

---

# Norme internationale



# 5890

---

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

---

## Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du silicium — Méthode gravimétrique

*Manganese ores and concentrates — Determination of silicon content — Gravimetric method*

Première édition — 1981-05-15

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5890:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25b6677c-3c9b-4bcc-8f93-8e4660c97803/iso-5890-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25b6677c-3c9b-4bcc-8f93-8e4660c97803/iso-5890-1981>

---

CDU 553.32 : 543.21 : 546.28

Réf. n° : ISO 5890-1981 (F)

Descripteurs : analyse chimique, dosage, silicium, méthode gravimétrique.

## 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 5890 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 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5890:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25b6677c-3c9b-4bcc-8f93-8e4660c97803/iso-5890-1981)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25b6677c-3c9b-4bcc-8f93-8e4660c97803/iso-5890-1981>

|                         |                       |                 |
|-------------------------|-----------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Égypte, Rép. arabe d' | Roumanie        |
| Allemagne, R.F.         | France                | Royaume-Uni     |
| Australie               | Hongrie               | Tchécoslovaquie |
| Autriche                | Inde                  | URSS            |
| Chine                   | Italie                |                 |
| Corée, Rép. dém. p. de  | Pologne               |                 |

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du silicium — Méthode gravimétrique

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage du silicium dans les minerais et concentrés de manganèse.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en silicium est supérieure à 0,5 % (*m/m*) et dont la teneur en fluor est inférieure ou égale à 0,1 % (*m/m*).

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

## 2 Référence

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 et perchlorique. Filtration du résidu contenant le silicium, le filtrat étant à conserver comme solution principale. Calcination du papier filtre contenant le résidu. Fusion du résidu avec le carbonate de sodium; lixiviation du culot de fusion par l'acide chlorhydrique et addition à la solution principale.

Séparation de la silice par évaporation de la solution en milieu perchlorique et pesée de la silice impure. Volatilisation de la silice par les acides fluorhydrique et sulfurique, pesée du résidu et calcul de la teneur en silicium à partir de la différence de masse.

## 4 Réactifs

4.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Acide nitrique,  $\rho$  1,40 g/ml.

4.3 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

4.4 Acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml.

4.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 4.

4.6 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 9.

4.7 Acide fluorhydrique,  $\rho$  1,14 g/ml.

4.8 Acide perchlorique,  $\rho$  1,51 g/ml.

4.9 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 g/l.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Four à moufle, réglable à une température comprise entre 700 et 1 100 °C.

5.2 Creusets en platine.

## ISO 5890:1986 Mode opératoire

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25b6677c-3c9b-4bcc-8f93-8e4660c97803/iso-5890-1986>

### 6.1 Prise d'essai

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

Tableau 1

| Teneur présumée en silicium<br>% ( <i>m/m</i> ) | Masse de la prise d'essai<br>g |
|---|--------------------------------|
| De 0,5 à 2                                      | 2,0                            |
| De 2 à 10                                       | 1,0                            |
| De 10 à 20                                      | 0,5                            |

### 6.2 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 250 à 300 ml, l'humecter avec quelques gouttes d'eau, ajouter 15 à 30 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et chauffer doucement jusqu'à mise en solution de la prise d'essai. Ajouter 2 à 3 ml d'acide nitrique (4.2), chauffer jusqu'à cessation du dégagement des fumées nitreuses, et laisser refroidir. Ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.8) et chauffer doucement jusqu'à l'apparition d'abondantes fumées blanches perchloriques.

Laisser refroidir la solution, ajouter 30 à 40 ml d'eau chaude et quelques gouttes de solution de peroxyde d'hydrogène (4.9). Chauffer jusqu'à clarification de la solution et la filtrer sur un papier filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pâte à papier. Transférer le résidu à l'aide d'une baguette en verre à embout de caoutchouc, du bécher sur le papier filtre.

Laver le résidu et le bécher 4 à 6 fois avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.6) et 3 ou 4 fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

**6.3 Reprise du résidu**

Introduire le papier filtre contenant le résidu dans un creuset en platine (5.2). Chauffer doucement pour sécher, incinérer et calciner dans le four à moufle (5.1) réglé à une température comprise entre 700 et 750 °C. Laisser refroidir, ajouter 3 g de carbonate de sodium (4.1), mélanger et fondre à une température comprise entre 1 000 et 1 100 °C, jusqu'à l'homogénéisation du culot de fusion.

Laisser refroidir le creuset contenant le culot de fusion et le placer dans le bécher où la mise en solution de la prise d'essai s'est effectuée. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.5) chaud et chauffer jusqu'à dissolution du culot de fusion. Retirer le creuset du bécher et le rincer avec de l'eau. Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale.

**6.4 Séparation de la silice**

Ajouter, à la solution obtenue en 6.3, 30 ml d'acide perchlorique (4.8) et chauffer jusqu'à l'apparition des fumées blanches perchloriques. Couvrir le bécher avec un verre de montre et conserver le chauffage pour maintenir cet état jusqu'à l'évaporation de la majeure partie de l'acide perchlorique, mais éviter d'évaporer jusqu'à siccité.

Laisser refroidir la solution, ajouter 40 à 50 ml d'eau chaude et 2 ou 3 gouttes de solution de peroxyde d'hydrogène (4.9). Chauffer pour dissoudre les sels, jusqu'à clarification de la solution, et la filtrer immédiatement sur un papier filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pâte à papier. Transférer le précipité de silice à l'aide d'une baguette en verre à embout de caoutchouc, du bécher sur le papier filtre.

Laver le précipité et le bécher 2 ou 3 fois avec de l'eau froide, puis 6 à 8 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.6) chaud et de nouveau 2 ou 3 fois avec de l'eau froide. Rejeter le filtrat et les liquides de lavage si la teneur en silicium est inférieure ou égale à 10 % (m/m). Si la teneur en silicium est supérieure à 10 % (m/m), ajouter, au filtrat, 20 ml d'acide perchlorique (4.8) et répéter l'évaporation. Filtrer sur un nouveau papier filtre et traiter ensemble les deux précipités de silice comme indiqué en 6.5.

**6.5 Traitement du résidu de silice**

Introduire le papier filtre contenant le résidu dans un creuset en platine (5.2). Chauffer doucement pour sécher, incinérer et calciner dans le four à moufle (5.1) réglé à une température comprise entre 700 et 750 °C. Augmenter ensuite la température jusqu'à 1 000 à 1 100 °C. Maintenir le résidu à cette température durant 1 h (jusqu'à l'obtention d'une masse constante). Laisser refroidir le creuset contenant la silice brute dans un dessiccateur. Peser le creuset avec le précipité (m<sub>1</sub>). Humecter le précipité avec quelques gouttes d'eau, ajouter 5 gouttes d'acide sulfurique (4.3) et 5 à 10 ml d'acide fluorhydrique (4.7), et évaporer la solution jusqu'à l'élimination du silicium et de l'acide sulfurique.

Introduire le creuset contenant les impuretés dans le four à moufle et calciner à une température comprise entre 1 000 et 1 100 °C, jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

Laisser refroidir le creuset et le peser (m<sub>2</sub>).

**6.6 Essai à blanc**

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

**7 Expression des résultats**

**7.1 Mode de calcul**

La teneur en silicium (Si), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{0,4674 \times [(m_1 - m_2) - (m'_1 - m'_2)] \times 100}{m_0} \times K$$

où

m<sub>0</sub> est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m<sub>1</sub> est la masse, en grammes, du creuset contenant la silice brute;

m<sub>2</sub> est la masse, en grammes, du creuset contenant les impuretés;

m'<sub>1</sub> est la masse, en grammes, du creuset contenant la silice brute dans l'essai à blanc;

m'<sub>2</sub> est la masse, en grammes, du creuset contenant les impuretés dans l'essai à blanc;

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

NOTE — Si l'on désire exprimer la teneur en silicium en pourcentage en masse d'oxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>), multiplier le résultat obtenu par le facteur 2,139.

**7.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle**

Tableau 2

| Teneur en silicium | Tolérances admissibles    |                            |
|--------------------|---------------------------|----------------------------|
|                    | Deux dosages en parallèle | Trois dosages en parallèle |
| % (m/m)            | % (m/m)                   | % (m/m)                    |
| De 0,5 à 1,0       | 0,06                      | 0,07                       |
| De 1,0 à 2,0       | 0,08                      | 0,10                       |
| De 2,0 à 5,0       | 0,13                      | 0,15                       |
| De 5,0 à 10,0      | 0,18                      | 0,20                       |
| De 10,0 à 20,0     | 0,26                      | 0,30                       |