

---

# Norme internationale



# 6831

---

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

---

## **Minerais de fer — Dosage du sodium et/ou du potassium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme**

*Iron ores — Determination of sodium and/or potassium contents — Flame atomic absorption spectrometric method*

**Première édition — 1986-09-15**

---

**CDU 553.31 : 543.422 : 546.32/.33**

**Réf. n° : ISO 6831-1986 (F)**

**Descripteurs :** minéral, minerai de fer, analyse chimique, dosage, sodium, potassium, méthode d'absorption atomique.

## 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 6831 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*.

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 sodium et/ou du potassium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du sodium et/ou du potassium dans les minerais de fer, par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.

Cette méthode est applicable aux minerais de fer naturels, aux concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés, dont les teneurs en sodium ou en potassium sont comprises entre 0,002 et 1,0 % (m/m)<sup>1)</sup>.

## 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.*

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 d'une prise d'essai par attaque avec l'acide chlorhydrique et l'acide fluorhydrique. Évaporation jusqu'à siccité. Nouvelle évaporation après addition d'une nouvelle portion d'acide chlorhydrique. Mise en solution avec l'acide chlorhydrique et dilution appropriée. Aspiration dans la flamme air-acétylène d'un appareil d'absorption atomique.

Mesurage de l'absorbance due au sodium ou au potassium par rapport à celle que donnent les solutions d'étalonnage correspondantes.

## 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.

NOTE — Les réactifs sont choisis ou purifiés de manière à donner la plus faible valeur à blanc possible.

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

**4.2 Acide fluorhydrique, 40 % (m/m) ( $\rho$  1,13 g/ml) ou 48 % (m/m) ( $\rho$  1,19 g/ml).**

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

**4.4 Solution de base.**

Dissoudre 43 g de poudre d'oxyde de fer de très grande pureté<sup>4)</sup> dans 500 ml d'acide chlorhydrique (4.1). Laisser refroidir et diluer avec de l'eau à 1 000 ml.

**4.5 Sodium, solution étalon correspondant à 0,01 g de Na par litre.**

Réduire en poudre dans un mortier en agate environ 4 g de chlorure de sodium de haute pureté; amener à sec dans un four à 105 à 110 °C pendant 2 h et refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Dissoudre 2,542 g dans l'eau, diluer avec de l'eau à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Introduire<sup>5)</sup> 10,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et homogénéiser.

Conserver cette solution étalon dans un flacon en plastique.

1 ml de cette solution étalon contient 10  $\mu$ g de sodium.

1) La méthode n'a pas été vérifiée sur des minerais contenant plus de 0,50 % (m/m) de sodium et 0,51 % (m/m) de potassium. (Voir annexe B.)

2) Actuellement au stade de projet.

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

4) Au lieu d'oxyde de fer, il est permis d'employer du fer métallique avec un oxydant approprié. (La teneur en alcali de l'oxydant ne doit pas être très élevée.)

5) On peut utiliser un matériel en verre.

**4.6 Potassium, solution étalon correspondant à 0,02 g de K par litre.**

Réduire en poudre dans un mortier en agate, environ 3 g de chlorure de potassium de haute pureté; amener à sec dans un four à 105 à 110 °C pendant 2 h et refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Dissoudre 1,907 g dans l'eau. Diluer avec de l'eau à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

Introduire<sup>1)</sup> 10,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et homogénéiser.

Conserver cette solution étalon dans un flacon en plastique.

1 ml de cette solution étalon contient 20 µg de potassium.

## 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

**5.1 Bêchers en polytétrafluoréthylène (PTFE), de 100 ml de capacité, munis de couvercles en PTFE.**

**5.2 Agitateurs magnétiques revêtus de PTFE.**

**5.3 Bombe de digestion en PTFE.**

**5.4 Pipettes en matière plastique.**

**5.5 Fioles jaugées et flacons de stockage en matière plastique.**

**5.6 Plaques chauffantes avec agitation magnétique.**

### NOTES

1 On peut remplacer les bêchers en PTFE par des récipients en platine.

2 Sauf indication contraire, on évitera les matériels en verre qui peuvent contaminer les solutions.

3 Les couvercles des flacons en matière plastique **ne doivent pas** contenir de garniture ouatée séparée. De telles garnitures contiennent généralement un composé de sodium qui peut contaminer la solution.

4 Pour donner des valeurs sûres, le matériel doit être nettoyé et vérifié de la façon suivante:

a) Rincer avant usage avec la solution d'acide chlorhydrique (4.3) tous les matériels jaugés, y compris les pipettes utilisées pour préparer les solutions d'étalonnage. Vérifier l'étalonnage régulièrement ou en cas de besoin.

b) Nettoyer les récipients en PTFE et les barreaux agitateurs en les agitant dans 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3) et chauffer pendant 15 min. Jeter le liquide de rinçage et procéder à un essai à blanc dans chaque récipient successivement, exactement de la manière indiquée en 7.3. Si une valeur d'absorbance dépasse la limite spécifiée en 7.3, répéter la procédure de nettoyage, ou utiliser des réactifs acides de plus grande pureté. Les barreaux ne doivent jamais être manipulés avec les doigts.

c) Les récipients en platine utilisés selon la présente Norme internationale, uniquement pour les analyses des alcalins, peuvent être nettoyés de la même manière que les récipients en PTFE [voir b)]. Sinon ils doivent d'abord être nettoyés par fusion avec du tétraborate de lithium ou du borate de lithium, jusqu'à ce que les valeurs d'absorbance tombent au niveau des valeurs enregistrées avec du sel de lithium uniquement.

d) Rincer les flacons de stockage avant usage avec la solution d'acide chlorhydrique (4.3).

## 5.7 Spectromètre d'absorption atomique.

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

a) *Sensibilité minimale* — l'absorbance de la solution correspondant au point le plus élevé de la gamme d'étalonnage (voir 7.5.3) est au moins de 0,25.

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), n'est pas 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 correspondant au point le plus élevé de la gamme d'étalonnage, et l'écart-type de l'absorbance de la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage, chacun étant calculé à partir d'un nombre suffisant de mesures successives, sont inférieurs à 1,5 % et 0,5 % respectivement, de la valeur moyenne de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée.

### NOTES

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

2 Les paramètres instrumentaux peuvent varier d'un appareil à l'autre. Les paramètres suivants ont donné de bons résultats dans plusieurs laboratoires et peuvent être considérés comme des guides. Les solutions ont été aspirées dans une flamme air-acétylène d'un brûleur mélangeur:

	Na	K
Lampe à cathode creuse, mA	10	10
Longueur d'onde, nm	589,0	766,5
Débit d'air, l/min	10	10
Débit d'acétylène, l/min	2	2

Dans les systèmes où les valeurs indiquées 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

### 6.1 Échantillon 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

1) On peut utiliser un matériel en verre.

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 µm.

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  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  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 Mesures de sécurité

Suivre les instructions du fabricant pour l'allumage et l'extinction de la flamme air-acétylène, afin d'éviter tout risque d'explosion. Porter des lunettes de protection teintées pendant tout le temps où la flamme brûle.

### 7.3 Essai à blanc et essai de contrôle

Avant de procéder au traitement des prises d'essai, s'assurer que les méthodes de nettoyage utilisées en note 4 du chapitre 5 et la qualité des réactifs employés donnent dans les deux cas, pour le dosage du sodium et pour celui du potassium, des valeurs à blanc ne dépassant pas l'équivalent de 0,002 % (*m/m*) de la teneur du minerai en alcalin.

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. (Voir la note.)

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, la valeur analytique d'un seul matériau de référence certifié peut être utilisée.<sup>a</sup>

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.

### 7.4 Prise d'essai

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

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

### 7.5 Dosage

Afin d'empêcher les contaminations pendant l'analyse, on prendra les précautions suivantes:

- éviter tout contact des doigts sur l'échantillon, les solutions et les barreaux agitateurs;
- ne pas remplir les pipettes par aspiration buccale;
- ne pas fumer dans l'entourage immédiat.

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

Placer la prise d'essai (7.4) dans un bécher en PTFE de 100 ml (5.1)<sup>1)</sup>. Humidifier avec quelques millilitres d'eau, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.2). Placer à l'intérieur un agitateur magnétique revêtu de PTFE (5.2) et recouvrir d'un couvercle en PTFE. Régler la température de la plaque chauffante avec agitation (5.6) de façon à maintenir à une température d'environ 98 °C l'eau contenue dans un bécher en PTFE couvert. Chauffer tout en agitant pendant 45 min, ou jusqu'à la fin de la mise en solution de la prise d'essai. Enlever le couvercle, arrêter l'agitation en laissant le barreau dans la solution et faire évaporer jusqu'à siccité. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et faire évaporer à nouveau jusqu'à siccité. Mettre les sels en solution dans 5 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et 40 ml d'eau. Transvaser, puis diluer avec de l'eau jusqu'à 100 ml dans une fiole jaugée (5.5) en matière plastique et homogénéiser.

NOTE — Si une quantité significative de résidu persiste, effectuer une digestion dans une bombe à digestion en PTFE (5.3) en agitant pendant 45 min à 160 °C.

#### 7.5.2 Traitement de la solution

Si la concentration des éléments alcalins est trop élevée, il faut diluer la prise d'essai. Introduire avec une pipette en matière plastique (5.4) *y* ml de prise d'essai dans une fiole jaugée de 100 ml en matière plastique, ajouter  $0,1 \times (100 - y)$  ml de solution de base (4.4), diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et homogénéiser (voir le tableau).

1) Voir note 1 au-dessous de 5.6.

Mesurer en même temps une solution d'essai diluée et une solution à blanc diluée contenant la même quantité de solution de base que la solution d'essai. Préparer la solution à blanc diluée de la manière suivante: pipetter  $y$  ml de la solution de réactif à blanc, l'introduire dans une fiole jaugée en matière plastique de 100 ml, ajouter  $0,1 \times (100 - y)$  ml de solution de base, diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et homogénéiser.

Tableau — Guide de dilution de la solution d'essai

Sodium		Potassium	
Gamme de concentration %	Aliquote pour 100 ml $y$	Gamme de concentration %	Aliquote pour 100 ml $y$
0,002 à 0,030	—	0,002 à 0,060	—
0,030 à 0,10	30,0	0,060 à 0,20	30,0
0,10 à 0,30	10,0	0,20 à 0,60	10,0
0,30 à 0,60	5,0	0,60 à 1,00	5,0
0,60 à 1,00	3,0*		

\* Prendre 30 ml et diluer à 100 ml, aliquote 10 ml.

### 7.5.3 Préparation de la gamme d'étalonnage

À partir de la solution étalon de sodium (4.5) et de la solution étalon de potassium (4.6), préparer comme suit, des solutions d'étalonnage:

Introduire, à l'aide de pipettes en plastique, dans des fioles jaugées en plastique de 100 ml:

0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 ml de solution 4.5 et

0; 15,0; 10,0; 5,0; 2,0 ml de solution 4.6

Ajouter dans chacune, avec une pipette en plastique, 10 ml de solution de base (4.4), diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et homogénéiser. Ces solutions d'étalonnage couvrent les gammes de concentration 0 à 3  $\mu\text{g K/ml}$  et 0 à 1,5  $\mu\text{g Na/ml}$  et contiennent 3 000  $\mu\text{g Fe/ml}$ .

Conserver les solutions d'étalonnage dans des flacons en plastique.

### 7.5.4 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Optimiser la réponse de l'appareil comme spécifié en 5.7. Régler à la longueur d'onde du sodium (589,0 nm) ou à celle du potassium (766,5 nm) de manière à obtenir l'absorbance minimale. Après 10 min de préchauffage du brûleur, régler le débit de combustible et la position du brûleur, afin d'obtenir le maximum d'absorbance lors de l'aspiration de la solution correspondant au terme le plus élevé de la gamme d'étalonnage (voir 7.5.3). Aspirer de l'eau et la solution d'étalonnage afin de vérifier que la lecture de l'absorbance ne dérive pas, puis prendre comme zéro d'absorbance la lecture initiale de l'eau.

### 7.5.5 Mesurage de l'absorption atomique

Aspirer les solutions d'essai et d'étalonnage ou les solutions d'essai diluées dans l'ordre croissant d'absorption, en commençant par la solution d'essai à blanc ou d'essai à blanc diluée et la

solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage. Lorsqu'une réponse stable est obtenue pour chaque solution, enregistrer les lectures. Aspirer les solutions d'essai ou les solutions d'essai diluées au point approprié des séries d'étalonnage et enregistrer les lectures. Aspirer de l'eau entre chaque solution d'essai et d'étalonnage. Répéter les mesurages au moins deux fois encore.

Déterminer l'absorbance nette de chaque solution d'étalonnage en soustrayant l'absorbance moyenne de la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro de la gamme. De la même manière, déterminer l'absorbance nette de la solution d'essai ou de la solution d'essai diluée en soustrayant l'absorbance de la solution d'essai à blanc correspondante.

Tracer les courbes d'étalonnage en portant les valeurs nettes d'absorbance des solutions d'étalonnage en fonction de la concentration en microgrammes de sodium et/ou potassium par millilitre. (La solution d'essai ou, dans le cas d'une dilution, la solution d'essai diluée est la solution d'essai finale.)

Convertir la valeur d'absorbance nette de la solution d'essai finale en microgrammes de sodium et potassium par millilitre au moyen des courbes d'étalonnage.

NOTE — Si l'on dispose des lectures de concentration, on fera le calcul d'après les valeurs d'absorbance pour pouvoir vérifier la linéarité de la courbe et la valeur du blanc des réactifs.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul de la teneur en sodium ou en potassium

La teneur en sodium ou en potassium, en pourcentage en masse, est calculée à la cinquième décimale près pour les teneurs supérieures à 0,01 % et à la sixième décimale près pour les teneurs inférieures à 0,01 % en utilisant l'équation:

$$\frac{Q_M}{m_1 \times 100} \quad \dots (1)$$

où

$Q_M$  est la concentration, en microgrammes par millilitre, du sodium ou du potassium dans la solution d'essai finale;

$m_1$  est la masse, en grammes, de l'échantillon pour analyse présent dans 100 ml de la solution d'essai finale (7.5.5), calculée avec l'équation:

$$m_1 = \frac{m \times V}{100}$$

où

$m$  est la masse, en grammes de la prise d'essai (7.4);

$V$  est le volume, en millilitres, de l'aliquote prélevée en 7.5.2. Lorsqu'aucune dilution n'a été effectuée,  $V = 100$ .

## 8.2 Exploitation générale des résultats

### 8.2.1 Répétabilité et tolérance admissible

La fidélité de la méthode d'analyse s'exprime par les formules de régression suivantes<sup>1)</sup>:

#### Sodium

$$r = 0,0537 X + 0,0007 \quad \dots (2)$$

$$P = 0,0702 X + 0,0029 \quad \dots (3)$$

$$\sigma_r = 0,0194 X + 0,0002 \quad \dots (4)$$

$$\sigma_L = 0,0212 X + 0,0010 \quad \dots (5)$$

#### Potassium

$$r = 0,0297 X + 0,0025 \quad \dots (6)$$

$$P = 0,0518 X + 0,0040 \quad \dots (7)$$

$$\sigma_r = 0,0106 X + 0,0009 \quad \dots (8)$$

$$\sigma_L = 0,0171 X + 0,0013 \quad \dots (9)$$

où

$X$  est la teneur en sodium ou en potassium, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon pour analyse, calculée comme suit:

— pour les équations intralaboratoires (2, 4, 6, 8), la moyenne arithmétique des valeurs en double;

— pour les équations interlaboratoires (3, 5, 7, 9), la moyenne arithmétique des résultats finals (8.2.3) de deux laboratoires;

$r$  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 pour le matériau de référence certifié doit être tel que la différence entre lui et la valeur certifiée du matériau de référence certifié est statistiquement non significative. Pour un matériau de référence certifié analysé par au moins 10 laboratoires à partir de méthodes comparables du point de vue de la précision et de la fidélité à la méthode présentée ici, on peut se servir de la formule suivante pour vérifier la signification de la différence:

$$|A_c - A| < 2 \sqrt{\frac{s_{Lc}^2 + \frac{s_{Wc}^2}{n_{Wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots (10)$$

où

$A_c$  est la valeur certifiée;

$A$  est le résultat ou la moyenne des résultats obtenus sur 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 en double dans les laboratoires de certification;

$N_c$  est le nombre de laboratoires de certification;

$n$  est le nombre de dosages en double sur l'échantillon de référence;

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

Si la condition (10) 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 est à répéter en même temps avec une analyse de l'échantillon d'essai. Si la différence reste significative, la procédure doit être répétée avec un autre matériau de référence certifié du même type de minéral.

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

L'acceptabilité des résultats pour l'échantillon essayé doit être, dans chaque cas, soumise à l'acceptabilité des résultats pour le 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  $s_{Wc}^2/n_{Wc}$  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:

$$|A_c - A| < 2 \sqrt{2\sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}} \quad \dots (11)$$

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

### 8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables de l'échantillon pour analyse, ou alors la valeur déterminée selon les opérations spécifiées dans l'annexe A, calculée à la cinquième décimale près pour les teneurs en sodium ou potassium supérieures à 0,01 % et à la sixième décimale près pour les teneurs inférieures à 0,01 %. Pour les teneurs supérieures à 0,01 % la valeur est arrondie à la troisième décimale comme spécifié sous a), b) et c). De manière semblable, avec les chiffres ordinaux augmentés de un, la valeur des teneurs inférieures à 0,01 % est arrondie à la quatrième décimale.

- 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 lorsque le chiffre de la quatrième décimale 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.

### 8.3 Facteurs de conversion en oxydes

$$W_{\text{Na}_2\text{O}} (\%) = 1,348 0 \times W_{\text{Na}} (\%)$$

$$W_{\text{K}_2\text{O}} (\%) = 1,204 6 \times W_{\text{K}} (\%)$$

## 9 Procès-verbal d'essai

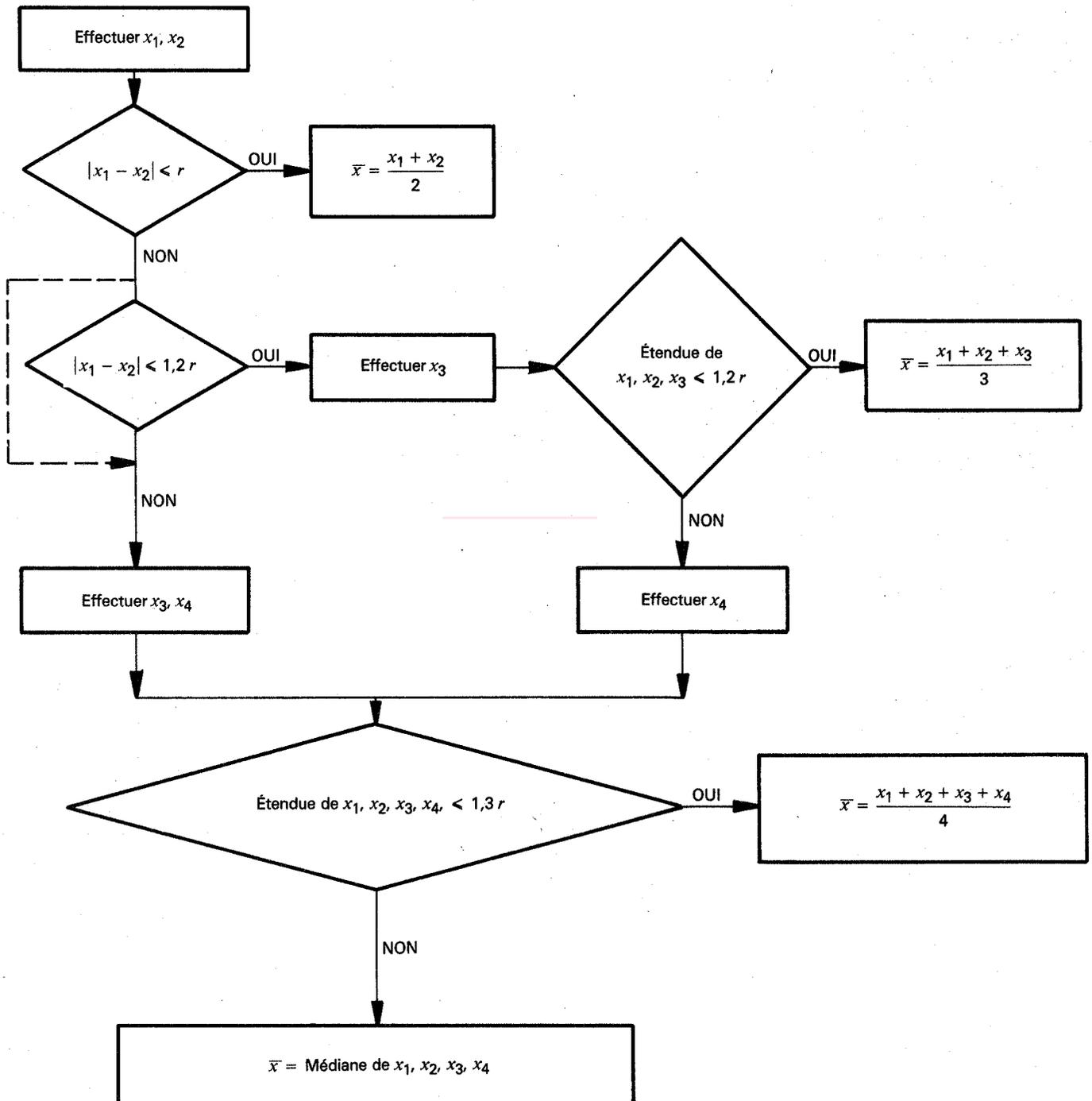
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) résultat de l'analyse;
- d) numéro de référence du résultat;
- e) 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 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 1976/1978, au moyen de cinq échantillons de minerai et concernant 39 laboratoires de neuf pays.

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

Les échantillons utilisés étaient les suivants:

Échantillon	Teneur en sodium [% (m/m)]	Teneur en potassium [% (m/m)]
Dampier	0,002 7	0,002 5
Schefferville	0,018 7	0,026 4
Håksberg, concentrat	0,029 7	0,074 1
Malmberget	0,499	0,216
Grängesberg	0,398	0,511

#### NOTES

1 Le rapport relatif aux essais internationaux et l'analyse statistique des résultats (Document ISO/TC 102/SC 2 N 509E, juin 1978) est disponible 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.