
**Spaths fluor pour la fabrication de l'acide
fluorhydrique et spaths fluor utilisables
dans l'industrie céramique — Dosage du
manganèse — Méthode spectrométrique
au periodate**
(standards.iteh.ai)

*Acid-grade and ceramic-grade fluorspar — Determination of manganese
content — Periodate spectrometric method*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/9062-12-15/iso-9062-1992>



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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9062 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 175, *Spath fluor*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9062:1989), dont elle constitue une mise à jour.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique — Dosage du manganèse — Méthode spectrométrique au periodate

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrométrique au periodate pour le dosage du manganèse dans les spaths fluor pour la fabrication de l'acide fluorhydrique et les spaths fluor utilisables dans l'industrie céramique.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en manganèse, exprimé en Mn, est comprise entre 0,006 % (*m/m*) et 0,4 % (*m/m*).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 8868:1989, *Spahs fluor — Échantillonnage et préparation des échantillons.*

3 Principe

Décomposition de la prise d'essai dans une capsule en platine en utilisant de l'acide nitrique et de l'acide perchlorique. Après dilution, oxydation du manganèse

dans une partie aliquote de la solution à l'état d'ion permanganate en utilisant du métaperiodate de sodium et mesurage spectrométrique de l'absorbance à une longueur d'onde correspondant au maximum d'absorption (545 nm).

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml environ, solution à 68 % (*m/m*) environ.

4.2 Acide perchlorique, solution à 70 % (*m/m*) environ.

AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique peut provoquer des explosions en présence d'ammoniac, de vapeurs nitreuses ou de la matière organique en général.

4.3 Acide phosphorique, solution à 85 % (*m/m*) environ.

4.4 Métaperiodate de sodium, solution à 50 g/l.

4.5 Manganèse, solution étalon mère correspondant à 1 000 mg de Mn par litre.

Dissoudre 0,5 g de manganèse métallique pur (pureté > 99,5 %) dans 20 ml d'eau et 20 ml d'acide nitrique (4.1). Ajouter 50 ml d'eau et faire bouillir durant 10 min. Laisser refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon mère contient 1 000 μ g de Mn.

4.6 Manganèse, solution étalon A correspondant à 100 mg de Mn par litre.

Dans une fiole jaugée de 250 ml, introduire 25,0 ml de la solution étalon mère de manganèse (4.5), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 100 µg de Mn.

4.7 Manganèse, solution étalon B correspondant à 20 mg de Mn par litre.

Dans une fiole jaugée de 250 ml, introduire 50,0 ml de la solution étalon A de manganèse (4.6), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 20 µg de Mn.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Étuve électrique, réglable à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

5.2 Capsule en platine, de capacité 100 ml environ.

5.3 Creuset en platine, de capacité 30 ml.

5.4 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue, à même de mesurer l'absorbance à 0,001 unité d'absorbance près à une longueur d'onde de 545 nm, ou

5.5 Spectromètre à sélecteur de radiations à variation discontinue, équipé de filtres permettant une transmission maximale et à même de mesurer l'absorbance à 0,001 unité d'absorbance près à une longueur d'onde de 545 nm.

5.6 Cuves optiques, de 1 cm et 5 cm d'épaisseur respective.

6 Échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément au mode opératoire prescrit dans l'ISO 8868:1989, paragraphe 9.3.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Par suite du danger d'accidents graves en employant de l'acide perchlorique, il est conseillé de le manipuler sous une hotte bien ventilée avec une unité absorbante dans le conduit de fumées.

7.1 Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Broyer, dans un mortier en agate ou un mortier semblable, quelques grammes de l'échantillon pour essai (article 6) jusqu'à passage au tamis d'ouverture de maille 63 µm (voir ISO 565). Sécher le produit tamisé durant 2 h dans l'étuve (5.1) réglée à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser, à 0,2 mg près, 1,0 g environ de cet échantillon dans la capsule en platine (5.2).

Ajouter 2 ml à 3 ml d'eau et agiter légèrement afin de mettre en suspension l'échantillon dans l'eau. Ajouter 10 ml de l'acide nitrique (4.1) et 10 ml de l'acide perchlorique (4.2). Chauffer soigneusement jusqu'à formation de fumées d'acide perchlorique et maintenir doucement le dégagement de fumées durant 5 min. Laisser refroidir et ajouter 2 ml à 3 ml d'eau. Chauffer de nouveau jusqu'à formation de fumées d'acide perchlorique et maintenir doucement le dégagement de fumées durant encore 5 min. Laisser refroidir.

Ajouter 10 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique et chauffer pour dissoudre les sels. Transvaser quantitativement la solution dans un bécher de 150 ml. Recouvrir le bécher d'un couvercle en verre et chauffer jusqu'à formation de fumées d'acide perchlorique et reflux de l'acide perchlorique sur les parois du bécher. Laisser refluer durant 5 min. Ne pas laisser le volume d'acide perchlorique baisser au-dessous de 3 ml. Ajouter encore de l'acide perchlorique si nécessaire. Laisser refroidir.

Ajouter 20 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique. Porter à l'ébullition et faire bouillir doucement durant 5 min. Laisser refroidir. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

S'il y a une quantité appréciable de matière insoluble, traiter la solution comme suit.

Transvaser quantitativement la solution et la matière insoluble sur un petit papier filtre à texture serrée, en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml. Laver le papier filtre trois fois à l'eau chaude. Introduire le papier filtre et son contenu dans le creuset en platine (5.3), laisser sécher et incinérer ensuite entre 500 °C et 600 °C. Fondre le résidu avec 1 g de carbonate de sodium anhydre. Dissoudre dans 10 ml d'eau et 3 ml de l'acide nitrique (4.1) et faire bouillir afin d'éliminer le dioxyde de carbone. Ajouter cette

solution au filtrat dans la fiole jaugée de 100 ml. Laisser refroidir et compléter au volume avec de l'eau.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage (7.4) et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

7.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.3.1 Préparation des solutions d'étalonnage

7.3.1.1 Gamme 0,03 % (m/m) à 0,4 % (m/m) de Mn

- a) Dans une série de sept béchers de 150 ml, introduire respectivement les volumes de la solution étalon A de manganèse (4.6) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1 — Gamme A des solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon A de manganèse (4.6) ml	Masse correspondante de Mn µg
0 ¹⁾	0
0,5	50
1,0	100
2,0	200
4,0	400
6,0	600
8,0	800

1) Solution de compensation de l'étalonnage (essai à blanc des réactifs pour la courbe d'étalonnage).

- b) Ajouter, au contenu de chaque bécher, 4 ml de l'acide nitrique (4.1), 4 ml de l'acide phosphorique (4.3) et 10 ml de la solution de métaperiodate de sodium (4.4). Diluer chaque solution à 40 ml avec de l'eau. Recouvrir les béchers de couvercles en verre et chauffer à début d'ébullition. Laisser bouillir durant 30 min et maintenir les volumes entre 30 ml et 40 ml avec de l'eau. Laisser refroidir, transvaser quantitativement dans des fioles jaugées de 50 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.1.2 Gamme 0,006 % (m/m) à 0,08 % (m/m) de Mn

- a) Dans une série de sept béchers de 150 ml, intro-

duire respectivement les volumes de la solution étalon B de manganèse (4.7) indiqués dans le tableau 2.

Tableau 2 — Gamme B des solutions d'étalonnage

Volume de la solution étalon B de manganèse (4.7) ml	Masse correspondante de Mn µg
0 ¹⁾	0
0,5	10
1,0	20
2,0	40
4,0	80
6,0	120
8,0	160

1) Solution de compensation de l'étalonnage (essai à blanc des réactifs pour la courbe d'étalonnage).

- b) Continuer conformément aux modalités prescrites en 7.3.1.1 b).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.3.2 Mesurages spectrométriques

7.3.2.1 Gamme 0,03 % (m/m) à 0,4 % (m/m) de Mn

Effectuer les mesurages spectrométriques de la gamme A des solutions d'étalonnage (7.3.1.1) à l'aide du spectromètre (5.4) réglé à une longueur d'onde de 545 nm ou du spectromètre (5.5) muni de filtres appropriés, en utilisant des cuves optiques de 1 cm d'épaisseur (5.6), après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

7.3.2.2 Gamme 0,006 % (m/m) à 0,08 % (m/m) de Mn

Effectuer les mesurages spectrométriques de la gamme B des solutions d'étalonnage (7.3.1.2) conformément aux modalités prescrites en 7.3.2.1, mais en utilisant des cuves optiques de 5 cm d'épaisseur (5.6), au lieu de celles de 1 cm.

7.3.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Soustraire l'absorbance de la solution de compensation de l'étalonnage de l'absorbance de chacune des autres solutions d'étalonnage (voir tableaux 1 et 2) pour obtenir l'absorbance nette.

Tracer une courbe en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de manganèse (Mn) contenues dans les solutions d'étalonnage et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances nettes.

7.4 Dosage

7.4.1 Formation d'ion permanganate et solution de compensation du dosage

Prélever, à l'aide d'une pipette, deux parties aliquotes de 20 ml de la solution d'essai préparée en 7.1 et les introduire dans deux béchers de 150 ml. Ajouter, au contenu de chaque bécher, 4 ml de l'acide nitrique (4.1) et 4 ml de l'acide phosphorique (4.3). Ajouter, au contenu de l'un des béchers, 10 ml de la solution de métaperiodate de sodium (4.4) et ajouter 10 ml d'eau au contenu de l'autre bécher (solution de compensation du dosage). Recouvrir les béchers de couvercles en verre et chauffer à début d'ébullition. Laisser bouillir durant 30 min et maintenir les volumes entre 30 ml et 40 ml avec de l'eau. Laisser refroidir, transvaser quantitativement dans deux fioles jaugées de 50 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.2 Mesurages spectrométriques

Effectuer les mesurages spectrométriques de la solution d'essai et de la solution de compensation du dosage conformément aux modalités prescrites en 7.3.2, en utilisant des cuves optiques de 1 cm ou 5 cm d'épaisseur, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

Soustraire l'absorbance de la solution de compensation du dosage de l'absorbance de la solution d'essai pour obtenir l'absorbance corrigée de la solution d'essai.

Répéter le même mode opératoire en utilisant deux parties aliquotes de 20 ml de la solution d'essai à blanc (7.2) et en apportant une correction semblable aux absorbances obtenues de cette façon.

Soustraire l'absorbance corrigée de la solution d'essai à blanc de l'absorbance corrigée de la solution d'essai pour obtenir l'absorbance nette de la solution d'essai.

8 Expression des résultats

Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.3.3), déterminer la masse de manganèse (Mn) correspondant à la valeur de l'absorbance nette de la solution d'essai.

La teneur en manganèse, exprimée en pourcentage en masse de Mn, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 100 \times 100}{m_0 \times 20 \times 10^6} = \frac{5 m_1}{m_0} \times 10^{-4}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, de manganèse (Mn) déterminée dans la partie aliquote de la solution d'essai (voir 7.1) prélevée pour la formation d'ion permanganate (voir 7.4.1).

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée (référence à la présente Norme internationale);
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9062:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b884d5f-2aed-405b-add0-2c14cb546140/iso-9062-1992>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9062:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b884d5f-2aed-405b-add0-2c14cb546140/iso-9062-1992>

CDU 553.634.12:543.42:546.711

Descripteurs: minéral, spath fluor, analyse chimique, dosage, manganèse, méthode spectrométrique.

Prix basé sur 4 pages
