
Norme internationale



5889

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

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage de l'aluminium, du cuivre, du plomb et du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Manganese ores and concentrates — Determination of aluminium, copper, lead and zinc contents — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1983-09-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 5889:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ad7812d-466b-412a-86e7-09968d2f749e/iso-5889-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ad7812d-466b-412a-86e7-09968d2f749e/iso-5889-1983>



CDU 553.32 : 543.422 : 669.3/.5 : 669.71

Réf. n° : ISO 5889-1983 (F)

Descripteurs : minerai de manganèse, analyse chimique, dosage, aluminium, cuivre, plomb, zinc, méthode d'absorption.

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 5889 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*, et a été soumise aux comités membres en mai 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5889:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ad7812d-466b-412a-86e7-09968d000000/iso-5889-1983)

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne, R.F.	Italie	Tchécoslovaquie
Australie	Japon	Thaïlande
Autriche	Mexique	URSS
Chine	Pologne	
Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

France

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage de l'aluminium, du cuivre, du plomb et du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour le dosage de l'aluminium, du cuivre, du plomb et du zinc dans les minerais et concentrés de manganèse.

La méthode est applicable aux intervalles de concentrations suivantes :

- de 0,1 à 4,0 % (m/m) pour l'aluminium;
- de 0,005 à 1,0 % (m/m) pour le cuivre;
- de 0,005 à 1,0 % (m/m) pour le plomb;
- de 0,005 à 0,25 % (m/m) pour le zinc.

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.*¹⁾

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

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.

Filtration du résidu insoluble après évaporation, le filtrat étant à conserver comme solution principale. Calcination du filtre contenant le résidu et attaque avec les acides fluorhydrique et sulfurique. Fusion avec le mélange pour la fusion. Dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique et addition à la solution principale.

Aspiration de la solution dans la flamme d'un spectromètre d'absorption atomique, en utilisant un brûleur avec la flamme air/acétylène pour le cuivre, le plomb et le zinc et un brûleur avec la flamme monoxyde de diazote/acétylène pour l'aluminium.

Comparaison des valeurs d'absorbance obtenues avec celles obtenues avec les solutions d'étalonnage.

4 Réactifs

4.1 Mélange pour fusion.

Mélanger 3 parties de carbonate de potassium avec 1 partie d'acide borique.

4.2 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

4.3 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

4.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.5 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml, solution à 40 % (m/m).

4.6 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

4.7 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 50.

1) Actuellement au stade de projet.

4.8 Aluminium, solution étalon correspondant à 1 g de Al par litre.

Dissoudre 0,500 0 g d'aluminium de haute pureté (pureté 99,99 %) dans 25 ml d'acide chlorhydrique (4.4), en chauffant. Après dissolution, refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de Al.

4.9 Plomb, solution étalon correspondant à 1 g de Pb par litre.

Dissoudre 1,000 0 g de plomb de haute pureté (pureté 99,999 %) dans 10 ml d'acide nitrique (4.2) dilué 1 + 4, en chauffant. Après dissolution, refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de Pb.

4.10 Plomb, solution étalon correspondant à 0,05 g de Pb par litre.

Transvaser 25 ml de la solution étalon du plomb (4.9) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

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

4.11 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,1 g de Cu par litre.

Dissoudre 0,100 0 g de cuivre de haute pureté (pureté 99,99 %) dans 5 ml d'acide nitrique (4.2), en chauffant. Après dissolution, refroidir la solution, la transvaser 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 Cu.

4.12 Zinc, solution étalon correspondant à 0,1 g de Zn par litre.

Dissoudre 0,100 0 g de zinc de haute pureté (pureté 99,99 %) dans 10 ml d'acide chlorhydrique (4.6), en chauffant. Après dissolution, refroidir la solution, la transvaser 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 Zn.

4.13 Solution de base.

Introduire 12,50 g de manganèse de haute pureté et 1,25 g de fer de haute pureté dans un bécher de 1 500 ml et dissoudre dans 625 ml d'acide chlorhydrique (4.6) et 25 ml d'acide nitrique (4.2), en chauffant. Ajouter 18,75 g de carbonate de potassium et 6,25 g d'acide borique et chauffer pour dissoudre. Refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE — La solution de base ne doit contenir aucun des éléments à doser.

4.14 Cuivre, plomb, zinc et aluminium, solutions d'étalonnage.

À partir des solutions étalons de cuivre (4.11), de plomb (4.9, 4.10), de zinc (4.12) et d'aluminium (4.8), préparer des solutions d'étalonnage comme suit :

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, introduire 40 ml de la solution de base (4.13). Ajouter les volumes de la solution étalon de cuivre (4.11), de plomb (4.9, 4.10), de zinc (4.12) et d'aluminium (4.8) indiqués dans le tableau 1, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir la note du tableau 1).

Tableau 1 — Solutions étalons pour la préparation des solutions d'étalonnage

Al		Cu		Pb				Zn	
Solution étalon à 1 mg/ml (4.8)	Teneur en élément dans la solution d'étalonnage	Solution étalon à 0,1 mg/ml (4.11)	Teneur en élément dans la solution d'étalonnage	Solution étalon à 1 mg/ml (4.9)	Teneur en élément dans la solution d'étalonnage	Solution étalon à 0,05 mg/ml (4.10)	Teneur en élément dans la solution d'étalonnage	Solution étalon à 0,1 mg/ml (4.12)	Teneur en élément dans la solution d'étalonnage
ml	µg/ml	ml	µg/ml	ml	µg/ml	ml	µg/ml	ml	µg/ml
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1,0	10	1,0	1,0	1,0	10	1,0	0,5	1,0	1,0
2,5	25	2,5	2,5	2,5	25	2	1	1,5	1,5
5,0	50	5,0	5,0	5,0	50	6	3	2,0	2,0
10,0	100	7,5	7,5	7,5	75	14	7	2,5	2,5
15,0	150	10,0	10,0	10,0	100	20	10	3,0	3,0

NOTE — Les gammes de teneurs en éléments couvertes peuvent varier d'un instrument à un autre. Veiller à respecter les critères minimaux donnés en 5.2. Pour les instruments ayant une sensibilité élevée, on peut utiliser des quantités plus petites de solution étalon ou une solution étalon diluée.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset en platine.

5.2 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur pour les mélanges gazeux air/acétylène et monoxyde de diazote/acétylène. Le spectromètre utilisé pour la présente méthode conviendra s'il répond aux critères suivants :

- a) *Sensibilité minimale* : l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 4.14) doit être d'au moins 0,3.
- b) *Linéarité de la courbe* : la pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs de l'intervalle de concentration (exprimée en termes de variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 fois la valeur de la pente correspondant aux 20 % inférieurs de l'intervalle de concentration, la détermination étant effectuée de la même manière.
- c) *Stabilité minimale* : l'écart-type de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée et l'écart-type de l'absorbance de la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage, calculés chacun sur un nombre suffisant de mesures successives, doivent être inférieurs à 1,5 % et 0,5 % respectivement de la valeur moyenne de l'absorbance de la solution la plus concentrée.

Il est préférable d'utiliser le spectromètre d'absorption atomique avec un enregistreur à bande et/ou un dispositif à lecture numérique, qui doit être capable de mesurer l'absorbance aux longueurs d'onde suivantes :

Aluminium	309,3 nm
Cuivre	324,8 nm
Plomb	283,3 nm
Zinc	213,8 nm

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

7.1 Mesures de sécurité

Suivre les instructions du fabricant pour allumer et éteindre la flamme monoxyde de diazote/acétylène afin d'éviter les risques d'explosion. Porter des lunettes de protection teintées pendant tout le temps où la flamme brûle.

7.2 Prise d'essai

Peser environ 2 g de l'échantillon pour essai.

7.3 Dosage

7.3.1 Mise en solution de la prise d'essai

Transvaser la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 200 ml, humecter avec de l'eau et dissoudre dans 40 ml d'acide chlorhydrique (4.6), en chauffant. Maintenir un volume constant par addition d'eau. Après mise en solution de la prise d'essai, ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.2), faire bouillir la solution jusqu'à élimination de fumées d'acide nitrique. Évaporer jusqu'à siccité. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4) au résidu sec et évaporer à nouveau jusqu'à siccité. Dissoudre les sels dans 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4), en chauffant, et ajouter 20 ml d'eau chaude. Filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier [préalablement lavé avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud et de l'eau]. Enlever soigneusement toutes les particules adhérentes à l'aide d'une baguette en verre à embout de caoutchouc et laver le bécher avec de l'eau. Laver le papier filtre et le résidu 3 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud, puis avec de l'eau chaude jusqu'à disparition de la couleur jaune du papier filtre. Conserver le filtrat comme solution principale.

7.3.2 Reprise du résidu

Transférer le papier filtre, contenant le résidu, dans le creuset en platine (5.1) et calciner à une température inférieure à 600 °C. Refroidir, humecter avec 2 ou 3 gouttes d'eau, ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.3) et 5 à 10 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.5). Évaporer lentement pour chasser la silice et chauffer à fumées pour éliminer l'acide sulfurique en excès. Calciner à environ 600 °C. Refroidir, ajouter 2,0 g de mélange pour fusion (4.1) au résidu et faire fondre dans un four à moufle ou sur un bec Mecker durant 5 min à 1 000 °C.

Refroidir, placer le creuset, contenant le culot de fusion, dans un bécher de 200 ml, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.6) et dissoudre le culot de fusion, en chauffant. Enlever le creuset et le laver avec de l'eau (le volume de la solution ne doit pas dépasser 50 ml).

Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale (7.3.1), filtrer si nécessaire sur un papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier [préalablement lavé avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud et de l'eau].

7.3.3 Préparation de la solution d'essai

Transvaser la solution (7.3.2) dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Utiliser cette solution pour des teneurs en aluminium allant jusqu'à 1,50 % (m/m), des teneurs en cuivre allant jusqu'à 0,1 % (m/m), des teneurs quelconques en plomb et des teneurs en zinc allant jusqu'à 0,025 % (m/m).

Pour des teneurs en aluminium supérieures à 1,50 % (m/m), des teneurs en cuivre supérieures à 0,1 % (m/m) et des teneurs en zinc supérieures à 0,025 % (m/m), transférer la partie ali-

quote appropriée de cette solution (voir tableau 2) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter le volume correspondant de la solution de base (4.13), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Pour préparer la solution d'essai à blanc, dissoudre 1 g de manganèse de haute pureté et 0,1 g de fer de haute pureté dans 40 ml d'acide chlorhydrique (4.6), dans un bécher de 200 ml. Effectuer l'essai à blanc en suivant tous les stades de l'analyse.

7.3.4 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Optimiser la réponse de l'instrument comme décrit en 5.2. Régler la longueur d'onde pour l'aluminium (309,3 nm), le cuivre (324,8 nm), le plomb (283,3 nm) et le zinc (213,8 nm) de manière à obtenir l'absorbance minimale. Pour le dosage de l'aluminium, utiliser le mélange gazeux de monoxyde de diazote/acétylène (et le brûleur correspondant). Pour le dosage du cuivre, du plomb et du zinc, utiliser le mélange gazeux air/acétylène (et le brûleur correspondant). Après avoir préchauffé le brûleur durant 10 min, régler le débit de combustible et le brûleur pour obtenir l'absorbance maximale pendant l'aspiration de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 4.14).

Aspirer de l'eau et la solution d'étalonnage pour vérifier que la lecture d'absorbance ne dérive pas, puis prendre la lecture initiale pour l'eau comme zéro d'absorbance.

7.3.5 Mesurages spectrométriques

Aspirer de l'eau jusqu'à obtenir à nouveau la valeur initiale. Aspirer les solutions d'étalonnage et la solution d'essai finale dans l'ordre d'absorption croissante, en commençant par la solution du blanc des réactifs, la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage, la solution d'essai finale étant aspirée aux points adéquats de la gamme d'étalonnage. Une fois qu'une réponse stable est obtenue pour chaque solution, enregistrer les lectures. Aspirer de l'eau entre chaque solution d'étalonnage et d'essai. Répéter les mesurages au moins deux autres fois.

Si nécessaire, convertir en absorbance la moyenne des lectures correspondant à chaque solution d'étalonnage. Déterminer l'absorbance nette de chaque solution d'étalonnage en soustrayant l'absorbance moyenne de la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage. De manière similaire, déterminer l'absorbance nette de la solution d'essai en soustrayant l'absorbance de la solution du blanc des réactifs.

Tracer des courbes d'étalonnage en portant sur un graphique les valeurs nettes d'absorbance des solutions d'étalonnage en fonction des masses, en microgrammes, de Al, Cu, Pb, Zn par millilitre. Convertir, au moyen de la courbe d'étalonnage, les valeurs nettes d'absorbance de la solution d'essai en microgrammes de Al, Cu, Pb, Zn par millilitre.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en aluminium (Al), en cuivre (Cu), en plomb (Pb) ou en zinc (Zn), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{C \times V}{m_1 \times 10^4} \times K$$

(standards.iteh.ai)

C est la concentration, en microgrammes par millilitre, de l'aluminium, du cuivre, du plomb ou du zinc dans la solution d'essai, obtenue d'après la courbe d'étalonnage;

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

*m*₁ est la masse, en grammes, de la prise d'essai correspondant à la partie aliquote de la solution d'essai;

K est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en aluminium, en cuivre, en plomb ou en zinc.

Tableau 2 – Guide pour la dilution de la solution d'essai

Élément	Teneur présumée en élément dans l'échantillon	Partie aliquote	Solution de base (4.13) à ajouter	Teneur en élément dans la solution pour mesurage
	% (m/m)		ml	µg/ml
Al	De 0,1 à 1,5	—	—	De 10 à 150
	De 1,5 à 3,0	50	20	De 75 à 150
	De 3,0 à 4,0	25	30	De 75 à 100
Zn	De 0,005 à 0,025	—	—	De 0,5 à 2,5
	De 0,025 à 0,05	50	20	De 1,25 à 2,5
	De 0,05 à 0,1	20	32	De 1,0 à 2,0
	De 0,1 à 0,25	10	36	De 1,0 à 2,5
Cu	De 0,005 à 0,1	—	—	De 0,5 à 10
	De 0,1 à 1,0	10	36	De 1,0 à 10

8.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Tableau 3 — Tolérances admissibles sur la teneur en cuivre ou en plomb

Teneur en cuivre ou en plomb	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
De 0,005 à 0,01	0,004	0,003
De 0,01 à 0,02	0,006	0,005
De 0,02 à 0,05	0,008	0,007
De 0,05 à 0,10	0,015	0,010
De 0,10 à 0,20	0,025	0,020
De 0,20 à 0,50	0,040	0,030
De 0,50 à 1,0	0,050	0,040

Tableau 4 — Tolérances admissibles sur la teneur en zinc

Teneur en zinc	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
De 0,005 à 0,01	0,004	0,003
De 0,01 à 0,02	0,006	0,005
De 0,02 à 0,05	0,008	0,007
De 0,05 à 0,10	0,015	0,010
De 0,10 à 0,25	0,025	0,020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ad7812d-466b-412a-86c7-09968d2f749e/iso-5889-1983>

Tableau 5 — Tolérances admissibles sur la teneur en aluminium

Teneur en aluminium	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
De 0,10 à 0,20	0,025	0,02
De 0,20 à 0,50	0,04	0,03
De 0,50 à 1,0	0,05	0,04
De 1,0 à 2,0	0,07	0,06
De 2,0 à 4,0	0,15	0,10

8.3 Facteur de conversion en oxyde

$$\text{Al}_2\text{O}_3 [\% (m/m)] = 1,889 5 \times \text{Al} [\% (m/m)]$$

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5889:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5ad7812d-466b-412a-86e7-09968d2f749e/iso-5889-1983>