

---

---

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

Partie 2:

**Hexachlorobenzène par  
chromatographie en phase gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Fireworks — Test methods for determination of specific chemical  
substances — 2:2020*

<https://standards.iteh.org/catalog/standards/sist/9205f2c4-5481-4d59-8521-7ceb56d21055/iso-22863-2-2020>  
**Part 2: Hexachlorobenzene by gas chromatography**



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 22863-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9205f2c4-5481-4d59-8521-7ceb56d21055/iso-22863-2-2020>



**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  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>1</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>7</b> <b>Préparation</b> .....	<b>3</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>3</b>
8.1    Extraction.....	3
8.2    Purification.....	3
8.3    Dosage.....	3
<b>9</b> <b>Calcul des résultats</b> .....	<b>4</b>
<b>10</b> <b>Limite de détection minimale et taux de récupération</b> .....	<b>4</b>
10.1    Limite de détection.....	4
10.2    Taux de récupération.....	4
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe A (informative) Chromatogramme type obtenu pour le HCB</b> .....	<b>6</b>

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9205f2c4-5481-4d59-8521-7ceb56d21055/iso-22863-2-2020>

## 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](http://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](http://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](http://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](http://www.iso.org/fr/members.html).

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

## Partie 2:

## Hexachlorobenzène par chromatographie en phase gazeuse

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthode d'essai de détermination de l'hexachlorobenzène (HCB) dans les compositions pyrotechniques par chromatographie en phase gazeuse.

La limite de détection dépend de la substance à déterminer, de l'équipement utilisé, de la qualité des produits chimiques utilisés pour l'extraction de l'échantillon et de la purification de l'extrait.

Dans les conditions spécifiées dans le présent document, une limite de détection de 1 mg/kg (exprimée en matière sèche) peut être obtenue.

### 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*

### 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

Une extraction solide-liquide de la composition pyrotechnique est réalisée au moyen d'un solvant d'extraction, par exemple du n-hexane ou de préférence de l'éthanol ou de l'heptane. Après avoir augmenté la concentration des composés de faible volatilité et après purification avec de l'acide sulfurique concentré, l'échantillon est analysé par chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur à ionisation de flamme d'hydrogène (FID).

### 5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Vérifier que les réactifs sont applicables pour cette application spécifique et sont exempts de substances interférentes.

Il convient que les opérations en laboratoire respectent les exigences de sécurité appropriées pour les matériaux et échantillons inflammables et explosifs, ainsi que pour les acides forts et les matériaux toxiques. Il convient que les opérateurs portent un équipement de protection individuelle approprié et suivent les règles de sécurité appropriées. Il convient de prendre des mesures spéciales pour les événements imprévus ou les réactions incontrôlables.

**5.1 HCB étalon:** Formule:  $C_6Cl_6$ , n° CAS: 118-74-1, pureté: 99,5 %.

**5.2 Acide sulfurique concentré (98 %).**

**5.3 Solvant d'extraction:** pur du point de vue chromatographique (par exemple n-hexane ou de préférence éthanol ou heptane).

**5.4 Solution étalon:** Après avoir pesé avec précision la quantité correcte de HCB étalon (5.1) (à 0,1 mg près), préparer une solution à 100 µg/ml avec le solvant d'extraction (5.3). Conserver entre 0 °C et 4 °C à l'obscurité.

**5.5 Solution étalon intermédiaire:** La valeur type est de 10 µg/ml. Transférer 1,0 ml de solution étalon (5.4) dans une fiole jaugée de 10 ml, diluer avec le solvant d'extraction (5.3) jusqu'à la graduation de 10 ml et mélanger. Conserver ensuite entre 0 °C et 4 °C à l'obscurité.

**5.6 Solutions étalons de travail:** Préparer au moins quatre solutions avec des concentrations différentes en HCB, de 0,5 µg/ml, 1,0 µg/ml, 2,0 µg/ml et 5,0 µg/ml, par dilution de la solution étalon intermédiaire (5.5).

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 6 Appareillage

ISO 22863-2:2020

**6.1 Chromatographe en phase gazeuse:** équipé d'un détecteur à ionisation de flamme d'hydrogène (FID) et d'un générateur d'hydrogène, dans les conditions suivantes:

- Colonne chromatographique: colonne capillaire HP-5 en quartz [30 m × 0,25 mm (diamètre intérieur) × 0,25 µm], ou équivalent;
- Programme de température: maintenir la température initiale de 80 °C pendant 1 min, augmenter jusqu'à 230 °C de 20 °C/min, puis maintenir pendant 10 min;
- Température de l'orifice d'injection: 250 °C;
- Température de l'équipement: 300 °C;
- Gaz vecteur: azote, d'une pureté supérieure ou égale à 99,99 %, débit de 1,0 ml/min;
- Hydrogène: 40 ml/min;
- Air: 400 ml/min;
- Gaz d'appoint: 30 ml/min;
- Introduction de l'échantillon: injection splitless;
- Quantité d'échantillon: 1 µl.

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

**6.3 Centrifugeuse:** fonctionnant à au moins 3 000 r/min.

**6.4 Agitateur Vortex rapide.**

## 6.5 Instrument multifonctions de traitement du micro-échantillon ou autres instruments équivalents.

6.6 Tube à centrifuger gradué: 5 ml, 10 ml.

6.7 Tube à essai en verre: 10 ml.

6.8 Pipette.

## 7 Préparation

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

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Extraction

Peser 1 g d'échantillon (à 0,1 mg près) dans un tube à centrifuger de 10 ml (6.6), ajouter 2 ml de solvant d'extraction (5.3), mélanger pendant 2 min dans un agitateur Vortex rapide, centrifuger pendant 2 min à 3 000 r/min (6.3), et placer le surnageant dans un tube à centrifuger gradué de 10 ml (6.6). Répéter ce mode opératoire deux fois pour extraire le résidu. Combiner les surnageants, sécher le tout à 40 °C dans l'instrument de traitement de l'échantillon (6.5) à moins de 1 ml, ajouter du solvant d'extraction jusqu'à 1 ml, puis mélanger.

NOTE L'extraction par ultrasons avec un mélange de solvant d'extraction et d'acétone peut également être utilisée pour préparer l'échantillon.

### 8.2 Purification

Purifier l'échantillon en ajoutant de l'acide sulfurique concentré (5.2) jusqu'à ce que les impuretés précipitent et que la couche supérieure devienne incolore, centrifuger pendant 2 min à 3 000 r/min, puis placer la couche de solvant d'extraction dans un flacon en verre en vue de l'analyse par chromatographie en phase gazeuse.

### 8.3 Dosage

Placer 1 µl de la première solution étalon de travail (5.6) dans le chromatographe en phase gazeuse (6.1). Réaliser l'essai en suivant les instructions du fabricant et enregistrer le chromatogramme de l'échantillon obtenu pour la première solution étalon de travail. Répéter l'essai avec les trois autres solutions étalons de travail (5.6) et enregistrer les chromatogrammes correspondants. Calculer les aires de pics du HCB dans les quatre échantillons de solutions étalons de travail (voir l'Annexe A).

Placer 1 µl de la solution d'échantillon purifiée (8.2) dans le chromatographe en phase gazeuse (6.1). Réaliser l'essai en suivant les instructions du fabricant et enregistrer le chromatogramme obtenu pour la solution d'échantillon. Calculer l'aire de pic  $A$  du HCB dans la solution d'échantillon (voir l'Annexe A).

Déterminer quelle solution étalon de travail présente l'aire de pic  $A_S$  qui est la plus proche de l'aire de pic de la solution d'échantillon. Mélanger 1,0 ml de cette solution étalon de travail avec 1,0 ml de la solution d'échantillon. Placer 1 µl du mélange dans le chromatographe en phase gazeuse (6.1). Réaliser l'essai en suivant les instructions du fabricant et enregistrer le chromatogramme obtenu pour la solution d'échantillon. Calculer l'aire de pic  $A_M$  du HCB dans le mélange (voir l'Annexe A).

Dans les conditions de chromatographie en phase gazeuse décrites en 6.1, le temps de rétention de référence du HCB est d'environ 8,2 min.

La Figure A.1 présente le chromatogramme d'un échantillon type.

## 9 Calcul des résultats

Calculer la grandeur suivante:

$$Q = 2 \cdot A_M - A_S - A$$

La grandeur ci-dessus doit être proche de zéro.

Si c'est le cas, calculer la teneur en HCB dans l'échantillon à l'aide du processeur de données chromatographiques (PDP) ou à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$X = \frac{A \times C_S \times V}{A_S \times m} \quad (1)$$

où

$X$  est la teneur en HCB dans les échantillons, en mg/kg;

$A$  est l'aire de pic du HCB dans la solution d'échantillon;

$C_S$  est la concentration de HCB dans la solution étalon de travail, en µg/ml;

$A_S$  est l'aire de pic du HCB dans la solution étalon de travail;

$V$  est le volume final de la solution d'échantillon, en ml;

$m$  est la masse de l'échantillon, en g.

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

Si  $Q$  n'est pas proche de zéro, aucune conclusion ne peut être tirée des mesurages.

## 10 Limite de détection minimale et taux de récupération

### 10.1 Limite de détection

La limite de détection de cette méthode est de 1,0 mg/kg.

### 10.2 Taux de récupération

À la fin d'une série d'essais de détermination du HCB, une seconde détermination de la teneur en HCB de la solution étalon de travail à 5,0 µg/ml doit être réalisée. Le résultat de cet essai doit être situé entre 84,2 % et 101,6 % de la valeur attendue de 5,0 µg/ml. Dans le cas contraire, la série d'essais de détermination du HCB doit être répétée.

## 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, c'est-à-dire l'ISO 22863-2;
- la description nécessaire de l'échantillon et comment il a été obtenu conformément à l'ISO 22863-1;
- les résultats de l'analyse;



f) toute anomalie survenue pendant la réalisation des essais.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 22863-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9205f2c4-5481-4d59-8521-7ceb56d21055/iso-22863-2-2020>