



Minerais de manganèse — Dosage du dioxyde de carbone — Méthode gravimétrique

Manganese ores — Determination of carbon dioxide content — Gravimetric method

Première édition — 1975-01-15

CDU 669.74 : 543.21 : 546.264-31

Réf. N° : ISO 314-1975 (F)

Descripteurs : minéral de manganèse, analyse chimique, dosage, bioxyde de carbone, méthode gravimétrique.

Minerais de manganèse — Dosage du dioxyde de carbone — Méthode gravimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage du dioxyde de carbone dans les minerais de manganèse.

2 RÉFÉRENCES

ISO 310, *Minerais de manganèse — Détermination de l'humidité des échantillons pour analyse — Méthode gravimétrique*.

ISO ..., *Minerais naturels et concentrés de manganèse — Échantillonnage et préparation des échantillons pour analyse chimique et pour détermination d'humidité*.¹⁾

3 PRINCIPE

Décomposition d'une prise d'essai par l'acide phosphorique et absorption du dioxyde de carbone libéré par l'amianté sodé (ascarite). L'accroissement de masse de l'amianté sodé correspond à la teneur en dioxyde de carbone de la prise d'essai.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Oxyde de chrome(III).

4.2 Sulfate de cuivre(II), anhydre, préparé par chauffage du sulfate de cuivre(II) cristallisé à une température de 180 à 200 °C.

4.3 Perchlorate de magnésium.

4.4 Amianté sodé; ascarite.

4.5 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

4.6 Acide phosphorique, ρ 1,7 g/ml.

4.7 Hydroxyde de potassium, solution 300 g/l.

5 APPAREILLAGE

Un exemple d'appareillage est représenté à la figure, uniquement à titre indicatif.

6 ÉCHANTILLON

Utiliser un échantillon pour analyse, d'une granulométrie inférieure à 0,10 mm obtenue par broyage (contrôlée à l'aide d'un tamis de dimension appropriée), et ayant été séché à l'air dans les conditions du laboratoire (voir ISO ...).

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Nombre d'analyses

Effectuer le dosage simultanément sur trois prises d'essai prélevées dans le même échantillon pour analyse séché à l'air.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et suivant le même mode opératoire, un essai à blanc, en double, pour permettre d'appliquer une correction correspondante au résultat du dosage.

7.3 Essai de contrôle

Effectuer, parallèlement au dosage et suivant le même mode opératoire, une analyse de contrôle sur un échantillon type de minerai de manganèse dont la teneur en dioxyde de carbone est connue, et de la catégorie de minerai à laquelle appartient l'échantillon à analyser.

7.4 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, 0,5 à 1 g de l'échantillon pour analyse, dans une fiole conique de 150 ml.

7.5 Dosage

7.5.1 Avant de commencer le dosage, faire passer un courant d'oxygène à travers toute l'installation à une vitesse permettant de compter les bulles de gaz dans le tube sécheur (voir la figure, K) placé à la sortie de l'installation et rempli d'acide sulfurique (4.5).

1) Actuellement au stade d'avant-projet, ce document est destiné à compléter et à remplacer l'ISO/R 309, *Méthodes d'échantillonnage des minerais de manganèse — Première partie — Minerai chargé sur wagons*.

Toutes les 5 à 10 min, débrancher et peser les tubes absorbeurs (I) et (J) jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Lorsque deux pesées consécutives auront donné des résultats concordants (compte tenu des limites de tolérance), placer provisoirement les tubes absorbeurs dans un dessiccateur et commencer le dosage du dioxyde de carbone.

7.5.2 Ajouter un petit volume d'eau à la prise d'essai (7.4) dans la fiole conique. Fermer la fiole, en appuyant fortement, à l'aide d'un bouchon muni d'un entonnoir compte-gouttes (C) et d'un réfrigérant (D), après quoi faire passer un courant d'oxygène exempt de dioxyde de carbone à travers toute l'installation durant 5 à 10 min, pour éliminer de l'appareillage tout le dioxyde de carbone éventuellement présent.

Verser dans l'entonnoir compte-gouttes 15 ml de l'acide phosphorique (4.6) et brancher rapidement les tubes absorbeurs tarés à l'installation. Ouvrir les robinets de tous les tubes et de la bouteille à oxygène, ajouter de l'acide phosphorique à la prise d'essai; pour cela, ouvrir avec précaution le robinet de l'entonnoir compte-gouttes. Ajouter l'acide par petits volumes, de façon que la vitesse de passage du dioxyde de carbone dans le flacon sécheur (E) contenant de l'acide sulfurique (4.5) ne dépasse pas 3 ou 4 bulles par seconde.

Lorsque la totalité de l'acide phosphorique a été introduite et que le dégagement de bulles s'est ralenti, chauffer la fiole conique et son contenu sur une plaque chauffante (A) jusqu'à l'ébullition et la maintenir au point d'ébullition durant 5 à 10 min. Ensuite, retirer la fiole de la plaque chauffante et, pour chasser le dioxyde de carbone restant éventuellement dans d'autres éléments de l'appareillage, faire passer un courant d'oxygène à travers toute l'installation durant 10 min.

Fermer alors le robinet de la bouteille à oxygène, débrancher les tubes absorbeurs et, ayant fermé leurs robinets, placer ces tubes durant 30 min dans l'armoire à balance pour égaliser les températures. Ouvrir et refermer rapidement les robinets pour égaliser la pression à l'intérieur des tubes à la pression atmosphérique, puis les peser à 0,000 2 g près.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul

La teneur sur sec en dioxyde de carbone, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m_0} \times \frac{100}{100 - A}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, des tubes (I) et (J) avant l'absorption;

m_2 est la masse, en grammes, des tubes (I) et (J) après l'absorption;

A est l'humidité de l'échantillon pour analyse, en pourcentage en masse, déterminée conformément à l'ISO 310.

Adopter, comme résultat final, la moyenne arithmétique des résultats des trois dosages, à condition que les exigences de répétabilité (voir 8.2) soient satisfaites.

8.2 Répétabilité

La différence entre le résultat le plus élevé et le résultat le plus faible ne doit pas dépasser le double de la valeur absolue de l'écart admissible sur le résultat de l'analyse (sur l'étendue de teneur en dioxyde de carbone correspondante) spécifié dans le tableau ci-après.

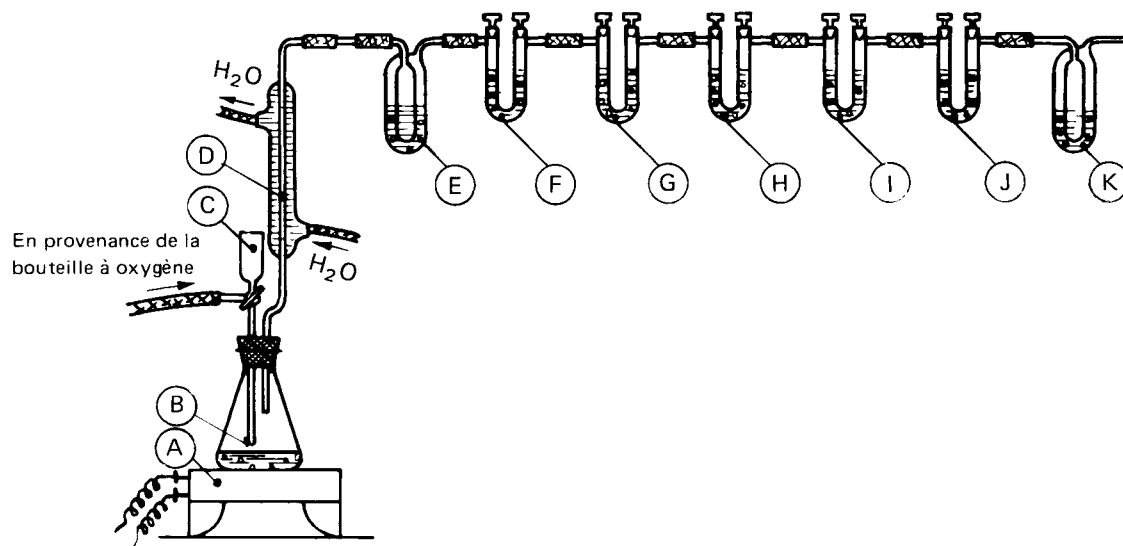
Teneur en dioxyde de carbone, %		Écart admissible, % (en valeur absolue)
de	à	
0,5	1,0	± 0,02
(au-dessus de) 1,0	2,0	± 0,03
≥ 2,0	5,0	± 0,05
≥ 5,0		± 0,10

Le résultat moyen de l'analyse de contrôle simultanée sur l'échantillon type de minéral de manganèse relative au dosage du dioxyde de carbone ne doit pas différer du résultat certifié de plus de l'écart admissible (sur l'étendue de teneur en dioxyde de carbone correspondante) spécifié dans le tableau.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) référence à la présente Norme Internationale;
- c) résultats de l'analyse;
- d) numéro de référence des résultats;
- e) tous détails notés pendant le dosage, ainsi que toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme Internationale, qui pourraient avoir une influence sur les résultats.



- A Plaque chauffante
 B Fiole conique de capacité 150 ml
 C Entonnoir compte-gouttes avec robinet à trois voies
 D Réfrigérant
 E Tube sécheur contenant de l'acide sulfurique (4.5)
 F Tube absorbeur contenant de l'oxyde de chrome(III) (4.1)

- G Tube absorbeur contenant de la ponce imprégnée de sulfate de cuivre(II) anhydre (4.2)
 H Tube absorbeur contenant du perchlorate de magnésium (4.3)
 I et J Tubes absorbeurs remplis chacun aux 3/4 d'amianté sodé (4.4) et à 1/4 de perchlorate de magnésium (4.3) (la masse totale de chaque tube ne doit pas dépasser 40 g)
 K Tube sécheur contenant de l'acide sulfurique (4.5)

FIGURE — Exemple d'appareillage