

---

# NORME INTERNATIONALE



# 320

---

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

---

## **Minerais de manganèse — Dosage du soufre — Méthodes gravimétriques à l'état de sulfate de baryum et méthode titrimétrique à l'état de dioxyde de soufre après calcination**

*Manganese ores — Determination of sulphur — Barium sulphate gravimetric methods and sulphur dioxide titrimetric method after combustion*

Première édition — 1975-02-01

---

CDU 669.74 : 543.21 : 546.22

Réf. N° : ISO 320-1975 (F)

**Descripteurs** : minerai de manganèse, analyse chimique, dosage, soufre, méthode gravimétrique, méthode par combustion.

Prix basé sur 7 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 320 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 320 -1963 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 320 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Finlande\*

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 320 en Norme Internationale :

Bulgarie  
Hongrie

---

\* Ultérieurement, ce Comité Membre a approuvé la Recommandation.

# Minerais de manganèse — Dosage du soufre — Méthodes gravimétriques à l'état de sulfate de baryum et méthode titrimétrique à l'état de dioxyde de soufre après calcination

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie trois méthodes de dosage du soufre dans les minerais de manganèse, à savoir :

**Méthodes I et II** : méthodes gravimétriques à l'état de sulfate de baryum applicables aux minerais de manganèse dont la teneur en soufre est supérieure à 0,01 % (m/m);

**Méthode III** : méthode titrimétrique à l'état de dioxyde de soufre après calcination.

## 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.*<sup>1)</sup>

## MÉTHODE I — MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE (PREMIÈRE VARIANTE)

### 3 PRINCIPE

Conversion de tout le soufre contenu dans une prise d'essai du minerai (surtout sous forme de pyrites et de barytes) en sulfate de sodium, par fusion du minerai avec le carbonate de sodium en présence d'un agent oxydant à une température de 800 à 900 °C. Extraction du produit de fusion par l'eau, suivie d'une filtration pour séparer les anions sulfate des autres éléments parmi lesquels se trouvent également ceux qui gênent le dosage. Précipitation des anions sulfate contenus dans le filtrat par le chlorure de baryum et dosage du soufre à l'état de sulfate de baryum.

### 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 Chlorate de potassium.

4.2 Carbonate de sodium, anhydre.

4.3 Oxyde de magnésium.

4.4 Peroxyde de sodium.

4.5 **Mélange fondant**, constitué par 30 g de carbonate de sodium anhydre, 25 g d'oxyde de magnésium et 2 g de chlorate de potassium. Broyer d'abord finement dans un mortier en porcelaine le chlorate de potassium (4.1) avec un peu de carbonate de sodium anhydre (4.2). Ajouter ensuite le reste du carbonate de sodium et l'oxyde de magnésium (4.3), après quoi mélanger le tout avec soin.

4.6 Éthanol.

4.7 Carbonate de sodium, solution 10 g/l.

4.8 Acide chlorhydrique, dilué 1 : 1.

4.9 Chlorure de baryum, solution 100 g/l.

4.10 Solution de lavage.

Ajouter 10 ml de solution de chlorure de baryum (4.9) à 10 ml d'acide chlorhydrique (4.8) et diluer à 1 l par de l'eau.

4.11 Nitrate d'argent, solution 1 g/l.

4.12 **Indicateur au rouge de méthyle**, solution alcoolique 1 g/l.

### 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 **Creusets en platine** (pour le mode opératoire A) ou

5.2 **Creusets en nickel** (pour le mode opératoire B).

5.3 Four à moufle.

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.*

## 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 soufre 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, 3 à 5 g de l'échantillon pour analyse.

### 7.5 Dosage

#### 7.5.1 Mode opératoire A

**7.5.1.1** Introduire la prise d'essai (7.4) dans un creuset en platine (5.1), ajouter 4 à 7 g de mélange fondant (4.5) et mélanger le tout avec soin. Mettre le creuset dans le four à moufle (5.3) et chauffer jusqu'à une température de 800 à 900 °C durant 20 à 30 min.

Après refroidissement, mettre le creuset dans un bécher de 300 ml et extraire le produit de fusion par 75 à 100 ml d'eau chaude (60 à 70 °C). Chauffer jusqu'à décomposition complète, après quoi retirer le creuset et le rincer à l'eau.

**7.5.1.2** Si la solution est teintée en vert par la présence d'anions manganate, réduire ces derniers en ajoutant quelques gouttes d'éthanol (4.6) et chauffer jusqu'à disparition complète de la coloration.

**7.5.1.3** Filtrer la solution chaude sur un filtre sans cendres en recevant dans un bécher de 500 ml, en laissant la majeure partie du dépôt dans le bécher dans lequel a eu lieu l'extraction.

**7.5.1.4** Verser dans le bécher contenant le dépôt 50 ml de solution de carbonate de sodium (4.7) chaude (60 à 70 °C), faire bouillir durant 5 à 10 min et filtrer sur le même filtre. Répéter cette opération deux ou trois fois. Laver le dépôt dans le bécher en filtrant l'eau de lavage et laver quatre fois avec de la solution de carbonate de sodium chaude. Neutraliser avec précaution le filtrat dont le volume doit être 250 à 300 ml environ, par de l'acide chlorhydrique (4.8) en présence de rouge de méthyle (4.12), après quoi ajouter à la solution un excès de 1 à 1,5 ml du même acide.

**7.5.1.5** Porter la solution au point d'ébullition, puis ajouter goutte à goutte, tout en agitant, 10 à 15 ml de solution de chlorure de baryum (4.9) chaude (60 à 70 °C). Maintenir à douce ébullition jusqu'à réduire le volume de liquide de 150 à 200 ml, après quoi laisser reposer le précipité de sulfate de baryum durant 12 h.

**7.5.1.6** Filtrer et recueillir le précipité sur un filtre à texture serrée, contenant une petite quantité de pulpe de papier et laver le précipité dans le bécher à l'aide d'un jet de solution de lavage (4.10) froide.

Laver le précipité sur le filtre trois ou quatre fois à la solution de lavage, puis à l'eau tiède (40 à 50 °C) jusqu'à l'élimination complète des anions chlorure (vérification avec la solution de nitrate d'argent (4.11)).

**7.5.1.7** Introduire le filtre avec le précipité dans un creuset en platine ou en porcelaine préalablement taré et sécher. Incinérer avec précaution et chauffer jusqu'à une température de 600 à 700 °C durant 30 min. Laisser refroidir le creuset avec le résidu dans un dessiccateur, puis le peser à 0,000 2 g près.

#### 7.5.2 Mode opératoire B

**7.5.2.1** Introduire la prise d'essai (7.4) dans un creuset en nickel (5.2), ajouter 3 à 5 g de carbonate de sodium (4.2) et 3 à 5 g de peroxyde de sodium (4.4), après quoi mélanger avec soin.

**7.5.2.2** Mettre le creuset dans le four à moufle (5.3) et incinérer à une température de 550 à 600 °C durant 20 à 30 min. Après refroidissement, mettre le creuset dans un bécher de 500 ml contenant 100 à 150 ml d'eau et chauffer jusqu'à décomposition complète du produit de fusion. Retirer le creuset et le rincer avec précaution à l'eau chaude (60 à 70 °C) au-dessus du bécher.

Effectuer les opérations suivantes (à partir de la réaction de réduction du manganate par l'éthanol) conformément au mode opératoire A (7.5.1.2 à 7.5.1.7).

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 Mode de calcul

La teneur sur sec en soufre, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 0,1374 \times 100}{m_0} \times \frac{100}{100 - A}$$

où

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du précipité de sulfate de baryum;

0,1374 est le facteur de conversion du sulfate de baryum en soufre;

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 soufre correspondante) spécifié dans le tableau ci-après.

Teneur en soufre, %		Écart admissible, % (en valeur absolue)	
de	à		
	0,010	0,030	± 0,001
(au-dessus de)	0,030	0,050	± 0,002
≥	0,050	0,100	± 0,003
≥	0,100	0,200	± 0,006

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

## 9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- référence à la présente Norme Internationale;
- résultats de l'analyse;
- 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.

## MÉTHODE II – MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE (SECONDE VARIANTE)

### 10 PRINCIPE

Dissolution d'une prise d'essai dans l'acide chlorhydrique en présence de chlorate de potassium. Précipitation des anions sulfate en sulfate de baryum.

### 11 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.

11.1 Chlorate de potassium.

11.2 Carbonate de sodium anhydre.

11.3 Acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml.

11.4 Acide chlorhydrique, dilué 1 : 1.

11.5 Acide fluorhydrique, solution 40 % (m/m).

11.6 Acide nitrique,  $\rho$  1,40 g/ml.

11.7 Chlorure de baryum, solution 100 g/l.

11.8 Nitrate de baryum, solution 10 g/l.

11.9 Carbonate de sodium, solution 10 g/l.

11.10 Solution de lavage.

Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (11.3) à 10 ml de solution de chlorure de baryum (11.7) et diluer à 1 l par de l'eau.

11.11 Nitrate d'argent, solution 1 g/l.

11.12 Indicateur au rouge de méthyle, solution alcoolique 1 g/l.

### 12 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

12.1 Plaque chauffante ou bain-marie.

12.2 Creusets en platine.

### 13 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...).

### 14 MODE OPÉRATOIRE

#### 14.1 Nombre d'analyses

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

#### 14.2 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.

#### 14.3 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 soufre est connue, et de la catégorie de minerai à laquelle appartient l'échantillon à analyser.

#### 14.4 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, 2 à 5 g de l'échantillon pour analyse, dans un bécher de 300 ml.

#### 14.5 Dosage

**14.5.1** Ajouter 1 à 2 g de chlorate de potassium (11.1) à la prise d'essai (14.4) dans le bécher et dissoudre le mélange dans 20 à 30 ml d'acide chlorhydrique (11.3), en chauffant modérément.

**14.5.2** La prise d'essai une fois dissoute, ajouter 3 à 5 ml de solution de chlorure de baryum (11.7) et évaporer à sec le liquide.

**14.5.3** Humecter le résidu sec par 4 à 5 ml d'acide chlorhydrique (11.4), le chauffer modérément sur une plaque chauffante (12.1) (ou dans un bain-marie) durant 5 à 10 min et ajouter 150 à 200 ml d'eau chaude (60 à 70 °C). Les sels une fois dissous, filtrer le résidu sur un filtre à texture serrée.

Laver le résidu à la solution de lavage (11.10). Introduire le filtre avec le résidu dans un creuset en platine (12.2), humecter le contenu du creuset par 5 à 10 gouttes de solution de nitrate de baryum (11.8) et incinérer avec précaution à une température de 500 à 600 °C. Humecter le résidu calciné et refroidi par 10 à 12 gouttes d'acide nitrique (11.6), ajouter 10 à 15 ml d'acide fluorhydrique (11.5), évaporer à sec et chauffer jusqu'à une température de 500 à 600 °C.

**14.5.4** Faire fondre le résidu dans le creuset avec 3 à 4 g de carbonate de sodium (11.2) à une température de 950 à 1 000 °C. Mettre le creuset contenant le produit de fusion dans un bécher de 150 ml et extraire le produit de fusion par 50 ml d'eau chaude (60 à 70 °C), tout en chauffant. Filtrer la solution sur un filtre à texture moyenne en recevant dans un bécher de capacité 300 à 400 ml, puis laver avec soin le bécher et le filtre huit à dix fois avec de la solution de carbonate de sodium (11.9) chaude (60 à 70 °C).

**14.5.5** Rejeter le filtre avec le résidu et neutraliser avec précaution le filtrat (dont le volume doit être 300 ml environ) par de l'acide chlorhydrique (11.3) en présence de rouge de méthyle (11.12), après quoi ajouter un excès de 1 ml du même acide, puis porter la solution au point d'ébullition.

À la solution en ébullition, ajouter goutte à goutte, tout en agitant continuellement, 10 à 15 ml de solution de chlorure de baryum (11.7) chaude (60 à 70 °C).

Couvrir le bécher d'un verre de montre et maintenir à douce ébullition durant 10 min. Retirer le bécher de la plaque chauffante et le laisser reposer durant 12 h.

Filtrer et recueillir le précipité sur un filtre à texture serrée, le laver cinq ou six fois à la solution de lavage (11.10), puis à l'eau tiède (40 à 50 °C) jusqu'à l'élimination complète des anions chlorure (vérification avec la solution de nitrate d'argent (11.11)).

**14.5.6** Introduire le filtre avec le précipité de sulfate de baryum dans un creuset en platine ou en porcelaine préalablement taré et chauffé, après quoi incinérer avec précaution et chauffer jusqu'à une température de 600 à 700 °C. Laisser refroidir le creuset avec le résidu dans un dessiccateur, puis le peser à 0,000 2 g près.

### 15 EXPRESSION DES RÉSULTATS

#### 15.1 Mode de calcul

La teneur sur sec en soufre, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 0,1374 \times 100}{m_0} \times \frac{100}{100 - A}$$

où

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du précipité de sulfate de baryum;

0,1374 est le facteur de conversion du sulfate de baryum en soufre;

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 15.2) soient satisfaites.

### 15.2 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 soufre correspondante) spécifié dans le tableau ci-après.

Teneur en soufre, %		Écart admissible, % (en valeur absolue)	
de	à		
	0,010	0,030	± 0,001
(au-dessus de)	0,030	0,050	± 0,002
≥	0,050	0,100	± 0,003
≥	0,100	0,200	± 0,006

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

## 16 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- référence à la présente Norme Internationale;
- résultats de l'analyse;
- numéro de référence des résultats;
- 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.

## MÉTHODE III – MÉTHODE TITRIMÉTRIQUE À L'ÉTAT DE DIOXYDE DE SOUFRE APRÈS CALCINATION

### 17 PRINCIPE

Calcination d'une prise d'essai dans un courant d'oxygène à une température de 1 350 à 1 400 °C ou dans un courant de dioxyde de carbone à une température de 1 200 à 1 250 °C, le soufre se dégageant alors sous forme de dioxyde de soufre (SO<sub>2</sub>) qui est entraîné par le courant d'oxygène ou de dioxyde de carbone dans un récipient absorbant contenant de l'eau. Titration de l'acide sulfurique formé par réaction d'une solution titrée d'iode, en présence d'empois d'amidon comme indicateur.

## 18 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.

**18.1 Chlorure de calcium**, anhydre, en granules.

**18.2 Hydroxyde de potassium**, en pastilles.

**18.3 Hydroxyde de potassium**, solution 300 g/l.

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

**18.5 Iode**, solution titrée 0,005 N.

### 18.5.1 Préparation de la solution

Déposer 0,635 g d'iode en paillettes et 1,3 g d'iodure de potassium dans un bécher de 100 ml et dissoudre dans 50 ml d'eau. Diluer la solution à 1 l par de l'eau.

### 18.5.2 Étalonnage de la solution

Prélever trois prises d'essai dans un échantillon type de minerai de manganèse dont la teneur donnée en soufre est voisine de celle de l'échantillon à analyser et leur faire subir toutes les étapes de l'analyse (21.5).

Le titre de la solution d'iode est donné par la formule

$$T = \frac{B \times m}{V \times 100}$$

où

$T$  est le titre de la solution d'iode, exprimé en grammes de soufre correspondant à 1 ml de solution;

$B$  est la teneur en soufre, en pourcentage en masse, de l'échantillon type de minerai de manganèse;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai de l'échantillon type;

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'iode utilisé.

Adopter, comme titre, la moyenne des trois résultats.

**18.6 Empois d'amidon**, indicateur, solution 5 g/l.

Triturer 0,5 g d'empois d'amidon soluble dans un mortier, mélanger à 20 ml d'eau et verser en un mince filet dans un récipient contenant 80 ml d'eau en ébullition.

## 19 APPAREILLAGE

L'appareillage doit être réalisé comme le montre la figure.

L'oxygène (ou le dioxyde de carbone) nécessaire au dosage passe de la bouteille (A) par le mano-détendeur (B) aux flacons de lavage (C) et (D) contenant respectivement de la solution d'hydroxyde de potassium (18.3) et de l'acide sulfurique (18.4), puis dans la colonne à dessécher (E)



contenant de l'hydroxyde de potassium (18.2) en pastilles dans sa partie inférieure et du chlorure de calcium (18.1) sec en granules dans sa partie supérieure et fermée par un tampon en fibre de verre.

Si la prise d'essai est chauffée dans un courant de dioxyde de carbone, on se dispense d'utiliser les flacons de lavage (C) et (D) et on remplit la colonne à dessécher (E) de perchlorate de magnésium anhydre ou de chlorure de calcium (18.1) anhydre.

L'oxygène purifié et sec passe par un tuyau en élastomère dans le tube à combustion en porcelaine (F), de diamètre 19 à 20 mm, traversant le four électrique (G).

Les produits gazeux de combustion avec l'excès d'oxygène ou de dioxyde de carbone sortent du tube à combustion (F) par le tube à dégagement (H) et sont admis dans le récipient absorbeur (I), de hauteur 250 mm et de diamètre 30 mm, qui est à moitié rempli de solution aqueuse d'empois d'amidon (18.6) colorée en bleu pâle par l'iode. Un récipient absorbeur (J) identique, placé à côté et garni de la même solution, sert de témoin.

Au-dessus de l'absorbeur, placer la burette (K) contenant de la solution titrée d'iode (18.5).

Le four électrique (G) à éléments chauffants en silite est branché au secteur de courant alternatif à l'aide du transformateur (L) muni d'un thermorégulateur.

Pour éviter l'échauffement des extrémités du tube (F) en porcelaine, couvrir les surfaces avant et arrière du four d'un carton-amianté (N). Les extrémités du tube en porcelaine doivent dépasser du four de 150 à 200 mm. Les extrémités du tube en porcelaine doivent être refroidies à l'extérieur par des bandes d'étoffe de coton humectées au niveau des bouchons.

## 20 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 ...).

## 21 MODE OPÉRATOIRE

### 21.1 Nombre d'analyses

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

### 21.2 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.

### 21.3 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 soufre est connue, et de la catégorie de minerai à laquelle appartient l'échantillon à analyser.

### 21.4 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, dans une nacelle en porcelaine préalablement tarée et chauffée dans un courant d'oxygène à une température de 1 350 à 1 400 °C ou dans un courant de dioxyde de carbone à une température de 1 200 à 1 250 °C, une masse de l'échantillon pour analyse dépendant de sa teneur en soufre, comme suit :

jusqu'à 0,02 % de soufre : 1,0 g  
0,02 % et plus de soufre : 0,5 g

### 21.5 Dosage

**21.5.1** Avant la calcination, vérifier l'étanchéité de l'installation vis-à-vis du gaz.

**21.5.2** Remplir le récipient absorbeur (I) et le récipient servant de témoin (J) jusqu'à mi-volume de solution aqueuse d'empois d'amidon (18.6) colorée en bleu pâle par la solution titrée d'iode (18.5).

**21.5.3** Mettre la nacelle contenant la prise d'essai (21.4) dans le tube en porcelaine à l'endroit le plus chaud du four. Boucher rapidement le tube et y faire passer un courant d'oxygène (ou de dioxyde de carbone) au débit de 4 l/min. Quand le dioxyde de soufre, pénétrant du four dans le récipient absorbeur, commence à décolorer la couche inférieure du liquide, ajouter goutte à goutte de la solution titrée d'iode contenue dans la burette (K), à un débit tel que la coloration bleu pâle soit maintenue tout le temps. La calcination de la prise d'essai est considérée comme terminée lorsque la coloration bleu pâle de la solution dans le récipient absorbeur, pendant le passage continu du courant d'oxygène (ou de dioxyde de carbone), persiste durant 2 min, sans nouvelle addition de solution titrée d'iode.

## 22 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 22.1 Mode de calcul

La teneur sur sec en soufre, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{T(V_2 - V_1) \times 100}{m_0} \times \frac{100}{100 - A}$$

où

$T$  est le titre de la solution titrée d'iode (voir 18.5.2);

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'iode utilisé pour l'essai à blanc;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'iode utilisé pour le dosage;



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

$A$  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 22.2) soient satisfaites.

### 22.2 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 soufre correspondante) spécifié dans le tableau ci-après.

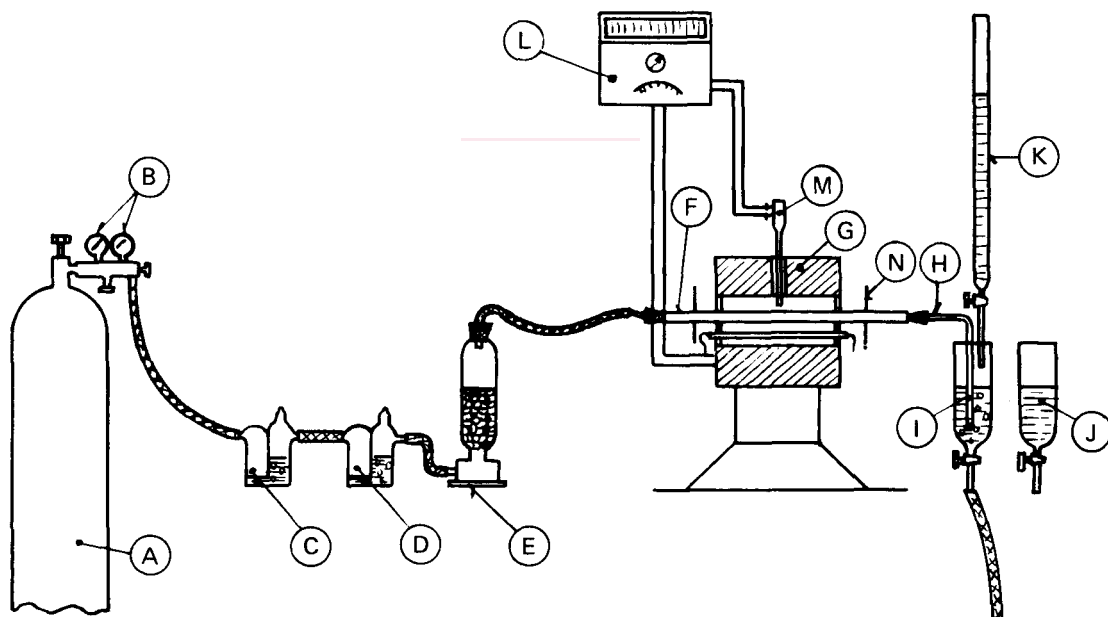
Teneur en soufre, %		Écart admissible, % (en valeur absolue)
de	à	
0,010	0,030	± 0,001
(au-dessus de) 0,030	0,050	± 0,002
⋮ 0,050	0,100	± 0,003
⋮ 0,100	0,200	± 0,006

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

### 23 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- référence à la présente Norme Internationale;
- résultats de l'analyse;
- numéro de référence des résultats;
- 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 Bouteille à oxygène (ou à dioxyde de carbone)  
 B Mano-détendeur  
 C Flacon de lavage contenant de la solution d'hydroxyde de potassium (18.3)  
 D Flacon de lavage contenant de l'acide sulfurique (18.4)  
 E Colonne à dessécher contenant de l'hydroxyde de potassium (18.2) et du chlorure de calcium (18.1)  
 F Tube à combustion en porcelaine  
 G Four électrique à éléments chauffants en silite

- H Tube à dégagement  
 I Récipient absorbant contenant de la solution d'empois d'amidon (18.6)  
 J Récipient absorbant contenant une solution témoin  
 K Burette contenant de la solution titrée d'iode (18.5)  
 L Transformateur muni d'un thermo-régulateur  
 M Couple thermoélectrique  
 N Carton-amianté

FIGURE – Appareillage pour le dosage du soufre (Méthode III)

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

ISO 320:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22b0884a-717c-4d5b-81a1-7a5889f9e9a6/iso-320-1975>