
Norme internationale



6994

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

Minerais alumineux — Dosage de l'aluminium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

Aluminium ores — Determination of aluminium content — EDTA titrimetric method

Première édition — 1986-04-15

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6994:1986](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6df23b75-bbbe-48a5-8949-352ae63ba5d1/iso-6994-1986>

CDU 553.492 : 543.24 : 546.621

Réf. n° : ISO 6994-1986 (F)

Descripteurs : minéral, minerai d'aluminium, analyse chimique, dosage, aluminium, 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 6994 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 129, *Minerais alumineux*.

ISO 6994:1986

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 — Dosage de l'aluminium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage titrimétrique de l'aluminium à l'EDTA dans les minerais alumineux.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en aluminium, exprimé en oxyde d'aluminium (Al_2O_3), est comprise entre 30 et 65 % (*m/m*).

2 Référence

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

3 Principe

Décomposition d'une prise d'essai, soit

- a) par traitement aux acides chlorhydrique, nitrique et sulfurique;

NOTE — Cette méthode est recommandée pour les minerais contenant de la gibbsite ou de la boehmite et lorsque le résidu de mise en solution de la prise d'essai après volatilisation de la silice est inférieur à 1 % de la masse de la prise.

soit

- b) par frittage avec du peroxyde de sodium, suivi d'une fusion brève et d'une mise en solution de la masse fondue dans de l'acide sulfurique;

NOTE — Cette méthode est recommandée pour les minerais contenant du diaspore et lorsque le résidu de mise en solution de la prise d'essai après volatilisation de la silice est supérieur à 1 % de la masse de la prise.

soit

- c) par fusion avec un fondant de tétraborate et de carbonate de sodium, suivie d'une mise en solution de la masse fondue dans de l'acide sulfurique.

NOTE — Cette méthode convient à tous les types de minerais.

Élimination de la silice par filtration en vue d'obtenir une solution contenant de l'aluminium et d'autres éléments. Mesure d'une partie aliquote et précipitation de l'aluminium et des autres éléments sauf le chrome, le manganèse et le vanadium, par du benzoate d'ammonium en solution acide. Filtration et mise en solution des benzoates précipités dans l'acide, suivies d'une précipitation des éléments autres que l'aluminium par l'hydroxyde de sodium. Filtration du précipité, suivie d'une mise en solution dans l'acide, d'une reprécipitation par l'hydroxyde de sodium et d'une filtration pour récupérer l'aluminium coprecipité. Addition d'EDTA en excès aux filtrats combinés et dosage de l'aluminium par titrage en retour de l'EDTA en excès par une solution de sulfate de zinc avec, comme indicateur, de l'orangé de xylénol.

4 Réactifs

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

4.1 Peroxyde de sodium (Na_2O_2), en poudre.

NOTE — Le peroxyde de sodium doit être protégé contre l'humidité et ne doit pas être utilisé dès qu'il commence à s'agglomérer.

4.2 Fondant au carbonate et au tétraborate de sodium.

Mélanger intimement 3 parties en masse de carbonate de sodium anhydre (Na_2CO_3) et 1 partie en masse de tétraborate de sodium anhydre ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$).

4.3 Acétate d'ammonium, solution à 250 g/l.

Dissoudre 250 g d'acétate d'ammonium dans 900 ml d'eau et ajuster le pH à 6 par addition d'acide acétique cristallisable (ρ_{20} 1,050 g/ml). Diluer à 1 litre.

4.4 Benzoate d'ammonium, solution à 100 g/l.

NOTE — Pour obtenir une solution limpide après chauffage, il peut être nécessaire d'ajouter 5 ml de la solution d'ammoniaque (4.6). Filtrer si nécessaire pour éliminer les résidus particuliers.

4.5 Hexaméthylènetétramine (Hexamine), solution à 250 g/l.

Dissoudre 25 g d'hexaméthylènetétramine dans 70 ml d'eau et diluer à 100 ml.

4.6 Ammoniaque, solution (ρ_{20} 0,9 g/ml), diluée 1 + 1.

4.7 Acide acétique cristallisable (ρ_{20} 1,050 g/ml).

4.8 Acide chlorhydrique (ρ_{20} 1,17 g/ml), dilué 2 + 3.

4.9 Hydroxyde de sodium, solution à 160 g/l.

Cette solution doit être conservée dans un flacon en plastique.

4.10 Acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml), dilué 1 + 1.

4.11 Acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml), dilué 1 + 3.

4.12 Acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml), dilué 1 + 9.

4.13 Acide fluorhydrique, à 40 % (m/m) (ρ_{20} 1,13 g/ml).

4.14 Sulfate de sodium décahydraté, ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), solution à 100 g/l.

4.15 Permanganate de potassium, solution à 1 g/l.

4.16 Mélange d'acides.

Mesurer, dans un bécher de 1 litre, 225 ml d'eau et ajouter avec précaution, en agitant, 175 ml d'acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml). Refroidir à température ambiante et ajouter 150 ml d'acide chlorhydrique (ρ_{20} 1,17 g/ml) et 50 ml d'acide nitrique (ρ_{20} 1,42 g/ml).

Cette solution doit être préparée pour chaque série de dosages et jetée lorsqu'elle n'est pas utilisée en totalité.

4.17 Aluminium, solution étalon.

Dissoudre environ 1,00 g, pesé à 0,000 1 g près, d'aluminium métallique (au moins 99,9 %) dans 60 ml d'acide chlorhydrique (4.8), en chauffant si nécessaire. Refroidir et compléter au volume dans une fiole jaugée de 1 000 ml.

Calculer la concentration équivalente en oxyde d'aluminium a , en grammes par litre, de la solution étalon à l'aide de l'équation

$$a = m_1 \times 1,889 5 \times \frac{P}{100}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, d'aluminium métal;

P est la pureté, en pourcentage, de l'aluminium utilisé.

4.18 Sel disodique dihydraté de l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA), solution titrée à environ 0,05 mol/l (18,6 g/l).

4.19 Sulfate de zinc, solution titrée, $c(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 0,05$ mol/l.

Dissoudre 14,5 g de sulfate de zinc heptahydraté ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume et homogénéiser.

4.19.1 Mode opératoire de titrage

4.19.1.1 Titrage de la solution d'EDTA par la solution titrée de sulfate de zinc

À l'aide d'une pipette, introduire, dans un bécher de 500 ml, 50 ml de la solution d'EDTA (4.18) et ajouter 250 ml d'eau. Ajouter 0,3 ml d'indicateur à l'orangé de méthyle (4.20) et, si nécessaire, goutte à goutte, de la solution d'ammoniaque (4.6) jusqu'à ce que la couleur vire au jaune.

Ajouter 20 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.3) et ajuster le pH à $5,7 \pm 0,1$, soit à l'aide de la solution d'ammoniaque (4.6), soit à l'aide d'acide acétique cristallisable (4.7). Ajouter 0,5 ml d'indicateur à l'orangé de xylénol (4.21) et titrer jusqu'au point final (la couleur vire du jaune au pourpre) avec la solution de sulfate de zinc (4.19). Noter le volume (V_1).

4.19.1.2 Détermination du facteur d'équivalence de la solution de sulfate de zinc

À l'aide d'une pipette, introduire, dans un bécher de 500 ml, 50 ml (V_3) de la solution étalon d'aluminium (4.17) et ajouter 200 ml d'eau.

À l'aide d'une pipette, ajouter 50 ml de la solution d'EDTA (4.18) et 0,3 ml d'indicateur à l'orangé de méthyle (4.20). Ajouter, goutte à goutte, de la solution d'ammoniaque (4.6) jusqu'à virage de couleur.

Ajouter 20 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.3) et un agent d'ébullition. Faire bouillir 10 min et refroidir. Ajuster le pH à $5,7 \pm 0,1$ comme en 4.19.1.1. Ajouter 0,5 ml d'indicateur à l'orangé de xylénol (4.21) et titrer jusqu'au point final avec la solution de sulfate de zinc (4.19). Noter le volume (V_2).

Calculer le facteur d'équivalence A de la solution de sulfate de zinc à l'aide de la formule

$$1 \text{ ml de solution de sulfate de zinc } (A) \equiv \frac{V_3 a}{V_1 - V_2} \text{ mg de Al}_2\text{O}_3$$

où a est la masse, en grammes, d'oxyde d'aluminium par litre de solution étalon d'aluminium (4.17).

4.20 Indicateur à l'orangé de méthyle, solution à 0,1 g/l.

4.21 Indicateur à l'orangé de xylénol, solution à 1 g/l.

Préparer chaque mois et conserver dans un flacon sombre.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

5.2 Étuve, à chauffage électrique, avec système de régulation de la température (thermostat) et convection mécanique permettant de maintenir la température à 105 ± 5 °C.

NOTE — Une vérification doit être faite sur l'étuve en y plaçant le nombre habituel de capsules et en mesurant la température au voisinage de chaque capsule pour s'assurer que la température requise est établie dans toute l'étuve et non juste au voisinage du thermostat.

5.3 Creusets en alliage platine/or (95/5), d'environ 25 ml de capacité, pour la décomposition par fusion selon 7.6.1.3.

5.4 Creusets en zirconium, d'environ 40 ml de capacité, pour la décomposition de la masse frittée selon 7.6.1.2.

5.5 Creusets en platine.

5.6 Papiers filtres.

5.6.1 Papiers filtres à texture moyenne.

NOTE — Le papier filtre Whatman, qualité 540, a été jugé satisfaisant.

5.6.2 Papiers filtres rapides, durcis et sans cendres.

NOTE — Le papier filtre Whatman, qualité 541, a été jugé satisfaisant.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillonnage

Après prélèvement, les échantillons pour laboratoire doivent être broyés pour passer au tamis de contrôle de 150 µm d'ouverture de maille, par les modes opératoires spécifiés dans les normes en vigueur.¹⁾

6.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Prélever environ 10 g de l'échantillon pour laboratoire et les transférer sur une capsule (5.1). 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.

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de dosages

Effectuer l'analyse en double et indépendamment sur le même échantillon de minéral.

NOTE — Le terme « indépendamment » signifie que l'opérateur chargé de l'analyse doit changer, ou bien, si la même personne effectue les analyses, que celles-ci doivent être faites à des moments différents.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, environ 1 g d'échantillon équilibré à l'air et noter la masse (*m*).

NOTE — Si les minerais contiennent plus de 55 % (*m/m*) d'oxyde d'aluminium, la masse de la prise d'essai doit être 0,9 g.

7.3 Détermination du taux d'humidité hygroscopique

Parallèlement à la pesée de la prise d'essai, peser deux prises d'essai pour déterminer l'humidité hygroscopique et effectuer cette détermination par la méthode spécifiée dans l'ISO 8557.

7.4 Essai à blanc

Parallèlement à la décomposition de la prise d'essai, préparer une solution à blanc selon le même mode opératoire mais en omettant la prise d'essai. Lorsque l'analyse porte sur plusieurs échantillons à la fois, la valeur à blanc peut être donnée par un seul essai pourvu que le mode opératoire soit le même et que les réactifs proviennent des mêmes flacons.

7.5 Essai de contrôle

A chaque essai, effectuer une analyse d'un matériau certifié de référence du même type de minéral, parallèlement à l'analyse de l'échantillon et dans les mêmes conditions.

NOTE — Le matériau de référence certifié doit être du même type que l'échantillon à analyser. Ce matériau certifié ne peut toutefois pas être considéré du même type si les propriétés de l'échantillon à analyser diffèrent de ses propriétés à lui dans une mesure telle que le mode opératoire d'analyse doive en être substantiellement modifié.

7.6 Préparation de la solution d'essai

7.6.1 Décomposition de la prise d'essai

Si la décomposition s'effectue par attaque acide, procéder de la manière spécifiée en 7.6.1.1. Si elle s'effectue par frittage alcalin, procéder de la manière spécifiée en 7.6.1.2. Si elle s'effectue par fusion, procéder de la manière spécifiée en 7.6.1.3.

7.6.1.1 Attaque acide

Transférer la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 400 ml. Humecter avec de l'eau et ajouter 60 ml du mélange d'acides (4.16). Couvrir le bécher et chauffer à environ 80 °C pour décomposer l'échantillon (voir note 1).

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*.

Dès la cessation du dégagement de fumées brunes, rincer soigneusement le couvercle et les parois du bécher. Évaporer la solution à découvert jusqu'à dégagement abondant de fumées d'acide sulfurique. Replacer le couvercle et chauffer fortement pendant 60 min sur une plaque chauffante réglée pour porter la solution à une température de 210 ± 10 °C (voir note 2).

NOTES

1 Lorsque les échantillons renferment une forte teneur en fer [> 15 % (*m/m*) de Fe_2O_3], le chauffage initial doit être prolongé.

2 Déterminer le réglage de température sur un bécher d'essai distinct contenant un thermomètre partiellement immergé dans 10 mm d'acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml).

7.6.1.2 Frittage alcalin

Transférer la prise d'essai (7.2) dans un creuset en zirconium sec (5.4), ajouter 10 g de peroxyde de sodium (4.1) et mélanger intimement à l'aide d'une spatule métallique sèche. Placer et maintenir dans un four à moufle réglé entre 480 et 500 °C pendant 45 min. Retirer le creuset et son contenu du four et le placer sur un brûleur pour fondre la masse frittée (environ 30 s). Poursuivre le chauffage de la masse en fusion en la brassant pendant une durée totale de 2 min.

Laisser refroidir le creuset (on peut utiliser un bloc métallique pour accélérer le processus). Si nécessaire, essuyer la base du creuset avec un papier filtre humide. Placer le creuset, couché sur le côté, dans un bécher de 400 ml. Couvrir et ajouter dans le bécher, avec précaution, 140 ml d'acide sulfurique (4.12). Ajouter 20 ml d'acide sulfurique (4.10) et faire digérer pour lixivier le contenu du creuset. Retirer le creuset dès que son contenu est entièrement lixivié et bien le rincer dans la solution contenue dans le bécher.

Rincer soigneusement le couvercle et les parois du bécher. Évaporer la solution à découvert jusqu'à dégagement abondant de fumées d'acide sulfurique. Replacer le couvercle et chauffer fortement pendant 60 min sur une plaque chauffante réglée pour porter la solution à une température de 210 ± 10 °C.

NOTE — Déterminer le réglage de température sur un bécher d'essai distinct contenant un thermomètre partiellement immergé dans 10 mm d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

7.6.1.3 Décomposition par fusion

Transférer la prise d'essai (7.2) dans un creuset en alliage platine/or (5.3) (voir note 1), ajouter 2 g de fondant au carbonate et tétraborate de sodium (4.2) et mélanger intimement à l'aide d'une spatule métallique sèche. Couvrir avec un couvercle en platine et placer et maintenir dans un four réglé entre 480 et 500 °C pendant 5 min, puis dans un four réglé à 1 000 °C pendant 15 min.

Laisser refroidir le creuset et le placer, couché sur le côté, dans un bécher de 400 ml. Ajouter 70 ml d'acide sulfurique (4.11), couvrir et faire digérer pour lixivier le contenu du creuset. Retirer le creuset dès que son contenu est entièrement lixivié et bien le rincer dans la solution contenue dans le bécher.

Rincer soigneusement le couvercle et les parois du bécher. Évaporer la solution à découvert jusqu'à dégagement abondant de fumées d'acide sulfurique. Replacer le couvercle et chauffer fortement pendant 60 min sur une plaque chauffante réglée pour porter la solution à une température de 210 ± 10 °C (voir note 2).

NOTES

1 On peut utiliser un creuset en platine mais en veillant qu'il n'y ait pas « fluage » du mélange en fusion par-dessus bord. Il est préférable dans ce cas d'utiliser un creuset plus grand (par exemple de 30 ml).

2 Déterminer le réglage de température sur un bécher d'essai distinct contenant un thermomètre partiellement immergé dans 10 mm d'acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml).

7.6.2 Mise en solution et filtration

Refroidir la solution de 7.6.1.1, 7.6.1.2 ou 7.6.1.3 jusqu'à température ambiante, ajouter avec précaution 130 ml d'eau et chauffer entre 80 et 90 °C pendant au moins 40 min en agitant pour bien dissoudre les sels. Ajouter une petite quantité de pâte à papier sans cendres en agitant et filtrer le mélange chaud sur un papier filtre à texture moyenne (5.6.1) en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer le bécher à l'eau et, en utilisant une tige de verre à embout de caoutchouc, nettoyer le bécher et transférer le résidu quantitativement sur le papier filtre. Laver le papier filtre et le résidu cinq fois avec des parties aliquotes de 5 à 10 ml d'eau chaude. Mettre en réserve le filtrat et les eaux de lavage. Conserver le papier filtre et le résidu et poursuivre de la manière spécifiée en 7.6.3.

7.6.3 Reprise du résidu

Transférer le papier filtre et le résidu de 7.6.2 dans un creuset en platine taré précalciné. Sécher et calciner lentement, puis incinérer le papier filtre en portant la température entre 600 et 700 °C pendant 30 min dans un four à moufle. Laisser refroidir le creuset et humecter le résidu avec quelques gouttes d'eau. Ajouter 5 gouttes d'acide sulfurique (4.10) et 8 ml d'acide fluorhydrique (4.13). Évaporer soigneusement sous une hotte jusqu'à siccité pour chasser la silice et l'acide sulfurique. Chauffer doucement sur une flamme basse, puis au rouge, laisser refroidir le creuset et peser. Déterminer la masse de résidu pour vérifier que les conditions du chapitre 3 sont remplies.

Ajouter $0,7 \pm 0,1$ g de fondant (4.2). Faire fondre à plus de 1 000 °C pendant 4 à 5 min dans un four à moufle, mélanger brièvement la masse fondue et remettre au four pour 1 à 2 min.

NOTE — Pour parfaire l'attaque, il peut être avantageux d'utiliser un brûleur à gaz.

Laisser refroidir le creuset, ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.12), couvrir et chauffer pour mettre la masse fondue en solution. Transvaser la solution dans le filtrat mis en réserve (7.6.2) et rincer le creuset à l'eau. Refroidir à température ambiante, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. On obtient ainsi la solution d'essai.

7.7 Dosage de l'aluminium

Introduire, à l'aide d'une pipette, une partie aliquote de 50,0 ml de la solution d'essai dans un bécher de 500 ml. Diluer à 120 ml. Chauffer la partie aliquote à 90 °C et ajouter goutte à goutte la solution de permanganate de potassium (4.15) jusqu'à virage persistant au pourpre pendant au moins 10 s. Poursuivre le chauffage à 90 °C pendant 5 min.

Refroidir à température ambiante. À l'aide d'un pH-mètre, ajouter la solution d'ammoniaque (4.6) en agitant jusqu'à obtention d'un pH de $2,4 \pm 0,1$. Ajouter lentement 15 ml de la solution de benzoate d'ammonium (4.4) et 4 ml de la solution d'hexamine (4.5), puis chauffer à 90 °C pendant 30 min en agitant toutes les 10 min. Ne pas faire bouillir pour ne pas faire mousser. Refroidir à environ 60 °C, filtrer sur un papier filtre rapide de 11 cm, durci et sans cendres (5.6.2) et jeter le filtrat.

NOTE — Éviter de laisser le précipité sécher sur les parois et le bec du bécher en rinçant immédiatement à l'eau les résidus qui n'ont pas été transférés sur le filtre. Nettoyer les parois à l'aide d'une tige de verre à embout de caoutchouc et laisser le précipité dans le bécher. Le lavage du précipité sur le filtre n'est pas nécessaire.

Ajouter, dans le bécher d'origine, 3 ml d'acide chlorhydrique (4.8), couvrir le bécher et chauffer l'acide au reflux pour dissoudre les résidus de précipité sur les parois. À l'aide d'une tige de verre à embout de caoutchouc, s'assurer que tout résidu d'aluminium est dissous des parois et du bec du bécher. Rincer et retirer la tige. Transférer la totalité du précipité de l'entonnoir dans le bécher d'origine à l'aide d'eau, en s'assurant que le papier filtre demeure dans l'entonnoir. Placer le bécher sous l'entonnoir. À l'aide d'une pipette de 2 ml, laver soigneusement le papier filtre et l'entonnoir avec un maximum de 12 ml d'acide chlorhydrique (4.8) chaud, puis avec de l'eau chaude. Jeter le papier filtre et chauffer la solution à 60 °C pour dissoudre le précipité. Ajouter en agitant 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.9) et poursuivre le chauffage entre 50 et 60 °C pendant 10 min en agitant de temps en temps. Filtrer au-dessus d'un bécher de 500 ml contenant 6 ml d'acide sulfurique (4.10) au travers d'un papier filtre rapide de 11 cm, durci (5.6.2). Placer un agitateur dans le filtrat et mélanger l'acide et le filtrat de temps en temps. Laver le précipité dans l'entonnoir avec la solution de sulfate de sodium (4.14) en utilisant une tige de verre à embout de caoutchouc pour nettoyer les parois du bécher, et laver le précipité et le papier filtre trois fois avec la solution de lavage au sulfate de sodium. Mettre en réserve le filtrat contenant l'aluminium. Ceci constitue le filtrat de réserve.

Ajouter, dans le bécher d'origine, 3 ml d'acide chlorhydrique (4.8), couvrir le bécher et chauffer l'acide au reflux pour dissoudre les résidus de précipité sur les parois. Transférer le précipité de l'entonnoir dans le bécher d'origine à l'aide d'eau et placer le bécher sous l'entonnoir contenant le papier filtre. Dissoudre le précipité restant sur le papier filtre par lavage soigneux du papier filtre dans son entier avec 12 ml d'acide chlorhydrique (4.8) chaud, puis avec de l'eau chaude. Jeter le papier filtre et chauffer la solution pour dissoudre le précipité. Chauffer entre 50 et 60 °C, ajouter en agitant 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.9) et poursuivre le chauffage entre 50 et 60 °C pendant 10 min.

Filtrer au-dessus du bécher contenant le filtrat de réserve au travers d'un filtre rapide de 11 cm, durci (5.6.2). Transférer le précipité sur le papier filtre, et laver le papier et le précipité plusieurs fois avec la solution de lavage au sulfate de sodium (4.14).

Chauffer le filtrat combiné entre 60 et 70 °C et ajouter, à l'aide d'une pipette, 50,0 ml de la solution d'EDTA (4.18). Ajouter 0,3 ml d'indicateur à l'orangé de méthyle (4.20) et neutraliser juste à l'orange à l'aide de la solution d'ammoniaque (4.6). Ajouter 20 ml de la solution d'acétate d'ammonium (4.3), faire bouillir pendant 10 min et refroidir. Ajuster le pH à $5,7 \pm 0,1$, soit à l'aide de la solution d'ammoniaque (4.6), soit à l'aide d'acide acétique cristallisable (4.7). Ajouter 0,5 ml d'indicateur à l'orangé de xylénol (4.21) et titrer avec la solution de sulfate de zinc (4.19). Noter les volumes respectifs V et V_b des solutions d'essai et d'essai à blanc.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en aluminium

Calculer la teneur en aluminium, exprimée en pourcentage en masse d'oxyde d'aluminium, à l'aide de la formule

$$\frac{250 A (V_b - V)}{10 V_p m} \times K$$

où

A est le facteur d'équivalence de la solution de sulfate de zinc calculée en 4.19.1.2;

V_b est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de zinc (4.19) utilisée pour titrer la solution d'essai à blanc;

V est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate de zinc (4.19) utilisée pour titrer la solution d'essai;

V_p est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prélevée en 7.7;

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

K est le facteur de conversion donné par la formule

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

où H est le taux d'humidité hygroscopique, exprimé en pourcentage en masse, déterminée suivant l'ISO 8557.

8.2 Traitement général des résultats

8.2.1 Fidélité

Un circuit d'analyses sur cette méthode a été effectué par 10 pays avec une participation totale de 16 laboratoires. Chaque analyste a procédé à deux dosages sur chacun des quatre échantillons. À partir des résultats obtenus, la répétabilité, la reproductibilité et l'indice de reproductibilité ont été calculés et sont donnés dans le tableau.

8.2.2 Acceptation des valeurs d'analyse

La valeur d'analyse de l'échantillon d'essai est acceptée quand la valeur d'analyse obtenue sur le matériau de référence certifié correspondant concorde avec la valeur certifiée dans les limites de l'indice de reproductibilité donné dans le tableau et lorsque 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.

Si la valeur d'analyse obtenue sur le matériau de référence certifié dépasse l'indice de reproductibilité, une analyse doit être effectuée simultanément sur un échantillon d'essai et un matériau de référence certifié, avec un essai à blanc. La valeur d'analyse obtenue sur le matériau de référence certifié doit entrer en ligne de compte pour l'acceptation de la valeur d'analyse obtenue sur l'échantillon comme prévu ci-dessus. Si une nouvelle fois la valeur obtenue sur le matériau de référence certifié sort des limites, la procédure doit être répétée sur un matériau de référence différent du même type de minerai jusqu'à ce qu'on obtienne deux valeurs acceptables sur l'échantillon d'essai.

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 un échantillon d'essai avec un blanc et simultanément avec une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai. L'acceptation de ces valeurs supplémentaires obtenues sur échantillon d'essai est conditionnée dans chaque cas par l'acceptabilité de la valeur obtenue sur le matériau de référence certifié.

8.2.3 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.

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, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

(standards.iteh.ai)

ISO 6994:1986
 Tableau – Fidélité des dosages d'aluminium
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/6994-1986/sis/6994-1986>

Échantillon	Type de minerai	Teneur moyenne en Al ₂ O ₃ % (m/m)	Éléments de l'écart-type		Indice de reproductibilité 2s
			s _w	s _b	
MT/12/5	Gibbsite (19,5 % Fe ₂ O ₃)	46,62	0,131	0,212	0,50
MT/12/12	Diaspore (21,7 % Fe ₂ O ₃ , 4,0 % SiO ₂)	52,48	0,137	0,306	0,67
MT/12/4	Mélange boehmite/gibbsite	53,39	0,120	0,126	0,35
NBS 696*	Gibbsite	54,48	0,051	0,149	0,31

* Valeur certifiée 54,5 %.

où

s_w est l'écart-type intra-laboratoires;

s_b est l'écart-type inter-laboratoires.