
Norme internationale



7953

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

Minerais et concentrés de manganèse — Dosages du calcium et du magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Manganese ores and concentrates — Determination of calcium and magnesium contents — Flame atomic absorption spectrometric method

ITeH STANDARD PREVIEW

Première édition — 1985-12-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 7953:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/022225d5-f114-4f84-9f95-73c06fd38fc1/iso-7953-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/022225d5-f114-4f84-9f95-73c06fd38fc1/iso-7953-1985>

CDU 553.32 : 543.42 : 546.41 : 546.46

Réf. n° : ISO 7953-1985 (F)

Descripteurs : minéral, minerai de manganèse, concentré, analyse chimique, dosage, calcium, magnésium, méthode d'absorption atomique.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7953 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

[ISO 7953:1985](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Minerais et concentrés de manganèse — Dosages du calcium et du magnésium — 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 du calcium et/ou du magnésium dans les minerais et concentrés de manganèse.

La méthode est applicable à des produits dont la teneur en calcium varie de 0,01 à 15 % (*m/m*) et en magnésium de 0,01 à 4 % (*m/m*).

Elle devra être lue conjointement avec l'ISO 4297.

2 Références

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

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

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 et déshydratation, 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 fusion. Dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique et addition à la solution principale.

Aspiration de la solution dans la flamme monoxyde de diazote/acétylène pour le calcium et air/acétylène pour le magnésium en présence du lanthane, d'un spectromètre d'absorption atomique.

Comparaison des valeurs d'absorbance obtenues pour le calcium et/ou le magnésium avec les valeurs obtenues avec les solutions d'étalonnage.

NOTE — Si l'on utilise une flamme au monoxyde de diazote pour le magnésium, la sensibilité décroît d'un facteur 3 environ.

4 Réactifs

Conserver les solutions étalons dans des flacons en polyéthylène.

Si le manganèse ou le magnésium sont couverts d'une couche superficielle oxydée, laver le manganèse ou le magnésium avec de l'acide chlorhydrique dilué, puis avec de l'eau distillée et de l'acétone avant le séchage et la pesée.

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 50.

4.4 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

4.5 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, dilué 1 + 1.

4.6 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml.

4.7 Mélange pour fusion, comprenant 3 parties en masse de carbonate de potassium et 1 partie en masse d'acide borique.

4.8 Solution de base

Dissoudre 12,50 g de manganèse [pureté 99,95 % (*m/m*)] 1,25 g de fer [pureté > 99,9 % (*m/m*)], 18,75 g de carbonate de potassium et 6,25 g d'acide borique, par addition de 625 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 25 ml d'acide nitrique (4.4) en chauffant. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.9 Chlorure de lanthane, solution contenant 100 g de La par litre.

Dissoudre 26,6 g de chlorure de lanthane heptahydraté ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans l'eau, diluer à 100 ml et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,1 g de La.

4.10 Calcium, solution étalon correspondant à 50 mg de Ca par litre.

Dissoudre 2,497 5 g de carbonate de calcium (séché à 200 °C) dans 50 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 4 en chauffant. Quand la dissolution est terminée, refroidir, diluer avec de l'eau à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Transvaser 25 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50 µg de Ca.

4.11 Magnésium, solution étalon correspondant à 25 mg de Mg par litre.

Dissoudre 1,000 0 g de magnésium [pureté 99,95 % (m/m)] dans 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) en chauffant. Quand la dissolution est terminée, refroidir, diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Transvaser 5 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 25 µg de Mg.

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 :

- Sensibilité minimale : l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 7.4) doit être d'au moins 0,3.
- 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.
- 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 :

Calcium	422,7 nm
Magnésium	285,2 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

AVERTISSEMENT — Suivre scrupuleusement les instructions du fabricant pour l'allumage et l'extinction de la flamme monoxyde de diazote/acétylène, afin d'éviter tout risque d'explosion. Porter des lunettes de protection teintées pendant tout le temps où la flamme brûle.

7.1 Prise d'essai

Peser 2 g environ de l'échantillon pour essai.

7.2 Dosage

7.2.1 Mise en solution de la prise d'essai

Transvaser la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 250 ml. Humecter avec quelques millilitres d'eau et dissoudre dans 40 ml d'acide chlorhydrique (4.2) en chauffant.

Quand la dissolution de la prise d'essai est terminée, ajouter 2 ml de l'acide nitrique (4.4), chauffer jusqu'à cessation du dégagement des vapeurs nitreuses et évaporer la solution jusqu'à siccité.

Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1) au résidu sec et évaporer de nouveau la solution jusqu'à siccité, chauffer les sels sur une plaque chauffante à 130 °C durant 40 à 60 min. Après refroidissement ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.1), chauffer jusqu'à dissolution des sels, ajouter 50 à 60 ml d'eau chaude et filtrer sur un papier filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pulpe de papier [lavé préalablement avec de l'acide chlorhydrique (4.3) et avec de l'eau].

Enlever soigneusement toutes les particules adhérentes à l'aide d'une baguette en verre à embout de caoutchouc ou d'un papier filtre humecté. Laver le filtre et le résidu trois ou quatre fois avec de l'acide chlorhydrique (4.3), puis plusieurs fois avec de l'eau chaude et conserver le filtrat comme solution principale.

7.2.2 Reprise du résidu

Transférer le filtre contenant le résidu dans un creuset en platine (5.1), calciner entre 500 et 600 °C. Refroidir le creuset, humecter avec quelques gouttes d'eau, ajouter 1 ml de l'acide sulfurique (4.5), 5 à 10 ml de l'acide fluorhydrique (4.6) et évaporer lentement l'acide sulfurique jusqu'à cessation des fumées. Calciner le résidu entre 500 et 600 °C. Refroidir le creuset, ajouter 2,0 g du mélange pour fusion (4.7) au résidu et faire fondre sur un bec Méker ou dans un four à moufle jusqu'à obtenir un culot de fusion limpide (5 min à environ 1 000 °C).

Dissoudre le culot de fusion refroidi dans 10 ml de l'acide chlorhydrique (4.2) dans un bécher de 200 ml en chauffant, enlever le creuset et le laver (le volume de la solution ne doit pas dépasser 50 ml).

Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale.

NOTE — Si la solution est trouble à ce stade, elle doit être filtrée sur un papier filtre contenant une faible quantité de pulpe de papier. Laver le filtre avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.3) et avec de l'eau.

7.2.3 Préparation de la solution d'essai

Transvaser la solution ainsi obtenue (7.2.2) dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser dans une fiole jaugée de 100 ou 200 ml une partie aliquote de cette solution (voir tableau 1) et ajouter la quantité de la solution de chlorure de lanthane (4.9) et de la solution de base indiquée au tableau 1; diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 1 — Guide pour la dilution de la solution d'essai

Élément	Teneur escomptée d'élément dans l'échantillon	Partie aliquote I	Dilution d'une partie aliquote I	Partie aliquote II	Dilution d'une partie aliquote II	Solution de chlorure de lanthane (4.9) à ajouter	Solution de base (4.8) à ajouter	Teneur de l'élément dans la solution d'essai
	% (m/m)	ml	ml	ml	ml	ml	ml	µg/ml
Ca	De 0,01 à 0,1	50	100	—	—	5	0	De 0,5 à 5,0
	De 0,1 à 0,5	25	100	—	—	5	10	De 2,5 à 12,5
	De 0,5 à 2,5	10	200	—	—	10	36	De 2,5 à 12,5
	De 2,5 à 5,0	20	100	10	100	5	19	De 5,0 à 10,0
	De 5,0 à 15,0	20	200	20	200	10	38	De 5,0 à 15,0
Mg	De 0,01 à 0,02	50	100	—	—	5	0	De 0,5 à 1,0
	De 0,02 à 0,05	25	100	—	—	5	10	De 0,5 à 1,25
	De 0,05 à 0,2	10	100	—	—	5	16	De 0,5 à 2,0
	De 0,2 à 0,4	5	100	—	—	5	18	De 1,0 à 2,0
	De 0,4 à 1,0	20	100	10	100	5	19	De 0,8 à 2,0
	De 1,0 à 2,0	20	200	20	200	10	38	De 1,0 à 2,0
	De 2,0 à 4,0	20	200	10	200	10	39	De 1,0 à 2,0

7.3 Préparation de l'essai à blanc

Pour préparer la solution du blanc, dissoudre 1 g de manganèse [pureté 99,95 % (m/m)] et 0,10 g de fer [pureté > 99,9 % (m/m)] dans 40 ml de l'acide chlorhydrique (4.2) dans un bécher de 200 ml. Faire subir à la solution toutes les étapes de l'analyse.

7.4 Préparation de la série de solutions d'étalonnage

7.4.1 Solutions d'étalonnage de calcium et de magnésium

À partir de la solution étalon de calcium (4.10) et de la solution étalon de magnésium (4.11), préparer des solutions d'étalonnage comme suit.

Dans une série de fioles jaugées de 100 ml, transvaser les quantités de la solution étalon de calcium (4.10) et de magnésium (4.11), conformément au tableau 2, ajouter 5 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.9), 20 ml de la solution de base (4.8), diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.2 Solution d'étalonnage zéro

Transvaser 20 ml de la solution de base (4.8) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.9), diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 2 — Préparation des solutions étalons de calcium et de magnésium

Ca		Mg	
Pourcentage escompté dans l'échantillon [% (m/m)]		Pourcentage escompté dans l'échantillon [% (m/m)]	
0,01 à 0,1		0,1 à 15	
Solution étalon 50 mg/l (4.10)	Teneur dans solution étalon	Solution étalon 50 mg/l (4.10)	Teneur dans la solution étalon
ml	µg/ml	ml	µg/ml
1	0,5	2	1,0
2	1,0	4	2,0
3	1,5	6	3,0
6	3,0	10	5,0
10	5,0	20	10,0
		30	15,0

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

7.5 Étalonnage et dosage

7.5.1 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Optimiser la réponse de l'instrument tel que décrit en 5.2. Régler la longueur d'onde du calcium (422,7 nm) ou du magnésium (285,2 nm) de manière à obtenir l'absorbance minimale. 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 7.4.1).

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.

7.5.2 Mesurages spectrométriques

Aspirer de l'eau jusqu'à obtenir à nouveau la valeur initiale. Aspirer la solution d'étalonnage et la solution finale d'essai dans l'ordre d'absorption croissante, en commençant par la solution du blanc, la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage (7.4.2), la solution d'essai finale étant aspirée à des moments appropriés dans les gammes 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 d'étalonnage 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 de la masse en microgrammes de calcium ou de magnésium par millilitre.

Convertir à l'aide de la courbe de l'étalonnage les valeurs nettes d'absorbance de la solution d'essai en microgrammes de calcium ou de magnésium par millilitre.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en calcium et/ou magnésium, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{cV}{m \times 10^4} \times K$$

où

c est la concentration, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai de calcium ou de magnésium;

V est le volume, en millilitres, de la solution finale;

m est la masse, en grammes, de l'échantillon contenu dans le volume de la solution d'essai;

K est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en calcium ou en magnésium.

8.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Tableau 3 — Tolérance admissible sur la teneur en calcium

Teneur en calcium	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
De 0,01 à 0,10	0,007	0,006
De 0,10 à 0,25	0,03	0,025
De 0,25 à 0,50	0,08	0,07
De 0,50 à 1,0	0,12	0,10
De 1,0 à 2,0	0,17	0,15
De 2,0 à 5,0	0,25	0,20
De 5,0 à 8,0	0,35	0,30
De 8,0 à 15,0	0,45	0,40

Tableau 4 — Tolérance admissible sur la teneur en magnésium

Teneur en magnésium	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
De 0,01 à 0,05	0,006	0,005
De 0,05 à 0,25	0,012	0,01
De 0,25 à 0,5	0,06	0,05
De 0,5 à 1,0	0,09	0,07
De 1,0 à 2,0	0,12	0,10
De 2,0 à 4,0	0,15	0,12

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7953:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/022225d5-f114-4f84-9f95-73c06fd38fc1/iso-7953-1985>