

### OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme a pour objet la description d'une méthode de dosage spectrophotométrique du phosphore dans les minerais de manganèse.

La méthode est applicable aux minerais ayant des teneurs inférieures à 0,40 % de phosphore.

### PRINCIPE

Mise en solution nitrique-chlorhydrique-fluorhydrique-perchlorique et reprise éventuelle du résidu par fusion au carbonate de sodium.

Oxydation par l'acide perchlorique et réduction de l'arsenic par le disulfite de sodium.

Formation du complexe phosphomolybdique en milieu sulfurique et réduction du complexe par l'acide ascorbique.

Spectrophotométrie.

### RÉACTIFS

- 1 — Carbonate de sodium;
- 2 — Acide nitrique ( $\rho_{20} = 1,38$  g/ml);
- 3 — Acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,19$  g/ml);
- 4 — Acide fluorhydrique ( $\rho_{20} = 1,14$  g/ml);
- 5 — Acide perchlorique ( $\rho_{20} = 1,61$  g/ml);
- 6 — Acide perchlorique ( $\rho_{20} = 1,61$  g/ml) dilué (1 + 1);
- 7 — Nitrite de sodium : solution à 100 g de Na NO<sub>2</sub> au litre;
- 8 — Disulfite de sodium : solution à 100 g au litre;  
Dissoudre 100 g de disulfite de sodium Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sec dans 700 ml d'eau tiède, filtrer et recevoir la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.
- 9 — Acide ascorbique : solution aqueuse à 2 g au litre;
- 10 — Molybdate d'ammonium : solution à 20 g au litre;  
Verser dans 500 ml d'eau, 300 ml d'acide sulfurique ( $\rho_{20} = 1,83$  g/ml).  
Dissoudre 20 g de molybdate d'ammonium dans environ 100 ml d'eau. Ajouter cette solution au mélange précédent, agiter, refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au trait de jauge avec de l'eau.

11 — Réactif molybdique : ce réactif est à préparer au moment de l'emploi.

Ajouter dans l'ordre dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 500 ml d'eau et 250 ml de solution de molybdate d'ammonium (10). Agiter, ajouter 100 ml de solution d'acide ascorbique (9) et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

12 — Solution-étalon de phosphore à 0,005 g au litre.

Dissoudre exactement 0,439 g de dihydrogénophosphate de potassium  $H_2KPO_4$ , préalablement séché à 110 °C, dans 100 ml d'eau. Ajouter 50 ml d'acide perchlorique ( $\rho_{20} = 1,61 \text{ g/ml}$ ) dilué (1 + 5). Diluer à 1 000 ml avec de l'eau en fiole jaugée. Homogénéiser.

Prélever exactement 50 ml de cette solution et les diluer à 1 000 ml avec de l'eau en fiole jaugée. Homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 5  $\mu\text{g}$  de phosphore.

## APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et notamment :

- capsule en platine;
- bécber de 400 ml en polytétrafluoroéthylène (\*);
- fioles jaugées de 100 ml, **NF B 35-307**;
- fioles coniques de 250 ml, **NF B 35-008**.

Spectrophotomètre.

## MODE OPÉRATOIRE

### Échantillon

Poudre passant au tamis d'ouverture de maille de 0,160 mm.

### Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, une prise d'essai d'environ 1 g pour les teneurs en phosphore inférieures à 0,20 %.

Peser, à 0,001 g près, une prise d'essai d'environ 0,5 g pour les teneurs en phosphore comprises entre 0,20 et 0,40 %.

Effectuer parallèlement la détermination de l'humidité.

### Essai à blanc

Effectuer un **essai à blanc** parallèlement au dosage en suivant le même mode opératoire et en utilisant la même quantité de tous les réactifs.

### Essai de contrôle

Contrôler la validité de l'exécution de la méthode en effectuant parallèlement à l'analyse et en suivant le même mode opératoire, le dosage du phosphore dans un ou plusieurs échantillons de même nature à teneur connue en phosphore.

### Dosage

1) Introduire la prise d'essai dans un bécber en polytétrafluoroéthylène de 400 ml. Mettre en solution par 10 ml d'acide nitrique (2), 10 ml d'acide chlorhydrique (3) et environ 5 ml d'acide fluorhydrique (4). Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (5).

Chauffer doucement d'abord, puis augmenter le chauffage jusqu'à formation de fumées lourdes perchloriques. Laisser refroidir, reprendre par 5 ml d'acide nitrique (1), 20 ml d'eau et environ 1 ml de solution de nitrite de sodium (7). Porter à l'ébullition puis laisser refroidir.

S'il subsiste un résidu, le filtrer et conserver le filtrat. Laver le résidu à l'eau et calciner dans une capsule en platine. Ajouter 2 g de carbonate de sodium (1) et fondre ce résidu. Reprendre le résidu de la fusion avec 5 ml d'acide nitrique (2) et 10 ml d'eau. Ajouter 5 ml d'acide perchlorique (5) et chauffer jusqu'à formation de fumées lourdes perchloriques. Laisser refroidir. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (2) et 10 ml d'eau, chauffer puis laisser refroidir. Ajouter cette solution au filtrat principal.

Tranvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter et homogénéiser.

---

(\*) Commercialement appelé « Teflon ».