

Norme internationale 5975

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

Minerais de chrome — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

Chromium ores — Determination of calcium and magnesium contents — EDTA titrimetric method

Première édition — 1983-07-01

Free STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5975:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7796f634-40d1-4f8e-a21c-886667f9f14b/iso-5975-1983>

CDU 553.461 : 543.24 : 546.41 : 546.46

Réf. n° : ISO 5975-1983 (F)

Descripteurs : minéral de chrome, analyse chimique, dosage, calcium, magnésium, méthode volumétrique.

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 5975 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*, et a été soumise aux comités membres en avril 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée: [ISO 5975:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7796f634-40d1-4f8e-a21c-88666785740c/iso-5975-1983)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7796f634-40d1-4f8e-a21c-88666785740c/iso-5975-1983>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Chine	Japon	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	
Espagne	Roumanie	

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

Australie

Minerais de chrome — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique à l'EDTA pour le dosage du calcium et du magnésium dans les minerais de chrome.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en calcium est supérieure à 0,1 % (m/m) et la teneur en magnésium supérieure à 3,0 % (m/m).

La présente Norme internationale devra être lue conjointement avec l'ISO 6629.

2 Référence

ISO 6629, *Minerais et concentrés de chrome — Méthodes d'analyse chimique — Instructions générales.*

3 Principe

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

Dans le cas de minerais difficilement solubles, filtration du résidu insoluble, calcination, attaque avec l'acide fluorhydrique, fusion avec du carbonate de sodium et addition de la solution du culot de fusion à la solution principale. Séparation de la majeure partie du chrome par distillation sous forme de chlorure de chromyle.

Séparation du fer, du titane, de l'aluminium et du manganèse par traitement avec une solution d'ammoniaque en présence de persulfate d'ammonium.

Dosage du calcium sur une partie aliquote de la solution principale par titrage avec une solution titrée d'EDTA (pH $\approx$ 12,5), en présence de fluorexon comme indicateur.

Dosage du calcium et du magnésium sur une seconde partie aliquote de la solution principale par titrage avec une solution titrée d'EDTA (pH $\approx$ 10), en présence de noir Ériochrome T comme indicateur.

Calcul de la teneur en magnésium par différence.

4 Réactifs

4.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2 Chlorure de potassium.

4.3 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

4.4 Acide perchlorique, ρ 1,50 g/ml.

4.5 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.6 Acide fluorhydrique, ρ 1,13 g/ml, solution à 40 % (m/m).

4.7 Ammoniaque, solution, ρ 0,91 g/ml.

4.8 Ammoniaque, solution diluée 1 + 100.

4.9 Éthanol, rectifié.

4.10 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 3.

4.11 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 100.

4.12 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

4.13 Persulfate d'ammonium, solution à 20 % (m/m).

4.14 Hydroxyde de sodium, solution à 40 % (m/m).

Préparer la solution au moment de l'emploi en utilisant de l'eau distillée préalablement bouillie durant 30 min et refroidie.

4.15 Sulfate de magnésium, solution à 0,025 mol/l.

Dissoudre 3,009 3 g de sulfate de magnésium, préalablement séché à 220 ± 10 °C jusqu'à masse constante, dans de l'eau, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.16 Chlorure de magnésium, solution à 0,025 mol/l.

Placer 0,607 7 g de magnésium de pureté spectrale dans un bécher de 400 ml et ajouter avec précaution 60 à 70 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.10) par petites portions. Après dissolution complète du chlorure de magnésium, laisser refroidir la solution, la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.17 Dichromate de potassium, solution à 0,5 % (m/m).

4.18 Dihydrogéné(éthylènedinitrilo)tétracétate de disodium (EDTA), solution titrée, $c(\text{EDTA}) = 0,025 \text{ mol/l}$.

4.18.1 Préparation de la solution

Placer 9,3 g d'EDTA dans un bécher de 400 ml, ajouter 250 à 300 ml d'eau et chauffer entre 50 et 60 °C jusqu'à dissolution de l'EDTA. Filtrer la solution en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 1 000 ml, refroidir, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Conserver la solution dans un flacon en polyéthylène.

4.18.2 Étalonnage de la solution

Placer 20 ml de la solution de sulfate de magnésium (4.15) ou de la solution de chlorure de magnésium (4.16) dans une fiole conique de 500 ml, diluer à 100 ml avec de l'eau, ajouter 30 ml de la solution tampon (4.21), 2 ml de la solution de dichromate de potassium (4.17) et 0,1 à 0,15 g de mélange d'indicateur au noir Ériochrome T avec du chlorure de potassium (4.24). Homogénéiser soigneusement la solution après l'addition de chaque réactif.

Titre lentement avec la solution d'EDTA (4.18.1) jusqu'à virage du rouge vineux au bleu. Pendant le titrage, il est recommandé de disposer pour la comparaison d'une solution préalablement titrée.

En même temps, effectuer un essai à blanc.

4.18.3 Calcul de la concentration

La concentration, c_{Mg} , de la solution d'EDTA, exprimée en grammes de magnésium par millilitre, est donnée par la formule

$$c_{\text{Mg}} = \frac{m_1 \times 20}{V_1 - V_2}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de magnésium contenue dans 1 ml de la solution de sulfate de magnésium (4.15) ou de chlorure de magnésium (4.16) ;

V_1 est le volume, en millilitres, de solution d'EDTA, utilisé pour le titrage ;

V_2 est le volume, en millilitres, de solution d'EDTA, utilisé pour le titrage de la solution de l'essai à blanc.

La concentration, c_{Ca} , de la solution d'EDTA, exprimée en grammes de calcium par millilitre, est donnée par la formule

$$c_{\text{Ca}} = c_{\text{Mg}} \times 1,6485$$

où 1,6485 est le facteur de conversion du magnésium en calcium.

4.19 EDTA, solution titrée, $c(\text{EDTA}) = 0,0125 \text{ mol/l}$.

Introduire 250 ml de la solution d'EDTA (4.18) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.20 EDTA, solution titrée, $c(\text{EDTA}) = 0,005 \text{ mol/l}$.

Introduire 100 ml de la solution d'EDTA (4.18) dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.21 Solution tampon.

Dissoudre 68 g de chlorure d'ammonium dans 400 ml d'eau, ajouter 570 ml de la solution d'ammoniaque (4.7), diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4.22 Vert malachite {chlorure de 4-[4-(diméthylamino)- α -phénylbenzylidène-2,5-cyclohexadiénylidène] diméthylammonium} ($\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{ClN}_2$), C.I. 42000, solution alcoolique à 0,2 % (m/m).

4.23 Fluorexon {acide [fluorescéine-2', 7'-diyl-bis(méthylènenitrilo)]tétracétique} ($\text{C}_{30}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_{13}$).

Mélanger 0,1 g d'indicateur avec 10 g de chlorure de potassium (4.2) et broyer dans un mortier.

4.24 Noir Ériochrome T {3-hydroxy-4-[(1-hydroxy-2-naphtylazo)-7-nitro-1-naphtalènesulfonate de sodium]} ($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}$), C.I. 14645.

Mélanger 0,1 g d'indicateur avec 10 g de chlorure de potassium (4.2) et broyer dans un mortier.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Titrimètre photoélectrique.

6 Mode opératoire

6.1 Prise d'essai

Peser 0,25 g de l'échantillon pour analyse chimique dans un bécher de 250 ml.

6.2 Mise en solution de la prise d'essai

6.2.1 Humecter la prise d'essai (6.1) avec de l'eau, ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.3) et 50 ml d'acide perchlorique (4.4), couvrir d'un verre de montre et chauffer jusqu'à dégagement des fumées perchloriques.

Maintenir la solution à la température du dégagement des fumées perchloriques durant 10 à 15 min. Laisser refroidir le contenu du bécher, laver les parois et le verre de montre avec de l'eau, chauffer à nouveau jusqu'à dégagement des fumées perchloriques et poursuivre le chauffage durant encore 10 à 15 min. Répéter cette opération jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai.

6.2.2 Dans le cas de minerais difficilement solubles, ajouter au contenu du bécher 5 à 10 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et 30 à 40 ml d'eau, et chauffer jusqu'à dissolution des sels. Filtrer la solution sur un papier filtre pour filtration rapide, contenant une faible quantité de pâte à papier sans cendres. Laver le précipité sur le papier filtre 10 à 12 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.11) chaud et ajouter les liquides de lavage au filtrat principal. Conserver le filtrat comme solution principale.

Introduire le papier filtre contenant le précipité dans un creuset en platine, sécher, incinérer et calciner entre 800 et 900 °C.

Laisser refroidir le creuset contenant le résidu.

Humecter le résidu avec quelques gouttes d'eau, ajouter 3 à 4 gouttes d'acide sulfurique (4.12) et 2 à 3 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.6), chauffer jusqu'à l'élimination complète de l'acide sulfurique et calciner entre 700 et 800 °C.

Laisser refroidir le contenu du creuset.

Fondre le résidu avec 1 à 2 g de carbonate de sodium (4.1) entre 1 000 et 1 100 °C. Lixivier le culot de fusion, pendant le chauffage, par 20 à 30 ml d'acide chlorhydrique (4.11) chaud et ajouter la solution obtenue à la solution principale.

6.3 Préparation de la solution d'essai

Dans chaque cas (6.2.1 et 6.2.2), évaporer la solution jusqu'à début de dégagement des fumées perchloriques.

Enlever le verre de montre et ajouter avec précaution, goutte à goutte, de l'acide chlorhydrique (4.5) sur les parois du bécher jusqu'à cessation du dégagement des fumées brunes de chlorure de chromyle, le chrome étant réduit à l'état trivalent pendant cette opération. Couvrir le bécher d'un verre de montre et poursuivre le chauffage de la solution jusqu'à l'oxydation complète du chrome. Répéter la distillation du chlorure de chromyle jusqu'à l'élimination de la majeure partie du chrome (jusqu'à ce que la solution soit presque incolore).

Ajouter 5 à 7 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et 30 à 40 ml d'eau, et chauffer jusqu'à dissolution des sels. Laisser refroidir le contenu du bécher et laver ses parois et le verre de montre avec de l'eau.

Diluer la solution à 80 à 100 ml avec de l'eau chaude, ajouter 5 ml de la solution de persulfate d'ammonium (4.13) et de la solution d'ammoniaque (4.7) jusqu'à l'odeur sensible de l'ammoniac et encore 2 à 3 ml. Chauffer la solution avec le précipité jusqu'à décomposition du persulfate d'ammonium. Dans le cas où l'odeur de l'ammoniac disparaît, ajouter de la solution d'ammoniaque (4.7) jusqu'à l'odeur persistante de l'ammoniac. Laisser le précipité se déposer et filtrer la solution sur un papier filtre sec à texture moyenne, puis laver le précipité sur le papier filtre 5 ou 6 fois avec de la solution d'ammoniaque (4.8) chaude. Conserver le filtrat et les liquides de lavage comme solution principale. Dissoudre le précipité sur le papier filtre par 40 à 50 ml d'acide chlorhydrique (4.10) chaud, en recueillant le filtrat dans le bécher où la précipitation s'est effectuée. Laver le papier filtre 10 à 12 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.11) chaud. Ajouter à la solution 5 ml de la solution de persulfate d'ammonium (4.13) et de la solution d'ammoniaque (4.7) jusqu'à l'odeur sensible de l'ammoniac et encore 2 à 3 ml.

Chauffer la solution avec le précipité jusqu'à l'ébullition et faire bouillir jusqu'à décomposition du persulfate d'ammonium. Dans le cas où l'odeur de l'ammoniac disparaît, ajouter de la solution d'ammoniaque (4.7) jusqu'à l'odeur persistante de l'ammoniac.

Laisser le précipité se déposer et filtrer la solution sur un papier filtre à texture moyenne, puis laver le bécher et le précipité 5 ou 6 fois avec de la solution d'ammoniaque (4.8) chaude. Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale.

Évaporer la solution réunie jusqu'à l'obtention d'un volume de 100 à 150 ml, transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, refroidir, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

6.4 Dosage du calcium

Introduire une partie aliquote de 100 ml de la solution d'essai (6.3) dans une fiole conique de 500 ml, ajouter 3 ou 4 gouttes de la solution alcoolique de vert malachite (4.22) et, en agitant énergiquement, ajouter de la solution d'hydroxyde de sodium (4.14) par petites portions, jusqu'à décoloration de la solution et encore 8 à 10 ml en excès. Diluer la solution à 200 à 250 ml avec de l'eau, ajouter 0,1 à 0,15 g de mélange d'indicateur au fluorexon avec du chlorure de potassium (4.23) et titrer la solution visuellement [ou au moyen du titrimètre photoélectrique (5.1)] avec la solution d'EDTA (4.20) pour des teneurs en calcium de 0,1 à 1,0 % (m/m) ou avec la solution d'EDTA (4.19) pour des teneurs en calcium supérieures à 1,0 % (m/m) jusqu'à virage du jaune verdâtre fluorescent à l'orange.

6.5 Dosage du calcium plus magnésium

Introduire une partie aliquote de 100 ml de la solution d'essai (6.3) dans une fiole conique de 500 ml, ajouter 30 ml de la solution tampon (4.21), 2 ml de la solution de dichromate de potassium (4.17), 100 à 150 ml d'eau et 0,1 à 0,15 g de mélange d'indicateur au noir Ériochrome T avec du chlorure de potassium (4.24). Homogénéiser et titrer avec la solution d'EDTA (4.18) jusqu'à virage du rouge vineux au bleu. Pendant le titrage, il est recommandé de comparer le virage avec le virage obtenu à partir d'un échantillon préalablement titré de façon à obtenir le point équivalent exact.

7 Expression des résultats

7.1 Calcul de la teneur en calcium

La teneur en calcium, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(V_3 - V_4) \times f \times c_{Ca} \times 100}{m_2} \times K$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (4.19 ou 4.20), utilisé pour le dosage du calcium (6.4) ;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (4.19 ou 4.20), utilisé pour le titrage de la solution de l'essai à blanc correspondant ;

f est le facteur de conversion de la solution d'EDTA à 0,005 mol/l ou à 0,012 5 mol/l en solution à 0,025 mol/l :

$f = 0,2$ dans le cas de la solution d'EDTA à 0,005 mol/l,

$f = 0,5$ dans le cas de la solution d'EDTA à 0,012 5 mol/l ;

c_{Ca} est la concentration de la solution d'EDTA (4.19 ou 4.20), exprimée en grammes de calcium par millilitre, calculée selon 4.18.3 ;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai correspondant à la partie aliquote de la solution d'essai (6.3) prélevée pour le dosage du calcium (6.4) ;

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

7.2 Calcul de la teneur en magnésium

La teneur en magnésium, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{[(V_5 - V_6) - (V_3 - V_4) \times f] \times c_{Mg} \times 100}{m_3} \times K$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (4.19 ou 4.20), utilisé pour le dosage du calcium (6.4) ;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (4.19 ou 4.20), utilisé pour le titrage de la solution de l'essai à blanc correspondant ;

V_5 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (4.18), utilisé pour le dosage du calcium plus magnésium (6.5) ;

V_6 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (4.18), utilisé pour le titrage de la solution de l'essai à blanc correspondant ;

f est le facteur de conversion de la solution d'EDTA à 0,005 mol/l ou à 0,012 5 mol/l en solution à 0,025 mol/l :

$f = 0,2$ dans le cas de la solution d'EDTA à 0,005 mol/l,

$f = 0,5$ dans le cas de la solution d'EDTA à 0,012 5 mol/l ;

c_{Mg} est la concentration de la solution d'EDTA (4.18), exprimée en grammes de magnésium par millilitre, calculée selon 4.18.3 ;

m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai correspondant à la partie aliquote de la solution d'essai (6.3) prélevée pour le dosage du calcium plus magnésium (6.5) ;

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

7.3 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en double

7.3.1 Dosages du calcium

Teneur en calcium % (m/m)	Tolérance admissible % (m/m)
De 0,1 à 0,2	0,03
De 0,2 à 0,4	0,04
De 0,4 à 0,8	0,06
De 0,8 à 1,6	0,10
De 1,6 à 3,2	0,16

7.3.2 Dosages du magnésium

Teneur en magnésium % (m/m)	Tolérance admissible % (m/m)
De 3 à 6	0,25
De 6 à 12	0,30
Au-dessus de 12	0,35

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5975:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7796f634-40d1-4f8e-a21c-886667f9f14b/iso-5975-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5975:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7796f634-40d1-4f8e-a21c-886667f9f14b/iso-5975-1983>