
NORME INTERNATIONALE



4159

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

Ferro-manganèse et ferro-silico-manganèse — Dosage du manganèse — Méthode potentiométrique

Ferromanganese and ferrosilicomanganese — Determination of manganese content — Potentiometric method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1978-12-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 4159:1978](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbd18f20-6fdc-41b1-8f02-f43e54511fee/iso-4159-1978>



CDU 669.15-198 : 543.257.1 : 546.711

Réf. n° : ISO 4159-1978 (F)

Descripteurs : ferro-alliage, ferro-manganèse, analyse chimique, dosage, manganèse, analyse potentiométrique.

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.

La Norme internationale ISO 4159 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 132, *Ferro-alliages*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1977,

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	ISO 4159:1978
Allemagne, R.F.	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Bulgarie	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Norvège	U.R.S.S.
Espagne	Philippines	U.S.A.
		Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pologne

Ferro-manganèse et ferro-silico-manganèse — Dosage du manganèse — Méthode potentiométrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage potentiométrique du manganèse dans le ferro-manganèse et dans le ferro-silico-manganèse.

La méthode est applicable aux alliages contenant de 55 à 95 % (*m/m*) de manganèse.

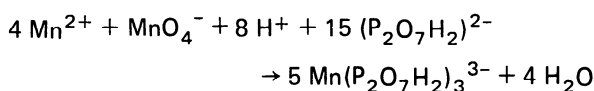
2 RÉFÉRENCE

ISO 3713, *Ferro-alliages — Échantillonnage et préparation des échantillons — Règles générales.*¹⁾

3 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai par les acides chlorhydrique, fluorhydrique et perchlorique.

Dosage potentiométrique (voir note) du manganèse par le permanganate de potassium en milieu pyrophosphorique à pH contrôlé suivant la réaction :



NOTE — La méthode peut être complétée par toute autre méthode électrométrique : ampérométrie, dead-stop, etc.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente, sauf en cas de spécifications contraires.

4.1 Acide perchlorique²⁾, ρ 1,61 g/ml.

4.2 Acide fluorhydrique, ρ 1,14 g/ml.

4.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

4.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, dilué 1 + 2.

4.5 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml, dilué 1 + 4.

4.6 Pyrophosphate de sodium, solution saturée.

Dissoudre 145 g de pyrophosphate de sodium ($\text{P}_2\text{O}_7\text{Na}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) dans une fiole conique de 2 litres avec 1 litre environ d'eau chaude; chauffer sans dépasser, même localement, la température de 60 °C, jusqu'à dissolution complète du sel. Refroidir.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Permanganate de potassium, recristallisé.

Placer 50 g de permanganate de potassium pur pour analyse dans la fiole conique (5.1), et le dissoudre dans 200 ml d'eau distillée chaude (70 à 80 °C).

Munir la fiole conique de son réfrigérant à reflux (5.2) et faire bouillir la solution durant 20 min. Filtrer rapidement sous vide la solution chaude sur entonnoir en verre fritté (5.3).

Refroidir le filtrat dans de l'eau glacée en agitant vigoureusement et laisser déposer le précipité fin et cristallin durant 10 min.

Décantier ensuite la solution, puis transvaser au moyen d'une spatule en verre la masse cristalline dans un entonnoir à plaque filtrante de porosité 4 et placer sous aspiration durant quelques minutes pour éliminer la plus grande partie de la liqueur mère.

Dissoudre la masse cristalline dans 160 ml d'eau distillée (l'eau déionisée est à proscrire dans cette phase), et répéter la recristallisation.

Après filtration et aspiration d'environ 5 min, faire passer la masse cristalline sur un verre de montre de 150 mm de diamètre en s'aidant d'une spatule en verre, et la sécher à l'air libre à l'abri de la lumière et de la poussière. Lorsque la masse cristalline écrasée avec la spatule ne s'agglomère plus, la sécher à 110 °C durant 2 h, puis la transvaser dans un vase à peser muni d'un bouchon de verre rodé.

La conserver à l'obscurité.

Ce sel contient 34,76 % (*m/m*) de Mn.

1) Actuellement au stade de projet.

2) L'attention est attirée sur les risques que présente l'acide perchlorique quand on le chauffe pour l'amener à fumées.

4.8 Permanganate de potassium, solution étalon 0,1 N environ.

4.8.1 Préparation

Dissoudre 3,20 g de permanganate de potassium dans 1 000 ml d'eau. Laisser reposer durant 6 jours. Filtrer à travers de la laine de verre ou un filtre de verre fritté, puis transvaser dans un flacon de verre brun. Homogénéiser.

4.8.2 Étalonnage

Introduire environ 2,5 g du permanganate de potassium recristallisé (4.7), pesé à 0,000 2 g près, dans une fiole conique de 250 ml et suivre exactement le mode opératoire spécifié en 7.3. Il est recommandé d'effectuer cet étalonnage parallèlement au dosage.

L'équivalent en manganèse, *T*, de la solution de permanganate de potassium (4.8) exprimé en grammes de manganèse correspondant à 1 ml de solution, est donné par la formule

$$T = \frac{m_1 \times 34,76}{100 (V_1 - V_0)} \times \frac{50}{250}$$

$$= \frac{0,069\ 52\ m_1}{V_1 - V_0}$$

où

*m*₁ est la masse, en grammes, du permanganate de potassium recristallisé (4.7) utilisé;

*V*₀ est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.8) utilisée pour l'essai à blanc;

*V*₁ est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.8) utilisée pour l'étalonnage.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

5.1 Fiole conique d'Erlenmeyer avec col rodé.

5.2 Réfrigérant à reflux, avec joint en verre rodé adapté à la fiole (5.1).

5.3 Creusets d'une capacité de 40 ml ou **entonnoirs filtrants**, porosité 4.

5.4 Fiole jaugée, d'une capacité de 250 ml.

5.5 Bécher, d'une capacité de 600 ml.

5.6 Fiole conique, d'une capacité de 250 ml.

5.7 Capsule, d'une capacité de 250 ml, ou bécher, d'une capacité de 400 ml, en polytétrafluoréthylène.

5.8 Agitateur magnétique.

5.9 pH-mètre, muni d'électrodes de verre et au calomel.

5.10 Potentiomètre, muni d'électrodes de platine et au calomel.

6 ÉCHANTILLON

Utiliser une poudre passant au tamis d'ouverture de maille de 160 µm, préparée conformément à l'ISO 3713.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de 1 ± 0,000 2 g.

7.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs.

7.3 Dosage

7.3.1 Attaquer la prise d'essai comme spécifié en 7.3.1.1 ou 7.3.1.2, selon le cas.

7.3.1.1 Ferro-manganèse

Introduire la prise d'essai (7.1) dans la fiole conique (5.6) et l'attaquer par 20 ml de l'acide chlorhydrique (4.3) et 0,2 ml d'acide fluorhydrique (4.2), puis ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.1).¹⁾

Procéder comme spécifié en 7.3.2.

7.3.1.2 Ferro-silico-manganèse

Introduire la prise d'essai (7.1) dans une capsule ou un bécher (5.7). Attaquer par 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3), ajouter 10 ml d'acide perchlorique (4.1) puis, lentement, environ 20 ml d'acide fluorhydrique (4.2).¹⁾

Procéder comme spécifié en 7.3.2.

1) Oxyder la solution avec l'acide nitrique (HNO₃) avant l'ajout d'acide perchlorique.

7.3.2 Chauffer d'abord doucement, puis augmenter progressivement le chauffage jusqu'à formation de fumées lourdes perchloriques. Poursuivre le chauffage jusqu'à consistance sirupeuse et début de précipitation du dioxyde de manganèse. Laisser refroidir.

7.3.3 Reprendre par 20 ml de solution d'acide chlorhydrique (4.5). Chauffer doucement jusqu'à éclaircissement de la solution. Rincer soigneusement les bords du récipient avec un jet de pissette et chauffer encore durant quelques minutes. Ajouter 100 ml d'eau chaude et laisser refroidir à température ambiante. Transvaser sans filtrer dans la fiole jaugée (5.4). Rincer soigneusement le récipient ayant servi à l'attaque, refroidir et compléter au volume. Agiter pour homogénéiser la solution.

7.3.4 Prélever à la pipette 50 ml de la solution et les transvaser dans le bécher (5.5). Diluer à 100 ml avec de l'eau. Ajouter 250 ml de solution de pyrophosphate de sodium (4.6). Placer le bécher sur un agitateur magnétique (5.8) et ajouter un barreau aimanté.

7.3.5 Ajuster le pH de la solution à une valeur comprise entre 6,5 et 7 à l'aide d'un pH-mètre (5.9), par addition de la solution d'acide chlorhydrique (4.4).

NOTE — Dans le cas des alliages contenant du chrome, il convient d'attendre 30 min après l'addition du pyrophosphate de sodium, avant d'effectuer le titrage.

Titrer avec la solution de permanganate de potassium (4.8) en l'ajoutant lentement dans le bécher. Suivre les indications du potentiomètre : la fin du titrage est obtenue lorsqu'un saut brusque de potentiel d'au moins 100 mV a été observé.

Il est recommandé d'effectuer un deuxième titrage dans les mêmes conditions sur une autre prise aliquote de la solution d'essai.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en manganèse, exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon, est donnée par la formule

$$T (V_2 - V_0) \times \frac{250}{50} \times \frac{100}{m_0}$$

$$= \frac{500 T (V_2 - V_0)}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.8) utilisée pour l'essai à blanc;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.8) utilisée pour le dosage (7.3.5);

T est l'équivalent en manganèse de la solution de permanganate de potassium (4.8) exprimé en grammes de manganèse correspondant à 1 ml de la solution.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

9 RÉPÉTABILITÉ

L'expérience a montré que les limites de confiance à 95 %, pour un opérateur expérimenté, sont $\pm 0,20$ %.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- la référence de la méthode utilisée;
- les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- tout détail particulier relevé au cours de l'essai;
- toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4159:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbd18f20-6fdc-41b1-8f02-f43e54511fee/iso-4159-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4159:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbd18f20-6fdc-41b1-8f02-f43e54511fee/iso-4159-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4159:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dbd18f20-6fdc-41b1-8f02-f43e54511fee/iso-4159-1978>