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

Partie 7:

**Teneur en chlorates par analyse
chimique par titrage**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

ISO 22863-7:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99b504a3-bc3b-4891-8e37-1288d123e5f2/iso-22863-7-2021>

Part 7: Chlorates content by chemical titration analysis



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22863-7:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99b504aa-bc3b-4891-8c37-1288d123e5f2/iso-22863-7-2021>



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 de la méthode	1
5 Exigences de sécurité	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	2
8 Préparations	3
9 Analyse	3
9.1 Généralités.....	3
9.2 Analyse qualitative.....	3
9.2.1 Taille de l'échantillon.....	3
9.2.2 Méthode de digestion.....	3
9.3 Analyse quantitative.....	3
9.3.1 Taille de l'échantillon.....	3
9.3.2 Exigence générale.....	4
9.3.3 Mode opératoire d'essai.....	4
9.3.4 Calculs.....	4
9.3.5 Exactitude.....	5
10 Rapport d'essai	5

[ISO 22863-7:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99b504aa-bc3b-4891-8c37-1288d123e5f2/iso-22863-7-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99b504aa-bc3b-4891-8c37-1288d123e5f2/iso-22863-7-2021>

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 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'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 7:

Teneur en chlorates par analyse chimique par titrage

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes d'analyse qualitative et quantitative permettant de déterminer la teneur en chlorates dans les compositions pyrotechniques par analyse chimique par titrage, avec une limite de détection minimale (Cl O_3^{-1}) de 1 000 mg/kg.

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*

3 Termes et définitions

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

Analyse qualitative: les chlorates éventuellement présents dans l'échantillon sont dissous dans de l'eau, puis leur présence, le cas échéant, est révélée par une réaction de coloration particulière avec du chlorhydrate d'aniline en conditions acides fortes.

Analyse quantitative: après avoir réalisé une extraction de l'échantillon à l'éthanol, le ou les chlorates sont dissous dans de l'eau chaude et une solution de sulfate d'ammonium ferreux est ajoutée en excès de sorte que la totalité des chlorates réagit. La teneur résiduelle de sulfate d'ammonium ferreux dans la solution échantillon d'essai est ensuite titrée par une solution de dichromate de potassium de concentration connue. La teneur en chlorate initiale de la solution échantillon d'essai est calculée à partir de la différence entre (1) le volume de la solution de dichromate de potassium de concentration connue qui a été consommé lors du titrage de la solution échantillon et (2) le volume de la solution de dichromate de potassium qui a été consommé lors du titrage d'une solution à blanc qui contenait la même quantité de sulfate d'ammonium ferreux que celle qui a été ajoutée à la solution échantillon d'essai.

5 Exigences de sécurité

Il convient de mener les expériences de laboratoire conformément aux exigences de sécurité appropriées: il convient, notamment pour les substances et échantillons inflammables, explosifs, hautement toxiques et autres substances ou échantillons dangereux ainsi que pour les acides forts, les bases fortes et autres substances corrosives, que les opérateurs portent les équipements de protection adéquats et respectent les règles de sécurité appropriées.

Il convient de prendre des mesures spéciales pour parer aux imprévus ou à des réactions incontrôlables.

6 Réactifs

Sauf indication contraire, seuls des réactifs de qualité analytique confirmée, de l'eau distillée ou de l'eau déionisée ou une eau d'une pureté équivalente doivent être utilisés.

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

6.2 Solution de chlorhydrate d'aniline: 5 g de chlorhydrate d'aniline dissous dans 50 ml d'acide chlorhydrique ([6.1](#))

6.3 Solution d'éthanol (1 part d'éthanol + 1 part d'eau)

6.4 Solution de chlorure de baryum (15 g de chlorure de baryum + 3 g d'hydroxyde de potassium dissous dans 100 ml d'eau)

6.5 Acide sulfurique ($\rho = 1,84$ g/ml)

6.6 Acide phosphorique ($\rho = 1,87$ g/ml)

6.7 Solution de sulfate d'ammonium ferreux (39,2 g/l)

6.8 Acide mixte (20 ml) composé d'acide sulfurique ([6.5](#)) et de 5 ml d'acide phosphorique ([6.6](#)) (lentement ajouté à 50 ml d'eau, et laissé à refroidir avant utilisation)

6.9 Solution de sulfonate de di-aniline de sodium à 0,5 % (0,5 g de sulfonate de di-aniline de sodium dissous dans 100 ml d'eau, ajouter 1 goutte d'acide sulfurique ([6.5](#)))

6.10 Dichromate de potassium: pur (pureté réactif étalon primaire)

6.11 Solution de titrage de dichromate de potassium de concentration connue: $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$ mol/l, préparée comme suit:

Introduire 4,903 5 g de dichromate de potassium dans un bécher de 250 ml, ajouter le volume d'eau nécessaire pour une totale dissolution, puis transférer la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter avec de l'eau jusqu'au trait de jauge, et bien homogénéiser.

7 Appareillage

7.1 Balance analytique: précision 0,1 mg

7.2 Papier-filtre

7.3 Bécher: 200 ml

7.4 Plaque chauffante électrique: pouvant atteindre une température de 300 °C

7.5 Büchner à fritté: porosité 3 µm~4 µm

7.6 Fiole à vide de filtration: 500 ml

7.7 Fiole jaugée: 250 ml

7.8 Pipette graduée: 50 ml

7.9 Erlenmeyer: 300 ml

7.10 Burette compatible aux acides: 50 ml

8 Préparations

La préparation des échantillons doit être réalisée conformément à l'ISO 22863-1:2021, 5.3.2.2.

9 Analyse

9.1 Généralités

Le mode opératoire d'analyse peut commencer à partir de l'étape 9.2. Si le résultat d'essai de l'analyse qualitative est négatif (-), conclure que l'échantillon ne contient pas de chlorates. Dans le cas contraire, passer à l'étape 9.3 du mode opératoire d'analyse quantitative pour déterminer la teneur en chlorates. L'étape 9.2 de l'analyse qualitative peut également être omise si cela est approprié pour passer directement à l'analyse quantitative de l'étape 9.3.

9.2 Analyse qualitative

9.2.1 Taille de l'échantillon

Prélever un échantillon de 0,1 g, à l'aide de la balance analytique (7.1).

9.2.2 Méthode de digestion

Placer l'échantillon (9.2.1) au centre du papier-filtre (7.2), lui ajouter 1 goutte d'eau et attendre que l'eau se diffuse dans l'échantillon.

Ajouter 1 goutte de solution de chlorhydrate d'aniline (6.2) au centre de l'échantillon humidifié, la laisser se diffuser dans l'échantillon jusqu'à ce qu'elle atteigne les bords du papier-filtre. Si le papier-filtre ne s'est pas teinté en bleu avec un anneau violet, il est possible de conclure à l'absence de chlorates et le résultat est négatif (-); dans le cas contraire, le résultat est positif (+) et la teneur en chlorates dans l'échantillon doit ensuite être déterminée conformément à l'étape 9.3.

9.3 Analyse quantitative

9.3.1 Taille de l'échantillon

Prélever un premier échantillon de 1,0 g, à l'aide de la balance analytique (7.1).

Prélever un deuxième échantillon à titre de doublon.

9.3.2 Exigence générale

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

9.3.3 Mode opératoire d'essai

Introduire l'échantillon (9.2.1) dans un bécher (7.3), l'humidifier avec un faible volume de solution d'éthanol (6.3), ajouter 10 ml de solution de chlorure de baryum (6.4), ajouter 20 ml d'eau, chauffer jusqu'à ébullition sur la plaque chauffante électrique (7.4) pendant 2 min~3 min. Retirer la solution de la plaque chauffante électrique et attendre 40 min.

Transférer la solution dans le Büchner à fritté (7.5) et la laisser s'écouler à travers le fritté. Laver le résidu avec de l'eau 5~6 fois successivement de sorte à obtenir un volume total de 100 ml d'eau de lavage dans un bécher (7.1). Filtrer l'eau de lavage dans la fiole à vide de filtration (7.6). Verser le contenu de la fiole à vide de filtration dans une fiole jaugée (7.7).

Rincer le bécher et la fiole à vide de filtration et verser l'eau de rinçage utilisée dans la même fiole jaugée que précédemment. Laisser refroidir et ajouter de l'eau jusqu'au trait de jauge de 250 ml puis homogénéiser.

Prélever 50 ml de la solution de la précédente étape à l'aide d'une pipette graduée (7.8) et introduire le volume prélevé dans l'erlenmeyer (7.9), ajouter 50 ml de solution de sulfate d'ammonium ferreux (6.7), ajouter 40 ml d'acide mixte (6.8), mélanger, attendre 10 min, ajouter 2 ml de sulfonate de di-aniline de sodium (6.9), puis ajouter la solution de dichromate de potassium de concentration connue (6.10) jusqu'à ce que la solution vire au violet, le virage de couleur constituant la fin du titrage.

Un essai à blanc doit être réalisé parallèlement à partir d'une solution à blanc exempte de chlorate constituée d'eau issue de la même source que celle utilisée lors du procédé de lavage décrit ci-dessus avec ajout de solution de sulfate d'ammonium ferreux (6.7), d'acide mixte (6.8) et de sulfonate de di-aniline de sodium (6.9) dans les mêmes proportions que dans la solution échantillon d'essai.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99b504aa-bc3b-4891-8c37-1288d123e5f2/iso-22863-7-2021>

9.3.4 Calculs

Calculer la teneur en chlorates (ClO_3^- en %), W , des deux échantillons à l'aide de la Formule (1):

$$W = \frac{(V - V_0) \cdot c \cdot M}{6m} \quad (1)$$

où

W est la teneur en chlorates de l'échantillon, en %;

c est la valeur exacte de la concentration de la solution de dichromate de potassium de concentration connue, en mol/l;

V_0 est le volume de solution de dichromate de potassium de concentration connue de l'essai à blanc, en ml;

V est le volume de solution de dichromate de potassium de concentration connue de l'essai de l'échantillon, en ml;

M est la masse molaire de l'ion chlorate ($M = 83,45 \text{ g/mol}$);

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

La moyenne arithmétique constitue le résultat d'essai et est notée avec deux chiffres après la virgule.

9.3.5 Exactitude

La différence absolue des deux résultats doit être calculée et doit être conforme aux valeurs du [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Différence absolue de résultats parallèles

Niveau de fraction de chlorate	Différence absolue de résultats parallèles
< 20 %	≤ 0,20 %
20 %~50 %	≤ 0,30 %
> 50 %	≤ 0,50 %

10 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 22863-7:2021;
- 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22863-7:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99b504aa-bc3b-4891-8c37-1288d123e5f2/iso-22863-7-2021>