
**Artifices de divertissement —
Méthodes d'essai pour la
détermination de substances
chimiques spécifiques —**

Partie 3:

**Plomb et composés du plomb par
absorption atomique**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Fireworks — Test methods for determination of specific chemical
substances — 3:2020*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11b35813-07e2-4716-8466-150e93873d0c/iso-22863-3-2020>
Part 3: Lead and lead compounds by atomic absorption



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22863-3:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1b35813-07e2-4716-8466-150e93873d0c/iso-22863-3-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Préparation	2
8 Étapes d'analyse	2
8.1 Taille de l'échantillon.....	2
8.2 Exigences générales.....	2
8.3 Mode opératoire d'essai.....	3
8.3.1 Processus de digestion.....	3
8.3.2 Courbe d'étalonnage.....	3
8.3.3 Mesurage.....	4
9 Calculs	4
10 Fidélité	4
11 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Conditions de fonctionnement de référence du four de digestion à micro-ondes	5
Annexe B (informative) Conditions de fonctionnement de référence du spectromètre atomique	6
Annexe C (informative) Méthode des ajouts dosés	7

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 264, *Artifices de divertissement*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 22863 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Artifices de divertissement — Méthodes d'essai pour la détermination de substances chimiques spécifiques —

Partie 3: Plomb et composés du plomb par absorption atomique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthode d'essai de détermination de la teneur en plomb dans les compositions pyrotechniques des artifices de divertissement par spectrophotométrie d'absorption atomique à la flamme, avec une limite minimale de détection de 10 mg/kg.

Il est généralement recommandé de réaliser un essai qualitatif préliminaire simple pour vérifier si une analyse quantitative est requise.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 22863-1:2020, *Artifices de divertissement — Méthodes d'essai pour la détermination de substances chimiques spécifiques — Partie 1: Généralités* <https://standards.iso.org/standards/sist/d1b35813-07e2-4716-8466-150e93873d0c/iso-22863-3-2020>

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

La méthode d'essai consiste à mettre en solution les échantillons avec de l'acide chlorhydrique, de l'acide nitrique, de l'acide fluorhydrique et de l'acide perchlorique, puis à utiliser un spectrophotomètre à absorption atomique pour déterminer la teneur en plomb.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique confirmée, de l'eau distillée ou de l'eau déionisée ou une eau d'une pureté équivalente.

5.1 Acide chlorhydrique ($\rho = 1,19$ g/ml).

5.2 Acide perchlorique ($\rho = 1,67$ g/ml).

5.3 **Acide nitrique** ($\rho = 1,42$ g/ml).

5.4 **Acide fluorhydrique** ($\rho = 1,15$ g/ml).

5.5 **Acide chlorhydrique dilué** (1 part d'acide + 11 parts d'eau).

5.6 **Acide chlorhydrique dilué** (1 part d'acide + 1 part d'eau).

5.7 **Mélange d'acides** (4 parts d'acide nitrique + 1 part d'acide perchlorique).

5.8 **Solution étalon de plomb** (1 000 $\mu\text{g/ml}$).

5.9 **Solution étalon de plomb diluée** (100 $\mu\text{g/ml}$). Verser 10,00 ml de la solution étalon de plomb (5.8) dans une fiole de 100 ml, ajouter de l'acide chlorhydrique dilué (5.5) jusqu'à la graduation de 100 ml, puis mélanger.

6 Appareillage

6.1 **Four de digestion à micro-ondes**, équipé d'un récipient de digestion en PTFE ou autre matériau adapté. Les conditions d'utilisation de l'appareil et les temps de digestion correspondants doivent être conformes aux instructions du fabricant.

NOTE D'autres équipements peuvent être utilisés à condition qu'ils répondent au même objectif.

6.2 **Spectrophotomètre d'absorption atomique flamme**, équipé d'une lampe à cathode creuse au plomb. Les conditions d'utilisation doivent être conformes aux instructions du fabricant.

6.3 **Balance analytique**, avec une résolution de 0,1 mg.

6.4 **Plaque chauffante électrique**, capable d'atteindre une température de 500 °C.

7 Préparation

La préparation de l'échantillon doit être réalisée conformément à l'ISO 22863-1:2020, 5.2 à 5.3.

8 Étapes d'analyse

8.1 Taille de l'échantillon

Peser 1,0 g d'échantillon sur la balance analytique (6.3).

Dupliquer l'échantillon.

8.2 Exigences générales

L'analyse des deux échantillons doit être réalisée simultanément.

Pour la correction des erreurs, un essai à blanc doit être réalisé en parallèle avec une solution à blanc exempte de plomb.

8.3 Mode opératoire d'essai

8.3.1 Processus de digestion

8.3.1.1 Échantillons ne contenant pas de titane

Humidifier les parties de l'échantillon (8.1) avec une petite quantité d'eau, ajouter de l'acide chlorhydrique dilué (5.6) goutte à goutte jusqu'à ce que la réaction violente soit terminée, puis ajouter 8 ml de mélange d'acides (5.7), agiter, refermer hermétiquement le récipient de digestion, le placer dans le four de digestion à micro-ondes (6.1) et réaliser le processus de digestion pendant 30 min à 210 °C (voir l'Annexe A).

À la fin du processus de digestion, le récipient de digestion doit être refroidi à la température ambiante et la solution doit ensuite être débarrassée de tout résidu solide par filtration, puis être transférée dans un bécher en PTFE.

Chauffer la solution clarifiée sur une plaque chauffante électrique (6.4) jusqu'à ébullition et jusqu'à l'obtention d'un sel quasiment sec.

Après refroidissement, 10 ml d'acide chlorhydrique dilué (5.6) doivent être ajoutés au sel.

Chauffer la solution pour dissoudre les sels et laisser refroidir à nouveau.

Pour finir, la solution doit être transférée dans une fiole jaugée de 100 ml et mélangée avec de l'eau jusqu'à la graduation de 100 ml.

8.3.1.2 Échantillons contenant du titane

Placer chaque échantillon (8.1) dans un récipient de digestion par micro-ondes, humidifier avec une petite quantité d'eau, ajouter de l'acide chlorhydrique dilué (5.6) goutte à goutte jusqu'à ce que la réaction violente soit terminée.

Ajouter ensuite 3 ml d'acide fluorhydrique (5.4) et 5 ml de mélange d'acides (5.7), agiter, refermer hermétiquement le récipient de digestion, le placer dans le four de digestion à micro-ondes (6.1) et réaliser la digestion selon le mode opératoire fixé.

À la fin du processus de digestion, le récipient de digestion doit être refroidi à la température ambiante et la solution doit être transférée dans un bécher en polytétrafluoroéthylène et chauffée sur une plaque chauffante électrique (6.4) jusqu'à l'obtention d'un sel quasiment sec.

Après refroidissement, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique dilué (5.6) et dissoudre les sels par chauffage, puis laisser à nouveau refroidir.

Pour finir, la solution doit être transférée dans une fiole jaugée de 100 ml et mélangée avec de l'eau jusqu'à la graduation de 100 ml.

8.3.2 Courbe d'étalonnage

Préparer un ensemble d'échantillons d'étalonnage par dilution de la solution étalon de plomb diluée (5.9) à des concentrations de 0 µg/ml, 0,5 µg/ml, 1,0 µg/ml, 2,0 µg/ml, 5,0 µg/ml et 10,0 µg/ml. Ces solutions doivent être versées dans un groupe de fioles jaugées de 100,0 ml jusqu'à la graduation de 100 ml. Réaliser le processus d'étalonnage avec le spectrophotomètre (6.2) en suivant les instructions du fabricant.

La courbe d'étalonnage doit être tracée dans un système de coordonnées représentant la concentration de plomb en abscisses (axe horizontal) et les valeurs d'absorbance en ordonnées (axe vertical).

8.3.3 Mesurage

Régler le spectrophotomètre dans les conditions de fonctionnement optimales selon les instructions du fabricant (voir l'[Annexe B](#)).

Réaliser l'essai conformément à ([8.2](#)) et enregistrer la mesure.

Si la teneur en plomb dans les solutions d'échantillons est au-delà de la courbe d'étalonnage, la solution ([8.3.1](#)) doit être diluée à un rapport approprié, puis être à nouveau mesurée.

9 Calculs

Calculer la teneur en plomb des deux échantillons à l'aide de la formule suivante:

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot f}{m}$$

où

- X est la teneur en plomb de l'échantillon (mg/kg);
- C est la concentration de plomb mesurée dans la solution d'échantillon ($\mu\text{g/ml}$);
- C_0 est la concentration de plomb mesurée dans la solution à blanc exempte de plomb ($\mu\text{g/ml}$);
- V est le volume de la solution d'échantillon (ml);
- f est le facteur de dilution de la solution d'échantillon;
- m est la masse de l'échantillon (g).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1b35813-07e2-4716->

Les résultats des calculs doivent être exprimés avec deux chiffres significatifs.

La méthode des ajouts dosés peut être utilisée à la place des méthodes spécifiées à l'[Article 7](#) et à l'[Article 8](#) (voir l'[Annexe C](#)).

10 Fidélité

La différence absolue entre deux résultats mesurés ne doit pas dépasser 10 % de leur moyenne arithmétique.

Si les résultats dépassent la valeur ci-dessus, l'essai doit être recommencé, en utilisant éventuellement des échantillons de masse plus élevée.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- le nom et l'adresse du laboratoire d'essai;
- la date d'émission;
- une référence au présent document, à savoir l'ISO 22863-3:2020;
- la description nécessaire de l'échantillon et comment il a été obtenu conformément à l'ISO 22863-1;
- les résultats de l'analyse;
- toute anomalie survenue pendant la réalisation des essais.

Annexe A (informative)

Conditions de fonctionnement de référence du four de digestion à micro-ondes

Le four de digestion à micro-ondes est utilisé pour digérer les échantillons à haute température et haute pression. Pour des raisons de sécurité, respecter scrupuleusement les instructions et spécifications fournies par le fabricant de l'équipement; la température et la pression maximales ne doivent pas dépasser la plage spécifiée. Le mode opératoire de digestion par micro-ondes peut être réalisé comme indiqué dans le [Tableau A.1](#). Comme les fabricants de fours de digestion à micro-ondes proposent des conceptions différentes, privilégier le mode opératoire de digestion fourni par le fabricant.

Tableau A.1 — Conditions de fonctionnement de référence du four de digestion à micro-ondes

Puissance (W)	Temps de montée (minutes)	Pression (hPa)	Température (°C)	Durée de maintien (minutes)
1 000	30	55	210	30

NOTE Différents modèles de fours de digestion à micro-ondes provenant de différents fabricants peuvent avoir des modes opératoires de digestion différents (voir les instructions d'utilisation fournies).

(standards.iteh.ai)

[ISO 22863-3:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1b35813-07e2-4716-8466-150e93873d0c/iso-22863-3-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d1b35813-07e2-4716-8466-150e93873d0c/iso-22863-3-2020>