

NORME INTERNATIONALE



620

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

Minerais de manganèse — Dosage du zinc — Méthode polarographique (teneur en zinc comprise entre 0,005 et 0,1 %)

Manganese ores — Determination of zinc content — Polarographic method (zinc content between 0,005 and 0,1 %)

Première édition — 1975-01-15

15 CM ont voté en faveur
de l'annulation.

L'Autriche a voté contre
l'annulation (sans donner de
raison).

Les Pays-Bas ont voté contre
l'annulation, estimant qu'il serait
souhaitable d'attendre la publication
de l'ISO 5889 (méthode par SFA)
avant d'annuler l'ISO 551 et
l'ISO 620.

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

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

CDU 669.74 : 543.253 : 546.47

Réf. N° : ISO 620-1975 (F)

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

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 620 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 620-1967 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 620 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Hongrie	Suisse
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Chili	Italie	Turquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	Yougoslavie
Espagne	Roumanie	
Grèce	Royaume-Uni	

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

France

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 620 en Norme Internationale :

Bulgarie

Minerais de manganèse — Dosage du zinc — Méthode polarographique (teneur en zinc comprise entre 0,005 et 0,1 %)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode polarographique de dosage du zinc dans les minerais de manganèse dont la teneur en zinc est comprise entre 0,005 et 0,1 % (m/m).

2 RÉFÉRENCES

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

ISO . . ., *Minerais naturels et concentrés de manganèse — Échantillonnage et préparation des échantillons pour analyse chimique et pour détermination d'humidité.*¹⁾

3 PRINCIPE

Fusion d'une prise d'essai du minerai avec le peroxyde de sodium, suivie de l'extraction du produit de fusion par l'eau. Dosage du zinc dans la solution par méthode polarographique sur fond ammoniacal (hydroxyde d'ammonium et chlorhydrate d'ammonium).

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 Chlorhydrate d'ammonium.

4.2 Zinc métallique.

4.3 Sulfite de sodium heptahydraté, cristallisé, (Na₂SO₃·7H₂O).

4.4 Peroxyde de sodium.

4.5 Éthanol.

4.6 Hydroxyde d'ammonium, solution ρ 0,91 g/ml.

4.7 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.8 Acide sulfurique, dilué 1 : 1.

4.9 Agar-agar.

4.10 Mélange d'hydroxyde d'ammonium et de chlorhydrate d'ammonium (fond).

Dans un bécher de 750 ml, introduire 100 g de chlorhydrate d'ammonium (4.1), 150 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium (4.6), 0,25 g d'agar-agar (4.9) (dissous dans 100 ml d'eau par chauffage), 100 g de sulfite de sodium heptahydraté (4.3) et 300 ml d'eau; mélanger jusqu'à dissolution des sels, transvaser la solution obtenue dans une fiole jaugée de 1 l, diluer en complétant par de l'eau jusqu'au trait repère et homogénéiser.

4.11 Solution étalon de zinc.

Dissoudre 0,1 g de zinc métallique (4.2) dans 10 ml d'acide sulfurique (4.8), tout en chauffant, puis refroidir, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 l, ajouter 20 ml d'acide sulfurique (4.8), diluer en complétant par de l'eau jusqu'au trait repère et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient l'équivalent de 0,000 1 g de zinc.

4.12 Méthylorange, solution 1 g/l.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creusets en nickel ou en corindon.

5.2 Four à moufle, permettant de maintenir une température de 600 à 650 °C.

5.3 Polarographe.

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, 2 g de l'échantillon pour analyse, dans un creuset en nickel ou en corindon (5.1).

7.5 Dosage

NOTE — La matière du récipient utilisé doit être exempte de zinc.

7.5.1 Dans le creuset en nickel ou en corindon, ajouter 8 à 12 g de peroxyde de sodium (4.4) à la prise d'essai (7.4), mélanger avec soin et faire fondre le mélange dans le four à moufle (5.2) maintenu à une température de 600 à 650 °C durant 15 à 20 min. Refroidir, puis extraire le produit de fusion par 200 à 250 ml d'eau, porter et maintenir la solution au point d'ébullition durant 10 à 15 min, ajouter goutte à goutte de l'éthanol (4.5) et faire bouillir jusqu'à disparition de la coloration verte.

7.5.2 Après refroidissement, transvaser la solution avec le précipité dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer en complétant par de l'eau jusqu'au trait repère, agiter et laisser reposer jusqu'à ce que la solution au-dessus du précipité devienne limpide. Filtrer la solution sur un filtre sec en recevant dans un béccher sec. Prélever une partie aliquote du filtrat égale à 250 ml, l'introduire dans un béccher de 500 ml, ajouter 2 ou 3 gouttes de solution de méthylorange (4.12), neutraliser par de l'acide chlorhydrique (4.7) jusqu'à virage à l'orange de la coloration jaune de l'indicateur et ajouter un excès de 5 ml d'acide chlorhydrique (4.7).

7.5.3 Évaporer la solution en la ramenant à un volume de 40 à 50 ml, la refroidir et la transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Laver les parois du béccher au mélange d'hydroxyde d'ammonium et de chlorhydrate d'ammonium (4.10), diluer en complétant par ce mélange jusqu'au trait repère et homogénéiser avec soin. Filtrer une partie de la solution sur un filtre sec en recevant dans un béccher sec et déterminer la teneur en zinc du filtrat par la méthode polarographique. Effectuer le mesurage polarographique sous une tension de 1,0 à 1,46 V.

Prélever, pour solution de comparaison, un volume donné de la solution étalon de zinc (4.11) correspondant à une teneur en zinc voisine de celle de l'échantillon à analyser et, simultanément avec ce dernier, lui faire subir toutes les étapes de l'analyse, y compris le mesurage polarographique.

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

$$\frac{h_0 \times m_1 \times 100}{h_1 \times m_0} \times \frac{100}{100 - A}$$

où

h_0 est la hauteur, en millimètres, de l'onde polarographique de la solution à analyser;

h_1 est la hauteur, en millimètres, de l'onde polarographique de la solution étalon de zinc;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai, correspondant à la partie aliquote de la solution prélevée pour le dosage;

m_1 est la masse, en grammes, du zinc contenu dans le volume de solution étalon de zinc utilisé pour le dosage;

A est l'humidité de l'échantillon pour analyse, en pourcentage en masse, déterminée conformément à l'ISO 310.

Adopter, comme résultat final, la moyenne arithmétique des résultats des trois dosages, à condition que les exigences de répétabilité (voir 8.2) soient satisfaites.

8.2 Répétabilité

La différence entre le résultat le plus élevé et le résultat le plus faible ne doit pas dépasser le double de la valeur absolue de l'écart admissible sur le résultat de l'analyse (sur l'étendue de teneur en zinc correspondante) spécifié dans le tableau ci-après.

Teneur en zinc, %		Écart admissible, % (en valeur absolue)
de (au-dessus de)	à	
0,005	0,010	± 0,001 0
0,010	0,050	± 0,002 0
0,050	0,100	± 0,003 0

Le résultat moyen de l'analyse de contrôle simultanée sur l'échantillon type de minerai de manganèse relative au dosage du zinc ne doit pas différer du résultat certifié de plus de l'écart admissible (sur l'étendue de teneur en zinc correspondante) spécifié dans le tableau.

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) référence à la présente Norme Internationale;
- c) résultats de l'analyse;
- d) numéro de référence des résultats;
- e) tous détails notés pendant le dosage, ainsi que toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme Internationale, qui pourraient avoir une influence sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 620:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8813cd58-ad62-465c-a0af-913be7c119ff/iso-620-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 620:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8813cd58-ad62-465c-a0af-913be7c11f9f/iso-620-1975>