



Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du titane — Méthode spectrométrique au diantipyrylméthane-4,4'

Manganese ores and concentrates — Determination of titanium content — 4,4'-Diantipyrylmethane spectrometric method

Première édition — 1984-05-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7723:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/65a0c615-170a-48d2-8104-833e1bbbf08b/iso-7723-1984>

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 7723 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 1983.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée: [ISO 7723:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/65a0c615-170a-48d2-8104-833e1b1d-08b5/iso-7723-1984)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/65a0c615-170a-48d2-8104-833e1b1d-08b5/iso-7723-1984>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R.F.	Inde	Royaume-Uni
Australie	Italie	Tchécoslovaquie
Autriche	Japon	URSS
Bulgarie	Mexique	
Chine	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Minerais et concentrés de manganèse — Dosage du titane — Méthode spectrométrique au diantipyrylméthane-4,4'

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique au diantipyrylméthane-4,4', pour le dosage du titane dans les minerais et concentrés de manganèse

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en titane est comprise entre 0,01 et 0,5 % (m/m).

La présente Norme internationale 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 et sulfurique.

Séparation du résidu insoluble par filtration, le filtrat étant à conserver comme solution principale.

Calcination du filtre contenant le résidu et attaque avec les acides sulfurique et fluorhydrique.

Fusion du résidu calciné avec le disulfate de potassium. Dissolution du culot de fusion dans l'acide sulfurique et addition à la solution principale.

Réduction du fer par l'acide ascorbique.

Formation d'un complexe coloré du titane avec le diantipyrylméthane-4,4' et mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde de 385 nm.

4 Réactifs

4.1 Disulfate de potassium ($K_2S_2O_7$).

4.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

4.4 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 50.

4.5 Acide nitrique, ρ 1,42 g/ml.

4.6 Acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml), dilué 1 + 1.

4.7 Acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml), dilué 1 + 9.

4.8 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml, solution à 40 % (m/m).

4.9 Acide ascorbique ($C_6H_8O_6$), solution à 100 g/l.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.10 Diantipyrylméthane-4,4' monohydraté ($C_{23}H_{24}O_2N_4 \cdot H_2O$), solution à 50 g/l.

Dissoudre 5 g de diantipyrylméthane-4,4' monohydraté dans 70 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 10. Filtrer si nécessaire. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec le même acide.

Préparer la solution au moment de l'emploi.

4.11 Titane, solution étalon correspondant à 100 mg de Ti par litre.

Préparer cette solution de l'une des deux manières suivantes:

- Peser 0,167 0 g de dioxyde de titane, préalablement calciné à 900 °C durant 40 min, dans un creuset en platine muni d'un couvercle. Fondre avec 3 à 4 g de disulfate de potassium (4.1) entre 650 et 700 °C jusqu'à ce que le culot de fusion devienne limpide. Refroidir, introduire le creuset contenant le culot de fusion dans un bécher de 200 ml, ajouter 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.7) et dissoudre le culot de fusion en chauffant modérément. Retirer le creuset du bécher après l'avoir rincé avec de la solution d'acide sulfurique (4.7). Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de la solution de l'acide sulfurique (4.7) et homogénéiser.

b) Peser 0,100 g de titane métallique (pureté 99,95 %) et le dissoudre dans 20 ml d'acide sulfurique (4.6). À la fin de la dissolution, ajouter à la solution 2 ou 3 gouttes d'acide nitrique (4.5) et évaporer la solution jusqu'à l'apparition de fumées d'acide sulfurique. Refroidir et dissoudre le résidu dans 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.7) chaude. Refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de la solution d'acide sulfurique (4.7) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 100 µg de Ti.

4.12 Titane, solution étalon correspondant à 20 mg de Ti par litre.

Prélever, au moyen d'une pipette, 50 ml de la solution étalon de titane (4.11) et les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml; compléter au volume avec de la solution d'acide sulfurique (4.7) et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 20 µg de Ti.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset en platine.

5.2 Spectromètre, à sélecteur de radiations à variation continue ou discontinue, permettant d'effectuer des mesurages à une longueur d'onde de 385 nm.

6 Échantillon

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

Utiliser un échantillon pour analyse, d'une granulométrie inférieure à 100 µm obtenue par broyage (contrôlée à l'aide d'un tamis de dimension d'ouverture appropriée), et ayant été séché à l'air dans les conditions du laboratoire.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser 1 g de l'échantillon pour analyse.

7.2 Essai à blanc

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

7.3 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 200 ml, humecter avec quelques gouttes d'eau, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir d'un verre de montre et chauffer jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.5).

Chauffer jusqu'à élimination des oxydes d'azote. Refroidir, ajouter 20 ml de la solution d'acide sulfurique (4.6) et évaporer jusqu'à l'apparition de fumées blanches denses. Refroidir, ajouter 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3), 50 ml d'eau chaude et chauffer jusqu'à dissolution des sels. Filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre à texture moyenne contenant une faible quantité de pâte à papier. Enlever les particules du précipité adhérent aux parois du bécher au moyen d'une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc et transférer le résidu sur le papier filtre. Rincer le bécher et le papier filtre contenant le résidu deux ou trois fois avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.4) chaude, puis huit à dix fois avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat comme solution principale.

7.4 Reprise du résidu

Transférer le papier filtre contenant le résidu dans le creuset en platine (5.1), sécher et calciner entre 500 et 600 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec 2 ou 3 gouttes d'eau, ajouter 5 à 6 gouttes de la solution d'acide sulfurique (4.6), 5 à 7 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.8) et chauffer doucement jusqu'à cessation du dégagement de fumées d'acide sulfurique.

Refroidir le creuset, ajouter 1 g de disulfate de potassium (4.1), couvrir le creuset d'un couvercle en platine et fondre le résidu entre 650 et 700 °C. Refroidir, introduire le creuset et le couvercle dans un bécher de 200 ml, ajouter 30 ml de la solution d'acide sulfurique (4.7) et chauffer jusqu'à dissolution du culot de fusion. Retirer le creuset et le rincer au-dessus du bécher avec de la solution d'acide sulfurique (4.7). Ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale (7.3) et évaporer si nécessaire jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 150 ml. Transvaser la solution résultante dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.5 Préparation de la solution en vue du mesurage spectrométrique

Avant le prélèvement des parties aliquotes, filtrer si nécessaire (c'est-à-dire en présence de précipités de sulfate de baryum et de sulfate de plomb) la solution d'essai à travers un papier filtre sec à texture serrée, en recueillant le filtrat dans une fiole sèche et en rejetant les premières portions du filtrat.

Prélever, au moyen d'une pipette, une partie aliquote appropriée (voir tableau 1) de la solution d'essai et l'introduire dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'acide ascorbique (4.9) et agiter. Laisser reposer durant 5 min. Ajouter 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et 10 ml de la solution de diantiprylméthane-4,4' (4.10). Compléter la solution au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Laisser reposer la solution durant 20 min jusqu'à obtention d'une coloration stable.

Tableau 1

Teneur présumée en titane	Partie aliquote	Masse de titane contenue dans la partie aliquote
% (m/m)	ml	µg
> 0,01 à 0,10	20	> 10 à 100
> 0,10 à 0,30	10	> 50 à 150
> 0,30 à 0,50	5	> 75 à 125

7.6 Mesurage spectrométrique

Mesurer l'absorbance de la solution dans une cuve de 10 à 30 mm d'épaisseur (selon la teneur présumée en titane) en utilisant le spectromètre (5.2) muni d'un filtre assurant un maximum de transmission à une longueur d'onde de 380 à 400 nm, ou le spectromètre à sélecteur de radiations à variation continue à une longueur d'onde de 385 nm, et en utilisant l'eau comme solution de référence.

7.7 Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml, introduire, au moyen d'une burette, 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 et 10,0 ml de la solution étalon de titane (4.12), correspondant respectivement à 0,0; 10; 20; 40; 80; 120; 160 et 200 µg de titane. La première fiole jaugée sert à la préparation de la solution de compensation. Ajouter 10 ml de la solution d'acide ascorbique (4.9) et agiter. Laisser reposer durant 5 min. Ajouter 15 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et 10 ml de la solution de diantipyrylméthane-4,4' (4.10). Compléter la solution au volume avec de l'eau et homogénéiser. Laisser reposer la solution durant 20 min et mesurer son absorbance selon les modalités spécifiées en 7.6, en utilisant la cuve qui a été utilisée pour le mesurage d'absorbance de la solution d'essai.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant les valeurs d'absorbance après déduction de l'absorbance de la solution de compensation en fonction des teneurs nominales en titane des solutions.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

Convertir la lecture nette d'absorbance de la solution d'essai (obtenue en déduisant la lecture d'absorbance de la solution d'essai à blanc de celle de la solution d'essai) en teneur en titane au moyen de la courbe d'étalonnage (7.7).

La teneur en titane (Ti), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0 \times 1\,000} \times K = \frac{m_1}{m_0 \times 10} \times K$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai correspondant à la partie aliquote de la solution d'essai;

m_1 est la masse, en milligrammes, de titane contenue dans la partie aliquote de la solution d'essai, lue sur la courbe d'étalonnage;

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

8.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en parallèle

Tableau 2

Teneur en titane	Tolérance admissible	
	Trois dosages en parallèle	Deux dosages en parallèle
% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
> 0,01 à 0,02	0,010	0,009
> 0,02 à 0,04	0,015	0,014
> 0,04 à 0,08	0,020	0,019
> 0,08 à 0,15	0,030	0,025
> 0,15 à 0,25	0,040	0,035
> 0,25 à 0,50	0,050	0,045

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7723:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/65a0c615-170a-48d2-8104-833e1bbbf08b/iso-7723-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7723:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/65a0c615-170a-48d2-8104-833e1bbbf08b/iso-7723-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7723:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/65a0c615-170a-48d2-8104-833e1bbbf08b/iso-7723-1984>