

---

# Norme internationale



# 4689

---

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

---

## Minerais de fer — Dosage du soufre — Méthode gravimétrique au sulfate de baryum

*Iron ores — Determination of sulfur content — Barium sulfate gravimetric method*

Première édition — 1986-10-01

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4689:1986](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5d15ad2-39eb-4423-ade0-cb3e7c2667f8/iso-4689-1986>

---

CDU 553.31 : 543.21 : 546.22

Réf. n° : ISO 4689-1986 (F)

Descripteurs : minéral, minerai de fer, analyse chimique, dosage, soufre, méthode gravimétrique, sulfate de baryum.

## 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4689 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5d15ad2-39eb-4423-ade0-ch3e7c26678/iso-4689-1986>

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Minerais de fer — Dosage du soufre — Méthode gravimétrique au sulfate de baryum

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du soufre dans les minerais de fer par gravimétrie au sulfate de baryum.

Cette méthode est applicable aux minerais de fer naturels, aux concentrés et aux agglomérés, y compris aux produits frittés, dont la teneur en soufre varie entre 0,01 et 1,0 % (*m/m*).

## 2 Références

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

ISO 3082, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements et préparation des échantillons — Méthode mécanique.*

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

ISO 7764, *Minerais de fer — Préparation des échantillons pré-séchés pour analyse chimique.*

## 3 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai par attaque avec du chlorate de potassium et les acides chlorhydrique et nitrique, et évaporation à sec. Dissolution des sels dans l'acide chlorhydrique et filtration du résidu insoluble. Élimination de la majeure partie du fer du filtrat par extraction à la méthylisobutylcétone.

Calcination du résidu insoluble et élimination du dioxyde de silicium par évaporation avec les acides fluorhydrique et nitrique. Fusion du résidu au carbonate de sodium, puis lixiviation et filtration. Acidification du filtrat et combinaison avec la solution principale.

Réduction du fer subsistant à l'état bivalent, ajustage du pH acide et addition de la solution de chlorure de baryum. Filtration du sulfate de baryum et dosage gravimétrique.

## 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 Chlorate de potassium** ( $\text{KClO}_3$ ), en poudre.

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

**4.3 Zinc.**

Utiliser le zinc ayant la plus basse teneur possible en soufre et une granulométrie de 1 à 3 mm.

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

**4.5 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 à 1,19 g/ml, dilué à 2 + 1.

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

**4.7 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 à 1,19 g/ml, dilué à 2 + 100.

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

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

**4.10 Mélange d'acides**, acide chlorhydrique (4.4) + acide nitrique (4.8), 4 + 1.

NOTE — Ne pas conserver ce mélange, mais le préparer juste avant l'emploi.

**4.11 Chlorure de baryum** ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de chlorure de baryum cristallisé dihydraté ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 1 litre d'eau, couvrir et porter à ébullition. Maintenir au bain-marie pendant au moins 2 h et laisser refroidir.

1) Actuellement au stade de projet.

dir une nuit à température ambiante. Conserver la solution dans un flacon en matière plastique et avant chaque emploi, filtrer le volume désiré sur un papier filtre à texture serrée.

**4.12 Solution de lavage à l'acide chlorhydrique**, contenant du chlorure de baryum.

Filtrer 10 ml de solution de chlorure de baryum (4.11) sur un papier filtre à texture serrée et diluer à 1 000 ml avec la solution d'acide chlorhydrique (4.7).

**4.13 Solution de nitrate de sodium (NaNO<sub>3</sub>)**, solution saturée.

**4.14 Carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)**, solution à 20 g/l.

Conserver dans un flacon en matière plastique.

**4.15 Thiocyanate d'ammonium (NH<sub>4</sub>SCN)**, solution à 100 g/l.

**4.16 Nitrate d'argent**, solution à 20 g/l.

**4.17 Orange de méthyle**, solution à 0,1 g/100 ml.

Dissoudre 0,10 g d'orange de méthyle dans 100 ml d'eau.

**4.18 Méthylisobutylcétone (Méthyl-4 pentanone-2)** [CH<sub>3</sub>COCH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>].

Traiter comme suit avant usage : transvaser 200 ml de méthylisobutylcétone et 100 ml d'acide chlorhydrique (4.6) dans une ampoule à décanter de 500 ml; agiter soigneusement pendant environ 1 min. Laisser les phases décanter et jeter la phase aqueuse inférieure.

**5 Appareillage**

Matériel courant de laboratoire.

**6 Échantillonnage et échantillons**

**6.1 Échantillons pour laboratoire**

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire de granulométrie inférieure à 100 µm, prélevé conformément à l'ISO 3081 ou à 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.

**6.2 Préparation des échantillons préséchés pour analyse**

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour 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**

**7.1 Nombre de déterminations**

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

NOTE — L'expression « indépendamment » signifie que le second et tout 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 de la procédure doit être effectuée soit par le même opérateur à des temps différents, soit par un autre opérateur, en incluant dans chaque cas un réétalonnage approprié.

**7.2 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 6.2.

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.

**7.3 Prise d'essai**

En prélevant plusieurs incréments, peser à 0,000 2 g près, la quantité de l'échantillon préséché pour analyse (6.2) spécifiée dans le tableau.

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

**Tableau — Masse de la prise d'essai et volume du mélange du mélange d'acides (4.10) nécessaire pour la mise en solution**

Teneur en soufre, w <sub>S</sub> % (m/m)	Masse de la prise d'essai g	Volume du mélange d'acides ml
0,01 < w <sub>S</sub> < 0,1	5,0	70
0,1 < w <sub>S</sub> < 0,5	2,0	40
0,5 < w <sub>S</sub> < 1,0	1,0	25

## 7.4 Dosage

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

Placer la prise d'essai (7.3) dans un bécher de 500 ml, ajouter 1 g de chlorate de potassium (4.1) et 3 à 4 ml d'eau. Homogénéiser soigneusement.

Ajouter, selon le tableau, le volume requis du mélange d'acides (4.10) et chauffer doucement jusqu'à mise en solution de la prise d'essai. Évaporer la solution à sec sur une plaque chauffante à environ 150 °C, refroidir et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Évaporer à nouveau à sec en continuant à chauffer à environ 110 °C pendant 30 min. Refroidir, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.6) et chauffer pour dissoudre les sels solubles.

NOTE — Les échantillons non dissous en 1 à 2 h par la procédure ci-dessus doivent être digérés pendant une période prolongée à chaud.

Ajouter 25 ml d'eau et porter à ébullition pendant environ 5 min. Filtrer la solution sur un papier à texture serrée, recueillir le filtrat dans un bécher de 500 ml. Laver le papier et le résidu avec de l'acide chlorhydrique chaud (4.7) jusqu'à ce qu'on ne puisse plus détecter, dans les eaux de lavage, d'ion fer(III) par vérification d'une petite prise avec la solution de thiocyanate d'ammonium (4.15). Mettre de côté le filtrat et les eaux de lavage. Transvaser le papier filtre contenant le résidu dans un creuset en platine.

### 7.4.2 Extraction de la totalité du fer

Faire évaporer le filtrat et les eaux de lavage (7.4.1) à environ 10 ml. Refroidir et transvaser la solution dans une ampoule à décanter de 200 ml, en utilisant au total 50 ml d'acide chlorhydrique (4.5) en plusieurs fois pour rincer le bécher. Ajouter 50 ml de méthylisobutylcétone (4.18) et agiter soigneusement pendant environ 1 min. Laisser les phases décanter, puis laisser s'écouler la phase aqueuse inférieure dans une seconde ampoule à décanter de 200 ml. Laver la phase organique en ajoutant 10 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et agiter pendant environ 30 s. Laisser décanter, puis combiner la phase aqueuse avec la première. Répéter le lavage de la phase organique avec encore 10 ml d'acide chlorhydrique (4.5). Combiner les solutions aqueuses et jeter la phase organique.

Ajouter 50 ml de méthylisobutylcétone (4.18) dans l'ampoule à décanter contenant la solution aqueuse et agiter soigneusement pendant environ 1 min. Laisser décanter, puis laisser s'écouler la couche aqueuse inférieure dans un bécher de 500 ml. Laver la phase organique en l'extrayant deux fois avec 10 ml d'acide chlorhydrique (4.5) et transvaser les eaux de lavage dans le bécher. Faire évaporer les solutions aqueuses combinées presque jusqu'à sécheresse.

Ajouter 10 ml de mélange d'acides (4.10) aux sels et évaporer à sec pour décomposer la matière organique. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et évaporer à sec sur une plaque chauffante à environ 150 °C. Ajouter encore 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et évaporer à sec en continuant à chauffer à 110 °C pendant environ 30 min. Refroidir, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et 30 ml d'eau pour mettre les sels en solution et mettre de côté, ce qui constitue la solution principale.

### 7.4.3 Reprise du résidu

Humecter le papier filtre contenant le résidu obtenu en 7.4.1 avec 1 ou 2 gouttes de solution de nitrate de sodium (4.13), chauffer doucement le creuset pour réduire en cendres le papier, puis calciner à une température de 800 à 850 °C. Laisser le creuset refroidir et humecter le résidu calciné de quelques gouttes d'acide nitrique (4.8). Ajouter environ 5 ml d'acide fluorhydrique (4.9) et chauffer doucement jusqu'à sécheresse pour éliminer la silice et l'acide nitrique.

NOTE — Pour des teneurs élevées en dioxyde de silicium, on peut répéter le traitement d'élimination de la silice une deuxième fois avec 5 ml d'acide fluorhydrique (4.9).

Laisser refroidir le creuset, ajouter 3 g de carbonate de sodium (4.2) et faire fondre le résidu à environ 1 000 °C pendant 15 min. Placer le creuset refroidi dans un bécher de 300 ml, ajouter environ 100 ml d'eau chaude et chauffer pour mettre en solution le culot de fusion. Enlever le creuset et rincer à l'eau.

Filtrer la solution sur un papier filtre à texture serrée et recueillir le filtrat dans un bécher de 300 ml. Laver le papier filtre plusieurs fois avec la solution de carbonate de sodium (4.14) et jeter le résidu. Ajouter 0,5 ml de solution d'indicateur à l'orange de méthyle (4.17) au filtrat et aux eaux de lavage, et neutraliser la solution par addition d'acide chlorhydrique (4.6) en petites quantités tout en agitant. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.6) en excès et combiner cette solution avec la solution principale de 7.4.2.

### ISO 4689:1986 7.4.4 Précipitation du sulfate de baryum

Couvrir d'un verre de montre le bécher contenant la solution combinée et chauffer pour évaporer la solution à 25 ml. Laisser refroidir, ajouter 3 ml d'acide chlorhydrique (4.6) et 50 ml d'eau, et chauffer pour mettre en solution les sels solubles. Chauffer au bain-marie à 60 — 70 °C et ajouter 1,0 g de zinc (4.3) pour réduire le fer trivalent restant en fer bivalent. Immédiatement après dissolution complète du zinc, filtrer la solution sur un papier filtre à texture serrée et recueillir le filtrat dans un bécher de forme haute de 300 ml. Laver le papier et le résidu avec de l'acide chlorhydrique (4.7) jusqu'à ce que le volume de filtrat soit d'environ 120 ml, puis jeter le résidu.

Chauffer la solution à 60 — 70 °C, puis, tout en agitant, ajouter doucement 5 ml de solution de chlorure de baryum (4.11) à l'aide d'une burette. Continuer à agiter pendant encore 5 min, puis couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer la solution au bain-marie à 60 — 70 °C pendant environ 2 h. Laisser la solution refroidir à température ambiante pendant une nuit.

Recueillir le précipité de sulfate de baryum sur un papier filtre à texture serrée.

NOTE — On peut, si nécessaire, utiliser une petite quantité de pulpe filtrante pour empêcher le précipité de passer à travers le filtre.

Laver le bécher une première fois avec la solution de lavage à l'acide chlorhydrique contenant du chlorure de baryum (4.12) et, à l'aide d'une tige en verre à embout de caoutchouc, enlever le précipité collant aux parois du bécher pour le transvaser sur le papier filtre à l'aide de la solution de lavage à l'acide chlorhy-

drique contenant du chlorure de baryum (4.12). Laver le bécher plusieurs fois avec la même solution et laver le précipité sur le papier filtre à l'eau chaude jusqu'à ce qu'on ne détecte plus d'ion chlorure dans les eaux de lavage à la vérification avec la solution de nitrate d'argent (4.16).

**7.4.5 Pesée**

Placer le papier et le précipité de 7.4.4 dans un creuset en platine taré. Sécher et réduire le papier en cendres à basse température, puis calciner soigneusement d'abord à environ 500 °C pendant 20 min, puis à environ 800 °C pendant la même période. Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser le sulfate de baryum. Répéter la calcination à 800 °C jusqu'à masse constante à 0,000 1 g près.

**8 Expression des résultats**

**8.1 Calcul de la teneur en soufre**

La teneur en soufre,  $w_S$ , en pourcentage en masse, est calculée avec cinq décimales à l'aide de l'équation

$$w_S (\%) = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0,137\,4 \times 100}{m_5}$$

$$= \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 13,74}{m_5} \quad \dots (1)$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset en platine contenant le sulfate de baryum de la prise d'essai;

$m_2$  est la tare, en grammes, du creuset en platine utilisé pour le dosage;

$m_3$  est la masse, en grammes, du creuset en platine utilisé pour l'essai à blanc;

$m_4$  est la tare, en grammes, du creuset en platine utilisé pour l'essai à blanc;

$m_5$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.3);

0,137 4 est le rapport en masse du soufre dans le sulfate de baryum.

**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 suivantes<sup>1)</sup>:

$$r = 0,026 X + 0,004 \quad \dots (2)$$

$$P = 0,027 X + 0,006 \quad \dots (3)$$

$$\sigma_r = 0,009 X + 0,002 \quad \dots (4)$$

$$\sigma_L = 0,007 X + 0,002 \quad \dots (5)$$

où

$X$  est la teneur en soufre, en pourcentage en masse, de l'échantillon préséché pour essai, donné par

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

— la moyenne arithmétique des résultats finals (8.2.3) de deux laboratoires, calculée à partir des équations interlaboratoires (3,5);

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

$P$  est la tolérance admissible interlaboratoire;

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

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

**8.2.2 Acceptation des résultats d'analyse**

Le résultat obtenu sur 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 certifié analysé par au moins 10 laboratoires utilisant une ou plusieurs méthodes comparables à la présente du point de vue de la précision et de la fidélité, on peut utiliser la formule suivante pour tester cette différence:

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

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 le nombre moyen de dosages répétés dans les laboratoires de certification;

$N_c$  est le nombre de laboratoires de certification;

$n$  est le nombre de dosages répétés sur l'échantillon de référence (dans la plupart des cas,  $n = 1$ );

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

Si la condition (6) est satisfaite, à savoir 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.

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

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, on doit répéter le mode opératoire sur un matériau de référence certifié différent, du même type de minéral.

Lorsque l'intervalle entre deux valeurs de l'échantillon pour essai est en dehors de la limite pour  $r$  calculée à l'aide de l'équation de 8.2.1, un ou plusieurs essais supplémentaires doivent être effectués suivant l'organigramme présenté dans l'annexe A, en même temps qu'une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minéral.

L'acceptation des résultats obtenus sur l'échantillon d'essai est dans chaque cas subordonnée à l'acceptation des résultats obtenus sur le matériau de référence certifié.

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

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

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

### 8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables pour l'échantillon pour essai, ou déterminée autrement, par les opérations spécifiées dans l'annexe A, calculée à cinq décimales près et arrondie à la troisième décimale 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 lorsqu'il 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.

## 9 Procès-verbal d'essai

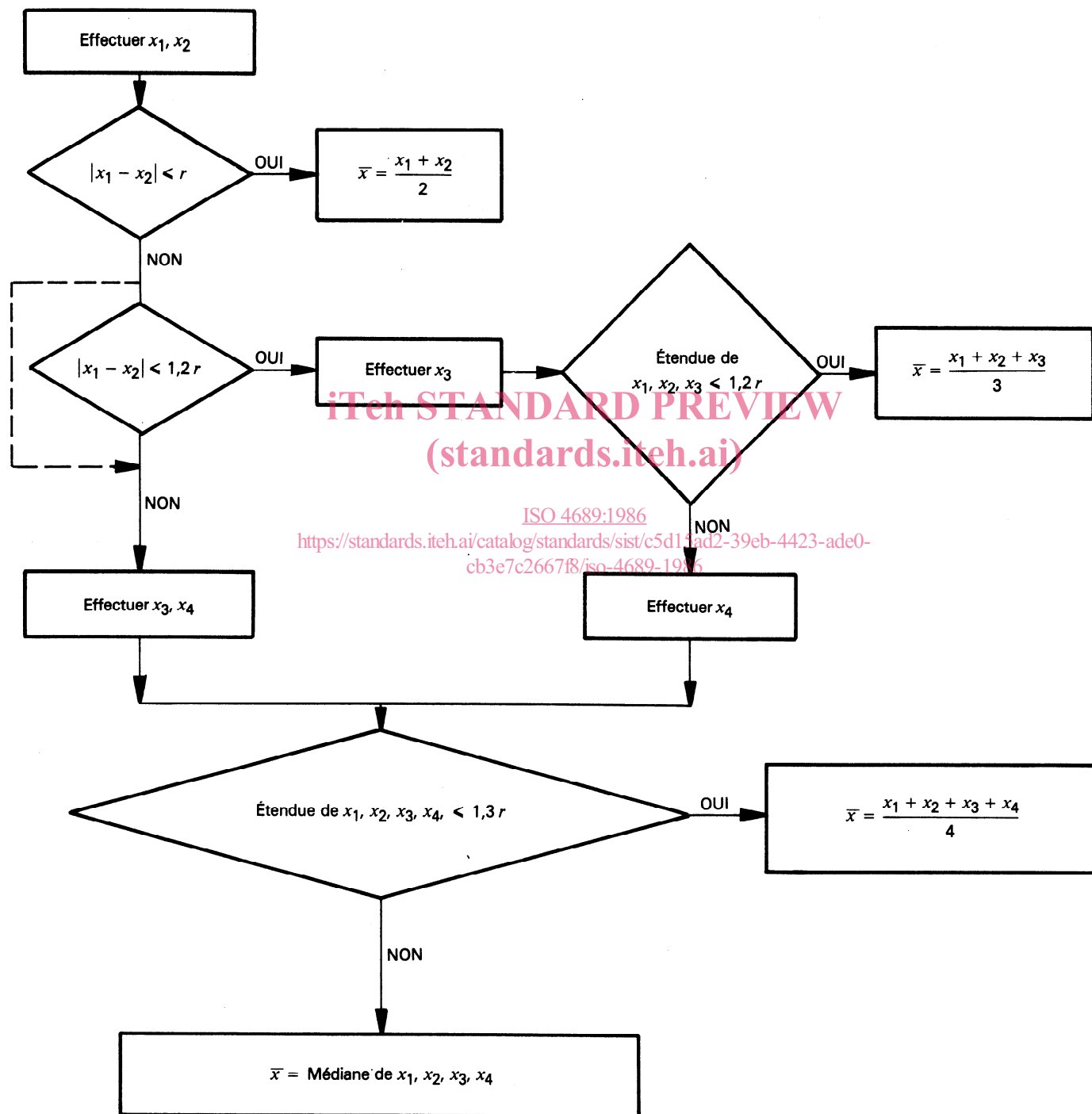
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- 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

## Organigramme de procédure pour l'acceptation des données analytiques pour l'échantillon pour essai

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)



r: défini en 8.2.1.



## Annexe B

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

(Cette annexe, donnée uniquement à titre d'information, ne fait pas partie intégrante de la norme.)

Les équations de régression données en 8.2.1 résultent des résultats d'essais analytiques internationaux, effectués en 1974/1975, au moyen de cinq échantillons de minerai et concernant 23 laboratoires de six pays.

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

Les échantillons utilisés étaient les suivants:

Échantillon	Teneur en soufre [% (m/m)]
Nimba	0,006
Kiruna D	0,019
Rompin	0,078
Texada	0,255
Cendres de pyrite (Purpurez)	0,534

#### NOTES

- 1 Un rapport des essais internationaux et une analyse statistique des résultats (Document ISO/TC 102/SC 2 N 440 E, avril 1976) sont disponibles au secrétariat de l'ISO/TC 102/SC 2 ou de l'ISO/TC 102.
- 2 L'analyse statistique a été effectuée en accord avec les principes spécifiés dans l'ISO 5725.

ISO 4689:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c5d15ad2-39eb-4423-ade0-cb3e7c2667f8/iso-4689-1986>