

---

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 2597



---

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

---

## Minerais de fer — Dosage du fer total — Méthode volumétrique

Première édition — 1973-05-15

102

---

CDU 553.31 : 545.2 : 546.72

Réf. N° : ISO 2597-1973 (F)

Descripteurs : minerai métallifère, minerai de fer, analyse chimique, dosage, fer, analyse volumétrique.

Prix basé sur 6 pages

## AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. 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.

La Norme Internationale ISO 2597 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, et soumise aux Comités Membres en février 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Italie	Suède
Allemagne	Japon	Tchécoslovaquie
Australie	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Canada	Pays-Bas	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.R.S.S.
Espagne	Portugal	U.S.A.
Inde	Roumanie	
Irlande	Royaume-Uni	

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Belgique  
France

# Minerais de fer — Dosage du fer total — Méthode volumétrique

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie deux méthodes volumétriques pour le dosage du fer total dans les minerais de fer, en utilisant le dichromate de potassium après réduction du fer trivalent par le chlorure stanneux (méthode 1) ou le sulfure d'hydrogène (méthode 2).

Les deux méthodes sont applicables aux minerais de fer naturels, concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés. Lorsque le minerai de fer est inconnu, il est recommandé de doser le fer par les deux méthodes, afin de vérifier que la méthode de réduction au chlorure stanneux est satisfaisante.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO 2596, *Minerais de fer — Détermination de l'humidité des échantillons pour analyse.*

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

ISO 3082, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode mécanique.*<sup>1)</sup>

ISO 3083, *Minerais de fer — Préparation des échantillons.*

## 3 PRINCIPE

### 3.1 Méthode 1 : Réduction par le chlorure stanneux

Mise en solution de la prise d'essai :

a) *pour échantillons ne contenant pas plus de 0,1 % de vanadium, 0,1 % de molybdène ou 2 % de cuivre* : en solution par l'acide chlorhydrique, le résidu étant filtré, calciné, traité par les acides fluorhydrique et sulfurique et fondu avec du carbonate de sodium. Dissolution de la masse fondue dans l'acide chlorhydrique, précipitation du fer par la solution d'ammoniaque, re-dissolution du précipité dans l'acide chlorhydrique, et addition de cette solution à la solution principale.

b) *pour échantillons contenant plus de 0,1 % de vanadium* : par fusion avec un mélange alcalin, la masse fondue étant reprise à l'eau et filtrée et le filtrat rejeté. Dissolution du résidu dans l'acide chlorhydrique.

Réduction du fer trivalent dans la solution, en utilisant du chlorure stanneux. Oxydation de l'excès de réducteur par du chlorure mercurique.

Titration du fer réduit avec une solution titrée de dichromate de potassium, en présence de diphénylamine sulfonate de sodium comme indicateur.

### 3.2 Méthode 2 — Réduction par le sulfure d'hydrogène

Mise en solution de la prise d'essai par l'acide chlorhydrique, le résidu étant filtré, calciné et traité par les acides sulfurique et fluorhydrique pour éliminer le dioxyde de silicium, et le résidu fondu avec du carbonate de sodium. Dissolution de la masse fondue dans la solution principale, addition d'acide sulfurique et évaporation pour éliminer tous les chlorures. Dissolution des sulfates dans l'eau.

Après ajustement de l'acidité, réduction du fer trivalent par passage d'un rapide courant de sulfure d'hydrogène à travers la solution. Ébullition pour éliminer l'excès de sulfure d'hydrogène. Après refroidissement, titration du fer réduit avec du dichromate de potassium, en présence de diphénylamine sulfonate de sodium comme indicateur.

## 4 RÉACTIFS

De l'eau distillée ou désionisée doit être utilisée pour la préparation des réactifs et dans toutes les analyses chimiques. À défaut d'indications contraires, tous les réactifs doivent être de qualité pure pour analyse.

	Méthode
4.1 Acide chlorhydrique ( $d = 1,19$ ).	1 et 2
4.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.	1
4.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 2.	1
4.4 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 10.	1
4.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 50.	1 et 2
4.6 Acide sulfurique ( $d = 1,84$ ).	

1) En préparation.

	Méthode		Méthode
4.7 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.	1 et 2		
4.8 Acide sulfurique, dilué 1 + 19.			
4.9 Acide phosphorique ( $d = 1,70$ ).			
4.10 Acide fluorhydrique, 40 % ( $d = 1,13$ ).	1 et 2		
4.11 Acide sulfurique et acide phosphorique, mélange.	1 et 2		
Verser, en agitant, 150 ml d'acide sulfurique (4.6) dans environ 300 ml d'eau, refroidir dans un bain d'eau, ajouter 150 ml d'acide phosphorique (4.9) et diluer à 1 l avec de l'eau.			
4.12 Ammoniaque, solution ( $d = 0,90$ ).	1		
4.13 Chlorure stanneux, solution 100 g/l.	1		
Introduire 200 ml d'acide chlorhydrique (4.1) dans un bécher de 1 l et ajouter 100 g de chlorure stanneux en cristaux ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) par petites quantités, tout en chauffant la solution au bain-marie.			
Refroidir la solution et diluer à 1 l avec de l'eau.			
Cette solution doit être conservée dans un flacon de verre brun avec une petite quantité de mousse ou de grenaille d'étain.			
4.14 Sulfure d'hydrogène	2		
Le sulfure d'hydrogène peut provenir d'une bouteille. En variante, on peut utiliser l'appareil de Kipp (voir Note 9.1).			
4.15 Acide sulfurique et sulfure d'hydrogène, solution de lavage.			
À 900 ml d'eau, ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.6). Diluer à 1 l et faire passer un courant rapide de sulfure d'hydrogène gazeux dans la solution pendant au moins 10 min.		2	
4.16 Chlorure mercurique ( $\text{HgCl}_2$ ), solution 50 g/l.	1		
4.17 Permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ), solution 30 g/l.	1		
4.18 Dichromate de potassium, solution titrée, 0,1 N.	1 et 2		
Pulvériser environ 6 g de dichromate de potassium, réactif-étalon (voir Note 9.2), dans un mortier d'agate, sécher à l'air à une température de 105 à 110 °C pendant 3 à 4 h, et refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Dissoudre dans de			
		l'eau 4,904 g de ce dichromate de potassium pulvérisé et séché, et diluer la solution à 1 000 ml exactement avec de l'eau.	
		4.19 Diphénylamine sulfonate de sodium, solution.	1 et 2
		Dissoudre 0,2 g de diphénylamine sulfonate de sodium en poudre ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$ ) dans un petit volume d'eau et diluer à 100 ml avec de l'eau.	
		Conserver la solution dans un flacon en verre brun.	
		4.20 Sulfate <sup>double</sup> d'ammonium et de fer <sup>(II) hexahydrate</sup> ferreux, solution 0,1 N environ.	1 et 2
		Dissoudre 40 g de sulfate d'ammonium et de fer ferreux [ $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ] dans de l'acide sulfurique (4.8)	
		Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l et diluer au volume avec le même acide. Étalonner par rapport à la solution de dichromate de potassium titré (4.18), en présence de diphénylamine sulfonate comme indicateur (voir 7.3.4).	
		4.21 Carbonate de sodium.	1 et 2
		4.22 Peroxyde de sodium.	1
		4.23 Hydroxyde de sodium, solution 20 g/l.	1
<b>5 APPAREILLAGE</b>			
Matériel courant de laboratoire.			
<b>6 ÉCHANTILLONNAGE ET PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON</b>			
Utiliser un échantillon séché à l'air, d'une granulométrie inférieure à 160 $\mu\text{m}$ , prélevé conformément à l'ISO 3081 ou l'ISO 3082, et préparé conformément à l'ISO 3083.			
<b>7 MODE OPÉRAIRE</b>			
<b>7.1 Nombre d'analyses, détermination de l'humidité et utilisation de l'échantillon-type et de l'essai à blanc</b>			
L'analyse doit être effectuée en général en double, indépendamment (voir Note 9.3), sur un échantillon de minéral.			
Simultanément à l'analyse, deux prises d'essai de 10 g doivent être prélevées pour déterminer l'humidité de l'échantillon, conformément à l'ISO 2596.			

À chaque fois, l'analyse d'un échantillon-type du même type de minerai (voir Note 9.4) ou, à défaut, d'un échantillon d'oxyde ferrique chimiquement pur, et un essai à blanc doivent être effectués dans les mêmes conditions parallèlement à l'analyse d'un échantillon de minerai.

Lorsque l'analyse est effectuée simultanément sur plusieurs échantillons, la valeur de l'essai à blanc peut être représentée par un essai, à condition que le mode opératoire soit le même et que les réactifs utilisés proviennent des mêmes flacons de réactifs.

Lorsque l'analyse est effectuée simultanément sur plusieurs échantillons du même type de minerai, le résultat analytique d'un échantillon-type peut être utilisé.

## 7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, environ 0,40 g de l'échantillon pour essai.

## 7.3 Dosage — Méthode 1 : Réduction par le chlorure stanneux

### 7.3.1 Mise en solution de la prise d'essai

#### 7.3.1.1 POUR ÉCHANTILLONS NE CONTENANT PAS PLUS DE 0,1 % DE VANADIUM, 0,1 % DE MOLYBDÈNE ET 2 % DE CUIVRE

Introduire la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 300 ml, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.1), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer la solution doucement sans la porter à ébullition, afin de mettre en solution le minerai (voir Notes 9.5, 9.6 et 9.7). Laver le verre de montre avec un jet de pissette et diluer la solution jusqu'à environ 50 ml avec de l'eau chaude. Filtrer le résidu insoluble sur un papier filtre à texture serrée et laver avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.5) jusqu'à disparition de la coloration jaune du chlorure ferrique. Le laver ensuite six à huit fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 600 ml et concentrer en chauffant. (Solution principale.)

Introduire le papier filtre et le résidu dans un creuset en platine, sécher, carboniser le papier et finalement calciner à une température comprise entre 750 et 800 °C. Laisser refroidir le creuset. Humecter le résidu dans le creuset avec de l'acide sulfurique (4.7), ajouter environ 5 ml d'acide fluorhydrique (4.10), et chauffer doucement pour éliminer le dioxyde de silicium et l'acide sulfurique.

Ajouter 2 g de carbonate de sodium (4.21) dans le creuset froid, chauffer d'abord doucement puis plus fortement, jusqu'à obtention d'une masse fondue claire. Laisser refroidir, introduire le creuset en platine dans un bécher de 300 ml, ajouter environ 100 ml d'eau chaude et environ 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1) puis chauffer doucement pour dissoudre le produit fondu. Rincer et retirer le creuset en platine.

Rendre la solution faiblement alcaline par addition de la solution d'ammoniaque (4.12), faire bouillir la solution pendant quelques minutes puis retirer de la source de chaleur.

Lorsque le précipité s'est déposé, recueillir le précipité d'hydroxyde de fer sur un papier filtre à filtration rapide et le laver six à huit fois avec de l'eau chaude. Rejeter le filtrat et les eaux de lavage.

Introduire le bécher contenant la solution principale sous l'entonnoir et dissoudre le précipité sur le filtre en versant 10 ml d'acide chlorhydrique très chaud (4.3); laver le filtre tout d'abord six à huit fois avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.5), et ensuite deux fois de l'eau très chaude, et continuer le mode opératoire comme indiqué en 7.3.2.

#### 7.3.1.2 POUR ÉCHANTILLONS CONTENANT PLUS DE 0,1 % DE VANADIUM

Introduire la prise d'essai (7.2) dans un creuset en alumine, ajouter environ 4 g de mélange fondant [mélange 1 + 2 de carbonate de sodium (4.21) et de peroxyde de sodium (4.22)], bien mélanger et chauffer jusqu'à fusion. Laisser refroidir la masse fondue, introduire le creuset dans un bécher de 300 ml, ajouter environ 100 ml d'eau chaude et faire bouillir pendant quelques minutes pour reprendre la masse fondue. Enlever le creuset, le laver avec de l'eau chaude et le conserver. Refroidir la solution et la filtrer à travers un papier filtre à texture serrée. Laver le filtre six à huit fois avec une solution d'hydroxyde de sodium (4.23) et rejeter le filtrat et les eaux de lavage.

Introduire le précipité sur le filtre dans le bécher initial en lavant avec de l'eau, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1), et chauffer le mélange pour dissoudre le précipité. Dissoudre le précipité restant dans le creuset d'alumine avec de l'acide chlorhydrique très chaud (4.2) et laver le creuset avec de l'eau très chaude. Le filtre doit être lavé trois fois avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.3), plusieurs fois avec de l'acide chlorhydrique très chaud (4.5) et enfin avec de l'eau chaude jusqu'à ce que les eaux de lavage ne soient plus acides. Réunir la solution et les eaux de lavage dans un bécher de 500 ml, évaporer cette solution à environ 30 ml et continuer le mode opératoire comme indiqué en 7.3.2.

### 7.3.2 Réduction

Chauffer la solution contenant maintenant tout le fer, sans porter à ébullition, puis ajouter 3 à 5 gouttes de solution de permanganate de potassium (4.17). Maintenir à cette température pendant 5 min pour oxyder l'arsenic et les matières organiques éventuellement présentes, et évaporer jusqu'à environ 30 ml. Laver le couvercle et les parois intérieures du bécher avec une petite quantité d'acide chlorhydrique très chaud (4.4). Ajouter immédiatement, goutte à goutte, de la solution de chlorure stanneux (4.13), en agitant le liquide dans le bécher. Lorsque la coloration jaune du chlorure ferrique a disparu, ajouter une goutte supplémentaire de la solution de chlorure stanneux et refroidir la solution dans de l'eau plus froide. Ajouter immédiatement 8 ml de solution de chlorure mercurique (4.16), mélanger doucement et laisser reposer la solution pendant 5 min.

### 7.3.3 Titration

Diluer la solution à environ 300 ml avec de l'eau froide, ajouter 30 ml du mélange d'acide phosphorique et d'acide sulfurique (4.11) et titrer avec la solution titrée de

dichromate de potassium (4.18) en utilisant 5 gouttes de solution de diphénylamine sulfonate de sodium (4.19) comme indicateur. Le titrage est terminé lorsque la coloration verte de la solution devient vert-bleuâtre et que la dernière goutte de la liqueur titrante communique une coloration violette.

#### 7.3.4 Essai à blanc

Déterminer la valeur de l'essai à blanc du réactif parallèlement au dosage en utilisant la même quantité de tous les réactifs et en suivant tous les stades du mode opératoire. Immédiatement avant le titrage avec la solution de dichromate de potassium (4.18), ajouter 1,0 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer ferreux (4.20) (voir Note 9.8) et apporter la correction appropriée.

### 7.4 Dosage — Méthode 2: Réduction par le sulfure d'hydrogène

#### 7.4.1 Mise en solution de la prise d'essai

Introduire la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 300 ml, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.1), couvrir le bécher avec un verre de montre, et chauffer la solution doucement sans la porter à ébullition pour mettre le minerai en solution (voir Notes 9.5 et 9.7).

Laver le verre de montre du bécher avec un jet de pissette et diluer à environ 50 ml avec de l'eau tiède. Filtrer le résidu insoluble à travers un papier filtre à texture serrée. Laver le résidu avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.5), jusqu'à disparition de la coloration jaune du chlorure ferrique. Laver ensuite six à huit fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 600 ml (solution principale).

Introduire le papier filtre et le résidu dans un creuset en platine, sécher et calciner à une température comprise entre 750 et 800 °C. Laisser refroidir le creuset, humecter le résidu avec de l'acide sulfurique (4.7), ajouter environ 5 ml d'acide fluorhydrique (4.10) et chauffer doucement pour éliminer le dioxyde de silicium et l'acide sulfurique. Ajouter au creuset refroidi 2 g de carbonate de sodium (4.21), chauffer tout d'abord doucement, puis plus fortement, jusqu'à obtention d'une masse fondue claire. Laisser refroidir, introduire le creuset dans un bécher de 250 ml, ajouter environ 25 ml d'eau et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et chauffer pour dissoudre le mélange. Retirer et laver le creuset, puis ajouter cette solution à la solution principale.

#### 7.4.2 Réduction

Ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.7) à la solution principale et évaporer jusqu'à formation d'abondantes fumées d'anhydride sulfurique (voir Note 9.9). Diluer à environ 350 ml, et chauffer jusqu'à obtention d'une solution claire. Faire passer le sulfure d'hydrogène (4.14) à travers la solution chaude pendant 15 min à un débit d'environ 1 l/min. Laisser digérer à environ 60 °C pendant 15 min supplémentaires, filtrer à travers un petit papier filtre dans une fiole conique de 1 l et laver quinze fois avec

la solution de lavage à l'acide sulfurique et au sulfure d'hydrogène (4.15). Ajouter au filtrat 10 ml d'acide sulfurique (4.7) et faire bouillir jusqu'à élimination du sulfure d'hydrogène (voir Note 9.10), et ensuite pendant 10 min supplémentaires. Refroidir à la température ambiante.

#### 7.4.3 Titrage

Diluer à environ 300 ml avec de l'eau, ajouter 30 ml du mélange d'acide phosphorique et d'acide sulfurique (4.11) et titrer cette solution avec la solution titrée de dichromate de potassium (4.18) en présence de 5 gouttes de diphénylamine sulfonate de sodium (4.19) comme indicateur. Le titrage est terminé lorsque la coloration verte de la solution devient vert-bleuâtre et que la dernière goutte de la liqueur titrante communique une coloration violette.

#### 7.4.4 Essai à blanc

Déterminer la valeur de l'essai à blanc des réactifs parallèlement au dosage en utilisant la même quantité de tous les réactifs et en suivant tous les stades du mode opératoire. Immédiatement avant le titrage avec la solution de dichromate de potassium (4.18), ajouter 1,0 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer ferreux (4.20) (voir Note 9.8), et apporter la correction appropriée.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 Calcul de la teneur en fer

La teneur en fer total, en pourcentage en masse, est calculée à l'aide de la formule

$$\text{Fe \% (m/m)} = \frac{V_1 - V_2}{m} \times 0,005\,584\,7 \times 100 \times K$$

où

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

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de dichromate de potassium (4.18) utilisée pour le titrage dans l'essai à blanc;

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

$K$  est le facteur de conversion obtenu par la formule

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

où  $A$  est l'humidité, en pourcentage en masse.

### 8.2 Exploitation générale des résultats analytiques

#### 8.2.1 Valeur de l'essai à blanc

Les résultats analytiques obtenus doivent d'abord être corrigés avec la valeur de l'essai à blanc, puis la teneur en fer obtenue pour chaque analyse doit être calculée comme spécifié en 8.1.



Les résultats analytiques (teneur en fer) doivent être calculés en pourcentage en masse et notés avec trois décimales, les chiffres suivant la troisième décimale étant systématiquement rejetés.

### 8.2.2 Adoption des résultats analytiques

Le résultat analytique pour l'échantillon doit être accepté lorsque la valeur obtenue pour l'échantillon-type correspondant (ou l'oxyde ferrique pur) est conforme à la valeur certifiée, dans les limites de tolérance admissible pour un échantillon-type (ou l'oxyde ferrique pur), et qu'en outre, la différence entre les deux valeurs trouvées pour l'échantillon pour analyse ne dépasse pas la tolérance admissible spécifiée dans le Tableau du paragraphe 8.3.

Lorsque la valeur obtenue pour l'échantillon-type (ou l'oxyde ferrique pur) est en dehors de la limite de tolérance admissible (voir tableau, deuxième colonne), une analyse simultanée doit être effectuée sur un échantillon pour analyse et un échantillon-type du même type de minerai (ou d'oxyde ferrique pur) avec un essai à blanc. Les deux valeurs trouvées pour l'échantillon-type doivent être examinées, en vue d'être adoptées, de la même manière que ci-dessus. Le mode opératoire doit être répété jusqu'à obtention de valeurs acceptables.

Lorsque l'étendue (différence absolue) des deux valeurs obtenues pour l'échantillon pour analyse est en dehors de la limite de tolérance admissible (voir tableau, troisième colonne), une analyse simultanée doit être conduite sur un ou deux échantillons pour analyse et un échantillon-type du même type de minerai (ou d'oxyde ferrique pur), avec un essai à blanc, et ce mode opératoire doit être répété indépendamment jusqu'à obtention de deux valeurs acceptables, dont l'étendue est dans la limite de tolérance admissible.

### 8.2.3 Calcul du résultat final

La moyenne arithmétique des valeurs acceptables obtenues pour l'échantillon pour analyse est adoptée comme résultat final. La moyenne arithmétique des résultats analytiques acceptables est calculée à la troisième décimale et arrondie à la deuxième décimale, comme indiqué ci-dessous :

- 1) lorsque le chiffre de la troisième décimale est inférieur à 5, il est rejeté et le chiffre de la deuxième décimale reste inchangé;
- 2) lorsque le chiffre de la troisième décimale est 5 et qu'il y a des chiffres autres que 0 aux décimales inférieures, ou s'il est supérieur à 5, le chiffre de la deuxième décimale est augmenté d'une unité.
- 3) lorsque le chiffre de la troisième décimale est 5 et qu'il n'y a pas d'autre chiffre que 0 aux décimales inférieures, celui-ci est supprimé et le chiffre de la deuxième décimale est inchangé s'il s'agit de 0,2, 4, 6 ou 8, ou augmenté d'une unité s'il s'agit de 1, 3, 5, 7 ou 9.

### 8.3 Tolérances admissibles

La tolérance admissible sur les valeurs obtenues pour l'échantillon pour analyse figurant dans le tableau est l'étendue  $R$  entre les valeurs extrêmes. Elle a été calculée à partir de l'écart-type moyen intra-laboratoires ( $s_{LAB}$ ), qui a été obtenu en 1967/68 à la suite d'un circuit international d'analyses effectué sur plusieurs échantillons de minerai de fer.

L'étendue est calculée à l'aide du facteur statistique 2,77, 3,31 et 3,63 ( $n = 2, 3, 4$ , respectivement, avec 95 % de probabilité). Si un dosage ( $n = 1$ ) est effectué sur l'échantillon-type, l'écart admissible entre la valeur déterminée et les valeurs certifiées est égal à deux fois l'écart-type ( $\pm 2s$ ). Si deux dosages ou plus sont effectués, la valeur donnée dans le tableau est l'écart admissible entre la valeur moyenne des deux dosages et la valeur certifiée respectivement  $\pm 2s/\sqrt{2}$ ,  $\pm 2s/\sqrt{3}$ , etc.).

TABLEAU — Tolérances admissibles à l'intérieur d'un laboratoire

Nombre de dosages $n$	Échantillon-type % Fe	Échantillon pour analyse % Fe
1	$\pm 0,170$	—
2	$\pm 0,120$	0,237
3	$\pm 0,098$	0,281
4	—	0,309

### 8.4 Facteurs de conversion en oxydes

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ (%) = } 1,430 \text{ Fe (%)}$$

$$\text{FeO} \text{ (%) = } 1,286 \text{ Fe (%)}$$

$$\text{Fe}_3\text{O}_4 \text{ (%) = } 1,382 \text{ Fe (%)}$$

## 9 NOTES

9.1 Le sulfure d'hydrogène gazeux provenant d'un appareil de Kipp doit être passé à travers un siphon d'eau pour éliminer tous les sels de fer entraînés.

9.2 Le dichromate de potassium doit être du degré de pureté le plus élevé. La pureté de qualité pour analyse n'est pas suffisante.

9.3 L'expression « indépendamment » implique le changement de personne effectuant les analyses. Si la même personne doit effectuer les analyses, les dosages doivent être effectués à des moments différents.

9.4 Lorsque l'échantillon à analyser fait partie des hématites, l'échantillon-type doit aussi en faire partie. Même avec de l'hématite, si les propriétés du minerai sont suffisamment différentes pour que le mode opératoire soit fortement modifié, les échantillons ne doivent pas, dans ce cas, être considérés comme appartenant au même type de minerai.