
Norme internationale



2599

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

Minerais de fer — Dosage du phosphore — Méthode titrimétrique

Iron ores — Determination of phosphorus content — Titrimetric method

Deuxième édition — 1983-11-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2599:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f1944b6-628d-4f6f-ac2e-bcfbbc4da6e2/iso-2599-1983>



CDU 553.31 : 543.24 : 546.18

Réf. n° : ISO 2599-1983 (F)

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

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 2599 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'	France	Roumanie
Allemagne, R.F.	Inde	Royaume-Uni
Australie	Iran	Suède
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Japon	URSS
Corée, Rép. de	Mexique	USA
Corée, Rép. dém. p. de	Pays-Bas	Venezuela
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	
Espagne	Portugal	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Chine

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2599-1973).

Minerais de fer — Dosage du phosphore — Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage du phosphore dans les minerais de fer, au moyen d'heptamolybdate d'hexaammonium (molybdate d'ammonium).

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 0,1 et 5,0 % (*m/m*).¹⁾

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.*²⁾

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

ISO 7764, *Minerais de fer — Préparation des échantillons pré-séchés pour analyse chimique.*²⁾

3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par attaque avec les acides chlorhydrique, nitrique et perchlorique. Filtration du résidu insoluble, le filtrat étant à conserver comme solution principale.

Calcination du résidu, attaque avec les acides sulfurique et fluorhydrique pour éliminer la silice, fusion avec le carbonate de sodium et dissolution du culot de fusion dans de l'eau. Filtration de la solution alcaline, le résidu étant rejeté.

Acidification du filtrat résultant de l'attaque du résidu avec l'acide chlorhydrique, addition de chlorure de fer(III) et recueil du phosphore par précipitation par la solution d'ammoniaque. Dissolution du précipité dans l'acide chlorhydrique et mélange avec la solution principale. Addition d'acide bromhydrique et évaporation à fumées de l'acide perchlorique pour chasser l'arsenic.

Dissolution des sels dans l'eau, neutralisation de la solution ou d'une partie aliquote, avec une solution d'ammoniaque et ajustement de l'acidité par l'acide nitrique. Refroidissement de la solution à 20 °C et réduction du vanadium par le sulfate de fer(II). Addition du molybdate d'ammonium à la solution froide et recueil par filtration du précipité jaune de molybdophosphate d'ammonium.

Lavage sans acide et dissolution dans un léger excès d'hydroxyde de sodium, l'excès étant titré par de l'acide nitrique.

Pour les prises d'essais contenant plus de 18 mg de titane, un mode opératoire différent est utilisé (voir note 3 en 7.3.1).

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 Nitrate d'ammonium (NH_4NO_3).

4.2 Carbonate de sodium (Na_2CO_3), anhydre.

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

4.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 à 1,19 g/ml dilué 1 + 1.

4.5 Acide nitrique, ρ 1,42 g/ml.

4.6 Acide nitrique, ρ 1,4 g/ml dilué 1 + 50.

4.7 Acide nitrique, ρ 1,4 g/ml dilué 1 + 5 000.

4.8 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

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

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

1) Cette méthode a été testée au plan international avec des échantillons renfermant de 0,03 à 1,50 % (*m/m*) de phosphore. Voir annexe B.

2) Actuellement au stade de projet.

4.11 Acide fluorhydrique, ρ 1,13 g/ml, solution à 40 % (m/m).

4.12 Acide bromhydrique, ρ 1,38 g/ml, solution à 40 % (m/m) ou ρ 1,48 g/ml, solution à 47 % (m/m).

4.13 Ammoniaque, solution, ρ 0,9 g/ml.

4.14 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m), exempte de phosphate stable.

4.15 Nitrate de potassium, solution à 10 g/l.

4.16 Molybdate d'ammonium, solution.

Dissoudre 40 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté, en cristaux finement pulvérisés [(NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O] dans 300 ml d'eau chaude et 80 ml de solution d'ammoniaque (4.13), laisser la solution refroidir, puis ajouter cette solution, par petites fractions, à 600 ml d'acide nitrique (1 + 1), tout en agitant. Ajouter quelques milligrammes d'hydrogénophosphate de sodium ou d'ammonium et laisser reposer au moins deux jours. Filtrer avant utilisation.

4.17 Chlorure de fer(III), solution contenant 3 g de Fe par litre.

Dissoudre 0,3 g de fer pur, à teneur en phosphore aussi faible que possible, par attaque avec l'acide chlorhydrique (4.3), ajouter quelques gouttes d'acide nitrique (4.5) pour oxyder le fer, et faire bouillir le mélange pour éliminer le chlorure.

Laisser la solution refroidir et diluer à 100 ml avec de l'eau.

4.18 Sulfate de fer(II), solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de sulfate de fer(II) heptahydraté (FeSO₄·7H₂O) dans 1 litre d'acide sulfurique (1 + 19).

4.19 Eau, exempte de CO₂.

Chauffer jusqu'à ébullition de l'eau distillée ou désionisée dans une fiole conique pendant 5 min pour chasser le dioxyde de carbone. Refroidir, en protégeant l'eau par un moyen approprié contre la moindre trace de dioxyde de carbone.

4.20 Hydroxyde de sodium, solution titrée, c(NaOH) = 0,2 mol/l environ.

Dissoudre 8 g d'hydroxyde de sodium dans 1 litre d'eau fraîchement bouillie et refroidie (4.19). Étalonner cette solution avec de l'acide amidosulfurique (acide sulfamique) ou du phtalate acide de potassium.

Sécher le phtalate acide de potassium ou l'acide sulfamique à 105 °C durant 1 h et peser à 0,001 g près, soit 1 g de phtalate acide de potassium, soit environ 0,5 g d'acide sulfamique. Dissoudre l'un d'eux dans 50 ml d'eau exempte de CO₂ (4.19) et titrer avec une solution d'hydroxyde de sodium (4.20) en présence d'une solution de phénolphtaléine (4.22) comme indicateur.

4.21 Acide nitrique, solution titrée, c(HNO₃) = 0,2 mol/l environ.

Diluer 13 ml d'acide nitrique (4.5) à 1 litre avec de l'eau.

Étalonner la solution comme suit : mesurer exactement 25 ml de solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.20) et titrer avec la solution d'acide nitrique, en utilisant la solution de phénolphtaléine (4.22) comme indicateur.

4.22 3,3-bis(4-hydroxyphényl)phtalide (phénolphtaléine) solution, 0,1 g/100 ml.

Dissoudre 0,10 g de poudre de phénolphtaléine dans 90 ml d'éthanol, 95 % (V/V), et diluer à 100 ml avec de l'eau.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

6 Échantillonnage et échantillons

Pour l'analyse, utiliser un échantillon de laboratoire de granulométrie inférieure à 100 µm prélevé en accord avec l'ISO 3081 ou l'ISO 3082 et préparé en accord avec l'ISO 3082 ou l'ISO 3083. Dans le cas de minerais contenant des quantités significatives d'eau de constitution ou de composés oxydables, employer une granulométrie inférieure à 160 µm.

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

6.1 Préparation des échantillons préséchés pour essai

Homogénéiser soigneusement l'échantillon de laboratoire et, au moyen de prélèvements multiples, prélever un échantillon pour essai de manière qu'il soit représentatif de tout le contenu du conteneur. Sécher l'échantillon pour essai à 105 ± 2 °C, tel que spécifié dans l'ISO 7764. (Ceci constitue l'échantillon préséché pour essai.)

7 Mode opératoire

L'analyse doit être effectuée, en général, en double, indépendamment, sur un échantillon préséché.

NOTE — L'expression «indépendamment» implique que la répétition du mode opératoire a lieu à un moment différent avec inclusion d'un réétalonnage approprié.

7.1 Essai à blanc et essai de contrôle

Pour chaque série d'analyses, 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) minerai(s) et dans les mêmes conditions. Un échantillon préséché pour essai du matériau de référence certifié doit être préparé comme spécifié en 6.1.

NOTE — Le matériau de référence certifié doit être du même type de minerai que l'échantillon à analyser, et les propriétés des deux maté-

riaux doivent être suffisamment similaires pour assurer qu'en aucun cas un changement significatif dans le mode opératoire ne devienne nécessaire.

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

Au moyen de plusieurs prélèvements, peser à 0,000 2 g près, la quantité d'échantillon préséché pour essai (6.1) spécifiée dans le tableau.

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

Tableau

Teneur en phosphore	Masse de la prise d'essai	Volume de la partie aliquote	Volume de la solution de molybdate d'ammonium (4.16)
%	g	ml	ml
de 0,1 à 0,5	1,0	total	50
de 0,5 à 2,5	0,5	total	100
de 2,5 à 5,0	0,5	100/250	100

7.3 Dosage

7.3.1 Mise en solution de la prise d'essai

Placer la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 300 ml, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.3), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement pour dissoudre le minerai.

NOTES

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

2 Si un échantillon contient de toute évidence des matières organiques, des carbonates, ou sulfures, et si la mise en solution est plus aisée par calcination, placer la prise d'essai, exactement pesée, dans un creuset en porcelaine. Couvrir le creuset et calciner entre 700 et 750 °C pendant environ 30 min. Laisser le creuset refroidir à température ambiante dans un dessiccateur, transférer quantitativement le contenu du creuset dans un bécher de 300 ml, et procéder comme indiqué en 7.3.1.

3 Quand la prise d'essai contient plus de 18 mg de titane, le mode opératoire suivant doit être appliqué :

Placer la prise d'essai (7.2) dans un creuset en platine avec 1 g de carbonate de sodium fondu. Mélanger la prise d'essai avec dix fois sa masse de mélange de fusion (carbonate de sodium 10 : nitrate de sodium 1) et chauffer doucement au début, puis à plus haute tempéra-

ture pour achever la fusion de la prise d'essai. Après refroidissement, placer le creuset et son contenu dans un bécher de 300 ml, ajouter environ 100 ml d'eau tiède et agiter doucement. Retirer le culot de fusion du creuset, puis rincer le creuset avec de l'eau et éliminer.

Chauffer le contenu du bécher jusqu'à ébullition afin de dissoudre les sels solubles et éliminer par filtration tout résidu insoluble à travers un papier filtre à texture moyenne. Laver le résidu soigneusement avec la solution de carbonate de sodium (2 %) et rejeter le résidu. Transférer le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 500 ml, ajouter de l'acide chlorhydrique (4.3) jusqu'à ce que la solution soit acide et la chauffer pour éliminer le dioxyde de carbone.

Après refroidissement, ajouter 10,0 ml de solution de chlorure de fer(III) (4.17) puis ajouter par petites fractions de la solution d'ammoniacale (4.13), tout en agitant, jusqu'à ce que la solution soit légèrement alcaline, pour précipiter l'hydroxyde de fer et le phosphate de fer. Faire bouillir la solution pendant environ 2 min, éloigner de la source de chaleur, laisser le précipité déposer, filtrer à travers un papier filtre rapide, laver avec de l'eau chaude et rejeter le filtrat et les eaux de lavage.

Verser environ 10 ml d'acide chlorhydrique chaud (4.4) sur le papier filtre afin de dissoudre le précipité et laver avec de l'eau chaude. Recueillir la solution et les eaux de lavage dans un bécher de 300 ml, ajouter 15 ml d'acide perchlorique (4.10), évaporer la solution à environ 30 ml et continuer à partir de l'addition de 5 ml d'acide bromhydrique (4.12) en 7.3.2, cinquième alinéa.

Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.5) et 15 ml d'acide perchlorique (4.10), couvrir le bécher et chauffer jusqu'à formation d'épaisse fumée blanche d'acide perchlorique. Maintenir un reflux de l'acide sur les parois du bécher pendant environ 10 min. Laisser le bécher refroidir, ajouter environ 50 ml d'eau tiède et chauffer pour dissoudre les sels solubles.

ISO 2599:1983
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1983-01-01/iso-2599-1983/bcfbbc4da6e2/iso-2599-1983>
 Filtrer la solution à travers un papier filtre à texture serrée et laver le résidu 3 à 5 fois avec de l'acide nitrique (4.6) et enfin avec de l'eau chaude jusqu'à ce qu'elle soit exempte d'acide. Recueillir le filtrat et les eaux de lavage dans un bécher de 300 ml. Évaporer le filtrat en faisant bouillir doucement et conserver comme solution principale.

7.3.2 Reprise du résidu

Pendant que la solution principale s'évapore, placer le papier filtre et le résidu dans un creuset en platine, sécher, carboniser le papier et finalement calciner entre 750 et 800 °C. Refroidir le creuset, humecter le résidu avec quelques gouttes d'acide sulfurique (4.9), ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique (4.11) et évaporer pour éliminer le dioxyde de silicium et l'acide sulfurique. Refroidir le creuset, ajouter 3 g de carbonate de sodium (4.2) et fondre jusqu'à ce qu'un culot de fusion net soit obtenu.

Refroidir le creuset, le placer dans un bécher de 300 ml, ajouter 100 ml d'eau et chauffer jusqu'à désagrégation complète du culot de fusion et dissolution de tous les sels solubles. Retirer le creuset du bécher et le rincer. Filtrer la solution alcaline à travers un papier filtre à texture moyenne et laver avec de l'eau tiède, en recueillant le filtrat et les eaux de rinçage dans un bécher de 300 ml. Rejeter le résidu.

Ajouter de l'acide chlorhydrique (4.3) au filtrat jusqu'à ce qu'il soit acide, faire bouillir pour éliminer le dioxyde de carbone, refroidir et ajouter 10,0 ml de solution de chlorure de fer(III) (4.17). Ajouter de la solution d'ammoniacale (4.13) par petites fractions, tout en agitant, jusqu'à ce que la solution soit légèrement alcaline (papier indicateur), pour précipiter l'hydroxyde de

fer et le phosphate de fer. Faire bouillir la solution pendant environ 2 min, puis retirer de la source de chaleur. Laisser le précipité se déposer, filtrer à travers un papier filtre rapide et laver avec de l'eau chaude. Rejeter le filtrat.

Placer le bécher contenant la solution principale 7.3.1 sous l'entonnoir. Dissoudre le précipité en versant dans le papier environ 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Laver avec de l'eau tiède.

Évaporer les solutions combinées à environ 30 ml, ajouter 5 ml d'acide bromhydrique (4.12) et continuer à évaporer, dans le bécher découvert, jusqu'à formation d'épaisses fumées blanches d'acide perchlorique. Refroidir, ajouter 20 ml d'eau et à nouveau évaporer jusqu'à formation d'épaisses fumées blanches d'acide perchlorique. Couvrir le bécher et maintenir un reflux constant d'acide pendant 10 min sur la paroi du bécher. Refroidir, ajouter environ 50 ml d'eau et chauffer pour dissoudre les sels. Si un précipité de silice apparaît, filtrer la solution dans une fiole conique de 500 ml et laver huit fois avec de l'acide nitrique chaud (4.6).

Si toute la solution est utilisée pour l'analyse, laisser le filtrat dans la fiole conique de 500 ml. Si une partie aliquote est utilisée, transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume et homogénéiser. Transvaser une partie aliquote, conformément au tableau, dans une fiole conique de 500 ml.

7.3.3 Précipitation et reprise du précipité

7.3.3.1 Évaporer par chauffage ou diluer avec de l'eau à environ 60 ml et refroidir à température ambiante. Ajouter de la solution d'ammoniaque (4.13) jusqu'à ce qu'un petit précipité d'hydroxyde de fer(III) persiste après secousse ou agitation. Ajouter de l'acide nitrique (4.5) pour dissoudre juste le précipité, puis 5 ml en excès.

NOTE — Si un précipité de dioxyde de manganèse demeure, ajouter une petite quantité de cristaux de sulfate d'ammonium et de fer(III) ou quelques gouttes de peroxyde d'hydrogène (4.14), pour réduire et dissoudre le manganèse, puis faire bouillir la solution pour oxyder l'excès de fer(III) ou pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène et refroidir.

Ajouter 3 g de nitrate d'ammonium (4.1), agiter pour dissoudre et diluer à environ 100 ml. Refroidir à 20 °C, puis ajouter 5 ml de solution de sulfate de fer(II) (4.18) pour réduire le vanadium.

7.3.3.2 Précipiter le phosphore par l'addition de la quantité de solution de molybdate d'ammonium (4.16) indiquée au tableau. Obturer et agiter énergiquement la fiole pendant 10 min et laisser reposer pendant 1 h ou jusqu'à ce que le précipité de molybdophosphate d'ammonium soit complètement déposé.

NOTE — Si la teneur en phosphore est faible, il peut être nécessaire de laisser la solution reposer pendant 4 h ou toute une nuit pour un dépôt complet.

7.3.3.3 Recueillir le précipité sur un petit papier filtre à texture serrée ou sur un tube filtrant contenant de la pulpe de papier et laver la fiole et le précipité avec de l'acide nitrique (4.6) jusqu'à ce que l'ion fer ne soit plus détecté dans les eaux de lavage. En outre, laver la fiole trois fois et le précipité cinq fois avec de l'acide nitrique dilué (4.7).

NOTE — Le précipité jaune tend à remonter ; de ce fait, lors du lavage du précipité, il convient de diriger le jet de la solution de lavage en haut du papier, puis vers le bas en spirale.

Laver la fiole trois fois avec de la solution de nitrate de potassium (4.15) et le précipité jusqu'à ce que les eaux de lavage soient exemptes d'acide comme indiqué par un test.

7.3.4 Titration

Remettre le précipité avec le papier filtre dans la fiole initiale, ajouter 50 ml d'eau fraîchement bouillie refroidie (4.19) et agiter pour désagréger le papier. Ajouter un faible excès mesuré de solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.20) et agiter le mélange pour dissoudre le précipité jaune. Ajouter quelques gouttes d'indicateur de phénolphaléine (4.22), diluer à environ 150 ml avec de l'eau (4.19) et tirer l'excès d'hydroxyde de sodium avec la solution titrée d'acide nitrique (4.21), jusqu'à ce que la couleur rouge de la solution disparaisse avec une dernière goutte de titrant.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en phosphore

Les résultats analytiques obtenus doivent d'abord être corrigés avec la valeur de l'essai à blanc, puis la teneur en phosphore obtenue pour chaque analyse doit être calculée, en pourcentage en masse avec quatre décimales, à l'aide de l'équation suivante :

$$w_P (\%) = \frac{c_1 V_1 - c_2 V_2}{m} \times 0,001\,347 \times 100$$

ou

c_1 est la concentration, en moles par litre, de solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.20) ;

c_2 est la concentration, en moles par litre, de solution titrée d'acide nitrique (4.21) ;

V_1 est le volume, en millilitres, de solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.20), prélevée en 7.3.4 ;

V_2 est le volume, en millilitres, de solution titrée d'acide nitrique (4.21), utilisée pour le titrage en 7.3.4 ;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai ;

0,001 347 est la masse, en grammes, du phosphore correspondant à 1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1,000 \text{ mol/l}$.

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 suivantes¹⁾ :

$$r = 0,019\,8X + 0,009\,4$$

$$P = 0,089\,1X + 0,007\,4$$

$$\sigma_r = 0,007\,0X + 0,003\,4$$

$$\sigma_L = 0,031\,5X + 0,001\,9$$

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

où

X est la teneur en phosphore, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour analyse;

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.

8.2.2 Acceptation des valeurs analytiques

Le résultat obtenu pour le matériau de référence 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 qui a été analysé par au moins 10 laboratoires utilisant une (des) méthode(s) comparable(s), aussi bien en justesse qu'en précision avec la présente méthode, la formule suivante peut être utilisée pour vérifier l'importance de la différence :

$$|A_c - A| \leq 1,96 \sqrt{\frac{S_{Lc}^2 + \frac{S_{Wc}^2}{n_{Wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}$$

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 (en général, $n = 1$);

σ_L et σ_r sont 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; sinon, elle est statistiquement significative.

Lorsque la différence est significative, l'analyse doit être répétée, en même temps que celle de l'échantillon pour analyse. Si la différence est encore significative, le mode opératoire doit être répété avec un autre matériau de référence certifié du même type de minerai.

Lorsque l'étendue des deux valeurs de l'échantillon pour analyse dépasse la limite calculée avec l'équation pour r en 8.2.1, une analyse doit être effectuée en accord avec le plan

présenté en annexe A, simultanément avec une analyse du matériau de référence certifié du même type de minerai.

L'acceptation des résultats de l'échantillon pour essai doit dans chaque cas être soumise à l'acceptation des résultats pour le matériau de référence certifié.

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

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

b) si la certification n'a été effectuée que par un laboratoire unique ou si les résultats interlaboratoires ne sont pas disponibles, utiliser la formule suivante :

$$|A_c - A| \leq 1,96 \sqrt{2 \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}$$

8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs acceptables de l'échantillon d'analyse calculée à quatre décimales près et arrondie à deux décimales comme suit :

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

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

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

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

9 Procès-verbal d'essai

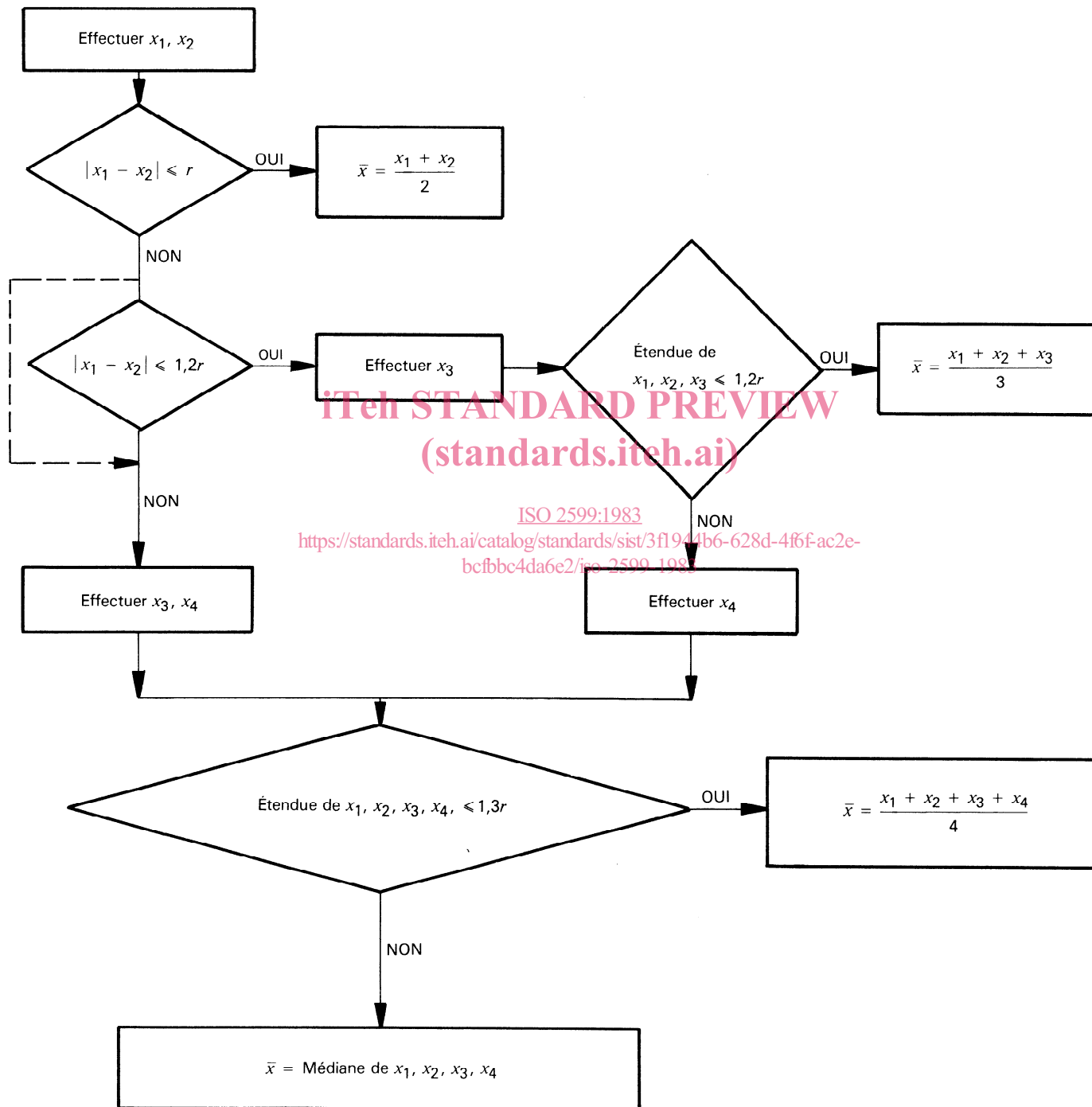
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- la référence à la présente Norme internationale;
- les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- le résultat de l'analyse;
- le numéro de référence du résultat;
- toute observation faite pendant le dosage et toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale, susceptible d'avoir eu une influence sur le résultat, qu'il s'agisse de l'échantillon pour analyse ou du (des) 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.)



r: défini en 8.2.1.

Annexe B

Obtention des équations de répétabilité et de reproductibilité

(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 1967/1968, au moyen de 5 échantillons de minerai et concernant 23 laboratoires. Les résultats de ces essais ont été consignés dans le document ISO/TC 102/SC 2 N 149E, janvier 1969.

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

Les échantillons utilisés étaient les suivants :

Échantillon	Teneur en P [% (m/m)]
Krivoj Rog	0,031
Marcona	0,040
Aggloméré britannique	0,529
Minette	0,665
Suède-7	1,505

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2599:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f1944b6-628d-4f6f-ac2e-bcfbbc4da6e2/iso-2599-1983>