NORME INTERNATIONALE

ISO 22863-6

Première édition
2021-02

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

Partie 6: Zirconium de granulométrie inférieure à 40 µm par spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-OES)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbee4e-5f6d-424d-9e59-2a77408f4bb5/iso-22863-6-2021

Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances —

Part 6: Zirconium with a particle size of less than 40 µm by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)

Numéro de référence
ISO 22863-6:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbee4e-5f6d-424d-9e59-2a774084f2b5/iso-22863-6-2021

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 Réactifs **2**
6 Appareillage **2**
7 Préparations **3**
8 Analyse **3**
8.1 Généralités 3
8.2 Analyse qualitative 3
8.2.1 Taille de l'échantillon 3
8.2.2 Méthode de digestion 3
8.2.3 Essai 3
8.3 Analyse quantitative 3
8.3.1 Taille de l'échantillon 3
8.3.2 Exigence générale 4
8.3.3 Mode opératoire d'essai 4
8.3.4 Calculs 5
8.3.5 Exactitude 5
9 Rapport d'essai **5**
Annexe A (normative) **Méthode des ajouts dosés** **6**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbee4e-5f6d-424d-9e59-2a774084f2b5/iso-22863-6-2021

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(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.

ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbcp4e-5f0d-424d-9e59-2a774084f2b5/iso-22863-6-2021

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.

 © ISO 2021 – Tous droits réservés

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

Partie 6:
Zirconium de granulométrie inférieure à 40 µm par spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-OES)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes d'analyse qualitative et quantitative permettant de détecter la présence de zirconium de granulométrie inférieure à 40 µm dans les compositions pyrotechniques par des réactions de coloration spécifiques et de le quantifier par spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-OES), avec une limite de détection minimale de 100 mg/kg.

La détection de la présence de zirconium de granulométrie inférieure à 40 µm est exigée dans le cadre de l'application de l'ISO 25947-5. Une analyse quantitative peut apporter des informations complémentaires si nécessaire.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e36ae4c-58cd-424d-9e50-2a774984f2b5/iso-22863-6-2021

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 du zirconium: décomposition de l'échantillon à l'aide d'acide chlorhydrique, d'acide nitrique, d'acide fluorhydrique et d'acide perchlorique, élimination des ions fluor par évaporation de l'acide perchlorique, détection de la présence de zirconium par la réaction de coloration spécifique avec de l'arsenazo III en solution acide forte.

L'acide fluorhydrique peut ne pas être utilisé si la composition de l'échantillon pour essai ne contient pas de titane.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

Analyse quantitative du zirconium: décomposition de l'échantillon à l'aide d'acide chlorhydrique, d'acide nitrique, d'acide fluorhydrique et d'acide perchlorique, puis utilisation de la spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif pour déterminer la teneur en zirconium.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique confirmée, de l'eau distillée ou de l'eau déionisée ou une eau d'une pureté équivalente.

5.1 Acide chlorhydrique (ρ = 1,19 g/ml)

5.2 Acide chlorhydrique dilué (1 part d'acide + 1 part d'eau)

5.3 Acide nitrique (ρ = 1,42 g/ml)

5.4 Acide fluorhydrique (ρ = 1,15 g/ml)

5.5 Acide perchlorique (ρ = 1,67 g/ml)

5.6 Acide nitrique dilué (1 part d'acide + 1 part d'eau)

5.7 Acide nitrique dilué (1 part d'acide + 19 parts d'eau)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.8 Solution d'acide tartrique (20 g d'acide tartrique dissous dans 100 ml d'eau)

5.9 Solution d'urée (5 g d'urée dissous dans 100 ml d'eau)

ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbee4e-5f6d-424d-9e59-2a774094f2b5/iso-22863-6-2021

5.10 Solution d'arsenazo III (0,1 g d'arsénazo III dissous dans 100 ml d'eau)

5.11 Solution étalon de zirconium (1 000 µg/ml)

5.12 Solution étalon diluée de zirconium (100 µg/ml):

Verser 10,00 ml de solution étalon de zirconium (5.11) dans une fiole de 100 ml, ajouter de l'acide nitrique dilué (5.7) jusqu'à atteindre la graduation de 100 ml, puis homogénéiser.

6 Appareillage

6.1 Spectromètre d'émission optique à plasma à couplage inductif:

Les conditions d'utilisation doivent être conformes aux instructions du fabricant.

6.2 Balance analytique: précision 0,1 mg.

6.3 Plaque chauffante électrique: pouvant atteindre une température de 500 °C

6.4 Béchers en quartz

6.5 Fioles jaugées: de 100 ml

6.6 Tubes à essai

© ISO 2021 – Tous droits réservés

7 Préparations

La composition extraite des artifices de divertissement doit être tamisée à une granulométrie inférieure à 40 µm conformément à l'ISO 22863-1:2021, 5.3.2.2, avant de procéder à la pesée de l'échantillon.

8 Analyse

8.1 Généralités

Le mode opératoire d'analyse peut commencer à partir de l'étape 8.2. Si le résultat d'essai de l'analyse qualitative est négatif (–), conclure que l'échantillon ne contient pas de zirconium. Dans le cas contraire, passer à l'étape 8.3 du mode opératoire d'analyse quantitative pour déterminer la teneur en zirconium. L'étape 8.2 de l'analyse qualitative peut également être omise si cela est approprié pour passer directement à l'analyse quantitative de l'étape 8.3.

8.2 Analyse qualitative

8.2.1 Taille de l'échantillon

Prélever un seul échantillon de 0,2 g, à l'aide de la balance analytique (6.2).

8.2.2 Méthode de digestion

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Introduire l'échantillon (8.2.1) dans un bécher en quartz (6.4), l'humidifier avec une faible quantité d'eau distillée ou déionisée, ajouter de l'acide chlorhydrique dilué (5.2) au goutte à goutte jusqu'à achèvement de la réaction violente, puis ajouter 20 ml~25 ml d'acide chlorhydrique (5.1), 5 ml d'acide nitrique (5.3), 1 ml~2 ml d'acide fluorhydrique (5.4), mélanger la préparation, chauffer à basse température (par exemple, entre 100 °C et 110 °C) sur la plaque chauffante électrique (6.3) pendant environ 15 min.

ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbee4e-5f6d-424d-9e59-
2a5ab9284d2a/iso-22863-6-2021

Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (5.4), ajouter 15 ml d'acide nitrique (5.3), chauffer jusqu'à constater un début d'évaporation (émission de vapeurs). Lorsque la solution est transparente, laisser refroidir, rincer la partie de la paroi intérieure du bécher se trouvant au-dessus de la surface de la solution avec un faible volume d'eau, puis continuer à chauffer sur la plaque chauffante électrique (6.3) jusqu'à ébullition (sans couvrir la surface du bécher) et obtention d'un sel quasi sec.

Après refroidissement, ajouter 15 ml de la solution d'acide tartrique (5.8) au sel.

Chauffer la solution pour dissoudre les sels et la laisser à nouveau refroidir.

8.2.3 Essai

Introduire 0,5 ml de la solution (8.2.2) dans un tube à essai (6.6), ajouter 2 ml d'acide nitrique dilué (5.6), ainsi que 5 à 6 gouttes de la solution d'urée (5.9), et mélanger. Au bout de 5 min, ajouter 5 gouttes de la solution d'arsenazo III (5.10) et mélanger.

Observer la couleur de la solution après environ 15 min à 20 min. Si la couleur de la solution n'est pas passée au bleu, il est possible de conclure à l'absence de zirconium et le résultat est négatif (–); dans le cas contraire, le résultat est positif (+) et la teneur en zirconium dans l'échantillon peut être déterminée conformément à l'étape 8.3.

8.3 Analyse quantitative

8.3.1 Taille de l'échantillon

Prélever un premier échantillon de 0,2 g, à l'aide de la balance analytique (6.2).

Prélever un deuxième échantillon à titre de doublon.

8.3.2 Exigence générale

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 de zirconium.

8.3.3 Mode opératoire d'essai

8.3.3.1 Méthode de digestion

Introduire l'échantillon (8.3.1) dans un bécher en quartz (6.4), l'humidifier avec une faible quantité d'eau, ajouter de l'acide chlorhydrique dilué (5.2) au goutte à goutte jusqu'à achèvement de la réaction violente, puis ajouter 20 ml~25 ml d'acide chlorhydrique (5.1), 5 ml d'acide nitrique (5.3), 1 ml~2 ml d'acide fluorhydrique (5.4), mélanger la préparation, chauffer à basse température (par exemple, entre 100 °C et 110 °C) sur la plaque chauffante électrique (6.3) pendant environ 15 min.

Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (5.4), ajouter 15 ml d'acide nitrique (5.3), chauffer jusqu'à constater un début d'évaporation (émission de vapeurs). Lorsque la solution est transparente, laisser refroidir, rincer la partie de la paroi intérieure du bécher se trouvant au-dessus de la surface de la solution avec un faible volume d'eau, puis continuer à chauffer sur la plaque chauffante électrique (6.3) jusqu'à ébullition (sans couvrir la surface du bécher) et obtention d'un sel quasi sec.

Après refroidissement, ajouter 10 ml de la solution d'acide nitrique diluée (5.6) au sel.

Chauffer la solution pour dissoudre les sels et la laisser à nouveau refroidir.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Enfin, la solution doit être transférée dans une fiole jaugée de 100 ml (6.5) et complétée avec de l'eau jusqu'à la graduation de 100 ml.

ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbee4e-5f6d-424d-9e59-2a774084f2b5/iso-22863-6-2021

8.3.3.2 Courbe d'étalonnage

Préparer un ensemble d'échantillons d'étalonnage constitué de solutions diluées de la solution étalon diluée de zirconium (5.12) à des concentrations de 0 µg/ml, 0,2 µg/ml, 0,5 µg/ml, 1,0 µg/ml, 2,0 µg/ml, 5,0 µg/ml et 10,0 µg/ml. Ces solutions doivent être préparées à l'aide de plusieurs fioles jaugées de 100,0 ml (6.5) en complétant le volume de solution jusqu'à la graduation de 100 ml. La longueur d'onde d'essai du zirconium est fixée à 343,823 nm: réaliser l'étalonnage du spectromètre d'émission optique à plasma à couplage inductif (6.1).

La courbe d'étalonnage doit être tracée dans un système de coordonnées ayant pour abscisses (axe horizontal) la concentration de zirconium et pour ordonnées (axe vertical) les absorbances.

8.3.3.3 Mesurage

Régler le spectromètre (6.1) sur les conditions d'analyse optimisées conformément aux instructions de son fabricant.

Réaliser l'essai conformément aux instructions du fabricant et noter le résultat de mesure.

Si la teneur en zirconium des solutions échantillons dépasse la limite supérieure de la courbe d'étalonnage, la solution (8.3.3.1) doit être diluée selon un facteur de dilution approprié et doit être à nouveau mesurée.

Un essai à blanc doit être réalisé au moyen de la solution à 0 µg/ml de zirconium (voir 8.3.4).

 © ISO 2021 – Tous droits réservés

8.3.4 Calculs

Calculer la teneur en zirconium des deux échantillons à l'aide de la Formule (1):

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot f}{m} \tag{1}$$

où

X est la teneur en zirconium de l'échantillon, en mg/kg;

C est la concentration en zirconium de la solution échantillon, en µg/ml;

C_0 est la concentration en zirconium dans la solution à blanc, en µg/ml;

V est le volume de la solution échantillon, en ml;

f est le facteur de dilution de la solution échantillon;

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

8.3.5 Exactitude

La différence absolue entre les deux résultats de mesure ne doit pas dépasser 10 % de leur moyenne arithmétique.

iTeh STANDARD PREVIEW

Si les résultats dépassent l'exactitude susmentionnée, l'essai doit être repris, par exemple en choisissant d'utiliser des échantillons de masse plus importante.

(standards.iteh.ai)

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

ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbee4e-5f6d-424d-9e59-2a774084f2b5/iso-22863-6-2021

9 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 22863-6:2021;

— 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.

© ISO 2021 – Tous droits réservés

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 de zirconium 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.

A.2 Taille de l'échantillon

Prélever un premier échantillon de 0,5 g, à l'aide de la balance analytique (6.2).

Prélever un deuxième échantillon à titre de doublon.

A.3 Exigence générale

iTeh STANDARD PREVIEW
(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 de zirconium.

ISO 22863-6:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5bbee4e-5f6d-424d-9e59-2a774084f2b5/iso-22863-6-2021

A.4 Mode opératoire d'essai

A.4.1 Méthode de digestion

La même méthode de digestion (décrite en 8.3.3.1) doit être mise en œuvre pour obtenir la solution d'échantillon digéré qui doit être diluée et soumise à essai conformément à (A.4.2) et (A.4.3).

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 que celle spécifiée en (8.3.1).

A.4.2 Dilution de la solution d'échantillon digéré

Préparer 100 ml d'une solution diluée de la solution étalon diluée de zirconium (5.12) 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.

© ISO 2021 – Tous droits réservés