

NORME INTERNATIONALE

ISO
2598-1

Première édition
1992-12-15

Minerais de fer — Dosage du silicium —

Partie 1:

Méthodes gravimétriques

Iron ores — Determination of silicon content —

Part 1: Gravimetric methods

ISO 2598-1:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/dad0782c-5976-444c-8a76-b55c24c11d0d/iso-2598-1-1992>



Numéro de référence
ISO 2598-1:1992(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2598-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 2, *Analyse chimique*.

La présente partie de l'ISO 2598 annule et remplace l'ISO 2598:1980, dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 2598 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Minerais de fer — Dosage du silicium*:

- *Partie 1: Méthodes gravimétriques*
- *Partie 2: Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 2598. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

Minerais de fer — Dosage du silicium —

Partie 1: Méthodes gravimétriques

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 2598 prescrit deux méthodes gravimétriques pour le dosage du silicium dans les minerais de fer.

Ces méthodes sont applicables (avec certaines restrictions) à des concentrations en silicium comprises entre 1 % (*m/m*) et 15 % (*m/m*) dans les minerais de fer naturels, les concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés.

La méthode 1 n'est applicable ni aux minerais de fer contenant plus de 2 % (*m/m*) de réducteurs, par exemple la pyrite, ni 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.

La méthode 2 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 1 Pour des minerais ayant une teneur en silicium inférieure à 5 % (*m/m*), la méthode prescrite dans l'ISO 2598-2:¹⁾ *Minerais de fer — Dosage du silicium — Partie 2: Méthode spectrophotométrique au molybdo-silicate réduit*, est préférable.

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 partie de l'ISO 2598. 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 partie

de l'ISO 2598 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 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

Décomposition de la prise d'essai soit par la méthode 1, soit par la méthode 2.

Méthode 1: Décomposition par frittage au peroxyde de sodium, suivi par un traitement aux acides chlorhydrique et perchlorique, ou

1) À publier. (Actuellement publiée sous la référence ISO 4686:1980.)

Méthode 2: Décomposition par attaque avec les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique (avec addition d'acide borique, si nécessaire) et évaporation à fumées d'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 précitée. 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 (Na_2O_2), en poudre.

4.2 Acide borique (H_3BO_3).

À utiliser conformément à la note 7.

4.3 Carbonate de sodium (Na_2CO_3), anhydre.

4.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 g/ml à 1,19 g/ml.

4.5 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 g/ml, à 1,19 g/ml, dilué 1 + 1.

4.6 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 g/ml, à 1,19 g/ml, dilué 1 + 9.

4.7 Acide perchlorique, ρ 1,67 g/ml, 70 % (m/m), ou ρ 1,54 g/ml, 60 % (m/m).

4.8 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, dilué 1 + 1.

4.9 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, dilué 1 + 9.

4.10 Acide fluorhydrique, ρ 1,13 g/ml, 40 % (m/m), ou ρ 1,185 g/ml, 48 % (m/m).

4.11 Acide nitrique, ρ 1,4 g/ml.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, y compris des pipettes à un trait et fioles jaugées à un trait respectivement conformes aux prescriptions de l'ISO 648 et l'ISO 1042, et

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

5.2 Creusets en platine, capacité environ 40 ml.

5.3 Spatule en nickel.

5.4 Four à moufle, réglables à $400\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ à des températures jusqu'à $1\ 050\text{ }^\circ\text{C}$.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillon pour laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire de granulométrie inférieure à $100\text{ }\mu\text{m}$, prélevé conformément à l'ISO 3081 ou l'ISO 3082 et préparé conformément à l'ISO 3082 ou l'ISO 3083. Dans le cas de minerais ayant une teneur significative en eau combinée ou en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à $160\text{ }\mu\text{m}$.

NOTE 2 Des précisions quant aux teneurs significatives en eau de constitution et en composés oxydables sont données dans l'ISO 7764.

6.2 Préparation des échantillons pour analyse

Selon le type de minerai, procéder conformément à 6.2.1 ou 6.2.2.

6.2.1 Minerais avec des teneurs significatives en eau combinée ou en composés oxydables et avec une teneur en silice supérieure à 10 % (m/m)

Lorsque la teneur en silice est supérieure à 10 % (m/m), préparer un échantillon pour analyse équilibré à l'air conformément à l'ISO 2596 pour les minerais de type suivants:

- a) minerais traités renfermant du fer métallique;
- b) minerais naturels ou traités pour lesquels la teneur en soufre est supérieure à 0,2 % (m/m);
- c) minerais naturels ou traités pour lesquels la teneur en eau combinée est supérieure à 2,5 % (m/m).

6.2.2 Minerais en dehors du domaine couvert 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 la totalité du contenu du conteneur. Sécher l'échantillon pour analyse à $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, comme prescrit 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 conformément à l'annexe A, indépendamment, avec un échantillon pour analyse.

NOTE 3 L'expression «indépendamment» signifie que le second résultat et tout autre résultat ultérieur n'est pas affecté par le(s) résultat(s) précédent(s). Pour la présente méthode d'analyse, cette condition implique que la répétition du mode opératoire soit effectuée soit par le même opérateur à un moment différent, soit par un autre opérateur. Dans chaque cas, un rééquilibrage approprié doit être prévu.

7.2 Prise d'essai

En prélevant plusieurs incréments, peser, à 0,000 2 g près, environ la quantité d'échantillon pour analyse préséché 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

NOTE 4 La prise d'essai doit être prélevée et séchée rapidement afin d'éviter toute réabsorption d'humidité.

7.3 Essai à blanc et essai de contrôle

Pour chaque série de mesures, 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 d'un(des) échantillon(s) de minerai, dans les mêmes conditions. Un échantillon préséché pour analyse du matériau de référence certifié doit être préparé comme prescrit en 6.2.2.

NOTE 5 Le matériau de référence certifié doit être du même type que l'échantillon à analyser et les propriétés des deux matériaux doivent être suffisamment similaires pour assurer qu'en aucun cas, des modifications significatives dans le mode opératoire analytique ne deviennent nécessaires.

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, à condition que le mode opératoire soit le même et que les réactifs utilisés proviennent des mêmes flacons de réactifs.

Lorsqu'on effectue l'analyse sur plusieurs échantillons du même type de minerai en même temps, la valeur analytique d'un seul matériau de référence certifié peut être utilisée.

7.4 Dosage

7.4.1 Mise en solution de la prise d'essai

Si la mise en solution est basée sur le frittage à l'alcali, procéder comme prescrit en 7.4.1.1; si elle est basée sur l'attaque à l'acide, procéder comme prescrit en 7.4.1.2.

7.4.1.1 Attaque par frittage à l'alcali (Méthode 1)

Placer la prise d'essai (7.2) dans un creuset en nickel, en zirconium ou en carbone vitreux (5.1), ajouter 3 g de peroxyde de sodium (4.1), mélanger soigneusement à l'aide de la spatule en nickel (5.3) et tasser le mélange.

Placer le creuset durant 1 min à 2 min à l'entrée du four à moufle (5.4), réglé à une température de $400\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$. 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 6 Le mélange ne devrait pas atteindre le point de fusion. Si cela arrivait, il est recommandé de recommencer l'opération à une température inférieure.

AVERTISSEMENT — 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 avec précaution. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et 25 ml d'acide perchlorique (4.7) pour dissoudre la masse frittée. Sortir le creuset du bécher et le rincer à l'acide chlorhydrique (4.6) et à l'eau. Détacher le reste du mélange fritté adhérent aux parois du creuset à l'aide d'un agitateur en verre à bout caoutchoulé. Placer le bécher sur une plaque chauffante et chauffer doucement la solution pour dissoudre complètement les produits frittés.

Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.9) pour éviter la précipitation du titane.

Découvrir partiellement le bécher et chauffer jusqu'à l'apparition de denses fumées blanches d'acide perchlorique. Couvrir 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 sécheresse.

Laisser la solution se refroidir, puis ajouter environ 25 ml d'acide chlorhydrique (4.5). 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 immédiatement, conformément à 7.4.2.

7.4.1.2 Attaque à l'acide (Méthode 2)

Placer la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 400 ml (de forme basse) et humecter avec 5 ml d'eau.

NOTE 7 Pour des minerais ayant une teneur en fluor supérieure à 0,1 % (*m/m*) ou pour ceux dont la teneur en fluor est inconnue, il convient d'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 (4.4). 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 (4.11), puis 25 ml d'acide perchlorique (4.7).

Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.9) afin d'éviter la précipitation du titane.

Découvrir partiellement le bécher et chauffer jusqu'à l'apparition de denses fumées blanches d'acide perchlorique. 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 environ 25 ml d'acide chlorhydrique (4.5). 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 de filtre.

Rincer le bécher à l'eau et frotter les parois du bécher 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, finalement, avec de l'eau chaude, jusqu'à élimination de tous les acides. Jeter le filtrat et les eaux de lavage (voir note 8).

NOTE 8 Pour des produits frittés, il convient de récupérer la silice de ce filtrat et des eaux de lavage en procédant comme suit:

Ajouter au filtrat et aux eaux de lavage, 10 ml d'acide perchlorique (4.7) et 1 ml d'acide sulfurique (4.9) et chauffer jusqu'à l'apparition de denses fumées blanches d'acide perchlorique. 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. Répéter les opérations prescrites dans les quatrième et cinquième alinéas, et continuer ensuite conformément à 7.4.2, deuxième alinéa.

Placer le résidu et le filtre dans un creuset en platine (5.2), sécher puis réduire en cendres le papier filtre et, finalement, calciner dans le four à moufle

(5.4), réglé entre 750 °C et 800 °C. Laisser le creuset se refroidir. Ajouter 2 g ou 3 g de carbonate de sodium (4.3), mélanger avec la spatule en nickel (5.3) et chauffer dans le four à moufle, réglé entre 900 °C et 1 000 °C pour réaliser une fusion complète.

AVERTISSEMENT — 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 (4.4) et 25 ml d'acide perchlorique (4.7). Sortir le creuset du bécher et le rincer avec de l'acide chlorhydrique (4.6) et de l'eau. 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 sur une plaque chauffante.

Ajouter 1 ml d'acide sulfurique (4.9) pour éviter la précipitation du titane.

Découvrir partiellement le bécher et chauffer jusqu'à l'apparition de denses fumées blanches d'acide perchlorique. 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 environ 25 ml d'acide chlorhydrique (4.5). 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 immédiatement, conformément à 7.4.2.

7.4.2 Traitement de la silice

Filtrer la solution contenant la silice insoluble obtenue suivant 7.4.1.1 ou 7.4.1.2 à travers un papier filtre à texture serrée contenant de petits morceaux de papier filtre ou une petite quantité de pulpe de filtre. Rincer le bécher à l'eau et frotter les parois du bécher en utilisant 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 (voir note 9).

NOTE 9 Pour des minerais ayant une teneur en silicium supérieure à 5 % (*m/m*) [environ 10 % (*m/m*) sous forme de silice] ou pour ceux dont la teneur en silicium est inconnue, il convient de récupérer la silice de ce filtrat et des eaux de lavage en se conformant au mode opératoire donné dans la note 8.