

## NORME INTERNATIONALE



551

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

## Minerais de manganèse — Dosage du zinc — Méthode gravimétrique à l'état de thiocyanatomercurate de zinc

*Manganese ores — Determination of zinc content — Zinc mercurithiocyanate gravimetric method*

Première édition — 1975-02-01

15 comités membres ont  
approuvé l'annulation.  
L'Autriche a voté contre  
l'annulation sans donner de  
raison. Les Pays-Bas  
ont voté contre l'annulation  
car ils estiment qu'il conviendrait  
d'attendre la publication de  
l'ISO 5889.  
(1982-10-28)

Annulation demandée  
(Résolution n° 22 - TOKYO-  
mzi 1980)

Vote Conseil:  
Annulation acceptée  
par 13 voix contre 0  
(1983-01-27)

CDU 669.74 : 543.21 : 546.47

Réf. N° : ISO 551-1975 (F)

Descripteurs : minerai de manganèse, analyse chimique, dosage, zinc.

Prix basé sur 3 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 551 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 551-1966 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 551 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Australie	Hongrie	Pologne
Autriche	Inde	Roumanie
Chili	Iran	Royaume-Uni
Egypte, Rép. arabe d'	Irlande	Tchécoslovaquie
Espagne	Italie	U.R.S.S.
France	Japon	Yougoslavie

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

Allemagne\*

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 551 en Norme Internationale :

Bulgarie  
Pologne  
Royaume-Uni

---

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

# Minerais de manganèse — Dosage du zinc — Méthode gravimétrique à l'état de thiocyanatomercurate de zinc

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage, à l'état de thiocyanatomercurate de zinc, du zinc dans les minerais de manganèse.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO 310, *Minerais de manganèse — Détermination de l'humidité des échantillons pour analyse — Méthode gravimétrique.*

ISO <sup>4296</sup> ~~310~~, *Minerais ~~naturels~~ et concentrés de manganèse — Échantillonnage et préparation des échantillons pour analyse chimique et pour détermination l'humidité.*<sup>1)</sup>

## 3 PRINCIPE

Séparation du zinc des éléments qui l'accompagnent sous forme de sulfure en milieu formique, suivie de la précipitation du zinc sous forme de sel complexe de thiocyanatomercurate de zinc,  $Zn[Hg(CNS)_4]$ .

## 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 **Pyrosulfate de potassium.**

4.2 **Sulfure de fer(II), (FeS)** (pour la production de sulfure d'hydrogène).

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

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

4.5 **Acide chlorhydrique**, dilué 1 : 1.

4.6 **Acide sulfurique**, dilué 1 : 1.

4.7 **Acide sulfurique**, dilué 1 : 9.

4.8 **Acide sulfurique**, dilué 1 : 20.

4.9 **Acide sulfurique**, dilué 1 : 50.

4.10 **Acide fluorhydrique**, solution 40 % (m/m).

4.11 **Acide citrique**, solution 200 g/l.

4.12 **Hydroxyde d'ammonium**, solution,  $\rho$  0,91 g/ml.

4.13 **Mélange formique.**

À 200 ml d'acide formique, ajouter 250 g de sulfate d'ammonium dissous dans 500 ml d'eau et 30 ml d'hydroxyde d'ammonium (4.12), puis diluer en complétant par de l'eau jusqu'à 1 l.

4.14 **Chlorure de mercure(II)**, solution 50 g/l.

4.15 **Thiocyanatomercurate d'ammonium**,  $(NH_4)_2[Hg(CNS)_4]$ , solution.

Dissoudre 39 g de thiocyanate d'ammonium dans 200 ml d'eau. Dissoudre 27 g de chlorure de mercure(II) dans 200 ml d'eau chauffée jusqu'à 50 °C. Mélanger les solutions obtenues, diluer à 1 l par de l'eau, laisser reposer durant 2 jours et filtrer alors.

4.16 **Solution de lavage.**

Diluer 4 ml d'acide formique en complétant par de l'eau jusqu'à 1 l.

4.17 **Solution de lavage.**

Diluer 15 ml de solution de thiocyanatomercurate d'ammonium (4.15) en complétant par de l'eau jusqu'à 1 l.

4.18 **Méthylorange**, solution 1 g/l.

## 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 **Creusets en platine.**

5.2 **Plaque chauffante.**

5.3 **Creusets filtrants** (calibre des pores : 10 à 20  $\mu$ m).

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 zinc 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, 5 g de l'échantillon pour analyse, dans un bécher de 500 ml.

### 7.5 Dosage

**7.5.1** Dans le bécher contenant la prise d'essai (7.4), ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et chauffer pour dissoudre la prise d'essai. Ajouter 2 à 3 ml d'acide nitrique (4.3) et faire bouillir durant 5 min. À la solution, ajouter 20 ml d'acide sulfurique (4.6) et évaporer jusqu'à formation de fumées blanches d'acide sulfurique. Après refroidissement, dissoudre le sel dans 50 ml d'eau, puis filtrer et laver le résidu sur le filtre à l'eau chaude (60 à 70 °C). Introduire le filtre avec le résidu dans un creuset en platine (5.1), incinérer et calciner à une température de 500 à 600 °C. Humecter le résidu par quelques gouttes d'eau, ajouter 3 ou 4 gouttes d'acide sulfurique (4.6), 5 à 6 ml d'acide fluorhydrique (4.10) et évaporer à sec. Faire fondre le résidu avec 2 g de pyrosulfate de potassium (4.1), extraire le produit de fusion par 40 à 50 ml d'acide sulfurique (4.8) et ajouter la solution ainsi obtenue à la solution principale.

**7.5.2** Diluer la solution en complétant par de l'eau jusqu'au volume de 250 ml, porter au point d'ébullition, ajouter 2 ou 3 gouttes de solution de chlorure de mercure(II) (4.14) et faire passer un courant de sulfure d'hydrogène durant 35 à 40 min.

**7.5.3** Maintenir la solution avec le résidu des sulfures de plomb, de cuivre, etc. sur la plaque chauffante (5.2) durant 30 à 40 min, puis filtrer le résidu sur un filtre à texture moyenne.

**7.5.4** Laver le résidu sur le filtre huit à dix fois à l'acide sulfurique (4.9), saturé de sulfure d'hydrogène et le rejeter.

**7.5.5** Faire bouillir le filtrat jusqu'à l'élimination du sulfure d'hydrogène, le refroidir, ajouter 25 ml de solution d'acide citrique (4.11), 2 ou 3 gouttes de solution de méthylorange (4.18) et de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.12) jusqu'à virage au jaune de la coloration. À la solution, ajouter 25 ml de mélange formique (4.13) et 3 ou 4 gouttes de solution de chlorure de mercure(II) (4.14). Diluer la solution en complétant par de l'eau jusqu'au volume de 300 ml, porter au point d'ébullition et faire passer le courant de sulfure d'hydrogène durant 35 à 40 min, puis filtrer le résidu sur un filtre à texture serrée et le laver huit à dix fois à la solution de lavage (4.17), saturée de sulfure d'hydrogène.

**7.5.6** Introduire le filtre avec le résidu dans un creuset en porcelaine, sécher, incinérer et calciner à une température de 500 à 600 °C sous une hotte. Laisser refroidir le creuset avec le résidu, dissoudre le résidu dans le creuset avec 4 à 6 ml d'acide sulfurique (4.7), tout en chauffant, transvaser la solution dans un bécher de 100 ml, filtrer le résidu insoluble sur un filtre à texture moyenne, le laver cinq ou six fois à l'eau chaude (60 à 70 °C) et le rejeter.

**7.5.7** Ajouter 5 ml de solution de thiocyanatomercurate d'ammonium (4.15) au filtrat (dont le volume doit être de 20 à 30 ml), agiter à l'aide d'une baguette en verre et laisser reposer durant 12 h.

Filtrer et recueillir le résidu dans un creuset filtrant (5.3) préalablement taré, et le laver huit à dix fois à la solution de lavage (4.17). Sécher le creuset filtrant avec le résidu à une température de 105 à 110 °C durant 1 à 2 h, le refroidir et le peser à 0,000 2 g près.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 Mode de calcul

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

$$\frac{m_1 \times 0,131\ 2 \times 100}{m_0} \times \frac{100}{100 - A}$$

où

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu séché de thiocyanatomercurate de zinc;

0,131 2 est le facteur de conversion du thiocyanatomercurate de zinc en zinc;