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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13312:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6513691-c58b-4b53-afb4-7a5669ab8100/iso-13312-1997>



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 13312 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 2, *Analyse chimique*.

Conjointement avec l'ISO 13313, cette première édition annule et remplace la première édition de l'ISO 6831 (ISO 6831:1986), dont elle constitue une révision partielle.

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

© ISO 1997

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 du potassium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour la détermination du potassium dans les minerais de fer.

Cette méthode est applicable à des concentrations en potassium entre 0,002 % (*m/m*) et 1,0 % (*m/m*)¹⁾ dans les minerais de fer naturels, concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés.

ISO 13312:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6513691-c58b-4b53-afb4-7a5669ab8100/iso-13312-1997>

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

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

1) La méthode n'a pas été testée avec des minerais renfermant plus de 0,50 % (*m/m*) de potassium (voir annexe B). Pourtant, il est possible d'étendre son application jusqu'à 1,0 % (*m/m*) en utilisant les étalons préparés.

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.*

ISO 11323:1996, *Minerais de fer — Vocabulaire.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 11323 s'appliquent.

4 Principe

Décomposition de la prise d'essai par traitement avec les acides chlorhydrique et fluorhydrique. Évaporation à siccité. Humidification et répétition de l'évaporation avec une nouvelle portion d'acide chlorhydrique. Dissolution dans de l'acide chlorhydrique et dilution appropriée. Aspiration dans la flamme air-acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique.

Mesurage des absorbances obtenues pour le potassium en comparaison avec celles de solutions d'étalonnage.

5 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.

NOTE 1 Les réactifs sont à sélectionner ou à purifier pour une valeur à blanc aussi faible que possible.

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

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

5.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 g/ml à 1,19 g/ml, dilué 1 + 2.

5.4 Solution de fond

Dissoudre 43 g de poudre d'oxyde de fer de haute pureté²⁾ dans 500 ml d'acide chlorhydrique (5.1). Laisser refroidir et diluer à 1 000 ml avec l'eau.

5.5 Potassium, solution étalon à 20 μg K/ml.

Pulvériser environ 3 g de chlorure de potassium de haute pureté dans un mortier en agate, sécher dans une étuve réglée de 105 °C à 110 °C durant 2 h et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. En dissoudre 1,907 g dans de l'eau, diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée à un trait et homogénéiser.

iTeh STANDARD PREVIEW

Transférer³⁾ 10,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml, amener au volume avec de l'eau et homogénéiser.

ISO 13312:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6513691-c58b-4b53-afb4-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6513691-c58b-4b53-afb4-7a5669ab8190/iso-13312-1997)

Conserver la solution étalon dans une bouteille en plastique.

1 ml de cette solution étalon contient 20 μg de potassium.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire comprenant des pipettes à un trait et des fioles jaugées à un trait, en accord respectivement avec les prescriptions de l'ISO 648 et de l'ISO 1042, et

6.1 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE), de 100 ml de capacité, équipés de couvercles en PTFE.

2) À la place d'oxyde de fer, l'emploi de fer métallique avec un oxydant adéquat est autorisé (la teneur en alcalin de l'oxydant doit être faible).

3) Un équipement en verre peut être utilisé.

6.2 Barres d'agitation magnétique recouvertes de PTFE .

6.3 Bombe de digestion en PTFE.

6.4 Pipettes en plastique.

6.5 Fioles jaugées et bouteilles de conservation en plastique.

6.6 Plaque chauffante à agitation magnétique.

NOTES

- 2 Des récipients en platine peuvent être utilisés à la place des béchers en PTFE.
- 3 Sauf lorsque cela est prescrit, les équipements en verre sont à éviter, car ils peuvent contaminer les solutions.
- 4 Pour aboutir à des valeurs fiables, les équipements sont à nettoyer et à contrôler comme suit:
 - a) Rincer tout le matériel volumétrique, y compris les pipettes utilisées pour la préparation des solutions étalons, avec de l'acide chlorhydrique (5.3) avant usage. Contrôler régulièrement ou selon besoin les étalonnages.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6513691-c58b-4b53-afb4-7a5669ab8100/iso-13312-1997>
 - b) Nettoyer les récipients en PTFE et les barres d'agitation en les agitant avec 50 ml d'acide chlorhydrique (5.3) et en chauffant durant 15 min. Rejeter les rinçages et effectuer un essai à blanc avec chaque récipient à son tour comme prescrit en 8.3. Si une quelconque valeur est supérieure à la limite prescrite en 8.3, répéter la procédure de nettoyage ou utiliser des réactifs acides de plus grande pureté. À aucun moment, les barres d'agitation ne devraient entrer en contact avec les doigts.
 - c) Les récipients en platine, utilisés exclusivement pour le dosage du potassium selon la présente Norme internationale, peuvent être nettoyés avec la même méthode que pour les récipients en PTFE [voir b)]. Sinon, ils devraient être prénettoyés par une fusion avec du tétraborate de lithium ou du borate de lithium, jusqu'à ce que les absorbances lues soient voisines de celles pour le sel de lithium seul.
 - d) Rincer les bouteilles de conservation avec de l'acide chlorhydrique (5.3) avant usage.

6.7 Spectromètre d'absorption atomique

ATTENTION — Suivre les instructions du constructeur pour allumer et éteindre la flamme air-acétylène, afin d'éviter tout risque d'explosion. Porter des lunettes de sécurité teintées à chaque fois que la flamme est allumée.

Le spectromètre d'absorption atomique doit répondre aux critères suivants:

- a) *Sensibilité minimale* — l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 8.4.3) doit être d'au moins 0,25.
- b) *Linéarité de la courbe d'étalonnage* — la pente de la courbe d'étalonnage couvrant les 20 % supérieurs de la gamme des concentrations (exprimées en variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 % de la valeur de la pente pour les 20 % inférieurs de la gamme des concentrations déterminée de la même manière.
- c) *Stabilité minimale* — l'écart-type de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée et de celle de la solution d'étalonnage à teneur nulle, chacun calculé à partir d'un nombre suffisant de mesures répétitives, doit être inférieur à 1,5 % et 0,5 % respectivement de la valeur moyenne de l'absorbance de la solution étalon la plus concentrée.

NOTES

- 5 L'emploi d'un enregistreur et/ou d'un indicateur digital est recommandé pour évaluer les critères a), b) et c) et pour tous les mesurages ultérieurs.
- 6 Les paramètres instrumentaux peuvent varier selon les appareils. Les paramètres suivants ont été utilisés avec succès dans divers laboratoires et peuvent servir d'orientation. Les solutions ont été aspirées dans une flamme air-acétylène avec un brûleur à prémélange.

— lampe à cathode creuse, mA	10
— longueur d'onde, nm	766,5
— débit d'air, l/min	10
— débit d'acétylène, l/min	2

Pour des systèmes pour lesquels ces valeurs ne sont pas applicables, le rapport des débits de gaz peut encore constituer une orientation utile.

7 Échantillonnage et échantillons

7.1 Échantillon pour laboratoire

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

NOTE 7 Des informations quant aux teneurs significatives en eau de constitution et en constituants oxydables sont incorporées dans l'ISO 7764.

7.2 Préparation de l'échantillon préséché pour analyse

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire et, par incréments multiples, en prélever un échantillon pour essai de manière qu'il soit représentatif de tout le contenu du récipient. Sécher l'échantillon pour essai à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ comme prescrit dans l'ISO 7764 (cela constitue l'échantillon préséché pour analyse).

8 Mode opératoire

8.1 Nombre de dosages

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

NOTE 8 L'expression «indépendamment» signifie que le second ou tout autre résultat ultérieur n'est pas affecté par le(s) résultat(s) antérieur(s). Pour la présente méthode d'analyse, cette condition signifie que la répétition du mode opératoire doit être effectuée soit par un même opérateur à des moments différents, soit par un opérateur différent, en incluant un réétalonnage approprié dans chaque cas.

iTeh STANDARD PREVIEW

8.2 Prise d'essai

(standards.iteh.ai)

En prélevant plusieurs incréments, peser, à $0,000\ 2\text{ g}$ près, $0,2\text{ g}$ à $0,5\text{ g}$ (en fonction de la teneur présumée en potassium) de l'échantillon préséché pour analyse obtenu conformément à 7.2.

NOTE 9 Il convient de prélever la prise d'essai et de la peser rapidement pour éviter toute réabsorption d'humidité.

8.3 Essai à blanc et essai de contrôle

Avant d'entreprendre le traitement des prises d'essai, s'assurer que la procédure de nettoyage décrite dans la note 4 ainsi que la qualité des réactifs utilisés conduisent à des valeurs à blanc en potassium ne dépassant pas l'équivalent de $0,002\%$ (m/m) de potassium dans le minerai.

Avec chaque série d'analyses, un essai à blanc et une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai doivent être effectués en parallèle avec l'analyse du (des) minerai(s) dans les mêmes conditions. Un échantillon préséché pour analyse du matériau de référence certifié doit être préparé comme prescrit en 7.2.

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

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

NOTE 10 Il convient que le matériau de référence certifié soit du même type que l'échantillon à analyser et que les propriétés des deux matériaux soient suffisamment similaires pour assurer qu'en aucun cas, un changement significatif dans le mode opératoire n'est nécessaire.

8.4 Dosage

Pour éviter toute contamination au cours de l'analyse, les précautions suivantes doivent être prises:

- a) éviter le contact des doigts avec l'échantillon, les solutions et les barres d'agitation;
- b) ne pas aspirer dans les pipettes par la bouche.

8.4.1 Décomposition de la prise d'essai

Transférer la prise d'essai (8.2) dans un bécher en PTFE (6.1)⁴⁾ de 100 ml. Humecter avec quelques gouttes d'eau, puis ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (5.1) et 10 ml d'acide fluorhydrique (5.2). Ajouter une barre d'agitation magnétique recouverte de PTFE (6.2) et couvrir avec un couvercle en PTFE. Ajuster la température de la plaque chauffante à agitation (6.6) de sorte qu'une température d'environ 98 °C soit maintenue dans l'eau dans un bécher en PTFE couvert. Chauffer en agitant durant 45 min ou jusqu'à ce que plus aucune dissolution de la prise d'essai ne soit observable. Retirer le couvercle, arrêter l'agitation en laissant la barre dans la solution et évaporer à siccité. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (5.1) et évaporer encore à siccité. Dissoudre les sels dans 5 ml d'acide chlorhydrique (5.1) et 40 ml d'eau, puis transférer dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.5). Amener au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE 11 S'il reste un résidu significatif, procéder à la digestion dans la bombe de digestion en PTFE (6.3), durant 45 min à 160 °C.

4) Voir note 2.

8.4.2 Traitement de la solution

Si la concentration de potassium est trop élevée, il est nécessaire de diluer la solution d'essai. Au moyen d'une pipette en plastique (6.4), transférer y ml de la solution d'essai dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml en plastique, ajouter $0,1(100 - y)$ ml de la solution de fond (5.4), amener au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir tableau 1).

Tableau 1 — Guide des dilutions pour les solutions d'essai

Gamme des teneurs en potassium %	Partie aliquote de 100 ml y
0,002 à 0,060	—
0,060 à 0,20	30,0
0,20 à 0,60	10,0
0,60 à 1,00	5,0

iTeh STANDARD PREVIEW

Une solution d'essai diluée doit être mesurée en même temps qu'une solution à blanc diluée, renfermant la même quantité de solution de fond que la solution d'essai. Préparer la solution à blanc diluée comme suit. Pipeter y ml de la solution à blanc dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml en plastique, ajouter $0,1(100 - y)$ ml de solution de fond, amener au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.4.3 Préparation de la gamme des solutions d'étalonnage

À partir de la solution étalon de potassium (5.5), préparer les solutions d'étalonnage comme suit. Au moyen de pipettes en plastique, transférer 0 ml, 2,0 ml, 5,0 ml, 10,0 ml et 15,0 ml de la solution étalon (5.5) respectivement dans des fioles jaugées à un trait de 100 ml en plastique. Avec une pipette en plastique, ajouter à chacune 10 ml de la solution de fond (5.4), amener au volume avec de l'eau et homogénéiser. Ces solutions d'étalonnage couvrent la gamme des concentrations de 0 $\mu\text{g K/ml}$ à 3 $\mu\text{g K/ml}$ et renferment 3 000 $\mu\text{g Fe/ml}$.

Conserver les solutions d'étalonnage dans des bouteilles en plastique.

8.4.4 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Optimiser la réponse de l'appareil comme prescrit en 6.7. Régler la longueur d'onde du potassium (766,5 nm) pour aboutir à une absorbance minimale. Après 10 min de préchauffage du brûleur, ajuster le débit de carburant et la position du brûleur pour obtenir une absorbance maximale en aspirant la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 8.4.3). Aspirer de l'eau et la solution d'étalonnage pour vérifier que la lecture d'absorbance ne dérive pas, puis régler à zéro la lecture pour de l'eau.

8.4.5 Mesurages par absorption atomique

Aspirer les solutions d'étalonnage et d'essai ou des solutions d'essai diluées dans l'ordre croissant des absorbances, en débutant avec la solution à blanc ou la solution à blanc diluée et la solution d'étalonnage zéro. Lorsqu'une lecture stable est obtenue pour chaque solution, noter les lectures. Aspirer les solutions d'essai ou les solutions d'essai diluées aux points convenables dans la gamme des solutions d'étalonnage et noter les lectures. Aspirer de l'eau entre chaque solution d'étalonnage et d'essai. Répéter les mesurages au moins deux fois.

Calculer l'absorbance nette de chaque solution d'étalonnage par soustraction de l'absorbance moyenne de la solution d'étalonnage zéro. De manière semblable, calculer l'absorbance nette de la solution d'essai ou de la solution d'essai diluée par soustraction de l'absorbance de la solution à blanc correspondante.

Établir une courbe d'étalonnage en portant les absorbances nettes des solutions d'étalonnage en fonction des concentrations, en microgrammes de potassium par millilitre (la solution d'essai ou la solution d'essai diluée constitue la solution d'essai finale).

Convertir l'absorbance nette de la solution d'essai finale en microgrammes de potassium par millilitre au moyen de la courbe d'étalonnage.

NOTE 12 Dans le cas de lectures en concentrations, le calcul est à effectuer à partir des absorbances pour permettre le contrôle de la linéarité de la courbe et de la valeur de l'essai à blanc.