Norme internationale 548

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

Minerais de manganèse — Dosage de l'oxyde de baryum — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum

Manganese ores — Determination of barium oxide content — Barium sulphate gravimetric method

Deuxième édition — 1981-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 548:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93378657-8bf5-4158-ac2d-6bff814f8728/iso-548-1981

CDU 669.74 : 543.21 : 546.431-31 **Réf. nº : ISO 548-1981 (F)**

Descripteurs : minerai de manganèse, analyse chimique, dosage, oxyde de baryum, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 2 pages

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 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 548 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse et de chrome*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 548-1975), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

ISO 548:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/03378657-8bf5-4158-ac2d-6bff814f8728/iso-548-1981

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Tchécoslovaquie
Chili	Irlande	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Italie	Yougoslavie
Espagne	Japon	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

© **Organisation internationale de normalisation, 1981** ●

Imprimé en Suisse

Minerais de manganèse — Dosage de l'oxyde de baryum — Méthode gravimétrique à l'état de sulfate de baryum

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage, à l'état de sulfate de baryum, de l'oxyde de baryum dans les minerais de manganèse.

Elle devra être lue conjointement avec l'ISO 4297.

2 Références

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

ISO 4296/2, *Minerais de manganèse — Échantillonnage — Partie 2 : Préparation des échantillons.* [1)]

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 548:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93378657-8bf5-4158-ac2d-6bff814f8728/iso-548-1981

3 Principe

Fusion d'une prise d'essai avec le carbonate double de sodium et de potassium; extraction du culot de fusion par l'eau, filtration et dissolution du carbonate de baryum par l'acide chlorhydrique. Séparation de l'acide silicique et précipitation du baryum en sulfate de baryum par un petit volume d'acide sulfurique en milieu chlorhydrique dilué. Filtration, incinération et pesée du précipité de sulfate de baryum.

4 Réactifs

4.1 Carbonate double de sodium et de potassium anhydre.

4.2 Carbonate de sodium (Na_2CO_3).

4.3 Acide chlorhydrique, ϱ 1,19 g/ml.

4.4 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 3.

4.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 100.

4.6 Acide sulfurique, ϱ 1,84 g/ml.

4.7 Acide sulfurique, dilué 1 + 4.

4.8 Acide sulfurique, dilué 1 + 1 000.

4.9 Acide fluorhydrique, solution à 40 % (m/m).

4.10 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (perhydrol).

4.11 Acétate d'ammonium, solution à 600 g/l.

4.12 Carbonate de sodium, solution à 10 g/l.

4.13 Nitrate d'argent, solution à 2 g/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creusets en platine.

6 Échantillon

Pour l'échantillonnage des minerais de manganèse, voir ISO 4296/1. Pour la préparation des échantillons, voir 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 dimension d'ouverture appropriée), et ayant été séché à l'air dans les conditions du laboratoire.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Peser 1 à 2 g de l'échantillon pour analyse dans un creuset en platine (5.1).

1) Actuellement au stade de projet.

7.2 Dosage

7.2.1 Mélanger 6 à 9 g de carbonate double de sodium et de potassium (4.1) à la prise d'essai (7.1) contenue dans le creuset en platine, couvrir ce dernier d'un couvercle et faire fondre à une température de 900 à 1 000 °C durant 20 à 30 min.

Refroidir, mettre le creuset renfermant le culot de fusion dans un bécher de 300 à 400 ml contenant 80 à 100 ml d'eau chaude (60 à 70 °C), ajouter 2 à 3 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.10), chauffer jusqu'à l'ébullition et maintenir au point d'ébullition durant 10 à 15 min. Retirer le creuset et laver les parois du creuset et le couvercle à l'eau chaude, dans le même bécher, pour extraire le culot de fusion; laisser déposer, filtrer sur un papier filtre à texture moyenne et laver avec de la solution de carbonate de sodium (4.12) chaude (60 à 70 °C).

Laver le résidu sur le papier filtre à l'aide d'un jet d'eau chaude en recueillant l'eau de lavage dans un bécher de 300 à 400 ml. Pour extraire complètement le résidu de carbonate de baryum, laver le papier filtre quatre ou cinq fois avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.4) chaude (60 à 70 °C) contenant un petit volume de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.10) et ajouter les liquides de lavage à la solution principale. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.3) au contenu du bécher et chauffer la solution jusqu'à dissolution complète du résidu.

7.2.2 Évaporer jusqu'à siccité la solution ainsi obtenue; ajouter 10 à 15 ml d'acide chlorhydrique (4.3) au résidu sec, évaporer de nouveau jusqu'à siccité et maintenir le résidu à une température de 120 à 130 °C durant 40 à 60 min.

7.2.3 Ajouter 10 à 15 ml d'acide chlorhydrique (4.3) au résidu sec et chauffer durant 3 à 5 min; ajouter 30 à 40 ml d'eau chaude (60 à 70 °C), chauffer de nouveau jusqu'à l'ébullition et séparer le résidu d'acide silicique par filtration. Laver le résidu sur le papier filtre trois ou quatre fois avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.5) chaude (60 à 70 °C), puis six à huit fois avec de l'eau chaude (60 à 70 °C).

7.2.4 Introduire le papier filtre avec le résidu dans un creuset en platine (5.1), incinérer à une température de 500 à 600 °C. Refroidir, humecter le résidu par 2 ou 3 gouttes d'eau, ajouter 2 ou 3 gouttes d'acide sulfurique (4.6), 5 à 6 ml de la solution d'acide fluorhydrique (4.9) et évaporer jusqu'à siccité. Reprendre pendant le chauffage le résidu sec par 2 à 3 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et l'ajouter à la solution principale.

7.2.5 Évaporer jusqu'à siccité la solution combinée. Humecter le résidu sec par 1 à 2 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et dissoudre dans 100 à 150 ml d'eau. Chauffer la solution obtenue jusqu'à l'ébullition, ajouter 5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.7), chauffer de nouveau jusqu'à l'ébullition, maintenir au point d'ébullition durant 15 à 20 min et laisser déposer durant 12 h.

7.2.6 Filtrer le résidu sur un papier filtre à texture serrée, contenant une petite quantité de pâte à papier et laver plusieurs fois avec de la solution d'acide sulfurique (4.8) froide jusqu'à cessation de la réaction des anions chlorure [vérification avec la solution de nitrate d'argent (4.13)]. Dans le cas où le minerai contient du plomb, laver le précipité de sulfate de baryum six à huit fois avec de la solution d'acétate d'ammonium (4.11) chaude (60 à 70 °C), puis trois ou quatre fois avec de l'eau chaude (60 à 70 °C). Introduire le papier filtre avec le résidu dans un creuset en platine (5.1) préalablement taré et incinérer à une température de 600 à 700 °C durant 20 à 25 min. Dans le cas où le résidu incinéré est légèrement coloré, le faire fondre avec 0,3 à 0,4 g de carbonate de sodium (4.2). Extraire le culot de fusion refroidi par de la solution d'acide chlorhydrique (4.4) et répéter la précipitation du sulfate de baryum. Filtrer le précipité, l'incinérer et le peser.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en oxyde de baryum (BaO), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 0{,}657\,0 \times 100}{m_0} \times K$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 548:1981
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/93378657-8bf5-4158-ac2d-f8728/iso-548-1981

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;

K est le facteur de conversion pour l'expression de la teneur à sec en oxyde de baryum;

0,657 0 est le facteur de conversion du sulfate de baryum en oxyde de baryum.

8.2 Tolérances admissibles sur les résultats des dosages en double

Teneur en oxyde de baryum, % (m/m) de	à	Tolérance admissible, % (m/m)
0,1	0,3	0,02
0,3	0,5	0,03
0,5	1,0	0,06
1,0	5,0	0,10
5,0	10,0	0,20
10,0	20,0	0,30