

OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

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

- une méthode polarographique applicable aux teneurs inférieures ou égales à 0,2 % ;
- une méthode gravimétrique applicable aux teneurs supérieures à 0,10 %.

I — MÉTHODE POLAROGRAPHIQUE

Principe

Attaque acide et séparation du cobalt par le nitroso — β — naphthol.

Polarographie en milieu ammoniacal.

Réactifs

- 1 — Carbonate de sodium anhydre.
- 2 — Acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,83$ g/ml).
- 3 — Acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml).
- 4 — Acide nitrique ($\rho_{20} = 1,38$ g/ml).
- 5 — Acide perchlorique ($\rho_{20} = 1,61$ g/ml).
- 6 — Acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) dilué au demi.
- 7 — Acide fluorhydrique : solution à 40 %.
- 8 — Nitroso — β — naphthol : solution à 20 g au litre.
Dissoudre 2 g de nitroso β naphthol dans 50 ml d'acide acétique glacial. Ajouter 30 ml d'eau chaude, agiter pendant cinq minutes, filtrer et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau.
- 9 — Fond ammonium.
Dans un bécher de 600 ml, introduire 50 g de chlorure d'ammonium, 50 g de sulfate d'ammonium, 75 ml d'hydroxyde d'ammonium et 20 ml d'une solution à 1 % de gélatine fraîchement préparée. Dissoudre dans 300 ml d'eau, verser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et agiter.
- 10 — Solution-étalon de zinc à 0,1 g au litre.
Dissoudre en chauffant 0,1 g de zinc métallique dans 10 ml d'acide chlorhydrique dilué. Après refroidissement, verser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et agiter.
1 ml de cette solution contient 0,0001 g de zinc.

Appareillage

Matériel courant de laboratoire et notamment :

- vase conique à saturation de 250 ml;
- creuset en platine.

Polarographe.

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 les mêmes quantités de tous les réactifs.

Attaque et dosage

Attaquer la prise d'essai dans un vase conique à saturation de 250 ml par 20 ml d'acide chlorhydrique (3) et 10 ml d'acide nitrique (4). Évaporer à sec, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (3) et évaporer de nouveau à sec. Reprendre le résidu par 5 ml d'acide chlorhydrique (3) et 30 ml d'eau et porter à ébullition. Filtrer en recevant le filtrat dans un bécher de 250 ml. Laver le filtre 5 à 6 fois à l'eau chaude, le placer avec le résidu dans un creuset en platine, incinérer, et calciner à une température de 500 - 600 °C. Humecter d'eau le résidu, ajouter 1 à 2 gouttes d'acide sulfurique (2), 2 à 3 ml d'acide fluorhydrique (7) et évaporer à sec.

Calciner le résidu vers 500 °C, refroidir, ajouter 1 à 2 g de carbonate de sodium (1) et faire fondre le mélange à une température de 900 - 1 000 °C. Neutraliser par de l'acide chlorhydrique (6) et joindre la solution obtenue au filtrat initial.

Ajouter 50 ml de solution chaude de nitroso β naphтол et agiter. Transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml, agiter, laisser refroidir et diluer au volume avec de l'eau. Filtrer une partie de cette solution sur un filtre sec, en recevant le filtrat dans une fiole jaugée de 50 ml jusqu'au trait de jauge.

Transvaser le contenu de la fiole jaugée dans un bécher de 250 ml, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (3) et 5 ml d'acide perchlorique (5). Évaporer à sec pour détruire les matières organiques et reprendre le résidu par 5 ml d'acide chlorhydrique (3) et 2 ml d'acide perchlorique (5). Couvrir le bécher d'un verre de montre et, après clarification de la solution, enlever le verre de montre et évaporer de nouveau.

Reprendre le résidu par 5 ml d'acide chlorhydrique (3), ajouter 30 ml d'eau chaude et chauffer jusqu'à clarification de la solution. Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, rincer le bécher et ajouter 50 ml de fond ammonium (9). Compléter au volume avec de l'eau.

Filtrer une partie de la solution précédente. Introduire 25 ml du filtrat (Volume V), prélevés à la pipette, dans un bécher de 50 ml et ajouter quelques millilitres de mercure au fond du bécher. Mettre en place le bécher sur le polarographe et faire passer un courant d'azote au sein de la solution pendant quinze minutes. Tracer le polarogramme entre 0,6 V et 1,2 V.

Noter la hauteur de vague initiale H.

Ajouter 1 ml de solution-étalon de zinc (10) (Volume v_1) et tracer le polarogramme après passage du courant d'azote. Noter la hauteur de vague h_1 .

Effectuer de nouvelles additions ($v_2, v_3 \dots$ ml) et noter les hauteurs de vague respectives ($h_2, h_3 \dots$).

(*) Le zinc étant présent à de faibles teneurs, il est possible d'opérer sur du minerai préalablement séché.