

---

# Norme internationale



# 4687

---

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

---

## Minerais de fer — Dosage du phosphore — Méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène

*Iron ores — Determination of phosphorus content — Molybdenum blue spectrophotometric method*

Première édition — 1984-06-01

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4687:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76978c87-0bab-4ff0-a9d8-79a111afd5b3/iso-4687-1984>

---

CDU 553.31 : 543.42 : 546.18

Réf. n° : ISO 4687-1984 (F)

Descripteurs : minéral métallifère, minerai de fer, analyse chimique, dosage, phosphore, analyse spectrophotométrique.

## 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 4687 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, et a été soumise aux comités membres en juin 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte	Répub. arabe d'Égypte	Portugal
Allemagne, R. F.	Espagne	Roumanie	4687-1984
Australie	France	Royaume-Uni	
Autriche	Inde	Suède	
Canada	Italie	Tchécoslovaquie	
Chine	Japon	USA	
Corée, Rép. dém. p. de	Pologne	Venezuela	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Minerais de fer — Dosage du phosphore — Méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du phosphore par spectrophotométrie au bleu de molybdène, dans les minerais de fer.

Cette méthode est applicable aux minerais de fer naturels, aux concentrés et aux agglomérés, y compris les produits frittés, dont les teneurs en phosphore sont comprises entre 0,005 et 0,2 % (*m/m*).

Les résultats ne sont pas affectés par la présence d'arsenic.

## 2 Références

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

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

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

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

ISO 7764, *Minerais de fer — Préparation des échantillons pré-séchés pour analyse chimique.*<sup>1)</sup>

## 3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai, soit :

a) par frittage au peroxyde de sodium, suivi d'une attaque par les acides chlorhydrique et perchlorique (cette méthode est recommandée pour les minerais pauvres à haute teneur en éléments amphotères, soit,

b) par attaque par les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique (cette méthode est recommandée pour les minerais riches à basse teneur en gangue).

Insolubilisation de la silice, dilution et filtration, et calcination du résidu. Élimination de la silice par évaporation par les acides fluorhydrique et sulfurique et fusion avec le carbonate de sodium. Dissolution dans l'acide chlorhydrique et mélange avec la solution principale.

Addition du molybdate pour convertir le phosphate en complexe phosphomolybdique et réduction en bleu de molybdène par l'acide ascorbique.

Mesurage spectrophotométrique de l'absorbance du complexe de bleu de molybdène à une longueur d'onde d'environ 725 nm.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

**4.1 Peroxyde de sodium** ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ), en poudre.

Le peroxyde de sodium doit être conservé à l'abri de l'humidité et ne doit pas être utilisé lorsqu'il commence à s'agglomérer.

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

**4.3 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 à 1,19 g/ml.

**4.4 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 à 1,19 g/ml, dilué 1 + 1.

**4.5 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 à 1,19 g/ml, dilué 1 + 9.

**4.6 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml, dilué 1 + 1.

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

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

**4.9 Acide bromhydrique**,  $\rho$  1,38 g/ml, solution à 40 % (*m/m*), ou  $\rho$  1,48 g/ml, solution à 47 % (*m/m*).

**4.10 Acide nitrique**,  $\rho$  1,4 g/ml.

1) Actuellement au stade de projet.

**4.11 Peroxyde d'hydrogène, 3 % (V/V)**, exempt de stabilisateur de phosphate.

Diluer le peroxyde d'hydrogène à 30 % (m/m) (à 100 volumes) dans le rapport volumique 1 + 9.

**4.12 Acide ascorbique (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>)**, solution à 2 g/l.

Cette solution doit être fraîchement préparée, le jour de son utilisation.

**4.13 Disulfite de sodium (Pyrosulfite de sodium) (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>)**, solution à 150 g/l.

Cette solution doit être fraîchement préparée, le jour de son utilisation.

**4.14 Molybdate de sodium, dihydraté (Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O)**, solution à 20 g/l.

**4.15 Sulfate de bismuth [Bi<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>]**, solution.

Dissoudre 4,25 g de sulfate de bismuth dans 280 ml d'acide sulfurique (4.6) et chauffer jusqu'à dissolution complète des sels. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 2,5 mg de bismuth.

Cette solution peut aussi être préparée au moyen de bismuth métallique au lieu de sulfate de bismuth.

**4.16 Phosphore**, solution étalon, contenant 0,010 g de P par litre.

Sécher le dihydrogène orthophosphate de potassium (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) à 110 °C à masse constante, et refroidir dans un dessiccateur. Dissoudre 0,220 g de sel séché dans de l'eau, le transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser 25,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de P.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

**5.1 Fioles jaugées**, en verre borosilicaté, de capacité 100 ml.

**5.2 Fours à moufle**, ajustables à 400 ± 20 °C et de 800 °C à 1 000 °C.

**5.3 Spectrophotomètre**, approprié pour la mesure d'absorption aux environs de 725 nm.

## 6 Échantillonnage et échantillons

Pour l'analyse, utiliser un échantillon de laboratoire de granulométrie inférieure à 100 µm 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 contenant des quantités significatives d'eau de constitution ou de composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 µm.

NOTE — Des précisions quant aux quantités significatives d'eau de constitution et de composés oxydables figurent dans l'ISO 7764.

### 6.1 Préparation des échantillons préséchés pour analyse

Homogénéiser soigneusement l'échantillon de laboratoire et, en prélevant des incréments multiples, prélever l'échantillon pour essai de manière qu'il représente la totalité du contenu du récipient. Sécher l'échantillon pour essai à 105 ± 2 °C, comme spécifié dans l'ISO 7764. (Ceci constitue l'échantillon préséché pour analyse.)

## 7 Mode opératoire

Effectuer l'analyse, en général, en double, indépendamment, avec un échantillon préséché pour analyse.

NOTE — L'expression «indépendamment» implique que la répétition du mode opératoire doit être effectuée à un moment différent, et inclure un rééchantillonnage approprié.

### 7.1 Essai à blanc et essai de contrôle

À chaque fois, un essai à blanc et une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai doivent être effectués en parallèle et dans les mêmes conditions avec l'analyse du (des) minerai(s). Un échantillon préséché pour analyse du matériau de référence certifié doit être préparé comme spécifié en 6.1.

NOTE — 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 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, 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.

### 7.2 Prise d'essai

En prélevant plusieurs incréments, peser environ 1 g à 0,000 2 g près, de l'échantillon préséché pour analyse obtenu en accord avec 6.1.

NOTE — La prise d'essai doit être prélevée et pesée rapidement afin d'éviter toute reprise d'humidité.

## 7.3 Dosage

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

Si la mise en solution se fait par frittage alcalin, procéder comme indiqué en 7.3.1.1. Si la mise en solution se fait par attaque acide, procéder comme indiqué en 7.3.1.2.

#### 7.3.1.1 Attaque par frittage alcalin

**ATTENTION — Des lunettes de protection doivent être utilisées pendant l'opération suivante.**

Introduire la prise d'essai (7.2) dans un creuset en nickel de 40 ml, ajouter 3 g de peroxyde de sodium (4.1), bien mélanger à l'aide d'une spatule en nickel et tasser le mélange. Placer et maintenir le creuset durant 1 ou 2 min à l'entrée d'un four à moufle (5.2) dont la température est réglée à  $400 \pm 20$  °C, puis à l'intérieur de ce même four clos durant 1 h environ pour réaliser le frittage.

NOTE — Le mélange ne doit pas atteindre son point de fusion. Si cela survenait, répéter l'opération à plus basse température.

Retirer le creuset du four et refroidir à température ambiante.

Introduire le creuset contenant la masse frittée dans un bécher de 600 ml (forme basse), couvrir le bécher d'un verre de montre et ajouter soigneusement 200 ml d'eau, 50 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 25 ml d'acide perchlorique (4.7). Quand la masse frittée a été extraite du creuset, substantiellement dissoute, retirer le creuset et le rincer avec de l'eau et de l'acide chlorhydrique (4.5), si nécessaire détacher toute matière insoluble adhérant aux parois du creuset en utilisant une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc. Placer le bécher sur une plaque chauffante et chauffer doucement la solution pour dissoudre les sels solubles.

Ajouter 0,2 ml d'acide sulfurique (4.6) pour éviter une précipitation de titane. Retirer partiellement le couvercle du bécher et chauffer jusqu'à fumées blanches denses d'acide perchlorique. Couvrir complètement le bécher et poursuivre le chauffage pour maintenir un reflux constant d'acide, sur les parois du bécher, durant 10 min environ.

Laisser refroidir le bécher et ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Agiter et chauffer doucement pour dissoudre les sels solubles. Ajouter environ 30 ml d'eau.

Filtrer la solution à travers un papier filtre à texture serrée, en recueillant le filtrat dans un bécher de 500 ml. Rincer le bécher à l'eau en utilisant une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc et transférer quantitativement le résidu sur le papier filtre. Laver le papier et le résidu trois ou quatre fois avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.5), et enfin avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat et les eaux de lavage comme solution principale.

NOTE — Les lavages doivent être effectués soigneusement pour éliminer toute trace d'acide perchlorique du papier filtre.

Conserver le papier filtre et le résidu, et continuer comme indiqué en 7.3.2.

#### 7.3.1.2 Attaque acide

Introduire la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 400 ml (forme basse) et humecter avec 5 ml d'eau. Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.3), couvrir d'un verre de montre et chauffer jusqu'à ce que la dissolution soit réellement complète.

NOTE — Pour mettre en solution la prise d'essai, placer le bécher pendant environ 1 h dans une zone de basse température (60 à 100 °C) de la plaque chauffante, puis le transférer dans une zone de plus haute température et chauffer pendant environ 10 min à la limite de l'ébullition.

Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.10), puis, soigneusement 25 ml d'acide perchlorique (4.7). Ajouter 0,2 ml d'acide sulfurique (4.6) pour éviter une précipitation de titane. Retirer partiellement le couvercle du bécher et chauffer jusqu'à fumées blanches denses d'acide perchlorique. Couvrir complètement le bécher et poursuivre le chauffage pour maintenir un reflux constant d'acide, sur les parois du bécher, durant environ 10 min. Laisser refroidir le bécher et ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Agiter et chauffer doucement pour dissoudre les sels solubles. Ajouter environ 30 ml d'eau.

Filtrer la solution à travers un papier filtre à texture serrée à pulpe sans cendre, en recueillant le filtrat dans un bécher de 500 ml. Rincer le bécher avec de l'eau en utilisant une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc et transférer quantitativement le résidu sur le papier filtre. Laver le papier filtre et le résidu trois ou quatre fois avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.5), et enfin avec de l'eau chaude. Conserver le filtrat et les eaux de lavage comme solution principale.

NOTE — Les lavages doivent être effectués soigneusement pour éliminer toute trace d'acide perchlorique du papier filtre.

Conserver le papier filtre et le résidu, et continuer comme indiqué en 7.3.2.

#### 7.3.2 Reprise du résidu

Transférer le papier filtre et le résidu obtenu en 7.3.1.1 ou 7.3.1.2 dans un creuset en platine. Sécher, réduire en cendres le papier filtre, et calciner entre 800 et 900 °C dans un four à moufle (5.2).

Laisser refroidir le creuset, et humecter le résidu avec quelques gouttes d'eau. Ajouter 5 gouttes d'acide sulfurique (4.6) et, selon la teneur en silice, 5 à 15 ml d'acide fluorhydrique (4.8). Évaporer soigneusement dans une hotte pour chasser la silice et l'acide sulfurique. Laisser le creuset refroidir, ajouter 2 g de carbonate de sodium (4.2), et chauffer, d'abord doucement, puis ensuite à 900 à 1 000 °C, pour faire fondre complètement le résidu.

NOTE — Avec une importante quantité de résidu, une addition supplémentaire de carbonate de sodium peut être nécessaire.

Laisser le creuset refroidir, puis le placer dans un bécher de 250 ml (forme basse), contenant 100 ml d'eau et 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Chauffer doucement pour dissoudre le culot refroidi, puis retirer le creuset et rincer avec de l'eau.

Mélanger la solution obtenue en 7.3.2 à la solution principale obtenue en 7.3.1.1 ou 7.3.1.2, et évaporer la solution résultante à environ 150 ml. Refroidir à température ambiante, transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml (5.1), puis diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser (solution d'essai).

### 7.3.3 Traitement de la solution d'essai

Transvaser 20,0 ml de la solution d'essai (correspondant à environ 100 mg de la prise d'essai) dans un bécher de 250 ml, puis ajouter 1 ml d'acide perchlorique (4.7) et 5 ml d'acide bromhydrique (4.9). Chauffer la solution jusqu'à ce que les densités blanches d'acide perchlorique se dégagent, puis refroidir et ajouter 50 ml d'eau.

hauffer jusqu'à ébullition pour faciliter la dissolution des sels et éliminer les composés chlorés, et évaporer à environ 30 ml.

NOTE — Si un précipité de dioxyde de manganèse apparaît à ce stade, le dissoudre par addition goutte à goutte de peroxyde d'hydrogène (4.11). Faire bouillir la solution environ 5 min pour décomposer l'excès de peroxyde.

### 7.3.4 Mesurage spectrophotométrique

Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml (5.1) et rincer le bécher avec de l'eau. (Le volume total ne doit pas excéder 60 ml.) Ajouter 10 ml de solution de pyrosulfite de sodium (4.13), et l'introduire dans un bain d'eau bouillante pendant exactement 5 min. Ajouter 10 ml de solution de bismuth (4.15), et refroidir à 30 à 35 °C. À l'aide d'une pipette, ajouter 10 ml de solution de molybdate de sodium (4.14) au sein de la solution, sans mettre en contact avec les parois internes de la fiole, mélanger, puis, immédiatement, ajouter 10 ml de solution d'acide ascorbique (4.12). Diluer au trait repère avec de l'eau et homogénéiser (solution d'essai finale).

Laisser reposer pendant 25 min, puis mesurer l'absorbance des solutions d'essai et de blanc contre de l'eau dans des cuves de parcours optique convenable.

NOTE — Généralement, une cuve de parcours optique de 1 cm sera préférée. Si la valeur d'absorbance est inférieure à 0,05, une cuve de 2 cm est recommandée. Si nécessaire, corriger les lectures d'absorbance pour les ramener à 1 cm. Corriger l'absorbance de la solution d'essai par l'absorbance de l'essai à blanc.

La partie de la courbe d'absorption convenable pour le mesurage se situe aux environs de 725 nm.

### 7.4 Tracé de la courbe d'étalonnage

Transférer des parties aliquotes convenables (de 0 à 20,0 ml) de solution étalon de phosphore (4.16) dans des béchers de 250 ml.

Ajouter dans l'ordre 0,02 ml d'acide sulfurique (4.6), 1 ml d'acide perchlorique (4.7) et 5 ml d'acide bromhydrique (4.9) et homogénéiser. Chauffer les solutions jusqu'à densités fumées blanches d'acide perchlorique, puis refroidir à température ambiante et ajouter 40 ml d'eau. Transvaser les solutions dans des fioles de 100 ml (5.1), rincer les béchers avec de l'eau, mais en gardant le volume final au-dessous de 60 ml.

Ajouter 10 ml de solution de pyrosulfite de sodium (4.13), pour suivre par la formation puis le mesurage spectrophotométrique du complexe bleu de molybdène comme indiqué en 7.3.4, mais avec le mesurage des absorbances par rapport à de l'eau. Corriger les absorbances par l'absorbance du terme zéro de l'étalonnage et établir la courbe d'étalonnage en portant l'absorbance en fonction de la quantité de phosphore en milligrammes.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul de la teneur en phosphore

La teneur en phosphore, en pourcentage en masse, est calculée avec cinq décimales à l'aide de l'équation :

$$w_p (\%) = \frac{m_2 \times 10 \times 10^{-3}}{m_1} \times 100$$

$$= \frac{m_2}{m_1}$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2);

$m_2$  est la masse de phosphore, en milligrammes, contenue dans la solution d'essai finale en 7.3.4 déterminée à l'aide de la courbe d'étalonnage et corrigée de la valeur du blanc.

### 8.2 Exploitation générale des résultats

#### 8.2.1 Répétabilité et reproductibilité

La fidélité de cette méthode analytique est exprimée par les équations de régression suivantes<sup>1)</sup> :

$$r = 0,024 6 X + 0,003 0$$

$$p = 0,029 9 X + 0,011 2$$

$$\sigma_r = 0,008 9 X + 0,001 1$$

$$\sigma_L = 0,009 1 X + 0,004 0$$

où

$r$  est la tolérance admissible intralaboratoire (répétabilité);

$p$  est la tolérance admissible interlaboratoire (reproductibilité);

$\sigma_r$  est l'écart-type intralaboratoire;

$\sigma_L$  est l'écart-type interlaboratoire;

$X$  est la teneur en phosphore, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour analyse donnée par

— la moyenne arithmétique des valeurs en double calculée à partir des formules intralaboratoires;

— la moyenne arithmétique des résultats finaux (8.2.3) de deux laboratoires, calculée à partir des formules interlaboratoires.

1) Des informations complémentaires sont données aux annexes B et C.

## 8.2.2 Acceptation des valeurs analytiques

Le résultat obtenu pour le matériau de référence certifié doit être tel que la différence entre ce résultat et la valeur certifiée du matériau de référence soit statistiquement non significative. Pour un matériau de référence ayant été analysé par au moins 10 laboratoires avec une (des) méthode(s) comparable(s) en justesse et en précision avec la présente méthode, la formule suivante peut être utilisée pour tester la signification de cette différence :

$$|A_c - A| < 2 \sqrt{\frac{S_{Lc}^2 + \frac{S_{Wc}^2}{n_{Wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}$$

où

$A_c$  est la valeur certifiée;

$A$  est le résultat ou la moyenne des résultats obtenus pour le matériau de référence;

$S_{Lc}$  est l'écart-type interlaboratoire des laboratoires de certification;

$S_{Wc}$  est l'écart-type intralaboratoire des laboratoires de certification;

$n_{Wc}$  est la moyenne du nombre de répétitions dans les laboratoires de certification;

$N_c$  est le nombre de laboratoires de certification;

$n$  est le nombre de déterminations effectuées sur le matériau de référence (dans la majorité des cas,  $n = 1$ );

$\sigma_L$  et  $\sigma_r$  sont tels que définis en 8.2.1.

Si le membre de gauche de la formule est inférieur ou égal au membre de droite, la différence  $|A_c - A|$  est statistiquement non significative. Dans le cas contraire, elle est statistiquement significative.

Lorsque la différence est significative, l'analyse doit être répétée simultanément avec celle de l'échantillon pour analyse. Si la différence est encore significative, la procédure doit être répétée en utilisant un autre matériau de référence certifié du même type de minéral.

Lorsque l'étendue des deux valeurs de l'échantillon pour analyse se situe en dehors de la limite calculée avec l'équation pour  $r$  en 8.2.1, une analyse doit être effectuée en accord avec l'organigramme présenté en annexe A, simultanément avec une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minéral.

L'adoption des résultats de l'échantillon pour analyse doit, dans chaque cas, être conditionnée par l'adoption des résultats relatifs au matériau de référence certifié.

NOTE — La procédure suivante doit être utilisée lorsque les informations concernant le matériau de référence certifié sont incomplètes :

a) si suffisamment de données sont disponibles pour permettre l'estimation de l'écart-type interlaboratoire, supprimer l'expression  $S_{Wc}^2 / n_{Wc}$  et considérer  $S_{Lc}$  comme l'écart-type des moyennes des laboratoires;

b) si la certification n'a été assurée que par un laboratoire ou si les résultats interlaboratoires font défaut, utiliser la formule suivante :

$$|A_c - A| < 2 \sqrt{2 \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}$$

## 8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables pour l'échantillon pour essai calculée à cinq décimales près et arrondie à trois décimales comme suit :

a) lorsque le chiffre de la quatrième décimale est inférieur à 5, il est rejeté et le chiffre de la troisième décimale reste inchangé;

b) lorsque le chiffre de la quatrième décimale est 5 et qu'il y a un chiffre autre que 0 à la cinquième décimale, ou lorsque le chiffre de la quatrième décimale est supérieur à 5, le chiffre de la troisième décimale est majoré d'une unité;

c) lorsque le chiffre de la quatrième décimale est 5 et qu'il n'y a pas d'autre chiffre que 0 à la cinquième décimale, le chiffre 5 est rejeté et le chiffre de la troisième 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 Facteur de conversion en oxyde

$$w_{P_2O_5} (\%) = 2,2914 w_P (\%)$$

## 9 Procès-verbal d'essai

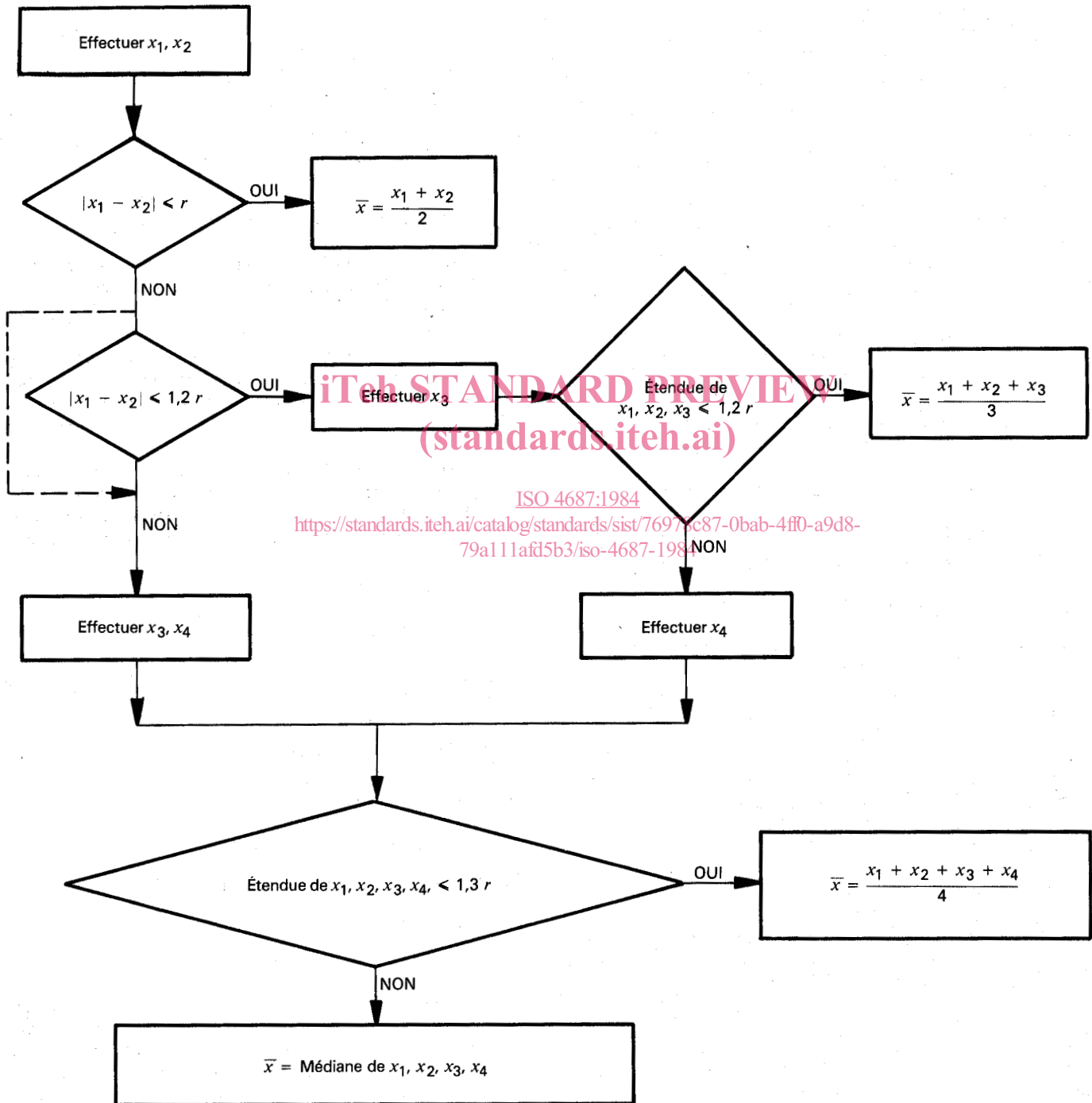
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence à la présente Norme internationale;
- détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- résultat de l'analyse;
- numéro de référence du résultat;
- toute observation faite pendant le dosage, ainsi que toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale, qui pourraient avoir eu une influence sur les résultats, aussi bien pour l'échantillon d'analyse que pour le(s) matériau(x) de référence certifié(s).

### Annexe A

## Plan de procédure pour l'acceptation des données analytiques pour l'échantillon pour analyse

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)



iTech STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)  
 ISO 4687:1984  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76977ec87-0bab-4ff0-a9d8-79a111afd5b3/iso-4687-1984>

r : défini en 8.2.1



## Annexe B

### Origine des équations de répétabilité et de tolérance admissible

(Cette annexe est donnée uniquement à titre d'information et ne fait pas partie intégrante de la Norme.)

Les équations de régression données en 8.2.1 ont été dérivées des résultats d'essais analytiques internationaux effectués en 1970/1971 au moyen de 5 échantillons et ayant impliqué 18 laboratoires de 8 pays. Les résultats de ces essais ont été relatés dans le document ISO/TC 102/SC 2 N 224 F, juin 1971.

La représentation graphique des données de fidélité fait l'objet de l'annexe C.

Les échantillons d'essais ont été les suivants :

Échantillon	Teneur en P [% (m/m)]
Minerai suédois	0,008
Minerai de Krivoj Rog	0,031
Minerai de Palabora	0,059
Sable ferrifère des Philippines	0,114
Aggloméré anglais	0,534

NOTE — L'analyse statistique a été effectuée en accord avec les principes relevant de l'ISO 5725.

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

[ISO 4687:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76978c87-0bab-4ff0-a9d8-79a111afd5b3/iso-4687-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/76978c87-0bab-4ff0-a9d8-79a111afd5b3/iso-4687-1984>