

NORME INTERNATIONALE

ISO
9292

Première édition
1988-12-01



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

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du fer total — Méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10

*Manganese ores and concentrates — Determination of total iron content —
1,10-Phenanthroline spectrometric method*

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9292:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0ffe465-37c9-4f47-bdcc-332054d1c50b/iso-9292-1988>

Numéro de référence
ISO 9292:1988 (F)

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 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 9292 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0ffe465-37c9-4f47-bdccc332054d1c50b/iso-9292-1988>

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du fer total — Méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrométrique à la phénanthroline-1,10 pour le dosage du fer total dans les minerais et concentrés de manganèse. La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fer total varie de 0,1 % (m/m) à 15 % (m/m).

La présente Norme internationale devra être lue conjointement avec l'ISO 4297.

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 4296-1 : 1984, *Minerais de manganèse — Échantillonnage — Partie 1: Échantillonnage par prélèvements.*

ISO 4296-2 : 1983, *Minerais de manganèse — Échantillonnage — Partie 2: Préparation des échantillons.*

ISO 4297 : 1978, *Minerais et concentrés de manganèse — Méthodes d'analyse chimique — Instructions générales.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec l'acide chlorhydrique. Séparation du résidu insoluble par filtration et conservation du filtrat comme solution principale. Incinération du filtre contenant le résidu et attaque avec les acides sulfurique et fluorhydrique.

Fusion du résidu calciné avec le pyrosulfate de potassium. Lixiviation du culot de fusion dans la solution principale. Formation du complexe du fer avec la phénanthroline-1,10 et mesurage spectrométrique.

4 Réactions

La méthode est basée sur la formation du complexe coloré du fer (II) avec la phénanthroline-1,10 (pH 4 à 5) après réduction du fer (III) à l'état de fer (II) par le chlorure d'hydroxylammonium.

5 Réactifs

5.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

5.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, dilué 1 + 50.

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

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

5.5 Pyrosulfate de potassium ($K_2S_2O_7$), ou hydrogénosulfate de potassium ($KHSO_4$).

5.6 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 10 % (m/m).

5.7 Solution tampon.

Dissoudre 450 g d'acétate de sodium dans 500 ml d'eau, ajouter 240 ml d'acide acétique cristallisable, compléter à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

5.8 Phénanthroline-1,10, solution, $c(C_{12}H_8N_2, H_2O) = 5$ g/l.

Dissoudre 5 g de phénanthroline-1,10 ($C_{12}H_8N_2, H_2O$) dans 100 ml d'éthanol, diluer à 1 000 ml avec de l'eau, ou dissoudre 6 g d'hydrochlorure de phénanthroline-1,10 ($C_{12}H_8N_2, HCl, H_2O$) dans 1 000 ml d'eau.

5.9 Fer, solution étalon.

Solution A.

Introduire 0,500 0 g de fer métallique (pureté 99,95 %) dans un bécher de 300 ml, ajouter 100 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml dilué 1 + 4), couvrir le bécher d'un verre de montre

et chauffer avec précaution jusqu'à dissolution complète. Refroidir la solution, ajouter goutte à goutte 10 ml d'une solution de peroxyde d'hydrogène [30 % (m/m) dilué 1+9], porter à l'ébullition et faire bouillir pour décomposer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Refroidir la solution et transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de la solution A contient 0,5 mg de fer.

Solution B.

Transférer 50 ml de la solution A dans une fiole jaugée de 500 ml, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (5.1), refroidir, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de la solution B contient 0,05 mg de fer.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

6.2 Spectromètre ou photoélectrocolorimètre.

7 Échantillonnage et échantillons

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire, d'une granulométrie inférieure à 100 µm, prélevé conformément à l'ISO 4296-1 et préparé conformément à l'ISO 4296-2.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

En prenant plusieurs prélèvements élémentaires, peser la masse de la prise d'essai, choisie d'après le tableau 1, selon la teneur présumée en fer total.

Tableau 1

Teneur présumée en fer total % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
De 0,1 à 2	1,0
De 2 à 5	0,4

8.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à l'analyse d'un (des) échantillon(s), un essai à blanc, dans les mêmes conditions.

8.3 Dosage

8.3.1 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (8.1) dans un bécher de 300 ml, l'humecter avec de l'eau, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique

(5.1), couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à mise en solution de la prise d'essai. Rincer le verre de montre et diluer la solution avec de l'eau tiède jusqu'au volume d'environ 50 ml.

Filter le résidu insoluble sur un papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier. Laver le filtre contenant le résidu 4 à 5 fois avec de la solution chaude d'acide chlorhydrique (5.2) et 4 à 5 fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 300 ml et conserver comme solution principale.

8.3.2 Reprise du résidu

Introduire le filtre avec le résidu dans un creuset en platine (6.1), sécher et incinérer entre 500 °C et 600 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec quelques gouttes d'eau, ajouter 3 à 4 gouttes d'acide sulfurique (5.3), puis ajouter 5 ml à 6 ml d'acide fluorhydrique (5.4) et évaporer jusqu'à siccité. Refroidir le creuset, ajouter 2 g de pyrosulfate de potassium ou d'hydrogénosulfate de potassium (5.5) au résidu et faire fondre entre 600 °C et 650 °C jusqu'à l'obtention du culot de fusion transparent.

Refroidir le creuset, lixivier le culot de fusion dans la solution principale (8.3.1) en chauffant, retirer ensuite le creuset et le laver avec de l'eau. Refroidir la solution et transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.3.3 Préparation de la solution pour le mesurage spectrométrique

Pour les minerais dont la teneur en fer est inférieure à 0,8 % (m/m), prélever une partie aliquote de 10 ml de la solution (8.3.2); pour les minerais dont la teneur en fer est supérieure à 0,8 % (m/m), prélever une partie aliquote de 5 ml de la solution (8.3.2). Transférer la partie aliquote dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 50 ml d'eau.

Ajouter 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (5.6), mélanger, attendre 5 min, ajouter 10 ml de la solution tampon (5.7) et 10 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (5.8). Mélanger et laisser reposer pendant 1 h à la température ambiante ou à 30 °C durant 15 min. Refroidir, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.3.4 Mesurage spectrométrique

Mesurer l'absorbance de la solution d'essai (8.3.3), en utilisant le spectromètre (6.2) réglé à l'absorbance maximale (à une longueur d'onde de 508 nm à 512 nm), ou le photoélectrocolorimètre (6.2) équipé d'un filtre optique (à une longueur d'onde de 480 nm à 520 nm), et en prenant l'eau comme solution de comparaison.

NOTE — Dans le cas de mesurage au moyen d'une lampe à vapeur de mercure, mesurer l'absorbance à une longueur d'onde de 546 nm.

8.3.5 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans six fioles jaugées de 100 ml, introduire au moyen d'une burette 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0 et 8,0 ml de la solution étalon de

fer B (5.9) correspondant respectivement à 0,0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30 et 0,40 mg de fer. Ajouter dans chaque fiole, 50 ml d'eau, 5 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (5.6), mélanger, attendre 5 min, ajouter 10 ml de la solution tampon (5.7) et 10 ml de la solution de phénanthroline-1,10 (5.8). Mélanger et laisser reposer pendant 1 h à la température ambiante ou à 30 °C durant 15 min. Refroidir, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Mesurer l'absorbance comme prescrit en 8.3.4.

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

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul

Convertir la lecture d'absorbance de la solution d'essai en teneur en fer total au moyen de la courbe d'étalonnage (8.3.5), 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 la formule

$$w_{Fe} = \frac{m_1 \times 100}{m_0} \times K$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai correspondant à la partie aliquote de la solution d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, de fer correspondant à la partie aliquote, obtenue sur la courbe d'étalonnage;

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

9.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Les tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle sont données dans le tableau 2.

Tableau 2

Teneur en fer total % (m/m)	Tolérance admissible	
	Deux dosages en parallèle % (m/m)	Trois dosages en parallèle % (m/m)
De 0,1 à 0,2	0,02	0,03
De 0,2 à 0,4	0,03	0,04
De 0,4 à 1,0	0,06	0,07
De 1,0 à 2,5	0,09	0,10
De 2,5 à 5,0	0,12	0,15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9292:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0ffe465-37c9-4f47-bdccc332054d1c50b/iso-9292-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9292:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0ffe465-37c9-4f47-bdcc-332054d1c50b/iso-9292-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9292:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0ffe465-37c9-4f47-bdcc-332054d1c50b/iso-9292-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9292:1988](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0ffe465-37c9-4f47-bdcc-332054d1c50b/iso-9292-1988>

CDU 543.4 : 553.32 : 546.72

Descripteurs : minéral, minerai de manganèse, concentré, analyse chimique, dosage, fer, fer total, méthode photométrique.

Prix basé sur 3 pages
