

---

---

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

Partie 8:

**Teneur en arsenic par spectrométrie  
de fluorescence atomique par  
génération d'hydrures**

*ISO 22863-8:2021*  
*Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances*  
*Part 8: Arsenic content by hydride generation atomic fluorescence spectrometry*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf8bbd88-3721-494b-997d-471472eb8bc9/iso-22863-8-2021>



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

ISO 22863-8:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf8bbd88-3721-494b-997d-47f472eb8bc9/iso-22863-8-2021>



**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](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 de la méthode</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>Mode opératoire d'essai</b> .....  | <b>3</b> |
| 7.1    Prétraitement de l'échantillon, digestion et préparation de la solution à soumettre<br>à essai..... | 3        |
| 7.2    Conditions d'essai.....   | 3        |
| 7.3    Calculs.....  | 3        |
| <b>8</b> <b>Exactitude</b> .....   | <b>4</b> |
| <b>9</b> <b>Informations complémentaires</b> .....   | <b>4</b> |
| <b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....   | <b>4</b> |
| <b>Annexe A (normative) Méthode des ajouts dosés</b> .....   | <b>5</b> |

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

[ISO 22863-8:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf8bbd88-3721-494b-997d-47f472eb8bc9/iso-22863-8-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf8bbd88-3721-494b-997d-47f472eb8bc9/iso-22863-8-2021>

## 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](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.

(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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos](http://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'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 8:

# Teneur en arsenic 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 arsenic 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).

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

ISO 22863-8:2021

## 3 Termes et définitions

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf8bbd88-3721-494b-997d-47f472eb8bc9/iso-22863-8-2021>

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 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 de la méthode

Après dissolution de l'échantillon par chauffage en milieu acide, l'arsenic pentavalent est tout d'abord réduit en arsenic trivalent par de la thiourée en milieu acide, puis est mis à réagir avec du borohydrure de potassium pour former un hydrure volatil ( $\text{AsH}_3$ ), qui est ensuite véhiculé par un gaz vecteur (argon). L'hydrure est dissocié en arsenic atomique par l'atomiseur. Sous le rayonnement de la lampe à cathode creuse à l'arsenic, la fluorescence de la longueur d'onde caractéristique est émise, et l'intensité de la fluorescence est proportionnelle à la concentration d'arsenic du liquide à analyser et est comparée quantitativement à la gamme étalon.

## 5 Réactifs

### 5.1 Acide perchlorique (pureté réactif)

### 5.2 Acide nitrique (pureté réactif)

**5.3 Thiourée (pureté réactif analytique)**

**5.4 Acide ascorbique (pureté réactif analytique)**

**5.5 Borohydrure de potassium (pureté réactif analytique)**

**5.6 Hydroxyde de sodium (pureté réactif analytique)**

**5.7 Solution d'acide nitrique (fraction volumique de 5 %) :**

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

**5.8 Solution mixte de thiourée (fraction massique de 5 %) et d'acide ascorbique (fraction massique de 5 %) :**

Peser 10,0 g de thiourée (5.3), les dissoudre dans de l'eau, et peser 10,0 g d'acide ascorbique (5.4), les ajouter dans la solution aqueuse de thiourée, compléter la solution ainsi obtenue à 200 ml avec de l'eau; la dilution doit être réalisée juste avant utilisation.

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

Peser 1,0 g d'hydroxyde de sodium (5.6) et le dissoudre dans 500 ml d'eau.

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

Peser 1,0 g de borohydrure de potassium (5.5) et le dissoudre dans 500 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.9).

**5.11 Solution étalon d'arsenic (1 000 mg/l)**

ISO 22863-8:2021  
https://www.iso.org/standards/shop/standards/sist/cf8bbd88-3721-494b-997d-47f472eb8bc9/iso-22863-8-2021

**5.12 Solution étalon d'arsenic (1 µg/ml) :**

Prélever 100 µl de solution étalon d'arsenic (5.11) et compléter à 100 ml avec la solution d'acide nitrique (5.7).

**5.13 Préparation des solutions étalons d'arsenic pour la « courbe de travail » :**

Introduire 0,0 ml, 0,1 ml, 0,2 ml, 0,5 ml, 0,7 ml, 1,0 ml de solution étalon d'arsenic (5.12) dans des fioles jaugées de 100 ml, ajouter 20 ml de solution mixte de thiourée (fraction massique de 5 %) et d'acide ascorbique (fraction massique de 5 %) (5.8), compléter à 100 ml avec la solution d'acide nitrique (5.7) et homogénéiser, pour obtenir les solutions étalons d'arsenic pour la « courbe de travail » dont les concentrations sont respectivement de 0 µg/l, 1 µg/l, 2 µg/l, 5 µg/l, 7 µg/l et 10 µg/l.

## **6 Appareillage**

**6.1 Mortier en agate**

**6.2 Tamis pour échantillon normalisé de taille de maillage de 80 mesh**

**6.3 Plaque chauffante**

**6.4 Photomètre de fluorescence atomique: équipé d'une lampe à cathode creuse à l'arsenic**

**6.5 Bécher à couvercle en polytétrafluoroéthylène (PTFE)**

## 6.6 Fioles jaugées (de 100 ml et de 50 ml)

## 6.7 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 un mortier en agate (6.1), le passer sur un tamis pour échantillon normalisé (6.2), puis prélever 0,2 g de poudre d'échantillon tamisée à l'aide de la balance analytique (6.7) et l'introduire dans un bécher à couvercle en polytétrafluoroéthylène (PTFE) de 50 ml (6.5).

Ajouter 2 ml d'eau, agiter pour homogénéiser, puis ajouter 5 ml d'acide nitrique (5.2) et 15 ml d'acide perchlorique (5.1).

Après agitation pendant un certain temps, fermer le bécher avec son couvercle et le chauffer avec son contenu sur une plaque chauffante (6.3) à 210 °C jusqu'à dissolution complète de l'échantillon. Lorsque le contenu devient jaune clair transparent, retirer le couvercle et chauffer la solution pour qu'elle s'évapore jusqu'à obtenir de 1 ml à 2 ml, laisser refroidir à température ambiante.

Transférer la solution dans une fiole jaugée de 50 ml (6.6), ajouter 10 ml de solution mixte de thiourée (fraction massique de 5 %) et d'acide ascorbique (fraction massique de 5 %) (5.8), et compléter à 50 ml avec la solution d'acide nitrique (5.7). Homogénéiser, filtrer la solution sur un papier-filtre, puis la placer dans le photomètre de fluorescence atomique (6.4). Effectuer l'analyse.

Préparer une solution d'essai à blanc en mélangeant 2 ml d'eau avec 5 ml d'acide nitrique (5.2) et 15 ml d'acide perchlorique (5.1). Chauffer la solution pour qu'elle s'évapore jusqu'à obtenir de 1 ml à 2 ml (le même volume que pour la solution échantillon).

Transférer la solution d'essai à blanc dans une fiole jaugée de 50 ml (6.6), ajouter 10 ml de solution mixte de thiourée (fraction massique de 5 %) et d'acide ascorbique (fraction massique de 5 %) (5.8), et compléter à 50 ml avec la solution d'acide nitrique (5.7). Homogénéiser, filtrer la solution sur un papier-filtre, puis la placer dans le photomètre de fluorescence atomique (6.4). Effectuer l'essai à blanc.

## 7.2 Conditions d'essai

Les conditions d'utilisation 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: 60 mA; hauteur du four: 8 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 et l'intensité de la fluorescence n'est pas supérieure à 5.

## 7.3 Calculs

Calculer la teneur en arsenic des échantillons à l'aide de la [Formule 1](#):

$$W(As) = \frac{50(p - p_0)}{1000 m} \quad (1)$$

où

- $W(As)$  est la teneur en arsenic de l'échantillon, en mg/kg ou en  $\mu\text{g/g}$ ;
- $p$  est la concentration de la solution échantillon d'essai mesurée par le photomètre de fluorescence atomique, en  $\mu\text{g/l}$ ;
- $p_0$  est la concentration de la solution d'essai à blanc mesurée par le photomètre de fluorescence atomique, en  $\mu\text{g/l}$ ;
- $m$  est la masse de l'échantillon, en g.

Les résultats de calcul doivent être consignés avec deux chiffres significatifs après la virgule.

## 8 Exactitude

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

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

## 9 Informations complémentaires

Pour une masse d'échantillon de 0,2 g et un volume de 50 ml, la limite de détection (LOD) est de 0,0,1 mg/kg et la limite de quantification (LOQ) est de 0,3 mg/kg.

## 10 Rapport d'essai

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

- le nom et l'adresse du laboratoire d'essais; <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf8bbd88-3721-494b-997d-471472eb8bc9/iso-22863-8-2021>
- la date d'émission;
- une référence au présent document, c'est-à-dire à l'ISO 22863-8:2021;
- 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 (normative)

### 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 d'arsenic 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 utilisée 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 (6.7).

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'erreur, un essai à blanc doit être réalisé en parallèle avec une solution à blanc exempte d'arsenic.

#### A.4 Mode opératoire d'essai

##### A.4.1 Méthode de digestion

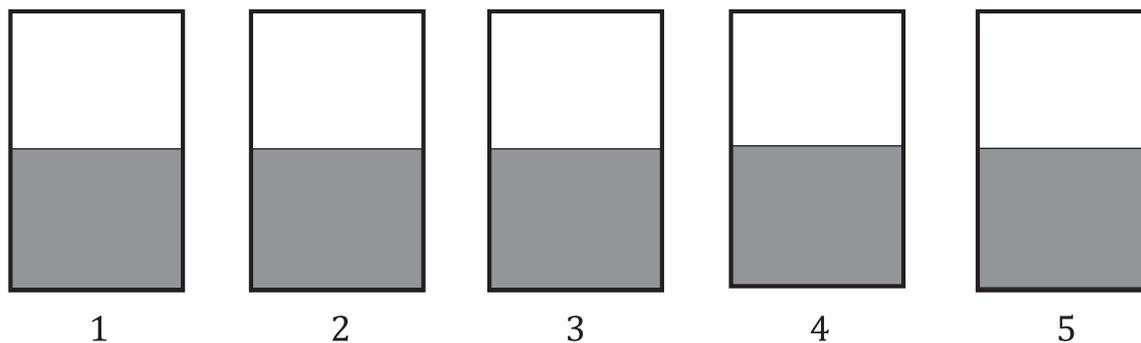
La même méthode de digestion (décrite en 7.1) doit être mise en œuvre pour obtenir la solution d'échantillon digéré qui doit être diluée et soumise à essai conformément à la méthode décrite de A.4.2 à A.4.4.

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

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

Préparer 100 ml d'une solution diluée de la solution étalon diluée d'arsenic (5.13) à une concentration de 10,0 µg/l.

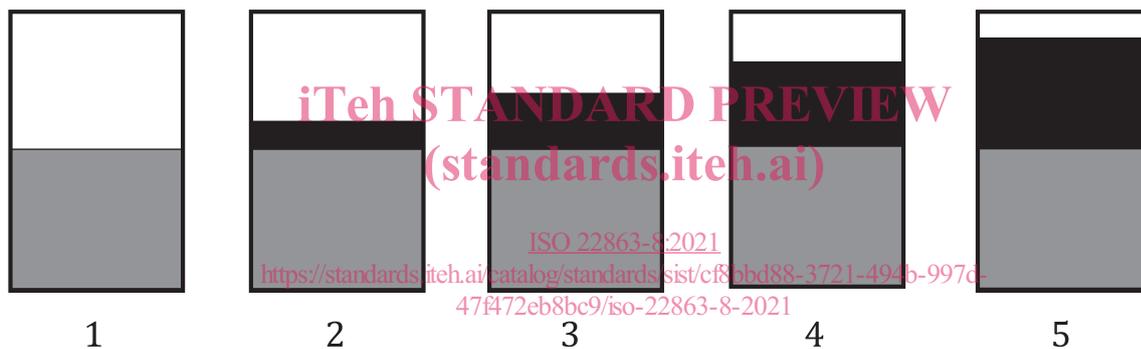
Verser 50 ml de la solution d'échantillon digéré dans chaque fiole d'un ensemble de fioles de 100 ml qui doivent être numérotées de 1 à 5.



**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 µg/l d'arsenic susmentionnée dans la fiole n° 2, 20 ml de cette même solution dans la fiole n° 3, 30 ml dans la fiole n° 4 et 40 ml dans la fiole n° 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.