# NORME INTERNATIONALE

ISO 22863-9

Première édition 2021-02

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

Partie 9:

Teneur en mercure par spectrométrie de fluorescence atomique par sigénération d'hydrures

Fireworks—Test methods for determination of specific chemical https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2b097a8-29d7-44c5-97fe-8d071ad87dde/iso-22863-9-2021

Part 9: Mercury content by hydride generation atomic fluorescence spectrometry



# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22863-9:2021 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2b097a8-29d7-44c5-97fe-8d071ad87dde/iso-22863-9-2021



### 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

Sor	nmaire	Page
Avan	t-propos	iv
1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Termes et définitions	1
4	Principe de la méthode	1
5	Réactifs	1
6	Appareillage	2
7	Mode opératoire d'essai 7.1 Prétraitement de l'échantillon, digestion et préparation de la solution à soumettre à essai 7.2 Conditions d'essai	3
8	Calculs	4
9	Exactitude	
10	Informations complémentaires	
11	Rapport d'essai	4
Anne	exe A (informative) Méthode des ajouts dosés PREVIEW	5
	(standards.iteh.ai)	

ISO 22863-9:2021

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2b097a8-29d7-44c5-97fe-8d071ad87dde/iso-22863-9-2021

## **Avant-propos**

L'ISO (Organization internationale de normalization) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalization (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 normalization électrotechnique.

Les procédures utilizées 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 <a href="https://www.iso.org/directives">www.iso.org/directives</a>).

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 utilizateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

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'Organization mondiale du commerce (OMC), concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant : www.iso.org/iso/fr/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'utilizateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalization de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse <a href="https://www.iso.org/fr/members.html">www.iso.org/fr/members.html</a>.

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

### Partie 9:

# Teneur en mercure par spectrométrie de fluorescence atomique par génération d'hydrures

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthode d'essai de détermination de la teneur en mercure dans les compositions pyrotechniques par spectrométrie de fluorescence atomique par génération d'hydrures.

### 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). En STANDARD PREVIE W

ISO~22863-1, Fireworks -- Test~methods~for~determination~of~specific~chemical~substances~-- Part~1:~General~iso~of~specific~chemical~substances~-- Part~1:~General~iso~of~specific~chemical~specific~

## 3 Termes et définitions ISO 22863-9:2021 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2b097a8-29d7-44c5-97fe-

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 22863-1 s'appliquent.

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

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

### 4 Principe de la méthode

L'échantillon est chauffé et digéré dans un bain d'eau porté à ébullition à l'aide d'un réactif mixte d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique. En milieu acide, le mercure de l'échantillon est réduit en mercure atomique par du borohydrure de potassium, puis est véhiculé vers le photomètre de fluorescence atomique par un gaz vecteur (argon). Sous le rayonnement d'une lampe à cathode creuse au mercure, les atomes de mercure émettent une fluorescence de longueur d'onde caractéristique lorsqu'ils passent de l'état excité à l'état fondamental. L'intensité de la fluorescence est proportionnelle à la concentration de mercure du liquide à analyser et est comparée quantitativement à des solutions étalons de mercure.

### 5 Réactifs

- 5.1 Acide chlorhydrique (pureté réactif)
- 5.2 Acide nitrique (pureté réactif)
- 5.3 Dichromate de potassium (pureté réactif)

- Hydroxyde de sodium (pureté réactif) 5.4
- Borohydrure de potassium (pureté réactif analytique) 5.5
- Solution d'acide nitrique (fraction volumique de 5 %) : 5.6

Prélever 50 ml d'acide nitrique (5.2) à l'aide d'une pipette et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

#### Solution de dichromate de potassium diluée à l'acide nitrique (0.5 g/l) : 5.7

Peser et dissoudre 0.5 g de dichromate de potassium (5.3) dans 1 000 ml de solution d'acide nitrique (5.6).

### Réactif mixte d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique [(1 + 1), eau régale]:

Mélanger 150 ml d'acide chlorhydrique (5.1) avec 50 ml d'acide nitrique (5.2), puis diluer avec de l'eau pour doubler le volume.

### Solution d'hydroxyde de sodium (fraction massique de 0,2 %):

Peser et dissoudre 1,0 g d'hydroxyde de sodium (5.4) dans 500 ml d'eau.

### 5.10 Solution de borohydrure de potassium (fraction massique de 2 %):

Peser et dissoudre 10,0 g de borohydrure de potassium (5.5) dans 500 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.9).

### (standards.iteh.ai)

5.11 Solution étalon de mercure (1 000 mg/l)

ISO 22863-9:2021

### 5.12 Solution étalon de mercure intermédiaire (1 µg/ml) 2 b097a8-29d7-44c5-97fe-

 $\frac{8d071ad87dde/iso-22863-9-2021}{\text{Prélever 100 μl de solution étalon de mercure (5.11) à l'aide d'une pipette, compléter à 100 ml par ajout}$ de solution de dichromate de potassium diluée à l'acide nitrique (5.7), homogénéiser avec soin.

### 5.13 Solution étalon de mercure de travail (20 $\mu$ g/l) :

Prélever 1 ml de solution étalon de mercure intermédiaire (5.12) à l'aide d'une pipette, et compléter à 50 ml par ajout de solution de dichromate de potassium diluée à l'acide nitrique (5.7), homogénéiser avec soin.

### 5.14 Préparation des solutions étalons de mercure pour la « courbe de travail » :

Introduire, dans des fioles jaugées de 50 ml (6.5) distinctes, 0,0 ml, 0,5 ml, 1,0 ml, 2,0 ml, 3,0 ml, 5,0 ml de solution étalon de mercure de travail (5.13), compléter à 50 ml avec la solution de dichromate de potassium diluée à l'acide nitrique (5.7) pour obtenir les solutions étalons de mercure pour la « courbe de travail » dont les concentrations sont de  $0.0 \mu g/l$ ,  $0.2 \mu g/l$ ,  $0.4 \mu g/l$ ,  $0.8 \mu g/l$ ,  $1.2 \mu g/l$  et  $2.0 \mu g/l$ . Homogénéiser avec soin.

### **Appareillage**

- 6.1 Mortier en agate
- Tamis pour échantillon normalizé de taille de maillage de 80 mesh 6.2
- 6.3 Bain d'eau

- **6.4 Photomètre de fluorescence atomique :** équipé d'une lampe à cathode creuse au mercure
- 6.5 Fioles jaugées (de 50 ml)
- **6.6** Tubes à essai avec bouchons : volume de 100 ml
- 6.7 Papier-filtre
- **6.8 Balance analytique,** d'une précision de 0,000 1 g

### 7 Mode opératoire d'essai

# 7.1 Prétraitement de l'échantillon, digestion et préparation de la solution à soumettre à essai

Broyer tout d'abord l'échantillon dans le mortier en agate (6.1), et le passer sur un tamis pour échantillon normalizé de 80 mesh (6.2). Prélever 0,2 g de poudre d'échantillon tamisée à l'aide de la balance analytique (6.8) et l'introduire dans un tube à essai avec bouchon de 100 ml (6.6), ajouter 2 ml d'eau, homogénéiser pour mélanger.

Ajouter ensuite 15 ml du réactif mixte d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique (5.8). Homogénéiser avec soin et placer le tube pendant 2 h dans un bain d'eau (6.3) porté à ébullition, puis l'en extraire et le laisser refroidir pendant un certain temps. Ajouter la solution de dichromate de potassium diluée à l'acide nitrique (5.7) pour compléter à 100 ml et homogénéiser avec soin.

Filtrer la solution sur un papier-filtre (6.7), puis la placer dans le photomètre de fluorescence atomique (6.4). Effectuer l'analyse.

ISO 22863-9:2021

Parallèlement, un essai à blanc doit être réalisé. Préparer une solution d'essai à blanc en mélangeant 2 ml d'eau avec 15 ml du réactif mixte d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique (5.8). Homogénéiser avec soin et placer le tube pendant 2 h dans un bain d'eau (6.3) porté à ébullition, puis l'en extraire et le laisser refroidir pendant un certain temps. Ajouter la solution de dichromate de potassium diluée à l'acide nitrique (5.7) pour compléter à 100 ml et homogénéiser avec soin. Placer la solution à blanc dans le photomètre de fluorescence atomique (6.4). Effectuer l'essai à blanc.

### 7.2 Conditions d'essai

Les conditions d'utilization du spectromètre de fluorescence atomique (6.4) doivent être paramétrées sur les réglages appropriés permettant d'obtenir la meilleure performance.

Par exemple, les exigences suivantes doivent être appliquées au photomètre de fluorescence atomique, lorsque cela est approprié :

Pression élevée négative/tension : 270 V ; intensité du courant de la lampe : 30 mA ; hauteur du four : 10 mm ; débit du gaz vecteur : 500 ml/min ; débit de protection : 1 000 ml/min ; mode de lecture : surface de pic ; méthode de mesure : méthode avec courbe d'étalonnage.

Exigences d'exactitude instrumentale : la solution d'essai à blanc est analysée plusieurs fois, avec une plage d'intensité de la fluorescence non supérieure à 5.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

### 8 Calculs

Calculer la teneur en mercure à l'aide de la Formule (1) :

$$W(Hg) = \frac{(p-p_0) \cdot V}{1000m} \tag{1}$$

où

W(Hg) est la teneur en mercure de l'échantillon, en mg/kg ou en  $\mu$ g/g;

*p* est la concentration de la solution d'essai mesurée par le photomètre de fluorescence atomique, en μg/l;

 $p_0$  est la concentration du blanc réactif mesurée par le photomètre de fluorescence atomique, en  $\mu g/l$ ;

V est le volume de l'échantillon après la digestion, en ml ;

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

1 000 est le coefficient de conversion pour passer des « ml » aux « l ».

### 9 Exactitude

### iTeh STANDARD PREVIEW

8d071ad87dde/iso-22863-9-2021

La différence absolue entre deux mesures indépendantes obtenues dans des conditions de répétabilité ne doit pas dépasser 20 % de leur moyenne arithmétique. Itel. al

Une amélioration de l'exactitude peut être obtenue en appliquant la méthode des ajouts dosés (voir Annexe A).

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2b097a8-29d7-44c5-97fe-

## 10 Informations complémentaires

Pour une masse d'échantillon de 0,2 g et un volume de 100 ml, la limite de détection est de 0,03 mg/kg et la limite de quantification est de 0,09 mg/kg.

# 11 Rapport d'essai

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

- le nom et l'adresse du laboratoire d'essais ;
- la date d'émission ;
- une référence au présent document, c'est-à-dire à l'ISO 22863-9:2021;
- une description nécessaire de l'échantillon et de la manière dont il a été obtenu conformément à l'ISO 22863-1;
- l'identification de l'analyse qualitative et de l'analyse quantitative ;
- les résultats de l'analyse ;
- toute anomalie constatée pendant la réalisation des essais.

# Annexe A

(informative)

# Méthode des ajouts dosés

### A.1 Généralités

Cette deuxième méthode élimine les effets de « matrice » dus à la digestion lorsque d'autres ions correspondant à des composés autres que ceux à base de mercure peuvent s'être formés et rester dans la solution d'échantillon digéré à soumettre à essai. Ces ions sont susceptibles d'avoir un impact sur les mesures spectrométriques.

Cette méthode peut être utilizée pour améliorer l'exactitude des mesures.

### A.2 Taille de l'échantillon

Prélever un premier échantillon de 0,5 g, à l'aide de la balance analytique (6.8).

Prélever un deuxième échantillon à titre de doublon.

### iTeh STANDARD PREVIEW

# A.3 Exigence générale (standards.iteh.ai)

Les analyses des deux échantillons doivent être réalisées immédiatement l'une après l'autre.

Pour la correction de l'erneur dun les sait à blanc doit lêtre réalisé en parallèle avec une solution à blanc exempte de mercure.

8d071ad87dde/iso-22863-9-2021

### A.4 Mode opératoire d'essai

### A.4.1 Méthode de digestion

La même méthode de digestion (décrite en 7.1) doit être mise en œuvre pour obtenir la solution d'échantillon digéré qui doit être diluée et soumise à essai conformément à la méthode décrite de 4.4.2 à 4.4.4.

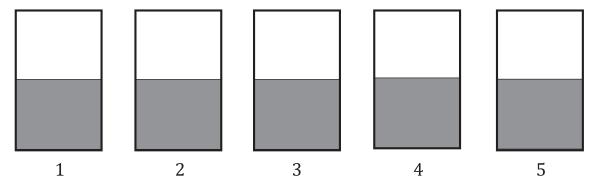
Les quantités de chacun des acides à utilizer précédemment mentionnées doivent être multipliées par 2,5 pour prendre en compte la taille d'échantillon plus importante spécifiée en <u>A.2</u>.

### A.4.2 Dilution de la solution d'échantillon digéré

Préparer 100 ml d'une solution diluée de la solution étalon diluée de mercure (5.13) à une concentration de 10,0  $\mu$ g/l.

Verser 50 ml de la solution d'échantillon digéré dans chaque fiole d'un ensemble de fioles de 100 ml qui doivent être numérotées de 1 à 5.

### ISO 22863-9:2021(F)



### Légende

- 1 N° 1
- 2 N° 2
- 3 N° 3
- 4 N° 4
- 5 N° 5

Ajouter avec précaution 10 ml de la solution diluée à 10,0  $\mu$ g/l de mercure susmentionnée dans la fiole nº 2, 20 ml de cette même solution dans la fiole nº 3, 30 ml dans la fiole nº 4 et 40 ml dans la fiole nº 5.



### Légende

- 1 N° 1
- 2 N° 2
- 3 N° 3
- 4 N° 4
- 5 N° 5

Ajouter de l'eau dans toutes les fioles 1 à 5 jusqu'à atteindre la graduation de 100 ml et mélanger avec soin.