
NORME INTERNATIONALE



316

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

Minerais de manganèse — Dosage du cobalt — Méthode photométrique au sel nitroso-R

Manganese ores — Determination of cobalt content — Nitroso-R-salt photometric method

Première édition — 1975-02-01

CDU 669.74 : 543.432 : 546.73

Réf. N° : ISO 316-1975 (F)

Descripteurs : minerai de manganèse, analyse chimique, dosage, cobalt, méthode colorimétrique.

Prix basé sur 3 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 65 a examiné la Recommandation ISO/R 316 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 316-1963 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 316 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Portugal
Allemagne	Inde	Roumanie
Autriche	Irlande	Royaume-Uni
Bulgarie	Italie	Tchécoslovaquie
Chili	Japon	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 316 en Norme Internationale :

Hongrie

Minerais de manganèse — Dosage du cobalt — Méthode photométrique au sel nitroso-R

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique de dosage, par formation d'un complexe avec le sel nitroso-R, du cobalt 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

Réaction, en solution acétique, du cobalt trivalent avec le sel nitroso-R pour former un complexe coloré qui teinte la solution en rouge. Élimination de l'influence des éléments qui interfèrent (fer, cuivre, nickel) par ébullition de la solution avec l'acide nitrique après addition du sel nitroso-R. Mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde de 420 à 430 nm ou de 520 à 530 nm.

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 **Carbonate de sodium**, anhydre.

4.2 **Hydroxyde d'ammonium**, solution, ρ 0,91 g/ml.

4.3 **Acide nitrique**, dilué 1 : 1.

4.4 **Acide chlorhydrique**, dilué 1 : 1.

4.5 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml.

4.6 **Acide sulfurique**, ρ 1,84 g/ml.

4.7 **Acide fluorhydrique**, solution 40 % (m/m).

4.8 **Acétate de sodium**, solution 300 g/l.

4.9 **Sel nitroso-R**, solution 1 g/l.

4.10 **Solution étalon de cobalt.**

Dissoudre 0,100 0 g de cobalt métallique dans 20 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 : 4, en présence de quelques gouttes d'acide nitrique (ρ 1,40 g/ml). Faire bouillir la solution jusqu'à cessation du dégagement des composés oxygénés de l'azote (vapeurs nitreuses).

Verser la solution ainsi obtenue dans une fiole jaugée de 1 l, diluer en complétant par de l'eau jusqu'au trait repère et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient l'équivalent de 0,000 1 g de cobalt.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 **Creusets en platine.**

5.2 **Électrophotomètre**, muni soit d'un filtre bleu (longueur d'onde 420 à 430 nm), soit d'un filtre vert (longueur d'onde 520 à 530 nm).

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 . . .).

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.*

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 cobalt 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 50 ml.

7.5 Dosage

7.5.1 Dans la fiole conique contenant la prise d'essai (7.4), ajouter 8 à 10 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et chauffer pour dissoudre la prise d'essai. Ajouter 1 ml d'acide nitrique (4.3) et faire bouillir durant 5 min. A la solution, ajouter un volume égal d'eau chaude (60 à 70 °C) et filtrer en recevant dans une fiole conique à col large. Laver le filtre et le dépôt insoluble cinq ou six fois à l'eau chaude (60 à 70 °C), les introduire dans un creuset en platine (5.1) et incinérer à une température de 500 à 600 °C. Refroidir, ajouter au résidu dans le creuset 1 ou 2 gouttes d'eau, 1 ou 2 gouttes d'acide sulfurique (4.6) et 2 à 3 ml d'acide fluorhydrique (4.7), puis évaporer à sec.

Calciner légèrement le résidu, le refroidir, ajouter 1 à 2 g de carbonate de sodium anhydre (4.1) et faire fondre à une température de 900 à 1 000 °C. Extraire le produit de fusion par de l'acide chlorhydrique (4.4) et ajouter la solution au filtrat initial. Évaporer les solutions réunies jusqu'à un volume de 20 à 25 ml et, si nécessaire, filtrer et évaporer comme précédemment. Puis ajouter la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.2) jusqu'à l'apparition d'une turbidité; dissoudre la turbidité par addition de 1 ou 2 gouttes d'acide chlorhydrique (4.4). À la solution, ajouter 5 ml de solution d'acétate de sodium (4.8) et 4 ml de solution de sel nitroso-R (4.9), puis faire bouillir durant 5 min.

Refroidir la solution, ajouter 2 à 3 ml d'acide nitrique (4.3) et faire bouillir de nouveau durant 1 min. Refroidir la solution, la transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml, diluer

en complétant par de l'eau jusqu'au trait repère, homogénéiser et effectuer le mesurage photométrique en utilisant soit le filtre bleu, soit le filtre vert.

7.5.2 Déterminer le pourcentage en cobalt de l'échantillon pour analyse à partir de l'absorbance de la solution soumise à l'essai, en utilisant l'une des méthodes suivantes :

a) Méthode de la courbe d'étalonnage

Pour établir la courbe d'étalonnage, prélever les volumes de la solution étalon de cobalt (4.10), assurant les teneurs en cobalt dans le minerai du type donné, tant extrêmes (maximale et minimale) que moyenne et, simultanément avec l'échantillon à analyser, leur faire subir toutes les étapes de l'analyse, y compris le mesurage de l'absorbance.

b) Méthode de comparaison

Prélever un volume donné de la solution étalon de cobalt (4.10) correspondant à une teneur en cobalt voisine de celle de l'échantillon à analyser et, simultanément avec ce dernier, lui faire subir toutes les étapes de l'analyse, y compris le mesurage de l'absorbance.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Mode de calcul

La teneur sur sec en cobalt, exprimée en pourcentage en masse, est calculée

a) soit en multipliant la valeur lue directement sur la courbe d'étalonnage par le facteur $\frac{100}{100 - A}$,

b) soit par la méthode de comparaison, en utilisant la formule

$$\frac{D_x \times m_1 \times 100}{D_{st} \times m_0} \times \frac{100}{100 - A}$$

où

D_x est l'absorbance de la solution à analyser;

D_{st} est l'absorbance de la solution étalon de cobalt;

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

m_1 est la masse, en grammes, du cobalt contenu dans le volume de solution étalon de cobalt utilisé pour le dosage;

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 cobalt correspondante) spécifié dans le tableau ci-après.

Teneur en cobalt, %		Écart admissible, % (en valeur absolue)
de (au-dessus de)	à	
	0,01	± 0,001
0,01	0,03	± 0,001 5
0,03	0,05	± 0,002 0
0,05	0,10	± 0,003

Le résultat moyen de l'analyse de contrôle simultanée sur l'échantillon type de minerai de manganèse relative au dosage du cobalt ne doit pas différer du résultat certifié de

plus de l'écart admissible (sur l'étendue de teneur en cobalt 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.