
Norme internationale



4688

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

Minerais de fer — Dosage de l'aluminium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Iron ores — Determination of aluminium content — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1980-02-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4688:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2554daba-1152-4673-81c5-dfd5d07ab2f4/iso-4688-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2554daba-1152-4673-81c5-dfd5d07ab2f4/iso-4688-1980>

CDU 553.31 : 543.422 : 546.621

Réf. n° : ISO 4688-1980 (F)

Descripteurs : minéral métallifère, minerai de fer, analyse chimique, dosage, aluminium, méthode d'absorption atomique, tolérance de composition.

Prix basé sur 7 pages

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 4688 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, et a été soumise aux comités membres en février 1978.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 4688:1980

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne, R. F.	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Bulgarie	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Mexique	Turquie
Corée, Rép. dém. p. de	Nouvelle-Zélande	URSS
Corée, Rép. de	Pays-Bas	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Minerais de fer — Dosage de l'aluminium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'aluminium dans les minerais de fer, par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.

Cette méthode est applicable aux minerais de fer naturels, aux concentrés et aux agglomérés, y compris les produits frittés, dont les teneurs en aluminium sont comprises entre 0,1 et 5,0 % (m/m).

2 Références

ISO 2596, *Minerais de fer — Détermination de l'humidité des échantillons pour analyse.*

ISO 3081, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle.*

ISO 3083, *Minerais de fer — Préparation des échantillons.*

3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par attaque avec l'acide chlorhydrique et une petite quantité d'acide nitrique.

Évaporation pour déshydrater la silice, suivie de dilution et de filtration.

Calcination du résidu et élimination de la silice par évaporation en présence d'acide fluorhydrique et d'acide sulfurique. Fusion avec du carbonate de sodium et dissolution du culot de fusion refroidi dans le filtrat.

Aspiration de la solution dans la flamme d'un appareil d'absorption atomique utilisant un brûleur de monoxyde de diazote.

Mesurage de l'absorbance due à l'aluminium par rapport à celles obtenues pour les solutions d'étalonnage.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

4.1 Carbonate de sodium (Na_2CO_3), anhydre.

4.2 Acide chlorhydrique, (ρ 1,19 g/ml).

4.3 Acide nitrique, (ρ 1,4 g/ml).

4.4 Acide chlorhydrique, (ρ 1,19 g/ml) dilué 1 + 9.

4.5 Acide fluorhydrique, 40 % (m/m) (ρ 1,13 g/ml), ou 48 % (m/m) (ρ 1,185 g/ml).

4.6 Acide sulfurique, (ρ 1,84 g/ml) dilué 1 + 1.

4.7 Solution de base.

Dissoudre 10 g de fer (ayant une teneur en aluminium inférieure à 0,01 %) dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et oxyder par l'acide nitrique (4.3) ajouté goutte à goutte.

Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et diluer avec de l'eau à 200 ml. Ajouter 17 g de carbonate de sodium (4.1) dissous dans l'eau et diluer, dans une fiole jaugée, à 1 000 ml avec de l'eau.

4.8 Aluminium, solution étalon.

Dissoudre 0,500 0 g d'aluminium à 99,9 % dans 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Refroidir, introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 0,50 mg d'aluminium.

4.9 Aluminium, solutions d'étalonnage.

Introduire 2,0 — 5,0 — 10,0 — 20,0 — 40,0 et 50,0 ml de solution étalon d'aluminium (4.8) dans des fioles jaugées de 200 ml. Diluer à environ 100 ml, ajouter 6 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 60 ml de la solution de base (4.7). Préparer une solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage de l'aluminium en introduisant 60 ml de la solution de base dans une fiole jaugée de 200 ml, ajouter 6 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Diluer à 200 ml avec de l'eau dans toutes les fioles et homogénéiser. (Pour un appareil ayant une grande sensibilité, on peut utiliser des quantités plus réduites de la solution étalon.)

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset en platine

5.2 Spectromètre d'absorption atomique.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé dans cette méthode conviendra s'il répond aux critères suivants :

a) Sensibilité minimale — l'absorbance de la solution correspondant au point le plus élevé de la gamme d'étalonnage (voir 4.9) doit être au moins de 0,3.

b) Linéarité de la courbe — la pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs de la gamme de concentration (exprimée en variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 fois la valeur de la pente correspondant aux 20 % inférieurs de la gamme de concentration déterminée de la même manière.

c) Stabilité minimale — l'écart-type de l'absorbance de la solution correspondant au point le plus élevé de la gamme d'étalonnage et l'écart-type de l'absorbance de la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage, chacun étant calculé à partir d'un nombre suffisant de mesures successives, doivent être inférieurs respectivement à 1,5 % et 0,5 % de la valeur moyenne de l'absorbance de la solution la plus concentrée.

NOTES

1 Il est conseillé d'utiliser un enregistreur à bande ou un dispositif à lecture numérique, ou les deux, pour mesurer ces critères et effectuer toutes les autres mesures.

2 Les paramètres instrumentaux sont susceptibles de varier avec chaque instrument. Les paramètres suivants ont été utilisés avec succès dans plusieurs laboratoires et peuvent être considérés comme des guides. Les solutions ont été aspirées dans une flamme acétylène-monoxyde de diazote d'un brûleur mélangeur.

— Lampe à cathode creuse d'aluminium, mA	25
— Longueur d'onde, nm	396,2
— Débit de monoxyde de diazote, l/min	13,8
— Débit d'acétylène, l/min	6,6

Dans les systèmes où les valeurs indiquées ci-dessus pour le débit de gaz ne s'appliquent pas, le rapport des débits de gaz peut encore représenter un guide utile.

6 Échantillonnage et échantillons

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire, de granulométrie inférieure à 100 µm, prélevé conformément à l'ISO 3081¹⁾ et préparé selon l'ISO 3083¹⁾. Dans le cas de minerais ayant une teneur élevée en eau combinée et/ou en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 µm.

7 Mode opératoire

Effectuer l'analyse généralement en double, indépendamment, sur le même échantillon de minerai.

NOTE — L'expression «indépendamment» implique le changement de la personne effectuant l'analyse. Si la même personne effectue l'analyse, les deux essais ne doivent pas être menés en parallèle, mais doivent être séparés dans le temps.

En même temps que l'analyse, déterminer l'humidité conformément à l'ISO 2596.

1) Une future Norme internationale, actuellement en préparation (ISO 3082) spécifiera des méthodes mécaniques d'échantillonnage par prélèvements, ainsi que des méthodes de préparation des échantillons.

7.1 Mesures de sécurité

Suivre les instructions du fabricant pour l'allumage et l'extinction de la flamme acétylène-monoxyle de diazote, afin d'éviter tout risque d'explosion. Porter des lunettes de sécurité teintées pendant tout le temps où la flamme brûle.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, environ 1 g de l'échantillon pour essai, obtenu conformément au chapitre 6.

7.3 Essai à blanc et essai de contrôle

Chaque fois, effectuer l'analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai et un essai à blanc, en parallèle avec l'analyse de l'(ou des) échantillon(s) de minerai et dans les mêmes conditions.

NOTE — Le matériau de référence certifié devrait être du même type que l'échantillon à analyser. Un tel matériau de référence certifié ne peut, cependant, pas être considéré comme étant du même type si les propriétés de l'échantillon à analyser diffèrent de celles du matériau de référence certifié à un point tel que le mode opératoire analytique doit être substantiellement modifié.

Lorsqu'on effectue l'analyse sur plusieurs échantillons en même temps, la valeur de l'essai à blanc peut être obtenue par un seul essai, pourvu que le mode opératoire soit le même et que les réactifs proviennent des mêmes flacons de réactifs.

Lorsqu'on effectue l'analyse sur plusieurs échantillons du même type de minerai en même temps, la valeur analytique d'un seul matériau de référence certifié peut être utilisée.

7.4 Dosage

7.4.1 Mise en solution de la prise d'essai

Placer la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 250 ml. Humidifier avec quelques millilitres d'eau, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir avec un verre de montre et chauffer doucement. Augmenter la température en amenant juste avant ébullition, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucune attaque. Ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.3) et laisser la réaction se poursuivre durant plusieurs minutes. Retirer le verre de montre et faire évaporer la solution jusqu'à siccité. Chauffer les sels sur la plaque chauffante entre 105 et 110 °C durant 30 min. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer durant plusieurs minutes. Ajouter 50 ml d'eau et chauffer jusqu'à ébullition, laver le verre de montre et les parois du bécher et filtrer la solution à travers un papier à texture moyenne dans un bécher de 250 ml. Enlever soigneusement toutes les particules adhérentes à l'aide d'une tige à bout caoutchouté ou d'un papier filtre humidifié. Laver trois fois avec l'acide chlorhydrique (4.4), puis avec de l'eau chaude, jusqu'à ce que le papier soit exempt de fer. Placer le papier et le précipité dans un creuset en platine. Faire évaporer le filtrat jusqu'à environ 100 ml et le conserver.

7.4.2 Reprise du résidu

Calciner le papier et le résidu dans le creuset en platine à basse température (500 à 800 °C). Refroidir, humidifier avec quelques gouttes d'eau, ajouter 3 ou 4 gouttes d'acide sulfurique (4.6) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.5). Faire évaporer lentement pour chasser la silice, puis amener à fumée pour chasser l'excès d'acide sulfurique. Calciner à 700 °C environ. Ajouter 1,0 g de carbonate de sodium (4.1) au résidu (voir note), couvrir le creuset et amener à fusion sur un brûleur ou dans un four à moufle jusqu'à l'obtention d'un culot de fusion clair (à environ 1 100 °C durant 15 min).

NOTE — Si des difficultés sont rencontrées pour la fusion, on peut utiliser 2 g de carbonate de sodium (4.1), avec une quantité double d'acide chlorhydrique (4.2). Dans ce cas, préparer la solution de base (4.7) avec des quantités doubles de carbonate de sodium (4.1) et d'acide chlorhydrique (4.2).

Dissoudre le culot de fusion refroidi dans le filtrat de 7.4.1, enlever et laver le creuset et couvrir.

NOTE — Si la solution est trouble à ce stade, indiquant la présence d'une quantité substantielle de titane hydrolysé, la filtrer avant de la transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml.

Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Utiliser cette solution (solution d'essai) directement pour les mesurages d'absorption atomique, si la teneur en aluminium de l'échantillon pour essai est comprise entre 0,1 et 2,5 % (m/m). Pour des teneurs en aluminium supérieures à 2,5 %, transvaser une partie aliquote de 40 ml dans une fiole jaugée de 200 ml (voir note ci-après), ajouter 50 ml de la solution de base (4.7) et 4 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. (Cette solution est la solution d'essai diluée.)

NOTE — Pour les appareils ayant une grande sensibilité, des quantités plus réduites de la solution d'essai peuvent être préférables. Dans ce cas, les quantités de la solution de base (4.7) et d'acide chlorhydrique (4.2) doivent être adaptées.

Transvaser une partie aliquote de 40 ml de la solution d'essai à blanc dans une fiole jaugée de 200 ml, ajouter 50 ml de la solution de base (4.7) et 4 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. (Cette solution est la solution d'essai à blanc diluée.)

NOTE — Il convient de faire successivement les mesurages sur la solution d'essai et sur la solution d'essai à blanc, ainsi que ceux sur la solution d'essai diluée et sur la solution d'essai à blanc diluée.

7.4.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Ajuster le brûleur correct pour le dioxyde d'azote conformément aux instructions du fabricant, et allumer la flamme. Régler à la longueur d'onde de l'aluminium (396,2 nm) en vue d'obtenir l'absorbance minimale. Après 10 min de préchauffage du brûleur, régler le combustible et le brûleur afin d'obtenir le maximum d'absorbance lors de l'aspiration de la solution correspondant au terme le plus élevé de la gamme d'étalonnage (voir 4.9), puis évaluer le critère en 5.2.

Aspirer de l'eau et la solution d'étalonnage de concentration maximale afin de vérifier que la lecture de l'absorbance ne dérive pas, puis prendre comme zéro d'absorbance la lecture initiale pour l'eau.

7.4.4 Mesurages d'absorption atomique

Aspirer de l'eau jusqu'à ce que la lecture initiale soit à nouveau obtenue. Aspirer les solutions d'essai et d'étalonnage ou les solutions d'essai diluées dans l'ordre croissant d'absorption, en commençant par la solution d'essai à blanc ou d'essai à blanc diluée et la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage. Lorsqu'une réponse stable est obtenue pour chaque solution, enregistrer les lectures. Aspirer les solutions d'essai ou les solutions d'essai diluées aux points appropriés des séries d'étalonnage et enregistrer les lectures. Aspirer de l'eau entre chaque solution d'essai et d'étalonnage.

Répéter les mesurages au moins deux fois encore.

Si nécessaire, convertir en absorbance la moyenne des lectures pour chaque solution d'étalonnage. Obtenir l'absorbance nette de chaque solution d'étalonnage en soustrayant l'absorbance moyenne de la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage. De la même manière, obtenir l'absorbance nette de la solution d'essai ou de la solution d'essai diluée en soustrayant respectivement l'absorbance de la solution d'essai à blanc ou celle de la solution à blanc diluée. Tracer la courbe d'étalonnage en portant les valeurs d'absorbance nettes des solutions d'étalonnage en fonction du nombre de microgrammes d'aluminium par millilitre. (La solution d'essai ou, dans le cas d'une dilution, la solution d'essai diluée est la solution d'essai finale.)

Convertir la valeur d'absorbance nette de la solution d'essai finale en microgrammes d'aluminium par millilitre au moyen de la courbe d'étalonnage.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en aluminium

La teneur en aluminium, en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\begin{aligned} \text{Al (\%)} &= \frac{c \times 200}{m \times 10\,000} \times K \\ &= \frac{c}{m \times 50} \times K \end{aligned}$$

où

c est la concentration, en microgrammes par millilitre, de l'aluminium dans la solution d'essai finale;

m est la masse, en grammes, de l'échantillon contenu dans les 200 ml de la solution d'essai finale;

K est le facteur de conversion donné par la formule

$$K = \frac{100}{100 - A}$$

A étant l'humidité, en pourcentage en masse, déterminée conformément à l'ISO 2596.

8.2 Exploitation générale des résultats

8.2.1 Acceptation des résultats d'analyse

Les résultats de l'analyse de l'échantillon pour essai doivent être acceptés si les résultats de la même analyse effectuée sur le matériau de référence certifié correspondant concordent avec la valeur certifiée dans les limites de tolérance admissibles pour les matériaux de référence certifiés, et que la différence entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon pour essai n'est pas supérieure à la tolérance admissible pour les échantillons pour essai (8.3).

Si le résultat de l'analyse du matériau de référence certifié est en dehors des limites de tolérance admissibles (tableau en 8.3, deuxième colonne), on doit effectuer une analyse simultanément sur un échantillon pour essai et un matériau de référence certifié, avec un essai à blanc. Le résultat de l'analyse du matériau de référence certifié doit être examiné comme précédemment pour décider de l'acceptation du résultat obtenu sur l'échantillon pour essai. Si le résultat obtenu pour le matériau de référence certifié se trouve à nouveau en dehors des limites, le mode opératoire doit être répété avec un autre matériau de référence du même type de minerai jusqu'à ce que deux valeurs acceptables soient obtenues pour l'échantillon pour essai.

Lorsque l'intervalle (différence absolue) entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon pour essai est en dehors des limites de tolérance admissibles (tableau en 8.3, troisième colonne), on doit effectuer de nouvelles analyses sur un échantillon pour essai, avec un essai à blanc, conformément à la procédure spécifiée dans l'annexe A, en même temps que l'analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai. L'acceptation des valeurs additionnelles obtenues sur l'échantillon pour essai doit être subordonnée, dans chaque cas, à la valeur obtenue pour le matériau de référence certifié.

8.2.2 Calcul du résultat final

La moyenne arithmétique des valeurs acceptables de l'échantillon d'essai est le résultat final.

La moyenne arithmétique des résultats d'analyse acceptables, calculée jusqu'à la quatrième décimale, doit être arrondie à la deuxième décimale comme suit :

a) lorsque le chiffre de la troisième décimale est inférieur à 5, il est rejeté et le chiffre de la deuxième décimale reste inchangé;

b) Lorsque le chiffre de la troisième décimale est 5 et que celui de la quatrième décimale est différent de 0, ou lorsque le chiffre de la troisième décimale est supérieur à 5, le chiffre de la deuxième décimale est majoré d'une unité;

c) lorsque le chiffre de la troisième décimale est 5 et que celui de la quatrième décimale est 0, le chiffre 5 est rejeté et le chiffre de la deuxième décimale reste inchangé s'il s'agit de 0, 2, 4, 6 ou 8, ou est majoré d'une unité s'il s'agit de 1, 3, 5, 7 ou 9.

8.3 Tolérances admissibles

Les tolérances admissibles mentionnées en 8.2.1 sont indiquées dans le tableau.¹⁾

Tableau — Tolérances admissibles intralaboratoire

Teneur en aluminium Al [% (m/m)]	Matériau de référence certifié Al [% (m/m)] 1,96 s_w	Échantillon pour essai Al [% (m/m)]	
		2,77 s_w	3,31 s_w
de 0,1 à 0,25	± 0,018	0,025	0,030
de 0,25 à 1,0	± 0,024	0,033	0,040
de 1,0 à 2,5	± 0,080	0,111	0,134
de 2,5 à 5,0	± 0,100	0,139	0,167

8.4 Facteur de conversion en oxyde

$$\text{Al}_2\text{O}_3 [\% (m/m)] = 1,889 5 \times \text{Al} [\% (m/m)]$$

9 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence de la présente Norme internationale;
- b) tout renseignement nécessaire à l'identification de l'échantillon;
- c) les résultats d'analyse;
- d) le numéro de référence des résultats;
- e) tout détail particulier noté pendant le dosage et toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale, susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

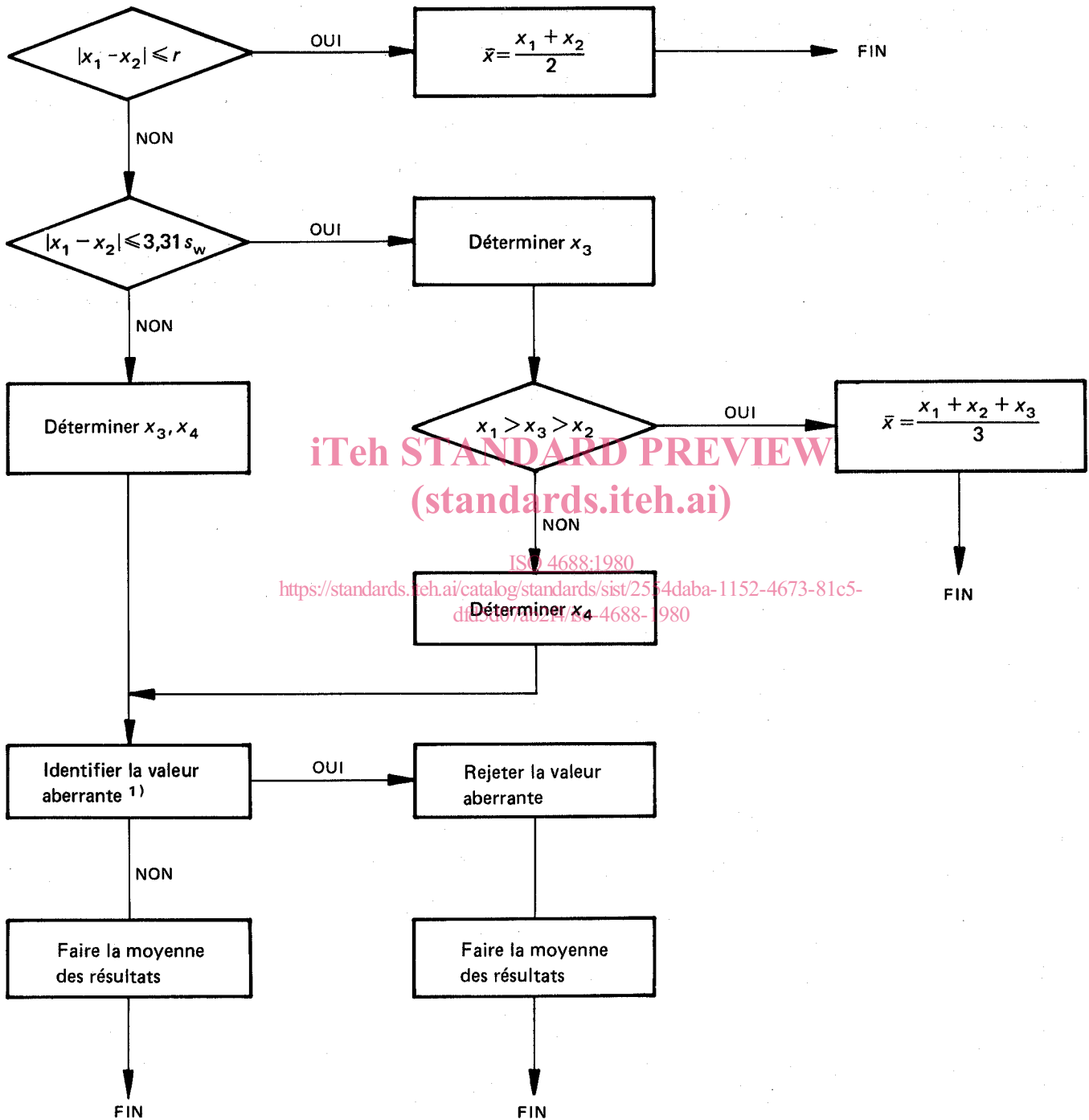
ISO 4688:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2554daba-1152-4673-81c5-dfd5d07ab2f4/iso-4688-1980>

1) L'origine des chiffres du tableau est donnée dans l'annexe B.

Annexe A

Schéma de la procédure pour l'acceptation des résultats d'analyse obtenus sur des échantillons pour essai



r = répétabilité
 $= 2,77 s_w$
 \bar{x} = moyenne

1) Utiliser les critères de Dixon pour la valeur aberrante.

Annexe B

Origine des tolérances admissibles

L'écart-type intralaboratoire (s_w) qui est dérivé d'une comparaison des résultats d'un circuit international d'analyses effectuées en 1971-1972 et 1972-1973 sur six échantillons de minerais de fer, à savoir : minerai canadien (0,178 % Al), minerai suédois-7 (0,284 % Al), minerai ukrainien (Krivoy-Rog) (0,884 % Al), sable ferrifère philippin (1,46 % Al), minette (2,14 % Al) et minerai 72-8 (4,142 % Al). Les résultats de ces essais figurent dans les documents 102/2N 237E, janvier 1972 et 102/2N 335F, janvier 1974.

Les tolérances admissibles pour le matériau de référence certifié (tableau en 8.3, deuxième colonne) sont obtenues en multipliant les écarts-types par le facteur statistique 1,96, et correspondent à la limite supérieure des intervalles de teneurs correspondants.

Les tolérances admissibles pour l'échantillon pour essai (tableau en 8.3, troisième colonne) sont obtenues en multipliant les écarts-types par les facteurs statistiques 2,77 et 3,31 ($n = 2$ au niveau de confiance 95 %), et correspondent à la limite supérieure des intervalles de teneurs correspondants.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4688:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2554daba-1152-4673-81c5-dfd5d07ab2f4/iso-4688-1980>