

NORME INTERNATIONALE

**ISO
9681**

Première édition
1990-11-01

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du fer — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

iTeh STANDARD PREVIEW

*Manganese ores and concentrates — Determination of iron content —
Flame atomic absorption spectrometric method*

ISO 9681:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daa58c5b-b396-4a9c-ac63-7b615f7eaf01/iso-9681-1990>

INTERNATIONAL

ISO



Numéro de référence
ISO 9681:1990(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9681 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

[ISO 9681:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daa58c5b-b396-4a9c-ac63-7b615f7eaf01/iso-9681-1990)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daa58c5b-b396-4a9c-ac63-7b615f7eaf01/iso-9681-1990>

© ISO 1990

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

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du fer — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour le dosage du fer dans les minerais et concentrés de manganèse. Cette méthode est applicable aux produits dont les teneurs en fer sont comprises entre 0,2 % (m/m) et 10 % (m/m).

Elle 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 310:1981, *Minerais de manganèse — Détermination de l'humidité des échantillons pour analyse — Méthode gravimétrique.*

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

Méthode 1: Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec les acides chlorhydrique, perchlorique et fluorhydrique, séparation d'un résidu insoluble, fusion du résidu avec le mélange pour fusion et dissolution du culot de fusion refroidi dans la solution d'essai. Nébulisation de la solution d'essai dans la flamme air-acétylène au moyen d'un spectromètre d'absorption atomique et mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde de 248,3 nm ou 344,06 nm.

Méthode 2: Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique. Filtration du résidu insoluble. Élimination de la silice par volatilisation avec les acides sulfurique et fluorhydrique, fusion du résidu avec le mélange pour fusion et dissolution du culot de fusion refroidi dans la solution d'essai. Nébulisation de la solution d'essai dans la flamme air-acétylène au moyen d'un spectromètre d'absorption atomique et mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde de 248,3 nm ou 344,06 nm.

4 Réactifs

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

- 4.1 **Manganèse métallique**, 99,9 % de pureté.
- 4.2 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml.
- 4.3 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml, dilué 1 + 50.
- 4.4 **Acide fluorhydrique**, ρ 1,14 g/ml.
- 4.5 **Acide perchlorique**, ρ 1,61 g/ml.
- 4.6 **Acide nitrique**, ρ 1,40 g/ml.

4.7 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml, dilué 1 + 1.

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

Verser lentement et avec précaution 1 volume d'acide sulfurique concentré dans un égal volume d'eau.

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

4.10 Mélange pour fusion.

Mélanger le carbonate de sodium anhydre et le tétraborate de sodium anhydre, dans le rapport 3 + 1.

4.11 Solution de base A, pour les minerais ayant la teneur en CaO inférieure à 5 % (m/m).

Dissoudre 5 g de manganèse (4.1) dans 40 ml d'acide nitrique (4.7). Ajouter 30 ml d'acide perchlorique (4.5). Chauffer jusqu'à l'apparition de fumées d'acide perchlorique et refroidir. Diluer la solution avec de l'eau. Ajouter 7,5 g de carbonate de sodium anhydre, 2,5 g de tétraborate de sodium anhydre et 30 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Après la dissolution, transférer la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.12 Solution de base B, pour les minerais ayant la teneur en CaO supérieure à 5 % (m/m).

Dissoudre 4 g de manganèse (4.1) et 1,8 g de carbonate de calcium dans 40 ml d'acide nitrique (4.7) et continuer comme indiqué en 4.11.

4.13 Fer, solutions étalons

4.13.1 Fer, solution étalon A, correspondant à 4 g de Fe par litre.

Dissoudre 4,000 g de fer carbonyle (pureté 99,99 %) dans 40 ml d'acide nitrique (4.6). Ajouter 40 ml d'acide perchlorique (4.5) et évaporer jusqu'à l'apparition de fumées d'acide perchlorique. Refroidir la solution et diluer avec de l'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 4 mg de fer.

4.13.2 Fer, solution étalon B, correspondant à 0,1 g de Fe par litre.

Transférer 5 ml de solution étalon de fer A (4.13.1) dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de fer.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

5.1 Creusets en platine.

5.2 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

5.3 Spectromètre d'absorption atomique, avec le brûleur pour la flamme air-acétylène.

Le spectromètre utilisé pour la présente méthode conviendra, s'il répond aux critères suivants.

a) *sensibilité minimale*: l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée (7.4) doit être d'au moins 0,25;

b) *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;

c) *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 respectivement à 1,5 % et 0,5 % de la valeur moyenne de l'absorbance de la solution la plus concentrée.

NOTES

1 Pour la valeur des critères et la réalisation des mesurages ultérieurs, il est recommandé d'utiliser un enregistreur à bande et/ou un dispositif à lecture numérique.

2 Les paramètres instrumentaux sont susceptibles de varier avec chaque instrument. Les paramètres suivants ont donné de bons résultats dans plusieurs laboratoires et peuvent être utilisés à titres indicatif.

Lampe à cathode creuse de fer, 20 mA
Longueur d'onde, 248,3 nm ou 344,06 nm
Débit d'air, 13,3 l/min
Débit d'acétylène, 1,7 l/min.

Dans les systèmes, où les valeurs indiquées ci-dessus pour les débits de gaz ne s'appliquent pas, le rapport des débits de gaz peut être utilisé à titre indicatif.

6 Échantillonnage et échantillons

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

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser 1 g de l'échantillon séché à l'air ou de l'échantillon séché entre 105 °C et 110 °C.

NOTE 3 En cas d'utilisation d'un échantillon séché entre 105 °C et 110 °C, la prise d'essai devrait être immédiatement prélevée et pesée pour éviter la réabsorption de l'humidité.

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en utilisant 0,5 g de manganèse (4.1) en suivant tous les stades de l'analyse.

7.3 Dosage

7.3.1 Mise en solution de la prise d'essai

Effectuer la mise en solution au moyen de l'une des deux méthodes suivantes.

7.3.1.1 Méthode 1

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher en polytétrafluoroéthylène de 300 ml, humecter avec de l'eau et dissoudre dans 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 5 à 7 ml d'acide fluorhydrique (4.4) en chauffant avec précaution sans faire bouillir. Après la dissolution, ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.5) et rincer les parois du bécher avec de l'eau. Chauffer jusqu'à l'apparition de fumées d'acide perchlorique et refroidir la solution. Laver de nouveau les parois du bécher avec de l'eau et avec 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2), chauffer jusqu'à l'apparition de fumées d'acide perchlorique. Refroidir la solution, ajouter 20 ml d'eau chaude et 2 à 3 gouttes de peroxyde d'hydrogène (4.9). Chauffer jusqu'à l'ébullition et refroidir. Filtrer le résidu sur le papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier. Laver le filtre avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.3), puis 7 à 8 fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

7.3.1.2 Méthode 2

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher en verre borosilicaté de 300 ml, humecter avec de l'eau et dissoudre dans 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2), en chauffant légèrement sans ébullition. Après la dissolution, ajouter 1 ml d'acide nitrique (4.6), 10 ml d'acide perchlorique (4.5) et rincer les parois du bécher avec de l'eau. Chauffer jusqu'à l'apparition de fumées d'acide perchlorique et refroidir. Continuer la procédure comme indiqué en 7.3.1.1, en commençant par les mots: «Laver de nouveau...»

7.3.2 Traitement du résidu

7.3.2.1 Méthode 1

Transférer le papier filtre contenant le résidu, dans un creuset en platine (5.1). Calciner le filtre avec le résidu entre 600 °C et 700 °C et refroidir. Fondre le résidu avec 1 g de mélange pour fusion (4.10) entre 950 °C et 1050 °C. Lixivier le culot de fusion dans un bécher contenant 50 ml d'eau chaude. Retirer le creuset et le laver au-dessus du bécher avec de l'eau acidifiée par 3 ml d'acide chlorhydrique (4.2).

Réunir la solution à la solution principale (7.3.1.1).

7.3.2.2 Méthode 2

Transférer le papier filtre contenant la silice et le résidu dans un creuset en platine (5.1). Calciner le filtre avec le résidu entre 600 °C et 700 °C et refroidir. Humecter le résidu dans le creuset avec quelques gouttes d'eau, ajouter 2 à 4 gouttes d'acide sulfurique (4.8) et 5 ml à 7 ml d'acide fluorhydrique (4.4).

Evaporer la solution à siccité et calciner le résidu dans le creuset entre 400 °C et 500 °C jusqu'à dégagement complet d'acide sulfurique, puis refroidir. Continuer la procédure comme indiqué en 7.3.2.1, en commençant par les mots: «Fondre le résidu...»

7.3.3 Préparation de la solution d'essai

Transférer la solution combinée (7.3.2.1 ou 7.3.2.2) dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Pour le dosage ultérieur, utiliser la solution obtenue ou prélever une partie aliquote de la solution, comme indiqué dans le tableau 1 en fonction de la teneur présumée du fer.

Transférer la solution ou la partie aliquote dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter la solution de base A (4.11) ou B (4.12) en fonction de la teneur en CaO dans l'échantillon, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 1 — Volumes des parties aliquotes et de la solution de base

Teneur présumée en fer	Partie aliquote	Teneur en fer dans la solution pour mesurage	Solution de base (4.11 ou 4.12) à ajouter
% (m/m)	ml	µg/ml	ml
De 0,2 à 1	25	De 2 à 10	15
De 1 à 5	5	De 2 à 10	20
De 2,5 à 10	—	De 100 à 400	—

7.4 Préparation des solutions d'étalonnage

7.4.1 Teneur en fer inférieure à 5 % (m/m)

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire au moyen d'une pipette 0 ml^{*}; 2,0 ml; 4,0 ml; 6,0 ml; 8,0 ml et 10,0 ml de la solution étalon de fer B (4.13.2), correspondant à 0 mg; 0,002 mg; 0,004 mg; 0,006 mg; 0,008 mg et 0,010 mg de fer par millilitre. Ajouter 20 ml de la solution de base A (4.11) ou B (4.12), en fonction de la teneur présumée en CaO dans l'échantillon, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.2 Teneur en fer supérieure à 2,5% (m/m)

Dans une série de six fioles de 100 ml, introduire au moyen d'une burette 0 ml^{*}; 2,5 ml; 5,0 ml; 7,5 ml; 10,0 ml et 12,5 ml de la solution étalon A (4.13.1), correspondant à 0 mg; 0,1 mg; 0,2 mg; 0,3 mg; 0,4 mg et 0,5 mg de fer par millilitre, ajouter 20 ml de la solution de base A (4.11) ou B (4.12), en fonction de la teneur en CaO dans l'échantillon, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE 4 Les gammes de teneurs en éléments couvertes peuvent varier d'un appareil à l'autre. Veiller à respecter les critères minimaux donnés en 5.3. Pour les appareils ayant une sensibilité élevée, on peut utiliser des quantités plus petites de solution étalon ou une solution étalon diluée.

7.5 Étalonnage et dosage

7.5.1 Mesurages spectrométriques

Optimiser la réponse de l'instrument comme décrit en 5.3. Après avoir préchauffé le brûleur pendant 10 min et obtenu une réponse stable, aspirer la solution d'essai ou la solution diluée (7.3.3). Établir la longueur d'onde égale à 248,3 nm dans le cas où la teneur en fer est comprise entre 0,2 % (m/m) et 5,0 % (m/m) ou 344,06 nm dans le cas où la teneur en fer est supérieure à 2,5 % (m/m). Si le domaine de concentration du fer est de 2,5 % (m/m) à 5,0 % (m/m), le dosage peut être effectué à partir de deux longueurs d'onde.

Aspirer de l'eau après l'aspiration de la solution d'essai pour obtenir le zéro d'absorbance.

Répéter les mesurages au moins deux autres fois. Déterminer l'absorbance nette de la solution d'essai

en soustrayant l'absorbance de la solution du blanc des réactifs (7.2).

Convertir, au moyen de la courbe d'étalonnage (7.5.2), les valeurs nettes d'absorbance de la solution d'essai, en microgrammes de Fe par millilitre.

En même temps que l'analyse de la solution d'essai, analyser les gammes des solutions d'étalonnage (7.4).

7.5.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Déterminer l'absorbance nette de chaque solution d'étalonnage (7.4.1 ou 7.4.2), en soustrayant l'absorbance moyenne de la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage.

Tracer des courbes d'étalonnage en portant sur un graphique les valeurs nettes d'absorbance des solutions d'étalonnage en fonction des masses, en microgrammes de fer par millilitre.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en fer w_{Fe} , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$w_{Fe} = \frac{\rho_{Fe} \cdot VK \times 100}{m \cdot 10^6}$$

$$= \frac{\rho_{Fe} \cdot VK}{m \cdot 10^4}$$

où

ρ_{Fe} est la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, du fer, dans la solution d'essai, obtenue d'après la courbe d'étalonnage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai, représentée dans la solution d'essai finale;

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

K est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en fer (pour un échantillon séché à l'air, voir l'ISO 4297).

*) Terme zéro de la solution d'étalonnage.

8.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Voir tableau 2.

Tableau 2 — Tolérances admissibles sur la teneur en fer

Valeurs en pourcentage en masse

Teneur en fer	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
De 0,2 à 0,4	0,04	0,03
De 0,4 à 1,0	0,07	0,06
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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9681:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daa58c5b-b396-4a9c-ac63-7b615f7eaf01/iso-9681-1990>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9681:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/daa58c5b-b396-4a9c-ae63-7b615f7eaf01/iso-9681-1990>

CDU 553.32:546.72:543.42

Descripteurs: minéral, minerai de manganèse, concentré, analyse chimique, dosage, fer, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 4 pages
