

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10378

Première édition
1994-06-15

**Concentrés de sulfure de cuivre — Dosage
de l'or et de l'argent — Méthode
gravimétrique par essai au feu et
spectrométrie d'absorption atomique dans
la flamme**

*Copper sulfide concentrates — Determination of gold and silver
contents — Fire assay gravimetric and atomic absorption spectrometric
method*



Numéro de référence
ISO 10378:1994(F)

Sommaire

	Page
1	1
2	1
3	1
4	2
5	3
6	4
7	4
8	8
9	9
10	11

Annexes

A	Méthode pour la préparation et la détermination de la masse d'une prise d'essai préséchée	12
B	Essai préliminaire de fusion	14
C	Détermination à blanc	15
D	Inquartation	16
E	Organigramme de procédure pour l'acceptation des valeurs analytiques obtenues avec des échantillons pour essai	17
F	Méthode de grillage	18
G	Guide pour la préparation des dilutions en vue de la détermination de l'argent dans les solutions de séparation et les résidus ..	19
H	Dérivation des équations de fidélité	20
J	Utilisation d'une prise d'essai de 10 g	27
K	Bibliographie	28

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

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 10378 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 183, *Minerais et concentrés de cuivre, de plomb et de zinc*.

Les annexes A, B, C, D et E font partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes F, G, H, J et K sont données uniquement à titre d'information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90530a14-b88c-4703-80e2-150e07570467/iso-10378-1994>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10378:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90530a14-b88c-4703-80e2-450e0667a046/iso-10378-1994>

Concentrés de sulfure de cuivre — Dosage de l'or et de l'argent — Méthode gravimétrique par essai au feu et spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode gravimétrique par essai au feu et une méthode spectrométrique d'absorption atomique de flamme pour la détermination des teneurs en or et en argent des concentrés de sulfure de cuivre comportant 15 % (m/m) à 60 % (m/m) de cuivre, essentiellement sous la forme de chalcopirite et de minéraux sous forme de sulfure connexes.

La méthode est applicable à des teneurs en or comprises entre 0,5 g/t et 300 g/t et à des teneurs en argent allant de 25 g/t à 1 500 g/t.

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 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 4787:1984, *Verrerie de laboratoire — Verrerie volumétrique — Méthodes d'utilisation et de vérification de la capacité.*

ISO 9599:1991, *Concentrés sulfurés de cuivre, de plomb et de zinc — Détermination de l'humidité hygroscopique dans l'échantillon pour analyse — Méthode gravimétrique.*

Guide ISO 35:1985, *Certification des matériaux de références — Principes généraux et statistiques.*

3 Principe

L'essai au feu pour la détermination des teneurs en or et en argent comporte une série d'étapes afin de séparer d'abord les métaux précieux de la plupart des métaux associés, puis de séparer l'or de l'argent et d'autres métaux préconcentrés dans un alliage de métaux précieux.

Ces étapes qui comprennent les déterminations sont décrites en 3.1 à 3.5 inclus.

3.1 Fusion

Fusion en creuset des échantillons mélangés à un flux à base de litharge qui, dans des conditions de réduction, rassemble les métaux précieux dans un bloc de plomb métallique.

3.2 Coupellation

Fusion oxydante dans laquelle les métaux de base présents dans le bloc de plomb sont séparés pour l'essentiel des métaux précieux. La coupellation donne un grain constitué, pour la plus grande part,

d'un alliage argent-or avec d'autres métaux en faibles quantités.

3.3 Séparation

Les pépites d'or sont pesées. Les pépites d'or d'une masse inférieure à 0,05 mg sont dissoutes dans l'eau régale et l'or est déterminé par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS). L'argent est déterminé dans la solution de séparation par FAAS.

3.4 Retraitement

Tous les résidus sont retraités pour maximiser la récupération de l'or et de l'argent. L'addition de collecteurs pour l'or ou pour l'argent n'est pas exigée, étant donné que ces deux métaux sont présents en quantité insuffisante pour être facilement visibles après l'étape de la coupellation. Les grains de résidus sont dissous dans des acides, cette opération étant suivie de l'analyse des deux métaux par FAAS.

3.5 Correction de la contamination à blanc

La contamination par l'or et l'argent présents comme impuretés dans les réactifs est corrigée en fusionnant les réactifs sans la prise d'essai.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau déionisée exempte de chlorure.

4.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Litharge (PbO), ayant une teneur en or inférieure à 0,01 g/t et une teneur en argent inférieure à 0,2 g/t.

4.3 Silice, précipitée.

4.4 Nitrate de potassium ou **nitrate de sodium**.

NOTE 1 Si le nitrate de sodium est utilisé, les masses prescrites pour le nitrate de potassium seront à modifier

$$\text{g de KNO}_3 \times \frac{85,0}{101,1} = \text{g de NaNO}_3$$

4.5 Farine.

4.6 Borax, tétraborate de sodium anhydre fondu (poudre de borax vitrifié).

4.7 Acide nitrique, concentré (ρ_{20} 1,42 g/ml), exempt de chlorure.

4.8 Acide nitrique, dilué 17 + 83.

À 830 ml d'eau, ajouter lentement, en agitant, 170 ml d'acide nitrique concentré (4.7).

4.9 Acide nitrique, dilué 1 + 1.

À 500 ml d'eau, ajouter lentement, en agitant, 500 ml d'acide nitrique concentré (4.7).

4.10 Plomb, en feuille mince, ayant une teneur en or inférieure à 0,01 g/t et une teneur en argent inférieure à 0,2 g/t.

4.11 Argent, pureté minimale 99,99 %.

4.12 Platine, pureté minimale 99,99 %.

4.13 Palladium, pureté minimale 99,99 %.

4.14 Or, pureté minimale 99,99 %.

4.15 Acide chlorhydrique

(ρ_{20} 1,16 g/ml à 1,18 g/ml)

4.16 Nitrate de mercure(II), solution à 0,2 % (m/m) de Hg²⁺.

À 1 000 ml d'eau, ajouter 3,415 g de nitrate de mercure(II) monohydraté [Hg(NO₃)₂, H₂O].

AVERTISSEMENT — Des précautions doivent être prises lors de la manipulation de la solution de nitrate de mercure(II) en raison de la toxicité de ce réactif.

4.17 Thio-urée, solution à 10 g/l.

À 100 ml d'eau, ajouter 1 g de thio-urée.

4.18 Eau régale.

À 50 ml d'acide nitrique concentré (4.7), ajouter avec précaution 150 ml d'acide chlorhydrique (4.15). Préparer de l'eau régale fraîche selon les nécessités.

4.19 Solution à blanc.

À 300 ml d'eau, ajouter avec précaution 500 ml d'acide chlorhydrique (4.15) et 100 ml d'acide nitrique concentré (4.7). Diluer à 1 000 ml et mélanger.

4.20 Solutions étalons.

NOTE 2 Il convient que les solutions soient préparées à la même température ambiante que celle à laquelle les déterminations seront réalisées.

4.20.1 Argent, solution étalon mère A (1 ml $\hat{=}$ 500 μ g de Ag).

Peser 0,500 0 g d'argent métallique à 0,1 mg près. Transférer dans un bécher de 100 ml, ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (4.7) et chauffer pour dissoudre. Refroidir et ajouter 20 ml d'acide nitrique concentré (4.7). Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et refroidir à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.20.2 Argent, solution étalon B (1 ml $\hat{=}$ 50 μ g de Ag).

Transférer 10,00 ml de solution étalon mère A d'argent (4.20.1) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et refroidir à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

Préparer une solution fraîche lot par lot.

4.20.3 Or, solution étalon (1 ml $\hat{=}$ 1 000 μ g de Au).

Peser 1 000 g d'or métallique à 0,1 mg près. Transférer dans un bécher de 150 ml, ajouter 25 ml d'eau régale (4.18) et couvrir avec un verre de montre. Chauffer pour dissoudre et porter à une température proche de la siccité. Le cas échéant, ajouter 25 ml d'eau régale (4.18) et répéter la digestion jusqu'à un état voisin de la siccité.

NOTE 3 On ne devra pas laisser la solution s'évaporer jusqu'à siccité; sinon, on aura la formation d'une matre d'or.

Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.15) et 25 ml d'eau, et chauffer pour dissoudre les sels. Refroidir et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 75 ml d'acide chlorhydrique (4.15), compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et refroidir à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.20.4 Or et argent, solution étalon (1 ml $\hat{=}$ 100 μ g de Au et 50 μ g de Ag).

Pipetter 10,00 ml de solution étalon mère A d'argent

(4.20.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.15). Pipetter 10,00 ml de solution étalon d'or (4.20.3) dans la fiole jaugée. Compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et refroidir à température ambiante; ensuite, compléter jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.21 Préparation des gammes d'étalonnage.

NOTE 4 Il convient que les solutions d'étalonnage soient préparées à la même température ambiante que celle à laquelle les déterminations seront réalisées.

4.21.1 Solutions d'étalonnage A (à préparer fraîches) **pour la détermination de l'or et de l'argent dans des grains primaires et résiduels et de l'argent dans des pépites partagées.**

Pipetter 0,0 ml, 1,00 ml, 2,00 ml, 5,00 ml et 10,00 ml de solution étalon d'or et d'argent (4.20.4) dans une série de fioles jaugées à un trait de 100 ml.

À chaque fois, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.15) compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et refroidir à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

Ces solutions contiennent 0,0 μ g de Au/ml, 1,00 μ g de Au/ml, 2,00 μ g de Au/ml, 5,00 μ g de Au/ml et 10,00 μ g de Au/ml et 0,0 μ g de Ag/ml, 0,50 μ g de Ag/ml, 1,00 μ g de Ag/ml, 2,50 μ g de Ag/ml et 5,00 μ g de Ag/ml.

4.21.2 Solutions d'étalonnage B (à préparer fraîches) **pour la détermination de l'argent dans les solutions de séparation.**

Pipetter 0,0 ml, 1,00 ml, 2,00 ml, 4,00 ml 6,00 ml, 8,00 ml et 10,00 ml de solution étalon B d'argent (4.20.2) dans une série de fioles jaugées de 100 ml. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.8), compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et refroidir à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

Ces solutions contiennent 0,0 μ g de Ag/ml, 0,50 μ g de Ag/ml, 1,00 μ g de Ag/ml, 2,00 μ g de Ag/ml, 3,00 μ g de Ag/ml, 4,00 μ g de Ag/ml et 5,00 μ g de Ag/ml.

5 Appareillage

5.1 Four à creuset d'essai, dont la température de fonctionnement maximale exigée et de 1 200 °C.

5.2 Four à moufle, dont la température de fonctionnement maximale exigée est de 1 100 °C.

Une indication de température, un contrôle de température automatique et un flux d'air contrôlé sont préférables.

5.3 Creusets, en argile réfractaire, d'une capacité nominale de 500 ml à 600 ml, susceptibles de résister à la corrosion des échantillons et de flux à 1 100 °C. Le creuset doit avoir une dimension telle que la charge pour le traitement des résidus (7.7) n'occupe pas plus des 3/4 de la profondeur du creuset.

5.4 Coupelles, en oxyde de magnésium, d'une capacité nominale de 50 g de plomb fondu. Le fond intérieur des coupelles doit être concave comme ceci est recommandé dans les textes relatifs aux essais au feu auxquels il est fait référence dans l'annexe K.

NOTE 5 Les coupelles pour cendres d'os calcinés donnent des pertes supérieures d'un facteur de 5 à 10 à celles obtenues avec des coupelles en oxyde de magnésium. Les coupelles pour cendres d'os calcinés ne sont pas recommandées, mais peuvent être utilisées tant que les pertes sont prises en compte.

5.5 Moule conique, en fonte, de capacité suffisante que pour contenir la totalité du plomb fondu, plus les scories provenant de la fusion en creuset.

5.6 Balance, avec une sensibilité de 1 mg.

5.7 Microbalance, avec une sensibilité de 1 µg.

5.8 Verrerie courante de laboratoire, rendue exempte de chlorure par lavage.

5.9 Verrerie volumétrique, de classe A, satisfaisant à l'ISO 385-1, l'ISO 648 et l'ISO 1042, et utilisée conformément à l'ISO 4787.

5.10 Spectromètre d'absorption atomique.

Conditions instrumentales:

Flamme: air/acétylène

Longueurs d'onde:

242,8 nm pour l'or

328,1 nm pour l'argent

5.11 Spectromètre d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP) (optionnel).

5.12 Broyeur à disque vibrant ou machine à meuler oscillante suspendue.

5.13 Plaque chauffante.

6 Échantillon

6.1 Échantillon pour essai

Préparer un échantillon pour essai, équilibré à l'air conformément à l'ISO 9599.

NOTE 6 Un échantillon pour essai n'est pas exigé si des prises d'essai préséchées sont à utiliser (voir annexe A).

6.2 Prise d'essai

La prise d'essai doit avoir une masse de 20 g, pesée à 0,1 mg près. En prélevant des incréments multiples, extraire une prise d'essai de l'échantillon pour essai de manière telle qu'elle soit représentative du contenu du plat ou du plateau. En même temps que la pesée des prises d'essai en vue de leur analyse, procéder à la pesée des prises d'essai pour la détermination de l'humidité hygroscopique conformément à l'ISO 9599.

Alternativement, la méthode prescrite dans l'annexe A peut être utilisée pour préparer des prises d'essai préséchées directement à partir de l'échantillon pour laboratoire.

NOTES

7 Si de l'arsenic est présent dans l'échantillon à des concentrations supérieures à 2 % (*m/m*), il y a lieu d'éliminer cet élément conformément à la méthode de l'annexe F; sinon, une interférence avec l'étape de coupellation est susceptible de se produire.

8 Un petit programme d'essais a été mené en utilisant des prises d'essai de 10 g au lieu de 20 g (voir annexe J).

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de déterminations

Effectuer les déterminations au moins en double, autant que possible dans des conditions de répétabilité, sur chaque échantillon pour essai.

NOTE 9 Des conditions de répétabilité existent lorsque des résultats mutuellement indépendants sont obtenus avec la même méthode sur un matériau d'essai identique dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même équipement et ceci, à des intervalles rapprochés.

7.2 Essai préliminaire de fusion

Exécuter un essai préliminaire de fusion comme décrit dans l'annexe B pour vérifier que la masse du bloc de plomb se situe entre 30 g et 45 g.

7.3 Essai à blanc

Exécuter un essai à blanc des réactifs comme décrit dans l'annexe C, parallèlement à l'analyse en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs et en ajoutant suffisamment de farine (4.5) au flux pour donner une masse de bloc de plomb entre 30 g et 45 g. Omettre la prise d'essai et le nitrate de potassium. Le blanc total ne devrait pas dépasser 5 µg d'or ou 100 µg d'argent.

7.4 Préparation de la charge

Déterminer la masse de nitrate de potassium (4.4) requise dans la charge comme indiqué par la fusion d'essai (voir annexe B) et inclure ce réactif dans le mélange de flux (voir tableau 1).

Mélanger activement la prise d'essai avec un flux ayant la composition prescrite dans le tableau 1.

NOTE 10 Le mélange intime des éléments du flux et de la prise d'essai est très important. Tous les éléments du flux devront être dans un état finement divisé avec une dimension de particules préférentielle inférieure à 0,5 mm.

Tableau 1 — Masses recommandées d'éléments de flux pour la préparation des charges

Élément de flux	Masse
	g
Carbonate de sodium (4.1)	30
Litharge (4.2)	210
Silice (4.3)	25
Nitrate de potassium (4.4)	—

NOTES

11 Si la teneur en cuivre est supérieure à 30 % (*m/m*), la masse de litharge devrait être égale à 30 fois celle du cuivre plus 35 g pour le bloc de plomb. Alternativement, une prise d'essai de 10 g ou de 15 g peut être utilisée tout en conservant la composition du flux donnée dans le tableau 1. Si des difficultés sont rencontrées pour l'obtention d'une fusion fluide, la quantité de silice recommandée dans le tableau 1 peut alors être diminuée jusqu'à 19 g, tout en comprenant 6 g de borax en échange.

12 Les quantités de réactif oxydant du mélange dépendent du pouvoir réducteur de l'échantillon pour essai. L'es-

sai préliminaire de fusion (voir annexe B) déterminera la masse de nitrate de potassium nécessaire pour donner un bloc de plomb d'une masse comprise entre 30 g et 45 g.

Placer le mélange dans un creuset d'essai (5.3).

7.5 Fusion primaire

Placer les creusets dans le four (5.1) préchauffé à une température d'environ 900 °C.

NOTE 13 Si des fours chauffés au mazout ou au gaz sont utilisés, il convient de couper l'alimentation en combustible immédiatement avant d'ouvrir le four.

Amener lentement la température du four à 1 000 °C. Maintenir cette température jusqu'à ce que la fusion ait été tranquille pendant au moins 10 min.

NOTES

14 La durée totale de fusion ne devrait pas dépasser 40 min. Certains fours électriques de type plus ancien peuvent exiger une durée plus longue pour arriver à la température supérieure. Dans ce cas, la durée de fusion devrait être réduite au minimum.

15 Des couvercles de creuset ou une couverture en borax ou en sel peuvent être utilisés pour empêcher la perte de matière par poussierage ou ébullition.

Verser le mélange dans un moule conique sec (5.5) en veillant à ne pas avoir de pertes de plomb ou de scories. Retenir le creuset pour la fusion de retraitement.

Laisser refroidir le mélange et séparer soigneusement le bloc de plomb des scories. Marteler le bloc de plomb afin d'enlever toutes les petites particules de scories adhérentes. Retenir les scories pour le retraitement.

Peser le bloc de plomb. Si le bloc pèse moins de 30 g ou plus de 45 g, jeter le bloc et les scories et répéter l'essai après avoir ajusté l'argent oxydant de façon appropriée (voir annexe B).

NOTE 16 Les blocs d'une masse inférieure à 30 g peuvent présenter des efficacités de collecte médiocres, alors que ceux dépassant 45 g peuvent contenir des quantités supérieures de cuivre et d'autres métaux de base.

7.6 Coupellation

Préchauffer une coupelle (5.4) dans le four à moufle (5.2) à 790 °C ± 10 °C pendant environ 20 min. Placer le bloc de plomb obtenu en 7.5 dans la coupelle. Laisser la coupellation se produire à la température la moins élevée possible du four à moufle.

NOTES

17 Cette température sera généralement de $790\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$. Les variations dépendent du type de coupelle et des conditions régnant dans le four.

18 Des températures de coupellation élevées entraîneront des pertes d'argent plus importantes. Des températures peu élevées peuvent entraîner le «gel» du grain et une coupellation incomplète. Si l'on ne détermine que l'or, on peut amener la température à $890\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ après absorption d'environ 80 % (*m/m*) du plomb fondu.

Retirer la coupelle du four et refroidir.

Extraire avec précaution le grain de métal précieux et enlever toute matière de coupelle adhérente. Aplatir légèrement le grain et le placer dans un creuset en porcelaine de 30 ml.

Retirer la coupelle pour le retraitement des résidus.

7.7 Retraitement des résidus

Broyer la coupelle et les scories dans un petit concasseur à mâchoires (ou manuellement) et les placer dans le broyeur à disque vibrant ou la machine à meuler oscillante suspendue (5.12). Broyer pendant 30 s afin d'amener le matériau à moins de $150\text{ }\mu\text{m}$.

NOTES

19 Un broyage prolongé peut entraîner l'agglutination du matériau et l'échauffement du tambour de broyage.

20 Le broyeur peut être nettoyé entre les échantillons par concassage de petites quantités de verre brisé ou de quartz.

21 Pour éviter toute contamination, il est recommandé de réserver le matériel de broyage spécialement au retraitement des résidus.

22 Des couvercles de creuset ou une couverture en borax ou en sel peuvent être utilisés. Une récupération d'argent améliorée est indiquée dans le retraitement des résidus grâce éventuellement à une meilleure conservation des conditions de réduction lors de la fusion.

Mélanger intimement les résidus moulus avec un flux ayant la composition prescrite dans le tableau 2.

NOTES

23 La masse de farine exigée peut dépendre des caractéristiques du four et de la quantité d'oxydant résiduel présent. En conséquence, il y a lieu de déterminer par essai les quantités réelles nécessaires.

24 La masse combinée de scories et de coupelle de la fusion primaire, outre les éléments de flux énumérés dans le tableau 2, peut dépasser la capacité des creusets d'essai

Tableau 2 — Masses recommandées d'éléments de flux pour le retraitement de résidus

Élément de flux	Masse
	g
Carbonate de sodium (4.1)	60
Litharge (4.2)	60
Silice (4.3)	60
Farine (4.4)	4
Borax (4.6)	30

au feu. Dans ce cas, il est permis de diviser les résidus en deux parties égales et de les fondre séparément dans deux creusets. Il convient alors que les blocs de plomb obtenus soient scorifiés ensemble et que le bloc de plomb résultant soit coupellisé.

Placer le mélange dans le creuset d'essai initial.

NOTE 25 Il est recommandé d'utiliser un couvercle en argile réfractaire ou une couche de borax d'environ 12 mm d'épaisseur avec cette fusion. Si le borax est utilisé comme couverture, la quantité utilisée dans le flux peut être diminuée proportionnellement.

Exécuter la fusion détaillée en 7.5, en portant lentement la température du four jusqu'à une température finale de $1\ 100\text{ °C}$. Verser le mélange dans un moule conique sec (5.5) en veillant à ne pas avoir de pertes de plomb. Jeter le creuset.

Laisser refroidir le mélange séparer soigneusement le bloc de plomb des scories. Marteler le bloc de plomb afin d'enlever toutes les scories éventuelles.

NOTE 26 L'addition d'un collecteur sur le bloc de plomb n'est normalement pas nécessaire. Toutefois, si les pertes sont très faibles, 2 mg de fil de palladium peuvent être martelés sur le bloc de plomb ou ajoutés à la charge avant la fusion du résidu pour recueillir l'or et l'argent dans un seul grain. L'argent peut être utilisé comme collecteur si ce métal n'est pas déterminé.

Coupelliser le bloc de plomb par la méthode prescrite en 7.5 de manière à obtenir un second grain or/argent.

7.8 Détermination de l'or dans le grain primaire

Ajouter 10 ml d'acide nitrique dilué (4.8) au grain du creuset en porcelaine préparé en 7.6 et chauffer doucement sur la plaque chauffante (5.13) pendant 20 min ou jusqu'à cessation de la réaction.

NOTES

27 Il est essentiel que le chlorure soit absent pendant la séparation; sinon, une partie de l'or est susceptible de se dissoudre.

28 Lorsque le grain est traité au moyen d'acide nitrique dilué, l'argent a commencé à se dissoudre à condition que le rapport argent/or dans le grain dépasse 2,5:1. La vitesse de dissolution augmente avec la teneur en argent du grain. Une attaque rapide du grain devrait être évitée en poursuivant la dissolution et le chauffage lent de manière à empêcher la désintégration de l'or. Si le rapport argent/or est inférieur à 2,5:1 comme ceci est illustré par l'absence de séparation dans l'acide nitrique dilué chaud, le grain devra alors être inquanté (voir annexe D).

Verser soigneusement la solution dans un bécher de 150 ml en utilisant une baguette de verre afin d'éviter des pertes.

Ajouter 15 ml d'acide nitrique dilué (4.9) chaud au creuset en porcelaine et continuer à chauffer doucement jusqu'à ce que la séparation soit achevée. Ceci devrait prendre environ 25 min.

Verser soigneusement la solution dans le bécher de 150 ml. Laver le creuset et l'or avec quatre volumes de 15 ml d'eau chaude. Recueillir toutes les eaux de lavage dans le même bécher de 150 ml. Retirer la solution pour la détermination de l'argent comme prescrit en 7.10.

NOTE 29 La possibilité pour des particules d'or d'être présentes dans les solutions de séparation et de lavage recueillies peut être déterminée en évaporant les solutions lentement jusqu'à 2 ml à 3 ml, puis en continuant par la détermination comme prescrit en 7.9.

Sécher l'éponge d'or dans le creuset de porcelaine sur la plaque chauffante.

Placer le creuset dans le four à moufle (5.2) pour cuire l'or à une chaleur rouge mate pendant environ 5 min.

Refroidir et peser l'or à 1 µg près (m_1). Si la masse de l'or est inférieure à 0,05 mg, il est recommandé alors de dissoudre l'or dans 2 ml d'eau régale (4.18), la teneur en or étant déterminée par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme par la méthode prescrite en 7.9. Alternativement, répéter la fusion et la coupellation, dissoudre le grain primaire préparé dans de l'eau régale (4.18) et déterminer la teneur en or par spectrométrie comme prescrit en 7.9.

NOTES

30 Il convient également d'utiliser cette méthode de rechange, si le rapport argent/or est supérieur à 10:1 et s'il y

a un danger pour l'éponge d'or de s'émietter pendant l'opération de séparation.

31 Le platine et le palladium sont éliminés de la pépité pendant la séparation au moyen d'acide nitrique, la faible quantité restante se situant sous la limite de détection pour la détermination par FAAS pour une seule pépité. Si la détermination de ces éléments est jugée nécessaire, il y a lieu de combiner un nombre important de pépites provenant du même échantillon pour laboratoire et de suivre la méthode prescrite en 7.9, en ajoutant le platine et le palladium aux solutions étalons dans des proportions correspondantes. L'argent présent dans la pépité est déterminé en combinant plusieurs pépites du même échantillon pour laboratoire, en les dissolvant et en déterminant la teneur en argent comme prescrit en 7.9.

7.9 Détermination de l'or et de l'argent dans les grains primaires et résiduels, les blancs et de l'argent dans des pépites séparées

NOTE 32 Pour les blancs et les échantillons contenant moins de 0,05 mg d'or, il convient que les grains primaires et résiduels soient combinés et traités ensemble.

Transférer le doré ou la (les) pépité(s) dans un tube à essai ou un creuset en porcelaine. Ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.7) et chauffer dans un bloc de chauffe ou un bain de sable réglé à environ 98 °C. Ajouter 6 ml d'acide chlorhydrique (4.15) et chauffer à nouveau pour dissoudre l'or. Le cas échéant, ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.7). Prendre la solution ci-dessus ou celle préparée conformément à l'annexe C et chauffer jusqu'à un état voisin de la siccité.

NOTE 33 On ne devra pas laisser la solution s'évaporer jusqu'à siccité; sinon, on aura la formation d'une matre d'or.

Retirer de la source de chaleur, laisser refroidir et ajouter 12,5 ml d'acide chlorhydrique (4.15) et secouer ou tourbillonner pour dissoudre tous les sels. Transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 50 ml, compléter au moyen d'eau jusqu'au trait repère et bien mélanger.

Aspirer la solution à blanc (4.19) pour nettoyer le système nébuliseur entre les échantillons, puis aspirer les solutions d'essai et les solutions d'étalonnage A (4.21.1) dans le spectromètre d'absorption atomique (5.10). Mesurer l'absorbance à la longueur d'onde appropriée et lire les teneurs en or et en argent.

Si l'on utilise un instrument manuel, préparer des graphiques d'étalonnage des concentrations d'or et d'argent dans les solutions d'étalonnage en fonction des absorbances et lire les concentrations de métal, en microgrammes par millilitre, dans les solutions d'essai sur les graphiques d'étalonnage.

NOTES

34 La méthode d'encadrement des solutions d'essai par des solutions d'étalonnage pour améliorer la fidélité est recommandée. Les données d'essai de cette méthode sont relatives à la méthode telle qu'elle a été rédigée en utilisant les graphiques d'étalonnage normalisés.

35 Alternativement, le spectromètre d'émission atomique avec ICP (5.11) peut être utilisé pour la détermination de l'or et de l'argent aux longueurs d'onde suivantes: 242,8 nm pour l'or et 328,1 nm pour l'argent.

36 Pendant toutes les déterminations par FAAS, il convient que les solutions d'essai et les solutions d'étalonnage soient à la même température et qu'elles aient la même concentration d'acide(s).

7.10 Détermination de l'argent dans la solution de séparation

NOTE 37 Cette détermination est applicable si le rapport argent/or est supérieur à 2,5:1 et si l'argent a été séparé de l'or comme indiqué en 7.8.

Prendre les solutions de séparation et les eaux de lavage retenues en 7.8. Chauffer pour évaporer jusqu'à environ 20 ml, refroidir, puis ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.9). Transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, jusqu'au trait repère et bien mélanger.

NOTES

38 Si la solution devient trouble, il convient d'ajouter 10 ml de solution de nitrate de mercure(II) (4.16) aux solutions d'étalonnage et d'essai avant de diluer les solutions au volume.

Selon la teneur en argent (voir annexe G), il peut être nécessaire de confectionner des dilutions telles que la concentration d'argent dans les solutions d'essai soit dans la plage couverte par les solutions d'étalonnage B (4.21.2). Il y a lieu de s'assurer que la force de l'acide nitrique soit maintenue à 10 % (*m/m*) et la teneur en nitrate de mercure(II) à 0,02 % (*m/m*) pour les solutions d'essai diluées.

39 Si la solution devient trouble, on peut ajouter goutte à goutte 1 % (*m/m*) de solution de thio-urée (4.17) alternativement à la solution de nitrate de mercure(II), en agitant, jusqu'à ce que la solution soit claire. Ajouter 2 ml en excès, puis diluer au volume.

Aspirer les solutions d'essai et les solutions d'étalonnage B (4.21.2) dans le spectromètre d'absorption atomique en utilisant une flamme air/acétylène et une longueur d'onde de 328,1 nm avec correction de fond.

Préparer un graphique d'étalonnage des concentrations d'argent dans les solutions d'étalonnage en

fonction des absorbances et lire la concentration d'argent, en microgrammes par millilitre, dans la solution d'essai sur le graphique d'étalonnage.

NOTES

40 Alternativement, les solutions pourraient être analysées en utilisant un spectromètre d'absorption atomique assisté par ordinateur, ce qui diminuerait ainsi la quantité de données traitées.

41 La méthode d'encadrement des solutions d'essai par des solutions d'étalonnage pour améliorer la fidélité est recommandée. Les données d'essai de cette méthode sont relatives à la méthode telle qu'elle a été rédigée en utilisant les graphiques d'étalonnage normalisés.

42 Alternativement, le spectromètre d'émission atomique avec ICP (5.11) peut être utilisé pour la détermination de l'or et de l'argent aux longueurs d'onde suivantes: 242,8 nm pour l'or et 328,1 nm pour l'argent.

43 Pendant toutes les déterminations par FAAS, il convient que les solutions d'essai et les solutions d'étalonnage soient à la même température et qu'elles aient la même concentration d'acide(s).

7.11 Détermination de l'argent et de l'or dans le flux à blanc

Déterminer la teneur en argent du flux à blanc en recourant à la méthode prescrite dans l'annexe C et en

7.9

8 Expression des résultats

8.1 Teneur en or

La teneur en or de la prise d'essai w_{Au} , exprimée en grammes par tonne, est donnée par l'équation suivante:

$$w_{Au} = \frac{m_1 + m_2 - (m_B + m_{BR}) - m_5 + m_w}{m} \times \frac{100}{100 - H} \quad \dots (1)$$

où

m_1 est la masse, en microgrammes, de l'or obtenu dans le grain primaire (pesé ou déterminé par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme);

m_2 est la masse, en microgrammes, de l'or dans le résidu récupéré;

$m_B + m_{BR}$ est la masse, en microgrammes, de l'or dans le grain primaire à blanc plus la