

NORME FRANÇAISE

ANALYSE CHIMIQUE
DES MINÉRAIS DE MANGANÈSE
DOSAGE DE LA CHAUX

NF
A 06-092
Août 1962

OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme a pour objet la description d'une méthode gravimétrique et d'une méthode volumétrique de dosage de la chaux dans les minerais de manganèse.

Ces méthodes sont applicables dans les domaines suivants :

- méthode gravimétrique pour les teneurs en oxyde de calcium inférieures à 0,5 %
- méthode volumétrique pour les teneurs en oxyde de calcium supérieures ou égales à 0,5 %.

MÉTHODE GRAVIMÉTRIQUE

Principe

Après séparation de la silice, des hydroxydes de fer et d'aluminium, du bioxyde de manganèse, précipitation du calcium par une solution d'oxalate d'ammonium.

Calcination de l'oxyde de calcium et pesée.

Réactifs

- 1 — Persulfate d'ammonium.
- 2 — Chlorate d'ammonium sec (*).
- 3 — Chlorate de baryum cristallisé.
- 4 — Sulfate neutre d'ammonium cristallisé.
- 5 — Carbonate de sodium anhydre.
- 6 — Eau oxygénée à 30 %.
- 7 — Ammoniaque exempte de carbonates ($d = 0,92$).
- 8 — Acide chlorhydrique ($d = 1,19$),
- 9 — Acide sulfurique ($d = 1,83$).
- 10 — Acide fluorhydrique ($d = 1,15$).
- 11 — Chlorate d'ammonium : solution à 20 g au litre.
- 12 — Oxalate d'ammonium : solution à 40 g au litre.
- 13 — Oxalate d'ammonium : solution à 1 g au litre.
- 14 — Carbonate de sodium : solution à 10 g au litre.
- 15 — Acide chlorhydrique ($d = 1,19$) dilué au quart.
- 16 — Acide chlorhydrique ($d = 1,19$) dilué au cinquantième.
- 17 — Rouge de méthyle : solution alcoolique à 1 g au litre.

(*) A défaut du réactif n° 2 : chlorate d'ammonium sec, il est possible d'en préparer une solution aqueuse à 25 % de la façon suivante :

Introduire 80 g de chlorate de baryum (3) dans un bécher de 300 ml et les dissoudre dans 80 ml d'eau bouillante. Dans un autre bécher, dissoudre 33 g de sulfate neutre d'ammonium (4) dans 40 ml d'eau également bouillante. Mélanger les 2 solutions chaudes et laisser déposer douze heures à 60 °C environ. Filtrer sur bûchner pour obtenir un filtrat limpide. Au besoin, filtrer une seconde fois pour obtenir ce résultat. Laver sur bûchner avec de l'eau chaude pour obtenir au total 200 ml de solution. Avant d'utiliser celle-ci, vérifier qu'elle ne contient pas de baryum, en ajoutant, à l'ébullition, 1 g de sulfate neutre d'ammonium (4) à 5 ml de liqueur, dilués avec 50 ml d'eau. Il ne doit pas se produire de précipité.

Il est recommandé de ne pas essayer d'obtenir le chlorate d'ammonium sec par étuvage, ce composé pouvant exploser à la température de 102 °C.

Homologuée
le 31 août 1962
J. O. du 24-10-62

Les normes NF A 06-108, NF A 06-092 et NF A 06-093 annulent
et remplacent la norme A 06-108, homologuée en novembre 1954.

Appareillage

Matériel courant de laboratoire et notamment :

- béchers, NF B 35-001,
- creusets de porcelaine.

Creuset de platine.

Mode opératoire

Prise d'essai

$$E = 1 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g.}$$

Attaque et dosage

Placer la prise d'essai dans un bécher de 100 ml et dissoudre à chaud dans 10-15 ml d'acide chlorhydrique (8). Évaporer à sec. Ajouter au résidu sec 10 ml d'acide chlorhydrique (8). Évaporer de nouveau en maintenant le résidu sec à 120-130 °C pendant quarante à soixante minutes.

Ajouter 10-15 ml d'acide chlorhydrique (8); chauffer doucement pendant trois à cinq minutes, ajouter 10 à 40 ml d'eau chaude, porter à l'ébullition et filtrer le résidu insoluble sur un filtre sans cendres. Recueillir le filtrat dans un bécher de 600 ml. Laver 3 à 4 fois à l'acide chlorhydrique dilué chaud (16) et 6 à 8 fois à l'eau chaude. Placer le filtre et son contenu dans un creuset de porcelaine, incinérer le filtre et calciner à 500-600 °C. Après refroidissement, faire passer le résidu dans un creuset de platine, l'humecter avec 2 à 3 gouttes d'eau, ajouter 2 à 3 gouttes d'acide sulfurique (9), 5 à 6 ml d'acide fluorhydrique (10) et évaporer à sec. Calciner le résidu sec à 500-600 °C — Laisser refroidir — Mélanger avec 2 à 4 g de carbonate de sodium anhydre (5), fondre à 900-1000 °C pendant vingt à vingt-cinq minutes. Placer le creuset et son contenu dans un bécher de 100 ml; ajouter 50 à 60 ml d'eau chaude; chauffer jusqu'à dissolution complète; sortir le creuset en le lavant préalablement à l'eau, et faire bouillir pendant deux à trois minutes. Filtrer à travers un filtre contenant un peu de pâte à papier et laver avec une solution de carbonate de sodium (14).

Dissoudre le précipité par 10 à 15 ml d'acide chlorhydrique dilué chaud (15), laver 3 à 4 fois à l'eau chaude et ajouter la solution obtenue à la solution principale.

Évaporer à 100-150 ml les solutions réunies, y ajouter 2 à 3 gouttes de rouge de méthyle (17), de l'ammoniaque (7) jusqu'à virage au jaune, puis 5 g de chlorate d'ammonium (2) (ou 20 ml de solution de chlorate d'ammonium à 25%), 2 à 3 gouttes d'acide chlorhydrique (8), 3 à 4 g de persulfate d'ammonium (1) puis enfin la quantité d'ammoniaque (7) nécessaire et suffisante pour en avoir un excès. Chauffer à ébullition et faire bouillir jusqu'à précipitation complète et coagulation du précipité de manganèse, qui ne peut être obtenue qu'en présence d'un excès d'ammoniaque. Filtrer le précipité d'hydroxydes sur un filtre rapide et le laver 5 à 6 fois ainsi que le bécher, avec une solution chaude et neutre de chlorate d'ammonium (11). Dissoudre ensuite le précipité au moyen de 30 à 35 ml d'acide chlorhydrique dilué chaud (15) et 10 gouttes d'eau oxygénée (6), en recevant la solution dans le bécher qui a servi à la précipitation. Laver le filtre 3 à 4 fois à l'acide chlorhydrique dilué (16) puis 4 à 5 fois à l'eau chaude, et le rejeter.

Ajouter à la solution 2 à 3 gouttes de rouge de méthyle (17), de l'ammoniaque (7) jusqu'à virage au jaune, puis 5 g de chlorate d'ammonium (2) (ou 20 ml de solution de chlorate d'ammonium (11)) et répéter la précipitation des hydroxydes par l'ammoniaque en présence de persulfate d'ammonium (1), comme il est indiqué ci-dessus. Filtrer. Laver 8 à 10 fois avec la solution chaude et neutre de chlorate d'ammonium (11) et rejeter les hydroxydes. Ajouter le filtrat à la solution principale.

Concentrer les filtrats réunis à 100-150 ml et neutraliser par l'ammoniaque (7) jusqu'à virage au jaune du rouge de méthyle. S'il se forme un précipité (hydroxyde d'aluminium), le filtrer, le laver à la solution chaude et neutre de chlorate d'ammonium (11). Concentrer de nouveau à 150-200 ml; neutraliser par l'acide chlorhydrique (8) et en ajouter un excès de 2 à 3 ml.

Chauffer la solution à l'ébullition, ajouter 2 gouttes de rouge de méthyle (17), puis goutte à goutte, en agitant, 40 ml de solution chaude d'oxalate d'ammonium (12) et ensuite de l'ammoniaque (7), jusqu'à virage au jaune. Faire bouillir pendant une ou deux minutes et laisser déposer pendant douze heures.