
**Minerais de fer — Dosage de l'étain —
Méthode par spectrométrie d'absorption
atomique dans la flamme**

*Iron ores — Determination of tin content — Flame atomic absorption
spectrometric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11534:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43a0853c-408f-4fb8-93a6-947f716d744d/iso-11534-1998>



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 11534 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 2, *Analyse chimique*.

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes B et C sont données **uniquement à titre d'information**.

© ISO 1998

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Minerais de fer — Dosage de l'étain — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale peut impliquer des matériaux, des opérations et/ou des appareils dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité liés à son application. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de la présente Norme internationale d'appliquer les règles appropriées vis-à-vis de la santé, de la sécurité et de déterminer les limites supplémentaires applicables à son utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour le dosage de l'étain dans les minerais de fer.

Cette méthode est applicable à des teneurs en étain comprises entre 0,001 % (*m/m*) et 0,015 % (*m/m*) dans les minerais de fer naturels, concentrés ou agglomérés, y compris les produits frittés.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43a0853c-408f-4fb8-93a6-947f716d744d/iso-11534-1998>

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

ISO 1042:—¹⁾, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3081:1986, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle.*

ISO 3082:1987, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements et préparation des échantillons — Méthode mécanique.*

ISO 3083:1986, *Minerais de fer — Préparation des échantillons — Méthode manuelle.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 7764:1985, *Minerais de fer — Préparation des échantillons préséchés pour analyse chimique.*

¹⁾ À publier. (Révision de l'ISO 1042:1983)

3 Principe

Traitement de la prise d'essai avec les acides sulfurique et fluorhydrique en creuset de platine. Élimination de la silice par chauffage et évaporation. Fusion du résidu avec un fondant de carbonate de sodium/tétraborate de sodium et mise en solution du culot de fusion refroidi dans l'acide chlorhydrique.

Réduction du fer au moyen d'acide ascorbique et d'iodure de potassium, suivie par une extraction de l'étain avec de l'oxyde de tri-*n*-octyl phosphine (TOPO) en solution dans de la 4-méthyl-2-pentanone (MIBK).

Aspiration de l'extrait d'étain dans le mélange TOPO-MIBK dans une flamme d'oxyde de diazote-acétylène et mesure de l'absorbance de l'étain sur sa raie de résonance à 286,2 nm avec une lampe à cathode creuse d'étain. Comparaison des absorbances observées avec celles relatives à des solutions étalons.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696:1987.

4.1 **Carbonate de sodium** (Na_2CO_3), anhydre.

4.2 **Tétraborate de sodium** ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), anhydre.

4.3 **Oxyde de fer** (Fe_2O_3), de pureté minimale 99,9 % (*m/m*) et de teneur en étain < 0,000 2 % (*m/m*).

ISO 11534:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43a0853c-408f-4fb8-93a6-947f716d744d/iso-11534-1998>

4.4 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,16 g/ml à 1,19 g/ml.

4.5 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,16 g/ml à 1,19 g/ml, dilué 1 + 1.

4.6 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,16 g/ml à 1,19 ml, dilué 2 + 3.

Ajouter 200 ml d'acide chlorhydrique (4.4) dans 300 ml d'eau et homogénéiser.

4.7 **Acide fluorhydrique**, ρ 1,13 g/ml, 40 % (*m/m*) ou ρ 1,19 g/ml, 48 % (*m/m*).

4.8 **Acide sulfurique**, ρ 1,84 g/ml.

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

4.10 **Solution d'acide ascorbique**, à 200 g/ml.

Cette solution doit être préparée fraîchement le jour de l'emploi.

4.11 Solution d'iodure de potassium et d'acide ascorbique.

Dissoudre 90 g d'iodure de potassium dans de l'eau, ajouter 30 g d'acide ascorbique et 30 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Diluer à 200 ml avec de l'eau. Cette solution doit être préparée fraîchement juste avant emploi.

4.12 Solution d'oxyde de tri-*n*-octyl phosphine (TOPO) et de 4-méthyl-2 pentanone (MIBK).

Dissoudre 1 g de TOPO dans 100 ml de MIBK.

4.13 Solution étalon d'étain, contenant 200 µg de Sn par millilitre.

Dissoudre 0,1000 g d'étain métallique [pureté > 99,5 % (*m/m*)] dans une capsule platine (avec couvercle) avec 5 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Après refroidissement, transférer la solution dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml, ajouter 200 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et diluer à volume avec de l'acide chlorhydrique (4.5). Homogénéiser.

4.14 Solution étalon d'étain, contenant 40 µg de Sn par millilitre.

Transférer 20 ml de la solution étalon d'étain (4.13) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml, diluer à volume avec de l'acide chlorhydrique (4.5) et homogénéiser.

4.15 Solution étalon d'étain, contenant 10 µg de Sn par millilitre.

Transférer 5,0 ml de la solution étalon d'étain (4.13) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml, diluer à volume avec de l'acide chlorhydrique (4.5) et homogénéiser.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, comprenant des pipettes à un trait et des fioles jaugées à un trait, conformes aux spécifications de l'ISO 648 et de l'ISO 1042 respectivement, et

5.1 Creusets de platine, d'un volume de 25 ml à 30 ml.

5.2 Baguette de platine.

5.3 Four à moufle, apte à chauffer de 1 000 °C à 1 020 °C.

5.4 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur oxyde de diazote-acétylène.

ATTENTION — Pour éviter tout risque d'explosion, suivre les recommandations du constructeur pour allumer et éteindre la flamme oxyde de diazote-acétylène. Porter des lunettes de sécurité teintées, à chaque fois que la flamme est allumée.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé dans cette méthode doit répondre aux critères suivants.

- a) sensibilité minimale: l'absorbance de la solution étalon la plus concentrée (voir 7.4.5) doit être au moins de 0,13;
- b) linéarité de la courbe d'étalonnage: la pente de la courbe d'étalonnage couvrant les 20 % supérieurs de la gamme de concentration (exprimée en variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 de la valeur de la pente des 20 % inférieurs de la gamme des teneurs, déterminée de la même manière;
- c) stabilité minimale: les écarts-types des absorbances de la solution étalon la plus concentrée et de la solution étalon zéro, chacun étant calculé avec un nombre suffisant de mesures répétitives, doivent être inférieurs, respectivement à 1,5 % et 0,5 % de la valeur moyenne de l'absorbance pour la solution étalon la plus concentrée.

NOTES

- 1 L'emploi d'un enregistreur et/ou d'une lecture numérique est recommandé pour évaluer les critères a), b) et c) pour toutes les mesures subséquentes.
- 2 Les paramètres instrumentaux peuvent varier d'un appareil à l'autre. Les paramètres suivants ont été utilisés avec succès dans divers laboratoires et ils peuvent servir de guides. Une flamme oxyde de diazote-acétylène a été mise en œuvre.

Lampe à cathode creuse, mA	12,5
Longueur d'onde, nm	286,3
Débit d'oxyde de diazote, l/min	6,6
Débit d'acétylène, l/min	4,5

Pour des systèmes pour lesquels les débits ci-dessus ne s'appliquent pas, le rapport de ces débits peut encore servir de guide.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11534:1998

6 Échantillonnage et échantillons

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43a0853c-408f-4fb8-93a6-947f716d744d/iso-11534-1998>

6.1 Échantillon pour laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire d'une granulométrie inférieure à 100 µm, prélevé conformément à l'ISO 3081 ou à l'ISO 3082 et préparé conformément à l'ISO 3082 ou à l'ISO 3083. Dans le cas de minerais renfermant des teneurs significatives en eau combinée ou en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 µm.

NOTE — Un guide sur les teneurs significatives en eau combinée ou en composés oxydables est incorporé dans l'ISO 7764.

6.2 Préparation des échantillons préséchés pour analyse

Mélanger soigneusement l'échantillon pour laboratoire et, en y prélevant des incréments multiples, constituer un échantillon pour analyse de manière qu'il soit représentatif de tout le contenu du conteneur. Sécher l'échantillon pour analyse à 105 °C ± 2 °C, conformément à l'ISO 7764. (Cela constitue l'échantillon préséché pour analyse.)

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de dosages

Effectuer l'analyse au moins en double, conformément à l'annexe A, indépendamment, avec un échantillon préséché pour analyse.

NOTE — L'expression «indépendamment» signifie que le second, ou tout autre résultat subséquent, n'est pas affecté par le(s) résultat(s) antérieur(s). Pour la présente méthode analytique cette condition implique que la répétition du mode opératoire est effectuée soit par un même opérateur à des instants différents, soit par des opérateurs différents, en incluant dans chaque cas les réétalonnages appropriés.

7.2 Prise d'essai

En prélevant plusieurs incréments, peser à 0,000 2 g près, environ 2 g de l'échantillon préséché pour analyse obtenu conformément à 6.2.

NOTE — Il convient de prélever et peser la prise d'essai rapidement pour éviter toute réabsorption d'humidité.

7.3 Essai à blanc et essai de contrôle

Avec chaque série d'analyses, effectuer un essai à blanc et une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai, cela en parallèle avec l'analyse du (des) échantillon(s) de minerai, dans les mêmes conditions. Un échantillon préséché pour analyse du matériau de référence certifié doit être préparé conformément à 6.2. (standards.iteh.ai)

NOTE — Il convient que le matériau de référence certifié soit du même type que l'échantillon à analyser et les propriétés de ces deux matériaux soient suffisamment similaires pour assurer qu'en aucun cas un changement significatif dans le mode opératoire analytique ne devienne nécessaire. Si un matériau de référence certifié n'est pas disponible, un matériau de référence peut être utilisé (voir 8.2.4).

Si l'analyse porte sur plusieurs échantillons en même temps, la valeur à blanc peut être représentée par un seul essai, à condition que le mode opératoire soit le même et que les réactifs proviennent des mêmes flacons.

Si l'analyse porte sur plusieurs échantillons du même type de minerai en même temps, la valeur analytique d'un seul matériau de référence certifié peut être utilisée.

7.4 Dosage

7.4.1 Décomposition de la prise d'essai

Transférer la prise d'essai (voir 7.2) dans un creuset (5.1), l'humidifier avec quelques gouttes d'eau, ajouter 2 ml d'acide sulfurique (4.9) et 6 ml d'acide fluorhydrique (4.7), bien mélanger avec la baguette de platine (5.2) et laver la baguette avec l'eau. Chauffer le creuset, en utilisant un brûleur à gaz, d'abord doucement, puis jusqu'à fumées blanches et continuer à chauffer jusqu'à ce que plus aucune fumée ne soit observable. Disposer le creuset dans le four à moufle (5.3) porté à 1 000 °C à 1 020 °C durant 30 min.

NOTE 1 Durant le premier chauffage, il convient de mélanger périodiquement le produit pour faciliter la digestion de la silice.

Refroidir le creuset et retirer les résidus sur les parois du creuset avec la baguette de platine. Ajouter 1,6 g de carbonate de sodium (4.1) et 0,8 g de tétraborate de sodium (4.2), bien mélanger avec la

baguette de platine et chauffer sur un brûleur Meker durant 5 min ou jusqu'à fusion partielle du mélange. Ajouter encore 1,6 g de carbonate de sodium et 0,8 g de tétraborate de sodium et poursuivre le chauffage jusqu'à fusion virtuellement complète, en agitant le creuset pour éliminer tout résidu des parois intérieures. Retirer le creuset de la flamme et l'agiter jusqu'à solidification du culot de fusion sur les parois intérieures. Disposer le creuset dans le four à moufle porté à 1 00 °C à 1 020 °C durant 15 min. Laisser refroidir et amener le creuset dans un bécher de 200 ml. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.6), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer à 90 °C jusqu'à dissolution complète du culot de fusion.

NOTES

2 Un brûleur à air comprimé ou tout matériel similaire, pouvant atteindre 900 °C ou plus, peut être utilisé à la place du brûleur Meker.

3 Il se peut qu'il soit nécessaire de rouler le creuset pour assurer une dissolution complète du culot de fusion.

Retirer le creuset et le rincer. Refroidir la solution.

7.4.2 Traitement de la solution d'essai

Ajouter 20 ml de solution d'acide ascorbique (4.10) et 4 ml de la solution d'iodure de potassium et d'oxyde ascorbique (4.11) à la solution d'essai (voir 7.4.1) et homogénéiser. Transférer dans une ampoule à décanter de 200 ml portant un trait à 100 ml. Diluer à 100 ml avec de l'eau et mélanger doucement. Ajouter 10,0 ml de la solution TOPO-MIBK (4.12). Boucher la fiole et agiter vigoureusement durant 30 s. Laisser décanter.

Éliminer la couche aqueuse inférieure. En utilisant un papier filtre sec, soutirer la couche organique dans une fiole jaugée à un trait de 25 ml et la boucher. Conserver la solution pour la mesure par absorption atomique. (Cette solution constitue l'extrait TOPO-MIBK.)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/43a0853c-408f-4fb8-93a6-947f716d744d/iso-11534-1998>

7.4.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Aspirer du MIBK entre les extraits TOPO-MIBK pour chaque solution d'étalonnage ou d'essai.

S'assurer que la trappe et le tube de drainage sont compatibles avec le solvant MIBK.

Après les mesures, retirer le MIBK de la trappe.

Pour des travaux normaux avec des solutions aqueuses, sécher la trappe et la remplir d'eau.

Régler la longueur d'onde pour l'étain (286,3 nm) pour obtenir une absorbance minimale, et régler le moyen de lecture à une absorbance nulle.

En tenant compte des mesures de sécurité appropriées, allumer la flamme oxyde de diazote-acétylène. Après 10 min de préchauffage, aspirer l'extrait TOPO-MIBK de la solution d'étalonnage la plus riche en étain et ajuster avec soin le débit de carburant et la position du brûleur pour aboutir à une absorbance maximale.

Contrôler que les conditions pour une absorbance nulle sont toujours valables en aspirant du MIBK et aspirer à nouveau l'extrait TOPO-MIBK pour la solution la plus riche en étain, pour établir que la lecture en absorbance ne dérive pas. Ramener la lecture pour le MIBK à absorbance nulle.

NOTE — Il convient de retirer l'eau dans le réservoir de la trappe, la sécher et y disposer du MIBK avant d'aspirer l'extrait TOPO-MIBK dans la flamme.

7.4.4 Mesures par absorption atomique

Aspirer les extraits TOPO-MIBK relatifs aux solutions d'étalonnage, puis mesurer les solutions dans l'ordre des teneurs croissantes, en débutant avec la solution d'étalonnage à teneur nulle et la solution d'essai à blanc. Lorsque des mesures stables sont obtenues, relever les lectures en absorbance. Aspirer du MIBK après chaque extrait TOPO-MIBK et répéter les mesures deux fois de plus.

NOTE — Il convient que les réactifs employés pour la préparation de la solution d'étalonnage à teneur nulle aient une teneur en étain suffisamment faible.

Corriger les absorbances relevées pour les solutions d'étalonnage en défalquant l'absorbance de la solution d'étalonnage à teneur nulle et établir une courbe d'étalonnage en portant sur un graphique les absorbances nettes en fonction des microgrammes d'étain par millilitre. Si la courbe est substantiellement linéaire, défalquer l'absorbance relative à la solution d'essai à blanc des absorbances lues pour les solutions d'essai et, en utilisant la courbe d'étalonnage, convertir les absorbances nettes des solutions d'essai en microgrammes d'étain par millilitre.

7.4.5 Préparation des solutions d'étalonnage

Transférer 2,0 g d'oxyde de fer (4.3) dans six creusets (5.1). Décomposer l'oxyde de fer en suivant le mode opératoire spécifié en 7.4.1. Après refroidissement des solutions, ajouter les quantités de solution étalon d'étain (4.14 et 4.15) conformément au tableau 1, puis poursuivre le mode opératoire conformément à 7.4.2.

Tableau 1 — Solutions d'étalonnage
(standards.iteh.ai)

Solution n°	Solution étalon d'étain (4.14)	Solution étalon d'étain (4.15)	Teneur en étain µg
0	0	0	0
1	0	2	20
2	2	0	80
3	4	0	160
4	6	0	240
5	8	0	320

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en étain

La teneur en étain, en pourcentage de masse, est calculée à quatre décimales près au moyen de l'équation suivante:

$$\begin{aligned} \text{Sn \% (m/m)} &= \frac{(C_1 - C_2) \times 10 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \\ &= \frac{C_1 - C_2}{m} \times 10^{-3} \end{aligned} \quad \dots (1)$$