

---

# Norme internationale



# 6331

---

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

---

## Minerais et concentrés de chrome — Dosage du chrome — Méthode titrimétrique

*Chromium ores and concentrates — Determination of chromium content — Titrimetric method*

Première édition — 1983-11-01

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 6331:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19309ea7-0c05-471e-9cd9-60ce005c90fb/iso-6331-1983>

---

CDU 553.461 : 543.24 : 546.76

Réf. n° : ISO 6331-1983 (F)

Descripteurs : minéral de chrome, analyse chimique, dosage, chrome, 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 6331 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 6331:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19309ea7-0c05-471e-9cd9-60ce00000000/iso-6331-1983)

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

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

Italie

# Minerais et concentrés de chrome — Dosage du chrome — Méthode titrimétrique

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique pour le dosage du chrome dans les minerais et concentrés de chrome dont la teneur en chrome est supérieure à 7 % (*m/m*).

Elle 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 fusion au peroxyde de sodium. Lixiviation du culot de fusion avec de l'eau, acidification avec de l'acide sulfurique et élimination de l'excès de peroxyde d'hydrogène par ébullition.

Oxydation des ions chrome(III) jusqu'au chromate par le peroxodisulfate d'ammonium en présence de nitrate d'argent comme catalyseur.

Titration du chrome(VI) avec une solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), le point final étant à déterminer visuellement au moyen de l'addition de l'excès de sulfate d'ammonium et de fer(II) et du titrage en retour avec une solution de permanganate de potassium, ou directement par le titrage potentiométrique.

## 4 Réactifs

4.1 Peroxyde de sodium.

4.2 Acide sulfurique,  $\rho$  1,84 g/ml.

4.3 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

4.4 Acide sulfurique, dilué 1 + 4.

4.5 Acide orthophosphorique,  $\rho$  1,70 g/ml.

4.6 Sulfate de manganèse(II), solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de sulfate de manganèse(II) heptahydraté ( $\text{MnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dans 1 l d'eau.

4.7 Sulfate de manganèse(II), solution à 1 g/l.

Diluer 10 ml de la solution de sulfate de manganèse(II) (4.6) à 1 l avec de l'eau.

4.8 Nitrate d'argent, solution à 1 g/l.

Pour la stabilité du nitrate d'argent, ajouter dans la solution 0,5 ml d'acide nitrique pour chaque litre de solution.

Conserver la solution dans un flacon en verre foncé.

4.9 Peroxodisulfate d'ammonium, solution à 250 g/l.

Préparer la solution immédiatement avant l'emploi.

4.10 Chlorure de sodium, solution à 50 g/l.

Dissoudre 50 g de chlorure de sodium dans 1 l d'eau.

4.11 Permanganate de potassium, solution titrée,  $c(1/5 \text{KMnO}_4) \approx 0,1 \text{ mol/l}$ .<sup>1)</sup>

### 4.11.1 Préparation de la solution

Dissoudre 32 g de permanganate de potassium dans 1 000 ml d'eau, transvaser dans un flacon en verre foncé de 10 l, ajouter 9 l d'eau, homogénéiser et laisser reposer la solution durant 7 à 10 jours. Transvaser la solution dans un autre flacon en verre foncé, en utilisant un siphon distant de 15 mm du fond de la bouteille. En variante, on peut utiliser la filtration au travers d'amiante calciné.

1) Jusqu'à présent désignée «solution titrée environ 0,1 N».

#### 4.11.2 Étalonnage de la solution

Introduire 0,2 g d'oxalate de sodium anhydre, séché préalablement entre 105 et 110 °C, dans une fiole conique de 250 ml, dissoudre en chauffant légèrement dans 75 ml d'eau, ajouter 15 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3) et chauffer jusqu'à 70 à 80 °C. Titrer la solution obtenue avec la solution de permanganate de potassium (4.11.1) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose, stable durant 1 à 2 min.

Le titre,  $T$ , de la solution de permanganate de potassium est donné par l'équation

$$T = \frac{m \times 0,2587}{V}$$

où

$T$  est le titre de la solution de permanganate de potassium, exprimé en grammes de chrome par millilitre de solution;

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

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium, utilisé pour le titrage;

0,2587 est le facteur de conversion de l'oxalate de sodium en chrome.

#### 4.12 Sulfate d'ammonium et de fer(II), solution titrée, $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O] \approx 0,1 \text{ mol/l.}^{1)}$

##### 4.12.1 Préparation de la solution

Dissoudre 39,5 g de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté dans 200 ml de la solution d'acide sulfurique (4.4), filtrer la solution en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

##### 4.12.2 Étalonnage de la solution

Introduire 0,2 g de dichromate de potassium, recristallisé et séché entre 180 et 220 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante, dans un bécher de 600 ml, dissoudre dans 200 ml d'eau, ajouter 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.4), homogénéiser et refroidir. Introduire les électrodes (5.1.1) dans le bécher, mettre en marche l'agitateur magnétique (5.1.2) et titrer avec la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.12.1) jusqu'à l'obtention du saut maximal de potentiel au millivoltmètre.

Le titre,  $T_1$ , de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) est donné par l'équation

$$T_1 = \frac{m \times 0,3535}{V}$$

1) Jusqu'à présent désignée «solution titrée environ 0,1 N».

où

$T_1$  est le titre de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), exprimé en grammes de chrome par millilitre de solution;

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

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), utilisé pour le titrage;

0,3535 est le facteur de conversion du dichromate de potassium en chrome.

Le titre de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) varie et il doit être contrôlé dans chaque série des dosages.

##### 4.12.3 Correspondance entre la solution de permanganate de potassium et la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II)

Ajouter au moyen d'une burette, à la solution de l'essai à blanc après son titrage par la solution de permanganate de potassium (4.11), 20 ml de solution de sulfate d'ammonium et de fer(II). Ajouter ensuite 50 à 60 ml d'eau et titrer à nouveau avec la solution de permanganate de potassium (4.11) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle, stable durant 1 à 2 min.

La correspondance,  $f$ , est donnée par l'équation

ISO 6331:1983

$$f = \frac{V_1}{V_2}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.11), utilisé pour le titrage;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), utilisé pour le titrage.

##### 4.13 Nitrite de potassium, solution à 10 g/l.

##### 4.14 Urée.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

### 5.1 Appareil pour titrage potentiométrique

**5.1.1 Paire d'électrodes :** électrode de mesure en platine et électrode de référence au calomel ou en tungstène.

**5.1.2 Agitateur magnétique.**

**5.1.3 Millivoltmètre.** de type électronique à haute impédance pour mesurer le pH, permettant d'enregistrer le saut de potentiel au point d'équivalence pendant le titrage avec le système choisi (électrode de mesure/électrode de référence).

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prise d'essai

Peser 0,5 g de l'échantillon pour essai.<sup>1)</sup>

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

Transférer la prise d'essai (6.1) dans un creuset en corindon, en nickel ou en fer et ajouter 3 à 4 g de peroxyde de sodium (4.1). Mélanger le contenu du creuset au moyen d'une baguette en verre, verser sur le contenu du creuset une couche de peroxyde de sodium (de 1 à 2 g) et chauffer progressivement à une température de 400 à 500 °C et ensuite de 800 à 850 °C, en agitant périodiquement le contenu du creuset. Maintenir cette température jusqu'à l'obtention d'une masse homogène (5 à 7 min).

Refroidir le creuset, l'introduire dans un bécher de 600 ml et lixivier le culot de fusion avec 100 à 150 ml d'eau chaude. Laver le creuset avec de l'eau. Si des particules du culot de fusion restent accrochées aux parois du bécher, ajouter 7 à 8 gouttes de la solution d'acide sulfurique (4.3) et 2 à 3 ml d'eau. Après dissolution des particules du culot de fusion, ajouter la solution ainsi obtenue au contenu du bécher et laver à nouveau le creuset avec de l'eau.

Ajouter de la solution d'acide sulfurique (4.3) jusqu'à dissolution du précipité des hydroxydes, amener le volume entre 300 et 350 ml avec de l'eau, ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.2) et 5 ml d'acide orthophosphorique (4.5) et faire bouillir durant 20 à 25 min jusqu'à décomposition de la majeure partie du peroxyde d'hydrogène.

Filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre pour filtration rapide ou sur de l'ouate de lavesan, en recueillant le filtrat dans un bécher de 800 ml. Laver le filtre, contenant le résidu, 6 à 8 fois avec de l'eau chaude et le rejeter.

Ajouter au filtrat 10 ml de la solution de nitrate d'argent (4.8), et 1 ml de la solution de sulfate de manganèse(II) (4.7) si la teneur en manganèse du minerai est inférieure à 0,1 % (m/m). Ajouter 25 ml de la solution de peroxydisulfate d'ammonium (4.9) et chauffer jusqu'à l'apparition d'une coloration framboise, ce qui montre l'oxydation complète du chrome. Faire bouillir la solution durant 12 à 15 min pour décomposer le peroxydisulfate d'ammonium, ajouter 10 ml de la solution de chlorure de sodium (4.10) et faire bouillir à nouveau durant 8 à 10 min jusqu'à décomposition de l'acide permanganique et

coagulation du précipité de chlorure d'argent. Ajouter 5 ml de sulfate de manganèse(II) (4.7) et faire bouillir durant environ 3 min.

Si la solution conserve la coloration rose, procéder comme indiqué ci-dessus, à partir de « Faire bouillir la solution durant 12 à 15 min... ».

Refroidir la solution dans l'eau courante à température ambiante.

### 6.3 Dosage

#### 6.3.1 Titration avec détection visuelle du point d'équivalence

Ajouter au moyen d'une burette, dans le bécher contenant la solution d'essai, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) (4.12) jusqu'à virage au vert de la coloration jaune de la solution d'essai [le chrome(VI) et le vanadium(V) se réduisent jusqu'au chrome(III) et vanadium(IV)]. Ajouter au moyen de la burette encore 5 à 10 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II). Titrer ensuite l'excès avec la solution de permanganate de potassium (4.11) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose, stable durant 1 à 2 min.

NOTE — Parallèlement, titrer le vanadium(IV) avec la solution de permanganate de potassium. À cause de cela, le volume de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) ne correspond qu'à la teneur en chrome.

#### 6.3.2 Titration potentiométrique

Ajouter, dans le bécher contenant la solution d'essai, 60 ml de la solution d'acide sulfurique (4.4), introduire la paire d'électrodes (5.1.1), mettre en marche l'agitateur magnétique (5.1.2) et titrer avec la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) jusqu'à l'obtention du saut maximal de potentiel au millivoltmètre (5.1.3). À la fin de cette opération, titrer lentement.

NOTE — La quantité de réactif utilisé correspond à la teneur totale en chrome et en vanadium.

Ajouter goutte à goutte de la solution de permanganate de potassium (4.11) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose. Attendre 2 min pour permettre l'oxydation du vanadium. Réduire l'excès de solution de permanganate de potassium en ajoutant goutte à goutte de la solution de nitrite de potassium (4.13) jusqu'à disparition de la coloration rose. Ajouter ensuite immédiatement 1 à 1,5 g d'urée (4.14) pour la décomposition de l'excès de nitrite de potassium. Titrer le vanadium avec la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) jusqu'à l'obtention du saut maximal de potentiel au millivoltmètre.

La différence entre les volumes de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), utilisés pour le premier et le second titrage, correspond à la teneur en chrome.

1) Des Normes internationales traitant de l'échantillonnage des minerais de chrome sont en cours d'élaboration.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Calcul de la teneur en chrome lors du titrage avec détection visuelle du point d'équivalence

La teneur en chrome (Cr), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{[(V_0 \times f - V_1) - (V_2 \times f - V_3)] \times T \times 100}{m} \times K$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), utilisé pour le dosage;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium, utilisé pour le titrage de l'excès de solution de sulfate d'ammonium et de fer(II);

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), ajouté à la solution de l'essai à blanc;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium, utilisé pour le titrage de l'excès de solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) dans l'essai à blanc;

$f$  est la correspondance de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) pour une concentration de 0,1 mol/l;

$T$  est le titre de la solution de permanganate de potassium, exprimé en grammes de chrome par millilitre de solution;

$m$  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 chrome.

### 7.2 Calcul de la teneur en chrome lors du titrage potentiométrique

La teneur en chrome (Cr), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(V_1 - V_2) \times T_1 \times 100}{m} \times K$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), utilisé pour le titrage du chrome et du vanadium;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), utilisé pour le titrage du vanadium;

$T_1$  est le titre de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II), exprimé en grammes de chrome par millilitre de solution;

$m$  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 chrome.

### 7.3 Conversion de la teneur en chrome en teneur en oxyde de chrome (en pourcentage)

$$\text{Cr}_2\text{O}_3 [\% (m/m)] = 1,4615 \text{ Cr} [\% (m/m)]$$

### 7.4 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en double

Teneur en chrome	Tolérance admissible
% (m/m)	% (m/m)
De 7 à 15	0,2
De 15 à 30	0,3
Au-dessus de 30	0,4

Page blanche

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

ISO 6331:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19309ea7-0c05-471e-9cd9-60ce005c90fb/iso-6331-1983>

Page blanche

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

ISO 6331:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19309ea7-0c05-471e-9cd9-60ce005c90fb/iso-6331-1983>