

NORME INTERNATIONALE

ISO
8889

Première édition
1988-02-01



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

Minerais et concentrés de chrome — Dosage de l'aluminium — Méthode complexométrique

Chromium ores and concentrates — Determination of aluminium content — Complexometric method

(standards.iteh.ai)

ISO 8889:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c2fb4cc-69bc-4478-b033-743036253c5e/iso-8889-1988>

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 normalement 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 8889 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 et concentrés de chrome — Dosage de l'aluminium — Méthode complexométrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode complexométrique pour le dosage de l'aluminium dans les minerais et concentrés de chrome. La méthode est applicable aux produits dont la teneur en aluminium est comprise entre 1,5 et 20,0 % (m/m).

Elle doit 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 des acides perchlorique, nitrique et chlorhydrique avec élimination du chrome par distillation sous forme de chlorure de chromyle. Séparation du résidu insoluble, le filtrat étant à conserver comme solution principale.

Calcination du résidu et attaque avec les acides sulfurique et fluorhydrique. Fusion du résidu calciné avec le disulfate de sodium. Dissolution du culot de fusion et réunion de la solution obtenue à la solution principale.

Précipitation des hydroxydes avec l'ammoniaque, filtration et redissolution des hydroxydes par l'acide chlorhydrique. Réduction des ions-chromates en ions Cr(III) par le peroxyde d'hydrogène. Séparation de l'aluminium du fer et d'autres éléments par l'hydroxyde de sodium.

Addition de la solution d'EDTA Na₂ à une partie aliquote de la solution. Titrage de l'excès d'EDTA Na₂ par la solution d'acétate de zinc, en utilisant l'orange xylénol comme indicateur. Décomposition du complexe d'aluminium avec le fluorure de sodium et titrage de l'EDTA Na₂ libéré avec de la solution d'acétate de zinc en présence d'orange xylénol comme indicateur.

4 Réactifs

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 100.

4.4 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

4.5 Acide fluorhydrique, solution à 40 % (m/m).

4.6 Acide perchlorique, ρ 1,50 g/ml.

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

4.8 Ammoniaque, solution aqueuse, ρ 0,91 g/ml, diluée 1 + 1.

4.9 Hydroxyde de sodium, solution à 20 % (m/m).

4.10 Hydroxyde de sodium, solution à 1 % (m/m).

4.11 Disulfate de sodium (pyrosulfate, Na₂S₂O₇).

4.12 Chlorure d'ammonium, solution à 2 % (m/m) avec un ajout de la solution aqueuse d'ammoniaque (pH de 7,0 à 8,0).

4.13 Phénolphtaléine, indicateur, solution alcoolique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de l'indicateur dans 100 ml d'éthanol à 60 % (m/m).

4.14 Fluorure de sodium, solution à 4 % (m/m).

Conserver la solution dans un flacon en polyéthylène.

4.15 Solution tampon, pH 5,5 à 5,9.

Dissoudre 500 g d'acétate d'ammonium dans 1 000 ml d'eau, ajouter 30 ml d'acide acétique (ρ 1,054 9 g/ml) et homogénéiser.

Contrôler le pH de la solution au moyen du pH-mètre et ajuster par addition de l'hydroxyde de sodium (4.10) ou de l'acide acétique.

4.16 Orange xylénol, indicateur, solution à 1 g/l.

Dissoudre 0,1 g de l'indicateur dans 100 ml d'eau.

4.17 Dihydrogène (éthylènedinitrilo) tétraacétate de disodium, solution titrée, $c(\text{EDTA Na}_2) = 0,05 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 18,6 g d'EDTA Na₂ dans 200 à 250 ml d'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.18 Acétate de zinc, solution titrée, $c(\text{Zn}) = 0,05 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 3,269 0 g de zinc (pureté 99,99 %) dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2), ajouter quelques gouttes d'acide nitrique (4.4) et évaporer la solution presque jusqu'à siccité. Ajouter 200 ml d'eau, agiter la solution, chauffer jusqu'à dissolution des sels et laisser refroidir. Ajouter 25 ml de la solution tampon (4.15) à la solution, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution correspond à 0,001 349 g d'aluminium.

Conserver la solution dans un flacon en polyéthylène.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 pH-mètre.

6 Échantillon

Utiliser un échantillon pour analyse, d'une granulométrie inférieure à 160 µm obtenue par broyage (contrôlée à l'aide d'un tamis de dimension d'ouverture appropriée) et ayant séché à l'air dans les conditions du laboratoire.

7 Mode opératoire

7.1 Mise en solution de la prise d'essai

Peser 0,25 g de l'échantillon pour essai dans un bécher de 400 ml, ajouter 30 ml d'acide perchlorique (4.6), 5 ml d'acide nitrique (4.4). Couvrir le bécher avec un verre de montre, chauffer jusqu'à l'apparition des fumées blanches intenses d'acide perchlorique et poursuivre le chauffage jusqu'à l'oxydation du chrome. Soulever légèrement le verre de montre et ajouter avec précaution de l'acide chlorhydrique (4.1), goutte à goutte, sur les parois du bécher jusqu'à cessation du dégagement des fumées rouge-orange de chlorure de chromyle, le chrome étant réduit à l'état trivalent. Reposer le verre de montre sur le bécher et poursuivre le chauffage de la solution jusqu'à l'oxydation complète du chrome.

Répéter l'élimination du chrome sous forme de chlorure de chromyle jusqu'à décomposition complète de la prise d'essai.

Laisser refroidir la solution, ajouter 50 ml d'eau chaude, chauffer jusqu'à dissolution des sels et continuer le chauffage jusqu'à l'ébullition. Filtrer sur un papier filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pulpe de papier sans cendres et

laver le précipité 12 à 15 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.3) chaud et 2 fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les eaux de lavages dans un bécher de 400 ml et conserver comme solution principale.

7.2 Reprise du résidu

Transférer le résidu (7.1) et le filtre dans un creuset en platine, sécher, incinérer le filtre et calciner entre 800 et 900 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec 3 à 5 gouttes d'acide sulfurique (4.7), ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique (4.5), chauffer le contenu du creuset jusqu'à l'élimination des fumées de l'acide sulfurique et calciner entre 800 et 900 °C. Laisser refroidir le creuset et fondre le résidu avec 2 g de disulfate de sodium (4.11).

Lixivier le culot de fusion, pendant le chauffage, dans 30 ml d'eau chaude. Ajouter 5 à 10 ml d'acide perchlorique (4.6), évaporer la solution jusqu'à l'apparition des vapeurs blanches abondantes d'acide perchlorique. Éliminer la masse résiduelle du chrome par distillation sous forme de chlorure de chromyle comme indiqué ci-dessus (7.1).

Laisser refroidir la solution, ajouter 50 ml d'eau chaude et chauffer jusqu'à dissolution des sels. Réunir la solution à la solution principale.

7.3 Séparation de l'aluminium

Diluer la solution obtenue (7.2) avec 200 ml d'eau. Ajuster le pH avec la solution aqueuse d'ammoniaque (4.8) à 3,0 — 4,0 en contrôlant le pH au moyen d'un papier indicateur et chauffer jusqu'à l'ébullition. Ajouter, goutte à goutte, de la solution aqueuse d'ammoniaque (4.8) pour ajuster le pH à 6,5 — 7,5, en contrôlant le pH au moyen d'un papier indicateur, et faire bouillir 2 min. Ajouter 2 ou 3 gouttes de la solution aqueuse d'ammoniaque (4.8) et laisser le précipité se déposer. Filtrer le précipité sur papier filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pulpe de papier et laver le précipité 5 à 6 fois de la solution chaude de chlorure d'ammonium (4.12).

Dissoudre le précipité sur un filtre dans 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) chaud, en recueillant la solution dans le bécher où la précipitation s'est effectuée. Laver le filtre 7 à 8 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.3) chaud.

Évaporer la solution jusqu'à un volume de 50 à 100 ml. Ajouter de la solution d'hydroxyde de sodium (4.9) pour ajuster le pH à 5,0 — 6,0, en contrôlant le pH au moyen d'un papier indicateur, puis ajouter 30 ml en excès.¹⁾ Chauffer la solution jusqu'à l'ébullition et faire bouillir pendant 3 à 5 min.

Laisser refroidir la solution et filtrer sur un papier filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pulpe de papier. Laver le bécher et le précipité sur un filtre 7 à 8 fois avec de la solution d'hydroxyde de sodium (4.10). Recueillir le filtrat dans un bécher de 600 ml et le conserver.

Dissoudre le précipité sur un filtre dans 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) chaud, en recueillant la solution dans le bécher où la précipitation s'est effectuée. Laver le filtre 7 à 8 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.3) chaud.

1) Il est préférable d'utiliser des flacons etc., en fluoro-plastique pour les solutions alcalines au cours de l'analyse.

Évaporer la solution jusqu'à un volume de 50 à 100 ml. Ajouter de la solution d'hydroxyde de sodium (4.9), pour ajuster le pH à 5,0 — 6,0, en contrôlant le pH au moyen d'un papier indicateur, puis ajouter 10 ml en excès. Chauffer jusqu'à l'ébullition et faire bouillir doucement pendant 3 à 5 min. Refroidir la solution et filtrer sur un filtre à texture moyenne, contenant une faible quantité de pulpe de papier. Laver le bécher et le précipité 7 à 8 fois avec de la solution d'hydroxyde de sodium (4.10).

Ajouter les filtrats ainsi obtenus à la solution principale et acidifier la solution avec de l'acide chlorhydrique (4.3).

Évaporer la solution jusqu'à un volume de 50 à 100 ml et la laisser refroidir. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4 Titrage

Prélever une partie aliquote de la solution égale à 200 ou 100 ml, si la teneur en aluminium est respectivement 1,5 % (m/m) à 7,5 % (m/m) ou 7,5 % à 15 % (m/m), ou une partie aliquote de 50 ml, dans le cas de teneur en aluminium de 15 % (m/m) à 20 % (m/m). Ajouter 25 ml de la solution d'EDTA Na₂ (4.17), 3 à 5 gouttes de la solution de phénolphthaleïne (4.13), et, en agitant, ajouter de la solution d'hydroxyde de sodium (4.9) jusqu'à l'apparition de la coloration violacée. Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.2) jusqu'à décoloration de la solution, 15 ml de la solution tampon (4.15) et faire bouillir pendant 3 à 4 min.

Laisser refroidir la solution. Titrer l'excès d'EDTA Na₂ avec de la solution d'acétate de zinc (4.18) en présence de 10 gouttes de la solution d'orange xylénol (4.16) jusqu'au virage du jaune au rouge pourpre.

Ajuster le pH à 5,2 — 5,9, en utilisant le pH-mètre, ajouter 40 ml de la solution de fluorure de sodium (4.14) et faire bouillir à nouveau pendant 2 à 3 min. Laisser refroidir la solution et titrer avec de la solution d'acétate de zinc (4.18) jusqu'au virage du jaune au rouge pourpre. Enregistrer le volume de la solution d'acétate de zinc utilisé.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en aluminium (Al), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(V_1 - V_2) \times 0,001\,349 \times 100}{m} \times K$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acétate de zinc, (4.18), utilisé pour le titrage de la solution d'EDTA Na₂ (4.17), correspondant à la teneur en aluminium (voir 7.4);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'acétate de zinc, utilisé pour le titrage de l'essai à blanc;

0,001 349 est le titre de la solution d'acétate de zinc, exprimé en grammes d'aluminium par millilitre de la solution;

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

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

8.2 Tolérances admissibles entre les résultats en double

Teneur en aluminium % (m/m)	Tolérances admissibles % (m/m)
De 1,5 à 3,0	0,08
De 3,0 à 5,0	0,12
De 5,0 à 10,0	0,20
De 10,0 à 20,0	0,30

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8889:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c2fb4cc-69bc-4478-b033-743036253c5e/iso-8889-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8889:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c2fb4cc-69bc-4478-b033-743036253c5e/iso-8889-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8889:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9c2fb4cc-69bc-4478-b033-743036253c5e/iso-8889-1988>

CDU 553.461 : 543.244.6 : 546.62.

Descripteurs : minéral, minéral de chrome, analyse chimique, dosage, aluminium, méthode complexométrique.

Prix basé sur 3 pages
