

ISO

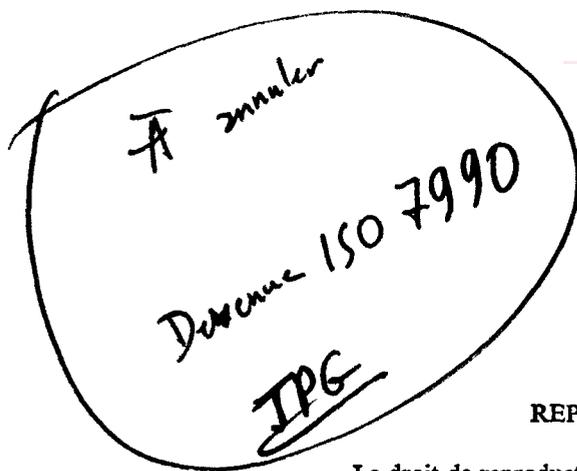
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 313

MÉTHODES D'ANALYSE CHIMIQUE DES MINÉRAIS DE MANGANÈSE
DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN FER

1^{ère} 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 313, *Méthodes d'analyse chimique des minerais de manganèse — Détermination de la teneur totale en fer*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse*, dont le Secrétariat est assuré par le Komitet Standardov, 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° 246) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé par les Comités Membres suivants:

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

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

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 TENEUR TOTALE EN FER

(Masse atomique Fe : 55,85 ; masse mol. FeO : 71,85 ; masse mol. Fe₂O₃ : 159,70)

La présente Recommandation ISO se compose de trois parties:

- I. Introduction chapitre 1,
 II. Méthode au bichromate, variante N° 1 chapitres 2 à 5,
 III. Méthode au bichromate, variante N° 2, pour minerais contenant du cuivre,
 du plomb et de l'arsenic chapitres 6 à 9.

 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 teneur totale en fer, on prend trois prises d'essai pour la détermination de l'humidité.

Pour calculer les résultats de la détermination de la teneur totale en fer 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 totale en fer 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 totale en fer.

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 totale en fer), indiqué dans les tableaux sous paragraphes 5.2 et 9.2, « Précision de la méthode ».

Le résultat moyen de l'analyse de contrôle de la teneur totale en fer, 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 totale en fer), indiqué dans les tableaux sous paragraphes 5.2 et 9.2, « 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 AU BICHROMATE, VARIANTE N° 1

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Dissoudre la prise d'essai de minerai dans l'acide chlorhydrique concentré. Réduire le fer trivalent par le chlorure stanneux dont l'excès est oxydé par le chlorure mercurique.

Titrer le fer réduit par une solution de bichromate de potassium en utilisant comme indicateur le diphénylamine-sulfonate de sodium.

3. RÉACTIFS NÉCESSAIRES

- 3.1 *Acide chlorhydrique*, p. p. a. (*d* 1,19).
- 3.2 *Solution de chlorure stanneux*, p. p. a. (100 g/l). Dissoudre 10 g de chlorure stanneux dans 50 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19) en chauffant, et ajouter 50 ml d'eau.
- 3.3 *Solution de chlorure mercurique*, p. p. a. (50 g/l).
- 3.4 *Solution d'indicateur diphénylamine-sulfonate de sodium* (0,8 g/l).
- 3.5 *Mélange d'acides* : 250 ml d'acide sulfurique (*d* 1,84) sont versés avec précaution dans 750 ml d'eau; après refroidissement, on ajoute 50 ml d'acide phosphorique (*d* 1,7).
- 3.6 *Solution titrée de bichromate de potassium*. Dissoudre 1,7558 g de bichromate de potassium, p. p. a., recristallisé et séché à une température de 180 à 200 °C dans un petit volume d'eau distillée, verser dans une fiole jaugée de 1 litre et compléter avec de l'eau jusqu'à la marque. 1 ml de cette solution correspond à 0,002 g de fer.

4. MODE OPÉRATOIRE

- 4.1 Placer une prise d'essai de 0,5 à 1 g de minerai de manganèse (suivant sa teneur en fer) dans un bécher de 100 ml, ajouter 10 à 15 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19) et chauffer jusqu'à dissolution du minerai. Ajouter goutte à goutte de la solution de chlorure stanneux (100 g/l) jusqu'à décoloration, avec un excès de 1 à 2 gouttes maximum. Verser la solution de fer réduite dans un récipient de 500 ml, laver les parois du bécher à l'eau, ajouter 5 ml de solution de chlorure mercurique (50 g/l), mélanger et laisser reposer 2 à 3 min. On doit alors observer un précipité blanc et soyeux de chlorure mercurique Hg_2Cl_2 . Si le précipité n'apparaît pas ou si au contraire il apparaît en excès, et d'autant plus s'il a une teinte sombre due au mercure métallique, il faut recommencer l'analyse.
- 4.2 Diluer la solution à l'eau froide jusqu'à 200 à 250 ml environ, ajouter 25 ml de mélange d'acides et 2 ml d'indicateur diphénylamine-sulfonate de sodium, mélanger et titrer avec une solution de bichromate de potassium jusqu'au virage de la teinte verte au bleu-violet.

NOTES

1. Suivant la teneur en fer, prendre la prise d'essai suivante:
 - jusqu'à et inclusivement 5,0% de fer 1 g de minerai,
 - plus de 5,0% de fer 0,5 g de minerai.
2. En présence de cuivre et d'arsenic, la teneur en fer est déterminée par la variante N° 2, en séparant préalablement le cuivre par l'hydrogène sulfuré.
3. La présence de plomb ne gêne en rien la détermination du fer.
4. Au cas où le minerai donné ne se dissout pas complètement dans l'acide chlorhydrique, il faut ajouter 0,5 g de fluorure de sodium ou fondre le résidu insoluble avec du carbonate de sodium ou du pyrosulfate de potassium.

5. EXPRESSION DES RÉSULTATS

5.1 Mode de calcul

La teneur totale de fer, en pour-cent, est calculée d'après la formule suivante:

$$\text{Fe} = \frac{VT \times 100}{G} \text{ pour cent}$$

où V = nombre de millilitres de la solution de bichromate de sodium, utilisé pour le titrage;

T = titre de la solution de bichromate de sodium, exprimé en grammes de fer;

G = masse de la prise d'essai, en grammes.

5.2 Précision de la méthode

Les tolérances, en pour-cent (valeur absolue), sont données dans le tableau ci-dessous:

Teneur totale en fer		Écarts tolérés (en valeur absolue)
de (exclu)	à	
	1,00%	± 0,02%
1,00%	2,00%	± 0,03%
2,00%	3,00%	± 0,04%
3,00%	5,00%	± 0,06%
5,00%		± 0,10%

III. MÉTHODE AU BICHROMATE, VARIANTE N° 2, POUR MINÉRAIS CONTENANT DU CUIVRE, DU PLOMB ET DE L'ARSENIC

6. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Dissoudre la prise d'essai de minerai dans l'acide chlorhydrique. Après élimination de l'acide silicique, séparer le cuivre, le plomb et l'arsenic à l'hydrogène sulfuré. Faire déposer l'hydroxyde de fer à l'ammoniaque, dissoudre le résidu dans l'acide chlorhydrique, réduire le fer trivalent au chlorure stanneux et titrer avec une solution de bichromate de potassium en présence du diphénylamine-sulfonate de sodium comme indicateur.

7. RÉACTIFS NÉCESSAIRES

- 7.1 *Ammoniaque*, p. p. a., solution aqueuse (*d* 0,91).
- 7.2 *Chlorure d'ammonium*, p. p. a.
- 7.3 *Sulfure de fer*, p. p. a. (pour obtenir l'hydrogène sulfuré).
- 7.4 *Acide chlorhydrique*, p. p. a. (*d* 1,19).
- 7.5 *Acide chlorhydrique*, p. p. a., dilué (1 : 1).
- 7.6 *Acide chlorhydrique*, p. p. a., dilué (1 : 2).
- 7.7 *Acide chlorhydrique*, p. p. a., dilué (1 : 50).
- 7.8 *Acide nitrique*, p. p. a. (*d* 1,40).
- 7.9 *Acide sulfurique*, p. p. a. (*d* 1,84).
- 7.10 *Acide fluorhydrique*, p. p. a., 40%.
- 7.11 *Chlorate de potassium* (KClO_3), p. p. a.
- 7.12 *Pyrosulfate de potassium* ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$), p. p. a.
- 7.13 *Carbonate de sodium*, p. p. a., anhydre.
- 7.14 Les autres réactifs sont les mêmes que pour la variante N° 1.

8. MODE OPÉRATOIRE

- 8.1 Placer une prise d'essai de 1 g de minerai de manganèse dans un bécher de 100 à 150 ml, dissoudre dans 20 à 30 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19) en chauffant légèrement, ajouter 1 g de chlorate de potassium et continuer de chauffer.

La dissolution terminée, évaporer la solution à sec. Dissoudre le résidu sec dans 20 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19), puis ajouter 50 ml d'eau, séparer par filtration le résidu d'acide silicique et laver à l'acide chlorhydrique dilué (1 : 50). Placer le filtre avec le résidu dans un creuset de platine, incinérer le filtre avec précaution, ajouter 2 gouttes d'eau, 2 gouttes d'acide sulfurique (*d* 1,84), 3 à 4 ml d'acide fluorhydrique à 40% et évaporer à sec. Calciner le dépôt sec à une température de 450 à 500 °C, fondre après refroidissement avec 2 à 3 g de carbonate de sodium (anhydre) ou avec du pyrosulfate de potassium. Reprendre par 15 à 20 ml d'acide chlorhydrique dilué (1 : 2) et ajouter la solution obtenue au filtrat initial.