

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO R 311

MÉTHODES D'ANALYSE CHIMIQUE DES MINÉRAIS DE MANGANÈSE  
DÉTERMINATION DE LA SILICE (BIOXYDE DE SILICIUM)

1<sup>ère</sup> ÉDITION

Juillet 1963

### REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.



## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 311, *Méthodes d'analyse chimique des minerais de manganèse — Détermination de la silice (Bioxyde de silicium)*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse*, dont le Secrétariat est assuré par le Komitet Standartov, Mer i Izmeritel'nyh Priborov pri Sovete Ministrov SSSR.

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1954 et aboutirent en 1957 à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En octobre 1958, ce Projet de Recommandation ISO (N° 244) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé par les Comités Membres suivants :

Allemagne	Hongrie	République
Autriche	Irlande	Sud-Africaine
Birmanie	Italie	Roumanie
Bulgarie	Japon	Royaume-Uni
Chili	Pays-Bas	Tchécoslovaquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
Finlande	Portugal	

Deux Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

France, Inde.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida, en juillet 1963, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.



**MÉTHODES D'ANALYSE CHIMIQUE DES MINÉRAIS DE MANGANÈSE**

**DÉTERMINATION DE LA SILICE (BIOXYDE DE SILICIUM)**

(Masse atom. Si : 28,09, masse mol. SiO<sub>2</sub> : 60,09)

La présente Recommandation ISO se compose de deux parties:

- I. Introduction . . . . . chapitre 1,
- II. Méthode gravimétrique, à l'acide chlorhydrique, de détermination de la silice (bioxyde de silicium) . . . . . chapitres 2 à 5.

## I. INTRODUCTION

### 1. INDICATIONS GÉNÉRALES

- 1.1** L'analyse est effectuée à partir d'un échantillon pour analyse chimique de minerai de manganèse, séché à l'air et réduit à un calibre inférieur à 0,10 mm. On vérifie au moyen du tamis correspondant.

En même temps que les prises d'essai pour la détermination de la silice (bioxyde de silicium), on prend trois prises d'essai pour la détermination de l'humidité.

Pour calculer les résultats de la détermination de la teneur en silice (bioxyde de silicium) du minerai absolument sec, on multiplie la valeur numérique des résultats par le coefficient  $K$ , obtenu à partir de la formule suivante:

$$K = \frac{100}{100 - A}$$

où  $A$  = humidité, exprimée en pour-cent d'eau.

- 1.2** La détermination de la teneur en silice (bioxyde de silicium) dans le minerai de manganèse est effectuée parallèlement sur trois prises d'essai, avec deux essais à blanc pour permettre d'apporter aux résultats obtenus les corrections nécessaires.

Simultanément et dans les mêmes conditions, il est effectué une analyse de contrôle sur un échantillon type de minerai de manganèse, afin de déterminer sa teneur en silice.

La moyenne arithmétique des trois résultats est considérée comme étant le résultat définitif.

Les conditions suivantes seront toutefois observées:

L'écart maximal entre les résultats extrêmes ne doit pas excéder le double de la valeur numérique absolue de l'écart toléré pour l'analyse donnée (pour l'intervalle correspondant de la teneur en silice), indiqué dans le tableau sous paragraphe 5.2, « Précision de la méthode ».

Le résultat moyen de l'analyse de contrôle de la teneur en silice (bioxyde de silicium) pour un échantillon type de minerai de manganèse, effectuée simultanément, ne doit pas différer des résultats indiqués dans le certificat de plus de l'écart  $\pm$  toléré (pour l'intervalle correspondant de la teneur en silice), indiqué dans le tableau sous paragraphe 5.2, « Précision de la méthode ».

Il convient d'employer pour cette analyse un échantillon du même type de minerai que l'échantillon à analyser.

1.3 La pesée des prises d'essai et des résidus s'effectue à  $\pm 0,0002$  g près.

1.4 Au cours du mode opératoire et de la préparation des solutions, il faut se servir d'eau distillée.

1.5 Signification des expressions suivantes:

eau (ou solution) chaude            sous-entend une température du liquide de 60 à 70 °C;

eau (ou solution) tiède            sous-entend une température du liquide de 40 à 50 °C;

dilué (1 : 1), (1 : 2), (1 : 5), etc. signifie

pour le premier chiffre, les volumes d'acide ou de solution concentrés,

pour le deuxième chiffre, les volumes d'eau.

1.6 Les indications relatives aux concentrations des solutions se rapportent aux quantités de matière (en grammes) dans le volume correspondant de solvant.

1.7 Symboles et abréviations:

<i>d</i>	densité relative
<i>g</i>	gramme
<i>g/l</i>	grammes par litre
<i>ml</i>	millilitre
<i>mm</i>	millimètre
<i>p.p.a.</i>	pur pour analyse

## II. MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE À L'ACIDE CHLORHYDRIQUE

### 2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Dissoudre la prise d'essai de minerai dans l'acide chlorhydrique; après avoir fondu le résidu insoluble avec le carbonate de sodium et l'avoir ajouté à la solution principale, séparer l'acide silicique par double évaporation à sec de la solution d'acide chlorhydrique initiale et du filtrat.

### 3. RÉACTIFS NÉCESSAIRES

- 3.1 Thiocyanate d'ammonium, p.p.a., solution (10 g/l).
- 3.2 Acide chlorhydrique, p.p.a. (*d* 1,19).
- 3.3 Acide chlorhydrique, p.p.a., dilué (1 : 4).
- 3.4 Acide chlorhydrique, p.p.a., dilué (1 : 50).
- 3.5 Acide sulfurique, p.p.a. (*d* 1,84).
- 3.6 Acide fluorhydrique, p.p.a., 40%.
- 3.7 Carbonate de sodium (anhydre), p.p.a.

### 4. MODE OPÉRATOIRE

- 4.1 Placer une prise d'essai de 0,5 à 2 g de minerai de manganèse (suivant sa teneur en silice) dans un bécher de 100 ml, ajouter 15 à 30 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19) et chauffer jusqu'à dissolution complète. Evaporer à sec jusqu'à disparition de l'odeur d'acide chlorhydrique, dissoudre le résidu sec dans 10 à 15 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19), ajouter de l'eau chaude jusqu'à un volume de 20 à 30 ml, chauffer jusqu'à ébullition et séparer le résidu insoluble par filtration.
- 4.2 Laver le résidu sur le filtre, d'abord 3 à 4 fois à l'acide chlorhydrique dilué (1 : 50), puis 6 à 8 fois à l'eau chaude, après quoi placer le filtre avec le résidu dans un creuset de platine et incinérer le filtre. Fondre le résidu dans le creuset avec 2 g de carbonate de sodium à une température de 900 à 1000 °C. Reprendre par 50 ml d'acide chlorhydrique dilué (1 : 4) chaud, laver soigneusement le creuset et ajouter la solution au filtrat initial. Evaporer à sec les solutions réunies et chauffer jusqu'à disparition de l'odeur d'acide chlorhydrique. Humecter le résidu sec avec 5 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19) et évaporer à sec une seconde fois, en maintenant le bécher avec le résidu sec à une température de 120 à 130 °C pendant 40 à 60 min.  
  
Verser dans le résidu sec ainsi obtenu 10 à 15 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19) et placer sur une plaque chauffante (60-70 °C) pendant 3 à 5 min. Puis ajouter 40 ml d'eau chaude, chauffer sans aller jusqu'à ébullition et séparer l'acide silicique par filtration.
- 4.3 Laver d'abord le filtre et le résidu à l'acide chlorhydrique dilué (1 : 50) jusqu'à élimination du fer (essai au thiocyanate d'ammonium), puis à l'eau chaude 2 à 3 fois.

Conserver le filtre avec le résidu. Evaporer le filtrat à sec et répéter l'évaporation avec 5 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19), comme indiqué plus haut.