
Norme internationale



6609

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

Minerais alumineux — Dosage du fer — Méthode titrimétrique

Aluminium ores — Determination of iron content — Titrimetric method

Première édition — 1985-07-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6609:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/037dff8-2f40-4e9c-aab8-cd02bba444fd/iso-6609-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/037dff8-2f40-4e9c-aab8-cd02bba444fd/iso-6609-1985>

CDU 553.492 : 543.24 : 546.72

Réf. n° : ISO 6609-1985 (F)

Descripteurs : minéral, minerais d'aluminium, analyse chimique, dosage, fer, méthode volumétrique.

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 6609 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 129, *Minerais alumineux*.

[ISO 6609:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/037dfc8-2f40-4e9c-aab8-cd02bba444fd/iso-6609-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/037dfc8-2f40-4e9c-aab8-cd02bba444fd/iso-6609-1985>

Minerais alumineux — Dosage du fer — Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du fer dans les minerais alumineux. La méthode a été choisie pour éviter l'interférence du platine, qui peut se produire du fait de l'utilisation de creusets en platine dans le mode opératoire de mise en solution acide.

La méthode est applicable aux minerais dont les teneurs en oxyde de fer sont comprises entre 2 et 50 % (*m/m*).

2 Référence

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par frittage au peroxyde de sodium, suivi d'une brève fusion. Dissolution du mélange fondu avec de l'eau et de l'acide chlorhydrique. Dosage du fer par titrage au dichromate de potassium après réduction au chlorure d'étain(II), et oxydation de l'excès de réducteur avec du chlorure de mercure(II).

4 Réactifs

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

4.1 Peroxyde de sodium.

NOTE — Le peroxyde de sodium doit être conservé à l'abri de l'humidité et ne doit pas être utilisé lorsqu'il commence à s'agglomérer.

4.2 Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,17$ g/ml.

4.3 Acide sulfurique $\rho_{20} = 1,84$ g/ml, dilué 1 + 19.

4.4 Mélange acide sulfurique-acide phosphorique

Verser avec précaution 150 ml d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) dans environ 300 ml d'eau, en agitant. Refroidir dans un bain d'eau, ajouter 150 ml d'acide phosphorique ($\rho_{20} = 1,70$ g/ml) et diluer à 1 litre.

4.5 Chlorure d'étain(II), solution à 100 g/l.

Introduire 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) dans un bécher de 100 ml et ajouter 10 g de chlorure d'étain(II) cristallin ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Chauffer doucement, en agitant, jusqu'à ce que la solution soit claire. Refroidir rapidement la solution et diluer à 100 ml.

Conserver cette solution dans une bouteille en verre marron avec l'addition d'une petite quantité de granulés d'étain métal.

4.6 Chlorure de mercure(II), solution à 40 g/l.

Dissoudre 40 g de chlorure de mercure(II) dans de l'eau et diluer à 1 litre.

4.7 Sulfate de fer(III) et d'ammonium, solution titrée.

4.7.1 Préparation de la solution

Dissoudre 47,5 g de sulfate de fer(III) et d'ammonium à 24 molécules d'eau [$\text{Fe}_2(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$] dans de la solution d'acide sulfurique (4.3). Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec le même acide.

4.7.2 Étalonnage de la solution

Pipetter 10 ml de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.7.1) dans un bécher de 400 ml et diluer à environ 80 ml. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Porter doucement à ébullition et ajouter, goutte à goutte, de la solution de chlorure d'étain(II) (4.5), en agitant la solution, jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse, puis ajouter 1 à 3 gouttes en excès. Refroidir rapidement dans un bain d'eau. Ajouter, en une seule fois, 10 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (4.6), mélanger doucement et laisser reposer pendant 5 min.

Diluer à environ 150 ml. Ajouter 30 ml du mélange acide sulfurique-acide phosphorique (4.4) et 5 gouttes d'indicateur (4.9), puis titrer avec la solution étalon de dichromate de potassium (4.8) jusqu'à l'obtention d'une teinte violette permanente (30 s). Enregistrer le volume de solution de dichromate de potassium utilisé (V_1).

NOTE — En l'absence de fer, l'indicateur diphénylaminésulfonate ne doit pas réagir avec la solution de dichromate. L'addition de solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium est par conséquent nécessaire pour faciliter la réponse de l'indicateur dans la solution à blanc, et ainsi permettre une correction appropriée du blanc.

4.8 Dichromate de potassium, solution étalon,
 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,016\ 67\ \text{mol/l}$.

Sécher environ 6 g de poudre fine de dichromate de potassium dans une étuve aérée entre 140 et 150 °C pendant 30 à 60 min. Refroidir dans un vase fermé. Peser 4,904 g, dissoudre dans de l'eau et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

1 ml de 0,016 67 mol/l $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cong 0,005\ 585\ \text{g}$ de Fe

1 ml de 0,016 67 mol/l $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \cong 0,007\ 985\ \text{g}$ de Fe_2O_3

4.9 Diphénylaminésulfonate de baryum, solution.

Dissoudre 0,2 g de diphénylaminésulfonate de baryum [$(\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4\text{SO}_3)_2\text{Ba}$] dans un petit volume d'eau chaude et diluer à 100 ml. Conserver dans un endroit frais et sombre. Rejeter en cas de décoloration.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Microburette, de 10 ml, classe A.

5.2 Creusets en zirconium, d'une capacité de 40 à 50 ml.

5.3 Balance, lisible au 0,000 1 g.

5.4 Dessiccateur, contenant du pentaoxyde de diphosphore comme desséchant.

5.5 Burette, de 50 ml, classe A.

5.6 Four à moufle, réglable entre 480 et 500 °C.

6 Échantillonnage et préparation des échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être prélevés et broyés pour passer au tamis de contrôle de 150 μm , conformément aux modes opératoires spécifiés dans les normes en vigueur.¹⁾

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de dosages

Effectuer l'analyse en double et indépendamment sur chaque 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 doivent être séparés dans le temps.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, environ 0,40 g de l'échantillon pour essai dans un creuset en zirconium et enregistrer la masse (m_1).

7.3 Essai à blanc

Parallèlement à la mise en solution de la prise d'essai, préparer une solution à blanc selon la méthode de mise en solution, mais sans la prise d'essai. 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.

7.4 Essai de contrôle

À chaque fois, une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai doit être effectuée parallèlement à l'analyse d'un échantillon 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, 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.

7.5 Dosage

7.5.1 Mise en solution de la prise d'essai

Ajouter à la prise d'essai (7.2) $5 \pm 0,1\ \text{g}$ de peroxyde de sodium (4.1). Mélanger à l'aide d'une spatule en nickel. Placer le creuset et son contenu dans le four à moufle (5.6) réglé entre 480 et 500 °C et les y laisser séjourner pendant 45 min. Retirer le creuset et son contenu du four et chauffer au-dessus d'un brûleur pour faire fondre la masse frittée (environ 30 s). Poursuivre le chauffage du culot de fusion, en brassant, pendant 2 min au total.

Laisser le creuset refroidir à température ambiante (un bloc de métal peut être utilisé pour accélérer cette opération) et le placer sur le côté dans un bécher de 400 ml. Ajouter avec précaution 50 ml d'eau et couvrir immédiatement le bécher avec un verre de montre.

Lorsque la réaction est terminée, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et couvrir d'un verre de montre jusqu'à ce que la réaction s'arrête. Rincer le couvercle et les parois du bécher avec de l'eau.

7.5.2 Dosage de l'oxyde de fer

Retirer le creuset et bien le rincer avec de l'eau, en gardant le volume total dans le bécher à moins de 100 ml. S'assurer que tous les hydroxydes de fer soient dissous. Chauffer si nécessaire. Ajouter 1 ml de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.7) à la solution d'essai à blanc.

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*.

Chauffer à environ 80 °C et ajouter, goutte à goutte, de la solution de chlorure d'étain(II) (4.5), en agitant, jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse ou cesse de pâlir, puis ajouter 1 à 3 gouttes en excès. Refroidir rapidement dans un bain d'eau.

NOTE — Les bauxites très titanifères peuvent donner lieu à une couleur jaune permanente.

Ajouter, en une seule fois, 10 ml de la solution de chlorure de mercure(II) (4.6), mélanger doucement et laisser reposer pendant 5 min. Diluer à environ 250 ml. Ajouter 30 ml du mélange acide sulfurique-acide phosphorique (4.4) et 5 gouttes d'indicateur (4.9), puis titrer avec la solution étalon de dichromate de potassium (4.8) jusqu'à l'obtention d'une teinte violette permanente (30 s). Enregistrer les volumes pour la solution d'essai (V_2) et pour la solution d'essai à blanc (V_3).

NOTE — Pour les échantillons dont les teneurs en Fe_2O_3 sont supérieures à 20 % (m/m), utiliser une burette de 50 ml.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul du fer total (en oxyde de fer Fe_2O_3)

La teneur en fer total (en oxyde de fer Fe_2O_3), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{V_2 - (V_3 - 0,1V_1)}{m} \times 0,007\,985 \times 100$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de dichromate de potassium (4.8) utilisé pour titrer 10 ml de solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (4.7);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de dichromate de potassium (4.8) utilisé pour le titrage de l'échantillon pour analyse;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution étalon de dichromate de potassium (4.8) utilisé pour le titrage dans l'essai à blanc;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

8.2 Exploitation générale des résultats

8.2.1 Fidélité

La fidélité de cette méthode, telle qu'elle a été déterminée dans un programme d'essai international, est exprimée en termes de répétabilité, reproductibilité et indice de reproductibilité dans le tableau.

Tableau — Données de fidélité pour les dosages du fer

Échantillon	Teneur moyenne en Fe_2O_3	Composantes de l'écart-type		Indice de reproductibilité
	% (m/m)	r	R	
MT/12/3	5,63	0,06	0,08	0,20
MT/12/1	17,41	0,14	0,14	0,39
MT/12/5	19,50	0,09	0,12	0,30
MT/12/2	43,30	0,13	0,12	0,35

où

r est la répétabilité;

R est la reproductibilité.

8.2.2 Acceptation des résultats analytiques (voir ISO 5725)

Le résultat analytique pour l'échantillon d'essai doit être accepté quand le résultat analytique obtenu pour le matériau de référence certifié correspondant est conforme à la valeur certifiée, dans la limite des indices de reproductibilité contenus dans le tableau, et quand la différence entre les deux valeurs de l'échantillon d'essai ne dépasse pas $2,77 r$, comme calculé à partir de la valeur appropriée de r donnée dans le tableau.

Quand le résultat analytique du matériau de référence certifié dépasse l'indice de reproductibilité, une analyse doit être effectuée simultanément sur un échantillon d'essai et sur un matériau de référence certifié, avec un essai à blanc. Le résultat analytique obtenu pour le matériau de référence certifié doit être examiné pour l'acceptation du résultat pour l'échantillon d'essai, comme précédemment. Si le résultat obtenu pour le matériau de référence certifié est encore en dehors des limites, le mode opératoire doit être répété avec un matériau de référence différent, du même type de minerai, jusqu'à ce que deux valeurs acceptables soient obtenues pour l'échantillon d'essai.

8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des résultats analytiques acceptables, calculée jusqu'à la quatrième décimale et 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 qu'il y a un chiffre autre que «0» à la quatrième décimale, ou lorsqu'il 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 qu'il n'y a pas d'autre chiffre que «0» à la quatrième décimale, le chiffre 5 est rejeté et le chiffre à 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.

9 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) les résultats de l'analyse;
- d) le numéro de référence des résultats;
- e) toute observation faite pendant le dosage et toute opération, non spécifiée dans la présente Norme internationale, susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6609:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/037dff8-2f40-4e9c-aab8-cd02bba444fd/iso-6609-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6609:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/037dfc8-2f40-4e9c-aab8-cd02bba444fd/iso-6609-1985>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6609:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/037dfc8-2f40-4e9c-aab8-cd02bba444fd/iso-6609-1985>