
Norme internationale



7990

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

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du fer total — Méthode titrimétrique après réduction et méthode spectrophotométrique à l'acide sulfosalicylique

Manganese ores and concentrates — Determination of total iron content — Titrmetric method after reduction and sulfosalicylic acid spectrophotometric method

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

[ISO 7990:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8864aca3-49f4-4c0b-b178-94177fc90322/iso-7990-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8864aca3-49f4-4c0b-b178-94177fc90322/iso-7990-1985>

CDU 553.32 : 543.24 : 543.42 : 546.72

Réf. n° : ISO 7990-1985 (F)

Descripteurs : minéral, minéral de manganèse, concentré, analyse chimique, dosage, fer total, méthode volumétrique, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 6 pages

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 7990 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8864aca3-49f4-4c0b-b178-941769032780-iso-7990-1985>

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 — Dosage du fer total — Méthode titrimétrique après réduction et méthode spectrophotométrique à l'acide sulfosalicylique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de dosage du fer total dans les minerais et concentrés de manganèse:

méthode A: méthode titrimétrique après réduction, applicable aux produits dont la teneur en fer total varie de 1 à 25 % (*m/m*);

méthode B: méthode spectrophotométrique à l'acide sulfosalicylique, applicable aux produits dont la teneur en fer total varie de 0,2 à 2 % (*m/m*).

Elle devra être lue conjointement avec l'ISO 4297.

ISO 7990:1985

2 Références

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8864aca3-49f4-4c0b-b178-941775913228/iso-7990-1985>

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.*

Section un : Méthode A — Méthode titrimétrique après réduction

3 Principe

Dans le cas de minerais facilement solubles, mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec de l'acide chlorhydrique.

Dans le cas de minerais difficilement solubles, mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec de l'acide chlorhydrique en présence de fluorure de sodium ou par attaque avec de l'acide chlorhydrique, séparation du résidu, fusion avec du disulfate de potassium, dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique. Précipitation du fer, redissolution et addition à la solution principale.

Réduction du fer(III) par la solution de chlorure d'étain(II). Oxydation de l'excès de réducteur par la solution de chlorure de mercure(II). Titration du fer(II) avec la solution titrée de bichromate de potassium en présence de diphenylamine sulfonate de sodium comme indicateur.

4 Réactifs

4.1 Disulfate de potassium ($K_2S_2O_7$).

4.2 Fluorure de sodium (NaF).

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

4.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.5 Acide chlorhydrique (4.4), dilué 1 + 2.

4.6 Acide chlorhydrique (4.4), dilué 1 + 4.

4.7 Acide chlorhydrique (4.4), dilué 1 + 50.

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

4.9 Mélange d'acides sulfurique et orthophosphorique.

Verser avec précaution, en mélangeant, 150 ml d'acide sulfurique (4.8) dans 300 ml d'eau et, après refroidissement, ajouter 150 ml d'acide orthophosphorique (ρ 1,70 g/ml), diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.10 Hydroxyde d'ammonium, ρ 0,91 g/ml, solution à 25 % (m/m).

4.11 Hydroxyde d'ammonium (4.10), dilué 1 + 50.

4.12 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m).

4.13 Chlorure d'étain(II) dihydraté ($SnCl_2 \cdot 2H_2O$), solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de chlorure d'étain(II) dihydraté en chauffant dans 200 ml d'acide chlorhydrique (4.4), refroidir, diluer à 1 000 ml avec de l'eau, homogénéiser et ajouter quelques grammes d'étain métallique.

Conserver la solution dans une fiole en verre foncé.

4.14 Chlorure de mercure(II) ($HgCl_2$), solution à 50 g/l.

4.15 Permanganate de potassium ($KMnO_4$), solution à 30 g/l.

4.16 Bichromate de potassium, solutions titrées.

4.16.1 Solution A, $c(K_2Cr_2O_7) = 0,016\ 67$ mol/l).

Peser 4,903 5 g de bichromate de potassium recristallisé et séché à la température de 140 à 150 °C dans un bécher de 300 ml, dissoudre dans 100 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 correspond à 0,005 585 g de fer.

4.16.2 Solution B, $c(K_2Cr_2O_7) = 0,008\ 33$ mol/l). Introduire 2,451 7 g de bichromate de potassium dans un bécher de 300 ml, dissoudre dans 100 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 correspond à 0,002 792 g de fer.

4.17 Fer, 0,1 mol/l, solution étalon correspondant à 5,58 g de Fe par litre.

Placer 5,58 g de fer métallique [pureté 99,95 % (m/m)] dans une fiole conique de 500 ml. Introduire dans le col de la fiole un petit entonnoir. Ajouter par petites portions 110 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et chauffer jusqu'à dissolution. Refroidir la solution et oxyder par 5 ml de peroxyde d'hydrogène (4.12). Refroidir la solution et la placer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 1 ml de la solution étalon volumétrique de bichromate de potassium A.

4.18 Diphenylamine sulfonate de sodium, indicateur ($C_{12}H_{10}O_3NSNa$) solution à 0,8 g/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Creuset de platine, ou en alliage de platine approprié.

6 Échantillonnage et échantillons

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 Prise d'essai

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

Tableau 1

Teneur présumée en fer total	Masse de la prise d'essai
% (m/m)	g
De 1,0 à 10,0	1,0
De 10,0 à 25,0	0,5

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc, en suivant le même mode opératoire, mais en utilisant 1 ml de la solution étalon de fer (4.17) à la place de la prise d'essai.

7.3 Mise en solution de la prise d'essai

ISO 7990:1985

7.3.1 Pour les minerais facilement solubles

Introduire la prise d'essai (7.1) dans une fiole conique de 500 ml, l'humecter avec de l'eau, ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique (4.4).

Couvrir la fiole d'un verre de montre et chauffer sans porter à ébullition jusqu'à mise en solution complète de la prise d'essai en mélangeant périodiquement. Poursuivre comme en 7.4.

7.3.2 Pour les minerais difficilement solubles

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 300 ml, l'humecter avec de l'eau, ajouter 0,5 g de fluorure de sodium (4.2) et 15 ml d'acide chlorhydrique (4.4).

Couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer sans faire bouillir jusqu'à mise en solution du minerai. Poursuivre comme en 7.4.

Dans le cas de mise en solution incomplète du minerai, introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 300 ml, l'humecter avec de l'eau, ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique (4.4).

Couvrir d'un verre de montre et chauffer sans faire bouillir jusqu'à mise en solution de la prise d'essai. Ajouter 30 à 40 ml d'acide chlorhydrique chaud (4.7) et filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier. Laver le résidu quatre ou cinq fois avec de l'acide chlorhydrique (4.7) et quatre ou cinq fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole conique de 500 ml et conserver comme solution principale.

Placer le filtre avec le résidu dans un creuset en platine, incinérer et calciner entre 600 et 700 °C jusqu'à l'élimination complète des matières charbonneuses. Laisser refroidir le résidu dans le creuset, humecter avec de l'eau, ajouter 3 à 4 gouttes d'acide sulfurique (4.8), ajouter 5 ou 6 ml d'acide fluorhydrique (4.3) et évaporer jusqu'à l'élimination des fumées sulfuriques. Ajouter au résidu 2 g de pyrosulfate de potassium (4.1), couvrir le creuset d'un couvercle en platine et fondre entre 600 et 700 °C jusqu'à l'obtention du culot de fusion transparent. Laisser refroidir le creuset avec le culot de fusion, placer le creuset en platine dans un bécher de 100 ml et dissoudre le culot de fusion dans 25 à 30 ml d'acide chlorhydrique (4.6). Retirer le creuset avec le couvercle du bécher et rincer avec de l'eau.

Ajouter 1 à 2 gouttes de peroxyde d'hydrogène (4.12) à la solution et, en agitant, diluer au volume de 50 ml avec de l'eau. Ajouter de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.10) jusqu'à l'apparition de l'odeur sensible de l'ammoniac. Chauffer la solution jusqu'à l'ébullition et laisser reposer dans un endroit chaud durant 10 min. Après dépôt du précipité, filtrer la solution sur un papier rapide et laver quatre ou cinq fois avec de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.11) chaude. Rejeter le filtrat. Dissoudre le précipité sur le filtre dans 10 ml d'acide chlorhydrique (4.5), en l'ajoutant par petites portions. Laver le filtre quatre ou cinq fois avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud, puis quatre ou cinq fois avec de l'eau chaude. Ajouter la solution obtenue à la solution principale et évaporer jusqu'à un volume de 25 à 30 ml.

7.4 Réduction

7.4.1 Pour les minerais dont la teneur en vanadium est inférieure à 0,02 % (m/m)

Chauffer la solution obtenue à une température comprise entre 90 et 110 °C, rincer les parois de la fiole avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud, ajouter immédiatement de la solution de chlorure d'étain(II) (4.13) tout en mélangeant jusqu'à clarification, et 1 ou 2 gouttes en excès.

Rincer les parois de la fiole avec de l'eau chaude et homogénéiser, laisser ensuite refroidir au moyen d'un réfrigérant à eau. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (4.14) dans la solution ayant atteint la température ambiante. Un petit précipité blanc de chlorure de mercure(I) apparaît. Si le précipité ne se forme pas, ou si l'on a une trop grande quantité de ce précipité et s'il est foncé à cause de la présence de mercure métallique, répéter l'analyse.

7.4.2 Pour les minerais dont la teneur en vanadium est supérieure à 0,02 % (m/m)

Diluer la solution obtenue en 7.3 avec de l'eau jusqu'au volume de 100 ml, chauffer entre 90 et 100 °C, ajouter de la solution de chlorure d'étain(II) (4.13) tout en mélangeant jusqu'à clarification et 0,5 ml de la solution de chlorure d'étain(II) en excès.

Ajouter en mélangeant, goutte à goutte, de la solution de permanganate de potassium (4.15) jusqu'à apparition de la coloration jaunâtre stable et ajouter à nouveau de la solution de chlorure d'étain(II) (4.13) tout en mélangeant jusqu'à disparition de la coloration jaune de la solution. Ajouter en excès 1 ou 2 gouttes.

Rincer les parois de la fiole avec de l'eau, refroidir dans l'eau courante et ajouter 5 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (4.14). Il doit se former un petit précipité blanc de chlorure de mercure(I). Si le précipité ne se forme pas ou s'il se forme une trop grande quantité de ce précipité de couleur foncée à cause de la présence de mercure métallique, répéter l'analyse.

7.5 Titrage

Laisser reposer la solution obtenue en 7.4 durant environ 5 min, diluer avec de l'eau au volume de 200 ml, ajouter à la solution, 25 ml du mélange d'acides sulfurique et orthophosphorique (4.9) et 2 ml d'indicateur de diphénylamine sulfonate de sodium (4.18). Mélanger et titrer immédiatement avec de la solution de bichromate de potassium (4.16) jusqu'au virage de la coloration de vert à bleu-violet. Si la teneur en fer est inférieure à 5 % (m/m), utiliser la solution titrée B de bichromate de potassium (4.16.2); si cette teneur est supérieure à 5 % (m/m), utiliser la solution titrée A de bichromate de potassium (4.16.1).

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en fer total w_{Fe} (%), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w_{Fe} (\%) = \frac{\rho(V_1 - V_2) \times 100}{m} \times K$$

où

- ρ est le titre de la solution titrée de bichromate de potassium, exprimée en grammes de fer par millilitre (voir 4.16);
- V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de bichromate de potassium, utilisé pour le titrage de la solution d'essai;
- V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de bichromate de potassium, utilisé pour le titrage de la solution de l'essai à blanc (en déduisant le volume de la solution titrée de bichromate de potassium A ou B, correspondant à 1 ml de la solution étalon de fer);
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- K est la facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en fer total.

8.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Tableau 2

Teneur en fer total % (m/m)	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle % (m/m)	Deux dosages en parallèle % (m/m)
De 1,0 à 2,5	0,10	0,09
De 2,5 à 5,0	0,15	0,12
De 5,0 à 10,0	0,25	0,20
De 10,0 à 25,0	0,35	0,30

Section deux : Méthode B — Méthode spectrophotométrique à l'acide sulfosalicylique

9 Principe

Dans le cas de minerais facilement solubles, mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec de l'acide chlorhydrique.

Dans le cas de minerais difficilement solubles, mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec de l'acide chlorhydrique en présence de fluorure de sodium ou par attaque avec de l'acide chlorhydrique, séparation du résidu et fusion avec du disulfate de potassium, dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique et addition de la solution obtenue à la solution principale.

Mesurage spectrophotométrique en présence d'acide sulfosalicylique et de chlorure d'hydroxylammonium à environ 430 nm.

10 Réactions

La méthode est basée sur la réaction de la formation du complexe coloré du fer et de l'acide sulfosalicylique en milieu alcalin (pH 8 à 12). L'influence du manganèse est éliminée en présence du chlorure d'hydroxylammonium.

11 Réactifs

- 11.1 Fluorure de sodium (NaF).
- 11.2 Disulfate de potassium ($K_2S_2O_7$).
- 11.3 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml.
- 11.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.
- 11.5 Acide chlorhydrique (11.4), dilué 1 + 4.
- 11.6 Acide chlorhydrique (11.4), dilué 1 + 50.
- 11.7 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, dilué 1 + 1.
- 11.8 Hydroxyde d'ammonium, ρ 0,91 g/ml, dilué 1 + 1.
- 11.9 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 100 g/l.
- 11.10 Acide sulfosalicylique, dihydraté ($C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$), solution à 100 g/l.
- 11.11 Fer, solutions étalons.
- 11.11.1 Solution A, correspondant à 0,100 0 g de Fe par litre.
Peser 0,100 0 g de fer métallique [pureté 99,95 % (*m/m*)] et dissoudre dans 50 ml d'acide nitrique (dilué 1 + 3).
Chauffer la solution jusqu'à l'élimination des oxydes d'azote, refroidir la solution, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.
1 ml de cette solution étalon contient 0,1 000 mg de Fe.

11.11.2 Solution B, correspondant à 0,010 0 g de Fe par litre.

Introduire, au moyen d'une pipette, 10 ml de la solution étalon de fer A (11.11.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 0 mg de Fe.

12 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

12.1 Creuset de platine, ou en alliage de platine approprié.

12.2 Spectrophotomètre, équipé de sélecteurs à variation continue ou discontinue, capable de mesurer l'absorbance à 430 nm.

13 Échantillonnage et échantillons

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

14 Mode opératoire

14.1 Prise d'essai

Peser 0,2 g de l'échantillon pour essai.

14.2 Préparation de la solution d'essai

14.2.1 Pour les minerais facilement solubles

Placer une prise d'essai (14.1) dans le bécher de 100 ml, humecter avec de l'eau et dissoudre dans 5 ml d'acide chlorhydrique (11.4). Ajouter 30 à 40 ml d'acide chlorhydrique chaud (11.6) dans la solution, filtrer sur un filtre à texture moyenne avec un peu de pâte à papier. Laver le filtre quatre à cinq fois avec de l'acide chlorhydrique (11.6) et quatre à cinq fois avec de l'eau chaude. Rejeter le filtre. Poursuivre selon 14.2.3.

14.2.2 Pour les minerais difficilement solubles

Placer la prise d'essai (14.1) dans le bécher de 100 ml, humecter avec de l'eau, ajouter 0,5 g de fluorure de sodium (11.1) et dissoudre dans 5 ml d'acide chlorhydrique (11.4) jusqu'à mise en solution du minerai. Ajouter 30 à 40 ml d'acide chlorhydrique chaud (11.6) dans la solution, filtrer sur un filtre à texture moyenne avec un peu de pâte à papier. Laver le filtre quatre à cinq fois avec de l'acide chlorhydrique (11.6) et quatre à cinq fois avec de l'eau chaude. Rejeter le filtre. Poursuivre comme en 14.2.3.

Dans le cas de mise en solution incomplète du minerai, introduire la prise d'essai (14.1) dans un bécher de 100 ml, l'humecter avec de l'eau et dissoudre dans 5 ml d'acide chlorhydrique (11.4).

Ajouter 30 à 40 ml d'acide chlorhydrique chaud (11.6) à la solution et filtrer le résidu insoluble sur un filtre à texture moyenne avec un peu de pâte à papier. Laver le filtre quatre à cinq fois avec de l'acide chlorhydrique (11.6) et quatre à cinq fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

Transférer le filtre contenant le résidu dans un creuset en platine, incinérer et calciner entre 600 et 700 °C jusqu'à l'élimination complète des matières charbonneuses. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec de l'eau, ajouter 3 ou 4 gouttes d'acide sulfurique (11.7) et 5 à 6 ml d'acide fluorhydrique (11.3), et évaporer jusqu'à l'élimination de fumées d'acide sulfurique.

Ajouter au résidu 2 g de disulfate de potassium (11.2), couvrir le creuset d'un couvercle en platine et fondre entre 650 et 700 °C jusqu'à l'obtention d'un culot de fusion transparent. Refroidir le culot de fusion, placer le creuset dans un bécher de 100 ml et dissoudre le culot de fusion dans 25 à 30 ml d'acide chlorhydrique (11.5). Retirer le creuset et son couvercle du bécher et rincer avec de l'eau.

Filtrer la solution obtenue sur un filtre à texture moyenne et laver le filtre quatre à cinq fois avec de l'eau chaude. Rejeter le filtre et ajouter le filtrat à la solution principale.

14.2.3 Préparation de la solution d'essai

Si nécessaire, après le refroidissement, évaporer la solution (14.2.1 ou 14.2.2) jusqu'au volume approximatif de 150 ml et transférer dans une fiole jaugée de 200 ml. Diluer au repère avec de l'eau et homogénéiser.

14.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage.

14.4 Étalonnage

14.4.1 Préparation de la gamme des solutions d'étalonnage

Introduire, au moyen d'une burette, dans une série de neuf fioles jaugées de 100 ml, 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 et 14,0 ml de la solution étalon de fer B (11.11.2), correspondant à 0,00; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 et 0,14 mg de fer.

14.4.2 Formation du composé d'absorption

Ajouter 10 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (11.9), homogénéiser et ajouter 30 ml de la solution d'acide sulfosalicylique (11.10). Ajouter de la solution d'hydroxyde d'ammonium (11.8) jusqu'à apparition d'une couleur jaune persistante, puis 5 ml en excès. Diluer au repère avec de l'eau et homogénéiser.

14.4.3 Mesurages spectrométriques

Mesurer l'absorbance des solutions, dans la gamme de 420 à 480 nm (spectromètre à sélecteurs à variation continue) ou à 430 nm (spectromètre à sélecteurs à variation discontinue), dans une cuve de 50 mm d'épaisseur, ou dans une autre cuve convenable, par rapport à l'eau comme référence.

14.4.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

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

14.5 Dosage

14.5.1 Formation du composé d'absorbance

Si la teneur en fer est inférieure à 1 % (m/m), introduire à la pipette une partie aliquote de 10 ml de la solution d'essai (14.2.3) dans une fiole jaugée de 100 ml; si la teneur en fer est supérieure à 1 % (m/m), utiliser une partie aliquote de 5 ml.

Poursuivre comme en 14.4.2.

14.5.2 Mesurages spectrométriques

Voir 14.4.3.

15 Expression des résultats

15.1 Mode de calcul

Convertir la lecture d'absorbance de la solution d'essai en teneur en fer, au moyen de la courbe d'étalonnage (14.4.4), en déduisant la lecture d'absorbance de la solution de l'essai à blanc.

La teneur en fer total, w_{Fe} (%), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w_{Fe} (\%) = \frac{m_1 \times 100}{m_2 \times 1\,000} \times K$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, du fer total, déduite de la courbe d'étalonnage;

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 fer total.

15.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Tableau 3

Teneur en fer total	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
De 0,20 à 0,40	0,04	0,03
De 0,40 à 1,0	0,07	0,06
De 1,0 à 2,0	0,10	0,09