

NORME INTERNATIONALE ISO 22863-10

Première édition
2021-02

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

Partie 10:

Taux d'azote dans la nitrocellulose par titration de l'ion sulfate de fer (II) (standards.iteh.ai)

*Fireworks — Test methods for determination of specific chemical
substances*

ISO 22863-10:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4587-9b84-1c941cf18589/iso-22863-10-2021>

Part 10: Nitrogen content in nitrocellulose by iron(II) sulfate titration



Numéro de référence
ISO 22863-10:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22863-10:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-1c941cfl8589/iso-22863-10-2021)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-1c941cfl8589/iso-22863-10-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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 et matériel	2
6 Appareillage	2
7 Préparation de l'échantillon	3
7.1 Vérifications préalables.....	3
7.2 Étape Un.....	3
7.3 Étape Deux.....	4
7.4 Étape Trois.....	4
8 Préparation et étalonnage de la solution de sulfate de fer (II)	4
8.1 Préparation.....	4
8.2 Étalonage.....	5
9 Titration du dernier résidu solide	6
10 Rapport d'essai	7
Bibliographie	8

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22863-10:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-1c941cfl8589/iso-22863-10-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-1c941cfl8589/iso-22863-10-2021>

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 10:

Taux d'azote dans la nitrocellulose par titration de l'ion sulfate de fer (II)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthode de détermination de la teneur en azote de la nitrocellulose contenue dans les compositions pyrotechniques d'artifices de divertissement par titrage du sulfate de fer (II).

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).

(standards.iteh.ai)

ISO 22863-1, *Artifices de divertissement — Méthodes d'essai pour la détermination de substances chimiques spécifiques — Partie 1: Généralités*

ISO 22863-10:2021

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-1c941cfl8589/iso-22863-10-2021)

[1c941cfl8589/iso-22863-10-2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-1c941cfl8589/iso-22863-10-2021)

3 Termes et définitions

Le présent document ne contient ni terme, ni définition.

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

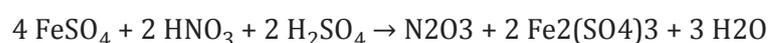
— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Un traitement spécifique est appliqué à titre d'étape préliminaire aux échantillons de compositions pyrotechniques contenant de la nitrocellulose afin de pouvoir déterminer sans erreur la teneur en azote de la nitrocellulose. En effet, les molécules qui contiennent éventuellement des atomes d'azote, telles que les nitrates, autres que la nitrocellulose (nitrate de cellulose) doivent être éliminées de l'échantillon avant cette détermination.

Le nitrate de cellulose résiduel de l'échantillon est libéré par de l'acide sulfurique concentré, avec lequel il forme de l'acide nitrique, lequel est ensuite titré avec du sulfate de fer (II) (FeSO₄) selon la réaction suivante:



La réaction est suivie par potentiométrie. La courbe de titrage obtenue présente un point d'inflexion correspondant à la neutralisation quantitative des radicaux azote de l'échantillon.

5 Réactifs et matériel

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.

5.1 Acide sulfurique (H_2SO_4), pureté chimique de 94 % à 97 %

5.2 Nitrate de potassium (pur)

5.3 Sulfate de fer (II) ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), cristaux (purs)

5.4 Eau distillée

5.5 Acétone (pure et anhydre)

6 Appareillage

6.1 Tout pH-mètre (manuel ou automatique), pouvant mesurer le pH avec une précision de moins de 0,1.

6.2 Électrode en platine pour le mesurage du pH

6.3 Électrode en verre, en graphite ou en tungstène pour le mesurage du pH (électrode de référence).

6.4 Agitateur magnétique avec barreau d'agitation

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-1c941cfl8589/iso-22863-10-2021>

6.5 Mélangeur

6.6 Bain de refroidissement (bain de glace, par exemple) et/ou autre système de refroidissement mécanique

6.7 Récipient opaque

6.8 Mortier en agate

6.9 Bêchers de 150 ml et de 200 ml

6.10 Boîtes de Petri

6.11 Erlenmeyer de 250 ml

6.12 Sachets en plastique antistatiques

6.13 Balance, précise à 0,000 1 g ou à 1/10 000 près

6.14 Dessiccateur avec agent de déshydratation (avec indicateur coloré).

6.15 Montage à reflux de laboratoire

6.16 Étuve de séchage réglable à 100 °C.

6.17 Étuve de séchage réglable à 40 °C.

6.18 Étuve de séchage réglable à 50 °C.

6.19 Chronomètre (secondes).

6.20 Papier-filtre ou papier mince

7 Préparation de l'échantillon

7.1 Vérifications préalables

Avant de préparer l'échantillon, toutes les informations sur la composition chimique des compositions pyrotechniques à soumettre à essai (au moins le nom chimique et les proportions) doivent avoir été communiquées par le fabricant.

La détermination de la teneur en azote de la nitrocellulose exige que toutes les autres molécules qui contiennent des atomes d'azote soient extraites de l'échantillon avant de procéder au titrage. Dans la plupart des cas, ces molécules sont des nitrates qui peuvent être extraits par dissolution avec de l'eau distillée chaude: selon la solubilité des nitrates dans l'eau et leur proportion dans la composition, cette opération peut nécessiter de mener un processus itératif conformément à [7.3](#).

Lorsque d'autres molécules contenant de l'azote sont présentes et ne sont pas solubles dans l'eau, un solvant particulier doit être utilisé, qui ne dissout pas la nitrocellulose.

L'extraction de la nitrocellulose de l'échantillon est réalisée par dilution dans de l'acétone. Cette opération est appliquée à l'échantillon après élimination de tous les nitrates et autres molécules contenant de l'azote, le cas échéant. Il faut ensuite vérifier si l'acétone dissout également les autres ingrédients résiduels de la composition pyrotechnique à soumettre à essai. Si tel est le cas, l'acétone doit être remplacée par un autre solvant qui, parmi les ingrédients résiduels de la composition pyrotechnique, ne dissout que la nitrocellulose.

À la fin de l'étape trois ([7.4](#)), il convient que le dernier résidu solide ne soit constitué que de nitrocellulose.

7.2 Étape Un

Prélever 10 g de la composition contenant de la nitrocellulose, avec une précision de pesée au 1/10 000 près ([6.13](#)). Scinder le prélèvement en trois prises d'essai de quantité égale et introduire chacune d'elles dans trois sachets en plastique antistatiques ([6.12](#)). Fermer les sachets de manière hermétique.

Placer la quantité d'un premier sachet dans une boîte de Petri ([6.10](#)), puis placer le tout dans une étuve à 40 °C ([6.17](#)) pendant 12 h.

Broyer la composition séchée dans un mortier en agate ([6.8](#)) jusqu'à obtenir une fine poudre de granulométrie inférieure à 500 µm. Avertissement: les compositions connues pour être sensibles aux chocs et aux frottements doivent être broyées avec précaution en utilisant les équipements de protection individuelle appropriés ou un appareillage de broyage spécial.

Conserver la composition sèche broyée dans un dessiccateur pendant moins de 3 h. Si l'échantillon a été sorti de l'étuve depuis plus de 3 h, le remettre à sécher dans une étuve à 100 °C ([6.16](#)) pendant 1 h.

Peser 3 g de la composition sèche broyée à 0,000 1 g près ([6.13](#)).

Si hormis la nitrocellulose, la composition pyrotechnique ne contient pas de nitrates, passer à l'étape trois.

7.3 Étape Deux

Placer les 3 g pesés dans un Erlenmeyer de 250 ml (6.11), ajouter 100 ml d'eau distillée (5.4) et chauffer le tout dans un montage à reflux de laboratoire (6.15) à 100 °C pendant 3 h. Veiller à ce que l'eau ne s'évapore pas rapidement et totalement pendant le procédé de reflux.

Séparer le résidu solide par filtration sur un papier-filtre ou papier mince approprié (6.20).

Rincer avec soin avec 30 ml d'eau distillée chaude (>80 °C). Répéter l'opération 3 fois.

Vérifier si des nitrates sont encore présents par spectrométrie infrarouge: les pics caractéristiques des nitrates initialement contenus dans la composition pyrotechnique (excepté ceux qui caractérisent la nitrocellulose) ne doivent pas apparaître sur le spectre infrarouge du résidu solide.

Si ces pics sont toujours observés, ajouter 100 ml d'eau distillée (5.4) au résidu solide et chauffer le tout dans un montage à reflux de laboratoire (6.15) à 100 °C pendant 3 h. Séparer le résidu solide par filtration sur un papier-filtre ou papier mince approprié (6.20).

Rincer avec soin avec 30 ml d'eau distillée chaude (>80 °C). Répéter l'opération 3 fois.

Vérifier de nouveau si les nitrates sont encore présents par spectrométrie infrarouge. Si ces pics sont toujours observés, répéter le procédé de reflux jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucune trace de nitrates (hormis la nitrocellulose).

7.4 Étape Trois

Introduire l'échantillon ou le résidu solide de l'étape deux dans un bécher de 200 ml (6.9) et ajouter 100 ml d'acétone (5.5). Agiter le tout pendant 2 h à température ambiante, à l'aide de l'agitateur magnétique (6.4).

Séparer la phase liquide de l'éventuel dépôt solide qui s'est formé au fond du bécher et la mettre à évaporer dans une étuve à 50 °C (6.18) pendant 48 h afin d'obtenir un dernier résidu solide qui contient la nitrocellulose à soumettre à essai pour déterminer sa teneur en azote.

Vérifier l'absence de molécules autres que la nitrocellulose dans le résidu solide par spectrométrie infrarouge.

Si la masse du dernier résidu solide est inférieure à la masse de la prise d'essai à utiliser lors de la phase suivante de titrage, répéter l'ensemble du procédé avec l'autre ou les deux autres tiers de l'échantillon initial.

8 Préparation et étalonnage de la solution de sulfate de fer (II)

8.1 Préparation

Dissoudre 90 g de sulfate de fer (II) (5.3) dans 160 cm³ d'eau distillée chaude (5.4) à l'aide d'un mélangeur (6.5) ou d'un équipement équivalent permettant de broyer les cristaux de sulfate de fer (II) et de faciliter leur dissolution complète et homogène.

Refroidir la solution de sulfate de fer (II) à température ambiante à l'aide d'un bain de refroidissement ou d'un autre système de refroidissement mécanique (6.6).

Ajouter 800 cm³ d'une solution d'acide sulfurique (5.1) concentrée à 60 % dans de l'eau distillée (5.4) à la solution de sulfate de fer (II) tout en refroidissant l'ensemble de la solution pendant l'opération.

Compléter à 1 l avec de l'eau distillée (5.4).

Stocker la solution de sulfate de fer (II) dans un récipient opaque (6.7).

8.2 Étalonnage

Peser précisément une masse m environ $(0,275 \pm 0,025)$ g de nitrate de potassium sec (5.2) à 0,000 1 g près (6.13) et le placer dans un bécher de 150 ml (6.9).

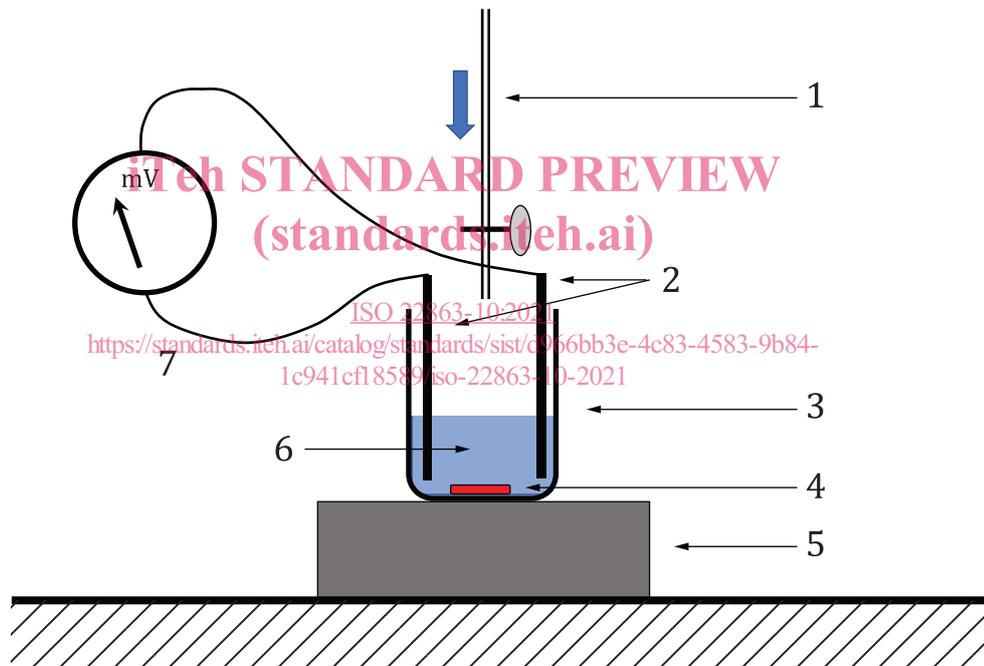
Ajouter 100 cm³ d'acide sulfurique (5.1) et mélanger sans chauffer à l'aide de l'agitateur magnétique (6.4) jusqu'à complète dissolution du nitrate de potassium.

Refroidir la solution en plaçant le bécher dans un bain de glace (6.6).

Plonger les électrodes du pH-mètre (6.1) dans la solution.

Il convient que les électrodes aient été conditionnées pendant un minimum de 4 h dans de l'acide sulfurique propre avant utilisation.

Après 8 min (6.19), commencer le titrage par ajouts successifs de petites quantités de la solution de sulfate de fer (II) étalonnée (voir Figure 1). Lors du titrage, veiller à ne pas faire des ajouts trop rapides pour éviter que la chaleur ne s'accumule dans l'échantillon et ne provoque une oxydation localisée de l'échantillon. Il convient que la durée totale du titrage soit comprise approximativement entre 6 min et 8 min (6.19).



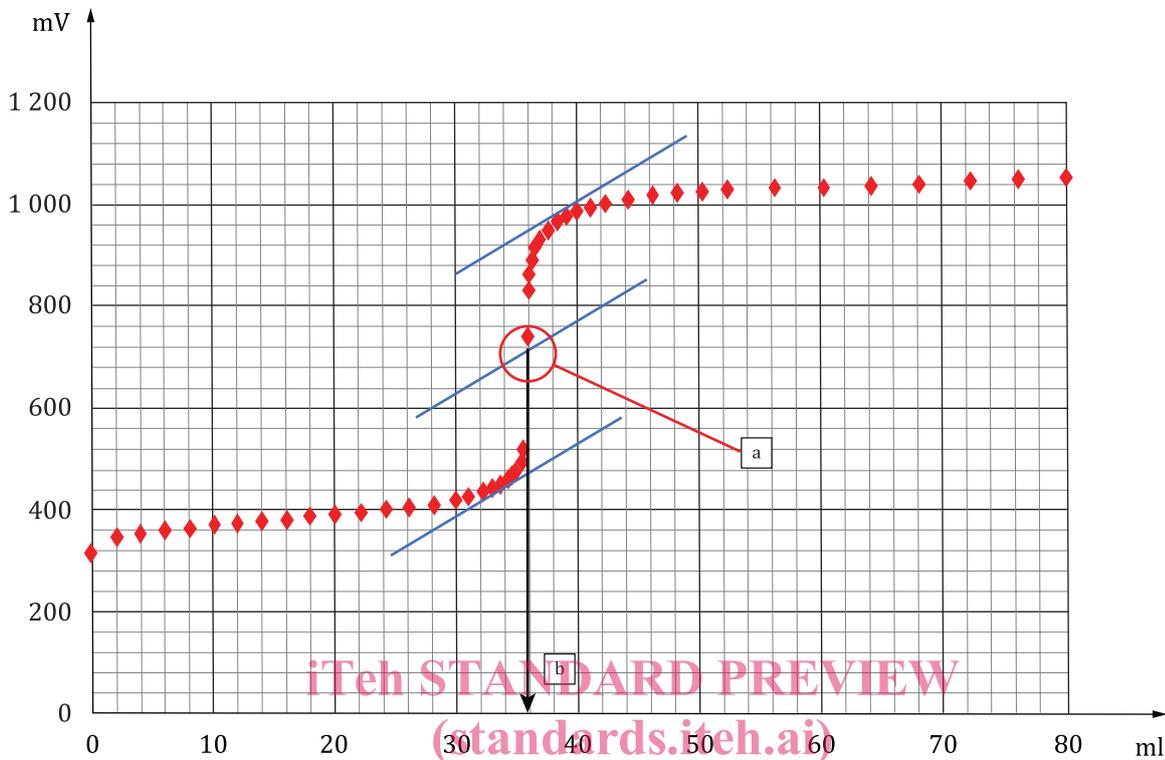
Légende

- 1 pipette contenant la solution de FeSO_4
- 2 électrodes du pH-mètre
- 3 bécher de 150 ml
- 4 barreau d'agitation
- 5 agitateur magnétique
- 6 pH-mètre
- 7 solution à titrer

Figure 1 — Montage de titrage au sulfate de fer (II)

Lorsque le point d'inflexion de la courbe de tension est proche (voir Figure 2), ralentir le titrage en réduisant le plus possible le volume des incréments et laisser le temps à chaque incréments de se disperser complètement avant d'ajouter l'incrément suivant.

Poursuivre l'ajout de la solution de sulfate de fer (II) après le point d'inflexion. Arrêter le titrage lorsque la courbe de tension permet de déterminer avec exactitude le volume de solution de sulfate de fer (II) correspondant au point d'inflexion.



Légende

- a Point d'inflexion.
- b Volume à l'inflexion V_i .

ISO 22863-10:2021
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d966bb3e-4c83-4583-9b84-1c941cfl8589/iso-22863-10-2021>

Figure 2 — Courbe de tension

Remonter les électrodes.

Rincer les électrodes en les plongeant dans un béccher rempli d'acide sulfurique propre et laisser l'acide sulfurique en excès s'égoutter dans le béccher tout en préparant l'échantillon suivant.

Calculer la teneur en azote de la solution de nitrate de potassium à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$T = 0,1386 \cdot \frac{m}{V_i} \tag{1}$$

où

m est la masse (en grammes) de l'échantillon de nitrate de potassium pesé en [8.2](#);

V_i est le volume de solution de sulfate de fer (II) (en ml) correspondant au point d'inflexion de la courbe de tension.

9 Titrage du dernier résidu solide

Peser une quantité de m_1 g du dernier résidu solide obtenu à la fin de l'étape trois ([7.4](#)) à 0,000 1 g près ([6.13](#)) et l'introduire dans un béccher de 150 ml ([6.9](#)).

Il convient que la masse de la prise d'essai soit de (0,500 0 ± 0,050 0) g.