

NORME FRANÇAISE

ANALYSE CHIMIQUE
DES MINÉRAIS DE MANGANÈSE
**DOSAGES SPECTROPHOTOMÉTRIQUE
ET VOLUMÉTRIQUE DU CHROME**

NF
A 06-089
Mars 1966

OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme a pour objet la description de deux méthodes de dosage du chrome dans les minerais de manganèse :

- Une méthode spectrophotométrique applicable aux teneurs en chrome inférieures à 0,1 %.
- Une méthode volumétrique applicable aux teneurs en chrome supérieures à 0,1 %.

Ces méthodes sont applicables aux minerais ayant des teneurs en vanadium inférieures à 0,10 %.

I. — MÉTHODE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Principe

Fusion oxydante au peroxyde de sodium et reprise par l'eau.
Formation d'un complexe coloré rouge-violet avec la diphénylcarbazine.
Spectrophotométrie.

Réactifs

- 1 — Peroxyde de sodium.
- 2 — Acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,83$ g/ml) dilué (1 + 4).
- 3 — Diphénylcarbazine : solution fraîchement préparée :
Dissoudre 0,1 g de diphénylcarbazine dans 10 ml d'acide acétique à 80 %. Compléter à 100 ml avec de l'eau.
- 4 — Solution-étalon de chrome à 0,1 g de chrome au litre :
Dissoudre dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant un peu d'eau, 0,2828 g de bichromate de potassium recristallisé et séché à 180-200 °C, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de la solution obtenue correspond à 0,1 mg de chrome.

Appareillage

Matériel courant de laboratoire et notamment :

- creuset en fer pur,
- béchers de 100 et 400 ml, NF B 35-001,
- fioles jaugées de 50 et 250 ml, PN B 35-307.

Spectrophotomètre.

Mode opératoire

Prise d'essai

Peser à 0,001 g près, environ 1 g de minerai pulvérisé et réduit au tamis d'ouverture de maille de 0,160 mm (*).

Essai à blanc

Effectuer **un essai à blanc** parallèlement au dosage en suivant le même mode opératoire et en utilisant la même quantité de tous les réactifs.

(*) Lorsque le chrome est présent à de faibles teneurs, il est possible d'opérer sur du minerai préalablement séché.

Homologuée
le 1^{er} mars 1966
J.O. du 8-3-66

Attaque et dosage

Introduire la prise d'essai dans un creuset en fer pur contenant 10 g de peroxyde de sodium (1). Mélanger soigneusement. En donnant un mouvement circulaire au creuset tenu par une pince, chauffer sur une flamme, doucement d'abord, puis progressivement plus fort jusqu'à fusion complète. Laisser refroidir.

Placer le creuset dans un bécher de 400 ml recouvert d'un verre de montre, ajouter 100 ml d'eau et chauffer. Ajouter avec précaution 1 g de peroxyde de sodium (1) pour dissocier les manganates, porter à ébullition et laisser refroidir. Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec de l'eau. Agiter, laisser déposer et filtrer la solution sur un filtre sec dans un bécher sec.

Introduire 10 ml de la solution ainsi obtenue dans un bécher de 100 ml. Couvrir d'un verre de montre, porter à ébullition et évaporer à consistance sirupeuse en prenant soin de ne pas aller à sec, même localement. Reprendre par 10 ml d'eau, neutraliser avec de l'acide sulfurique (2) et en ajouter un léger excès.

Transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 5 ml de solution de diphénylcarbazine (3), puis agiter vingt à trente secondes. Compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser et effectuer la mesure photométrique par rapport à l'essai à blanc, au maximum de la courbe d'absorption (longueur d'onde généralement voisine de 530 nm).

Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de creusets, introduire respectivement :

0,5	2	4	6	8	10 ml de solution-étalon de chrome (4) correspondant à
0,05	0,2	0,4	0,6	0,8	1 mg de chrome, soit à des teneurs en chrome de
0,005	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10 % pour une prise d'essai de 1 g.

Évaporer la solution dans chaque creuset avec précaution, et opérer ensuite selon les indications du paragraphe « Attaque et dosage ».

Tracer la courbe d'étalonnage.

Expression des résultats

Soient :

A la teneur pour cent de chrome dans le minerai, déterminée d'après la courbe d'étalonnage,

H le taux d'humidité du minerai pulvérisé et réduit (*).

La teneur pour cent de chrome dans le minerai de manganèse sec est donnée par l'expression (**):

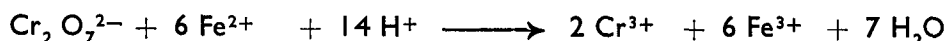
$$A \times \frac{100}{100 - H}$$

II. — MÉTHODE VOLUMÉTRIQUE

Principe

Fusion oxydante au peroxyde de sodium et reprise par l'eau.

Réduction des ions bichromates formés, par une solution de sulfate de fer II et d'ammonium dont l'excès est titré en retour par une solution de permanganate de potassium, selon les réactions suivantes :



(*) Déterminé simultanément selon les indications de la norme NF A 06-096 « Analyse chimique des minerais de manganèse — Détermination de l'humidité ».

(**) Lorsque la détermination est effectuée sur du minerai préalablement séché, cette teneur est déduite directement de la courbe d'étalonnage.