
Norme internationale



4692

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

Minerais de fer — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Iron ores — Determination of calcium and/or magnesium contents — Flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1980-06-01

CDU 553.31 : 543.422 : 546.41 + 546.46

Réf. n° : ISO 4692-1980 (F)

Descripteurs : minerai de fer, analyse chimique, dosage, calcium, magnésium, méthode spectroscopique d'absorption atomique, résultats d'essai.

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 4692 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, et a été soumise aux comités membres en juin 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suède
Bulgarie	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Japon	URSS
Chili	Mexique	USA
Corée, Rép. dém. p. de	Nouvelle-Zélande	
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Minerais de fer — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour le dosage du calcium et du magnésium dans les minerais de fer.

La méthode est applicable aux minerais de fer naturels et aux minerais de fer concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés, dont les teneurs en calcium sont comprises entre 0,01 et 10,0 %, et les teneurs en magnésium entre 0,01 et 3,0 %.

2 Références

ISO 2596, *Minerais de fer — Détermination de l'humidité des échantillons pour analyse.*

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

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

3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par attaque avec l'acide chlorhydrique et addition d'une petite quantité d'acide nitrique.

Évaporation pour déshydrater la silice, suivie de dilution et de filtration. Calcination du résidu et élimination de la silice par évaporation par les acides fluorhydrique et sulfurique. Fusion avec du carbonate de sodium et dissolution du culot de fusion refroidi dans le filtrat.

Aspiration de la solution dans la flamme monoxyde de diazote-acétylène pour le calcium et air-acétylène pour le magnésium, d'un spectromètre d'absorption atomique.

Comparaison des valeurs d'absorbance obtenues pour le calcium ou le magnésium avec les valeurs obtenues avec les solutions d'étalonnage.

NOTE — Si l'on utilise une flamme au monoxyde de diazote pour le magnésium, la sensibilité décroît d'un facteur 3 environ.

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 **Acide chlorhydrique**, ρ 1,19 g/ml.

4.3 **Acide chlorhydrique**, (ρ 1,19 g/ml) dilué 1 + 9.

4.4 **Acide nitrique**, ρ 1,4 g/ml.

4.5 **Acide fluorhydrique**, 40 % (m/m), ρ 1,13 g/ml, ou 48 % (m/m), ρ 1,185 g/ml.

4.6 **Acide sulfurique**, (ρ 1,84 g/ml) dilué 1 + 1.

4.7 Solution de base

Dissoudre 10 g de fil de fer exempt de calcium et de magnésium ($\text{Fe} > 99,9\%$) dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et oxyder par addition goutte à goutte d'acide nitrique (4.4). Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et diluer à 200 ml avec de l'eau. Dissoudre 17 g de carbonate de sodium (4.1) dans de l'eau, verser soigneusement dans la solution de fer et chauffer pour éliminer le dioxyde de carbone. Transférer la solution refroidie dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.8 Chlorure de lanthane, solution.

Dissoudre 50 g de chlorure de lanthane ($\text{LaCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 300 ml d'eau chaude. Refroidir et diluer à 1 litre.

4.9 Calcium, solution étalon, 25 mg de Ca par litre.

Dissoudre 1,248 7 g de carbonate de calcium séché (CaCO_3) dans 100 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml), dilué (1 + 3).

Quand la dissolution est terminée, refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser 10 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 200 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 25 µg de Ca.

4.10 Magnésium, solution étalon, 15 mg de Mg par litre.

Dissoudre 0,300 0 g de magnésium métallique exempt d'oxyde par addition lente de 75 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml), dilué (1 + 3). Quand la dissolution est terminée, refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser 10 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 15 µg de Mg.

4.11 Solution d'étalonnage de calcium et de magnésium

À partir de la solution étalon de calcium (4.9) et de la solution étalon de magnésium (4.10) préparer des solutions d'étalonnage comme suit : À l'aide de pipettes, transvaser 2,0 — 5,0 — 10,0 — 20,0 — 40,0 et 50,0 ml de solutions étalons de calcium et de magnésium dans des fioles jaugées de 200 ml (voir note).

Ajouter 6 ml d'acide chlorhydrique (4.2), 60 ml de solution de base (4.7) et 40 ml de solution de chlorure de lanthane (4.8). Diluer tous les volumes à 200 ml avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE — Les gammes de teneurs en calcium et en magnésium couvertes peuvent varier d'un instrument à l'autre. Veiller à respecter les critères minimaux donnés en 5.2. Pour les instruments ayant une sensibilité élevée, on peut utiliser des quantités plus petites de solution étalon ou une solution étalon plus diluée.

4.12 Terme zéro de la gamme d'étalonnage

Transvaser 60 ml de la solution de base (4.7) dans une fiole jaugée de 200 ml, ajouter 6 ml de l'acide chlorhydrique (4.2) et 40 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.8). Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Creuset en platine.

5.2 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur pour les mélanges air-acétylène et monoxyde de diazote-acétylène.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé dans cette méthode conviendra s'il répond aux critères suivants :

a) Sensibilité minimale — L'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 4.11) doit être au moins de 0,3.

b) Linéarité de la courbe — La pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs du domaine de concentration (exprimée en variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 fois la valeur de la pente correspondant aux 20 % inférieurs du domaine de concentration, la détermination étant effectuée de la même manière.

c) Stabilité minimale — L'écart-type de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée et l'écart-type de l'absorbance de la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage, calculés chacun sur un nombre suffisant de mesures successives, doivent être inférieurs à 1,5 % et 0,5 % respectivement, de la valeur moyenne de l'absorbance de la solution la plus concentrée.

NOTES

1 Il est recommandé d'utiliser un enregistreur à bande ou un dispositif à lecture numérique, ou les deux, pour mesurer ces critères et pour toutes les autres mesures.

2 Les paramètres instrumentaux sont susceptibles de varier avec chaque appareil. Les paramètres suivants ont donné de bons résultats dans plusieurs laboratoires et peuvent être considérés comme des guides. Dans le cas du calcium, les solutions ont été aspirées dans une flamme monoxyde de diazote-acétylène d'un brûleur mélangeur. Pour le magnésium, on a utilisé une flamme air-acétylène.

	Ca	Mg
Lampe à cathode creuse, mA	15	15
Longueur d'onde, nm	422,7	285,2
Débit de monoxyde de diazote, l/min	13,8	—
Débit d'air, l/min	—	22
Débit d'acétylène, l/min	6,6	4,2

Dans les systèmes où les valeurs indiquées ci-dessus pour les débits de gaz ne s'appliquent pas, le rapport des débits de gaz peut encore être un guide utile.

6 Échantillonnage et échantillons

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire, de granulométrie inférieure à 100 µm prélevé conformément à l'ISO 3081¹⁾, et préparé selon l'ISO 3083¹⁾. Dans le cas de minerais ayant une teneur élevée en eau combinée ou en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 µm.

7 Mode opératoire

Effectuer l'analyse généralement en double, indépendamment, sur le même échantillon de minerai.

NOTE — L'expression «indépendamment» implique le changement de la personne effectuant l'analyse. Si la même personne effectue l'analyse, les deux essais doivent être séparés dans le temps.

En même temps que l'analyse, déterminer l'humidité conformément à l'ISO 2596.

1) Une autre Norme internationale (ISO 3082), qui est actuellement en préparation, traitera des méthodes mécaniques d'échantillonnage par prélèvements, et spécifiera également des méthodes de préparation des échantillons.

7.1 Mesures de sécurité

Suivre les instructions du fabricant pour allumer et éteindre la flamme monoxyde de diazote-acétylène, afin d'éviter les risques d'explosion. Porter des lunettes de protection teintées pendant tout le temps où la flamme brûle.

7.2 Prise d'essai

Peser à 0,000 2 g près, environ 1 g de l'échantillon pour essai.

7.3 Essai à blanc et essai de contrôle

Chaque fois, effectuer l'analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai et un essai à blanc en parallèle avec l'analyse d'un échantillon de minerai et dans les mêmes conditions.

NOTE — Le matériau de référence certifié doit être du même type que l'échantillon à analyser. Néanmoins, un tel matériau de référence certifié ne peut pas être considéré comme étant du même type si les propriétés de l'échantillon à analyser diffèrent de celles du matériau de référence certifié à un point tel que le mode opératoire analytique doit être profondément changé.

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 matériau de référence certifié peut être utilisé.

7.4 Dosage

7.4.1 Mise en solution de la prise d'essai

Transvaser la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 250 ml. Humecter avec quelques millilitres d'eau, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir d'un verre de montre et chauffer doucement. Augmenter le chauffage et maintenir juste en des-

sous du point d'ébullition jusqu'à ce que toute attaque apparente ait cessé. Ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.4) et laisser l'attaque se poursuivre quelques minutes. Enlever le verre de montre et évaporer la solution à sec. Faire chauffer les sels sur la plaque chauffante portée à 105 – 110 °C durant 30 min. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2), recouvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer quelques minutes. Ajouter 50 ml d'eau en agitant pour éviter l'hydrolyse du titane et chauffer jusqu'à ébullition. Laver le verre de montre et les parois du bécher et filtrer la solution sur un papier filtre à texture moyenne renfermant un peu de pulpe de papier, au-dessus d'un bécher de 250 ml. Enlever soigneusement toutes les particules adhérentes à l'aide d'une baguette en verre à embout de caoutchouc ou d'un papier-filtre humide et transférer sur le filtre, tout en lavant trois fois à l'acide chlorhydrique dilué (4.3), puis à l'eau chaude, jusqu'à ce que le papier ne montre plus de trace de fer. Placer le papier et le résidu dans un creuset en platine (5.1). Évaporer le filtrat à environ 100 ml et mettre de côté.

7.4.2 Reprise du résidu

Calciner le papier et le résidu dans le creuset en platine à basse température (500 à 800 °C). Refroidir, humecter de quelques gouttes d'eau, ajouter 3 ou 4 gouttes d'acide sulfurique (4.6) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.5). Évaporer lentement pour chasser la silice et chauffer à fumées pour éliminer l'acide sulfurique en excès. Calciner à environ 700 °C. Ajouter 1,0 g de carbonate de sodium (4.1) au résidu (voir note 1), couvrir le creuset et faire fondre le résidu sur un bec ou dans un four à moufle jusqu'à l'obtention d'un culot de fusion limpide. (15 min à environ 1 100 °C.)

Dissoudre le culot de fusion refroidi dans le filtrat mis en réserve en 7.4.1, enlever le creuset et le couvercle et les laver (voir note 2).

Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 200 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml une partie aliquote appropriée de cette solution (voir tableau 1) et ajouter 40 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.8). Ajouter la quantité de solution de base (4.7) et d'acide chlorhydrique (4.2) indiquée au tableau 1, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir note 3). (Cette solution est la solution d'essai finale.)

Tableau 1 — Guide pour diluer la solution d'essai

Élément	Pourcentage escompté d'élément dans l'échantillon	Partie aliquote	Masse équivalente d'échantillon	Solution de base à ajouter (4.7)	Acide chlorhydrique à ajouter (4.2)
	%				
Calcium	0,01 à 0,1	100	0,50	30	3
	0,1 à 0,5	50	0,25	45	4
	0,5 à 2,5	10	0,05	60	6
	2,5 à 10,0	2	0,01	60	6
Magnésium	0,01 à 0,1	60	0,30	40	4
	0,1 à 0,25	40	0,20	50	4
	0,25 à 1,25	10	0,05	60	6
	1,25 à 3,00	2	0,01	60	6

Transvaser les quantités correspondantes de solution d'essai à blanc dans une fiole jaugée de 200 ml, ajouter des volumes de la solution de chlorure de lanthane (4.8), de la solution de base (4.7), et d'acide chlorhydrique (4.2) identiques à ceux qui sont utilisés pour la solution d'essai. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. (Cette solution est la solution d'essai à blanc diluée.)

NOTES

1 Si la fusion pose des problèmes, on peut utiliser 2 g de carbonate de sodium mais, dans ce cas, il est conseillé de doubler la quantité de carbonate de sodium (4.1) et le volume d'acide chlorhydrique (4.2) dans la solution de base (4.7).

2 Si la solution est trouble à ce stade, ce qui indique la présence de quantités importantes de titane hydrolysé, la filtrer avant de la transvaser dans la fiole jaugée de 200 ml.

3 Les dilutions indiquées au tableau 1 donnent des teneurs en calcium et en magnésium comprises dans la gamme des solutions d'étalonnage. Pour les appareils de grande sensibilité, il peut être préférable de prélever des parties plus faibles de la solution d'échantillon. Éviter de prélever des parties aliquotes inférieures à 2 ml en faisant une dilution préalable. Traiter la solution d'essai à blanc de la même manière. Dans ce cas, adopter les quantités de la solution de base (4.7) et d'acide chlorhydrique (4.2) en conséquence.

7.4.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Régler à la longueur d'onde du calcium (422,7 nm) ou du magnésium (285,2 nm) de manière à obtenir l'absorbance minimale. Régler le brûleur correctement et, conformément aux instructions du fabricant, allumer la flamme appropriée. Après avoir préchauffé le brûleur durant 10 min, régler le débit de combustible et le brûleur pour obtenir l'absorbance maximale pendant l'aspiration de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 4.11) et évaluer les critères en 5.2.

Aspirer de l'eau et la solution d'étalonnage pour vérifier que la lecture d'absorbance ne dérive pas, puis prendre la lecture initiale pour l'eau comme zéro d'absorbance.

7.4.4 Mesurage de l'absorption atomique

Aspirer la solution d'étalonnage et la solution finale d'essai dans l'ordre d'absorption croissante en commençant par la solution d'essai à blanc diluée et la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro, la solution d'essai finale étant aspirée à des moments appropriés dans les séries. Aspirer de l'eau entre chaque solution et enregistrer les lectures lorsque des réponses stables sont obtenues.

Répéter les mesurages au moins deux autres fois. Si nécessaire, convertir en absorbance la moyenne des lectures correspondant à chaque solution d'étalonnage. Déterminer l'absorbance nette de chaque solution d'étalonnage en soustrayant l'absorbance de la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro. De manière similaire, déterminer l'absorbance nette de la solution d'essai finale en soustrayant l'absorbance de la solution d'essai à blanc diluée. Tracer une courbe d'étalonnage en portant sur un graphique les valeurs nettes d'absorbance des solutions d'étalonnage en fonction de la masse en microgrammes de calcium ou de magnésium par millilitre.

Convertir à l'aide de la courbe d'étalonnage les valeurs nettes d'absorbance de la solution d'essai finale en microgrammes de calcium ou de magnésium par millilitre.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en calcium ou en magnésium

La teneur en calcium ou en magnésium en pourcentage en masse, est calculée à l'aide de la formule

$$\frac{c \times 200}{m \times 10\,000} \times K$$

$$= \frac{c}{m \times 50} \times K$$

où

c est la concentration, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai finale en calcium ou en magnésium;

m est la masse, en grammes, de l'échantillon contenu dans 200 ml de solution d'essai finale, compte tenu de toute dilution préalable qui aurait pu être faite;

K est le facteur de conversion obtenu par la formule

$$K = \frac{100}{100 - A}$$

où *A* est l'humidité, en pourcentage en masse, déterminée conformément à l'ISO 2596.

8.2 Exploitation générale des résultats

8.2.1 Acceptation des résultats analytiques

Les résultats de l'analyse de l'échantillon d'essai doivent être acceptés quand les résultats analytiques respectifs obtenus pour le matériau de référence certifié correspondant sont conformes à la valeur certifiée dans les limites de tolérance admissible des matériaux de référence certifiés, et quand la différence entre les deux valeurs de l'échantillon d'essai n'est pas supérieure à la tolérance admissible pour les échantillons d'essai (tableau 2).

Quand le résultat analytique du matériau de référence certifié est en dehors des limites de la tolérance admissible (tableau 2, deuxième colonne), on doit effectuer une analyse simultanément sur un échantillon d'essai et un matériau de référence certifié, avec un essai à blanc. Le résultat analytique obtenu pour le matériau de référence certifié doit être examiné pour l'acceptation du résultat pour l'échantillon d'essai, comme précédemment. Si le résultat obtenu pour le matériau de référence certifié est encore en dehors des limites, la procédure doit être répétée avec un matériau de référence différent, du même type de minerai, jusqu'à ce que deux valeurs acceptables soient obtenues pour l'échantillon d'essai.

Lorsque l'étendue (différence absolue) des deux valeurs de l'échantillon d'essai se trouve en dehors des limites, de la tolérance admissible (tableau 2, troisième colonne), on doit effectuer des analyses supplémentaires sur un échantillon d'essai avec un essai à blanc, conformément à la procédure spécifiée dans l'annexe A, simultanément avec une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai. L'acceptation de tels résultats supplémentaires pour l'échantillon d'essai doit être soumise, dans chaque cas, à l'acceptation de la valeur obtenue pour le matériau de référence certifié.

8.2.2 Calcul du résultat final

La moyenne arithmétique des valeurs acceptables de l'échantillon d'essai est le résultat final.

La moyenne arithmétique des résultats d'analyse acceptables, calculée jusqu'à la quatrième décimale, doit être arrondie à la deuxième décimale, comme suit :

- lorsque le chiffre de la troisième décimale est inférieur à 5, il est rejeté et le chiffre de la deuxième décimale reste inchangé;
- lorsque le chiffre de la troisième décimale est 5 et qu'il y a un chiffre autre que «0» à la quatrième décimale, ou lorsqu'il est supérieur à 5, le chiffre de la deuxième décimale est majoré d'une unité;
- 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 deuxième 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 Tolérances admissibles

Les tolérances admissibles mentionnées en 8.2.1 sont indiquées dans le tableau 2.¹⁾

8.4 Facteurs de conversion en oxyde

$$\text{CaO (\%)} = 1,399\ 2 \times \text{Ca (\%)}$$

$$\text{MgO (\%)} = 1,658\ 2 \times \text{Mg (\%)}$$

9 Procès-verbal d'essai

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

- référence de la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- résultats de l'analyse;
- numéro de référence des résultats;
- tous détails particuliers notés pendant le dosage et toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

Tableau 2 — Tolérances admissibles intralaboratoires

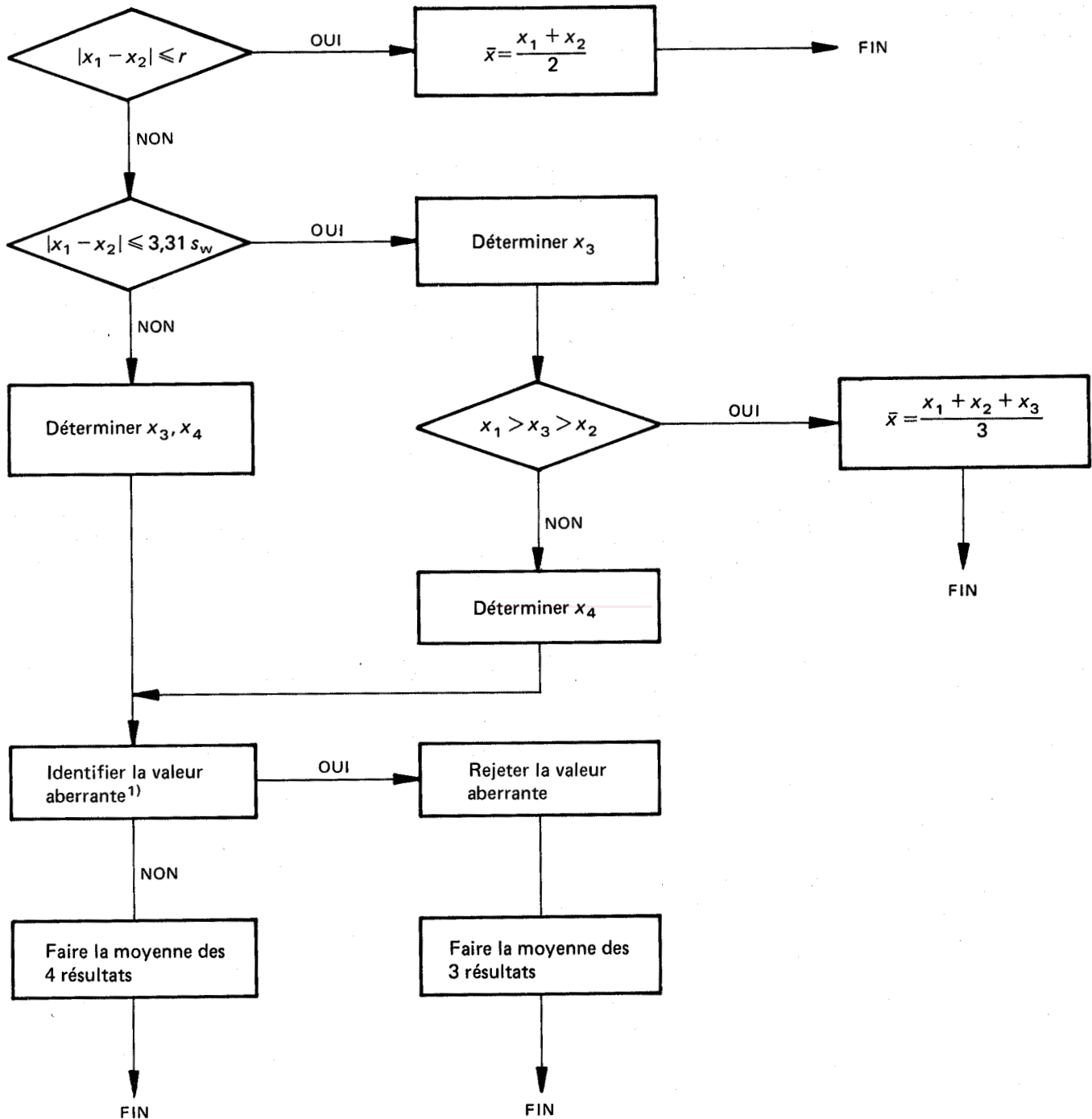
Teneur en Ca Ca %	Matériau de référence certifié Ca (%)	Échantillon pour essai Ca (%)	
	1,96 s_w	2,77 s_w	3,31 s_w
0,01 à 0,3	± 0,028	0,038	0,045
0,3 à 1,0	± 0,052	0,072	0,086
1,0 à 5,0	± 0,140	0,194	0,232
5,0 à 10,0	± 0,295	0,408	0,488

Teneur en Mg Mg %	Matériau de référence certifié Mg (%)	Échantillon pour essai Mg (%)	
	1,96 s_w	2,77 s_w	3,31 s_w
0,01 à 0,3	± 0,020	0,027	0,032
0,3 à 1,0	± 0,034	0,047	0,056
1,0 à 3,0	± 0,054	0,074	0,089

1) L'origine des chiffres du tableau est donnée dans l'annexe B.

Annexe A

Schéma de la procédure pour l'acceptation des résultats d'analyse obtenus sur des échantillons pour essai



r = répétabilité
 $= 2,77 s_w^{2)}$
 \bar{x} = moyenne

1) Utiliser le test de Dixon pour la valeur aberrante.

2) Pour la définition de s_w , voir l'annexe B.

Annexe B

Origine des tolérances admissibles

L'écart-type intralaboratoire (s_w) a été déterminé par comparaison des résultats d'un circuit international d'analyses effectuées en 1971/1972 et 1972/1973 sur sept échantillons de minerais de fer pour le calcium :

— Bomi Hill (0,074 % Ca), minerai canadien (0,342 % Ca), sable ferrifère philippin (0,483 % Ca), minerai suédois n° 7 (3,59 % Ca), minette (4,04 % Ca), minerai ASTM n° 4 (4,52 % Ca), minerai 72-10 (9,98 % Ca);

et sur six échantillons pour le magnésium :

— Bomi Hill (0,298 % Mg), minerai canadien (0,316 % Mg), sable ferrifère philippin (1,28 % Mg), mine-

rai suédois n° 7 (0,589 % Mg), minette (0,99 % Mg), minerai ASTM n° 4 (3,14 % Mg).

Les tolérances admissibles pour le matériau de référence certifié (tableau 2, deuxième colonne) sont calculées en multipliant les écarts-types par le facteur statistique 1,96 et appartiennent à la limite supérieure de l'étendue des teneurs correspondantes.

Les tolérances admissibles pour l'échantillon pour essai (tableau 2, troisième colonne) sont calculées en multipliant les écarts-types par les facteurs statistiques 2,77 et 3,31 ($n = 2$ avec une probabilité de 95 %) et appartiennent à la limite supérieure de l'étendue des teneurs correspondantes.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4692:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/355c26cd-603b-4a2e-84b9-ae185369af73/iso-4692-1980>