
Norme internationale



6127

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

Minerais de chrome — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdophosphate réduit

Chromium ores — Determination of phosphorus content — Reduced molybdophosphate photometric method

Première édition — 1981-03-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6127:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3b7fd6-7310-40ef-a8b1-0834f0c12d47/iso-6127-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3b7fd6-7310-40ef-a8b1-0834f0c12d47/iso-6127-1981>

CDU 553.461 : 543.42 : 546.18

Réf. n° : ISO 6127-1981 (F)

Descripteurs : minerai de chrome, analyse chimique, dosage, phosphore, 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 6127 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 6127:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3b7f1d6-7310-40ef-a8b1-0834f0c12d47/iso-6127-1981)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3b7f1d6-7310-40ef-a8b1-0834f0c12d47/iso-6127-1981>

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Minerais de chrome — Dosage du phosphore — Méthode photométrique au molybdophosphate réduit

AVERTISSEMENT — Il est nécessaire d'être prudent lors de l'utilisation de quelques types de réactifs (voir les notes à 4.3 et 4.8).

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au molybdophosphate réduit, pour le dosage du phosphore dans les minerais de chrome.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en phosphore varie de 0,002 à 0,1 % (*m/m*).

La présente Norme internationale devra être lue conjointement avec l'ISO 6629.

2 Référence

ISO 6629, *Minerais et concentrés de chrome — Méthodes d'analyse chimique — Instructions générales*.¹⁾

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai

- par attaque avec les acides nitrique et perchlorique, ou
- par fusion avec le peroxyde de sodium, suivie de la lixiviation du culot de fusion par l'eau.

Élimination du chrome par distillation sous forme de chlorure de chromyle. Filtration du résidu. Élimination de l'acide silicique par volatilisation avec les acides nitrique et fluorhydrique. Fusion du résidu avec le carbonate de sodium ou avec un mélange formé de carbonate de sodium, de tétraborate de sodium et de nitrate de sodium; extraction du culot de fusion par l'acide nitrique et addition à la solution principale.

Séparation du phosphore du chrome par coprécipitation avec l'hydroxyde de fer(III) en milieu ammoniacal.

Élimination de l'arsenic par distillation sous forme de trichlorure d'arsenic.

Formation du complexe molybdophosphate suivie de sa réduction en un complexe bleu par les ions fer(II) en présence d'acide chlorhydrique et de chlorure d'hydroxylammonium, par addition, à une partie aliquote de la solution d'essai, de solutions de nitrate de fer(III), d'hydroxyde d'ammonium, de chlorure d'hydroxylammonium, d'acide chlorhydrique et de molybdate d'ammonium.

Mesurage photométrique du complexe résultant au moyen d'un spectrophotomètre ou d'un photomètre.

4 Réactifs

4.1 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

4.2 Acide nitrique, dilué 1 + 9.

4.3 Acide perchlorique, ρ 1,50 g/ml.

NOTE — Risque d'empoisonnement lors de l'inhalation et du contact avec la peau. Il est recommandé de travailler avec l'acide sous une hotte bien ventilée, loin de la flamme, etc. Éviter l'inhalation des fumées d'acide et le contact avec la peau, les yeux et les vêtements.

4.4 Peroxyde de sodium, exempt de phosphore.

4.5 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.6 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

4.7 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 100.

4.8 Acide fluorhydrique, solution à 40 % (*m/m*).

NOTE — Risque d'empoisonnement lors de l'inhalation et du contact avec la peau. Il est recommandé de travailler avec l'acide sous une hotte bien ventilée, loin de la flamme, etc. Éviter l'inhalation des fumées d'acide et le contact avec la peau, les yeux et les vêtements.

1) Actuellement au stade de projet.

4.9 Carbonate de sodium, anhydre.**4.10 Mélange pour fusion**

Mélanger 100 g de carbonate de sodium anhydre (4.9), 50 g de tétraborate de sodium et 1 g de nitrate de sodium, et triturer soigneusement dans un mortier en agate ou en quartzite.

4.11 Nitrate de fer(III), solution à environ 180 g/l.

Dissoudre, en chauffant, 180 g de nitrate de fer(III) nonahydraté $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ dans 300 à 400 ml d'eau et ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.1). Filtrer la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

4.12 Hydroxyde d'ammonium, solution, ρ 0,91 g/ml.**4.13 Hydroxyde d'ammonium**, solution diluée 1 + 1.**4.14 Hydroxyde d'ammonium**, solution diluée 1 + 100.**4.15 Chlorure d'hydroxylammonium**, solution à 30 % (m/m).**4.16 Molybdate d'ammonium** $[(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4]$, solution à 5 % (m/m).

Préparer la solution en utilisant du molybdate d'ammonium recristallisé et la conserver dans un flacon en quartz ou en polyéthylène. Pour la recristallisation, dissoudre, en chauffant entre 70 et 80 °C, 250 g de molybdate d'ammonium dans 400 ml d'eau, filtrer la solution sur un papier filtre à texture serrée, et laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Ajouter, en agitant, 300 ml d'éthanol rectifié et laisser se déposer le précipité durant 1 h. Filtrer le précipité par aspiration sur un papier filtre à texture moyenne placé dans un entonnoir de Buchner, laver 2 ou 3 fois avec de l'éthanol et sécher à l'air.

NOTE — Si le produit commercial ne contient pas de matières susceptibles de se réduire sous forme de bleu de molybdène, la recristallisation n'est pas obligatoire.

4.17 Bromure d'ammonium, solution à 10 % (m/m).**4.18 Phosphore**, solution étalon correspondant à 0,01 g de P par litre.

Préparer à partir d'une solution étalon de phosphore contenant 0,1 mg de P par 1 ml.

Pour cela, dissoudre 0,439 3 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) , séché jusqu'à masse constante entre 105 et 110 °C, dans 100 à 150 ml d'eau, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser 50 ml de cette solution étalon de phosphore dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de P.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre, ou photomètre.**6 Mode opératoire****6.1 Prise d'essai**

Peser une masse de l'échantillon pour essai, choisie d'après le tableau 1, selon la teneur présumée en phosphore.

Tableau 1

Teneur présumée en phosphore		Masse de la prise d'essai	Volume d'acide nitrique (4.1)	Volume d'acide perchlorique (4.3)
% (m/m)				
de	à	g	ml	ml
0	0,015	1,0	5	70
0,015	0,05	0,50	5	50
0,05	0,10	0,20	5	30

6.2 Dosage**6.2.1 Mise en solution de la prise d'essai****6.2.1.1 Mise en solution par attaque acide**

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 250 ml, l'humecter avec de l'eau, ajouter les volumes d'acide nitrique (4.1) et d'acide perchlorique (4.3) indiqués dans le tableau 1, couvrir d'un verre de montre, chauffer jusqu'à l'apparition des fumées perchloriques et encore 10 à 15 min.

Refroidir le contenu du bécher, rincer les parois du bécher avec de l'eau, évaporer jusqu'à l'apparition des fumées perchloriques et encore 10 à 15 min. Répéter ces opérations jusqu'à mise en solution complète de la prise d'essai.

Éliminer sous forme de chlorure de chromyle la plus grande partie du chrome.

Pour cela, soulever légèrement le verre de montre et ajouter avec précaution de l'acide chlorhydrique (4.5), goutte à goutte sur les parois du bécher, jusqu'à cessation du dégagement des fumées rouge-orangé de chlorure de chromyle, le chrome étant réduit à l'état trivalent. Reposer le verre de montre sur le bécher et poursuivre le chauffage de la solution jusqu'à l'oxydation complète du chrome.

Répéter la distillation du chlorure de chromyle jusqu'à l'élimination de la masse essentielle du chrome.

Laisser refroidir la solution, ajouter 50 ml d'eau chaude et chauffer jusqu'à dissolution des sels. Filtrer la solution sur un papier filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pâte à papier sans cendres, et laver le précipité 12 à 15 fois

avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud et 2 ou 3 fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les liquides de lavage dans un bécher de 400 ml et conserver comme solution principale.

Conserver le papier filtre avec le résidu et poursuivre comme indiqué en 6.2.2.

6.2.1.2 Mise en solution par fusion alcaline

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un creuset en aluminium, en nickel ou en carbone vitreux, ajouter 6 à 8 g de peroxyde de sodium (4.4), homogénéiser soigneusement à l'aide d'une baguette en verre, placer par-dessus 1 à 2 g de peroxyde de sodium et fondre entre 800 et 850 °C.

Laisser refroidir le creuset, l'introduire dans un bécher de 400 à 500 ml, ajouter 80 à 100 ml d'eau et couvrir le bécher d'un verre de montre. Après cessation de la réaction violente, faire bouillir la solution durant 3 min et laisser refroidir. Ajouter de l'acide perchlorique (4.3) jusqu'à dissolution du précipité d'hydrates et 5 ml en excès. Retirer le creuset du bécher et le rincer avec de l'eau chaude. Évaporer la solution jusqu'à l'apparition des fumées perchloriques.

Éliminer sous forme de chlorure de chromyle la plus grande partie du chrome comme indiqué en 6.2.1.1.

Laisser refroidir la solution, ajouter 50 ml d'eau chaude et chauffer jusqu'à dissolution des sels. Filtrer la solution sur un papier filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pâte à papier sans cendres, et laver le précipité 12 à 15 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud et 2 ou 3 fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les liquides de lavage dans un bécher de 400 ml et conserver comme solution principale.

Conserver le papier filtre avec le résidu et poursuivre comme indiqué en 6.2.2.

6.2.2 Reprise du résidu

Introduire le résidu, obtenu en 6.2.1, et le filtre dans un creuset en platine, sécher, incinérer le filtre à basse température et calciner entre 800 et 900 °C. Humecter le précipité avec de l'eau et avec 4 ou 5 gouttes d'acide nitrique (4.1), 2 à 3 ml d'acide fluorhydrique (4.8), évaporer jusqu'à siccité et calciner entre 800 et 900 °C. Laisser refroidir le creuset et fondre le résidu avec 1 à 2 g du carbonate de sodium (4.9) entre 1 000 et 1 100 °C.

NOTE — Dans le cas des minerais difficilement solubles, fondre le résidu avec 2 g de mélange pour fusion (4.10) entre 1 000 et 1 100 °C.

Lixivier le culot de fusion, pendant le chauffage, avec 20 à 30 ml d'acide nitrique (4.2) et réunir à la solution principale.

Ajouter 1 ml de la solution de nitrate de fer(III) (4.11) à la solution, ajouter ensuite de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.12) jusqu'à l'odeur sensible de l'ammoniac, et chauffer le contenu du bécher jusqu'à l'ébullition. Laisser se déposer le précipité durant 2 à 3 min et filtrer sur un papier filtre à texture moyenne. Laver le bécher et le précipité sur le filtre 5 ou 6 fois avec de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.14) chaude.

Transférer avec de l'eau chaude le précipité du filtre dans le bécher où la précipitation s'est effectuée, laver le filtre avec 20 à 30 ml d'acide chlorhydrique (4.6) chaud et 8 à 10 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud, en recueillant les liquides de lavage dans le même bécher. Évaporer jusqu'à siccité.

Pour l'élimination de l'arsenic, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et évaporer la solution à nouveau jusqu'à siccité. Dissoudre le résidu sec, en chauffant, dans 25 ml d'acide chlorhydrique (4.6), ajouter 10 ml de la solution de bromure d'ammonium (4.17) et évaporer la solution jusqu'à siccité. Ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et évaporer la solution à nouveau jusqu'à siccité. Ajouter 10 à 12 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et chauffer jusqu'à dissolution des sels.

Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, refroidir, compléter au volume et homogénéiser.

6.2.3 Préparation de la solution en vue du mesurage photométrique

Dans deux fioles jaugées de 100 ml, introduire des parties aliquotes de 20 ml de la solution obtenue, ajouter 4 ml de la solution de nitrate de fer(III) (4.11) et de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.13) jusqu'à formation d'un précipité d'hydroxyde de fer(III). Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.6), goutte à goutte, jusqu'à dissolution du précipité.

Ajouter 10 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.15) et chauffer les solutions jusqu'à l'ébullition de façon à les décolorer. Si la solution conserve une couleur jaunâtre, ajouter 1 ou 2 gouttes de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.13) et, si un trouble apparaît, le dissoudre en ajoutant 1 ou 2 gouttes d'acide chlorhydrique (4.6).

Laisser refroidir les solutions jusqu'à 25 °C et ajouter 11 ml d'acide chlorhydrique (4.6).

Dans l'une des fioles jaugées, ajouter, goutte à goutte et en agitant continuellement, 8 ml de la solution de molybdate d'ammonium (4.16). Mélanger les solutions durant 1 à 2 min, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser (le pH de ces solutions devrait être compris entre 0,1 et 0,4).

6.2.4 Mesurage photométrique

Laisser reposer les solutions durant 10 min pour le développement de la coloration. Mesurer l'absorbance de la solution d'essai en utilisant le spectrophotomètre à 825 nm, dans une cuve de 50 mm d'épaisseur, ou le photomètre (5.1) muni d'un filtre rouge pour la lumière (à une longueur d'onde de 620 à 640 nm), par rapport à la solution ne contenant pas de molybdate d'ammonium.

6.2.5 Essai à blanc

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

6.2.6 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire, au moyen d'une microburette, 0,5 — 1,0 — 2,0 — 3,0 — 4,0 et 5,0 ml de la solution étalon de phosphore (4.18), correspondant

respectivement à 5 — 10 — 20 — 30 — 40 et 50 µg de phosphore. Une septième fiole de 100 ml sert pour l'essai à blanc des réactifs.

Ajouter, au contenu de chaque fiole, 4 ml de la solution de nitrate de fer(III) (4.11), 20 ml d'eau et de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.13) jusqu'à formation d'un précipité d'hydroxyde de fer(III). Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.6), goutte à goutte, jusqu'à dissolution du précipité. Ajouter 10 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.15) et chauffer les solutions jusqu'à l'ébullition de façon à les décolorer. Si la solution conserve une couleur jaunâtre, ajouter 1 ou 2 gouttes de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.13) et, si un trouble apparaît, le dissoudre en ajoutant 1 ou 2 gouttes d'acide chlorhydrique (4.6). Laisser refroidir les solutions et ajouter 11 ml d'acide chlorhydrique (4.6). Ajouter, goutte à goutte et en agitant continuellement, 8 ml de la solution de molybdate d'ammonium (4.16). Mélanger les solutions durant 1 à 2 min, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Effectuer les mesurages photométriques comme spécifié en 6.2.4, par rapport à l'eau.

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

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul

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

(6.2.6), en déduisant la lecture d'absorbance de la solution de l'essai à blanc.

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

$$\frac{m_1 \times 100}{m_2} \times K$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de phosphore contenue dans la partie aliquote de la solution d'essai, après correction due à la valeur à blanc;

m_2 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 phosphore.

7.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en double

Tableau 2

Teneur en phosphore % (m/m)	Tolérance admissible % (m/m)
De 0,002 à 0,004	0,001
De 0,004 à 0,01	0,002
De 0,01 à 0,02	0,003
De 0,02 à 0,04	0,004
De 0,04 à 0,06	0,005
De 0,06 à 0,10	0,006

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6127:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3b7fd6-7310-40ef-a8b1-0834f0c12d47/iso-6127-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6127:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3b7f1d6-7310-40ef-a8b1-0834f0c12d47/iso-6127-1981>