

---

# Norme internationale



# 4293

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdovanadate avec extraction

*Manganese ores and concentrates — Determination of phosphorus content — Extraction-molybdovanadate photometric method*

Première édition — 1982-08-15

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4293:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa0e4418-b363-46a6-a396-737fae984214/iso-4293-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa0e4418-b363-46a6-a396-737fae984214/iso-4293-1982>

---

CDU 553.32 + 553.461 : 543.4 : 546.18

Réf. n° : ISO 4293-1982 (F)

Descripteurs : minerais de magnésium, essai, dosage, phosphore, méthode spectrophotométrique.

Page blanche

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

ISO 4293:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa0e4418-b363-46a6-a396-737fae984214/iso-4293-1982>

# Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdovanadate avec extraction

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au molybdovanadate avec extraction, pour le dosage du phosphore dans les minerais et concentrés de manganèse.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en phosphore est comprise entre 0,02 et 0,5 % (*m/m*).

La présente Norme internationale devra être lue conjointement avec l'ISO 4297.

## 2 Références

ISO 4296/1, *Minerais de manganèse — Échantillonnage*  
Partie 1 : *Échantillonnage par prélèvements*.<sup>1)</sup>

ISO 4296/2, *Minerais de manganèse — Échantillonnage*  
Partie 2 : *Préparation des échantillons*.<sup>1)</sup>

ISO 4297, *Minerais et concentrés de manganèse — Méthodes d'analyse chimique — Instructions générales*.

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec les acides chlorhydrique et nitrique. Séparation de la silice par évaporation jusqu'à l'apparition de vapeurs d'acide perchlorique. Dissolution des sels dans l'eau, séparation du résidu insoluble par filtration, le filtrat étant à conserver comme solution principale.

Incinération du filtre contenant le résidu, calcination et attaque avec les acides sulfurique et fluorhydrique. Fusion du résidu calciné avec du carbonate de sodium. Dissolution du culot de fusion par l'acide chlorhydrique et réunion de la solution obtenue à la solution principale. Évaporation de la solution jusqu'à l'apparition de vapeurs d'acide perchlorique. Transformation du phosphore en un complexe phosphovanadomolybdate.

Élimination de l'influence du fer et de l'arsenic par addition d'acide citrique. Extraction du complexe phosphovanadomolybdate par la méthylisobutylcétone.

Mesurage photométrique au moyen d'un spectrophotomètre ou d'un photomètre.

## 4 Réactifs

- 4.1 Carbonate de sodium, anhydre.
- 4.2 Acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml.
- 4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.
- 4.4 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 50.
- 4.5 Acide nitrique,  $\rho$  1,40 g/ml.
- 4.6 Acide perchlorique,  $\rho$  1,51 g/ml.
- 4.7 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.
- 4.8 Acide fluorhydrique,  $\rho$  1,14 g/ml.
- 4.9 Vanadate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ), solution à 2,50 g/l.
- 4.10 Molybdate d'ammonium tétrahydraté  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ , solution à 150 g/l.
- 4.11 Acide citrique  $[\text{C}_3\text{H}_4(\text{OH})(\text{COOH})_3]$ , solution à 500 g/l.
- 4.12 Méthylisobutylcétone ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$ ).
- 4.13 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,1 g de P par litre.

Introduire, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 0,439 4 g d'orthophosphate de potassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) (de haute pureté), préalablement séché à 105 °C durant 1 à 2 h, dissoudre dans 100 ml d'eau, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de P.

1) Actuellement au stade de projet.

**4.14 Phosphore**, solution étalon correspondant à 0,05 g de P par litre.

Introduire 50 ml de la solution étalon de phosphore (4.13) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,05 mg de P.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectrophotomètre, ou photomètre.**

**5.2 Creuset en platine.**

## 6 Échantillon

Pour l'échantillonnage des minerais de manganèse, voir ISO 4296/1. Pour la préparation des échantillons, voir ISO 4296/2.

Utiliser un échantillon pour analyse, d'une granulométrie inférieure à 100 µm obtenue par broyage (contrôlée à l'aide d'un tamis de dimension d'ouverture appropriée), et ayant été séché à l'air dans les conditions du laboratoire.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire 0,5 g de l'échantillon pour analyse dans un bécher de 300 ml, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2), 5 ml d'acide nitrique (4.5) et dissoudre en chauffant. Après dissolution des sels, ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.6) et évaporer jusqu'à l'apparition de vapeurs. Refroidir, ajouter 25 ml d'eau et chauffer jusqu'à l'ébullition. Filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre pour filtration rapide, contenant une faible quantité de pâte à papier, en recueillant le filtrat dans une fiole conique de 300 à 500 ml. Laver le résidu sur le filtre trois ou quatre fois avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.4), puis plusieurs fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

Si l'échantillon ne contient pas de phosphates insolubles, rejeter le filtre avec le résidu obtenu.

### 7.2 Reprise du résidu

Transférer le filtre contenant le résidu dans le creuset en platine (5.2), incinérer et calciner entre 500 et 600 °C. Laisser refroidir le creuset, humecter le résidu avec 2 ou 3 gouttes d'eau, ajouter 2 ou 3 gouttes de la solution d'acide sulfurique (4.7), 5 à

7 ml d'acide fluorhydrique (4.8) et évaporer jusqu'à siccité. Calciner le résidu sec entre 500 et 600 °C, refroidir, ajouter 1 à 2 g de carbonate de sodium (4.1) et fondre le résidu entre 900 et 1 000 °C durant 15 à 20 min. Introduire le creuset contenant le culot de fusion dans un bécher de 100 ml, ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et chauffer pour dissoudre complètement le culot de fusion. Retirer le creuset du bécher et le rincer avec de l'eau. Faire bouillir la solution obtenue et l'ajouter à la solution principale (voir 7.1).

### 7.3 Extraction du complexe phosphovanado-molybdate

Évaporer la solution réunie jusqu'à l'apparition d'abondantes vapeurs blanches d'acide perchlorique au-dessus de la fiole conique, refroidir, ajouter 25 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique (4.5), et faire bouillir durant 5 min.

Dans le cas de teneurs en phosphore supérieures à 0,08 % (m/m), transvaser la solution réunie dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transférer une partie aliquote de 20 ml dans une fiole conique de 125 ml, ajouter 9 ml d'acide perchlorique (4.6) et évaporer jusqu'à l'apparition d'abondantes vapeurs d'acide perchlorique. Après refroidissement de la solution, ajouter 25 ml d'eau, 5 ml d'acide nitrique (4.5) et faire bouillir durant 5 min.

Laisser refroidir la solution jusqu'à la température ambiante, ajouter 10 ml de la solution de vanadate d'ammonium (4.9) et 15 ml de la solution de molybdate d'ammonium (4.10), puis laisser reposer durant 7 min pour le développement de la coloration du complexe.

Si la teneur en titane de l'échantillon est supérieure à 0,5 % (m/m), le développement total de la coloration est obtenu en portant le temps de repos à 1 h.

Transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 100 ml, ajouter 10 ml de la solution d'acide citrique (4.11), homogénéiser et ajouter immédiatement, au moyen d'une burette, 40 ml de méthylisobutylcétone (4.12). Agiter l'ampoule durant 30 s.

Laisser les deux couches se séparer, et soutirer et rejeter la couche inférieure (aqueuse). Sécher l'intérieur de la tige de l'ampoule à décanter au moyen d'un petit morceau de papier filtre. Filtrer en soutirant la couche organique au travers d'un papier filtre sec pour filtration rapide, en recueillant le filtrat dans un petit bécher sec.

### 7.4 Mesurage photométrique

Mesurer l'absorbance des solutions en utilisant le spectrophotomètre ou le photomètre (5.1) à une longueur d'onde de 425 nm, dans une cuve de 10 mm d'épaisseur, par rapport à la méthylisobutylcétone comme solution de référence.

### 7.5 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant tous les stades de l'analyse.

## 7.6 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de sept béchers de 300 ml, introduire 0,25 g de manganèse métallique de haute pureté, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et dissoudre en chauffant. Ajouter respectivement, aux solutions résultantes, au moyen d'une burette, 0 – 1,0 – 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 et 10,0 ml de la solution étalon de phosphore (4.14), correspondant respectivement à 0 – 0,05 – 0,10 – 0,20 – 0,30 – 0,40 et 0,50 mg de phosphore. Ajouter alors 5 ml d'acide nitrique (4.5) et 10 ml d'acide perchlorique (4.6), et évaporer jusqu'à l'apparition d'abondantes vapeurs d'acide perchlorique. Après refroidissement de la solution, ajouter 25 ml d'eau, 5 ml d'acide nitrique (4.5) et faire bouillir durant 5 min.

Laisser refroidir la solution jusqu'à la température ambiante, ajouter 10 ml de la solution de vanadate d'ammonium (4.9) et 15 ml de la solution de molybdate d'ammonium (4.10), puis laisser reposer durant 7 min pour le développement de la coloration du complexe. Poursuivre comme indiqué en 7.3, à partir de «Transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 100 ml...».

Tracer une courbe d'étalonnage en portant les valeurs moyennes de l'absorbance (après déduction de l'absorbance de la solution de compensation) en fonction des teneurs nominales en phosphore.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Mode de calcul <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa046a6-a396-737fae984214/iso-4293-1982>

Convertir la lecture d'absorbance de la solution d'essai en teneur en phosphore au moyen de la courbe d'étalonnage (7.6),

en déduisant la lecture d'absorbance de la solution de l'essai à blanc.

La teneur en phosphore (P), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0 \times 1\,000} \times K$$

$$= \frac{m_1}{m_0 \times 10} \times K$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en milligrammes, de phosphore lue sur la courbe d'étalonnage;

$K$  est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en phosphore.

### 8.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

| Teneur en phosphore<br>% (m/m) | Tolérance admissible          |                              |
|--------------------------------|-------------------------------|------------------------------|
|                                | Trois dosages<br>en parallèle | Deux dosages<br>en parallèle |
| De 0,02 à 0,05                 | 0,010                         | 0,008                        |
| De 0,05 à 0,10                 | 0,015                         | 0,013                        |
| De 0,10 à 0,15                 | 0,020                         | 0,017                        |
| De 0,15 à 0,25                 | 0,025                         | 0,020                        |
| De 0,25 à 0,50                 | 0,040                         | 0,035                        |
| De 0,50 à 1,0                  | 0,050                         | 0,040                        |

Page blanche

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

ISO 4293:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa0e4418-b363-46a6-a396-737fae984214/iso-4293-1982>

Page blanche

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

ISO 4293:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa0e4418-b363-46a6-a396-737fae984214/iso-4293-1982>

Page blanche

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

ISO 4293:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa0e4418-b363-46a6-a396-737fae984214/iso-4293-1982>