
Norme internationale



6130

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

Minerais de chrome — Dosage du fer total — Méthode titrimétrique après réduction

Chromium ores — Determination of total iron content — Titrimetric method after reduction

Première édition — 1985-11-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6130:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91c6e7d7-0c7a-4edd-9a8c-d126b9fe9d3c/iso-6130-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91c6e7d7-0c7a-4edd-9a8c-d126b9fe9d3c/iso-6130-1985>

CDU 553.461 : 543.24 : 546.72

Réf. n° : ISO 6130-1985 (F)

Descripteurs : minéral, minerai de chrome, analyse chimique, dosage, fer total, 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 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 6130 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Minerais de chrome — Dosage du fer total — Méthode titrimétrique après réduction

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du fer total dans les minerais de chrome par titrimétrie après réduction avec utilisation de dichromate de potassium. La méthode est applicable aux minerais de chrome dont la teneur en fer est de 0,5 % à 32 % (*m/m*).

Elle devra être lue conjointement avec l'ISO 6629.

2 Références

ISO 6129, *Minerais de chrome — Détermination de l'humidité des échantillons pour analyse — Méthode gravimétrique.*

ISO 6153, *Minerais de chrome — Échantillonnage par prélèvement.*¹⁾

ISO 6154, *Minerais de chrome — Préparation des échantillons.*¹⁾

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, sulfurique et perchlorique ou fusion au peroxyde de sodium et lixiviation du culot de fusion avec de l'eau. Précipitation d'hydroxyde de fer(III) par l'ammoniaque, séparation du précipité et dissolution dans l'acide chlorhydrique.

Évaporation de la solution, réduction du fer(III) par la solution de chlorure d'étain(II). Élimination de l'excès de chlorure d'étain(II) par le chlorure de mercure(II). Titrage du fer(II) par une solution titrée de dichromate de potassium en présence de diphénylaminesulfonate de sodium ou de baryum comme indicateur.

4 Réactifs

4.1 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

4.2 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

4.3 Acide sulfurique, dilué 1 + 20.

4.4 Acide perchlorique, ρ 1,50 g/ml.

AVERTISSEMENT — Risque d'empoisonnement lors de l'inhalation et du contact avec la peau. Il est recommandé de travailler avec l'acide sous une hotte bien ventilée, loin de la flamme, etc. Éviter l'inhalation des fumées d'acide et le contact avec la peau, les yeux et les vêtements.

4.5 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, dilué 1 + 2.

4.6 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, dilué 1 + 9.

4.7 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, dilué 1 + 100.

4.8 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml.

AVERTISSEMENT — Très toxique par inhalation, contact avec la peau et par ingestion. Provoque de graves brûlures.

Conservé le récipient bien fermé dans un endroit bien ventilé. En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.

Porter un vêtement de protection et des gants appropriés. En cas d'accident ou de malaise, consulter immédiatement un médecin (si possible lui montrer l'étiquette).

4.9 Carbonate de sodium, anhydre.

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

4.11 Peroxyde de sodium.

4.12 Chlorure d'ammonium, solution à 300 g/l.

4.13 Chlorure d'étain(II) dihydraté, solution à 100 g/l dans de l'acide chlorhydrique.

Dissoudre, en chauffant, 10 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 30 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml), refroidir la solution, diluer à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

1) En préparation.

4.14 Chlorure de mercure(II), solution à 50 g/l.

4.15 Acides sulfurique et phosphorique, mélange.

Verser 150 ml d'acide sulfurique (4.2) et 150 ml d'acide phosphorique (ρ 1,70 g/ml) dans 500 ml d'eau, tout en agitant, refroidir, diluer à 1 000 ml avec de l'eau et homogénéiser.

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

4.17 Dichromate de potassium, solution titrée, $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Introduire 2,942 g de dichromate de potassium (deux fois recristallisé et séché jusqu'à masse constante entre 140 et 150 °C) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre dans 150 à 200 ml d'eau, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.18 Sulfate double de fer(II) et d'ammonium, hexahydraté, solution à environ 0,01 mol/l.

Dissoudre 4 g de sulfate de fer(II) et d'ammonium hexahydraté $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4, \text{FeSO}_4, 6\text{H}_2\text{O}]$ dans 50 ml d'acide sulfurique (4.3). Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec le même acide. Étalonner par rapport à la solution titrée de dichromate de potassium (4.17) en présence de diphenylaminesulfonate comme indicateur.

4.19 Diphenylaminesulfonate de sodium ($\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{NSNa}$), solution d'indicateur à 2 g/l.

4.20 Diphenylaminesulfonate de baryum $[(\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{NS})_2\text{Ba}]$, solution d'indicateur à 10 g/l dans de l'acide sulfurique (4.2).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

Creuset en platine.

6 Échantillonnage et échantillons

Pour l'échantillonnage des minerais de chrome, voir ISO 6153.
Pour la préparation des échantillons, voir ISO 6154.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

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

Tableau 1

Teneur présumée en fer	Masse de la prise d'essai	Volume d'acide perchlorique (4.4)
% (m/m)	g	ml
> 5	0,2	30
< 5	0,5	50

7.2 Essai à blanc

Déterminer la valeur de l'essai à blanc parallèlement au dosage. Immédiatement avant la réduction du fer (7.4), ajouter 1,0 ml de sulfate de fer(II) et d'ammonium (4.18) et effectuer la correction appropriée pour l'addition du fer.

7.3 Mise en solution de la prise d'essai

7.3.1 Mise en solution par attaque acide

Placer une prise d'essai (7.1) dans un bécher de 400 à 500 ml, humecter avec de l'eau, ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.1), 20 ml d'acide sulfurique (4.2) et d'acide perchlorique (4.4) comme indiqué dans le tableau 1.

Couvrir le bécher avec un verre de montre, chauffer jusqu'à l'apparition de fumées d'acides sulfurique et perchlorique, puis encore 10 à 15 min. Refroidir le contenu du bécher et rincer le verre de montre et les parois du bécher avec 15 à 20 ml d'eau. Répéter la procédure du chauffage, refroidissement et dilution de la solution jusqu'à mise en solution complète de la prise d'essai.

Refroidir le contenu du bécher, ajouter 80 à 100 ml d'eau et chauffer jusqu'à dissolution des sels. Filtrer la silice sur un papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier, laver le résidu 12 à 15 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.7) chaud et deux à trois fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 400 ml et conserver comme solution principale.

Placer le papier filtre avec le résidu de la silice dans un creuset en platine, sécher, incinérer et calciner entre 800 et 900 °C et refroidir. Humecter le résidu avec de l'eau, ajouter 4 à 5 gouttes d'acide nitrique (4.1), 2 à 3 ml d'acide fluorhydrique (4.8), évaporer le contenu du creuset jusqu'à siccité et calciner entre 800 et 900 °C.

Fondre le résidu dans le creuset avec 1 à 2 g de carbonate de sodium (4.9) entre 1 000 et 1 100 °C. Refroidir le creuset et lixivier le culot de fusion par 20 à 30 ml d'acide chlorhydrique (4.6), en chauffant. Ajouter la solution obtenue à la solution principale et refroidir. Ajouter la solution d'ammoniaque (4.10) jusqu'à précipitation des hydroxydes, puis 5 ml en excès. Ajouter 1 ml de peroxyde d'hydrogène (4.16) et mélanger, puis poursuivre comme spécifié en 7.4.

7.3.2 Mise en solution par fusion alcaline

AVERTISSEMENT — Au cours du travail avec le peroxyde de sodium et jusqu'à la fin de la dissolution, l'opérateur doit porter des lunettes de sécurité.

Placer 5 g de peroxyde de sodium (4.11) dans un petit creuset en alumine, mélanger avec la prise d'essai (7.1) et verser par-dessus 1 à 2 g de peroxyde de sodium. Chauffer le contenu du creuset jusqu'à une température comprise entre 500 et 600 °C, puis fondre à environ 700 °C durant 5 min jusqu'à formation d'une masse homogène.

Refroidir le creuset, transférer dans un bécher de 600 ml et ajouter 300 ml d'eau tiède. Lorsque la réaction intense a cessé, ajouter 20 ml de la solution de chlorure d'ammonium (4.12) et faire bouillir durant 5 min.

Retirer le creuset et le rincer avec de l'eau chaude. Laisser reposer quelques minutes et filtrer sur un papier filtre double à texture moyenne. Laver le béccher et le résidu sur le papier filtre trois à quatre fois avec de l'eau chaude.

Laver le résidu au moyen d'un jet de l'acide chlorhydrique (4.6) chaud dans le béccher où la lixiviation s'est effectuée.

Laver le papier filtre six à huit fois avec de l'acide chlorhydrique (4.6) chaud, en recueillant les liquides de lavage dans le même béccher.

Laver le creuset au-dessus du béccher avec de l'acide chlorhydrique (4.5) chaud jusqu'à dissolution complète des particules du culot et cinq ou six fois avec de l'acide chlorhydrique (4.6) chaud.

Chauffer la solution jusqu'à dissolution complète du résidu. Diluer à 350 à 400 ml avec de l'eau, ajouter 1 ml de peroxyde d'hydrogène (4.16) et homogénéiser. Ajouter la solution d'ammoniaque (4.10) jusqu'à précipitation des hydroxydes, puis 5 ml en excès.

7.4 Réduction et titrage

Chauffer la solution avec le précipité des hydroxydes du béccher presque à l'ébullition, faire coaguler le précipité 2 à 3 min et filtrer sur un papier filtre à texture moyenne. Laver le béccher et le précipité sur le papier filtre cinq ou six fois avec de la solution de chlorure d'ammonium (4.12) chaude.

Laver le précipité dans le béccher où la précipitation s'est effectuée, au moyen d'un jet d'eau, laver le papier filtre avec 30 à 35 ml d'acide chlorhydrique (4.6) chaud et cinq ou six fois avec de l'eau chaude, en recueillant les eaux de lavage dans le même béccher, et chauffer le contenu du béccher jusqu'à dissolution des hydroxydes de fer.

Évaporer la solution jusqu'à un volume de 30 à 40 ml, laver les parois du béccher et le verre de montre avec de l'acide chlorhydrique (4.7), réduire à chaud immédiatement le fer par la solution de chlorure d'étain(II) (4.13), en l'ajoutant goutte à goutte, puis 1 goutte en excès (la solution devient incolore ou vire au verdâtre).

Diluer la solution à 100 ml avec de l'eau, refroidir, ajouter 5 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (4.14), homogénéiser et laisser reposer 2 à 3 min jusqu'à formation du précipité blanc. Ajouter 40 ml du mélange acide (4.15), 1 ml de la solution d'indicateur au diphénylaminésulfonate de sodium (4.19),

ou 3 gouttes de la solution d'indicateur au diphénylaminésulfonate de baryum (4.20) et titrer avec la solution de dichromate de potassium (4.17). Le titrage est terminé lorsque la coloration verte de la solution devient vert-bleuâtre, puis pourpre-violet.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en fer total, w_{Fe} , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$w_{Fe} (\%) = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,003\,351}{m} \times 100 \times K$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de dichromate de potassium (4.17), utilisé pour le titrage de la solution à blanc, corrigé pour l'addition de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de dichromate de potassium (3.19), utilisé pour le titrage de la solution d'essai;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

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

8.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en double

Tableau 2

Teneur en fer, w_{Fe} (%)	Tolérance admissible
% (m/m)	% (m/m) (en valeur absolue)
$0,5 \leq w_{Fe} (\%) < 1,0$	0,10
$1,0 \leq w_{Fe} (\%) < 2,0$	0,14
$2,0 \leq w_{Fe} (\%) < 4,0$	0,20
$4,0 \leq w_{Fe} (\%) < 8,0$	0,25
$8,0 \leq w_{Fe} (\%) < 16,0$	0,30
$16,0 \leq w_{Fe} (\%) < 32,0$	0,40

8.3 Facteur de conversion en oxyde

$$w_{FeO} (\%) = 1,286\,5 \times w_{Fe} (\%)$$

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6130:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91c6e7d7-0c7a-4edd-9a8c-d126b9fe9d3c/iso-6130-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6130:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91c6e7d7-0c7a-4edd-9a8c-d126b9fe9d3c/iso-6130-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6130:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/91c6e7d7-0c7a-4edd-9a8c-d126b9fe9d3c/iso-6130-1985>