

NORME FRANÇAISE
HOMOLOGUÉE

MINERAIS DE FER
DOSAGE DE SILICIUM
Méthodes gravimétriques

NF
A 20-414
Juillet 1984
ISO 2598

éditée par l'association française de normalisation (afnor) — tour europe cedex 7 92080 paris la défense — tél. (1) 778-13-26

AVANT-PROPOS

La présente norme reprend intégralement le contenu technique de la norme ISO 2598 (première édition 1980-02-01). Les normes ISO citées au chapitre 2 « Références » sont à remplacer, respectivement, par les normes françaises NF A 20-405, NF A 20-001, et NF A 20-003.

Homologuée par décision
du 1984-06-20
effet le 1984-07-20

La présente norme remplace le fascicule
de documentation A 06-122 publié en octobre 1967

© afnor 1984
Droits de reproduction
et de traduction réservés
pour tous pays

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 (Na_2O_2), en poudre.

4.2 Acide borique (H_3BO_3).

À utiliser conformément à la note en 7.3.1.2.

4.3 Carbonate de sodium (Na_2CO_3), anhydre.

4.4 Sulfate acide de sodium (NaHSO_4), anhydre.

À utiliser conformément au chapitre 9.

4.5 Acide chlorhydrique, (ρ 1,19 g/ml).

4.6 Acide chlorhydrique, (ρ 1,19 g/ml), dilué 1 + 9.

4.7 Acide chlorhydrique, (ρ 1,19 g/ml), dilué 1 + 1.

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

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

4.10 Acide sulfurique, (ρ 1,84 g/ml), dilué 1 + 9.

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

4.12 Acide nitrique, (ρ 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 ± 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 µm, prélevé conformément à l'ISO 3081¹⁾ et préparé selon l'ISO 3083¹⁾. Dans le cas de minerais ayant une teneur élevée en eau combinée et/ou en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 µm.

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 | Masse de la prise d'essai |
|--------------|---------------------------|
| % (m/m) | 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 ± 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.