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

Partie 5:

**Analyse du plomb et de ses composés
par spectrométrie à plasma à couplage
inductif (ICP)**

ISO 22863-5:2021
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c792d9d-9d15-471c-9863-a14c101731e1/iso-22863-5-2021>
Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances
Part 5: Analysis of lead and lead compounds by inductively coupled plasma spectrometry (ICP)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22863-5:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c792d9d-9d15-471c-9863-a14c101731e1/iso-22863-5-2021>



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 Appareillage	2
6 Étalons et réactifs	2
7 Étalonnage	2
8 Mode opératoire	3
9 Exactitude et fidélité	4
10 Rapport d'essai	4

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 22863-5:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c792d9d-9d15-471c-9863-a14c101731e1/iso-22863-5-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c792d9d-9d15-471c-9863-a14c101731e1/iso-22863-5-2021>

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 peut être consultée 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 5:

Analyse du plomb et de ses composés par spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP)

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthode d'essai de détermination de la teneur en plomb et en ses composés dans les compositions pyrotechniques d'artifices de divertissement par spectrométrie à plasma à couplage inductif.

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 22863-5:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c792d9d-9d15-471c-9863-a14c101731e1/iso-22863-5-2021>

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

La spectrométrie d'émission optique dans un plasma à couplage inductif (ICP-OES) est une technique spectrométrique utilisée pour quantifier les éléments métalliques traces dans des solutions aqueuses. La solution échantillon est aspirée en continu pour être nébulisée dans un plasma d'argon à couplage inductif, où les analytes étudiés sont convertis en atomes ou ions en phase gazeuse à l'état excité. Lorsque les atomes ou ions à l'état excité reviennent à leur état fondamental, ils émettent de l'énergie sous la forme de rayonnements lumineux à des longueurs d'onde caractéristiques propres à chaque élément donné. L'intensité de l'énergie émise à la longueur d'onde choisie est proportionnelle à la quantité (concentration) de cet élément dans l'échantillon. Ainsi, en identifiant les longueurs d'onde des rayonnements émis par l'échantillon et en quantifiant leurs intensités respectives, la composition élémentaire de l'échantillon peut être déterminée par comparaison à un étalon de référence. Dans le cas des échantillons solides complexes, il est nécessaire de réaliser une digestion à l'acide appropriée avant de procéder à l'analyse par ICP-OES afin de réduire le biais.

Un échantillon représentatif est digéré avec de l'acide nitrique, puis est filtré et est complété à un volume voulu de milieu acide. La détermination de la teneur en plomb de la solution échantillon est

réalisée par spectrométrie ICP-OES. La solution peut être diluée jusqu'à un volume adéquat pour que la concentration en plomb s'inscrive dans les limites de la droite d'étalonnage du spectromètre.

5 Appareillage

5.1 Spectromètre d'émission optique dans un plasma d'argon à couplage inductif équipé des accessoires opérationnels recommandés par son fabricant.

5.2 Balance analytique, capable de peser à $\pm 0,1$ mg.

5.3 Étuve, thermostatée à (105 ± 5) °C.

5.4 Creuset, d'une capacité de 25 ml.

5.5 Fioles jaugées, de 1 l et de 100,0 ml.

5.6 Matériel courant de laboratoire, de propreté suffisante pour répondre aux besoins de l'application.

6 Étalons et réactifs

6.1 Solution étalon mère de plomb (Pb), disponible dans le commerce à différentes concentrations ou préparée en dissolvant exactement 1,598 5 g de nitrate de plomb $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (pur à 99,7 %, séché et conditionné à 105 °C avant utilisation) dans une quantité minimale de HNO_3 (50 %) (6.2). Ajouter 10 ml de HNO_3 (50 %) (6.2) puis compléter à 1 l dans une fiole jaugée (5.5) avec de l'eau de pureté réactif (6.3).

Les sels de plomb sont toxiques s'ils sont inhalés ou ingérés. Se laver les mains soigneusement après manipulation.

6.2 Acide nitrique, HNO_3 (50 %) de pureté AR (réactif analytique).

6.3 Eau de pureté réactif, eau distillée ou désionisée devant être exempte d'impureté.

7 Étalonnage

En l'absence de procédure d'étalonnage du fabricant, la préparation d'une droite d'étalonnage doit être adoptée et mise en œuvre de la manière suivante.

- Préparer des solutions étalons ICP de 0,00 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 0,25 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 0,50 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 1,00 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 5,00 $\mu\text{g}/\text{ml}$ et 10,0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ par dilution d'une solution étalon mère de plomb (Pb) à 1 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ (Pb) (6.1).
- Préparer une solution d'étalon interne de 2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ d'yttrium dans de l'acide nitrique à 2 % à partir d'une solution étalon mère à 1 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ (facultatif).

Il est recommandé d'utiliser un étalon interne d'yttrium (Y) si l'analyte est présent à l'état de trace selon une concentration de l'ordre du ppm (partie par million), et si tel n'est pas le cas, une simple comparaison avec un étalon externe de plomb (Pb) est suffisante.

Régler l'instrument (5.1) selon les conditions suivantes:

- Débit de plasma: 15,0 l/min.
- Débit du nébuliseur: 0,75 l/min.
- Vitesse de la pompe: 20 r/min.

- Débit auxiliaire: 1,5 l/min.
- Longueurs d'onde: 220,353 nm pour le plomb (Pb), 324,228 nm pour l'yttrium (Y) (facultatif).
- Puissance: 1,30 kW.

Obtenir une relation entre les teneurs en plomb des solutions étalons et les intensités des rayons X avec la formule quadratique de régression ou la formule linéaire de régression conformément à la méthode des moindres carrés, tel qu'indiqué par la [Formule \(1\)](#):

$$W_{\text{Pb}} = aI_{\text{Pb}}^2 + bI_{\text{Pb}} + c \quad (1)$$

où

W_{Pb} est la teneur en plomb, Pb (mg/kg);

I_{Pb} est l'intensité des rayons X du plomb, Pb;

a, b, c , sont des coefficients (dans le cas de la formule de fonction linéaire, $a = 0$).

8 Mode opératoire

Faire sécher l'échantillon pesé, de masse m_0 en mg, dans l'étuve ([5.3](#)) à 105 °C jusqu'à ce qu'il atteigne une masse constante, m_1 en mg.

Préparer l'aliquote de l'analyte: peser une certaine masse m en mg (1 g par exemple) de l'échantillon séché dans un creuset ([5.4](#)) taré avec la balance analytique ([5.2](#)) et la digérer à l'acide nitrique ([6.2](#)) en trois fois séparément.

Grâce aux avancées fulgurantes de la technologie des micro-ondes, la digestion par micro-ondes est possible pour obtenir les aliquotes d'analyte, consulter les instructions recommandées du fabricant donnant des recommandations relatives à leur système de digestion par micro-ondes (facultatif).

Filtrer les aliquotes puis regrouper les trois aliquotes dans une fiole jaugée (100,0 ml) ([5.5](#)), et compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée pour analyse.

Allumer l'ICP ([5.1](#)) et attendre que l'instrument atteigne l'équilibre thermique avant de l'utiliser.

Réaliser l'étalonnage des longueurs d'onde ou les alignements de la torche conformément au manuel d'utilisation du fabricant.

Vérifier que l'élément et la longueur suivants sont bien sélectionnés dans le mode analytique: Pb 220,353 nm. Il est possible d'utiliser l'autre raie du Pb à 217,00 nm pour garantir l'absence d'interférences spectrales lors de l'analyse.

Réaliser un étalonnage à l'aide d'une solution de blanc d'étalonnage et d'au moins 3 solutions étalons. Il convient de réaliser les étalonnages au moins une fois par jour lorsque l'appareil reste allumé pour analyse et à chaque fois que l'instrument est rallumé. Il convient que les résultats de chaque étalon s'inscrivent dans une marge de tolérance de ± 5 % de la valeur vraie. Si les valeurs ne s'inscrivent dans cette marge de tolérance, un nouvel étalonnage est nécessaire.

Analyser la solution échantillon immédiatement après l'étalonnage. Il convient que la concentration mesurée de Pb, c_1 , soit égale à ± 10 % de la valeur vraie. Si la concentration de Pb ne s'inscrit pas dans la plage de tolérance de ± 10 %, un nouvel étalonnage est exigé après avoir modifié soit la quantité d'échantillon, soit la gamme de concentration de l'étalonnage.

Il convient d'analyser au moins un matériau de référence certifié (MRC) par lot d'échantillons. Il convient que la concentration en Pb du MRC soit connue et que ce dernier se compose d'un matériau similaire à celui de la prise d'essai. Il convient que les taux de récupération estimés par analyse soient de ± 15 % de

la valeur vraie. Si les taux de récupération ne s'inscrivent pas dans cette plage de tolérance, il convient d'identifier le problème et d'y remédier avant de poursuivre les analyses.

Diluer tous les échantillons dont la concentration en Pb dépasse 1,5 fois celle de la solution étalon la plus concentrée puis procéder à une nouvelle analyse et déterminer la teneur en Pb.

Préparer un blanc de mode opératoire à partir de la solution étalon de 0,00 µg/ml en suivant toutes les étapes du processus de préparation d'échantillon et d'analyse, pour obtenir sa concentration, c_0 .

Les résultats de la teneur en Pb, $c_{Pb,tot}$, sont calculés et consignés en mg/kg, tel qu'indiqué par la [Formule \(2\)](#):

$$c_{Pb,tot} = 0,1 (c_1 - c_0) V_d/m [1 - (m_0 - m_1)/m_0] \quad (2)$$

où

- c est la concentration de Pb détectée (µg/ml) (c_1 pour la solution échantillon et c_0 pour la solution à blanc);
- d est le volume de dilution (ml);
- m est la masse d'échantillon séché digéré (mg), la concentration peut être calculée en tenant compte de l'humidité présente dans l'échantillon.

9 Exactitude et fidélité

STANDARD PREVIEW

L'exactitude et la fidélité de cette méthode d'essai peuvent être estimées à l'aide d'une étude interlaboratoires qui sera menée ultérieurement sur des échantillons de référence contrôlés. Sur la base d'autres données expérimentales applicables, un écart-type relatif de résultat de 10 % et un taux de récupération de 90 % sont acceptables.

Les résultats de quantification du Pb peuvent être faussés par la présence d'aluminium (Al) à une concentration supérieure à 1 % en poids. Les données acceptables restent à confirmer par une corrélation interlaboratoires.

10 Rapport d'essai

Le rapport doit comprendre les informations suivantes, sans toutefois s'y limiter:

- le nom et l'adresse du laboratoire d'essais;
- la date d'émission du rapport d'essai;
- une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 22863-5:2021;
- une description de l'échantillon et de la manière dont il a été obtenu conformément à l'ISO 22863-1;
- les résultats de l'analyse;
- toute anomalie constatée pendant la réalisation des essais.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22863-5:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c792d9d-9d15-471c-9863-a14c101731e1/iso-22863-5-2021>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22863-5:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c792d9d-9d15-471c-9863-a14c101731e1/iso-22863-5-2021>