

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9208

Première édition
1989-10-15

**Minerais alumineux — Dosage du vanadium —
Méthode spectrophotométrique au BPHA**

*Aluminium ores — Determination of vanadium content —
BPHA spectrophotometric method*

**iTeh Standards Preview
(standards.iteh.ai)**

ISO 9208:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/056f1a03-614d-44b9-87ac-9751270ac5de/iso-9208-1989>



Numéro de référence
ISO 9208 : 1989 (F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 9208 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 129, *Minerais alumineux*.

[ISO 9208:1989](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/056f1a03-614d-44b9-87ac-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/056f1a03-614d-44b9-87ac-9751270ac5de/iso-9208-1989)

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe B est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Minerais alumineux — Dosage du vanadium — Méthode spectrophotométrique au BPHA

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrophotométrique pour le dosage du vanadium au BPHA dans les minerais alumineux. Elle s'applique aux minerais contenant entre 0,005 % (m/m) et 0,4 % (m/m) de pentoxyde de vanadium.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

ISO 8558 : 1985, *Minerais alumineux — Préparation d'échantillons préséchés pour essai.*

3 Principe

Décomposition de la prise d'essai par frittage suivie d'une fusion brève au peroxyde de sodium. Mise en solution de la masse fondue dans de l'eau et élimination du titane et du fer par filtration des oxydes hydratés résultants. Acidification et dilution du filtrat. Mesurage d'une partie aliquote et oxydation de tout le vanadium à l'état pentavalent par du permanganate de potassium. Extraction au solvant du vanadium dans le chloroforme sous forme de complexe de *N*-benzoyl-*N*-phénylhydroxylamine à partir d'une solution d'acide chlorhydrique. Détermination de la teneur de l'extrait en vanadium par spectrophotométrie.

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.

Utiliser uniquement des granulés ou de la poudre à l'état sec, s'écoulant librement et de couleur blanc cassé à jaune pâle.

ATTENTION — 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 Oxyde de fer(III), en poudre [$<0,001$ % (m/m) de V_2O_5].

4.3 Sulfate de sodium, solution à 10 g/l.

Dissoudre 10 g de sel anhydre dans 1 litre d'eau.

4.4 Sulfite de sodium, solution à 30 g/l.

Dissoudre 30 g de sulfite de sodium anhydre dans 1 litre d'eau.

Cette solution doit être préparée le jour même de son utilisation.

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

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

4.7 *N*-benzoyl-*N*-phénylhydroxylamine (BPHA), solution à 2,5 g/l dans du chloroforme.

Cette solution reste stable pendant plusieurs mois si elle est conservée dans un récipient en verre dans un endroit sombre et frais. La présence de 1 % (V/V) à 2 % (V/V) d'éthanol pour stabiliser le chloroforme n'a pas d'effet nocif.

AVERTISSEMENT — Le réactif *N*-benzoyl-*N*-phénylhydroxylamine a été déclaré cancérigène par absorption à travers la peau.

4.8 Chloroforme, lavé et séché.

Extraire un volume de chloroforme trois fois avec des volumes égaux d'eau. Sécher sur du sulfate de sodium anhydre dans un récipient en verre.

À préparer extemporanément chaque jour.

4.9 Acide chlorhydrique, $1,16 \text{ g/ml} \leq \rho_{20} \leq 1,19 \text{ g/ml}$ (environ 32 % (m/m)), refroidi à moins de 5 °C.

NOTE — L'absorbance du complexe vanadium-BPHA est légèrement fonction de la concentration d'acide chlorhydrique. Par conséquent, il convient d'utiliser le même flacon d'acide chlorhydrique pour les solutions d'étalonnage et les solutions à doser.

4.10 Vanadium, solution étalon correspondant à 1,000 0 g de V_2O_5 par litre.

Mettre en solution 1,286 4 g de métavanadate d'ammonium (NH_4VO_3) dans environ 900 ml d'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 1,000 0 mg de V_2O_5 .

4.11 Vanadium, solution étalon correspondant à 80 mg de V_2O_5 par litre.

Transférer 20,00 ml de la solution étalon de vanadium (4.10) dans une fiole de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon correspond à 80 µg de V_2O_5 .

4.12 Solution matrice.

Dissoudre 41 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans environ 350 ml d'eau. Refroidir et ajouter avec précaution 72 ml d'acide sulfurique (4.5). Refroidir et diluer à 500 ml avec de l'eau.

5 Appareillage

Verrerie et matériel courants de laboratoire, et

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

5.2 Four à moufle, réglable de 480 °C à 500 °C.

5.3 Creusets en zirconium, corindon ou carbone vitreux, de 40 ml à 50 ml de capacité.

5.4 Bêchers en nickel ou polytétrafluoroéthylène, de 400 ml de capacité.

5.5 Ampoules à décanter, de 125 ml, en verre borosilicaté avec robinet d'arrêt et bouchon en plastique inerte. Avant l'emploi, humidifier le robinet d'arrêt et la tige de l'ampoule avec quelques gouttes de chloroforme lavé (4.8). Humidifier le joint rodé de l'ampoule avec quelques gouttes d'eau avant de le reboucher.

5.6 Spectrophotomètre, capable de mesurer l'absorbance à environ 530 nm.

5.7 Cuves spectrophotométriques, de 10 mm de parcours optique, avec des bouchons en plastique inerte plutôt que des couvercles. Pour les absorbances inférieures à 0,05, des cuves à parcours optique plus long doivent être utilisées.

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, conformément aux modes opératoires prescrits dans les normes en vigueur¹⁾.

6.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai en le séchant de la manière prescrite dans l'ISO 8558.

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de dosages

Effectuer l'analyse, au moins en double en accord avec l'annexe A, indépendamment sur chaque échantillon pour essai préséché.

NOTE — Le terme «indépendamment» indique le changement de la personne effectuant l'analyse. Si c'est la même personne qui effectue l'analyse, celle-ci doit être répétée à un moment différent. Dans l'un et l'autre cas, un réétalonnage approprié doit être réalisé.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, environ 1 g de l'échantillon pour essai obtenu de la manière prescrite dans l'article 6.

7.3 Essai à blanc

Parallèlement à la décomposition de la prise d'essai, préparer une solution à blanc selon le même mode opératoire, mais en remplaçant la prise d'essai par 0,050 g d'oxyde de fer(III) (4.2). 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 utilisés proviennent des mêmes flacons.

7.4 Essai de contrôle

À chaque essai, une analyse d'un matériau de référence certifié doit être effectuée, parallèlement à l'analyse de l'échantillon de minerai et dans les mêmes conditions.

1) S'il n'existe pas de Norme internationale, les normes à respecter seront les normes nationales. Deux Normes internationales sont actuellement en cours d'élaboration : l'ISO 8685, *Minerais alumineux — Procédures d'échantillonnage*, et l'ISO 6140, *Minerais alumineux — Préparation des échantillons*.

NOTES

1 Le matériau de référence certifié doit être du même type que l'échantillon à analyser et les propriétés des deux matériaux doivent être assez semblables pour garantir que, dans les deux cas, aucun changement significatif n'est à apporter au mode opératoire analytique.

2 Le matériau de référence certifié sert uniquement à valider le bon déroulement du mode opératoire analytique et non pas à ajuster les résultats analytiques.

7.5 Dosage

7.5.1 Décomposition de la prise d'essai

Transférer la prise d'essai (7.2) dans un creuset sec (5.3), ajouter 10 g de peroxyde de sodium (4.1) et homogénéiser soigneusement à l'aide d'une spatule métallique sèche. Placer le creuset et son contenu dans le four à moufle (5.2) maintenu à une température de 480 °C à 500 °C pendant 45 min. Enlever le creuset et son contenu du four et chauffer sur un brûleur pour fondre la masse frittée (environ 30 s). Continuer à chauffer la masse fondue tout en la brassant pendant une durée totale de 2 min.

7.5.2 Mise en solution, élimination du fer et du titane et préparation de la solution d'essai

Placer le creuset refroidi sur le côté dans le bécher (5.4). Ajouter, avec précaution, 70 ml d'eau en arrière du creuset dans le bécher. Rincer le couvercle et les parois du bécher en conservant toutefois un volume total inférieur à 100 ml. Couvrir le bécher et le faire chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à ébullition de la solution.

Faire bouillir doucement pendant 40 min en agitant fréquemment (voir note 1). Retirer de la plaque, ajouter et homogénéiser soigneusement 0,5 g de pâte à papier filtre et laisser les matières solides décanter pendant 2 min.

Filtrer au travers d'un filtre en papier durci de texture moyenne de 12,5 cm de diamètre dans un bécher en verre de 400 ml. Transférer le résidu sur le filtre à l'aide d'un courant de solution de sulfate de sodium (4.3) chaud. Laver le résidu au moins 10 fois avec de petites portions de la solution de lavage (4.3) en gardant un volume total inférieur à 200 ml. Jeter le papier filtre et le résidu.

Ajouter au filtrat 18 ml d'acide sulfurique (4.5), agiter vigoureusement et refroidir (voir note 2). Ajouter, goutte à goutte, de la solution de permanganate de potassium (4.6) jusqu'à ce que la couleur rose persiste pendant au moins 2 min (voir note 1).

Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir note 3). On obtient ainsi la solution d'essai.

NOTES

1 Une durée de 30 min est le minimum nécessaire pour l'ébullition. Une ébullition insuffisante peut entraîner un résidu de peroxyde non décomposé nécessitant l'ajout d'une quantité excessive de permanganate de potassium (> 1 ml) à un stade ultérieur de l'analyse. S'il se

forme un précipité brun, répéter les opérations de fusion et d'ébullition et augmenter le temps d'ébullition.

2 Si l'on sait que la teneur en chrome est supérieure à 0,05 % (*m/m*), ajouter 1 ml de la solution de sulfite de sodium (4.4) (pour réduire la couleur jaune éventuelle due au chrome) et ajouter de la solution, goutte à goutte, jusqu'à disparition de la couleur jaune.

3 Une petite quantité de précipité blanc peut se former au repos. Ce précipité est sans danger et peut être négligé.

7.5.3 Dosage spectrophotométrique

Transférer à la pipette 25,00 ml de la solution d'essai dans une ampoule à décanter préparée (5.5). Ajouter, goutte à goutte, de la solution de permanganate de potassium (4.6) jusqu'à ce que la couleur rose persiste pendant au moins 5 min. Effectuer à la suite, sur chaque solution, les opérations suivantes :

- ajouter 10 ml de la solution de BPHA (4.7);
- immédiatement après, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique refroidi (4.9);
- extraire immédiatement pendant 30 s vigoureusement.

Laisser les phases se séparer pendant au moins 10 min. Verser la phase inférieure dans une fiole jaugée sèche de 25 ml. Ajouter 10 ml de chloroforme lavé (4.8) dans l'ampoule à décanter et extraire pendant encore 30 s. Laisser les phases se séparer pendant au moins 10 min, puis combiner la phase inférieure avec le premier extrait. Compléter au volume avec le chloroforme lavé et homogénéiser. Mesurer dans un délai de 24 h, au moyen du spectrophotomètre (5.6), l'absorbance de la solution d'essai par rapport au chloroforme lavé dans des cuves de 10 mm de parcours optique (5.7) à 530 nm et soustraire la valeur obtenue pour la solution d'essai à blanc (7.3).

7.6 Préparation de la courbe d'étalonnage

Prélever à la pipette des parties aliquotes de 0 ml, 5,00 ml, 10,00 ml, 15,00 ml et 20,00 ml de la solution étalon de vanadium (4.11) et les verser dans des fioles jaugées de 100 ml. Pour les teneurs en vanadium inférieures à 0,05 % (*m/m*), utiliser des parties aliquotes de 0 ml, 1,00 ml, 2,00 ml, 5,00 ml et 10,00 ml. Ajouter 50 ml de la solution matrice (4.12), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Prélever de la même façon que pour la partie aliquote d'essai prescrite en 7.5.3 des parties aliquotes de 25,00 ml de ces solutions. Porter sur un diagramme l'absorbance de chaque solution d'étalonnage en fonction de la masse respective, en microgrammes, de pentoxyde de vanadium contenu dans les parties aliquotes. [Les parties aliquotes de 25 ml prélevées des dilutions des parties aliquotes de 5 ml, 10 ml, 15 ml et 20 ml de la solution étalon de vanadium (4.11) correspondent respectivement à 100 µg, 200 µg, 300 µg et 400 µg de pentoxyde de vanadium.]

NOTE — L'information suivante est valable à titre indicatif pour le bon fonctionnement de la méthode :

La solution d'étalonnage contenant 400 µg de V₂O₅, mesurée à 530 nm sur un parcours optique de 10 mm et corrigée pour tenir compte de la valeur à blanc de la solution d'étalonnage zéro, donne une absorbance de 0,830.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en pentoxyde de vanadium

La teneur en vanadium, exprimée en pourcentage en masse de pentoxyde de vanadium dans l'échantillon pour essai, est donnée par la formule

$$\frac{m_2}{m_1} \times \frac{250}{25} \times 10^{-4}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2);

m_2 est la masse, en microgrammes, de pentoxyde de vanadium contenu dans la partie aliquote de la solution d'essai (7.5.3), déterminée au moyen de la courbe d'étalonnage (7.6).

8.2 Traitement général des résultats

8.2.1 Fidélité

Un circuit interlaboratoires, auquel ont participé 10 laboratoires, a été effectué pour tester cette méthode sur cinq niveaux de teneurs en vanadium, chaque laboratoire effectuant deux dosages à chaque niveau.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement suivant l'ISO 5725 et les données correspondantes sont présentées dans le tableau 1.

Les données obtenues montrent une relation linéaire entre la teneur en vanadium, la répétabilité (r) et la reproductibilité (R) des résultats d'essai comme l'indique en résumé le tableau 1. Les données statistiques obtenues sur l'échantillon étalon NIST n'ont pas été utilisées dans l'analyse de régression.

Une présentation graphique des données de fidélité figure dans l'annexe B.

8.2.2 Acceptation des résultats d'analyse (voir annexe A)

Les valeurs analytiques de l'échantillon pour essai sont acceptées quand la valeur analytique obtenue sur le matériau de référence certifié correspondant est conforme à la valeur certifiée dans les limites indiquées pour R dans le tableau 1, et lorsque la différence entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon pour essai ne dépasse pas r , cette valeur étant calculée pour la valeur appropriée de r donnée dans le tableau 1. Lorsque la différence dépasse la valeur de r , un ou plusieurs essais supplémentaires doivent être effectués en accord avec l'annexe A, simultanément avec un essai à blanc correspondant et une analyse d'un matériau de référence certifié.

Lorsque la valeur analytique obtenue pour le matériau de référence certifié sort des limites de la valeur donnée pour R dans le tableau 1, une analyse supplémentaire doit être effectuée simultanément sur un échantillon pour essai et sur un matériau de référence certifié, avec un essai à blanc. La valeur analytique obtenue pour le matériau de référence certifié doit servir de base à l'acceptation de la valeur obtenue pour l'échantillon pour essai comme ci-dessus. Si la valeur obtenue pour le matériau de référence certifié est à nouveau en dehors des limites, le mode opératoire doit être répété sur un matériau de référence différent, du même type de minerai, jusqu'à ce que l'on obtienne deux valeurs acceptables pour l'échantillon d'essai.

8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables calculées à la quatrième décimale et arrondies à la deuxième décimale, de la manière suivante :

a) si le troisième chiffre après la virgule est inférieur à 5, l'éliminer et conserver inchangé le deuxième chiffre après la virgule;

b) si le troisième chiffre après la virgule est égal à 5 et que le quatrième chiffre après la virgule est différent de 0, ou si le troisième chiffre après la virgule est supérieur à 5, augmenter d'une unité le deuxième chiffre après la virgule;

c) si le troisième chiffre après la virgule est égal à 5 et qu'il n'y a pas d'autre chiffre que 0 comme quatrième chiffre, éliminer le 5 et conserver le troisième 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.

Tableau 1 — Données de fidélité des dosages du vanadium

Échantillon	Type de minerai	Teneur moyenne en V_2O_5	Valeurs en pourcentage en masse	
			Répétabilité r	Reproductibilité R
MT/12/3	Gibbsite/Bœhmite/Hématite	0,024	0,003 1	0,006 1
MT/12/12	Diaspore [21,7 % (m/m) de Fe_2O_3 ; 4,0 % (m/m) de SiO_2]	0,053	0,003 7	0,006 6
NIST 696 [*])	Gibbsite	0,069	0,003 8	0,010 1
MT/12/14	Bœhmite/Kaolinite/Gibbsite [0,6 % (m/m) de Cr]	0,095	0,003 7	0,010 7
MT/12/15	Gibbsite [19,5 % (m/m) de Fe_2O_3]	0,284	0,013 8	0,020 4

^{*}) Valeur certifiée : 0,072 % (m/m) \pm 0,006 % (m/m)

9 Rapport d'essai

Le rapport 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 prescrite dans la présente Norme internationale susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats obtenus soit sur l'échantillon pour essai, soit sur le(s) matériau(x) de référence certifié(s).

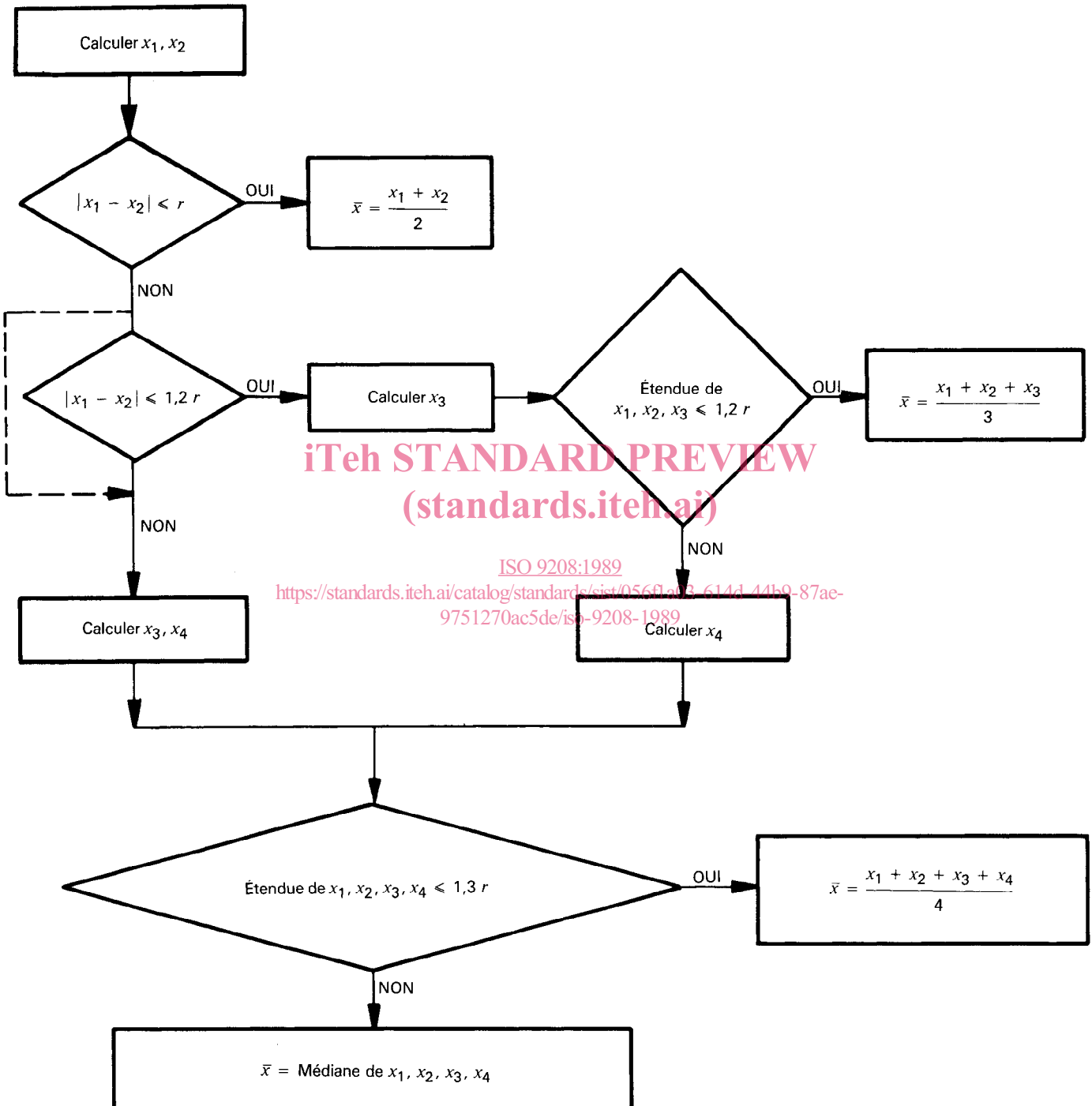
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9208:1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/056f1a03-614d-44b9-87ac-9751270ac5de/iso-9208-1989)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/056f1a03-614d-44b9-87ac-9751270ac5de/iso-9208-1989>

Annexe A
(normative)

Organigramme de procédure pour l'acceptation des résultats d'analyse



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9208:1989
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/056f1a3-614d-44b9-87ac-9751270ac5de/iso-9208-1989>

r : défini en 8.2.1

Annexe B (informative)

Représentation graphique des données de fidélité

Coefficients (i) $r = A + Bx$

où

r = répétabilité

$A = 0,001\ 2$

$B = 0,006\ 1$

x = % (m/m) de V_2O_5

Coefficient de régression = 0,978 1

(ii) $R = A + Bx$

où

R = reproductibilité

$A = 0,004\ 5$

$B = 0,056\ 3$

x = % (m/m) de V_2O_5

Coefficient de régression = 0,994 0

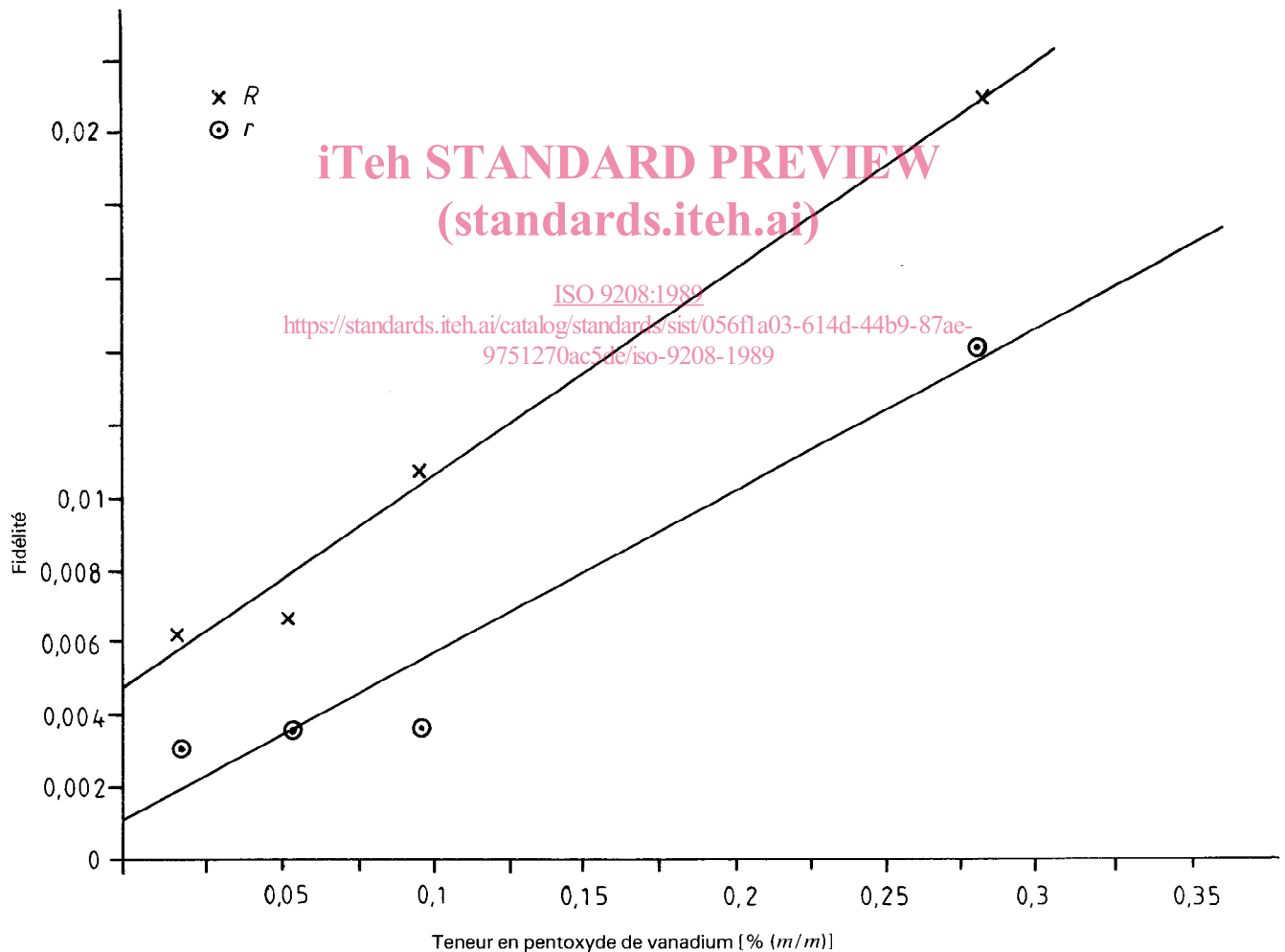


Figure B.1 — Rapport entre la teneur en pentoxyde de vanadium et la répétabilité (r) et la reproductibilité (R)