

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
9508

Première édition  
1990-03-01

---

---

**Minerais de fer — Dosage du fer total —  
Méthode titrimétrique par réduction à l'argent**

*Iron ores — Determination of total iron content — Silver reduction titrimetric method*  
**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 9508:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f4abc7b-6002-40f1-b211-accfcf2d6504/iso-9508-1990>



Numéro de référence  
ISO 9508 : 1990 (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.

(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 9508 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*.

[ISO 9508:1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f4abc7b-6002-40f1-b211-acc6f2d16504/iso-9508-1990)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f4abc7b-6002-40f1-b211-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f4abc7b-6002-40f1-b211-acc6f2d16504/iso-9508-1990)

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

© ISO 1990

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 de fer — Dosage du fer total — Méthode titrimétrique par réduction à l'argent

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode, exempte de pollution par le mercure, de dosage du fer total dans les minerais de fer par réduction à l'argent et titrage du dichromate de potassium.

Cette méthode est applicable aux minerais de fer naturels, concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés, dont les teneurs en fer sont comprises entre 30 % (m/m) et 72 % (m/m) et ne renfermant pas plus de 0,1 % (m/m) de cuivre. Les teneurs en vanadium normalement présentes dans les minerais de fer sont sans effet.

## 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 385-1: 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648: 1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042: 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 2596: 1984, *Minerais de fer — Détermination de l'humidité hygroscopique dans les échantillons pour analyse — Méthodes gravimétrique et de Karl Fischer.*

ISO 3081: 1986, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle.*

ISO 3082: 1987, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements et préparation des échantillons — Méthode mécanique.*

ISO 3083: 1986, *Minerais de fer — Préparation des échantillons — Méthode manuelle.*

ISO 7764: 1985, *Minerais de fer — Préparation des échantillons préséchés pour analyse chimique.*

## 3 Principe

### 3.1 Attaque par fusion

Fusion de la prise d'essai avec du peroxyde de sodium et extraction à l'eau. Dissolution dans l'acide chlorhydrique et passage de la solution sur un réducteur à l'argent. Addition d'un mélange des acides orthophosphorique-sulfurique et de diphénylamine sulfonate comme indicateur et détermination du fer total par titrage avec une solution étalon de dichromate de potassium.

### 3.2 Attaque acide

Traitement de la prise d'essai à l'acide chlorhydrique. Filtration et calcination du résidu suivies par un traitement aux acides fluorhydrique et sulfurique, et fusion avec du pyrosulfate de potassium. Dissolution du culot de fusion dans l'acide chlorhydrique, précipitation du fer à l'ammoniaque et redissolution du précipité dans de l'acide chlorhydrique. Combinaison de cette solution avec la solution principale et passage de cette solution sur un réducteur à l'argent. Addition d'un mélange des acides orthophosphorique-sulfurique et de diphénylamine sulfonate comme indicateur et détermination du fer total par titrage avec une solution étalon de dichromate de potassium.

## 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 Peroxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ).

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

### 4.2 Poudre d'argent, 300 $\mu\text{m}$ conviennent.

### 4.3 Barreaux de zinc, d'environ 8 mm de diamètre et de 15 cm de longueur.

### 4.4 Pyrosulfate de potassium ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ), poudre fine.

### 4.5 Acide chlorhydrique, $\rho$ 1,16 g/ml à 1,19 g/ml.

### 4.6 Acide chlorhydrique, $\rho$ 1,16 g/ml à 1,19 g/ml, dilué 1 + 2.

**4.7 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 g/ml à 1,19 g/ml, dilué 1 + 11.

**4.8 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 g/ml à 1,19 g/ml, dilué 1 + 50.

**4.9 Acide nitrique**,  $\rho$  1,4 g/ml.

**4.10 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml.

**4.11 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml, dilué 1 + 1.

**4.12 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml, dilué 1 + 99.

**4.13 Acide orthophosphorique**,  $\rho$  1,7 g/ml.

**4.14 Acide fluorhydrique**, solution à 40 % (m/m),  $\rho$  1,13 g/ml ou 48 % (m/m) ( $\rho$  1,19 g/ml).

**4.15 Ammoniaque**,  $\rho$  0,90 g/ml.

**4.16 Mélange acide orthophosphorique-acide sulfurique**.

À environ 600 ml d'eau ajouter, avec précaution et en agitant, 150 ml d'acide sulfurique (4.10) et 150 ml d'acide orthophosphorique (4.13). Refroidir la solution et diluer à 1 litre avec de l'eau.

**4.17 Fer**, solution étalon à 0,1 mol/l.

Transférer 5,58 g de fer pu dans une fiole conique de 500 ml et disposer un petit entonnoir dans le col. Ajouter 75 ml d'acide chlorhydrique (4.5) par petits incréments et chauffer jusqu'à dissolution. Refroidir et oxyder avec 5 ml de peroxyde d'hydrogène (4.15) ajoutés par petites portions. Porter à ébullition et faire bouillir pour décomposer l'excès de peroxyde d'hydrogène et pour chasser le chlore.

Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au trait repère. 1,00 ml de cette solution équivaut à 1,00 ml de la solution étalon de dichromate de potassium.

**4.18 Dichromate de potassium** (pureté 99,9 % minimum), solution étalon à 0,016 67 mol/l.

Peser avec précision 4,904 g de  $K_2Cr_2O_7$  (préalablement broyés dans un mortier en agate et séchés durant 2 h de 140 °C à 150 °C) dans un bécher de 250 ml. Dissoudre dans de l'eau et transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau, après refroidissement à 20 °C, et homogénéiser.

#### NOTES

1 La fiole jaugée doit être étalonnée au préalable par pesée de l'eau qu'elle contient et conversion de cette masse en volume.

2 Noter sur le flacon de stockage la température à laquelle cette solution a été réalisée (20 °C).

**4.19 Diphénylamine sulfonate de sodium**, solution d'indicateur à 0,2 g/100 ml.

Dissoudre 0,2 g de diphénylamine sulfonate de sodium ( $C_6H_5NHC_6H_4SO_3NA$ ) dans un faible volume d'eau et diluer à 100 ml.

Conserver dans une bouteille en verre brun.

## 5 Appareillage

NOTE — Les pipettes et fioles jaugées spécifiées doivent être en conformité avec l'ISO 648 et l'ISO 1042.

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Creuset**, en zirconium métal ou carbone vitreux, capacité 50 ml.

**5.2 Burette**, classe A, conforme à l'ISO 385-1.

**5.3 Réducteur à l'argent**.

**5.3.1 Préparation de la colonne**.

NOTE — Veiller à ce que la colonne ne se dessèche pas. Toujours maintenir environ 1 cm d'acide chlorhydrique au-dessus de la poudre d'argent.

**5.3.1.1 Emploi de poudre d'argent disponible dans le commerce**

Utiliser une colonne de verre (diamètre 2 cm et longueur 25 cm) équipée d'un robinet et d'un réservoir (capacité 100 ml environ, diamètre 4 cm et longueur 9 cm). Placer très légèrement de la laine de verre au-dessus du robinet. Remplir la colonne avec de l'acide chlorhydrique (4.7). Disposer environ 125 g de la poudre d'argent (4.2) dans un bécher de 150 ml. Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.7) et transférer la poudre d'argent dans la colonne au moyen d'acide chlorhydrique (4.7) en évitant d'entraîner des bulles d'air. Passer environ 100 ml d'acide chlorhydrique (4.7) au travers de la colonne. Disposer de la laine de verre très légèrement au-dessus de la poudre d'argent. Le réducteur à l'argent est alors prêt.

NOTE — La hauteur d'argent dans la colonne est de l'ordre de 17 cm, et elle est suffisante pour au moins 18 échantillons avant régénération. Le débit est de 30 ml/min à 40 ml/min.

**5.3.1.2 Emploi d'argent précipité**

Dissoudre 100 g de nitrate d'argent avec 400 ml d'eau dans un bécher de 600 ml. Ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.9). Introduire en croix, dans la solution, deux barreaux de zinc métallique (4.3) et laisser reposer durant 4 h ou jusqu'au lendemain. Laver soigneusement l'argent précipité par décantation en utilisant de l'acide sulfurique (4.12). Une colonne en verre (diamètre 2 cm, longueur 25 cm) dotée d'un robinet et d'un réservoir (capacité environ 100 ml, diamètre 4 cm, longueur 9 cm) est utilisée. Disposer légèrement de la laine de verre au-dessus du robinet. Transférer l'argent précipité et lavé dans la colonne au moyen d'acide sulfurique (4.12) en évitant d'entraîner des bulles d'air.

Laver la colonne à plusieurs reprises avec de l'acide chlorhydrique (4.7) avec un débit de 30 ml/min à 35 ml/min (150 ml suffisent et la longueur de la colonne d'argent est de 17 cm environ). Disposer très légèrement de la laine de verre au-dessus de la poudre d'argent. Le réducteur est alors prêt.

### 5.3.2 Régénération

Par suite du passage de fer(III), l'argent dans le réducteur devient sombre tout en haut de la colonne, formant un anneau grisâtre tendant à se déplacer vers le bas. Lorsque cet anneau s'étend d'environ 10 cm vers le bas, la colonne doit être régénérée comme suit :

- Faire écouler la solution en laissant environ 1 cm au sommet, laver avec 150 ml d'acide sulfurique (4.12) et, une fois de plus, laisser le niveau de l'acide sulfurique (4.12) à environ 1 cm au-dessus de l'argent.
- Disposer doucement deux barreaux de zinc (4.3) en contact avec l'argent dans la colonne.

#### NOTE 1

Le passage de 50 ml d'acide sulfurique (4.12) dans la colonne accélère la régénération.

- Laisser reposer une nuit, puis retirer les barreaux de zinc.

#### NOTE 2

Si le débit est faible, retirer l'argent et la laine de verre de la colonne et la reconstituer comme sous 5.3.1.1. S'assurer que la nouvelle laine de verre est disposée très légèrement pour restaurer un débit de 30 ml/min à 35 ml/min.

- laver la colonne plusieurs fois en y passant environ 150 ml d'acide chlorhydrique (4.7) à un débit de 30 ml/min à 35 ml/min. La colonne est alors prête pour être réutilisée.

#### NOTE 3

La régénération peut être effectuée en vidant le contenu dans un bécher, en y disposant les barreaux de zinc (4.3) et en reconstituant la colonne comme sous 5.3.1.1.

### 5.4 Creuset en platine.

Les creusets en platine doivent être nettoyés avant usage pour éviter la pollution par le fer.

**5.5 Spatule de pesée**, en un matériau non magnétique ou en acier inoxydable démagnétisé.

## 6 Échantillonnage et échantillons

### 6.1 Échantillon pour laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire d'une granulométrie inférieure à 100 µm prélevé en accord avec l'ISO 3081 ou l'ISO 3082 et préparé en accord avec l'ISO 3082 ou l'ISO 3083. Dans le cas de minerais renfermant des teneurs significatives d'eau de constitution ou de composés oxydables, utiliser une granulométrie de 160 µm.

#### NOTES

- Des informations quant aux teneurs significatives en eau de constitution et composés oxydables sont incorporées dans l'ISO 7764.
- Si le dosage du fer total fait partie d'un essai de réductibilité, préparer l'échantillon de laboratoire en broyant et pulvérisant à moins de 100 µm la totalité de l'une des prises d'essai de réductibilité mises en réserve pour l'analyse. Dans le cas de minerais à teneurs significatives en eau de constitution et en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 µm.

## 6.2 Préparation des échantillons pour analyse

Selon le type de minerai, procéder en accord avec 6.2.1 ou 6.2.2.

### 6.2.1 Minerais renfermant des teneurs significatives en eau de constitution ou de composés oxydables

Préparer un échantillon pour essai équilibré à l'air en accord avec l'ISO 2596 dans le cas des types de minerais suivants :

- minerais traités renfermant du fer métallique;
- minerais naturels ou traités pour lesquels la teneur en soufre dépasse 0,2 % (m/m);
- minerais naturels ou traités renfermant plus de 2,5 % (m/m) d'eau de constitution.

### 6.2.2 Minerais non concernés par 6.2.1

Préparer un échantillon préséché pour analyse comme suit.

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire et, en prélevant des incréments multiples, constituer un échantillon pour analyse, de telle manière qu'il soit représentatif de l'ensemble du contenu du conteneur. Sécher l'échantillon pour analyse à 105 °C ± 2 °C comme spécifié dans l'ISO 7764 (ceci constitue l'échantillon préséché pour analyse).

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Nombre de déterminations

Effectuer l'analyse au moins en double, en accord avec l'annexe A, indépendamment, à partir d'un échantillon pour analyse (6.2).

NOTE — L'expression «indépendamment» signifie que le second et tout résultat ultérieur n'est pas affecté par le(s) précédent(s). Pour la présente méthode d'analyse, cette condition implique que la répétition du mode opératoire doit être effectuée soit par le même opérateur à des moments différents soit par un autre opérateur, en incluant dans chaque cas un réétalonnage approprié.

### 7.2 Essai à blanc et essai de contrôle

Au cours de chaque série d'analyses, un essai à blanc et une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai doivent être effectués en parallèle avec l'analyse de l'(des) échantillon(s) et dans les mêmes conditions. Un échantillon pour analyse du matériau de référence certifié doit être préparé de manière appropriée au type de minerai concerné (voir 6.2). (Voir note 1 ci-dessous.)

Lorsque l'analyse porte simultanément sur plusieurs échantillons, la valeur du blanc peut être représentée par un seul essai, à condition que le mode opératoire soit le même et que les réactifs mis en œuvre proviennent des mêmes bouteilles.

Lorsque l'analyse porte simultanément sur plusieurs échantillons du même type de minerai, la valeur analytique d'un seul matériau de référence certifié peut être utilisée.

#### NOTES

- Le matériau de référence certifié doit être du même type que l'échantillon à analyser et les propriétés des deux matériaux doivent être assez similaires pour assurer qu'en aucun cas une modification significative dans le mode opératoire analytique n'est nécessaire.

2 Le matériau de référence certifié ne sert qu'à valider les performances du mode opératoire et en aucun cas pour étalonner la solution de dichromate de potassium.

### 7.3 Détermination de la teneur en humidité

Lorsque le minerai est conforme aux spécifications de 6.2.1, déterminer l'humidité en accord avec l'ISO 2596, en prélevant simultanément la prise d'essai (7.4) pour le dosage du fer.

### 7.4 Prise d'essai

En prélevant plusieurs incréments, à l'aide d'une spatule non magnétique (5.5), peser à 0,000 2 g près, environ 0,3 g de l'échantillon pour analyse (6.2).

NOTE — Lorsque des échantillons préséchés pour analyse sont utilisés, la prise d'essai doit être prélevée et pesée rapidement, le jour où le préséchage a été effectué, pour éviter toute réabsorption d'humidité.

### 7.5 Dosage

#### 7.5.1 Attaques

##### 7.5.1.1 Attaque par fusion

Transférer 2 g de peroxyde de sodium (4.1) dans un creuset sec en zirconium ou carbone vitreux (5.1). Y ajouter la prise d'essai (7.4) et mélanger le contenu avec une spatule sèche en acier inoxydable.

Fondre sur bec Meker à température réduite, en agitant le creuset, jusqu'à ce que la masse fondue soit portée au rouge cerise et claire. Retirer le creuset de la flamme et agiter jusqu'à solidification du culot de fusion sur les parois du creuset.

NOTE — Si des projections sont observées en début de fusion, reprendre l'essai en plaçant le creuset durant 10 min à 15 min dans un four à moufle à 500 °C avant la fusion.

Laisser refroidir le creuset à l'air durant 1 min à 2 min et le déposer dans un bécher sec de 250 ml. Ajouter environ 10 ml d'eau dans le creuset et couvrir le bécher avec un verre de montre. Après cessation de l'effervescence, vider le contenu du creuset dans le bécher et laver le creuset avec 15 ml à 20 ml d'eau. Par l'intermédiaire du creuset, introduire 10 ml d'acide chlorhydrique (4.5) dans le bécher et rincer le creuset avec de l'eau. Faire bouillir la solution dans le bécher durant 3 min à 4 min. Laver les parois du bécher et le verre de montre avec de l'eau et poursuivre l'ébullition durant 30 s environ. Laisser refroidir, diluer la solution à 60 ml environ avec de l'eau et poursuivre le mode opératoire comme indiqué en 7.5.2.

##### 7.5.1.2 Attaque acide

Disposer la prise d'essai pesée (7.4) dans un bécher de 250 ml, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.5), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer la solution doucement, sans faire bouillir, pour décomposer le minerai.

Laver le verre de montre avec un jet d'eau et diluer à 50 ml avec de l'eau chaude. Filtrer le résidu insoluble sur un filtre serré en papier. Laver le résidu avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.8) jusqu'à ne plus observer la teinte jaune du chlorure de fer(III), puis laver six à huit fois avec de l'eau chaude. Rassembler le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 400 ml.

Placer le papier filtre avec son résidu dans un creuset de platine, sécher et calciner à 750 °C à 800 °C. Laisser refroidir le creuset, humidifier le résidu avec de l'acide sulfurique (4.11), ajouter environ 5 ml d'acide fluorhydrique (4.14) et chauffer doucement pour chasser la silice et l'acide sulfurique. Au creuset froid, ajouter 2 g de pyrosulfate de potassium (4.4), chauffer tout d'abord doucement puis plus fort jusqu'à obtention d'une masse fondue claire. Laisser refroidir, disposer le creuset dans un bécher de 250 ml, ajouter 25 ml d'eau et environ 5 ml d'acide chlorhydrique (4.5), puis chauffer pour dissoudre le culot de fusion. Retirer et laver le creuset.

Amener la solution à légère alcalinité avec de l'ammoniaque (4.15). Chauffer pour coaguler le précipité, filtrer sur filtre rapide et laver celui-ci plusieurs fois avec de l'eau chaude. Rejeter le filtre.

Placer le bécher contenant la solution principale sous l'entonnoir et dissoudre le précipité sur le filtre en y versant 10 ml d'acide chlorhydrique chaud (4.6). Laver le filtre, tout d'abord six à huit fois avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.8), puis à deux reprises avec de l'eau chaude. Diluer à 240 ml environ avec de l'eau et poursuivre comme précisé en 7.5.2.

#### 7.5.2 Réduction du fer

Disposer sous le réducteur à l'argent un bécher de 600 ml, contenant 10,00 ml de solution de dichromate de potassium (4.16), 25 ml du mélange d'acides (4.16) et 25 ml d'eau. Passer la solution sur le réducteur à l'argent à un débit de 35 ml/min en conservant un niveau de l'ordre de 1 cm au-dessus de l'argent. Rincer le réservoir et la colonne 2 à 3 fois avec de l'acide chlorhydrique (4.7) et faire écouler ces eaux de lavage. Passer finalement 150 ml d'acide chlorhydrique (4.7) à un débit de 35 ml/min pour éluer complètement le fer réduit du réducteur à l'argent, en laissant 1 cm d'acide au-dessus de l'argent.

NOTE — Veiller à ce que la colonne ne vienne pas à se dessécher.

#### 7.5.3 Titrage

Dans le bécher de 600 ml renfermant le fer réduit ajouter 5 à 6 gouttes de solution indicatrice de diphénylamine sulfonate de sodium (4.19). Titrer immédiatement avec la solution étalon de dichromate de potassium (4.18) jusqu'à une teinte de virage pourpre et stable. Le virage peut être discerné à 0,02 ml près. Inclure dans le titre les 10,00 ml ajoutés en 7.5.2.

NOTE — Noter la température ambiante de la solution de dichromate de potassium. Si elle diffère de plus de 1 °C de la température à laquelle elle a été préparée (20 °C), procéder à la correction volumétrique appropriée: 0,02 % relatif par 1 °C de différence. (Par exemple, le titre doit être diminué lorsque la température ambiante durant le titrage est plus élevée que celle durant la préparation de la solution volumétrique étalon.) Il est essentiel de corriger la différence de température si elle existe.

#### 7.5.4 Essai à blanc

Déterminer la valeur de l'essai à blanc (7.2) en utilisant les mêmes quantités de réactifs et en procédant à toutes les étapes du mode opératoire. Immédiatement avant la réduction (7.5.2) ajouter, au moyen d'une pipette à un trait, 1,00 ml de la solution étalon de fer (4.17) et titrer la solution comme décrit en 7.5.3. Noter le volume ( $V_0$ ) de ce titrage. La valeur de l'essai à blanc de ce titrage ( $V_2$ ) est calculée selon:  $V_2 = V_0 - 1,00$ .

NOTES

1 En l'absence de fer, le diphénylamine sulfonate de sodium indicateur ne réagit pas avec la solution de dichromate de potassium. Aussi l'addition d'une solution de fer(III) est nécessaire pour initier la réponse de l'indicateur dans la solution de blanc, donc pour permettre une correction appropriée du blanc en termes de son équivalent en millilitres de la solution de dichromate de potassium.

2 La pipette de 1 ml doit avoir été étalonnée au préalable par pesée de l'eau qu'elle contient et conversion de cette masse en volume.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en fer total

La teneur en fer total, en pourcentage de masse, est calculée suivant l'équation :

$$w_{Fe} = \frac{V_1 - V_2}{m} \times 0,005\,584\,7 \times 100 \times K \quad \dots (1)$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution étalon de dichromate de potassium (4.18) utilisé pour le titrage de l'échantillon pour analyse;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution étalon de dichromate de potassium (4.18) utilisé pour le titrage de l'essai à blanc, corrigé par rapport au fer ajouté sous 7.5.4;

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

0,005 584 7 est un multiple de la masse atomique du fer;

$K$  est égal à 1,00 pour les échantillons préséchés pour analyse (6.2.2) et, pour les échantillons pour analyse équilibrés à l'air (6.2.1), est le facteur de conversion résultant de l'équation

$$K = \frac{100}{100 - A} \quad \dots (2)$$

où  $A$  désigne la teneur en humidité, en pourcentage en masse, déterminée en accord avec l'ISO 2596.

8.2 Exploitation générale des résultats

8.2.1 Répétabilité et tolérance admissible

La fidélité de la présente méthode analytique est exprimée dans le tableau 1<sup>1)</sup>.

Tableau 1 – Fidélité

	Décomposition acide	Décomposition par fusion
$r$	0,209	0,216
$P$	0,282	0,325
$\sigma_r$	0,074	0,076
$\sigma_L$	0,085	0,105

$r$  est la tolérance admissible intralaboratoire (répétabilité);  
 $P$  est la tolérance admissible interlaboratoire;  
 $\sigma_r$  est l'écart-type intralaboratoire;  
 $\sigma_L$  est l'écart-type interlaboratoire.

8.2.2 Acceptation des résultats d'analyse

Le résultat obtenu sur le matériau de référence certifié (7.2) doit être tel que la différence entre ce résultat et la valeur certifiée du matériau de référence soit statistiquement non significative. Pour un matériau de référence certifié, analysé par au moins 10 laboratoires utilisant une ou plusieurs méthodes comparables à la présente méthode du point de vue de la précision et de la fidélité, on peut se servir de la formule suivante pour vérifier la signification de cette différence :

$$|A_c - A| < 2 \sqrt{\frac{s_{Lc}^2 + \frac{s_{Wc}^2}{n_{Wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots (3)$$

$A_c$  est la valeur certifiée;

$A$  est le résultat ou la moyenne des résultats obtenus pour le matériau de référence;

$s_{Lc}$  est l'écart-type interlaboratoire des laboratoires de certification;

$s_{Wc}$  est l'écart-type intralaboratoire des laboratoires de certification;

$n_{Wc}$  est le nombre moyen de dosages, répétés dans les laboratoires de certification;

$N_c$  est le nombre de laboratoires de certification;

$n$  est le nombre de dosages répétés sur l'échantillon de référence (dans la plupart des cas  $n = 1$ );

$\sigma_L$  et  $\sigma_r$  sont tels que définis en 8.2.1.

1) Des informations supplémentaires sont données dans l'annexe B.

Si la condition (3) est satisfaite, c'est-à-dire si le membre gauche de la formule est inférieur ou égal au membre droit, la différence  $|A_c - A|$  est statistiquement non significative. Dans le cas contraire, elle est significative.

Lorsque la différence est significative, l'analyse doit être répétée simultanément avec celle de l'échantillon pour analyse. Si la différence est encore significative, la procédure doit être reprise en utilisant un autre matériau de référence certifié du même type de minerai.

Lorsque l'étendue des valeurs pour l'échantillon d'analyse est en dehors de la limite pour  $r$ , dans le tableau 1, une analyse doit être effectuée en accord avec l'organigramme présenté dans l'annexe A, simultanément avec une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai de fer.

Dans chaque cas, l'acceptabilité des résultats obtenus sur l'échantillon pour analyse est subordonnée à l'acceptabilité des résultats obtenus sur le matériau de référence certifié.

NOTE — La procédure suivante doit être utilisée lorsque les informations relatives au matériau de référence certifié sont incomplètes :

- a) si suffisamment de données sont disponibles pour pouvoir estimer l'écart-type interlaboratoire, supprimer l'expression  $s_{Wc}^2/n_{Wc}$  et considérer  $s_{Lc}$  comme l'écart-type des moyennes des laboratoires.
- b) Si la certification n'a été effectuée que par un seul laboratoire ou si les résultats interlaboratoires font défaut, il est recommandé que ce matériau ne soit pas utilisé dans l'application de la norme. Dans le cas où cet emploi est inévitable, utiliser la formule.

$$|A_c - A| < 2 \sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots (4)$$

### 8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables de l'échantillon pour analyse ou déterminées par ailleurs selon les opérations spécifiées dans l'annexe A, calculée à quatre décimales près et arrondie à deux décimales 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 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 qu'il n'y a pas d'autre chiffre que 0 à la quatrième décimale, 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; il est majoré d'une unité s'il s'agit de 1, 3, 5, 7 ou 9.

## 8.3 Facteurs des oxydes

$$w_{Fe_2O_3} = 1,430 w_{Fe}$$

$$w_{FeO} = 1,286 w_{Fe}$$

$$w_{Fe_3O_4} = 1,382 w_{Fe}$$

## 9 Rapport d'essai

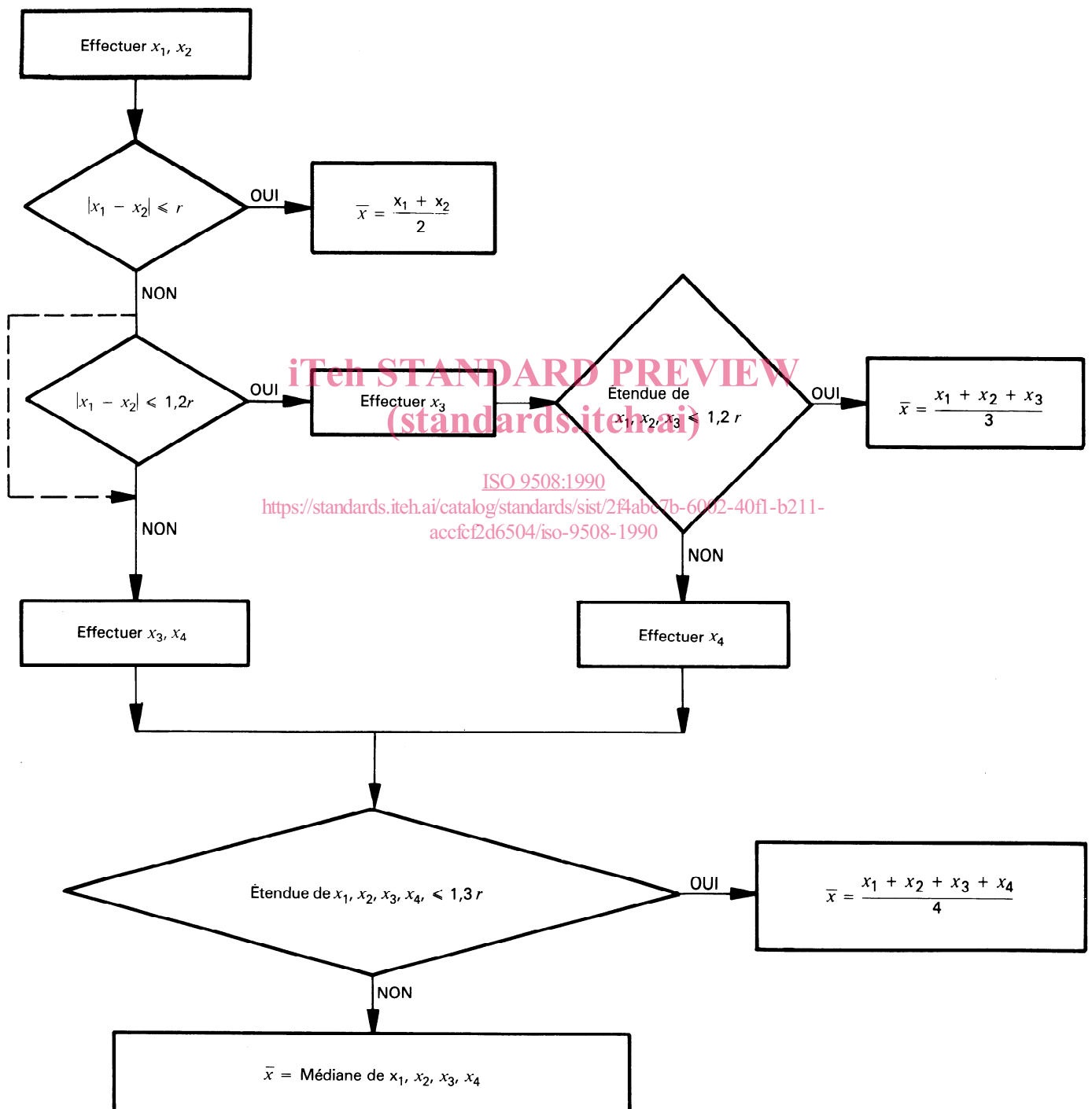
Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) nom et adresse du laboratoire d'essais;
- b) date de publication du rapport d'essai;
- c) référence à la présente Norme internationale;
- d) détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- e) résultat de l'analyse;
- f) numéro de référence du résultat;
- g) 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, qu'il s'agisse de l'échantillon d'essai ou du (des) matériau(x) de référence certifié(s).



## Annexe A (normative)

### Organigramme de procédure pour l'acceptation des valeurs analytiques obtenues avec des échantillons pour analyse



$r$  est tel qu'indiqué dans le tableau 1.