
NORME INTERNATIONALE



2599

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Minerais de fer — Dosage du phosphore — Méthode
volumétrique**

Première édition — 1973-04-01

CDU 553.31 : 545.1 : 546.18

Réf. N° : ISO 2599-1973 (F)

Descripteurs : minerai métallifère, minerai de fer, analyse chimique, dosage, phosphore, analyse volumétrique.

Prix basé sur 5 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2599 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, et soumise aux Comités Membres en février 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Italie	Suède
Allemagne	Japon	Tchécoslovaquie
Belgique	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Canada	Pays-Bas	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.R.S.S.
Espagne	Portugal	U.S.A.
Inde	Roumanie	
Irlande	Royaume-Uni	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

France

Minerais de fer – Dosage du phosphore – Méthode volumétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode volumétrique pour le dosage du phosphore dans les minerais de fer, en utilisant du molybdate d'ammonium.

Cette méthode est applicable aux minerais naturels, concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés, à condition que la teneur en phosphore soit supérieure à 0,1%.

2 RÉFÉRENCES

ISO 2596, *Minerais de fer – Détermination de l'humidité des échantillons pour analyse.*

ISO 3081, *Minerais de fer – Échantillonnage par prélèvements – Méthode manuelle.*

ISO 3082, *Minerais de fer – Échantillonnage par prélèvements – Méthode mécanique.*¹⁾

ISO 3083, *Minerais de fer – Préparation des échantillons.*

3 PRINCIPE

Mise en solution de la prise d'essai par les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique. Filtrage du résidu insoluble, le filtrat étant conservé comme solution principale.

Calcination du résidu, traitement par les acides sulfurique et fluorhydrique pour éliminer le dioxyde de silicium, fusion avec du carbonate de sodium et reprise de la masse fondue par de l'eau. Filtrage et lavage de la solution alcaline, le résidu étant rejeté.

Acidification du filtrat avec de l'acide chlorhydrique, adjonction de chlorure ferrique et recueil du phosphore par précipitation avec la solution d'ammoniaque. Lavage du précipité, dissolution dans de l'acide chlorhydrique et mélange avec la solution principale. Adjonction d'acide bromhydrique et évaporation jusqu'à dégagement de fumées d'acide perchlorique pour éliminer l'arsenic.

Dissolution des sels dans l'eau et introduction de la solution, ou d'une partie aliquote, dans une fiole conique. Neutralisation par la solution d'ammoniaque et ajustement de l'acidité par adjonction d'acide nitrique. Refroidissement de la solution à 20 °C et réduction par addition de sulfate ferreux. Adjonction de molybdate d'ammonium à la solution froide et recueil par filtration du précipité jaune du phospho-molybdate d'ammonium.

Lavage jusqu'à disparition de l'acidité et dissolution dans un léger excès d'hydroxyde de sodium, l'excès étant titré avec de l'acide nitrique.

Pour les prises d'essai contenant plus de 18 mg de titane, un mode opératoire particulier doit être utilisé; voir 9.5.

4 RÉACTIFS

De l'eau distillée ou désionisée doit être utilisée pour la préparation des réactifs et dans toutes les analyses. Tous les réactifs doivent être de qualité reconnue pure pour analyse.

4.1 Acide chlorhydrique ($d = 1,19$).

4.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

4.3 Acide nitrique ($d = 1,42$).

4.4 Acide nitrique, dilué 1 + 50.

4.5 Acide sulfurique, ($d = 1,84$).

4.6 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

4.7 Acide perchlorique, (60 %, $d = 1,54$; ou 70 %, $d = 1,67$).

4.8 Acide fluorhydrique (40 %, $d = 1,13$).

4.9 Acide bromhydrique ($d = 1,48$).

1) En préparation.

4.10 Ammoniaque, solution ($d = 0,9$).

4.11 Peroxyde d'hydrogène, solution 30 % (m/m).

4.12 Nitrate d'ammonium.

4.13 Nitrate de potassium (KNO_3), solution 10 g/l.

4.14 Molybdate d'ammonium, solution.

Dissoudre 40 g de molybdate d'ammonium cristallin finement pulvérisé $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ dans 300 ml d'eau chaude et 80 ml de solution d'ammoniaque (4.10). Laisser refroidir la solution et ajouter cette solution, par petites quantités et en agitant, à 600 ml d'acide nitrique (1 + 1). Ajouter quelques milligrammes d'un sel de phosphate et laisser reposer pendant au moins 2 jours. Filtrer avant l'emploi.

4.15 Chlorure ferrique, solution contenant 3 g de Fe par litre.

Dissoudre 0,3 g de fer pur, ayant une teneur en phosphore aussi faible que possible, avec de l'acide chlorhydrique (4.1), ajouter quelques gouttes d'acide nitrique (4.3) pour oxyder le fer, et faire bouillir le mélange pour éliminer le chlore.

Laisser refroidir la solution et diluer à 100 ml avec de l'eau.

4.16 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,2 N.

Dissoudre 8 g de NaOH dans 1 l d'eau récemment bouillie et refroidie. (4.20). Étalonner cette solution avec, soit de l'acide sulfamique, soit de l'hydrogénéo-phthalate de potassium.

4.17 Acide nitrique, solution titrée 0,2 N.

Diluer 13 ml d'acide nitrique (4.3) dans de l'eau et compléter à 1 l.

Étalonnage de la solution : Mesurer exactement 25 ml de solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.16) et titrer avec la solution d'acide nitrique, en utilisant comme indicateur une solution de phénolphtaléine (4.18); amener la normalité à exactement 0,2 N en ajoutant, soit de l'eau, soit de l'acide nitrique 1 N.

4.18 Phénolphtaléine, solution.

Dissoudre 0,10 g de poudre de phénolphtaléine dans 90 ml d'éthanol, 95 % (V/V), et diluer à 100 ml avec de l'eau.

4.19 Sulfate ferreux, solution.

Dissoudre 100 g de sulfate ferreux ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) dans 1 l d'acide sulfurique (1 + 19).

4.20 Eau, exempte de CO_2

Chauffer de l'eau distillée ou désionisée dans une fiole conique pendant 5 min, pour chasser le dioxyde de carbone. Laisser refroidir en préservant l'eau, de façon à éviter toute absorption de dioxyde de carbone.

4.21 Carbonate de sodium.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

6 ÉCHANTILLONNAGE ET PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Utiliser un échantillon séché à l'air, d'une granulométrie inférieure ou égale à 160 μm , prélevé conformément à ISO 3081 ou ISO 3082, et préparé conformément à ISO 3083.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Nombre d'analyses, détermination de l'humidité, utilisation de l'échantillon-type et de l'essai à blanc.

L'analyse doit être effectuée en général en double, indépendamment, (voir Note 9.1), sur un échantillon de minerai.

Simultanément à l'analyse, deux prises d'essai de 10 g doivent être prélevées pour déterminer l'humidité, conformément à ISO 2596.

À chaque fois, l'analyse d'un échantillon-type du même type de minerai, (voir Note 9.2) et un essai à blanc doivent être effectués dans les mêmes conditions, parallèlement à l'analyse d'un échantillon de minerai.

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

Lorsque l'analyse est effectuée simultanément sur plusieurs échantillons du même type de minerai, le résultat analytique d'un seul échantillon-type peut être utilisé.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, la quantité exacte de l'échantillon pour essai, selon le Tableau 1.

TABLEAU 1

Teneur en phosphore	Masse de la prise d'essai	Volume de la partie aliquote	Volume de la solution de molybdate d'ammonium (4.14)
%	g	ml	ml
de 0,1 à 0,5	1,0	Solution totale	50
de 0,5 à 2,5	0,5	Solution totale	100
de 2,5 à 5,0	0,5	100/250	100

7.3 Dosage

7.3.1 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 300 ml et ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.1) par gramme de prise d'essai ou fraction de celle-ci, couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement pour mettre en solution le minerai (voir Notes 9.3, 9.4 et 9.5).

Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.3) et 15 ml d'acide perchlorique (4.7), recouvrir le bécher et chauffer jusqu'à formation d'épaisses fumées blanches d'acide perchlorique. Maintenir un reflux constant de l'acide sur les parois du bécher pendant environ 10 min. Laisser refroidir le bécher, ajouter environ 50 ml d'eau chaude et chauffer pour dissoudre les sels solubles.

Filtrer la solution à travers un papier filtre à texture serrée et laver le résidu trois à cinq fois avec de l'acide nitrique (4.4), puis, enfin, avec de l'eau très chaude, jusqu'à ce qu'elle soit exempte de perchlorates; recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 300 ml. Évaporer le filtrat par chauffage doux et le conserver comme solution principale.

7.3.2 Traitement du résidu

Pendant que la solution principale s'évapore, placer le papier filtre et le résidu dans un creuset en platine, sécher, carboniser le papier et enfin calciner à une température de 750 à 800 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec quelques gouttes d'acide sulfurique (4.6) ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique (4.8) et évaporer pour éliminer le dioxyde de silicium et l'acide sulfurique. Refroidir le creuset, ajouter 3 g de carbonate de sodium (4.21) et faire fondre jusqu'à obtention d'une masse fondue claire.

Refroidir le creuset, l'introduire dans un bécher de 300 ml, ajouter 100 ml d'eau et chauffer pour désintégrer la masse fondue et dissoudre tous les sels solubles. Retirer et rincer le creuset. Filtrer la solution alcaline à travers un papier à texture moyenne et laver avec de l'eau chaude en recueillant le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 300 ml. Rejeter le résidu.

Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.1) au filtrat pour le rendre acide, faire bouillir pour éliminer le dioxyde de carbone, refroidir et ajouter 10 ml de solution de chlorure ferrique (4.15) (voir Note 9.6). Ajouter de la solution d'ammoniaque (4.10) par petites quantités, tout en agitant, jusqu'à ce que la solution soit légèrement alcaline, pour précipiter l'hydroxyde de fer et le phosphate de fer. Faire bouillir la solution pendant environ 2 min, puis retirer de la source de chaleur. Laisser le précipité se déposer, le filtrer à travers un papier à filtration rapide et le laver avec de l'eau très chaude. Rejeter le filtrat.

Placer sous l'entonnoir le bécher contenant la solution principale obtenue en 7.3.1. Dissoudre le précipité en versant sur le filtre environ 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Laver avec de l'eau chaude.

Évaporer la solution jusqu'à 30 ml environ, ajouter 5 ml d'acide bromhydrique (4.9) puis poursuivre l'évaporation dans le bécher non couvert, jusqu'à formation d'épaisses fumées blanches d'acide perchlorique. Refroidir, ajouter 20 ml d'eau et évaporer à nouveau jusqu'à formation d'épaisses fumées blanches d'acide perchlorique. Couvrir le bécher et maintenir un reflux constant de l'acide sur les parois du bécher pendant 10 min. Refroidir, ajouter environ 50 ml d'eau et chauffer pour dissoudre les sels. Si un précipité de silice apparaît alors, filtrer la solution et la laver huit fois avec de l'acide nitrique chaud (4.4).

Si la solution entière est utilisée pour l'analyse, recueillir le filtrat dans une fiole conique de 500 ml. Si une partie aliquote est utilisée, introduire le filtrat dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume et homogénéiser. Introduire une partie aliquote, conforme au Tableau 1, dans une fiole conique de 500 ml.

7.3.3 Précipitation et traitement du précipité

Évaporer en chauffant ou diluer à environ 60 ml avec de l'eau et refroidir à la température ambiante. Ajouter de la solution d'ammoniaque (4.10) jusqu'à ce qu'un petit précipité d'hydroxyde ferrique persiste après agitation. Ajouter de l'acide nitrique (4.3) jusqu'à ce que le précipité se dissolve, puis en ajouter un excès de 5 ml (voir Note 9.7).

Ajouter 3 g de nitrate d'ammonium (4.12), agiter pour dissoudre et diluer à environ 100 ml. Refroidir à 20 °C, ajouter 5 ml de solution de sulfate ferreux (4.19) pour réduire le vanadium.

Précipiter le phosphore par addition de la quantité de solution de molybdate d'ammonium (4.14) spécifiée dans le Tableau 1. Boucher et agiter vigoureusement la fiole pendant 10 min et laisser reposer pendant 1 h, ou jusqu'à ce que le précipité de phosphomolybdate d'ammonium se soit déposé complètement (voir Note 9.8).

Recueillir le précipité sur un petit papier filtre à texture serrée ou dans un tube à filtration contenant de la pulpe de papier et laver la fiole trois fois et le précipité cinq fois avec de l'acide nitrique (4.4) (voir Note 9.9).

Laver la fiole trois fois avec de la solution de lavage au nitrate de potassium (4.13) et le précipité jusqu'à ce que les eaux de lavage ne soient plus acides en présence d'un indicateur.

7.3.4 Titrage

Introduire le précipité avec le papier filtre dans la fiole initiale, ajouter 50 ml d'eau froide récemment bouillie (4.20) et agiter pour désintégrer le papier. Ajouter un léger excès connu de solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.16) et agiter le mélange pour dissoudre le précipité jaune. Ajouter quelques gouttes d'indicateur à la phénolphthaléine (4.18), diluer à environ 150 ml avec de l'eau (4.20) et titrer l'excès d'hydroxyde de sodium avec la solution titrée d'acide nitrique (4.17), jusqu'à ce que la coloration rouge de la solution disparaisse avec une dernière goutte de liqueur titrante.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Calcul de la teneur en phosphore

La teneur en phosphore, en pourcentage en masse, est calculée à l'aide de la formule

$$P \% (m/m) = \frac{V_1 - V_2}{m} \times 0,000\ 269\ 4 \times 100 \times K$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de solution titrée d'hydroxyde de sodium 0,2 N utilisé;

V_2 est le volume, en millilitres, de solution titrée d'acide nitrique 0,2 N utilisé;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

K est le facteur de conversion trouvé d'après la formule

$$K = \frac{100}{100 - A}$$

où A est l'humidité, en pourcentage en masse.

8.2 Exploitation générale des résultats analytiques

8.2.1 Valeur de l'essai à blanc

Les résultats analytiques obtenus doivent d'abord être corrigés avec la valeur de l'essai à blanc, puis la teneur en phosphore obtenue pour chaque analyse doit être calculée comme spécifié en 8.1.

Les résultats analytiques (teneur en phosphore) doivent être calculés en pourcentage en masse et notés avec quatre décimales, les chiffres suivant la quatrième décimale étant rejetés systématiquement.

8.2.2 Adoption des résultats analytiques

Le résultat analytique pour l'échantillon doit être accepté lorsque la valeur obtenue pour l'échantillon-type correspondant est conforme à la valeur certifiée, dans les limites de tolérance admissible pour un échantillon type, et qu'en outre, la différence entre les deux valeurs trouvées pour l'échantillon pour analyse ne dépasse pas la tolérance admissible pour l'échantillon pour analyse indiquée dans le Tableau 2.

Lorsque la valeur obtenue pour l'échantillon-type est en dehors de la limite de tolérance admissible (Tableau 2, deuxième colonne) une analyse simultanée est effectuée sur un échantillon pour analyse et sur un échantillon-type du même type de minerai, avec un essai à blanc. Les valeurs trouvées pour l'échantillon-type doivent être examinées, en vue d'être adoptées de la même manière que ci-dessus. Ce mode opératoire doit être répété jusqu'à obtention de deux valeurs acceptables.

Lorsque l'étendue (différence absolue) des deux valeurs obtenues pour l'échantillon pour analyse est en dehors de la limite de tolérance admissible (Tableau 2, troisième colonne), une analyse simultanée doit être effectuée sur un échantillon pour analyse et un échantillon-type du même minerai, avec un essai à blanc; ce mode opératoire doit être répété indépendamment, jusqu'à obtention de deux valeurs acceptables dont l'étendue est dans la limite de tolérance admissible.

8.2.3 Calcul du résultat final

La moyenne arithmétique des valeurs acceptables trouvées pour l'échantillon pour analyse doit être adoptée comme résultat final. La moyenne arithmétique des résultats acceptables, calculée à la quatrième décimale, est à arrondir à la troisième décimale, comme suit :

- 1) lorsque le chiffre de la quatrième décimale est inférieur à 5, il est rejeté, et le chiffre de la troisième décimale reste inchangé;
- 2) lorsque le chiffre de la quatrième décimale est 5 et qu'il y a des chiffres autres que 0 aux décimales inférieures, ou si le chiffre de la troisième décimale est supérieur à 5, le chiffre de la troisième décimale est augmenté d'une unité;
- 3) lorsque le chiffre de la quatrième décimale est 5 et qu'il n'y a pas d'autres chiffres que 0 aux décimales inférieures, le 5 est supprimé et le chiffre de la troisième décimale reste inchangé s'il est 0, 2, 4, 6, ou 8, augmenté d'une unité s'il est 1, 3, 5, 7 ou 9.

8.3 Tolérances admissibles

La tolérance admissible pour les valeurs obtenues pour l'échantillon pour analyse figurant dans le Tableau 2, est l'étendue R trouvée pour deux dosages. Elle a été calculée à partir de l'écart-type moyen intra-laboratoires (\bar{s}_{LAB}) qui a été obtenu en 1967/68 à la suite d'un circuit international d'analyses effectuées sur plusieurs échantillons de minerai de fer. L'étendue R Tableau 2, troisième colonne, est calculée à l'aide du facteur statistique 2,77 ($n = 2$, avec 95 % de probabilité) et se situe à la limite supérieure du domaine des teneurs correspondantes.

Pour l'échantillon-type, la tolérance admissible de la valeur déterminée, par rapport à la valeur certifiée, est égale à deux fois l'écart-type ($\pm 2\bar{s}_{LAB}$) et se situe à la limite supérieure du domaine des teneurs correspondantes.

TABLEAU 2 – Tolérances admissibles à l'intérieur des laboratoires

Teneur en phosphore	Échantillon-type	Échantillon pour analyse
% P	% P	% P
de 0,1 à 0,5	± 0,019 0	0,026 3
de 0,5 à 2,5	± 0,027 8	0,038 5 ¹⁾
de 2,5 à 5,0	± 0,031 8	0,043 0 ¹⁾

1) Valeurs extrapolées.

8.4 Facteur de conversion en oxyde

$$P_2O_5 (\%) = 2,2914 P (\%)$$

9 NOTES

9.1 L'expression «indépendamment» implique le changement de la personne effectuant les analyses. Si la même personne doit effectuer les analyses, les dosages doivent être effectués à des moments différents.

9.2 Lorsque l'échantillon à analyser fait partie des hématites, l'échantillon-type doit aussi en faire partie. Même avec de l'hématite, si les propriétés du minerai sont suffisamment différentes pour que le mode opératoire soit fortement modifié, les échantillons ne doivent pas, dans ce cas, être considérés comme appartenant au même type de minerai.

9.3 Pour la mise en solution de la prise d'essai, placer le bécber dans une zone de basse température (60 à 100 °C) de la plaque chauffante et y laisser l'échantillon pendant environ 1 h, puis le déplacer vers une zone de température plus élevée et chauffer pendant environ 10 min, sans porter à ébullition.

9.4 Si un échantillon contient une grande quantité de matière organique, carbonates ou sulfures, la mise en solution sera plus facile avec une calcination préalable. Dans ce cas, placer la prise d'essai pesée avec exactitude, dans un creuset en porcelaine, couvrir et calciner à une température de 700 à 750 °C, pendant environ 30 min. Laisser refroidir le creuset à la température ambiante dans un dessiccateur, introduire, en lavant, le contenu du creuset dans un bécber de 300 ml et procéder ensuite comme il est indiqué en 7.3.1.

9.5 Si la prise d'essai contient plus de 18 mg de titane, le mode opératoire suivant doit être employé :

Introduire la prise d'essai (7.2) dans un creuset en platine tapissé au préalable d'une mince couche de 1 g de carbonate de sodium fondu. Mélanger la prise d'essai à dix fois sa masse de mélange fondant (carbonate de sodium 10 : nitrate de sodium 1) et chauffer doucement d'abord; continuer en augmentant la température jusqu'à fusion complète de la prise d'essai. Après refroidissement, placer le creuset avec son contenu dans un bécber de 300 ml, ajouter environ 100 ml d'eau chaude et agiter doucement. Retirer la masse fondue du creuset, rincer le creuset avec de l'eau et le retirer.

Chauffer le contenu du bécber jusqu'à ébullition pour dissoudre les sels solubles et filtrer le résidu insoluble éventuel à travers un filtre à texture moyenne. Laver complètement le résidu avec une solution de carbonate de sodium (2 %) et rejeter le résidu. Transvaser le filtrat et les eaux de lavage dans un bécber de 500 ml, ajouter de l'acide chlorhydrique (4.1) jusqu'à ce que la solution soit acide, et faire bouillir pour éliminer le dioxyde de carbone.

Après refroidissement, ajouter 10 ml de solution de chlorure ferrique (4.15) (voir Note 9.6) et de la solution d'ammoniaque (4.10), par petites quantités, en agitant, jusqu'à ce que la solution soit légèrement alcaline, afin de précipiter l'hydroxyde de fer et le phosphate de fer. Faire bouillir la solution pendant environ 2 min, éloigner de la source de chaleur, laisser le précipité se déposer, filtrer à travers un filtre à filtration rapide, laver avec de l'eau très chaude et rejeter le filtrat et les eaux de lavage.

Verser environ 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) chaud sur le filtre pour dissoudre le précipité et laver avec de l'eau très chaude. Recueillir la solution et les eaux de lavage dans un bécber de 300 ml, ajouter 15 ml d'acide perchlorique (4.7), évaporer la solution jusqu'à 30 ml environ et continuer suivant les indications de 7.3.2, cinquième alinéa, à partir de l'addition de 5 ml d'acide bromhydrique (4.9).

9.6 Mesurer exactement 10 ml de cette solution, de façon à obtenir des valeurs constantes pour l'essai à blanc.

9.7 Si un précipité de dioxyde de manganèse persiste, ajouter une petite quantité de cristaux de sulfate d'ammonium et de fer ferreux ou quelques gouttes de peroxyde d'hydrogène (4.11), exempts de phosphate, pour réduire et dissoudre le manganèse. Porter ensuite la solution à ébullition pour oxyder l'excès de fer(II) ou pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Retirer la solution de la source de chaleur, dissoudre 3 g de nitrate d'ammonium dans la solution, en agitant, et diluer la solution à 100 ml avec de l'eau. Procéder ensuite comme en 7.3.3.

9.8 Si la teneur en phosphore est faible, il peut être nécessaire de laisser reposer la solution pendant 4 h ou toute une nuit, pour qu'elle se dépose complètement.

9.9 Le précipité jaune tend à remonter; dans ce cas, lorsqu'on le lave, le jet de la solution de lavage doit être dirigé sur le sommet du filtre en lui imprimant un mouvement en spirale vers le bas.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) référence à la présente Norme Internationale;
- c) résultats de l'analyse;
- d) numéro de référence des résultats;
- e) tous détails notés pendant le dosage, ainsi que toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme Internationale, qui pourraient avoir une influence sur les résultats.