

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 Standards

(<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/daa58c5b-b396-4a9c-ac63-7b615f7eaf01/iso-9681-199>)
*Manganese ores and concentrates — Determination of iron content —
Flame atomic absorption spectrometric method*

Document Preview

ISO 9681:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/daa58c5b-b396-4a9c-ac63-7b615f7eaf01/iso-9681-199>



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*.

Document Preview

ISO 9681:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/daa58c5b-b396-4a9c-ac63-7b615f7caf01/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.