

Transposed.

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**RECOMMANDATION ISO
R 316**

**MÉTHODES D'ANALYSE CHIMIQUE DES MINÉRAIS DE MANGANÈSE
DÉTERMINATION DU COBALT**

— 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 316, *Méthodes d'analyse chimique des minerais de manganèse — Détermination du cobalt*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 65, *Minerais de manganèse*, dont le Secrétariat est assuré par le Komitet Standartov, 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° 249) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé par les Comités Membres suivants:

| | | |
|-----------|----------|-----------------|
| Allemagne | Hongrie | Portugal |
| Autriche | Inde | République |
| Birmanie | Irlande | Sud-Africaine |
| Bulgarie | Italie | Roumanie |
| Chili | Japon | Royaume-Uni |
| Espagne | Pays-Bas | Tchécoslovaquie |
| France | Pologne | 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 DU COBALT

(Masse atom. Co: 58,94; masse mol. CoO: 74,94)

La présente Recommandation ISO se compose de deux parties:

- I. Introduction chapitre 1,
- II. Méthode colorimétrique de détermination du cobalt sous forme d'un complexe avec le sel nitroso-R chapitres 2 à 5.

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 du cobalt, on prend trois prises d'essai pour la détermination de l'humidité.

Pour calculer les résultats de la détermination de la teneur en cobalt 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 en cobalt 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 en cobalt.

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 en cobalt), indiqué dans le tableau sous paragraphe 5.2, « Précision de la méthode ».

Le résultat moyen de l'analyse de contrôle de la teneur en cobalt 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 en cobalt), indiqué dans le tableau sous paragraphe 5.2, « 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>nm</i> | nanomètre |
| <i>p. p. a.</i> | pure pour analyse |

II. MÉTHODE COLORIMÉTRIQUE DE DÉTERMINATION DU COBALT SOUS FORME D'UN COMPLEXE AVEC LE SEL NITROSO-R

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Le cobalt trivalent forme avec le sel nitroso-R dans une solution d'acide acétique un composé complexe coloré en rouge. On élimine l'action des éléments: fer, cuivre, nickel, qui perturbent l'analyse, par ébullition de la solution avec de l'acide nitrique après addition du sel nitroso-R. On effectue la mesure colorimétrique.

3. RÉACTIFS NÉCESSAIRES

- 3.1 *Ammoniaque*, p. p. a., solution aqueuse (*d* 0,91).
- 3.2 *Acide nitrique*, p. p. a., dilué (1 : 1).
- 3.3 *Acide chlorhydrique*, p. p. a., dilué (1 : 1).
- 3.4 *Acide chlorhydrique* (*d* 1,19).
- 3.5 *Acide sulfurique* (*d* 1,84).
- 3.6 *Acide fluorhydrique* (40%).
- 3.7 *Acétate de sodium*, p. p. a., solution (300 g/l).
- 3.8 *Carbonate de sodium anhydre*, p. p. a.,
- 3.9 *Sel nitroso-R*, p. p. a. solution (1 g/l).
- 3.10 *Solution étalon de cobalt*. Dissoudre 0,1000 g de cobalt métallique dans 20 ml d'acide chlorhydrique, p. p. a., dilué (1 : 4), en présence de quelques gouttes d'acide nitrique, p. p. a. (*d* 1,40). Faire bouillir la solution jusqu'à ce que les composés oxygénés de l'azote cessent de se dégager.

Verser la solution obtenue dans un récipient gradué de 1 litre; ajouter de l'eau jusqu'à la marque et mélanger.

1 ml de cette solution contient 0,0001 g de cobalt.

4. MODE OPÉRATOIRE

- 4.1 Placer une prise d'essai de 0,5 g de minerai de manganèse dans une fiole conique de 50 ml et dissoudre dans 8 à 10 ml d'acide chlorhydrique (*d* 1,19), en chauffant. Ajouter 1 ml d'acide nitrique dilué (1 : 1) et faire bouillir pendant 5 min. Ajouter à la solution un volume égal d'eau chaude et filtrer en recevant dans une fiole conique à col large. Laver le filtre et le dépôt insoluble 5 à 6 fois à l'eau chaude, placer dans un creuset de platine, incinérer le filtre et calciner à une température de 500 à 500 °C. Refroidir et ajouter au résidu dans le creuset 1 à 2 gouttes d'eau, 1 à 2 gouttes d'acide sulfurique (*d* 1,84), 2 à 3 ml d'acide fluorhydrique (40%) et évaporer à sec.
- 4.2 Calciner légèrement le résidu, le refroidir, ajouter 1 à 2 g de carbonate de sodium anhydre et fondre à une température de 900 à 1000 °C. Neutraliser par l'acide chlorhydrique dilué (1 : 1) et ajouter la solution au filtrat initial. Évaporer les filtrats réunis jusqu'au volume de 20 à 25 ml et, si nécessaire, filtrer et évaporer de nouveau. Puis ajouter la solution d'ammoniaque (*d* 0,91) jusqu'à apparition d'une turbidité qu'on dissout en ajoutant 1 à 2 gouttes