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

Partie 4:

**Analyse du plomb et de ses composés
par spectrométrie de fluorescence des
rayons X (XRF)**

ISO 22863-4:2021
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45461895-5d99-44c4-b397-6341fe11c5/iso-22863-4-2021
*Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances —
Part 4: Analysis of lead and lead compounds by X-ray fluorescence spectrometry (XRF)*



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22863-4:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45461895-5d99-44c4-b397-6341fecf1cf5/iso-22863-4-2021>



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 produits chimiques	2
7 Étalonnage	2
8 Mode opératoire	3
9 Exactitude et fidélité	3
10 Rapport d'essai	3

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 22863-4:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45461895-5d99-44c4-b397-6341fecf1cf5/iso-22863-4-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45461895-5d99-44c4-b397-6341fecf1cf5/iso-22863-4-2021>

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 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 4:

Analyse du plomb et de ses composés par spectrométrie de fluorescence des rayons X (XRF)

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 de fluorescence X (XRF).

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 22863-4:2021

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45461895-5d99-44c4-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45461895-5d99-44c4-b397-6341fecf1cf5/iso-22863-4-2021)

[b397-6341fecf1cf5/iso-22863-4-2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45461895-5d99-44c4-b397-6341fecf1cf5/iso-22863-4-2021)

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans 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

Dans le cadre de l'analyse par spectrométrie XRF, une source de rayons X irradie un échantillon. La source peut être un tube à rayons X ou un radio-isotope confiné. Les rayons X de la source qui bombardent l'échantillon peuvent soit être diffusés, soit être absorbés par les atomes de l'échantillon. Lorsqu'un atome absorbe les rayons X de la source, le rayonnement incident peut arracher des électrons des orbitales les plus proches du noyau de l'atome, en créant ainsi des lacunes. Les électrons des orbitales extérieures remplissent les lacunes des orbitales intérieures et émettent des photons de rayons X. L'énergie du rayonnement X émis dépend de la différence d'énergie entre l'orbitale ayant la lacune initiale et l'électron qui remplit la lacune. Chaque atome ayant des niveaux d'énergie spécifiques, le rayonnement émis est propre à cet atome et le caractérise. En mesurant l'énergie du rayonnement émis, il est possible d'identifier les éléments présents dans un échantillon. En mesurant l'intensité des énergies émises, il est possible de quantifier la teneur d'un élément donné présent dans un échantillon.

La méthode d'essai emploie la spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF) pour détecter et quantifier le plomb (Pb) dans des compositions pyrotechniques homogènes. La méthode est applicable aux compositions pyrotechniques dont la fraction massique en plomb est comprise entre 100

et 50 000 mg/kg. Pour des fractions massiques susceptibles d'être inférieures à 100 mg/kg (100 ppm), d'autres méthodes d'essai doivent être appliquées.

Il est nécessaire de toujours utiliser la même géométrie pour l'ensemble tube-échantillon-détecteur. Pour cette raison, l'échantillon de composition est habituellement préparé sous la forme d'une pastille compacte de surface plane puis placé à une faible distance de la fenêtre du tube, en respectant d'étroites tolérances en ce qui concerne la position de la pastille d'échantillon et la planéité de sa surface de sorte à obtenir un flux de rayons X répétable.

5 Appareillage

5.1 Spectromètre XRF transportable Niton XL3t 900S ou analyseur XRF équivalent.

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

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

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

6 Étalons et produits chimiques

6.1 Matériau de référence normalisé du NIST (National Institute of Standards and Technology), portant la référence NIST 2780#180-625 (0,577 % de Pb).

6.2 Matériau de référence normalisé du NIST (National Institute of Standards and Technology), portant la référence RCRA#180-436 (Pb, As dans la plage de 400 à 600 mg/kg).

6.3 Silice, RCRA#180-472, SiO₂ >95 % (Pb, As, Hg, Cu < LOD).

6.4 Réactifs communs de laboratoire, de pureté AR (réactif analytique).

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 plusieurs pastilles planes de matériau de référence de Pb (6.1 et 6.2) de différentes teneurs en plomb. À l'aide du spectromètre XRF (5.1), mesurer les intensités des rayons X des pastilles-étalons pour obtenir une droite d'étalonnage. Obtenir une relation entre les teneurs des pastilles de matériau de référence de Pb et les intensités des rayons X avec une formule quadratique de régression ou une formule linéaire de régression conformément à la méthode des moindres carrés, tel qu'indiqué par la Formule (1):

$$W_{Pb} = aI_{Pb}^2 + bI_{Pb} + c \tag{1}$$

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 l'équation de fonction linéaire, $a = 0$).

Lorsque l'étalonnage repose sur une source extérieure, vérifier l'étalonnage en analysant plusieurs matériaux de référence.

8 Mode opératoire

Allumer l'analyseur XRF et le laisser chauffer pendant la durée recommandée, qui est habituellement de 15 min (consulter le manuel du fabricant avant la mise en œuvre de tout XRF).

Étalonner l'analyseur XRF (5.1) conformément aux indications du manuel d'utilisation du fabricant à l'aide de matériaux de référence normalisés du NIST (voir Article 7).

Faire sécher une quantité suffisante d'échantillon (environ 10 g) dans une étuve (5.3) à 105 °C pendant au moins 2 h (de préférence, pendant 4 h) et la transférer dans un dessiccateur (5.4 et 6.3) à température ambiante pendant au moins 2 h ou jusqu'à ce que sa masse devienne constante. Des précautions doivent être prises lors du transfert de compositions pyrotechniques chaudes, utiliser les équipements de protection individuelle nécessaires tels qu'un casque à visière. Vérifier visuellement que cet échantillon est suffisamment homogène pour passer à l'étape suivante.

Préparer la pastille d'échantillon à partir de cet échantillon homogène de composition pyrotechnique conformément aux indications du manuel d'utilisation du fabricant. Maintenir la surface la plus lisse possible de sorte à avoir un bon contact entre la sonde et la surface.

Analyser la pastille d'échantillon pendant un temps de mesure minimum de 60 s.

Répéter le mesurage à deux autres emplacements différents sur la pastille.

Consigner la teneur en plomb (Pb) de l'échantillon calculée par l'analyseur XRF sur la base de la procédure d'étalonnage si nécessaire, exprimée en mg/kg, arrondie au mg/kg le plus proche. La teneur peut être exprimée avec jusqu'à 3 chiffres significatifs après la virgule selon la gamme d'analyse.

Calculer la masse d'échantillon sec en déduisant la teneur en humidité et consigner le résultat obtenu à partir de la masse d'échantillon sec.

9 Exactitude et fidélité

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. Pour les faibles valeurs de mesure, il est couramment accepté d'utiliser un écart-type relatif de 25 % pour cette technologie nouvellement modifiée.

10 Rapport d'essai

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

- le nom et l'adresse du laboratoire d'essai;
- la date d'émission du rapport d'essai;
- une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 22863-4:2021;
- 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.