

NORME
INTERNATIONALE

ISO
4687-1

Première édition
1992-04-15

Minerais de fer — Dosage du phosphore —

Partie 1:

Méthode spectrophotométrique au bleu de
molybdène

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Iron ores — Determination of phosphorus content —

Part 1: Molybdenum blue spectrophotometric method
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2c57e9f1-18e7-4a5b-b952-90db2a7917b4/iso-4687-1-1992>



Numéro de référence
ISO 4687-1:1992(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 4687-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 2, *Analyse chimique*.

Cette première édition de l'ISO 4687-1 annule et remplace l'ISO 4687:1984, dont elle constitue une révision technique.

L'ISO 4687 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Minerais de fer — Dosage du phosphore*:

— Partie 1: *Méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène*

La méthode titrimétrique fera l'objet de l'ISO 4687-2 (actuellement ISO 2599:1983).

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 4687. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Minerais de fer — Dosage du phosphore —

Partie 1:

Méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène

iTeh STANDARD PREVIEW

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4687 prescrit une méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène pour le dosage du phosphore dans les minerais de fer.

Cette méthode est applicable à des teneurs en phosphore comprises entre 0,003 % (*m/m*) et 2 % (*m/m*) dans les minerais de fer naturels et les concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés.

La présence d'arsenic, de baryum ou de titane n'affecte pas le résultat.

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 4687. 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 4687 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 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

Fusion de la prise d'essai dans un mélange de carbonate de sodium et de tétraborate de sodium et dissolution du culot de fusion refroidi dans l'acide chlorhydrique.

Traitement d'une partie aliquote avec du sulfite de sodium et de l'acide perchlorique, suivi d'addition de molybdate et de sulfite d'hydrazine, de façon à convertir le phosphate en complexe bleu de molybdène.

Mesure spectrophotométrique de l'absorbance du complexe de bleu de molybdène à une longueur d'onde d'environ 820 nm.

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 Carbonate de sodium (Na_2CO_3), anhydre.

4.2 Tétraborate de sodium ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), anhydre.

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

4.4 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 6$ mol/l.

Déterminer, à température ambiante, la masse volumique de l'acide chlorhydrique (4.3) et, conformément au tableau 1, mesurer le volume approprié dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au volume avec de l'eau, homogénéiser et refroidir. Ajuster à nouveau le volume et re-homogénéiser.

Tableau 1 — Préparation de l'acide chlorhydrique à 6 mol/l

Masse volumique g/ml	Acide chlorhydrique (4.3) nécessaire ml
1,16	575
1,17	535
1,18	500
1,19	470

4.5 Acide perchlorique ρ 1,54 g/ml, solution à 60 % (m/m) ou ρ 1,70 g/ml solution à 72 % (m/m).

4.6 Acide perchlorique $c(\text{HClO}_4) = 3$ mol/l.

Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 250 ml d'eau et ajouter 250 ml d'acide perchlorique à 72 % (m/m) (4.5) ou 325 ml d'acide perchlorique à 60 % (m/m) (4.5), homogénéiser et refroidir. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.7 Sulfite de sodium (Na_2SO_3), solution à 100 g/l.

Cette solution doit être préparée le jour de son utilisation en quantité appropriée pour le nombre d'essais à effectuer.

4.8 Sulfate d'hydrazine ($\text{NH}_2\text{NH}_2\text{H}_2\text{SO}_4$), solution à 2 g/l.

Cette solution doit être préparée le jour de son utilisation

en quantité appropriée pour le nombre d'essais à effectuer.

4.9 Solution matrice.

Transférer 1,6 g de carbonate de sodium (4.1) et 0,8 g de tétraborate de sodium (4.2) dans un bécher de 250 ml et ajouter 40 ml d'eau. Tout en agitant, ajouter avec soin 70 ml d'acide chlorhydrique 6 mol/l (4.4). Chauffer jusqu'à ébullition et maintenir pendant 1 min, refroidir et transférer dans une fiole jaugée de 200 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.10 Heptamolybdate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, solution à 20 g/l.

Dissoudre 20 g d'heptamolybdate d'ammonium dans 500 ml d'eau. Après dissolution, ajouter doucement, tout en mélangeant, 250 ml d'acide perchlorique (4.5) à 72 % (m/m), ou 325 ml d'acide perchlorique à 60 % (m/m) (4.5) et refroidir. Transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec l'eau.

4.11 Phosphore, solution étalon à 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$.

Sécher l'orthophosphate monopotassique (KH_2PO_4) à 110 °C jusqu'à masse constante et refroidir dans un dessiccateur. Dissoudre 0,219 7 g de sel séché dans de l'eau, transférer dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume et homogénéiser. Transférer 25,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume et homogénéiser.

5 Appareillage

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

5.1 Creusets en platine ou en alliage de platine approprié, d'une capacité de 25 ml minimum.

5.2 Four à moufle, pour assurer une température de 1 020 °C.

5.3 Agitateur magnétique avec plaque chauffante.

5.4 Barreaux d'agitation, revêtus de polytétrafluoroéthylène, longueur 10 mm.

5.5 Bain-marie à température d'ébullition.

5.6 Spectrophotomètre, capable de mesurer l'absorbance à une longueur d'onde d'environ 820 nm.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillon de laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour 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 ayant une teneur significative en eau de constitution ou en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 µm.

NOTE 1 Des précisions quant aux teneurs significatives en eau de constitution et en composés oxydables sont données dans l'ISO 7764.

6.2 Préparation de l'échantillon préséché pour analyse

Mélanger soigneusement l'échantillon de laboratoire et, en y prélevant des incréments multiples, constituer un échantillon pour analyse qui soit représentatif de la totalité du contenu du récipient. Sécher l'échantillon pour analyse à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ comme spécifié dans l'ISO 7764 (ceci constitue l'échantillon préséché pour analyse).

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de dosages

Effectuer l'analyse, au moins en double en accord avec l'annexe A indépendamment, sur un échantillon préséché pour analyse.

NOTE 2 L'expression «indépendamment» signifie que le deuxième résultat et tout autre résultat ultérieur n'est pas affecté par le(s) résultat(s) précédent(s). Pour cette méthode d'analyse particulière, cette condition implique que le mode opératoire doit être répété soit par le même opérateur à des moments différents, soit par un opérateur différent. Dans chaque cas un réétalonnage approprié doit être prévu.

7.2 Prise d'essai

En effectuant plusieurs prélèvements, peser, à 0,000 2 g près, environ 0,5 g de l'échantillon préséché pour analyse en accord avec 6.2.

NOTE 3 La prise d'essai doit être prélevée et pesée 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 et dans les mêmes conditions. Un échantillon préséché pour analyse du matériau de réfé-

rence certifié doit être préparé de la manière spécifiée en 6.2.

NOTE 4 Le matériau de référence certifié doit être du même type que l'échantillon à analyser et les propriétés des deux matériaux doivent être assez similaires pour assurer qu'en aucun cas des changements significatifs dans le mode opératoire analytique ne deviennent nécessaires.

Lorsque l'analyse porte simultanément sur plusieurs échantillons, la valeur 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.

Lorsque l'analyse porte sur plusieurs échantillons du même type de minerai, 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

Ajouter 0,80 g de carbonate de sodium (4.1) dans un creuset en platine ou en alliage de platine (5.1). Transférer la prise d'essai pesée (7.2) dans le creuset et bien homogénéiser en utilisant une baguette en platine ou en acier inoxydable. Ajouter 0,4 g de tétraborate de sodium (4.2) et homogénéiser à nouveau en utilisant la baguette en métal. Placer le creuset dans un four à moufle (5.2) porté à $1\ 020\text{ °C}$, et l'y maintenir 30 min.

Retirer le creuset du four et agiter doucement le culot jusqu'à ce qu'il se solidifie. Laisser refroidir.

7.4.2 Préparation de la solution pour essai

Placer un barreau d'agitation (5.4) revêtu de polytétrafluoroéthylène dans le creuset refroidi, puis mettre le creuset sur le côté dans un bêcher de 150 ml forme basse. Ajouter 25 ml d'eau et 35 ml d'acide chlorhydrique (4.4), couvrir avec un verre de montre, placer sur la plaque chauffante avec agitateur magnétique (5.3), et chauffer en agitant jusqu'à dissolution complète du culot.

NOTE 5 Il peut être nécessaire de mettre le creuset en rotation pour s'assurer que la solution atteigne la totalité du culot.

Refroidir la solution, retirer et rincer le creuset et transférer la solution dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume et homogénéiser. Ceci constitue la solution pour essai.

7.4.3 Traitement de la solution d'essai

Avec des échantillons pour essai contenant moins de 0,2 % (m/m) de phosphore, procéder de la manière spécifiée en 7.4.3.1. Avec des échantillons

pour essai contenant plus de 0,2 % (m/m) de phosphore, procéder de la manière spécifiée en 7.4.3.2.

7.4.3.1 Teneurs en phosphore inférieures à 0,2 % (m/m)

Transférer dans deux béchers forme haute de 250 ml, respectivement, une partie aliquote de solution pour essai (7.4.2) et une partie aliquote de solution d'essai à blanc, conformément au tableau 2, puis ajouter dans chaque bécher le volume spécifié de solution matrice (4.9) (voir tableau 2).

Préparer une solution de compensation de fer en transférant dans un bécher, forme haute de 250 ml une partie aliquote correspondante de solution pour essai (7.4.2) et en y ajoutant le volume spécifié de solution matrice (4.9) (voir tableau 2).

7.4.3.2 Teneurs en phosphore supérieures à 0,2 % (m/m)

Préparer une solution d'essai diluée et une solution d'essai à blanc diluée comme suit: transférer dans deux fioles jaugées de 100 ml, respectivement, des parties aliquotes de 10,0 ml de solution pour essai (7.4.2) et de solution pour essai à blanc. Diluer au volume avec la solution matrice (4.9) et homogénéiser.

Transférer dans deux béchers forme haute de 250 ml, respectivement, une partie aliquote de la solution d'essai diluée et une partie aliquote de solution d'essai à blanc diluée, conformément au tableau 2. Ajouter le volume spécifié de solution matrice (4.9) (voir tableau 2).

Tableau 2 — Parties aliquotes de solution d'essai et de solution d'essai diluée

Teneur en phosphore de l'échantillon pour essai % (m/m)	Partie aliquote de solution pour essai (7.4.2) ml	Partie aliquote de solution pour essai diluée (7.4.3.2) ml	Solution matrice (4.9) ml
0,003 à 0,1	20,0		0
0,05 à 0,2	10,0		10,0
0,2 à 1		20,0	0
0,5 à 2		10,0	10,0

NOTE — Le recouvrement des plages de concentration explique que la valeur de teneur obtenue puisse différer de la valeur escomptée. Normalement c'est la première gamme spécifiée dans le tableau qui doit être adoptée.

7.4.4 Mesurage spectrophotométrique

Ajouter à la solution obtenue en 7.4.3.1 ou en 7.4.3.2, 15 ml de solution de sulfite de sodium (4.7). Homogénéiser, couvrir et laisser reposer à tempé-

rature ambiante pendant 2 min. Transférer dans un bain d'eau bouillante (5.5) en immergeant les béchers au ras de la solution, chauffer pendant 10 min et retirer les béchers du bain.

Ajouter des barreaux d'agitation et, en mélangeant après chaque addition, ajouter, excepté à la solution de compensation de fer, 25 ml d'acide perchlorique (4.6), 20 ml d'eau et 10,0 ml de solution d'heptamolybdate d'ammonium (4.10) (voir notes 6 et 7).

NOTES

6 Pour la solution de compensation de fer, augmenter le volume d'acide perchlorique (4.6) de 25 ml à 35 ml, ajouter les 20 ml d'eau, mais omettre l'addition de solution d'heptamolybdate d'ammonium (4.10).

7 Par commodité, une réserve d'acide perchlorique (4.6) et d'eau, prémélangée dans le rapport de 25 ml à 20 ml, peut être préparée en quantité suffisante pour le nombre d'essais requis. Pour les sept essais requis dans une série normale d'étalonnages et d'essais, ajouter 200ml d'acide perchlorique (4.6) à 160 ml d'eau et mélanger soigneusement. Utiliser 45 ml de ce mélange d'eau et d'acide perchlorique dilué à la place des additions séparées spécifiées d'acide perchlorique (4.6) et d'eau.

Ajouter 2,0 ml de solution de sulfate d'hydrazine (4.8), homogénéiser et transférer dans le bain d'eau à la température d'ébullition (5.5), en immergeant le bécher au ras de la solution, et chauffer à la température maximale du bain pendant 20 min. Refroidir au bain-marie, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir note 8).

Mesurer les absorbances des solutions dans des cuves de 10 mm à un pic d'absorbance d'environ 820 nm en utilisant de l'eau comme solution de référence, et corriger la valeur obtenue pour la solution d'essai ou pour la solution d'essai diluée de la valeur obtenue pour l'essai à blanc ou pour l'essai à blanc dilué selon le cas (voir note 9). Si un essai de compensation du fer a été réalisé (voir 7.4.3.1), soustraire la valeur d'absorbance obtenue de l'absorbance corrigée de la solution d'essai.

NOTES

8 La stabilité de la couleur est confirmée pendant au moins 5 h.

9 Si la valeur d'absorbance obtenue pour l'essai à blanc est supérieure à 0,025, utiliser des réactifs de plus grande pureté.

7.4.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

7.4.5.1 Préparation de la solution d'étalonnage de réserve à 5 µg/ml

Transférer 0,8 g de carbonate de sodium (4.1) et 0,4 g de tétraborate de sodium (4.2) dans un bécher

de 250 ml et ajouter 30 ml d'eau. Tout en agitant, ajouter avec précaution 35 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Couvrir, chauffer à ébullition, faire bouillir pendant 1 min et refroidir. Ajouter 25,0 ml de solution étalon de phosphore (4.11), mélanger et transférer dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.4.5.2 Étalonnage

Transvaser dans quatre béchers de 250 ml, forme haute, respectivement 0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml et 20 ml de solution d'étalonnage de phosphore de réserve (7.4.5.1). Ajouter aux trois premiers béchers, respectivement 20,0 ml; 15,0 ml et 10,0 ml de la solution matrice (4.9), puis poursuivre selon la procédure spécifiée en 7.4.4.

Mesurer l'absorbance de chaque solution en utilisant de l'eau comme référence et corriger les valeurs avec la valeur du zéro de la solution de phosphore. Tracer la courbe des absorbances nettes par rapport à la masse de phosphore en microgrammes à trois chiffres significatifs.

NOTE 10 La valeur d'absorbance obtenue pour 100 µg de solution étalon de phosphore est supposée égale à $0,870 \pm 0,03$.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en phosphore

La teneur en phosphore, w_p , en pourcentage en masse, est calculée à six décimales près pour les teneurs inférieures à 0,1 %, à cinq décimales près pour les teneurs comprises entre 0,1 % et 1 % et à quatre décimales près pour les teneurs supérieures à 1 %, en utilisant l'équation suivante:

$$w_p = \frac{m_1 f}{100 m_0 V} \quad \dots (1)$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2);
- m_1 est la masse de phosphore, en microgrammes, de la partie aliquote prélevée en 7.4.3, déterminée sur la courbe d'étalonnage;
- f est le facteur de dilution ($f=10$ pour la solution d'essai diluée spécifiée en 7.4.3.2, autrement $f=1$);
- V est le volume de la partie aliquote prélevée en 7.4.3, en millilitres.

NOTE 11 Si la teneur en arsenic de l'échantillon est supérieure à 100 µg/g et à plus de deux fois la teneur en phosphore, corriger la valeur en phosphore en soustrayant de la teneur en phosphore 1 % de la teneur en arsenic.

8.2 Exploitation générale des résultats

8.2.1 Répétabilité et tolérance admissible

La fidélité de cette méthode analytique est exprimée par les équations de régression suivantes¹⁾:

$$r = 0,020\ 6\ X + 0,000\ 9 \quad \dots (2)$$

$$P = 0,067\ 3\ X - 0,001\ 4$$

(valeur minimale: 0,001 3) ... (3)

$$\sigma_r = 0,007\ 3\ X + 0,000\ 3 \quad \dots (4)$$

$$\sigma_L = 0,023\ 2\ X - 0,000\ 6$$

(valeur minimale: 0,000 4) ... (5)

où

X est la teneur en phosphore, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon préséché pour essai, calculée

— à partir des équations intralaboratoires (2) et (4): moyenne arithmétique des valeurs en double,

— à partir des équations interlaboratoires (3) et (5): moyenne arithmétique des résultats finals (8.2.3) des deux laboratoires;

r est la tolérance admissible intralaboratoire (répétabilité);

P est la tolérance admissible interlaboratoire;

σ_r est l'écart-type intralaboratoire;

σ_L est l'écart-type interlaboratoire.

NOTE 12 Les valeurs minimales sont les valeurs réelles de fidélité obtenues dans le circuit international interlaboratoire sur des échantillons d'essai de la plus faible concentration. Ces valeurs sont à respecter lorsque l'application de l'équation de régression linéaire donne des valeurs de fidélité négatives à de très faibles niveaux de concentration.

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 maté-

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

riau de référence ayant été analysé par au moins 10 laboratoires avec une (ou des) méthode(s) comparable(s), en justesse et fidélité, avec la présente méthode, la formule suivante peut être utilisée pour tester la signification de cette différence:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{\frac{s_{Lc}^2 + \frac{s_{Wc}^2}{n_{Wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots (6)$$

où

- A_c est la valeur certifiée;
- A est le résultat ou la moyenne des résultats obtenus pour le matériau de référence certifié;
- 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 dosages multiples dans les laboratoires de certification;
- N_c est le nombre de laboratoires de certification;
- n est le nombre de dosages effectués sur le matériau de référence certifié (dans la majorité des cas, $n = 1$);
- σ_L et σ_r sont tels que définis en 8.2.1.

Si la condition (6) est satisfaite, c'est-à-dire si le membre gauche de l'inégalité est inférieur ou égal au membre droit, alors 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 en même temps qu'une analyse de l'échantillon pour essai. Si la différence est encore significative, la procédure doit être répétée sur un autre matériau de référence certifié du même type de minéral.

Lorsque l'étendue entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon pour analyse se situe en dehors de la limite calculée avec l'équation (2), pour r (voir 8.2.1), une ou plusieurs analyses supplémentaires doivent être effectuées suivant le schéma de principe présenté en annexe A, en même temps qu'une analyse du matériau de référence certifié du même type de minéral.

L'acceptation des résultats de l'échantillon pour analyse doit, dans chaque cas, être conditionnée

par l'acceptation des résultats relatifs au matériau de référence certifié.

NOTE 13 La procédure suivante doit être utilisée lorsque les informations concernant le matériau de référence certifié sont incomplètes:

- si l'on ne dispose pas de suffisamment de données pour estimer l'écart-type interlaboratoire, supprimer l'expression s_{Wc}^2/n_{Wc} et considérer s_{Lc} comme l'écart-type des moyennes des laboratoires;
- si la certification n'a été assurée que par un seul laboratoire ou si les résultats interlaboratoires font défaut, il est recommandé de ne pas utiliser ce matériau dans l'application de la norme. Dans le cas où son emploi est inévitable, utiliser la formule

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots (7)$$

8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables déterminées sur l'échantillon pour analyse ou par ailleurs, selon les opérations spécifiées en annexe A. Il est calculé à six décimales près pour des teneurs en phosphore inférieures à 0,1 % (m/m), à cinq décimales près pour les teneurs comprises entre 0,1 % et 1 % (m/m) et à quatre décimales près pour les teneurs en phosphore supérieures à 1 % (m/m).

Pour les teneurs en phosphore inférieures à 0,1 % (m/m), la valeur calculée à six décimales près est arrondie à la quatrième décimale comme suit.

- Lorsque le chiffre de la cinquième décimale est inférieur à 5, il est rejeté et le chiffre de la quatrième décimale reste inchangé;
- Lorsque le chiffre de la cinquième décimale est 5 et qu'il est suivi d'un chiffre autre que 0, ou si le chiffre de la cinquième décimale est supérieur à 5, le chiffre de la quatrième décimale est majoré d'une unité.
- Lorsque le chiffre de la cinquième décimale est 5 et qu'il est suivi d'un 0, le chiffre 5 est rejeté et le chiffre de la quatrième 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.

De la même manière, le rang des décimales étant réduit d'une unité, les valeurs des teneurs en phosphore comprises entre 0,1 % (m/m) et 1 % (m/m) sont arrondies à trois décimales. À nouveau, de la même manière, le rang des décimales étant réduit de deux unités, les valeurs des teneurs en phosphore supérieures à 1 % (m/m) sont arrondies à deux décimales.

8.3 Facteur de conversion en oxyde

Le facteur de conversion en oxyde est donné par l'équation suivante:

$$w_{P_2O_5}(\%) = 2,291w_P(\%)$$

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) nom et adresse du laboratoire d'essai;
- b) date d'émission du rapport d'essai;

- c) référence à la présente partie de l'ISO 4687;
- d) détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- e) résultat de l'analyse;
- f) numéro de référence du résultat;
- g) tous les détails notés pendant le dosage, ainsi que toutes les opérations non spécifiées dans la présente partie de l'ISO 4687, susceptibles d'avoir eu une influence sur le résultat, aussi bien pour l'échantillon pour analyse que pour le(s) matériau(x) de référence certifié(s).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4687-1:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c52a9f1-18e3-4eeb-b952-90db2a7917b4/iso-4687-1-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c52a9f1-18e3-4eeb-b952-90db2a7917b4/iso-4687-1-1992>