

---

# Norme internationale



# 4691

---

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

---

## Minerais de fer — Dosage du titane — Méthode spectrophotométrique au diantipyrylméthane

*Iron ores — Determination of titanium content — Diantipyrylmethane spectrophotometric method*

Première édition — 1985-12-15

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4691:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/40eb3b41-6589-4479-badf-538f3201236f/iso-4691-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/40eb3b41-6589-4479-badf-538f3201236f/iso-4691-1985>

---

CDU 553.31 : 543.42 : 546.82

Réf. n° : ISO 4691-1985 (F)

Descripteurs : minéral, minerai de fer, analyse chimique, dosage, titane, méthode 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 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 4691 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*.

[ISO 4691:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/41-6589-4479-badf/iso-4691-1985)

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 titane — Méthode spectrophotométrique au diantipyrylméthane

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du titane par spectrophotométrie au diantipyrylméthane dans les minerais de fer.

La méthode est applicable aux minerais de fer naturels, aux concentrés et aux agglomérés, y compris les produits frittés, dont les teneurs en titane sont comprises entre 0,01 et 6,0 % (m/m).

## 2 Références

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*

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

ISO 3081, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle*.<sup>1)</sup>

ISO 3082, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements et préparation des échantillons — Méthode mécanique*.<sup>2)</sup>

ISO 3083, *Minerais de fer — Préparation des échantillons — Méthode manuelle*.<sup>3)</sup>

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

## 3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai, soit

a) par attaque par les acides sulfurique, nitrique et chlorhydrique, filtration et calcination du résidu, suivies d'une attaque par les acides sulfurique et fluorhydrique et fusion avec le pyrosulfate de potassium. Dissolution du culot de fusion dans la solution principale, soit

b) par frittage au peroxyde de sodium, suivi d'une attaque par les acides sulfurique et chlorhydrique, filtration et calcination du résidu, suivies d'une attaque par les acides sulfurique et fluorhydrique et fusion avec le pyrosulfate de potassium. Dissolution du culot de fusion dans la solution principale, soit

c) par fusion avec le mélange carbonate de sodium/tétra-borate de sodium, suivie d'une attaque par l'acide chlorhydrique. N'est pas applicable aux échantillons contenant plus de 8 % (m/m) de silicium.

Réduction du fer par l'acide ascorbique. Développement de la couleur avec le diantipyrylméthane et mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde aux environs de 385 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 **Pyrosulfate de potassium** ( $K_2S_2O_7$ ).

4.2 **Peroxyde de sodium** ( $Na_2O_2$ ), en poudre fine.

4.3 **Tétraborate de sodium anhydre** ( $Na_2B_4O_7$ ), d'abord séché entre 60 et 70 °C, puis à 160 °C, puis finalement calciné à 400 °C.

4.4 **Carbonate de sodium, anhydre** ( $Na_2CO_3$ ).

4.5 **Mélange pour fusion**: 1 partie en masse de tétraborate de sodium (4.3) mélangé à 1 partie en masse de carbonate de sodium (4.4). Conserver en récipient fermé.

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

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

4.8 **Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 à 1,19 g/ml, dilué 1 + 4.

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

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

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

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 3081-1973).

2) Actuellement au stade de projet.

3) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 3083-1973.)

**4.12 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml, dilué 1 + 9.

**4.13 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml, dilué 2 + 98.

**4.14 Diantipyrilméthane**, solution à 15 g/l.

Dissoudre 15 g de diantipyrilméthane monohydraté ( $C_{23}H_{24}O_2N_4 \cdot H_2O$ ) dans environ 300 ml d'eau et 30 ml d'acide sulfurique (4.11) et diluer à 1 litre avec de l'eau. Si un résidu subsiste dans la solution, le filtrer et conserver la solution dans une bouteille en verre brun.

**4.15 Acide ascorbique**, solution à 100 g/l.

Cette solution doit être fraîchement préparée.

**4.16 Sulfate d'ammonium et de fer(III)**, solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de sulfate d'ammonium et de fer(III) dans 500 ml d'eau acidifiée avec 5 ml d'acide sulfurique (4.11). Diluer à 1 litre avec de l'eau et mélanger.

**4.17 Titane**, solution étalon mère correspondant à 0,1 g de Ti par litre.

Peser 0,167 g de  $TiO_2$  préalablement calciné entre 900 et 950 °C pendant environ 40 min dans un creuset de platine et faire fondre avec 3 à 4 g de pyrosulfate de potassium (4.1) à une température de 650 à 700 °C jusqu'à ce qu'un culot de fusion clair soit obtenu. Après refroidissement, placer le creuset dans un bécher de 100 ml, ajouter 50 à 60 ml d'acide sulfurique (4.12) et dissoudre par un chauffage modéré le culot refroidi. Après lavage du creuset en platine par l'acide sulfurique (4.12), transférer la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'acide sulfurique (4.12) et mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de Ti.

**4.18 Titane**, solution étalon correspondant à 20 mg de Ti par litre.

Pipetter une partie aliquote de 50 ml de la solution étalon de titane (4.17) dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'acide sulfurique (4.12) et mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 0,02 mg de titane.

## 5 Appareillage

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

**Spectrophotomètre**, approprié pour le mesurage de l'absorbance à une longueur d'onde de 385 nm, ainsi que des cuves de 10 mm d'épaisseur.

## 6 Échantillonnage et échantillons

### 6.1 Échantillons pour laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire, de granulométrie inférieure à 100  $\mu$ m prélevé conformément à

l'ISO 3081 ou à l'ISO 3082 et préparé conformément à l'ISO 3082 ou à l'ISO 3083. Dans le cas de minerais avec des teneurs significatives en eau de constitution ou de composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160  $\mu$ m.

NOTE — Des indications quant aux teneurs significatives en eau de constitution ou en composés oxydables sont incluses dans l'ISO 7764.

### 6.2 Préparation des échantillons préséchés pour analyse

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire, y prélever un échantillon pour essai, de manière qu'il représente la totalité du contenu du récipient. Sécher l'échantillon pour essai à  $105 \pm 2$  °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

Avec chaque série, 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 du(des) échantillon(s) dans les mêmes conditions. 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 semblables 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 utilisés proviennent des mêmes flacons de réactifs.

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

### 7.3 Prise d'essai

En prélevant plusieurs incréments, peser à 0,000 1 g près, environ la quantité d'échantillon préséché pour essai (6.2) spécifiée dans le tableau 1.

Tableau 1

Teneur en Ti, $w_{Ti}$ % (m/m)	Masse de la prise d'essai g	Partie aliquote (7.4.2) ml
0,01 < $w_{Ti}$ < 0,1	0,5	30,0
0,1 < $w_{Ti}$ < 0,3	0,5	20,0
0,3 < $w_{Ti}$ < 1,0	0,5	5,0
1,0 < $w_{Ti}$ < 6,0	0,13	5,0

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

## 7.4 Dosage

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

Si la mise en solution se fait par attaque acide, procéder comme indiqué en 7.4.1.1, si la mise en solution se fait par frittage alcalin, procéder comme indiqué en 7.4.1.2, et si elle se fait par fusion, procéder comme indiqué en 7.4.1.3.

#### 7.4.1.1 Attaque acide

Introduire la prise d'essai (7.3) dans un bécher de 300 ml, humecter avec quelques gouttes d'eau, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (4.6), couvrir avec un verre de montre et chauffer doucement pour décomposer. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.9) et 10 ml d'acide sulfurique (4.11), retirer le verre de montre, chauffer avec précaution jusqu'à fumées blanches denses, et poursuivre le chauffage pendant environ 10 min. Laisser le bécher refroidir, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.7) et environ 50 ml d'eau, et chauffer pour dissoudre les sels solubles.

Filtrer la solution au travers d'un papier filtre à texture moyenne, gratter la paroi du bécher avec une baguette en verre à embout de caoutchouc et transférer le résidu sur le papier filtre. Laver le résidu deux ou trois fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 300 ml et conserver comme solution principale.

Placer le papier filtre et le résidu dans un creuset en platine, sécher, carboniser, brûler et refroidir. Humecter le résidu dans le creuset avec de l'acide sulfurique (4.11), ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique (4.10) et chauffer doucement pour chasser l'acide sulfurique et le tétrafluorure de silicium. Laisser le creuset refroidir, ajouter environ 2 g de pyrosulfate de potassium (4.1), couvrir avec un couvercle en platine, et chauffer d'abord doucement, puis enfin à chauffage rouge terne pour faire fondre le résidu.

NOTE — Si nécessaire pour obtenir une fusion complète, la quantité de pyrosulfate de potassium peut être portée à 5 g.

Après refroidissement, transférer le creuset et le couvercle dans le bécher de 300 ml contenant la solution principale, chauffer pour dissoudre le culot refroidi et retirer le creuset et le couvercle après les avoir lavés avec de l'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume et mélanger.

#### 7.4.1.2 Frittage alcalin

Placer la prise d'essai dans un creuset en nickel, ajouter 3 g de peroxyde de sodium (4.2), bien mélanger à l'aide d'une spatule en nickel ou en platine et tasser le mélange. Placer et maintenir le creuset pendant 1 à 2 min à l'entrée d'un four à moufle dont la température est réglée à  $400 \pm 20$  °C, puis à l'intérieur de ce même four pendant environ 1 h pour réaliser le frittage. Retirer le creuset du four et refroidir. Transvaser la masse frittée dans un bécher de 300 ml, couvrir le bécher avec un verre de montre et ajouter environ 30 ml d'eau.

NOTE — Si le volume de l'eau ajoutée est insuffisant, des soubresauts peuvent se produire lors du chauffage ultérieur. Par mesure de précaution, le volume peut être augmenté jusqu'à 100 ml.

Rincer le creuset tout d'abord avec de l'eau, puis immédiatement avec de l'acide chlorhydrique (4.8) et ajouter les liquides de lavage à la masse dans le bécher. Acidifier doucement avec 30 ml d'acide chlorhydrique (4.6), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement la solution pour décomposer l'excès de peroxyde. Retirer le verre de montre, ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.11), chauffer avec précaution jusqu'à fumées blanches denses, et poursuivre le chauffage pendant environ 10 min. Laisser le bécher refroidir, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.7) et environ 50 ml d'eau et chauffer pour dissoudre les sels solubles.

Filtrer la solution au travers d'un papier filtre à texture moyenne, gratter la paroi du bécher avec une baguette en verre à embout de caoutchouc et transférer le résidu sur le papier filtre. Laver le résidu deux ou trois fois avec de l'acide sulfurique (4.13) chaud et deux ou trois fois avec de l'eau chaude. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 300 ml et conserver comme solution principale.

Placer le papier filtre et le résidu dans un creuset en platine, sécher, carboniser, brûler et refroidir. Humecter le résidu dans le creuset avec de l'acide sulfurique (4.11), ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique (4.10) et chauffer doucement pour chasser l'acide sulfurique et le tétrafluorure de silicium. Laisser le creuset refroidir, ajouter environ 2 g de pyrosulfate de potassium (4.1), couvrir avec un couvercle en platine, et chauffer d'abord doucement, puis enfin à chauffage rouge terne pour faire fondre le résidu.

NOTE — Si nécessaire pour obtenir une fusion complète, la quantité de pyrosulfate de potassium peut être portée à 5 g.

Après refroidissement, transférer le creuset et le couvercle dans le bécher de 300 ml contenant la solution principale, chauffer pour dissoudre le culot refroidi et retirer le creuset et le couvercle après les avoir lavés avec de l'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume et mélanger.

#### 7.4.1.3 Fusion alcaline

Mélanger la prise d'essai avec 5 g de mélange de fusion (4.5) dans un creuset en platine, couvrir avec un couvercle en platine, chauffer doucement puis, après obtention du point de fusion, fondre à une température de 1 000 à 1 050 °C durant environ 10 min. Retirer de la source de chaleur et brasser avec soin pour permettre à la masse refroidie de se solidifier en une mince couche sur la paroi du creuset. Laisser le creuset refroidir, placer le creuset avec son contenu et le couvercle dans un bécher de 300 ml et ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (4.8). Dissoudre le culot, retirer le creuset et le couvercle et les laver dans le bécher.

NOTE — Si un résidu non dissous subsiste, celui-ci doit être filtré puis négligé.

Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume et mélanger.

**7.4.2 Dosage spectrophotométrique**

Pipetter respectivement une partie aliquote, donnée dans le tableau 1, de la solution d'essai et de la solution à blanc, dans des fioles jaugées de 100 ml, ajouter 5 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(III) (4.16) et 10 ml de la solution d'acide ascorbique (4.15) et agiter. Ajouter, dans chaque fiole, 15 ml d'acide chlorhydrique (4.7) et 30 ml de la solution de diantipyrylméthane (4.14), diluer au volume avec de l'eau et mélanger (solution d'essai finale).

Laisser reposer pendant au moins 20 min et mesurer l'absorbance à une longueur d'onde d'environ 385 nm dans une cuve de 10 mm d'épaisseur, en utilisant la solution d'essai à blanc comme référence.

**NOTES**

- 1 Dans le cas des plus basses teneurs en titane, si nécessaire, utiliser pour les solutions d'essai des cuves de 20 mm d'épaisseur.
- 2 Lorsque la décomposition par fusion est appliquée aux échantillons contenant plus de 1 % (m/m) de silicium, la solution d'essai doit être filtrée pour éliminer les éventuels précipités de silice, après le développement de la couleur et juste avant le mesurage de l'absorbance.
- 3 La couleur est stable pendant au moins 24 h.

Déterminer la concentration de titane, en microgrammes par millilitre, par rapport à l'absorbance en utilisant la courbe d'étalonnage préparée comme indiqué en 7.4.3.

**7.4.3 Préparation de la courbe d'étalonnage**

Prélever 0,0 — 1,0 — 3,0 — 5,0 — 7,0 et 10,0 ml de la solution étalon de titane (4.18) dans six fioles jaugées de 100 ml, ajouter 5 ml de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(III) (4.16) et 10 ml de la solution d'acide ascorbique (4.15) et agiter. Ajouter, dans chaque fiole, 15 ml d'acide chlorhydrique (4.7) et 30 ml de la solution de diantipyrylméthane (4.14), diluer au volume et procéder comme indiqué en 7.3.2. Tracer la courbe d'étalonnage en portant l'absorbance par rapport à la concentration de titane, en microgrammes par millilitre.

**8 Expression des résultats**

**8.1 Calcul de la teneur en titane**

La teneur en titane,  $w_{Ti}$ , en pourcentage en masse, est calculée à la cinquième décimale pour des teneurs inférieures à 1 % (m/m) et à la quatrième décimale pour des teneurs supérieures à 1 % (m/m), à l'aide de l'équation

$$w_{Ti} (\%) = \frac{c \times 100}{m_1 \times 1\,000\,000} \times 100 = \frac{c}{100 m_1} \dots (1)$$

où

$c$  est la concentration, en microgrammes par millilitre, de titane dans la solution d'essai finale;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai représentée dans 100 ml de la solution d'essai finale, tirée de l'équation

$$m_1 = \frac{m_0 \times V}{200}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (tableau 1);

$V$  est le volume, en millilitres, de la partie aliquote (tableau 1).

**8.2 Exploitation générale des résultats**

**8.2.1 Répétabilité et tolérance admissible**

La fidélité de la méthode d'analyse est exprimée par les équations de régression suivantes<sup>1)</sup>:

Méthode de mise en solution	Équations de régression
Attaque acide	$r = 0,020\,4x + 0,004\,5 \dots (2)$
	$P = 0,044\,7x + 0,007\,0 \dots (3)$
	$\sigma_r = 0,007\,2x + 0,001\,6 \dots (4)$
	$\sigma_L = 0,015\,0x + 0,002\,2 \dots (5)$
Frittage alcalin	$r = 0,022\,3x + 0,001\,5 \dots (6)$
	$P = 0,074\,1x - 0,001\,8 \dots (7)$
	pour $0,01 < x < 0,024\,3$ $P = 1,96 \sigma_r$
	$\sigma_r = 0,007\,9x + 0,000\,5 \dots (8)$
	$\sigma_L = 0,025\,6x - 0,000\,8 \dots (9)$
Fusion alcaline	$r = 0,020\,2x + 0,004\,1 \dots (10)$
	$P = 0,051\,9x + 0,007\,6 \dots (11)$
	$\sigma_r = 0,007\,1x + 0,001\,5 \dots (12)$
	$\sigma_L = 0,017\,6x + 0,002\,5 \dots (13)$

où

$r$  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;

$x$  est la teneur en titane, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai donnée par

— la moyenne arithmétique des valeurs  $P$  en double calculée à partir des formules intralaboratoires (2, 4, 6, 8, 10, 12);

— la moyenne arithmétique des résultats finals (8.2.3) de deux laboratoires, calculée à partir des formules interlaboratoires (3, 5, 7, 9, 11, 13).

1) Une information supplémentaire est donnée dans l'annexe B et l'annexe C.

### 8.2.2 Acceptation des résultats d'analyse

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 analysé par au moins 10 laboratoires à partir de méthodes comparables à la présente méthode du point de vue de la précision et de la fidélité, on peut se servir de la relation suivante pour vérifier l'importance de cette différence:

$$|A_c - A| \leq 2 \sqrt{\frac{s_{Lc}^2 + \frac{s_{Wc}^2}{n_{Wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots (14)$$

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 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  $\sigma_r$  ont les mêmes significations qu'en 8.2.1.

Si la condition (14) 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.

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 minerai.

Lorsque l'étendue des deux valeurs de l'échantillon pour analyse se situe en dehors de la limite calculée conformément à l'équation (2) ou (6) ou (10) selon le cas, un ou plusieurs essais supplémentaires doivent être effectués en accord avec l'organigramme présenté en annexe A, simultanément avec une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai.

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

$\frac{s_{Wc}^2}{n_{Wc}}$  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 résultats analytiques acceptables obtenus sur l'échantillon d'essai, ou déterminé autrement, par les opérations spécifiées dans l'annexe A, calculé à la cinquième décimale pour des teneurs en titane inférieures à 1 % (m/m), et à la quatrième décimale pour les teneurs supérieures à 1 % (m/m).

Pour les teneurs en titane inférieures à 1 % (m/m), la valeur calculée à la cinquième décimale est arrondie à la troisième décimale comme suit:

- lorsque le chiffre de la quatrième décimale est inférieur à 5, il est négligé et le chiffre de la troisième décimale est conservé sans changement;
- 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;
- 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 négligé et le chiffre de la troisième décimale est conservé sans changement s'il s'agit de 0, 2, 4, 6 ou 8; il est majoré d'une unité s'il s'agit de 1, 3, 5, 7 ou 9.

De la même manière, avec les nombres ordinaux diminués d'une unité, la valeur pour les teneurs en titane supérieures à 1 % (m/m), est arrondie à la seconde décimale.

### 8.3 Facteur de conversion en oxyde

$$w_{TiO} (\%) = 1,668 w_{Ti} (\%)$$

## 9 Procès-verbal d'essai

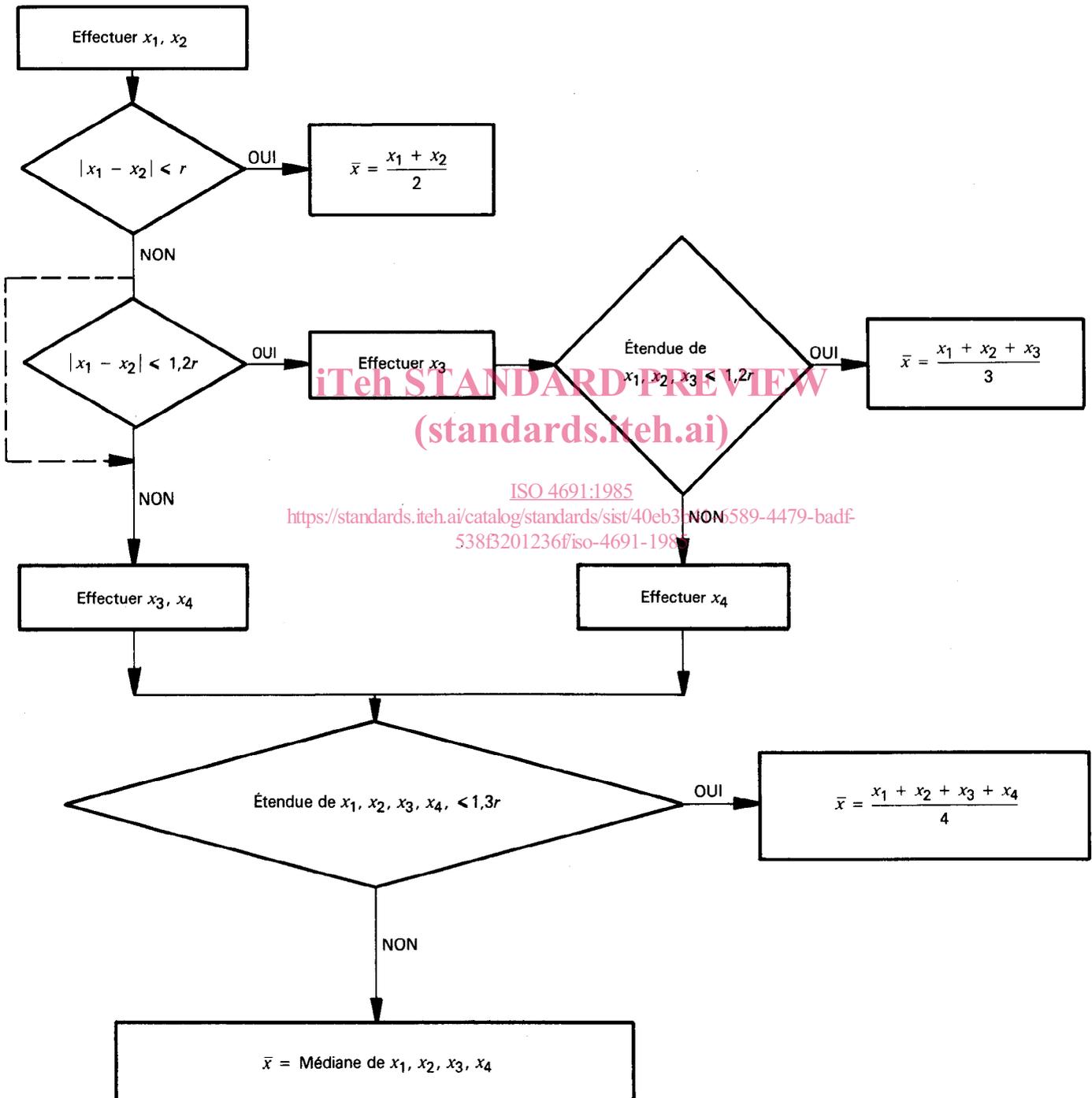
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes:

- 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 valeurs analytiques obtenues avec des échantillons pour essai

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)



$r$  est tel que défini en 8.2.1.

## Annexe B

## Origine des équations relatives à la répétabilité et à la 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, découlent des résultats (voir tableau 2) obtenus au sein de l'ISO/TC 102/SC 2 lors de deux essais comparatifs internationaux.

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

Tableau 2

Essai	Nombre de laboratoires participants	Rapport	Échantillon	Teneur en titane [% (m/m)]		
				Attaque acide	Frittage alcalin	Fusion alcaline
1 <sup>er</sup> 1975/76	11	TC 102/SC 2 N 438 (mars 1976)	Texada	0,025 3	0,025 2	0,026 3
			Palabora	0,536	0,543	0,541
2 <sup>e</sup> 1977/78	24	TC 102/SC 2 N 500 (mai 1978)	Sable ferrifère des Philippines	3,794	3,814	3,812
			Aggloméré britannique	0,180	—	0,186
			Boulette de Savage River	0,160	0,163	0,161
			Sishen	0,040	0,040	0,040

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

[ISO 4691:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/40eb3b41-6589-4479-badf-538f3201236f/iso-4691-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/40eb3b41-6589-4479-badf-538f3201236f/iso-4691-1985>