans la flamme et tenir le fil de cuivre juste au-dessus de l'échantillon ou en le touchant près de la base de la flamme. Observer la couleur de la flamme. Une flamme verte ou bleu-vert indique la présence de composés chlorés

6 ESSAI DE COLORATION DE FLAMME

AVERTISSEMENT : L'essai suivant devrait être effectué sous une hotte de laboratoire en portant des lunettes et des gants de sécurité, ainsi que des vêtements de protection.

- 6.1 Mettre un peu de l'échantillon dans un plat de céramique ou un creuset. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique, puis ajouter 2 à 3 ml d'éthanol en le versant directement sur l'échantillon de façon à ce qu'il soit recouvert du liquide. Faire chauffer le creuset et allumer les vapeurs émises. Observer la couleur de la flamme. Une flamme verte indique la présence de borates ou d'acide borique.