



Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du nickel — Méthode spectrométrique à la diméthylglyoxime et méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Manganese ores and concentrates — Determination of nickel content — Dimethylglyoxime spectrometric method and flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1984-06-01

[ISO 315:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d08c231d-7c4c-436f-970a-233642badd21/iso-315-1984>

CDU 553.32 : 543.422 : 546.74

Réf. n° : ISO 315-1984 (F)

Descripteurs : minéral, minéral métallifère, minerai de manganèse, concentré, analyse chimique, dosage, nickel, méthode spectrophotométrique, méthode d'absorption atomique.

Prix basé sur 6 pages

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 confiée aux comités techniques de l'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 315 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*, et a été soumise aux comités membres en février 1983.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée:

[ISO 315:1984](#)

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne, R.F.
Autriche
Bulgarie
Chine
France

Italie
Japon
Mexique
Pays-Bas
Pologne
Roumanie

Royaume-Uni
Tchécoslovaquie
Thaïlande
URSS

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d08c231d-7c4c-436f-970a-233642ba3421/iso-315-1984>

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques:

Australie

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 315-1963, dont elle constitue une révision technique.

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du nickel — Méthode spectrométrique à la diméthylglyoxime et méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de dosage du nickel dans les minerais et concentrés de manganèse, à savoir :

- **méthode A** : méthode spectrométrique à la diméthylglyoxime, applicable aux produits dont la teneur en nickel est comprise entre 0,01 et 1,0 % (*m/m*);
- **méthode B** : méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, applicable aux produits dont la teneur en nickel est comprise entre 0,005 et 1,0 % (*m/m*).

La présente Norme internationale devra être lue conjointement avec l'ISO 4297.

2 Références

ISO 4296/1, *Minerais de manganèse — Échantillonnage* — Partie 1: Échantillonnage par prélèvements.

ISO 4296/2, *Minerais de manganèse — Échantillonnage* — Partie 2: Préparation des échantillons.

ISO 4297, *Minerais et concentrés de manganèse — Méthodes d'analyse chimique — Instructions générales*.

3 Méthode A: Méthode spectrométrique à la diméthylglyoxime

3.1 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec l'acide sulfurique en présence de peroxyde d'hydrogène.

Séparation du résidu insoluble par filtration, le filtrat étant à conserver comme solution principale.

Calcination du filtre contenant le résidu et attaque avec les acides sulfurique et fluorhydrique.

Fusion du résidu calciné avec le disulfate de potassium.

Dissolution du culot de fusion dans l'acide sulfurique et addition à la solution principale.

Séparation du manganèse sous forme de dioxyde de manganèse.

Mesurage spectrométrique à une longueur d'onde de 460 à 470 nm en présence d'acide tartrique, d'hydroxyde de sodium, de persulfate d'ammonium et de diméthylglyoxime.

3.2 Réactions

La méthode est basée sur l'interaction des ions nickel avec le diméthylglyoxime en milieu alcalin (pH 10 à 11) en présence de persulfate d'ammonium conduisant à la formation d'un complexe coloré.

L'influence du fer et d'autres éléments interférants est éliminée par formation des complexes solubles avec de l'acide tartrique. Le manganèse est séparé sous forme de dioxyde de manganèse.

3.3 Réactifs

3.3.1 **Bromate de potassium** (KBrO_3).

3.3.2 **Disulfate de potassium** ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$).

3.3.3 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml.

3.3.4 **Acide sulfurique**, dilué 1 + 4.

3.3.5 **Acide sulfurique**, dilué 1 + 20.

3.3.6 **Acide fluorhydrique**, ρ 1,14 g/ml, solution à 40 % (*m/m*).

3.3.7 **Acide tartrique** ($\text{HOOC} - \text{CHOH} - \text{CHOH} - \text{COOH}$), solution à 200 g/l.

3.3.8 **Peroxyde d'hydrogène**, solution à 30 % (*m/m*).

3.3.9 **Hydroxyde de sodium**, solution à 50 g/l.

3.3.10 **Persulfate d'ammonium** [$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$], solution à 30 g/l.

3.3.11 **Diméthyl-1,2 glyoxal dioxime [Diméthylglyoxime]** ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$), solution alcaline à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de diméthylglyoxime dans 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3.9).

3.3.12 Nickel, solution étalon correspondant à 1 g de Ni par litre.

Peser 1,000 0 g de nickel métallique (pureté 99,95 %) dans un bécher de 250 ml et le dissoudre dans 20 ml d'un mélange formé de 3 parties en volume d'acide chlorhydrique (3.3.3) et de 1 partie en volume d'acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

Porter la solution à ébullition et faire bouillir jusqu'à cessation du dégagement des oxydes d'azote. Refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de Ni.

3.3.13 Nickel, solution étalon correspondant à 0,01 g de Ni par litre.

Prélever, au moyen d'une pipette, 10 ml de la solution étalon de nickel (3.3.12) et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de Ni.

3.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.4.1 Creuset en platine.

3.4.2 Spectromètre, à sélecteur de radiations à variation continue ou discontinue, permettant des mesurages d'absorbance à une longueur d'onde de 460 à 470 nm et équipé de cuves appariées.

3.5 Échantillon

Pour l'échantillonnage des minerais de manganèse, voir ISO 4296/1. Pour la préparation des échantillons, voir ISO 4296/2.

Utiliser un échantillon pour analyse, d'une granulométrie inférieure à 100 μ m obtenue par broyage (contrôlée à l'aide d'un tamis de dimension d'ouverture appropriée), et ayant été séché à l'air dans les conditions du laboratoire.

3.6 Mode opératoire

3.6.1 Prise d'essai

Peser une masse de l'échantillon pour analyse, choisie d'après le tableau 1 selon la teneur présumée en nickel.

3.6.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant tous les stades de l'analyse.

3.6.3 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (3.6.1) dans un bécher de 250 ml, humecter avec quelques gouttes d'eau et dissoudre dans 30 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3.4), en chauffant et en ajoutant goutte à goutte de la solution de peroxyde d'hydrogène (3.3.8) jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai.

Évaporer la solution jusqu'à l'apparition d'abondantes fumées blanches d'acide sulfurique. Refroidir, diluer avec 40 à 50 ml d'eau et filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier, puis laver six à huit fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

3.6.4 Reprise du résidu

Transférer le papier filtre contenant le résidu dans le creuset en platine (3.4.1), sécher et calciner entre 500 et 600 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec de l'eau, ajouter 2 ou 3 gouttes de la solution d'acide sulfurique (3.3.4) et 5 à 7 ml de la solution d'acide fluorhydrique (3.3.6).

Évaporer jusqu'à siccité et calciner le résidu entre 500 et 600 °C jusqu'à cessation du dégagement de fumées d'acide sulfurique. Refroidir le creuset, ajouter 2 à 3 g de disulfate de potassium (3.3.2) et fondre entre 600 et 650 °C. Lixivier le culot de fusion dans 10 à 20 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3.5), puis laver le creuset avec de l'eau. Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale (3.6.3).

NOTE — Si l'on sait que le minerai ne contient pas de composés insolubles du nickel, les opérations décrites en 3.6.4 peuvent être omises.

Tableau 1

| Teneur présumée en nickel | Masse de la prise d'essai | Dilution | Partie aliquote | Masse de nickel contenue dans la partie aliquote |
|---------------------------|---------------------------|----------|-----------------|--|
| % (m/m) | g | ml | ml | mg |
| > 0,01 à 0,05 | 1,0 | 100 | 10 | 0,010 à 0,050 |
| > 0,05 à 0,10 | 1,0 | 250 | 10 | 0,020 à 0,040 |
| > 0,10 à 0,50 | 1,0 | 250 | 5 | 0,020 à 0,100 |
| > 0,50 à 1,0 | 0,5 | 250 | 5 | 0,050 à 0,100 |

3.6.5 Préparation de la solution en vue du mesurage spectrométrique

Diluer ou évaporer la solution combinée (3.6.3 et 3.6.4) jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 150 ml, ajouter 1 g de bromate de potassium (3.3.1), chauffer, porter à ébullition et faire bouillir durant 5 min. Filtrer à travers un papier filtre à texture moyenne et laver huit à dix fois avec de l'eau chaude. Rejeter le papier filtre avec le résidu.

Évaporer la solution jusqu'à cessation du dégagement de fumées d'acide sulfurique, refroidir et dissoudre les sels dans 10 ml d'acide chlorhydrique (3.3.3). Transvaser la solution dans une fiole jaugée choisie d'après le tableau 1, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Prélever, au moyen d'une pipette, deux parties aliquotes égales de la solution choisies d'après le tableau 1 et les introduire dans deux fioles jaugées de 100 ml. Ajouter, dans chaque fiole jaugée, 10 ml de la solution d'acide tartrique (3.3.7), 40 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3.9) et 10 ml de la solution de persulfate d'ammonium (3.3.10).

Ajouter 10 ml de la solution de diméthylglyoxime (3.3.11) dans la première partie aliquote et 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3.9) dans la seconde partie aliquote (solution de base).

Mélanger la solution après l'addition de chaque réactif. Laisser reposer la solution durant 5 à 10 min jusqu'à l'apparition d'une coloration stable, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

3.6.6 Mesurage spectrométrique

Mesurer l'absorbance de la solution dans une cuve en utilisant le spectromètre (3.4.2) à une longueur d'onde de 460 à 470 nm, assurant l'obtention de l'absorbance optimale, et en utilisant l'eau comme solution de référence.

3.6.7 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de sept fioles jaugées de 100 ml, introduire, au moyen d'une burette, 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 et 10,0 ml de la solution étalon de nickel (3.3.13), correspondant respectivement à 0,0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080 et 0,100 mg de nickel. La première fiole jaugée sert à la préparation de la solution de compensation. Ajouter 10 ml de la solution d'acide tartrique (3.3.7), 40 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3.9), 10 ml de la solution de persulfate d'ammonium (3.3.10) et 10 ml de la solution de diméthylglyoxime (3.3.11).

Mélanger la solution après l'addition de chaque réactif. Laisser reposer la solution durant 5 à 10 min jusqu'à l'apparition d'une coloration stable, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Mesurer l'absorbance de chaque solution selon les modalités spécifiées en 3.6.6.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant les valeurs d'absorbance (après déduction de l'absorbance de la solution de compensation) en fonction des teneurs nominales en nickel des solutions.

3.7 Expression des résultats

3.7.1 Mode de calcul

Convertir la lecture nette d'absorbance de la solution d'essai (obtenue en déduisant la lecture d'absorbance de la solution d'essai à blanc et de la solution de base de celle de la solution d'essai) en teneur en nickel au moyen de la courbe d'étalonnage (3.6.7).

La teneur en nickel (Ni), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0 \times 1\,000} \times K = \frac{m_1}{m_0 \times 10} \times K$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai correspondant à la partie aliquote de la solution d'essai;

m_1 est la masse, en milligrammes, de nickel contenue dans la partie aliquote de la solution d'essai, lue sur la courbe d'étalonnage;

K est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en nickel.

3.7.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

iTeh STANDARD PREVIEW

ISO 315:1984 **Tableau 2** Valeurs en pourcentage en masse
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d08c231d-7c4c-436f-970a-233642badd21/iso-315-1984>

| Teneur en nickel | Tolérance admissible | |
|------------------|----------------------------|---------------------------|
| | Trois dosages en parallèle | Deux dosages en parallèle |
| > 0,005 à 0,01 | 0,003 | 0,002 |
| > 0,01 à 0,02 | 0,005 | 0,004 |
| > 0,02 à 0,05 | 0,007 | 0,006 |
| > 0,05 à 0,1 | 0,01 | 0,008 |
| > 0,1 à 0,2 | 0,02 | 0,015 |
| > 0,2 à 0,5 | 0,03 | 0,02 |
| > 0,5 à 1,0 | 0,04 | 0,03 |

4 Méthode B: Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

4.1 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec les acides chlorhydrique et nitrique.

Séparation d'un éventuel résidu insoluble par filtration, le filtrat étant à conserver comme solution principale.

Calcination du filtre contenant le résidu et attaque avec les acides sulfurique et fluorhydrique.

Fusion du résidu calciné avec le carbonate de sodium.

Dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique et addition à la solution principale.

Aspiration de la solution dans la flamme d'un spectromètre d'absorption atomique utilisant un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène, et mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde de 232 nm.

Comparaison des valeurs d'absorbance obtenues avec les valeurs obtenues avec les solutions d'étalonnage.

4.2 Réactifs

4.2.1 **Carbonate de sodium**, anhydre.

4.2.2 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml.

4.2.3 **Acide chlorhydrique**, dilué 1 + 4.

4.2.4 **Acide chlorhydrique**, dilué 1 + 50.

4.2.5 **Acide nitrique**, ρ 1,40 g/ml.

4.2.6 **Acide sulfurique**, dilué 1 + 1.

4.2.7 **Acide fluorhydrique**, ρ 1,14 g/ml, solution à 40 % (m/m).

4.2.8 **Solutions de base.**

4.2.8.1 Solution A

Dissoudre 20 g de manganèse métallique de haute pureté dans 150 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.3), en chauffant, dans un bécher de 500 ml. Refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.2.8.2 Solution B

Dissoudre 20 g de manganèse métallique de haute pureté dans 150 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.3), en chauffant, dans un bécher de 500 ml. Ajouter 40 g de carbonate de sodium (4.2.1) préalablement dissous dans de l'eau. Refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.2.9 **Nickel**, solution étalon correspondant à 1 g de Ni par litre.

Peser 1,000 0 g de nickel métallique (pureté 99,95 %) dans un bécher de 250 ml et le dissoudre dans 20 ml d'un mélange formé de 3 parties en volume d'acide chlorhydrique (4.2.2) et de 1 partie en volume d'acide nitrique (4.2.5).

Porter la solution à ébullition et faire bouillir jusqu'à cessation du dégagement des oxydes d'azote. Refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de Ni.

4.2.10 **Nickel**, solution étalon correspondant à 0,05 g de Ni par litre.

Prélever, au moyen d'une pipette, 10 ml de la solution étalon de nickel (4.2.9) et les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml; compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,05 mg de Ni.

4.3 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, et

4.3.1 Creuset en platine.

4.3.2 **Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'un brûleur alimenté par de l'air et de l'acétylène.

Le spectromètre utilisé pour la présente méthode conviendra s'il répond aux critères suivants:

a) sensibilité minimale — l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 4.5.8) doit être d'au moins 0,3;

b) linéarité de la courbe — la pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs de la gamme de concentrations (exprimée en termes de variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 fois la valeur de la pente correspondant aux 20 % inférieurs de la gamme de concentrations, la détermination étant effectuée de la même manière;

c) stabilité minimale — l'écart-type de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée et l'écart-type de l'absorbance de la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage, calculés chacun sur un nombre suffisant de mesures successives, doivent être inférieurs respectivement à 1,5 % et 0,5 % de la valeur moyenne de l'absorbance de la solution la plus concentrée.

Il est recommandé d'utiliser un spectromètre d'absorption atomique équipé d'un enregistreur à bande et/ou d'un dispositif à lecture numérique.

Les paramètres instrumentaux sont susceptibles de varier avec chaque instrument. Les paramètres énumérés dans le tableau 3 peuvent être utilisés à titre indicatif.

Tableau 3

| Paramètre | Valeur |
|----------------------------------|------------|
| Lampe en nickel à cathode creuse | 30 mA |
| Largeur de la fente | 0,1 mm |
| Longueur d'onde | 232,0 nm |
| Débit d'air | 11,2 l/min |
| Débit d'acétylène | 1,2 l/min |

4.4 Échantillon

Pour l'échantillonnage des minerais de manganèse, voir ISO 4296/1. Pour la préparation des échantillons, voir ISO 4296/2.

Utiliser un échantillon pour analyse, d'une granulométrie inférieure à 100 µm obtenue par broyage (contrôlée à l'aide d'un tamis de dimension d'ouverture appropriée), et ayant été séché à l'air dans les conditions du laboratoire.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Prise d'essai

Peser 1 g de l'échantillon pour analyse.

4.5.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant tous les stades de l'analyse.

4.5.3 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (4.5.1) dans un bécher de 250 ml, humecter avec quelques gouttes d'eau et dissoudre dans 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2.2), en chauffant. Ajouter 1 ml d'acide nitrique (4.2.5).

Évaporer la solution jusqu'à siccité. Refroidir, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2.2) et chauffer jusqu'à dissolution des sels solubles. Diluer avec environ 30 ml d'eau chaude et filtrer la solution à travers un papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier. Laver cinq ou six fois avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.4) chaude, puis sept ou huit fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

4.5.4 Reprise du résidu

Transférer le papier filtre contenant le résidu dans le creuset en platine (4.3.1), sécher et calciner entre 500 et 600 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec de l'eau, ajouter 2 à 4 gouttes de la solution d'acide sulfurique (4.2.6) et 5 à 7 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.2.7).

Évaporer jusqu'à siccité et calciner le résidu entre 500 et 600 °C. Refroidir le creuset, ajouter 1 g de carbonate de sodium (4.2.1) et fondre entre 900 et 1 000 °C. Lixivier le culot de fusion dans 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.3), puis laver le creuset avec de l'eau. Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale (4.5.3).

NOTE — Si l'on sait que le minerai ne contient pas de composés insolubles du nickel, les opérations décrites en 4.5.4 peuvent être omises.

4.5.5 Préparation de la solution en vue du mesurage spectrométrique

Transvaser la solution combinée (4.5.3 et 4.5.4) dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Selon la teneur présumée en nickel, utiliser toute la solution ou introduire une partie aliquote de cette solution (voir tableau 4) dans une fiole de 100 ml, ajouter la solution de base (4.2.8.1 ou 4.2.8.2 selon la reprise du résidu) et l'acide chlorhydrique (4.2.2) comme indiqué dans le tableau 4, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.5.6 Préparation des gammes d'étalonnage

4.5.6.1 Teneur présumée en nickel supérieure à 0,02 % (m/m)

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire, au moyen d'une burette, 0,0; 4,0; 6,0; 10,0; 15,0 et 20,0 ml de la solution étalon de nickel (4.2.10), correspondant respectivement à des concentrations finales de 0,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,5 et 10,0 µg de nickel par millilitre. La première fiole jaugée sert à la préparation du terme zéro. Ajouter 25 ml de la solution de base (4.2.8.1 ou 4.2.8.2 selon la reprise du résidu) et 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.5.6.2 Teneur présumée en nickel inférieure à 0,02 % (m/m)

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml, introduire, au moyen d'une burette, 0,0; 1,0; 2,0; 2,5; 3,0 et 4,0 ml de la solution étalon de nickel (4.2.10), correspondant respectivement à des concentrations finales de 0,0; 0,5; 1,0; 1,25; 1,5 et 2,0 µg de nickel par millilitre. La première fiole jaugée sert à la préparation du terme zéro. Ajouter 25 ml de la solution de base (4.2.8.1 ou 4.2.8.2 selon la reprise du résidu) et 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.3), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE — Pour les instruments ayant une sensibilité élevée, on peut utiliser des quantités plus petites de solution étalon ou une solution étalon plus diluée.

4.5.7 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Optimiser la réponse de l'instrument comme décrit en 4.3.2. Régler la longueur d'onde à 232,0 nm de manière à obtenir

Tableau 4

| Teneur présumée en nickel | Partie aliquote | Teneur en nickel de la solution de dosage | Solution de base (4.2.8) | Acide chlorhydrique (4.2.2) |
|---------------------------|-----------------|---|--------------------------|-----------------------------|
| % (m/m) | ml | µg/ml | ml | ml |
| > 0,005 à 0,1 | — | > 0,5 à 10 | — | — |
| > 0,1 à 0,5 | 20 | > 2 à 10 | 20 | 12 |
| > 0,5 à 1,0 | 10 | > 5 à 10 | 22,5 | 13,5 |

l'absorbance minimale. Après avoir préchauffé le brûleur durant 10 min, régler le débit de carburant et le brûleur de façon à obtenir l'absorbance maximale pendant l'aspiration de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 4.5.6).

Aspirer de l'eau et la solution d'étalonnage la plus concentrée (4.5.6) pour vérifier que la lecture d'absorbance ne dérive pas, puis prendre la lecture initiale pour l'eau comme zéro d'absorbance.

4.5.8 Mesurages spectrométriques de l'absorption atomique

Aspirer de l'eau jusqu'à obtenir à nouveau la valeur initiale. Aspirer les solutions d'étalonnage (4.5.6) et la solution de dosage (4.5.5) dans l'ordre d'absorption croissante en commençant par la solution d'essai à blanc (4.5.2), la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage et la solution de dosage étant aspirées à des moments appropriés de la gamme d'étalonnage. Une fois qu'une réponse stable est obtenue, pour chaque solution, enregistrer les lectures. Aspirer de l'eau entre chaque solution d'étalonnage et d'essai (4.5.5).

Répéter les mesurages au moins deux autres fois. Si nécessaire, convertir en absorbance la moyenne des lectures correspondant à chaque solution d'étalonnage. Déterminer l'absorbance nette de chaque solution d'étalonnage en déduisant l'absorbance moyenne de la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage.

De manière similaire, déterminer l'absorbance nette de la solution de dosage en déduisant l'absorbance de la solution d'essai à blanc (4.5.2).

4.5.9 Établissement de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe d'étalonnage en portant les valeurs nettes d'absorbance des solutions d'étalonnage (4.5.6) en fonction de la concentration, en microgrammes par millilitre, de nickel.

4.6 Expression des résultats

4.6.1 Mode de calcul

Convertir la valeur nette d'absorbance de la solution de dosage en concentration de nickel au moyen de la courbe d'étalonnage (4.5.9).

La teneur en nickel (Ni), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{Q_{Ni} V \times 100}{m \times 10^6} \times K = \frac{Q_{Ni} V}{m \times 10^4} \times K$$

où

Q_{Ni} est la concentration, en microgrammes par millilitre, de nickel dans la solution de dosage;

V est le volume final, en millilitres, de la solution de dosage;

m est la masse, en grammes, d'échantillon contenue dans le volume final de la solution de dosage;

K est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en nickel.

4.6.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Tableau 5

Valeurs en pourcentage en masse

| Teneur en nickel | Tolérance admissible | |
|------------------|----------------------------|---------------------------|
| | Trois dosages en parallèle | Deux dosages en parallèle |
| > 0,005 à 0,01 | 0,003 | 0,002 |
| > 0,01 à 0,02 | 0,005 | 0,004 |
| > 0,02 à 0,05 | 0,007 | 0,006 |
| > 0,05 à 0,1 | 0,01 | 0,008 |
| > 0,1 à 0,2 | 0,02 | 0,015 |
| > 0,2 à 0,5 | 0,03 | 0,02 |
| > 0,5 à 1,0 | 0,04 | 0,03 |