
Norme internationale



6606

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

Minerais alumineux — Détermination de la perte de masse à 1 075 °C — Méthode gravimétrique

Aluminium ores — Determination of loss of mass at 1 075 °C — Gravimetric method

Première édition — 1986-04-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6606:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/471b01e4-f96c-4278-940a-872a5b01c941/iso-6606-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/471b01e4-f96c-4278-940a-872a5b01c941/iso-6606-1986>

CDU 553.492 : 543.22

Réf. n° : ISO 6606-1986 (F)

Descripteurs : minéral, minerai d'aluminium, essai, détermination, perte de masse au chauffage, méthode gravimétrique.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6606 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 129, *Minerais alumineux*.

ISO 6606:1986

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Minerais alumineux — Détermination de la perte de masse à 1 075 °C — Méthode gravimétrique

0 Introduction

Au chauffage, les minerais alumineux accusent une perte de masse. Jusqu'à 110 °C, cette perte est due à l'humidité hygroscopique. Au-dessus de cette température, cette perte est due pour une grande partie à la dissociation des hydrates et des hydroxydes d'aluminium et de fer et, dans une moindre mesure, à la dissociation de constituants mineurs.

La perte totale de masse est fonction de la température et du temps de chauffage. En aucun cas, cette perte ne correspond exclusivement à la teneur en eau (hygroscopique et combinée) de l'échantillon.

La température choisie pour l'essai, 1 075 °C, représente un compromis entre différents facteurs tels que les capacités du four et l'absorption d'eau par l'échantillon pendant son refroidissement.

La valeur obtenue pour la perte au feu est calculée sur la base d'un échantillon séché.

On chauffe d'abord la prise d'essai à 375 ± 25 °C, puis à $1\,075 \pm 25$ °C, et on détermine ensuite la perte de masse. La prise d'essai est placée dans le creuset recouvert d'un couvercle ne s'adaptant qu'imparfaitement et qui demeure en position pendant toute la suite des opérations. La présence du couvercle assure une meilleure reproductibilité des résultats, en éliminant les effets aléatoires tels que chute de petits morceaux du revêtement interne du four pendant le chauffage; elle ne perturbe pas les conditions d'oxydation maintenues dans le creuset.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de détermination de la perte de masse d'un échantillon pour analyse chauffé jusqu'à masse constante à 1 075 °C.

La méthode est applicable à tous les minerais alumineux dont la perte de masse est comprise entre 10 et 30 %.

2 Référence

ISO 8557, *Minerais alumineux — Détermination de l'humidité hygroscopique des échantillons pour analyse — Méthode gravimétrique.*

3 Principe

Chauffage d'une prise d'essai placée dans un creuset, préalablement pesé, dans un four réglé à 375 ± 25 °C pendant 10 min. Transfert du creuset couvert dans un autre four réglé à $1\,075 \pm 25$ °C et chauffage jusqu'à masse constante. Correction de la perte de masse résultante pour tenir compte de l'humidité hygroscopique initiale.

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Capsules, en matériau inerte, de dimensions suffisantes pour contenir la quantité requise d'échantillon sur une couche de masse surfacique égale à 5 mg/mm².

4.2 Creusets en platine, d'environ 30 mm de diamètre au sommet, 20 mm de diamètre au fond et 35 mm de profondeur, avec un couvercle approprié, en platine également.

4.3 Fours électriques, réglables à 375 ± 25 °C et à $1\,075 \pm 25$ °C, permettant une circulation d'air dans la cavité chauffée.

4.4 Balance, de précision 0,000 1 g.

4.5 Dessiccateur, contenant soit du perchlorate de magnésium, soit de l'alumine activée comme desséchant.

NOTES

1 L'alumine doit avoir été activée de fraîche date, par chauffage à 300 ± 10 °C pendant la nuit.

2 Pour se débarrasser du perchlorate de magnésium, le jeter dans l'évier et l'arroser avec d'importantes quantités d'eau.

5 Échantillonnage et échantillons

5.1 Échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés et broyés pour passer au tamis de contrôle de 150 µm d'ouverture de maille, conformément aux modes opératoires spécifiés dans les normes en vigueur¹⁾.

5.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Prélever environ 10 g de l'échantillon pour laboratoire et le transférer sur une capsule (4.1). Étaler l'échantillon sur une couche uniforme de masse surfacique sensiblement égale à 5 mg/mm² et le laisser atteindre l'équilibre avec l'atmosphère du laboratoire pendant au minimum 2 h.

6 Mode opératoire

6.1 Nombre de déterminations

Effectuer les déterminations en double sur chaque échantillon de minerai.

NOTE — Le principe d'effectuer un essai à blanc et un essai de contrôle ne s'applique pas avec la présente méthode.

6.2 Préparation du creuset et de la prise d'essai

Chauffer le creuset en platine (4.2) et son couvercle pendant 15 min dans le four (4.3) réglé à 1 075 ± 25 °C. Retirer du four le creuset recouvert de son couvercle et le mettre à refroidir dans le dessiccateur (4.5). Peser le creuset et son couvercle à 0,000 2 g près aussi rapidement que possible après leur refroidissement à température ambiante (4.3) et moins de 1 h après leur mise en place dans le dessiccateur.

Ajouter environ 1 g (± 0,01 g) d'échantillon pour essai dans le creuset en platine, en l'étalant uniformément sur le fond, remettre le couvercle et peser le creuset, son couvercle et son contenu à 0,000 2 g près. Noter la masse de la prise d'essai (m_1).

Peser dans le même temps les prises d'essai servant à déterminer l'humidité hygroscopique par la méthode spécifiée dans l'ISO 8557.

6.3 Détermination de la perte au feu

Placer le creuset partiellement couvert et son contenu dans le four (4.3) réglé à 375 ± 25 °C et chauffer pendant 10 ± 1 min.

Transférer le creuset partiellement couvert et son contenu dans le four réglé à 1 075 ± 25 °C et chauffer pendant 60 ± 2 min.

Retirer du four le creuset et son contenu, couvrir correctement avec le couvercle et mettre le tout à refroidir dans le dessiccateur. Peser le creuset couvert et son contenu à 0,000 2 g près aussi rapidement que possible après leur refroidissement à température ambiante et moins de 1 h après leur mise en place dans le dessiccateur.

NOTE — Avant chaque pesée, contrôler l'extérieur du couvercle du creuset et le brosser si nécessaire.

Remettre le creuset couvert et son contenu dans le four réglé à 1 075 ± 25 °C et les chauffer pendant encore 30 ± 2 min. Laisser refroidir dans le dessiccateur et repeser dès que possible une fois le creuset et son contenu refroidis à température ambiante et moins de 1 h après leur mise en place dans le dessiccateur.

La différence des pesées suivant le premier et le second chauffage à 1 075 °C ne doit pas dépasser 0,000 5 g. Si la différence dépasse cette valeur, reprendre les opérations de chauffage, refroidissement et pesée jusqu'à ce que cette exigence soit respectée.

Prendre la masse minimale du creuset, de son couvercle et de son contenu pour calculer la masse minimale d'échantillon après chauffage (m_2).

7 Expression des résultats

7.1 Calcul de la perte au feu

Calculer la perte au feu (LOI), exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$LOI = \left[\frac{100 (m_1 - m_2)}{m_1} - H \right] \times \frac{100}{100 - H}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai après chauffage;

H est le taux d'humidité hygroscopique, exprimé en pourcentage en masse, de l'échantillon équilibré.

7.2 Traitement général des résultats

7.2.1 Fidélité

Un circuit d'analyses sur cette méthode a été effectué par neuf pays avec une participation totale de seize laboratoires. Chaque analyste a procédé à deux dosages sur chacun des quatre

1) Par normes en vigueur on entend les normes nationales existantes pour autant qu'il n'existe pas de Normes internationales sur le sujet; deux Normes internationales sont en cours d'élaboration : ISO 6137, *Minerais alumineux — Méthode d'échantillonnage*, et ISO 6140, *Minerais alumineux — Préparation des échantillons*.

échantillons. À partir des résultats obtenus, la répétabilité, la reproductibilité et l'indice de reproductibilité ont été calculés et sont donnés dans le tableau suivant.

Tableau — Fidélité des déterminations de perte de masse

| Échantillon | Perte moyenne de masse à 1 075 °C % (m/m) | Éléments de l'écart-type | | Indice de reproductibilité 2s |
|-------------|---|--------------------------|-------|----------------------------------|
| | | s_w | s_b | |
| MT/12/12 | 14,47 | 0,064 | 0,215 | 0,45 |
| MT/12/4 | 25,24 | 0,050 | 0,126 | 0,27 |
| MT/12/1 | 26,43 | 0,090 | 0,101 | 0,27 |
| MT/12/9 | 27,53 | 0,078 | 0,195 | 0,42 |

où

s_w est l'écart-type intra-laboratoires;

s_b est l'écart-type inter-laboratoires.

7.2.2 Acceptation des valeurs d'analyse

La valeur d'analyse de l'échantillon d'essai est acceptée quand la différence entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon d'essai ne dépasse pas $2,77 s_w$, le calcul étant fait à partir de la valeur convenable de s_w donnée dans le tableau.

Lorsque l'étendue (différence absolue) entre deux valeurs obtenues sur l'échantillon d'essai dépasse $2,77 s_w$, des analyses supplémentaires sont à effectuer sur l'échantillon d'essai.

7.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs acceptables de l'échantillon d'essai, calculée à quatre chiffres après la virgule et arrondie à deux chiffres après la virgule de la manière suivante :

- 1) Si le troisième chiffre après la virgule est plus petit que 5, l'éliminer et conserver inchangé le deuxième chiffre après la virgule.
- 2) Si le troisième chiffre après la virgule est un 5 et que le quatrième chiffre après la virgule est différent de 0, ou si le troisième chiffre après la virgule est plus grand que 5, augmenter d'une unité le deuxième chiffre après la virgule.
- 3) Si le troisième chiffre après la virgule est un 5 et s'il n'y a pas d'autre chiffre que 0 comme quatrième chiffre, éliminer le 5 et conserver le deuxième chiffre après la virgule inchangé s'il est égal à 0, 2, 4, 6 ou 8, ou l'augmenter d'une unité s'il est égal à 1, 3, 5, 7 ou 9.

8 Procès-verbal d'essai

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

- a) les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) la référence à la présente Norme internationale;
- c) le résultat de l'analyse;
- d) le numéro de référence du résultat;
- e) toute observation faite pendant la détermination et toute opération, non spécifiée dans la présente Norme internationale, susceptible d'avoir eu une influence sur le résultat.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6606:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/471b01e4-f96c-4278-940a-872a5b01c941/iso-6606-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6606:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/471b01e4-f96c-4278-940a-872a5b01c941/iso-6606-1986>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6606:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/471b01e4-f96c-4278-940a-872a5b01c941/iso-6606-1986>