



## Minerais de manganèse — Dosage de l'oxygène actif, exprimé en dioxyde de manganèse — Méthode titrimétrique

*Manganese ores — Determination of active oxygen content, expressed as manganese dioxide — Titrimetric method*

Troisième édition — 1986-06-01

[standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai)

[ISO 312:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37e03e16-96d9-48c8-96b9-69598b76132c/iso-312-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37e03e16-96d9-48c8-96b9-69598b76132c/iso-312-1986>

## 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 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 312 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 312-1980) dont elle constitue une révision mineure.

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 de manganèse — Dosage de l'oxygène actif, exprimé en dioxyde de manganèse — Méthode titrimétrique

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage par réduction au sulfate double d'ammonium fer(II) hexahydraté, de l'oxygène actif (exprimé conventionnellement en dioxyde de manganèse) dans les minerais de manganèse.

## 2 Références

ISO 4296/1, *Minerais de manganèse — Échantillonnage — Partie 1: Échantillonnage par prélèvements.*

ISO 4296/2, *Minerais de manganèse — Échantillonnage — Partie 2: Préparation des échantillons.*

ISO 4297, *Minerais et concentrés de manganèse — Méthodes d'analyse chimique — Instructions générales.*

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par un excès de solution étalon de sulfate double d'ammonium fer(II) hexahydraté dans l'acide sulfurique, pour réduire le dioxyde de manganèse contenu dans la prise d'essai. Titrage en retour de l'excès de sulfate double d'ammonium fer(II) hexahydraté par une solution titrée de dichromate de potassium, en présence de diphénylamine sulfonate de sodium comme indicateur.

## 4 Réactifs

**4.1 Acide phosphorique**,  $\rho$  1,7 g/ml.

**4.2 Sulfate double d'ammonium fer(II) hexahydraté**, solution à 60 g/l.

Dissoudre 60 g de sulfate double d'ammonium fer(II) hexahydraté  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  dans de l'acide sulfurique, dilué (1 + 7) et diluer à 1 litre avec du même acide.

**4.3 Dichromate de potassium**, solution titrée, 8,780 g/l.

### 4.3.1 Préparation de la solution

Dissoudre 8,780 g de dichromate de potassium, recristallisé et séché à une température de 180 à 200 °C, dans 100 ml d'eau. Transvaser en totalité la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 litre, diluer jusqu'au trait repère et homogénéiser.

### 4.3.2 Étalonnage de la solution

Prélever trois prises d'essai dans un échantillon type de minerai de manganèse dont la teneur donnée en dioxyde de manganèse est voisine de celle de l'échantillon à analyser et leur faire subir toutes les étapes de l'analyse (7.4).

Le titre de la solution de dichromate de potassium est donné par la formule

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

où

$T$  est le titre de la solution de dichromate de potassium, exprimée, en grammes, de dioxyde de manganèse correspondant à 1 ml de solution;

$B$  est la teneur en dioxyde de manganèse, 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 de dichromate de potassium utilisé.

Adopter, comme titre, la moyenne des trois résultats.

**4.4 Diphénylamine sulfonate de sodium**, solution à 0,8 g/l.

Dissoudre 0,8 g de diphénylamine sulfonate de sodium en poudre ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$ ) dans un petit volume d'eau et diluer à 1 litre par de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Fiole conique**, de capacité 300 ml équipée d'un bouchon muni de deux tubes à dégagement (voir la figure).

**5.2 Source de dioxyde de carbone.**

## 6 Échantillon

Pour l'échantillonnage des minerais de manganèse, voir l'ISO 4296/1. Pour la préparation des échantillons, voir l'ISO 4296/2.

Utiliser un échantillon pour analyse, d'une granulométrie inférieure à 100 µm obtenue par broyage (contrôlée à l'aide d'un tamis de dimensions d'ouverture appropriée), et ayant été séché à l'air dans les conditions du laboratoire.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prise d'essai

Peser 0,25 g de l'échantillon pour analyse, dans la fiole conique (5.1).

### 7.2 Nombre d'analyses

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

### 7.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant tous les stades de l'analyse.

### 7.4 Dosage

Dans la fiole conique contenant la prise d'essai (7.1), ajouter 50 ml de la solution de sulfate double d'ammonium fer(II) hexahydraté (4.2). Fermer la fiole avec son bouchon et faire passer un courant de dioxyde de carbone; mélanger avec soin et, sans arrêter le courant de dioxyde de carbone, chauffer modérément la fiole et son contenu jusqu'à dissolution de la prise d'essai (jusqu'à disparition des particules colorées en sombre).

Refroidir la fiole et son contenu (sans arrêter le courant de dioxyde de carbone). Ouvrir la fiole; ajouter 10 ml de l'acide phosphorique (4.1) et 2 ml de la solution de diphénylamine sul-

fonate de sodium (4.4). Diluer à 150 ml avec de l'eau froide (dont l'air a été éliminé par ébullition) et titrer l'excès de sulfate double d'ammonium fer(II) hexahydraté avec la solution de dichromate de potassium (4.3) jusqu'à l'apparition d'une coloration violet-bleu persistante.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Mode de calcul

La teneur en oxygène actif, exprimée en pourcentage en masse de dioxyde de manganèse, est donnée par la formule

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

où

$T$  est le titre de la solution titrée de dichromate de potassium (voir 4.3.2);

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

$V_2$  est le volume en millilitres, de la solution titrée de dichromate de potassium utilisé pour le dosage;

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

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

### 8.2 Tolérances admissibles sur les résultats de trois dosages en parallèle

| Teneur en oxygène actif <sup>1)</sup><br>% (m/m) |       | Tolérance admissible<br>% (m/m) |
|--|-------|---------------------------------|
| de (au-dessus de)                                | à     |                                 |
|  | 50,00 | 0,30                            |
| 50,00  | 70,00 | 0,40                            |
| 70,00  | 90,00 | 0,50                            |

1) Exprimé conventionnellement en dioxyde de manganèse.

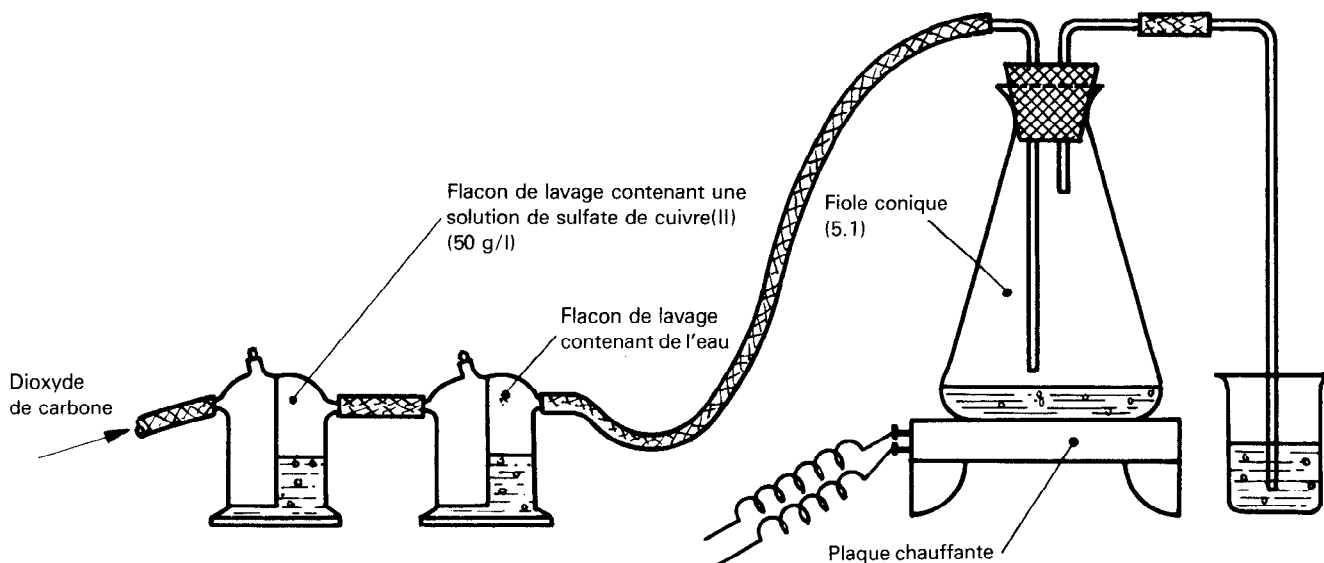


Figure — Exemple d'appareillage