

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10469

Première édition
1994-06-15

**Concentrés de sulfure de cuivre — Dosage
du cuivre — Méthode électrogravimétrique**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Copper sulfide concentrates — Determination of copper content —
Electrogravimetric method*
(standards.iteh.ai)

ISO 10469:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58b6c800-bcd9-47be-8131-05bfaf7ab1ba/iso-10469-1994>



Numéro de référence
ISO 10469:1994(F)

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	2
5 Appareillage	5
6 Échantillon	5
7 Mode opératoire	6
8 Expression des résultats	10
9 Fidélité	11
10 Rapport d'essai	12

Annexes

A Méthode pour la préparation et la détermination de la masse d'une prise d'essai préséchée	13
B Organigramme de procédure pour l'acceptation des valeurs analytiques obtenues avec des échantillons pour essai	15
C Dérivation des équations de fidélité	16

© 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 10469 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 183, *Minerais et concentrés de cuivre, de plomb et de zinc*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58b6c800-bcd9-47bc-8131-05bfaf7ab1ba/iso-10469-1994>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10469:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/58b6c800-bcd9-47be-8131-05bfaf7ab1ba/iso-10469-1994>

Concentrés de sulfure de cuivre — Dosage du cuivre — Méthode électrogravimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode électrogravimétrique pour la détermination de la teneur en cuivre de concentrés de sulfure de cuivre dans la plage de 15 % (*m/m*) à 50 % (*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 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 hygroskopique dans l'échantillon pour analyse — Méthode gravimétrique.*

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

3 Principe

Une prise d'essai est décomposée dans l'acide nitrique et l'acide sulfurique, le cuivre étant séparé des éléments interférents:

- de l'argent par précipitation du chlorure d'argent;
- de l'arsenic, de l'antimoine, du sélénium et de l'étain par fumage avec de l'acide bromhydrique;
- du fer par précipitation du sulfure de cuivre avec du thiosulfate de sodium ou par précipitation de l'oxyde de fer(III) hydraté (le bismuth et le tellure sont également séparés de cette façon).

La déposition électrogravimétrique du cuivre s'opère en présence d'acide nitrique, d'acide sulfurique et de traces de chlorure. Dans ces conditions, il n'y a pas coprecipitation du molybdène.

Des traces de cuivre dans l'électrolyte, le filtrat de la précipitation du sulfure de cuivre, tous les précipités et les résidus sont déterminés par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS).

Les dépôts de cuivre sont dissous et analysés pour trouver les éléments coprecipités, principalement l'argent, par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme ou «Plasma-OES».

NOTE 1 La teneur normale en mercure des concentrés de cuivre n'influence généralement pas le résultat du cuivre. À un niveau égal ou supérieur à 0,005 % (*m/m*), il convient de vérifier la teneur en mercure du dépôt de cuivre. Cette méthode n'est pas décrite dans la présente Norme internationale.

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, concentré (ρ_{20} 1,42 g/ml).

4.2 Acide nitrique, dilué 1 + 1.

À 500 ml d'eau, ajouter lentement, en agitant, 500 ml d'acide nitrique concentré (4.1).

4.3 Acide sulfurique, concentré (ρ_{20} 1,84g/ml).

4.4 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

À 500 ml d'eau, ajouter lentement, en agitant et en refroidissant, 500 ml d'acide sulfurique concentré (4.3).

4.5 Acide sulfurique, dilué 1 + 4.

À 800 ml d'eau, ajouter lentement, en agitant et en refroidissant, 200 ml d'acide sulfurique concentré (4.3).

4.6 Thiosulfate de sodium pentahydraté, solution à 450 g/l.

4.7 Mélange nitrant.

À 250 ml d'acide nitrique concentré (4.1), ajouter lentement 250 ml d'acide sulfurique concentré (4.3).

4.8 Chlorure de sodium, solution à 10 g/l.

4.9 Chlorure de sodium, solution à 0,5 g/l.

4.10 Propanol-2.

4.11 Éthanol, pureté minimale 95 % (V/V).

4.12 Méthanol, pureté minimale 95 % (V/V).

4.13 Sulfate d'ammonium-fer(III), solution.

À 950 ml d'eau, ajouter 50 ml d'acide sulfurique dilué (4.4) et 43 g de sulfate d'ammonium-fer(III) dodécahydraté $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$.

4.14 Nitrate de fer(III), solution.

À 1 000 ml d'eau, ajouter 30 g de nitrate de fer(III) non hydraté $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$.

4.15 Ammoniaque, solution (ρ_{20} 0,91 g/ml).

4.16 Ammoniaque, solution dilué 1 + 99.

4.17 Acide bromhydrique, (ρ_{20} 1,50 g/ml).

4.18 Acide perchlorique, (ρ_{20} 1,53 g/ml).

4.19 Acide fluorhydrique, (ρ_{20} 1,14 g/ml).

4.20 Cuivre métallique, pureté minimale 99,999 %.

4.21 Argent métallique, pureté minimale 99,99 %.

4.22 Sulfate de sodium (Na_2SO_4), anhydre.

4.23 Acide chlorhydrique, concentré (ρ_{20} 1,16 g/ml à 1,18 g/ml).

4.24 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

À 500 ml d'eau, ajouter lentement, en agitant, 500 ml d'acide chlorhydrique concentré (4.23).

4.25 Oxyde d'arsenic (As_2O_3), pureté minimale 99,5 %.

4.26 Oxyde d'antimoine (Sb_2O_3), pureté minimale 99,5 %.

4.27 Bismuth métallique, pureté minimale 99,99 %.

4.28 Sélénium, pureté minimale 99,99 %, ou **dioxyde de sélénium** (SeO_2), pureté minimale 98 %.

4.29 Tellure, pureté minimale 99,99 %.

4.30 Molybdate d'ammonium tétrahydraté $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$.

4.31 Plomb métallique, pureté minimale 99,99 %, ou **oxyde de plomb** (PbO), pureté minimale 99 %.

4.32 Mercure métallique, pureté minimale 99,99 % ou **oxyde de mercure(II)** (HgO), pureté minimale 99 %.

4.33 Solutions étalons.

NOTE 2 Il convient que les solutions étalons soient préparées à la même température ambiante que celle à laquelle la détermination sera réalisée.

4.33.1 Cuivre, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 0,1 mg de Cu).

Dissoudre 0,100 0 g de cuivre métallique (4.20) avec 10 ml d'acide nitrique dilué (4.2) chaud et chauffer pour évaporer jusqu'à environ 5 ml afin d'éliminer les oxydes d'azote.

Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.33.2 Cuivre, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 60 mg de Cu).

Dissoudre 60 g de cuivre métallique (4.20) avec 500 ml d'acide nitrique dilué (4.2) chaud.

Transférer dans un bécher de 2 litres et chauffer pour évaporer jusqu'à environ 250 ml afin d'éliminer les oxydes d'azote. Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.33.3 Argent, solution étalon mère
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de Ag).

Utiliser uniquement des réactifs et de l'eau exempts de chlorure.

Dissoudre 1,000 g d'argent métallique (4.21) dans 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2) et chauffer pour faire s'évaporer les oxydes d'azote. Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau. Conserver dans un flacon brun, en chambre noire.

4.33.4 Argent, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 40 μ g de Ag).

Utiliser uniquement des réactifs et de l'eau exempts de chlorure.

Transférer 10,00 ml de solution étalon mère d'argent (4.33.3) dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau. Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

4.33.5 Arsenic, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de As).

Dissoudre 1,320 g d'oxyde d'arsenic (4.25) dans 100 ml d'eau et 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2). Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.33.6 Antimoine, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de Sb).

Dissoudre 1,197 g d'oxyde d'antimoine (4.26) dans 500 ml d'acide chlorhydrique dilué (4.24). Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.33.7 Bismuth, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de Bi).

Dissoudre 1,000 g de bismuth métallique (4.27) dans 100 ml d'acide nitrique dilué (4.2) et chauffer pour faire s'évaporer les oxydes d'azote. Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère à nouveau.

4.33.8 Sélénium, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de Se).

Dissoudre 1,000 g de sélénium ou 1,405 g de dioxyde de sélénium (4.28) dans 100 ml d'acide nitrique dilué (4.2). Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.33.9 Tellure, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de Te).

Dissoudre 1,000 g de tellure (4.29) dans 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2). Diluer au moyen d'eau jusqu'à 50 ml, dissoudre le précipité au moyen d'acide chlorhydrique concentré (4.23) et chauffer pour faire s'évaporer les oxydes d'azote. Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique concentré (4.23), compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.33.10 Molybdène, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de Mo).

Dissoudre 1,840 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté (4.30) dans de l'eau. Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2), compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.33.11 Plomb, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de Pb).

Dissoudre 1,000 g de plomb métallique ou 1,077 g d'oxyde de plomb (4.31) dans 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2). Chauffer pour faire s'évaporer les oxydes d'azote (si l'on utilise du plomb métallique). Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.33.12 Mercure, solution étalon
(1 ml $\hat{=}$ 1 mg de Hg).

Dissoudre 1,000 g de mercure métallique ou 1,080 g d'oxyde de mercure(II) (4.32) dans 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2). Chauffer pour faire s'évaporer les oxydes d'azote (si l'on utilise du mercure métallique). Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

4.34 Préparation des gammes d'étalonnage.

NOTE 3 Il convient que les solutions d'étalonnage soient préparées à la même température ambiante que celle à laquelle la détermination sera réalisée.

4.34.1 Solutions d'étalonnage A.

Pipetter 0,0 ml, 10,00 ml, 20,00 ml, 30,00 ml et 40,00 ml de solution étalon de cuivre (4.33.1) dans une série de fioles jaugées à un trait de 500 ml.

À chaque fois, ajouter 40 ml d'acide sulfurique dilué (4.4) et 13 g de sulfate de sodium (4.22). Diluer au moyen d'eau, agiter pour dissoudre les sels, compléter à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

Ces solutions contiennent 0 mg de Cu, 1 mg de Cu, 2 mg de Cu, 3 mg de Cu et 4 mg de Cu dans un volume de 500 ml.

Dans les cas où la solution d'essai contient plus de 4 mg de Cu, diluer avec la solution d'étalonnage contenant 0,0 μ g de Cu/ml jusqu'à ce que la concentration de cuivre dans la solution d'essai devienne inférieure à 4 mg/500 ml.

4.34.2 Solutions d'étalonnage B.

Pipetter 0,0 ml, 10,00 ml, 20,00 ml, 30,00 ml et 40,00 ml de solution étalon de cuivre (4.33.1) dans une série de fioles jaugées à un trait de 500 ml.

À chaque fois, ajouter 40 ml d'acide sulfurique dilué (4.4) et 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2). Compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

Ces solutions contiennent 0 mg de Cu, 1 mg de Cu, 2 mg de Cu, 3 mg de Cu et 4 mg de Cu dans un volume de 500 ml.

Dans les cas où la solution d'essai contient plus de 4 mg de Cu, diluer avec la solution d'étalonnage contenant 0,0 μ g de Cu/ml jusqu'à ce que la concentration de cuivre dans la solution d'essai devienne inférieure à 4 mg/500 ml.

4.34.3 Solutions d'étalonnage C.

Pipetter 0,0 ml, 10,00 ml, 20,00 ml, 30,00 ml et 40,00 ml de solution étalon de cuivre (4.33.1) dans une série de fioles jaugées à un trait de 500 ml.

À chaque fois, ajouter 20 ml d'acide sulfurique dilué (4.4), 10 ml d'acide nitrique dilué (4.2) et 50 ml (voir note 4) de solution de sulfate d'ammonium-fer(III) (4.13) (ce qui correspond à environ 250 mg de Fe). Compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

Ces solutions contiennent 0 mg de Cu, 1 mg de Cu, 2 mg de Cu, 3 mg de Cu et 4 mg de Cu dans un volume de 500 ml.

NOTE 4 Si la prise d'essai contient moins de 50 mg de Fe [soit < 2,5 % (m/m) de Fe], il convient d'ajouter seulement 10 ml de solution de sulfate d'ammonium-fer(III) (4.13) à chaque fois.

Dans les cas où la solution d'essai contient plus de 4 mg de Cu, diluer avec la solution d'étalonnage contenant 0,0 μ g de Cu/ml jusqu'à ce que la concentration de cuivre dans la solution d'essai devienne inférieure à 4 mg/500 ml.

4.34.4 Solutions d'étalonnage D.

Pipetter 0,0 ml, 5,00 ml, 10,00 ml, et 25,00 ml de solution étalon d'argent (4.33.4) dans une série de fioles jaugées à un trait de 50 ml.

À chaque fois, ajouter 10 ml d'acide nitrique dilué (4.2) et un volume de solution étalon de cuivre (4.33.2) dépendant de la teneur présumée en cuivre du concentré [1 ml $\hat{=}$ 3 % (m/m) de Cu]. Compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère et mélanger à nouveau.

Ces solutions correspondent à des teneurs en argent de 0,00 % (m/m), 0,01 % (m/m), 0,02 % (m/m) et 0,05 % (m/m) dans le concentré de cuivre.

4.34.5 Solutions d'étalonnage des impuretés.

Pipetter 10 ml d'acide nitrique dilué (4.2) et 0,0 ml, 0,2 ml, 0,4 ml, 1,0 ml, et 2,0 ml de chacune des solutions étalons suivantes:

- solution étalon d'arsenic (4.33.5);
- solution étalon d'antimoine (4.33.6);
- solution étalon de bismuth (4.33.7);
- solution étalon de sélénium (4.33.8);
- solution étalon de tellure (4.33.9);
- solution étalon de molybdène (4.33.10);
- solution étalon de plomb (4.33.11);
- solution étalon de mercure (4.33.12),

dans une série de fioles jaugées à un trait de 50 ml.

Ajouter un volume de solution étalon de cuivre (4.33.2) dépendant de la teneur présumée en cuivre du concentré [1 ml $\hat{=}$ 3 % (m/m) de Cu]. Compléter au moyen d'eau à peu près jusqu'au trait repère, mélanger et équilibrer à température ambiante; ensuite, compléter exactement jusqu'au trait repère à nouveau.

Ces solutions correspondent à des teneurs en chacun des éléments-trace de 0,00 % (m/m), 0,01 % (m/m), 0,02 % (m/m), 0,05 % (m/m) et 0,10 % (m/m) dans le concentré de cuivre.

NOTE 5 Il convient que ces solutions d'étalonnage soient préparées juste avant leur utilisation.

5 Appareillage

5.1 Matériel courant de laboratoire, comportant hottes, plaques chauffantes, étuve, balance analytique, bain-marie avec thermostat pour le contrôle de la température des solutions.

5.2 Verrerie courante de laboratoire.

5.3 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.

5.4 Dessiccateur.

5.5 Papiers filtres, de porosités différentes (dense et moyenne).

5.6 Matériel pour électrolyse statique.

5.7 Électrodes en platine, électrodes réticulaires comme cathodes, électrodes hélicoïdales comme anodes.

NOTE 6 Des électrodes Winkler se sont révélées appropriées.

5.8 Spectrométrie d'absorption atomique.

Conditions instrumentales:

Flamme: air/acétylène; pour le molybdène, utiliser une flamme monoxyde de diazote/acétylène

Longueur d'onde:

324,7 nm pour le cuivre

328,1 nm pour l'argent

voir 7.9.2 pour les autres éléments

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

5.10 Capsule en platine.

5.11 Capsule en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

6 Échantillon

6.1 Échantillon pour essai

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

NOTE 7 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

En prélevant des incréments multiples, extraire environ 2 g de l'échantillon pour essai et peser à 0,1 mg près (*m*). 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.

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 8 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 à blanc

Exécuter un essai à blanc parallèlement à l'analyse en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs, mais en omettant la prise d'essai. L'objectif de l'essai à blanc dans cette méthode est de vérifier la qualité des réactifs. Si une valeur significative est obtenue, vérifier tous les réactifs et remédier au problème.

7.3 Dissolution de la prise d'essai

Transférer la prise d'essai dans un bécher forme conique ou un bécher forme haute de 400 ml ou 500 ml, ou encore une fiole conique de 500 ml. Humidifier au moyen de 10 ml d'eau. Ajouter 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2), recouvrir le bécher d'un verre de montre ou, si l'on utilise la fiole conique, d'un arrête-gouttes et chauffer pendant environ 10 min à 60 °C – 70 °C. Ajouter 40 ml d'acide sulfurique dilué (4.4) et chauffer jusqu'à l'apparition de fortes fumées blanches.

7.4 Séparation de l'arsenic, de l'antimoine, de l'étain, du sélénium et de l'argent

Ajouter 20 ml d'eau et 20 ml d'acide bromhydrique (4.17) et chauffer jusqu'à l'apparition de fortes fumées blanches.

AVERTISSEMENT — Des précautions extrêmes doivent être prises pendant cette opération.

NOTE 9 Cette étape peut être omise si l'échantillon pour essai contient moins de 0,01 % (*m/m*) dans chaque cas, de As, de Sb, de Sn et de Se.

Si le résidu a un aspect foncé (présence de carbone), ajouter lentement une faible quantité de mélange nitrant (4.7) à la solution chaude jusqu'à ce que la solution devienne incolore ou bleuâtre. Ajouter 20 ml d'eau et chauffer à nouveau jusqu'à l'apparition de fortes fumées blanches. Laisser refroidir. Ajouter 100 ml d'eau, chauffer pour dissoudre les sels solubles et précipiter l'argent complètement sous forme de chlorure d'argent en ajoutant environ 1 ml de solution de chlorure de sodium (4.8).

NOTE 10 Cette étape peut être omise si l'échantillon pour essai contient moins de 0,01 % (*m/m*) de Ag.

Porter à ébullition, puis laisser refroidir.

Filtrer à travers un papier filtre dense (5.5), laver à l'eau froide et recueillir le filtrat dans un bécher forme conique ou un bécher forme haute de 400 ml ou 500 ml, ou encore une fiole conique de 500 ml (uniquement pour la séparation du sulfure). Retenir le filtre et le résidu pour les mesurages par FAAS du cuivre (comme décrit en 7.7.2), à moins qu'il n'ait été prouvé par des essais antérieurs que le cuivre présent dans l'échantillon est complètement soluble en utilisant la dite solution initiale (7.3).

7.5 Séparation du cuivre

Séparer le cuivre des ions interférents conformément à 7.5.1 ou 7.5.2.

7.5.1 Séparation du sulfure

Diluer au moyen d'eau à 200 ml et porter à ébullition. Ajouter 50 ml de solution de thiosulfate de sodium (4.6) (le sulfure de cuivre est ainsi précipité).

Continuer à faire bouillir pendant 10 min, puis filtrer le précipité en utilisant un papier filtre de porosité moyenne (5.5). Recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 500 ml, laver immédiatement le filtre et le précipité à l'eau froide. Retenir le filtrat pour les mesurages par FAAS du cuivre (comme décrit en 7.7.1).

Replacer le filtre et le précipité de sulfure de cuivre dans le récipient utilisé pour la précipitation, couvrir d'un verre de montre ou d'un arrête-gouttes, ajouter 30 ml d'acide nitrique (4.1) et 10 ml d'acide sulfurique (4.3) et chauffer jusqu'à l'apparition de fortes fumées blanches.

Si le résidu a un aspect foncé (présence de carbone), ajouter lentement une faible quantité de mélange nitrant (4.7) jusqu'à ce que le résidu devienne incolore ou bleuâtre. Laisser refroidir. Ajouter 20 ml d'eau et chauffer à nouveau jusqu'à l'apparition de fortes fumées blanches.

Diluer au moyen d'eau à environ 100 ml, filtrer dans un bécher forme haute de 400 ml et laver le filtre et le récipient à l'eau. Retenir le filtre pour les mesurages par FAAS du cuivre (comme décrit en 7.7.2).

NOTE 11 L'étape suivante peut être omise si l'échantillon pour essai contient moins de 0,01 % (*m/m*) de Bi et/ou de Te.

Ajouter 3 ml de la solution de nitrate de fer(III) (4.14) et suffisamment de solution d'ammoniaque (4.15) pour rendre la solution alcaline. Faire bouillir brièvement, filtrer le précipité en utilisant un papier filtre de porosité moyenne (5.5) et laver avec la solution diluée d'ammoniaque (4.16). Recueillir le filtrat dans un bécher forme haute de 400 ml. Dissoudre le précipité dans un filtre en papier en utilisant un peu d'acide sulfurique dilué (4.5) chaud, laver à l'eau chaude et répéter la précipitation avec la solution d'ammoniaque (4.15). Filtrer à nouveau le précipité, en utilisant le même filtre et recueillir le filtrat dans le bécher forme haute de 400 ml utilisé auparavant.

Ajouter de l'acide sulfurique dilué (4.4) pour rendre la solution légèrement acide. Retenir le filtre et le précipité pour les mesurages par FAAS du cuivre (comme décrit en 7.7.2).

Ajouter 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2), 10 ml de solution de chlorure de sodium (4.9) et diluer au moyen d'eau à environ 300 ml. Utiliser cette solution pour la déposition électrolytique du cuivre (comme décrit en 7.6).

7.5.2 Séparation à l'hydroxyde

Chauffer pour évaporer le filtrat retenu en 7.4 jusqu'à ce que le fumage de l'acide sulfurique commence à se produire.

Ajouter environ 150 ml d'eau et dissoudre le résidu complètement. Ajouter lentement, en agitant, de la solution d'ammoniaque (4.15), jusqu'à ce que le sel de cuivre basique précipité d'abord soit dissous à

nouveau. Ensuite, ajouter encore 30 ml de solution d'ammoniaque (4.15) en excès. Chauffer jusqu'au début de l'ébullition, filtrer en utilisant un papier filtre de porosité moyenne (5.5), laver avec la solution diluée d'ammoniaque (4.16) chaude et recueillir le filtrat et les produits de lavage dans un bécher de 600 ml.

Si la prise d'essai contient moins de 50 mg de Fe [soit < 2,5 % (*m/m*) de Fe], ajouter 10 ml de solution de sulfate d'ammonium-fer(III) (4.13) (ce qui correspond à environ 50 mg de Fe) avant la précipitation de l'hydroxyde de fer(III).

Rincer le précipité à l'eau dans le bécher initial et dissoudre tout précipité quelconque adhérent au papier filtre en utilisant 15 ml d'acide sulfurique dilué (4.5) chaud en petites quantités. Laver le papier filtre à l'eau chaude, en recueillant les produits de lavage dans le bécher initial. Dissoudre le précipité complètement en ajoutant 10 ml d'acide sulfurique dilué (4.4), chauffer légèrement et diluer au moyen d'eau pour obtenir un volume d'environ 100 ml.

Ajouter de la solution d'ammoniaque (4.15) tout en agitant jusqu'à l'apparition d'un léger précipité d'hydroxyde de fer(III), puis ajouter encore 30 ml de solution d'ammoniaque (4.15) en excès.

Chauffer jusqu'au début de l'ébullition, filtrer en réutilisant le même papier filtre, laver avec la solution diluée d'ammoniaque (4.16) chaude et recueillir le filtrat et les produits de lavage dans le bécher de 600 ml utilisé auparavant. Retenir le précipité et le bécher pour les mesurages par FAAS du cuivre (comme décrit en 7.8).

Chauffer pour évaporer le filtrat jusqu'à un volume d'environ 250 ml.

NOTE 12 La coloration bleu foncé de l'ion complexe $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ devrait disparaître.

Ajouter 20 ml d'acide sulfurique dilué (4.4), 20 ml d'acide nitrique dilué (4.2) et 10 ml de solution de chlorure de sodium (4.9). Utiliser cette solution pour la déposition électrolytique du cuivre (comme décrit en 7.6).

7.6 Déposition électrolytique

Avant de commencer, préparer la cathode de la même façon que pour la finition du dépôt du cuivre (voir ci-dessous). Peser la cathode à 0,1 mg près (m_1).

Effectuer la déposition électrolytique du cuivre sans agitation et sans chauffage, de préférence la nuit, en utilisant les électrodes en platine (5.7).