

---

Norme internationale



2598

---

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

---

## Minerais de fer — Dosage du silicium — Méthodes gravimétriques

*Iron ores — Determination of silicon content — Gravimetric methods*

Première édition — 1980-02-01

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2598:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ab5d03-064d-4d59-80ec-2888a2e02bae/iso-2598-1980>

---

CDU 553.31 : 543.21 : 546.28

Réf. n° : ISO 2598-1980 (F)

Descripteurs : minerai de fer, analyse chimique, dosage, silicium, méthode gravimétrique.

Prix basé sur 7 pages

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique 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 2598 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, et a été soumise aux comités membres en juin 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Bulgarie	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Mexique	URSS
Corée, Rép. dém. p. de	Nouvelle-Zélande	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Minerais de fer — Dosage du silicium — Méthodes gravimétriques

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes gravimétriques de dosage du silicium dans les minerais de fer.

Ces méthodes sont applicables (avec certaines restrictions) aux minerais de fer naturels, aux concentrés et aux agglomérés, y compris les produits frittés, dont les teneurs en silicium sont comprises entre 1 et 15 %.

Méthode 1 — La méthode n'est pas applicable aux minerais de fer contenant plus de 2 % (*m/m*) de réducteurs, par exemple la pyrite, et aux minerais de fer contenant plus de 0,1 % (*m/m*) de fluor. Elle est recommandée pour les minerais pauvres ayant une teneur élevée en éléments amphotères.

Méthode 2 — La méthode peut être utilisée pour des minerais dont la teneur en fluor est supérieure à 0,1 % (*m/m*). Elle est recommandée pour les minerais riches ayant une faible teneur en gangue.

NOTE — Pour des échantillons ayant une teneur en silicium inférieure à 5 % (*m/m*), la méthode de l'ISO 4686, *Minerais de fer — Dosage du silicium — Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit*, est préférable.

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

## 3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai soit par la méthode 1, soit par la méthode 2.

Méthode 2 : Mise en solution par attaque avec les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique (avec addition d'acide borique, si nécessaire) et évaporation à fumées de l'acide perchlorique. Filtration de la silice ensemble avec tous les résidus, fusion au carbonate de sodium et dissolution dans les acides chlorhydrique et perchlorique.

Évaporation de la solution provenant de chaque méthode 1 et 2 à fumées d'acide perchlorique et filtration de la silice précipitée. Calcination de la silice impure et pesée. Reprise du résidu calciné par les acides fluorhydrique et sulfurique, suivie par une calcination et une nouvelle pesée.

## 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** ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ), en poudre.

**4.2 Acide borique** ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ).

À utiliser conformément à la note en 7.3.1.2.

**4.3 Carbonate de sodium** ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), anhydre.

**4.4 Sulfate acide de sodium** ( $\text{NaHSO}_4$ ), anhydre.

À utiliser conformément au chapitre 9.

**4.5 Acide chlorhydrique**, ( $\rho$  1,19 g/ml).

**4.6 Acide chlorhydrique**, ( $\rho$  1,19 g/ml), dilué 1 + 9.

**4.7 Acide chlorhydrique**, ( $\rho$  1,19 g/ml), dilué 1 + 1.

**4.8 Acide perchlorique**, 70 % (*m/m*) ( $\rho$  1,67 g/ml), ou 60 % (*m/m*) ( $\rho$  1,54 g/ml).

**4.9 Acide sulfurique**, ( $\rho$  1,84 g/ml), dilué 1 + 1.

**4.10 Acide sulfurique**, ( $\rho$  1,84 g/ml), dilué 1 + 9.

**4.11 Acide fluorhydrique**, 40 % (*m/m*) ( $\rho$  1,13 g/ml) ou 48 % (*m/m*) ( $\rho$  1,185 g/ml).

**4.12 Acide nitrique**, ( $\rho$  1,4 g/ml).

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Creusets en nickel ou en carbone vitreux**, capacité environ 40 ml.

**5.2 Creusets en platine**, capacité environ 40 ml.

**5.3 Spatule en nickel**.

**5.4 Fours à moufle**, réglables à  $400 \pm 20$  °C et à des températures jusqu'à 1 050 °C.

## 6 Échantillonnage et échantillons

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire, de granulométrie inférieure à  $100 \mu\text{m}$ , prélevé conformément à l'ISO 3081<sup>1)</sup> et préparé selon l'ISO 3083<sup>1)</sup>. Dans le cas de minerais ayant une teneur élevée en eau combinée et/ou en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à  $160 \mu\text{m}$ .

## 7 Mode opératoire

L'analyse doit être faite généralement en double, indépendamment, sur le même échantillon de minerai.

NOTE — L'expression «indépendamment» implique le changement de la personne effectuant l'analyse. Si la même personne effectue l'analyse, les deux essais doivent être séparés dans le temps.

En même temps que l'analyse, déterminer l'humidité conformément à l'ISO 2596.

### 7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 2 g près, environ la quantité d'échantillon pour essai indiquée dans le tableau 1.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Teneur en Si % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
1 à 10	1,0
10 à 15	0,5

### 7.2 Essai à blanc et essai de contrôle

Chaque fois, effectuer l'analyse d'un matériau de référence spécifié du même type de minerai et un essai à blanc, en parallèle avec l'analyse du (ou des) échantillon(s) de minerai et dans les mêmes conditions.

NOTE — Le matériau de référence certifié devrait être du même type que l'échantillon à analyser. Un tel matériau de référence certifié ne peut, cependant, pas être considéré comme étant du même type si les propriétés de l'échantillon à analyser diffèrent de celles du matériau de référence certifié à un point tel que le mode opératoire analytique doive être substantiellement modifié.

Lorsqu'on effectue l'analyse sur plusieurs échantillons en même temps, la valeur de l'essai à blanc peut être obtenue par un seul essai, pourvu que le mode opératoire soit le même et que les réactifs proviennent des mêmes flacons de réactifs.

Lorsqu'on effectue l'analyse sur plusieurs échantillons du même type de minerai en même temps, le résultat de l'analyse d'un seul matériau de référence certifié peut être utilisé.

### 7.3 Dosage

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

Si la mise en solution est basée sur le frittage à l'alcali, procéder suivant 7.3.1.1; si elle est basée sur l'attaque à l'acide, procéder suivant 7.3.1.2.

##### 7.3.1.1 Attaque par frittage à l'alcali

Placer la prise d'essai (7.1) dans un creuset en nickel ou en carbone vitreux (5.1), ajouter 3 g de peroxyde de sodium (4.1), mélanger soigneusement à l'aide d'une spatule en nickel (5.3) et tasser le mélange.

Placer le creuset durant 1 à 2 min à l'entrée d'un four à moufle (5.4), réglé à une température de  $400 \pm 20$  °C. Placer ensuite le creuset à l'intérieur du four réglé à la même température, et l'y laisser durant 1 h. Sortir le creuset du four et refroidir dans un dessiccateur.

NOTE — Le mélange ne devrait pas atteindre le point de fusion. Si cela arrivait, il est recommandé de recommencer l'opération à une température inférieure.

**ATTENTION** — Porter des lunettes protectrices pendant l'opération suivante :

Placer le creuset contenant la masse frittée dans un bécher de 600 ml (de forme basse). Couvrir le bécher avec un verre de montre et ajouter 200 ml d'eau. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et 25 ml d'acide perchlorique (4.8) pour dissoudre la masse frittée.

1) Une autre Norme internationale (ISO 3082), qui est actuellement en préparation, traitera des méthodes mécaniques d'échantillonnage par prélèvements, et spécifiera également des méthodes de préparation des échantillons.

Sortir le creuset du bécher et le rincer à l'eau et à l'acide chlorhydrique (4.6). Détacher le reste du mélange fritté adhérent aux parois du creuset à l'aide d'un agitateur en verre à bout caoutchouté. Placer le bécher sur une plaque chauffante et chauffer doucement la solution pour dissoudre complètement les produits frittés.

Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.10) pour éviter la précipitation du titane. Découvrir partiellement le bécher et chauffer jusqu'à l'apparition de denses fumées blanches d'acide perchlorique. Couvrir ensuite complètement le bécher et continuer à chauffer jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de fumées dans le bécher. Maintenir cet état jusqu'à ce que la plus grande partie de l'acide perchlorique se soit évaporée, mais éviter d'aller jusqu'à siccité.

Laisser la solution se refroidir, puis ajouter environ 25 ml d'acide chlorhydrique (4.7), agiter et chauffer doucement pour dissoudre les sels. Laisser se former le précipité durant quelques minutes, puis rincer les parois du bécher avec environ 30 ml d'eau. Continuer conformément à 7.3.2.

### 7.3.1.2 Attaque à l'acide

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 400 ml (de forme basse) et humecter avec 5 ml d'eau.

NOTE — Pour les échantillons contenant plus de 0,1 % (m/m) de fluor ou pour ceux de teneur en fluor inconnue, ajouter 0,8 g d'acide borique (4.2) dans le bécher contenant la prise d'essai, avant d'ajouter les 5 ml d'eau.

Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.5). Couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement, sans aller à ébullition, jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai. Ajouter 1 ml d'acide nitrique (4.12), puis 25 ml d'acide perchlorique (4.8). Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.10) afin d'éviter la précipitation du titane.

Découvrir partiellement le bécher et chauffer jusqu'à ce que de denses fumées blanches d'acide perchlorique apparaissent. Couvrir le bécher complètement et continuer à chauffer jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de fumées dans le bécher. Maintenir cet état jusqu'à ce que la majeure partie de l'acide perchlorique se soit évaporée, mais éviter d'aller à siccité.

Laisser la solution se refroidir, puis ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.7), agiter et chauffer doucement pour dissoudre les sels solubles. Ajouter environ 30 ml d'eau, mélanger et recueillir le précipité sur un papier filtre à texture serrée contenant de petits morceaux de papier filtre ou une petite quantité de pulpe filtrante.

Rincer le bécher à l'eau en utilisant un agitateur en verre à bout caoutchouté. Laver le résidu trois ou quatre fois avec de l'acide chlorhydrique (4.6) chaud puis, enfin, avec de l'eau chaude, jusqu'à élimination de tous les acides.

Jeter le filtrat et les eaux de lavage ou les conserver en vue du dosage d'autres éléments (voir chapitre 9).

Placer le résidu et le filtre dans un creuset en platine (5.2), sécher puis réduire le papier en cendres et, finalement, calciner dans un four à moufle (5.4), réglé entre 750 et 800 °C. Laisser le

creuset se refroidir. Ajouter 2 ou 3 g de carbonate de sodium (4.3), mélanger avec une spatule en nickel (5.3) et chauffer dans un four à moufle, réglé entre 900 et 1 000 °C pour réaliser une fusion complète.

**ATTENTION — Porter des lunettes protectrices pendant l'opération suivante :**

Laisser le creuset se refroidir, puis le placer dans un bécher de 600 ml (de forme basse). Recouvrir le bécher d'un verre de montre. Ajouter 200 ml d'eau, puis 50 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et 25 ml d'acide perchlorique (4.8). Sortir le creuset du bécher et le rincer avec de l'eau et de l'acide chlorhydrique (4.6). Racler le reste du mélange fondu adhérent à la paroi du creuset au moyen d'un agitateur en verre à bout caoutchouté. Chauffer doucement la solution pour dissoudre les produits fondus.

Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.10) pour éviter la précipitation du titane.

Découvrir le bécher partiellement et chauffer jusqu'à ce que de denses fumées blanches d'acide perchlorique apparaissent. Couvrir le bécher complètement et continuer à chauffer jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de fumées dans le bécher. Maintenir à cet état jusqu'à ce que la plus grande partie de l'acide perchlorique se soit évaporée, mais éviter d'aller à siccité.

Laisser le bécher se refroidir, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.7). Agiter et chauffer doucement pour dissoudre les sels solubles. Laisser le précipité se former durant quelques minutes, puis rincer les parois du bécher avec environ 30 ml d'eau. Continuer suivant 7.3.2.

### 7.3.2 Traitement de la silice

Filtrer la solution contenant la silice insoluble obtenue suivant 7.3.1.1 ou 7.3.1.2 à travers un papier filtre à texture serrée contenant de petits morceaux de papier filtre ou une petite quantité de pulpe filtrante. Rincer le bécher à l'eau en se servant d'un agitateur en verre à bout caoutchouté. Laver le résidu à l'acide chlorhydrique (4.6) chaud et à l'eau chaude pour éliminer complètement l'acide perchlorique puis, finalement, à l'eau tiède. Garder le résidu sur le filtre. Jeter le filtrat et les eaux de lavage ou les conserver pour le dosage d'autres éléments (voir chapitre 9).

Placer le résidu, avec le filtre, dans un creuset en platine (5.2). Chauffer doucement jusqu'à siccité, puis réduire en cendres le papier filtre et calciner durant 30 min dans un four à moufle (5.4), réglé à  $1\ 050 \pm 20$  °C.

Refroidir dans un dessiccateur et peser, à 0,000 1 g près, la silice brute. Répéter le chauffage comme indiqué ci-dessus jusqu'à obtention d'une masse constante (masse  $m_1$ ). Humecter le résidu dans le creuset avec quelques gouttes d'eau, ajouter 5 gouttes d'acide sulfurique (4.9) et, selon la teneur en silice, 5 à 15 ml d'acide fluorhydrique (4.11). Chauffer doucement sous hotte pour chasser la silice et l'acide sulfurique. Finalement, chauffer le creuset durant 15 min dans un four à moufle réglé à  $1\ 050 \pm 20$  °C. Refroidir dans un dessiccateur et peser, à 0,000 1 g près, les impuretés. Répéter le traitement avec les acides sulfurique et fluorhydrique, et la calcination, jusqu'à obtention d'une masse constante (masse  $m_2$ ).

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul de la teneur en silicium

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

$$\begin{aligned} \text{Si \% (m/m)} &= \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 0,4674 \times 100 \times K \\ &= \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 46,74 \times K \end{aligned}$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset de platine contenant la silice brute;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset de platine contenant les impuretés;

$m_3$  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, déterminée suivant l'ISO 2596.

### 8.2 Exploitation générale des résultats

#### 8.2.1 Acceptation des résultats d'analyse

Les résultats de l'analyse de l'échantillon pour essai doivent être acceptés si les résultats de la même analyse effectuée sur le matériau de référence certifié correspondant concordent avec la valeur certifiée dans les limites de tolérance admissibles pour les matériaux de référence certifiés, et que la différence entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon pour essai n'est pas supérieure à la tolérance admissible pour les échantillons pour essai (tableau 2).

Si le résultat de l'analyse du matériau de référence certifié est en dehors des limites de tolérance admissibles (tableau 2, deuxième colonne), on doit effectuer une analyse simultanément sur un échantillon pour essai et un matériau de référence certifié, avec un essai à blanc. Le résultat de l'analyse du matériau de référence certifié doit être examiné comme précédemment pour décider de l'acceptation du résultat obtenu sur l'échantillon pour essai. Si le résultat obtenu pour le matériau de référence certifié se trouve à nouveau en dehors des limites, le mode opératoire doit être répété avec un autre matériau de référence du même type de minerai jusqu'à ce que deux valeurs acceptables soient obtenues pour l'échantillon pour essai.

1) L'origine des chiffres du tableau est donnée dans l'annexe B.

Lorsque l'intervalle (différence absolue) entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon pour essai est en dehors des limites de tolérance admissibles (tableau 2, troisième colonne), on doit effectuer de nouvelles analyses sur un échantillon pour essai, avec un essai à blanc, conformément à la procédure spécifiée dans l'annexe A, en même temps que l'analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai. L'acceptation des valeurs additionnelles obtenues sur l'échantillon pour essai doit être subordonnée, dans chaque cas, à la valeur obtenue pour le matériau de référence certifié.

#### 8.2.2 Calcul du résultat final

La moyenne arithmétique des valeurs acceptables de l'échantillon d'essai est le résultat final.

La moyenne arithmétique des résultats d'analyse acceptables, calculée jusqu'à la quatrième décimale, doit être arrondie à la deuxième décimale 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 que celui de la quatrième décimale est différent de 0, 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 que celui de la quatrième décimale est 0, 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, ou est majoré d'une unité s'il s'agit de 1, 3, 5, 7 ou 9.

### 8.3 Tolérances admissibles

Les tolérances admissibles mentionnées en 8.2.1 sont indiquées dans le tableau 2.<sup>1)</sup>

Tableau 2 — Tolérances admissibles intralaboratoire

Teneur en silicium	Matériau de référence certifié	Échantillon pour essai Si (%)	
		2,77 $s_w$	3,31 $s_w$
Si (%)	Si (%) 1,96 $s_w$		
1 à 1,5	± 0,042	0,058	0,070
1,5 à 2,5	± 0,072	0,100	0,120
2,5 à 5	± 0,108	0,149	0,180
5 à 10	± 0,144	0,200	0,241
10 à 15	± 0,160	0,222	0,268

### 8.4 Facteur de conversion en oxyde

$$\text{SiO}_2 (\%) = 2,139 \times \text{Si} (\%)$$

## 9 Notes relatives au mode opératoire

Le filtrat et les eaux de lavage obtenus en 7.3.1.2 et 7.3.2 peuvent être utilisés pour le dosage d'autres éléments à condition de leur ajouter le résidu obtenu après volatilisation de la silice (7.3.2).

Le résidu peut être fondu avec 2 g de sulfate acide de sodium (4.4). Faire très attention à la température de fusion qui devrait être maintenue aussi basse que possible. Après refroidissement, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et 10 ml d'eau pour dissoudre le culot de fusion refroidi.

Ajouter cette solution à celles obtenues en 7.3.1.2 et 7.3.2 et évaporer jusqu'à environ 150 ml. Transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Cette solution peut être utilisée pour le dosage d'un certain nombre d'éléments.

## 10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence de la présente Norme internationale;
- b) tout renseignement nécessaire à l'identification de l'échantillon;
- c) les résultats d'analyse;
- d) le numéro de référence des résultats;
- e) tout détail particulier noté pendant le dosage et toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale, susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats.

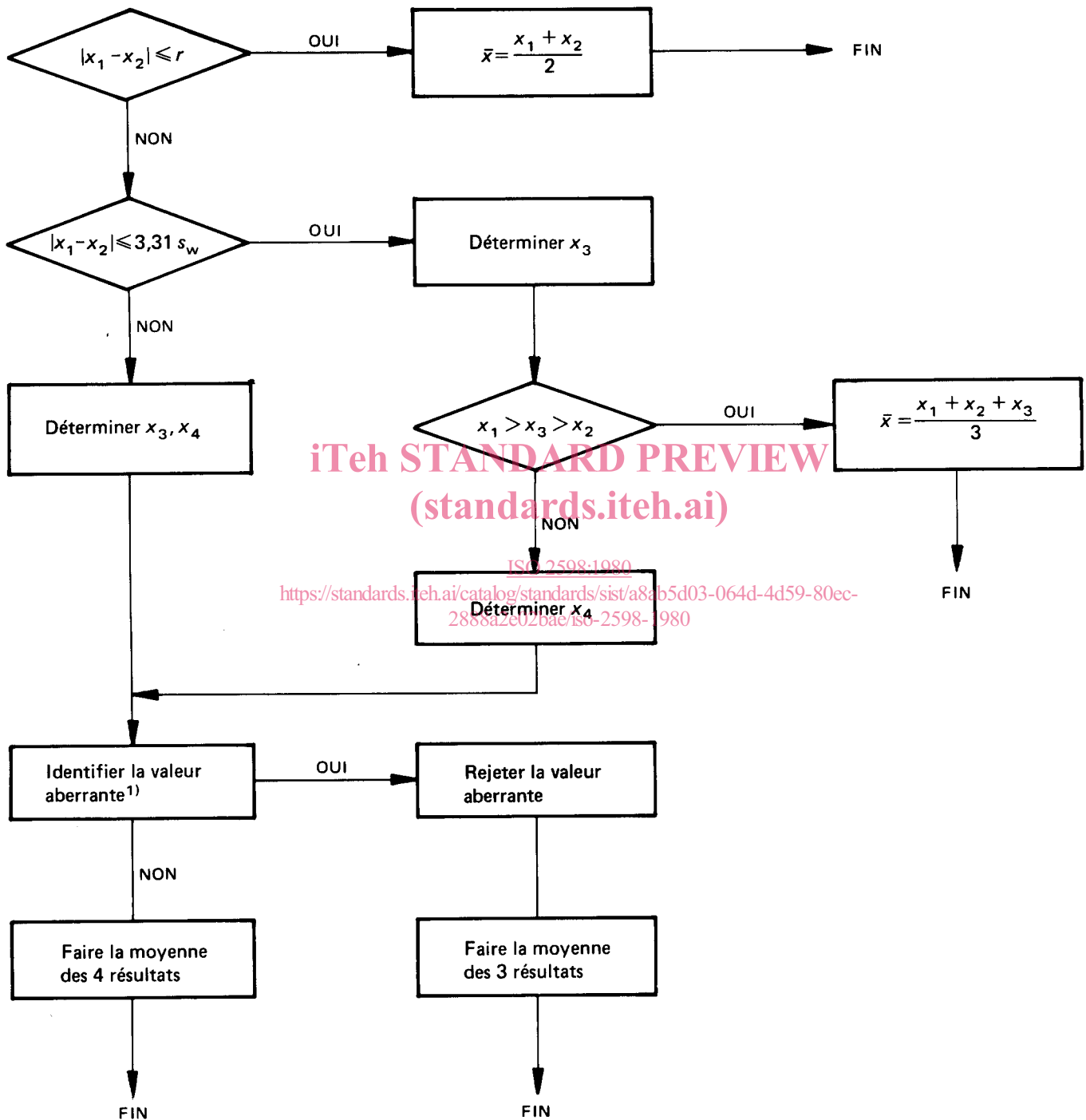
**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2598:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ab5d03-064d-4d59-80ec-2888a2e02bae/iso-2598-1980>

Annexe A

Schéma de la procédure pour l'acceptation des résultats d'analyse obtenus sur des échantillons pour essai



$r$  = répétabilité  
 $= 2,77 s_w$   
 $\bar{x}$  = moyenne

1) Utiliser les critères de Dixon pour la valeur aberrante.



## Annexe B

### Origine des tolérances admissibles

L'écart-type intralaboratoire ( $s_w$ ) qui est dérivé d'une comparaison des résultats d'un circuit international d'analyses effectuées en 1967/1968 et 1970/1971 sur plusieurs échantillons de minerais de fer. Les résultats de ces essais figurent dans les documents 102/2N 148 E, janvier 1969 et 102/2N 224 F, juin 1971.

Les tolérances admissibles pour le matériau de référence certifié (tableau 2, deuxième colonne) sont obtenues en multipliant les écarts-types par le facteur statistique 1,96, et correspondent à la limite supérieure des intervalles de teneurs correspondants.

Les tolérances admissibles pour l'échantillon pour essai (tableau 2, troisième colonne) sont obtenues en multipliant les écarts-types par les facteurs statistiques 2,77 et 3,31 ( $n = 2$  au niveau de confiance de 95 %), et correspondent à la limite supérieure des intervalles de teneurs correspondants.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2598:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a8ab5d03-064d-4d59-80ec-2888a2c02bae/iso-2598-1980>