
**Minerais alumineux — Dosage du fer —
Méthode de réduction au trichlorure de titane**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Aluminium ores — Determination of total iron content — Titanium
trichloride reduction method*

ISO 10213:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9aadf059-32e1-4571-bf3e-c413941ba083/iso-10213-1991>



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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10213 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 129, *Minerais alumineux*, sous-comité **SSC02.3: Méthodes d'analyse**.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9aadf059-32e1-4571-b3e-c413941ba083/iso-10213-1991>

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

© ISO 1991

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 fer — Méthode de réduction au trichlorure de titane

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique sans pollution par le mercure pour le dosage du fer total dans les minerais alumineux. Elle utilise comme produit de titrage du dichromate de potassium, après réduction du fer trivalent par du chlorure d'étain(II) et du chlorure de titane(III). L'excès de réducteur est ensuite oxydé par l'acide perchlorique.

La méthode est applicable aux minerais contenant entre 2 % (m/m) et 50 % (m/m) d'oxyde de fer (Fe_2O_3).

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 6140:1991, *Minerais alumineux — Préparation des échantillons.*

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

ISO 8685:—¹⁾, *Minerais alumineux — Procédés d'échantillonnage.*

3 Principe

Décomposition de la prise d'essai par frittage avec du peroxyde de sodium, suivie d'une fusion brève. Mise en solution du mélange fondu dans de l'eau et de l'acide chlorhydrique. Réduction de la majeure partie du fer(III) par le chlorure d'étain(II) et réduction du reste par du chlorure de titane(III). Oxydation du réducteur en excès par de l'acide perchlorique dilué. Titrage du fer réduit par une solution de dichromate de potassium avec du diphényl-aminesulfonate de sodium comme indicateur.

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, poudre sèche.

AVERTISSEMENT — 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 Acide chlorhydrique, 1,16 g/ml $\leq \rho_{20} < 1,19$ g/ml.

4.3 Acide chlorhydrique, 1,16 g/ml $\leq \rho_{20} < 1,19$ g/ml, dilué 1 + 10.

4.4 Acide perchlorique, à 72 % (m/m) ($\rho_{20} = 1,67$ g/ml), dilué 1 + 1.

4.5 Mélanges d'acides sulfurique et phosphorique.

Verser 150 ml d'acide phosphorique ($\rho_{20} = 1,70$ g/ml) dans environ 400 ml d'eau en agi-

1) À publier.

tant; ajouter 150 ml d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$). Refroidir au bain-marie et diluer à 1 litre avec de l'eau.

4.6 Permanganate de potassium, solution à 25 g/l.

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

Mettre en solution 100 g de cristaux de chlorure d'étain(II) dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 200 ml d'acide chlorhydrique (4.2) en chauffant au bain-marie. Refroidir la solution et diluer à 1 litre avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun avec une petite quantité de granulés d'étain métallique.

4.8 Chlorure de titane(III), solution à 15 g/l.

Diluer 1 volume de solution de chlorure de titane(III) (environ 15 % TiCl_3) avec 9 volumes d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 ou mettre en solution 1 g de mousse de titane dans environ 30 ml d'acide chlorhydrique (4.2) dans un bûcher couvert en chauffant au bain-marie. Refroidir la solution et diluer à 250 ml avec de l'eau.

À préparer extemporanément.

4.9 Fer, solution étalon à 0,1 mol/l.

Transférer 5,585 g de fer pur dans une fiole conique et placer dans le col un petit entonnoir filtrant. Ajouter, par petites quantités, 75 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 et chauffer jusqu'à mise en solution. Refroidir et oxyder par 5 ml de solution de peroxyde d'hydrogène à 3 % (*m/m*) ajoutés par petites portions. Chauffer jusqu'à ébullition et laisser bouillir pour décomposer le peroxyde d'hydrogène en excès et éliminer le chlore. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.3) et compléter au volume avec de l'eau.

1,00 ml de cette solution étalon équivaut à 1,00 ml de la solution titrée de dichromate de potassium (4.10).

4.10 Dichromate de potassium, solution titrée, $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1/60 \text{ mol/l}$.

Réduire en poudre dans un mortier en agate environ 6 g de dichromate de potassium. Sécher pendant 2 h à une température de 140 °C à 150 °C et laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Mettre en solution 4,9035 g de ce produit sec dans de l'eau, refroidir à 20 °C et transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml (5.3). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.11 Diphénylaminésulfonate de sodium, solution d'indicateur.

Mettre en solution dans de l'eau 0,2 g de réactif ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$) et diluer à 100 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset, en zirconium métallique ou en carbone vitreux, de 25 ml à 30 ml de capacité.

5.2 Burette, de classe A.

5.3 Fioles jaugées à un trait, de 1 000 ml de capacité.

5.4 Four à moufle, pouvant fonctionner entre 500 °C et 800 °C.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillonnage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9aadf059-32e1-4571-bf3e-c413941ba087/iso-10213-1991>

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 l'ISO 6140 et l'ISO 8685.

6.2 Préparation de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai doit être préparé par dessiccation à l'étuve conformément aux indications de l'ISO 8558. (Il s'agit de l'échantillon préséché pour essai.)

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de dosages

Effectuer l'analyse au moins en double, indépendamment, sur le même échantillon pour essai (6.2).

NOTE 1 L'expression «indépendamment» implique que le deuxième résultat et les résultats suivants éventuels ne sont pas affectés par le ou les résultats antérieurs. Dans cette méthode analytique particulière, cette condition implique la répétition du mode opératoire à un autre moment par le même opérateur, ou par un opérateur différent, avec dans les deux cas un nouvel étalonnage approprié.

7.2 Prise d'essai

À partir de plusieurs prélèvements élémentaires, constituer un échantillon pour essai (6.2) de 0,4 g, pesé à 0,2 mg près.

NOTE 2 Lorsqu'on utilise des échantillons préséchés, il faut prélever la prise d'essai et la peser immédiatement le jour du préséchage pour éviter qu'elle ne réabsorbe de l'humidité.

7.3 Essai à blanc

Effectuer un essai avec les mêmes quantités de chaque réactif et le même mode opératoire que pour le dosage réel mais en omettant la prise d'essai.

Lorsque l'analyse porte sur plusieurs échantillons à la fois, la valeur à blanc peut être représentée 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 du même type de minerai doit être effectuée, parallèlement à l'analyse de l'échantillon ou des échantillons de minerai et dans les mêmes conditions.

Lorsque l'analyse porte sur plusieurs échantillons du même type de minerai en même temps, on peut se servir de la valeur analytique d'un matériau de référence certifié.

NOTES

3 Le matériau de référence certifié doit être du même type que l'échantillon à analyser. Il ne peut toutefois être considéré du même type si les propriétés de l'échantillon à analyser diffèrent tellement de celles du matériau de référence certifié qu'il faut changer substantiellement le mode opératoire d'analyse.

4 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 (5.1), ajouter $5\text{g} \pm 0,1\text{g}$ de peroxyde de sodium (4.1) et mélanger à l'aide d'une spatule en nickel. Placer le creuset et son contenu dans le four à moufle (5.4) 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 faire fondre le produit fritté (environ 30 s). Continuer à

chauffer le culot de fusion en brassant pendant une durée totale de 2 min.

Laisser refroidir le creuset à température ambiante (on peut accélérer le processus en utilisant un bloc métallique) et placer le creuset sur le côté dans un bécher de 400 ml. Ajouter avec soin 50 ml d'eau et couvrir immédiatement le bécher avec un verre de montre.

Lorsque la réaction cesse, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et chauffer jusqu'à ce que l'effervescence causée par la décomposition du peroxyde cesse. Enlever le creuset et bien le rincer à l'eau en ajoutant les eaux de rinçage à la solution. Maintenir le volume de solution dans le bécher en dessous de 100 ml.

7.5.2 Oxydation de la solution de chlorure de titane(III) en excès par l'acide perchlorique

À la solution obtenue en 7.5.1, ajouter 3 à 5 gouttes de la solution de permanganate de potassium (4.6) et chauffer la solution juste en dessous de son point d'ébullition. Maintenir à cette température pendant 5 min pour oxyder l'arsenic ou les matières organiques éventuelles. Laver le couvercle et l'intérieur du bécher avec une petite quantité d'acide chlorhydrique chaud (4.3). Ajouter immédiatement et, goutte à goutte, la solution de chlorure d'étain(II) (4.7) en agitant jusqu'à ce qu'il ne persiste plus qu'une légère couleur jaune.

NOTE 5 Il est essentiel qu'une certaine quantité de fer(III) ne soit pas réduite. Si par inadvertance tout le fer était réduit, il faudrait en réoxyder une petite quantité avec une goutte de la solution de permanganate de potassium (4.6).

Réduire le fer(III) restant par addition, goutte à goutte, de la solution de chlorure de titane(III) (4.8) jusqu'à ce que la couleur jaune disparaisse, puis ajouter encore 3 à 5 gouttes. Laver l'intérieur du bécher avec un peu d'eau et chauffer jusqu'à début d'ébullition. Éloigner de la source de chaleur et ajouter en une seule fois 5 ml d'acide perchlorique (4.4). Bien mélanger en agitant pendant environ 5 s. Diluer immédiatement à 200 ml avec de l'eau froide (moins de 10 °C). Refroidir rapidement à moins de 15 °C et suivre le mode opératoire prescrit en 7.5.3.

7.5.3 Titrage

À la solution froide obtenue en 7.5.2, ajouter 30 ml de mélange d'acides sulfurique et phosphorique (4.5) et titrer par la solution titrée de dichromate de potassium (4.10) contenue dans la burette (5.2) avec 5 gouttes de la solution de diphényl-aminesulfonate de sodium (4.11) comme indicateur.

Le point de fin de titrage correspond à la transformation de la couleur verte de la solution en un

vert-bleu, la dernière goutte de produit de titrage conférant à la solution une couleur violette.

7.5.4 Essai à blanc

Déterminer la valeur à blanc (7.3) avec les mêmes quantités de tous les réactifs et en suivant toutes les étapes du mode opératoire. Immédiatement avant la réduction (7.5.2) par la solution de chlorure d'étain(II) (4.7), ajouter 1,0 ml de la solution étalon de fer (4.9) et titrer la solution de la manière indiquée en 7.5.3. Enregistrer le volume de titrage comme étant V_0 . Calculer la valeur à blanc du titrage, V_2 , comme suit:

$$V_2 = V_0 - 1,00$$

NOTE 6 En l'absence de fer, l'indicateur au dyphénylaminosulfonate de sodium ne réagit pas avec la solution de dichromate de potassium. L'addition de solution de fer(III) est donc nécessaire pour donner une réponse de l'indicateur dans l'essai à blanc et permettre ainsi une correction convenable du blanc en termes d'équivalent en millilitres de solution titrée de dichromate de potassium.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en fer total

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

$$\frac{V_1 - V_2}{m} \times 0,007\,985 \times 100$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de dichromate de potassium (4.10) utilisé pour le titrage de l'échantillon pour analyse;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de dichromate de potassium utilisé pour le titrage de l'essai à blanc, corrigé pour tenir compte du fer ajouté en 7.5.4;

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

0,007 985 est un sous-multiple de la masse moléculaire relative de l'oxyde de fer(III).

8.2 Traitement général des résultats

8.2.1 Fidélité

Un circuit d'analyse a été organisé sur la base de cette méthode par huit laboratoires à cinq niveaux de teneur en fer, chaque laboratoire effectuant quatre dosages à chaque niveau.

Les résultats obtenus ont été traités par voie statistique conformément à l'ISO 5725 et les données résultantes sont présentées dans le tableau 1.

Les données obtenues montrent un rapport logarithmique entre la teneur en fer, la répétabilité (r) et la reproductibilité (R) des résultats d'essai comme l'indique en résumé le tableau 1.

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

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

La valeur analytique de l'échantillon pour essai doit être acceptée lorsque la valeur analytique obtenue sur le matériau de référence certifié correspondant concorde avec la valeur certifiée dans la limite de la valeur de R indiquée dans le tableau 1, et lorsque la différence entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon pour essai ne dépasse pas la valeur de r , calculée en fonction de 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 conformément à l'annexe A, simultanément avec un essai à blanc correspondant, et une analyse d'un matériau de référence certifié.

Si la valeur analytique obtenue sur le matériau de référence certifié sort des limites de la valeur indiquée pour R dans le tableau 1, une analyse supplémentaire doit être effectuée simultanément sur un échantillon pour essai et un matériau de référence certifié, avec un essai à blanc. La valeur analytique obtenue pour le matériau de référence certifié doit être prise en compte pour 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 pour essai.

Tableau 1 — Données sur la fidélité du dosage du fer

Valeurs en pourcentage en masse

Échantillon	Type de mineral	Teneur moyenne en Fe ₂ O ₃	Répétabilité <i>r</i>	Reproductibilité <i>R</i>
MT/12/15	—	1,778	0,119 6	0,571 8
MT/12/3	Gibbsite, bœhmite, hématite	5,637	0,171 8	0,459 6
MT/12/4	Gibbsite, bœhmite, hématite	12,893	0,337 3	0,666 8
MT/12/13	Bœhmite, hématite, chamosite	26,64	0,361 7	0,725 6
MT/12/2	Gibbsite, hématite, goethite	43,44	0,363 1	0,650 9

8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables de l'échantillon pour essai ou déterminées par ailleurs suivant les indications de l'annexe A. Le résultat final doit être calculé à la quatrième décimale et arrondi à la deuxième décimale, de la manière suivante:

- si le troisième chiffre après la virgule est inférieur à 5, l'éliminer et conserver inchangé le deuxième chiffre après la virgule;
- si le troisième chiffre après la virgule est égal à 5 et que le quatrième chiffre 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;
- si le troisième chiffre après la virgule est égal à 5 et que le quatrième est un 0, éliminer le 5 et conserver inchangé le deuxième chiffre après la

virgule 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.

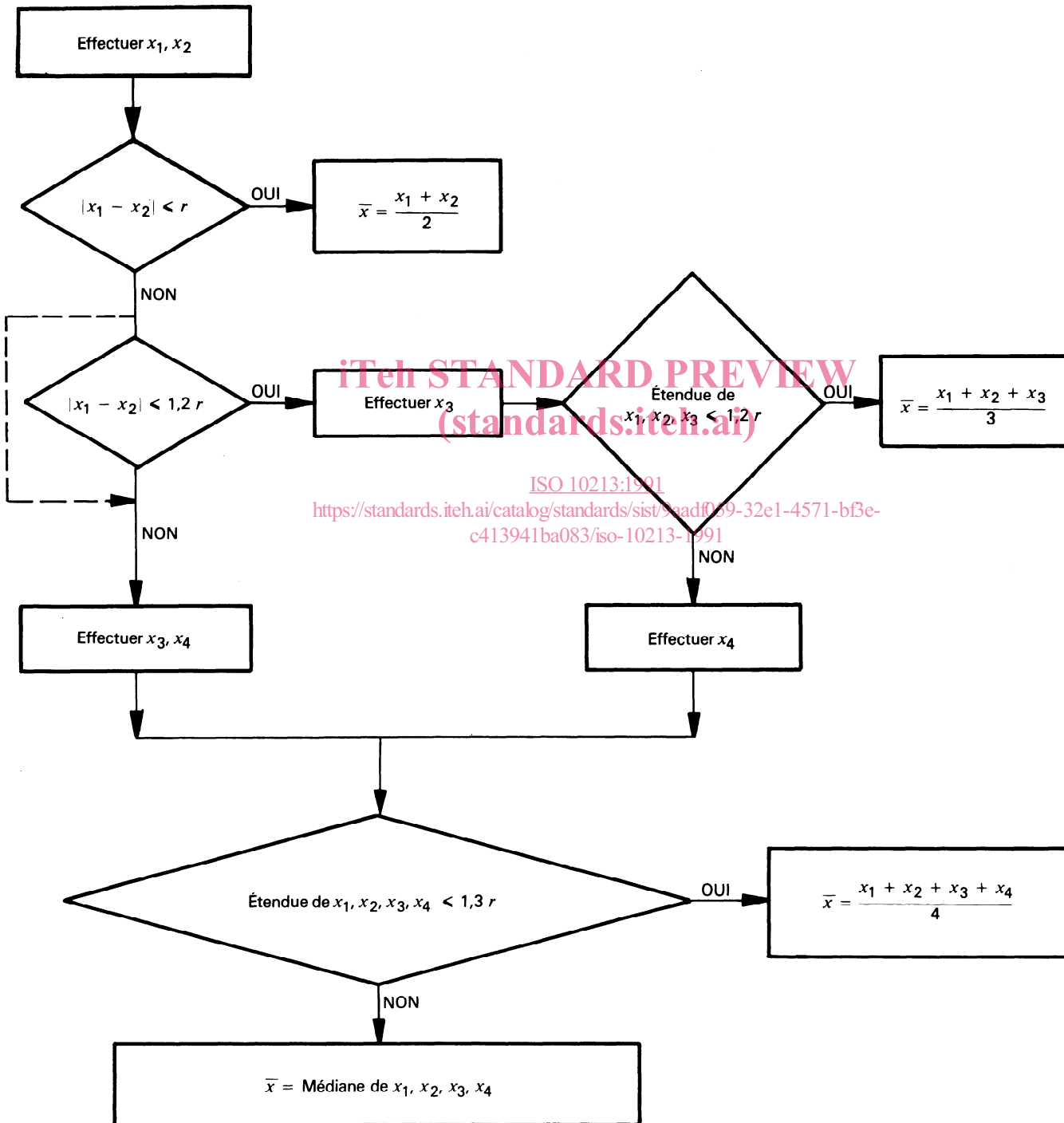
9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- la référence à la présente Norme internationale (y compris la référence de la méthode utilisée);
- le résultat de l'analyse;
- le numéro de référence du résultat;
- toute observation faite pendant le dosage et toute opération non prescrite dans la présente Norme internationale susceptible d'avoir eu une influence sur le résultat, aussi bien pour l'échantillon pour essai que pour le(s) matériau(x) de référence certifié(s).

Annexe A
(normative)

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



ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10213:1991
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9aadf059-32e1-4571-bf3e-c413941ba083/iso-10213-1991>

r : défini en 8.2.1

Annexe B
(informative)

Représentation graphique des données de fidélité

Coefficients (i)

$$r = A + B(\ln x)$$

où

 $r =$ répétabilité $A = 0,064\ 4$ $B = 0,086\ 6$ $x =$ % (m/m) de Fe₂O₃

Coefficient de régression = 0,948 3

(ii)

$$R = A + B(\ln x)$$

où

 $R =$ reproductibilité $A = 0,490\ 3$ $B = 0,052\ 3$ $x =$ % (m/m) de Fe₂O₃

Coefficient de régression = 0,647 1

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10213:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9aadf059-32e1-4571-bf3e-c413941ba083/iso-10213-1991>