

---

# Norme internationale



# 4571

---

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

---

## Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du sodium et du potassium — Méthode par spectrométrie d'émission atomique de flamme

*Manganese ores and concentrates — Determination of potassium and sodium content — Flame atomic emission spectrometric method*

**iTeh STANDARD PREVIEW**

Première édition — 1981-03-01 **(standards.iteh.ai)**

[ISO 4571:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b26e45-164b-4b85-94f1-a481b4ea751/iso-4571-1981>

---

CDU 553.32 : 543.42 : 546.32/ .33

Réf. n° : ISO 4571-1981 (F)

Descripteurs : minerai de manganèse, essai, dosage, potassium, sodium, méthode spectrophotométrique.

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4571 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4571:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b26e45-164b-4b85-94f1-a481b4ea751/iso-4571-1981)  
[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b26e45-164b-4b85-94f1-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b26e45-164b-4b85-94f1-a481b4ea751/iso-4571-1981)

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Chine	Japon	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	
France	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du sodium et du potassium — Méthode par spectrométrie d'émission atomique de flamme

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'émission atomique de flamme, pour le dosage du potassium et/ou du sodium dans les minerais et concentrés de manganèse contenant de 0,08 à 3 % (*m/m*) de potassium et de 0,02 à 1 % (*m/m*) de sodium.

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

## 2 Référence

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

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai ayant une faible teneur en fer par attaque avec les acides nitrique, fluorhydrique et sulfurique. Élimination de l'acide fluorhydrique par évaporation de la solution jusqu'à cessation du dégagement de fumées d'acide sulfurique. Reprise par l'acide sulfurique et le peroxyde d'hydrogène pour dissoudre le dioxyde de manganèse.

Mise en solution d'une prise d'essai ayant une forte teneur en fer par attaque avec les acides chlorhydrique, nitrique, fluorhydrique et perchlorique. Élimination de l'acide fluorhydrique par évaporation de la solution jusqu'à dégagement d'abondantes fumées d'acide perchlorique. Reprise par l'acide chlorhydrique pour dissoudre le dioxyde de manganèse.

Addition d'une solution de nitrate de césium et dilution appropriée. Nébulisation de la solution obtenue au sein d'une flamme air/acétylène et mesurage de l'intensité d'émission des éléments à doser, à une longueur d'onde de 766,5 à 769,7 nm pour le potassium et de 589,0 à 589,6 nm pour le sodium.

L'interférence du calcium est éliminée au moyen de monochromateurs, et celle des éléments alcalins entre eux (sodium, lithium, et autres), à l'aide de la solution de nitrate de césium.

## 4 Réactifs

**4.1 Fer**, pureté 99,99 %.

**4.2 Chlorure de potassium.**

Sécher à 110 °C jusqu'à masse constante, avant utilisation.

**4.3 Manganèse électrolytique**, pur à 99,95 % au moins.

Introduire 10 g de manganèse électrolytique dans un bécher de 400 ml, attaquer la couche superficielle durant quelques minutes avec un mélange formé de 50 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique (4.5), jusqu'à ce que la surface devienne brillante. Laver le manganèse ainsi traité six fois avec de l'eau, puis avec de l'acétone, et sécher à 100 °C durant 10 min.

**4.4 Chlorure de sodium.**

Sécher à 110 °C jusqu'à masse constante, avant utilisation.

**4.5 Acide nitrique**,  $\rho$  1,40 g/ml.

**4.6 Acide fluorhydrique**,  $\rho$  1,14 g/ml.

**4.7 Acide sulfurique**, dilué 1 + 1.

**4.8 Peroxyde d'hydrogène**, à 30 % (*m/V*), exempt de métaux alcalins.

**4.9 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml.

**4.10 Acide perchlorique**,  $\rho$  1,51 g/ml.

**4.11 Nitrate de césium**, solution à 15 g/l.

**4.12 Fer**, solution étalon correspondant à 10 g de Fe par litre.

Introduire 2,5 g de fer (4.1) dans un bécher de 400 ml. Dissoudre dans 15 ml d'acide nitrique (4.5) et 30 ml d'eau, ajouter ensuite 15 ml d'acide sulfurique (4.7). Évaporer la solution jusqu'à l'apparition de fumées d'acide sulfurique, refroidir et diluer avec de l'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 mg de Fe.

**4.13 Manganèse**, solution étalon correspondant à 25 g de Mn par litre.

Introduire 6,25 g de manganèse électrolytique (4.3) dans un bécher de 400 ml. Dissoudre dans 30 ml d'acide chlorhydrique (4.9) et 30 ml d'eau, ajouter ensuite 35 ml d'acide sulfurique (4.7). Évaporer la solution jusqu'à l'apparition de fumées d'acide sulfurique, refroidir et diluer avec de l'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 25 mg de Mn.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**4.14 Potassium**, solution étalon correspondant à 0,1 g de K par litre.

Peser 0,190 7 g de chlorure de potassium (4.2) dans un bécher de 400 ml et dissoudre dans 200 ml d'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

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

Conserver la solution dans un flacon en polyéthylène.

**4.15 Sodium**, solution étalon correspondant à 0,1 g de Na par litre.

Peser 0,254 2 g de chlorure de sodium (4.4) dans un bécher de 400 ml et dissoudre dans 200 ml d'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

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

Conserver la solution dans un flacon en polyéthylène.

## 5 Appareillage

### NOTES

1 Tous les récipients à utiliser doivent être lavés à l'acide chlorhydrique, puis rincés à l'eau distillée.

2 Toutes les solutions étalons et les solutions témoins doivent être conservées dans des flacons en matière plastique.

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectromètre d'émission de flamme**, muni d'un monochromateur assurant une sensibilité et une précision appropriées.

**5.2 Brûleur**, alimenté par de l'air et de l'acétylène.

**5.3 Capsules**, en platine ou autre matériau approprié au traitement à l'acide fluorhydrique, d'une capacité de 300 ml.

**5.4 Bêchers**, en fluoroplastique ou polytétrafluoréthylène, d'une capacité de 250 à 300 ml.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Essai à blanc

Avant le traitement d'une prise d'essai, il faut s'assurer que les réactifs utilisés conduisent à une valeur de l'essai à blanc pour les dosages du sodium et du potassium ne dépassant pas, dans chaque cas, l'équivalent de 0,002 % (*m/m*) de la teneur en alcalins dans le minerai ou le concentré.

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

a) Cas des produits ayant une faible teneur en fer

Placer une prise d'essai de 0,1 à 0,5 g (en fonction de la teneur en l'élément à doser) dans une capsule (5.3) et dissoudre dans le mélange acide suivant :

3 ml d'acide nitrique (4.5), 10 ml d'acide fluorhydrique (4.6) et 10 ml d'acide sulfurique (4.7).

Évaporer la solution jusqu'à cessation du dégagement de fumées d'acide sulfurique et refroidir. Rincer les parois de la capsule avec 10 à 15 ml d'eau, ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.7) et 10 à 20 gouttes de peroxyde d'hydrogène (4.8). Chauffer la solution pour dissoudre le dioxyde de manganèse et pour décomposer complètement l'excès de peroxyde d'hydrogène.

b) Cas des produits ayant une forte teneur en fer

Placer une prise d'essai de 0,1 à 0,5 g (en fonction de la teneur en élément à doser) dans un bécher (5.4) et dissoudre dans 10 ml d'acide chlorhydrique (4.9). Ajouter ensuite 1 à 2 ml d'acide nitrique (4.5) et 5 à 10 ml d'acide fluorhydrique (4.6), en fonction de la teneur en silice. Ajouter 5 ml d'acide perchlorique (4.10), chauffer la solution jusqu'à dégagement de fumées blanches d'acide perchlorique et maintenir 2 min. Rincer les parois du bécher avec de l'eau distillée et chauffer la solution de nouveau jusqu'à dégagement d'abondantes fumées d'acide perchlorique. Refroidir. Dissoudre le résidu dans 5 ml d'acide chlorhydrique (4.9) et 10 à 15 ml d'eau, en chauffant.

### 6.3 Préparation des solutions pour les mesurages spectrométriques

Transvaser les solutions obtenues dans des fioles jaugées de 100 ml, ajouter 2 ml de la solution de nitrate de césium (4.11), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Dans le cas des solutions troubles, filtrer sur papier filtre sec à texture moyenne dans des fioles sèches, en rejetant les premières fractions du filtrat.

Effectuer un essai à blanc en procédant à toutes les étapes de l'analyse, de façon à appliquer des corrections appropriées aux teneurs en potassium et en sodium.

### 6.4 Mesurages spectrométriques

Nébuliser les solutions obtenues au sein de la flamme air/acétylène du spectromètre (5.1) et mesurer l'intensité d'émission des éléments à doser, à une longueur d'onde de 766,5 à 769,7 nm pour le potassium et de 589,0 à 589,6 nm pour le sodium.

Répéter toute la série de mesurages pour éliminer l'influence du changement de la pression du gaz et prendre la valeur moyenne des lectures obtenues.

Convertir la valeur trouvée de l'intensité d'émission de la solution d'essai en microgrammes de sodium et de potassium par millilitre, au moyen de la courbe d'étalonnage ou selon la méthode par encadrement avec déduction de la valeur de l'intensité d'émission de la solution de l'essai à blanc.

## 6.5 Établissement des courbes d'étalonnage

**6.5.1** En même temps que le dosage, analyser une série de solutions étalons. Pour leur préparation, introduire, dans des capsules (5.3) ou des béchers (5.4), les solutions de fer (4.12) et de manganèse (4.13) en quantités correspondant à la teneur du produit à analyser en ces éléments, ajouter ensuite les solutions étalons de potassium (4.14) et de sodium (4.15) de façon à couvrir la gamme des concentrations de 0 à 40 µg/ml.

La solution de l'essai à blanc pour la courbe d'étalonnage est obtenue sans addition des solutions étalons de potassium et de sodium.

Tracer les courbes d'étalonnage, en portant sur un graphique les valeurs trouvées de l'intensité d'émission après déduction de la valeur de l'intensité d'émission de la solution de l'essai à blanc, en fonction des teneurs correspondantes en potassium et en sodium.

**6.5.2** Dans le cas du dosage du potassium et du sodium selon la méthode par encadrement, comparer l'intensité d'émission de la solution d'essai avec celle de deux solutions étalons préparées conformément à 6.5.1, l'intensité d'émission de l'une étant supérieure d'au plus 10 % et l'intensité d'émission de la seconde inférieure d'au plus 10 % à l'intensité d'émission de la solution d'essai.

où

$c_1$  est la teneur, en microgrammes par millilitre, en potassium ou en sodium de la solution étalon dont la concentration est inférieure à celle de la solution d'essai;

$c_2$  est la teneur, en microgrammes par millilitre, en potassium ou en sodium de la solution étalon dont la concentration est supérieure à celle de la solution d'essai;

$b$  est l'intensité d'émission de la solution d'essai, corrigée pour tenir compte de l'intensité d'émission de la solution de l'essai à blanc;

$b_1$  est l'intensité d'émission de la solution étalon contenant du fer et du manganèse et ayant la concentration  $c_1$ , corrigée pour tenir compte de l'intensité d'émission de la solution de l'essai à blanc;

$b_2$  est l'intensité d'émission de la solution étalon contenant du fer et du manganèse et ayant la concentration  $c_2$ , corrigée pour tenir compte de l'intensité d'émission de la solution de l'essai à blanc.

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

### 7.2.1 Dosages du potassium

Tableau 1

Teneur en potassium % (m/m)	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle % (m/m)	Deux dosages en parallèle % (m/m)
De 0,05 à 0,10	0,013	0,011
De 0,10 à 0,20	0,021	0,018
De 0,20 à 0,40	0,032	0,027
De 0,40 à 0,80	0,050	0,042
De 0,80 à 1,50	0,076	0,064
Au-dessus de 1,50	0,120	0,100

### 7.2.2 Dosages du sodium

Tableau 2

Teneur en sodium % (m/m)	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle % (m/m)	Deux dosages en parallèle % (m/m)
De 0,02 à 0,05	0,008	0,007
De 0,05 à 0,10	0,013	0,011
De 0,10 à 0,20	0,021	0,018
De 0,20 à 0,40	0,032	0,027
De 0,40 à 0,80	0,050	0,042
De 0,80 à 1,50	0,076	0,064

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Mode de calcul

La teneur en potassium (K) ou en sodium (Na) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule (1) :

$$\frac{c \times V \times K \times 100}{m \times 10^6} \dots (1)$$

où

$c$  est la concentration, en microgrammes par millilitre, de potassium ou de sodium, dans la solution d'essai, lue sur la courbe d'étalonnage ou calculée à l'aide de la formule (2);

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'essai;

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

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

Dans le cas de la méthode par encadrement, la valeur de  $c$  est donnée par la formule (2) :

$$c = c_1 + \frac{(c_2 - c_1)(b - b_1)}{b_2 - b_1} \dots (2)$$

Page blanche

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

ISO 4571:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b26e45-164b-4b85-94f1-a481b4ea751/iso-4571-1981>

Page blanche

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

ISO 4571:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b26e45-164b-4b85-94f1-a481b4ea751/iso-4571-1981>

Page blanche

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

ISO 4571:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94b26e45-164b-4b85-94f1-a481b4ea751/iso-4571-1981>