
Norme internationale



4298

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

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du manganèse — Méthode potentiométrique

Manganese ores and concentrates — Determination of manganese content — Potentiometric method

Deuxième édition — 1984-11-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4298:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82e0de2-7bbb-4480-acc3-5bf63a3e2e24/iso-4298-1984>

CDU 553.32 : 546.711 : 543.257

Réf. n° : ISO 4298-1984 (F)

Descripteurs : minéral, minerai de manganèse, concentré, analyse chimique, dosage, manganèse, méthode potentiométrique.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4298 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

[ISO 4298:1984](#)

La Norme internationale ISO 4298 a été pour la première fois publiée en 1978. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision mineure.

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du manganèse — Méthode potentiométrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode potentiométrique de dosage du manganèse dans les minerais et concentrés de manganèse dont la teneur en manganèse est égale ou supérieure à 15 % (m/m).

Elle 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.*

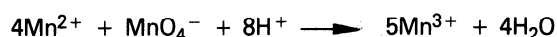
ISO 4297, *Minerais et concentrés de manganèse — Méthodes d'analyse chimique — Instructions générales.*

3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec les acides chlorhydrique, nitrique, perchlorique et fluorhydrique. Séparation du résidu insoluble, le filtrat étant à conserver comme solution principale. Calcination du résidu, fusion avec le carbonate de sodium, dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique et addition à la solution principale. Addition d'une partie aliquote de la solution résultante à une solution de pyrophosphate de sodium, ajustement du pH à 7,0 et titrage potentiométrique avec une solution titrée de permanganate de potassium.

4 Réaction

La méthode est basée sur l'oxydation des ions manganèse(II) en ions manganèse(III) par le permanganate de potassium en milieu neutre, en présence de pyrophosphate de sodium:



Le fer et les autres éléments interférants sont éliminés par formation de complexes pyrophosphate solubles.

5 Réactifs

5.1 Carbonate de sodium (Na_2CO_3), anhydre.

5.2 Carbonate de sodium, solution à 50 g/l.

5.3 Pyrophosphate de sodium décahydraté ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), solution à 120 g/l.

Préparer cette solution 24 h avant son utilisation.

5.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

5.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 4.

5.6 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml.

5.7 Acide perchlorique, ρ 1,51 g/ml.

5.8 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

5.9 Permanganate de potassium (KMnO_4), recristallisé, pur à au moins 99,5 %.

Dissoudre 250 g de permanganate de potassium (pureté minimale 99,5 %) dans 800 ml d'eau chaude (90 °C) dans un bécher de 1 000 ml. Filtrer la solution sous vide à travers un creuset filtrant à plaque en verre fritté de porosité P 3. Refroidir le filtrat dans un mélange glace/eau jusqu'à 10 °C, tout en agitant énergiquement. Laisser le précipité se déposer en grains fins. Rejeter ensuite la solution, transférer la masse cristalline dans le creuset filtrant à plaque en verre fritté de porosité P 3 et aspirer sous vide. Répéter la recristallisation.

Après aspiration, transférer la masse cristalline ainsi obtenue dans une capsule en verre ou en porcelaine, et sécher à l'air

libre à l'abri de la lumière et de la poussière. Dès que la masse cristalline ne s'agglomère plus lorsqu'on l'écrase avec une baguette en verre, la sécher en étuve entre 80 et 100 °C durant 2 à 3 h. La transférer ensuite dans un flacon en verre brun à bouchon rodé.

Le permanganate de potassium ainsi obtenu contient 34,76 % (m/m) de manganèse et n'est pas hygroscopique.

5.10 Manganèse, solution étalon de référence correspondant à 1 g de Mn par litre.

Introduire 10 g de manganèse électrolytique (pureté minimale 99,95 %) dans un bécher de 400 ou 500 ml. Ajouter un mélange formé de 50 ml d'eau et de 5 ml d'acide nitrique (5.8), et laisser réagir durant quelques minutes jusqu'à ce que la surface devienne brillante. Laver le manganèse ainsi traité six fois avec l'eau, puis avec de l'acétone (5.10) et sécher à 100 °C durant 10 min. Introduire 1 g du manganèse traité dans un bécher de 400 ou 500 ml, et ajouter 20 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml, dilué 1 + 1) et environ 100 ml d'eau. Faire bouillir la solution durant quelques minutes, refroidir, 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 Mn.

5.11 Permanganate de potassium (KMnO₄), solution titrée, c(1/5 KMnO₄) ≈ 0,1 mol/l.

Dissoudre 3,20 g de permanganate de potassium dans 1 000 ml d'eau, laisser reposer durant 6 jours, puis transvaser dans un flacon en verre brun et homogénéiser.

5.11.1 Étalonnage avec la solution étalon de référence de manganèse (5.10)

Introduire 100 ml de la solution étalon de référence de manganèse (5.10) dans un bécher de 500 à 800 ml et ajouter, tout en agitant, 250 ml de la solution de pyrophosphate de sodium (5.3). Ajuster le pH de la solution à 7 avec de l'acide chlorhydrique (5.5) [contrôler le pH au moyen d'un pH-mètre ou de l'indicateur au bleu de bromothymol (5.12)] et titrer avec la solution de permanganate de potassium, (5.11) en utilisant le pH-mètre (6.1), jusqu'à l'observation du saut maximal de potentiel sur le voltmètre.

Effectuer un essai à blanc en omettant la solution étalon de manganèse

La concentration en masse de la solution de permanganate de potassium, ρ, est donné par l'équation

$$\rho = \frac{m_1}{V_1 - V_2}$$

où

m₁ est la masse, en grammes, de manganèse contenue dans la partie aliquote de la solution étalon de référence de manganèse (5.10) ;

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium, utilisé pour le tirage de la solution étalon de référence de manganèse ;

V₂ est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium, utilisé pour le titrage de la solution de l'essai à blanc.

5.11.2 Étalonnage avec le permanganate de potassium (5.9)

Introduire 1,5 g de permanganate de potassium (5.9) dans un bécher de 250 ou 300 ml en fluoroplastique ou en polytétrafluoréthylène, ajouter 30 à 40 ml d'eau et bien homogénéiser. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (5.4), couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer. Dès que la réaction a cessé, rincer le verre de montre en recueillant les eaux de rinçage dans le bécher. Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (5.7) et 20 ml d'acide fluorhydrique (5.6) à la solution refroidie, et évaporer jusqu'à l'apparition d'abondantes fumées d'acide perchlorique. Refroidir la solution, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (5.5) et chauffer jusqu'à disparition de la coloration rose de la solution.

Après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Prélever une partie aliquote de 100 ml et l'introduire, tout en agitant, dans un bécher de 500 à 800 ml contenant 250 ml de la solution de pyrophosphate de sodium (5.3). Ajuster le pH de la solution à 7 avec de l'acide chlorhydrique (5.5) ou avec de la solution de carbonate de sodium (5.2) [contrôler le pH au moyen d'un pH-mètre ou de l'indicateur au bleu de bromothymol (5.12)], et titrer avec la solution de permanganate de potassium (5.11), en utilisant le pH-mètre (6.1), jusqu'à l'observation du saut maximal de potentiel sur le voltmètre.

Effectuer un essai à blanc en omettant le permanganate de potassium solide.

La concentration en masse de la solution de permanganate de potassium, ρ, est donnée par l'équation

$$\rho = \frac{m_2 \times 0,3476}{V_3 - V_4}$$

où

m₂ est la masse, en grammes, de permanganate de potassium (5.9) contenue dans la partie aliquote de la solution prélevée pour le titrage ;

V₃ est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium, utilisé pour le titrage du manganèse ;

V₄ est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium, utilisé pour le titrage de la solution de l'essai à blanc ;

0,3476 est le facteur de conversion du permanganate de potassium en manganèse.

5.12 Indicateur au bleu de bromothymol, solution aqueuse à 0,4 g/l.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 pH-mètre, équipé de l'une des paires d'électrodes suivantes :

- a) pour le titrage potentiométrique :
 - platine-calomel saturé ;
 - platine-tungstène ;
 - platine-platine ;
- b) pour le mesurage du pH :
 - verre-argent-chlorure d'argent.

6.2 Creuset en platine.

7 Échantillonnage

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

8 Mode opératoire

8.1 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage.

8.2 Mise en solution de la prise d'essai

Placer une prise d'essai de 1 g dans un bécher de 250 ou 300 ml en fluoroplastique ou en polytétrafluoréthylène, humecter avec quelques gouttes d'eau, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (5.4) et 2 à 3 ml d'acide nitrique (5.8), chauffer jusqu'à cessation du dégagement de vapeurs nitreuses et refroidir. Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (5.7) et chauffer, d'abord doucement puis très fort, pour dissoudre le minerai. Refroidir la solution, ajouter 10 ml d'acide fluorhydrique (5.6) et évaporer jusqu'à l'apparition d'abondantes fumées d'acide perchlorique. Refroidir la solution, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (5.5) et chauffer jusqu'à dissolution des sels. Filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre, à texture moyenne, contenant une faible quantité de papier, puis laver 10 à 12 fois avec de l'eau tiède. Conserver le filtrat (A).

8.3 Reprise du résidu

Transférer le filtre contenant le résidu dans un creuset en platine, sécher, calciner et fondre avec 2 g de carbonate de sodium (5.1). Refroidir le creuset contenant le culot de fusion, placer dans un bécher de 250 ml, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (5.4) et 30 à 40 ml d'eau, et chauffer jusqu'à dissolution complète du culot de fusion. Retirer le creuset du bécher et le rincer avec de l'eau, en recueillant les eaux de rinçage dans le bécher. Refroidir la solution et l'ajouter au filtrat A.

8.4 Titrage

Transvaser la solution ainsi obtenue dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Prélever une partie aliquote de 100 ml de la solution et l'introduire, tout en agitant continuellement, dans un bécher de 500 à 800 ml contenant 250 ml de la solution de pyrophosphate de sodium (5.3).

La solution obtenue devrait être limpide. S'il se forme un résidu, il est nécessaire soit de prélever une partie aliquote plus faible, soit de prendre une plus grande quantité de solution de pyrophosphate de sodium.

Ajuster le pH de la solution à 7 avec de l'acide chlorhydrique (5.5) ou avec de la solution de carbonate de sodium (5.2) [contrôler le pH au moyen d'un pH-mètre ou de l'indicateur au bleu de bromothymol (5.12)], et titrer avec la solution de permanganate de potassium (5.11), en utilisant le pH-mètre (6.1), jusqu'à l'observation du saut maximal de potentiel sur le voltmètre.

9 Expression des résultats

Mode de calcul

La teneur en manganèse (Mn), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{\rho (V_5 - V_6) \times 100}{m_3} \times K$$

ρ est la concentration de la solution de permanganate de potassium (5.11), exprimée en grammes de manganèse par millilitre de solution ;

V_5 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (5.11), utilisé pour le titrage de la partie aliquote de la solution d'essai ;

V_6 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (5.11), utilisé pour le titrage de la solution de l'essai à blanc ;

m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai de minerai ou de concentré correspondant à la partie aliquote de la solution d'essai ;

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

9.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Teneur en manganèse	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
De 15 à 40	0,30	0,25
De 40 à 50	0,40	0,30
Au-dessus de 50	0,50	0,40

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4298:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82e0de2-7bbb-4480-acc3-5bf63a3e2e24/iso-4298-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4298:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82e0de2-7bbb-4480-acc3-5bf63a3e2e24/iso-4298-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4298:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a82e0de2-7bbb-4480-acc3-5bf63a3e2e24/iso-4298-1984>