

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
7834

Première édition  
1987-12-15



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

## Minerais de fer — Dosage de l'arsenic — Méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène

*Iron ores — Determination of arsenic content — Molybdenum blue spectrophotometric  
method*

ITh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 7834:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1b077bd-2cdf-4fb7-98cf-daeb91344d34/iso-7834-1987>

Numéro de référence  
ISO 7834:1987 (F)

## 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 normalement 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 7834 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 de l'arsenic — Méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène

**AVERTISSEMENT** — L'attention est particulièrement attirée sur la nature toxique de l'arsenic et de ses solutions et d'autres réactifs utilisés dans la présente méthode; un soin particulier doit être pris pour la manipulation et le rejet des solutions.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène pour le dosage de l'arsenic dans les minerais de fer.

Cette méthode est applicable à un domaine de concentrations s'étendant de 0,000 1 à 0,1 % (*m/m*) (1 à 1 000 µg/g) d'arsenic, dans des minerais de fer naturels, concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés.

## 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.*

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

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

## 3 Principe

Décomposition d'une prise d'essai par frittage avec du peroxyde de sodium et reprise par l'eau et l'acide chlorhydrique.

Transfert de la solution dans un ballon de distillation, évaporation d'une partie de la solution, traitement avec du bromure de potassium et du sulfate d'hydrazine suivi d'un ajustement de l'acidité. Distillation du trichlorure d'arsenic et réception du distillat dans de l'acide nitrique.

Évaporation à siccité, cuisson à température contrôlée, traitement avec le réactif à base de molybdate d'ammonium et d'hydrazine pour former un complexe bleu arséno-molybdique.

Mesure spectrophotométrique de l'absorbance à une longueur d'onde voisine de 840 nm.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau déionisée ou de qualité équivalente.

NOTE — En vue d'obtenir des mesures correctes au niveau des basses teneurs d'arsenic dans les échantillons d'analyse (< 20 µg/g), les réactifs doivent être sélectionnés ou purifiés afin que la valeur de l'absorbance du blanc mesurée dans une cuve de 20 mm de parcours optique ne dépasse pas 0,025, équivalant à 1 µg d'arsenic. En particulier, il peut être nécessaire de redistiller l'acide nitrique ou d'appliquer une procédure de nettoyage (5.2) de l'appareil plus rigoureuse.

**4.1 Peroxyde de sodium** ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ), en poudre fine.

**4.2 Bromure de potassium** (KBr).

**4.3 Sulfate d'hydrazine** ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ).

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

**4.5 Acide nitrique** ( $\rho$  1,4 g/ml), dilué 1 + 1.

**4.6 Acide sulfurique** ( $\rho$  1,84 g/ml), exempt de phosphore.

**4.7 Molybdate d'ammonium** [ $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ], solution à 10 g/l.

À 400 ml d'eau dans un bécher de 1 litre, ajouter avec précaution et en agitant, 133 ml d'acide sulfurique (4.6). Refroidir, ajouter  $10 \pm 0,1$  g de molybdate d'ammonium et le faire dissoudre en agitant. Transférer dans une fiole jaugée ou une éprouvette graduée munie d'un bouchon, de 1 litre, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

**4.8 Sulfate d'hydrazine** ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ), solution à 0,15 g/l.

**4.9 Réactif à base de molybdate-hydrazine.**

À 70 ml d'eau dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter  $10 \pm 0,1$  ml de solution de molybdate d'ammonium (4.7) et 10 ml de solution de sulfate d'hydrazine (4.8). Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer une nouvelle solution à chaque série de mesures.

iTeh STANDARD  
(standards.iteh.ai)

ISO 7834:1987

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/260770b1-2021-410c-9134-44d334/iso-7834-1987

daeb91344d334/iso-7834-1987

**4.10 Solution étalon A d'arsenic, à 200 µg/ml.**

Sécher quelques centaines de milligrammes de trioxyde d'arsenic ( $As_2O_3$ ) à 105 °C durant 1 heure. Dissoudre 0,132 g du produit sec dans 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 40 g/l, ajouter 30 ml d'eau, neutraliser avec de l'acide sulfurique (4.6) dilué 1 + 9, avec de l'orange de méthyle comme indicateur et ajouter 4 g de bicarbonate de sodium. Diluer à 500 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de solution étalon A d'arsenic contient 200 µg d'arsenic.

**4.11 Solution étalon B d'arsenic, à 5 µg/ml.**

Transférer au moyen d'une pipette 25 ml de la solution A d'arsenic (4.10) dans une fiole jaugée de 1 litre, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de la solution étalon B d'arsenic contient 5 µg d'arsenic.

**5 Appareillage**

NOTE — Sauf indication contraire, les pipettes et fioles jaugées doivent être du type à un trait et être conformes aux spécifications de l'ISO 648 et de l'ISO 1042.

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Creusets en zirconium ou en carbone vitreux, d'une capacité d'environ 30 ml.**

**5.2 Appareil de distillation**, comprenant un ballon de distillation de 250 ml, équipé d'une tubulure latérale avec entonnoir, d'un dispositif anti-projections et d'un réfrigérant à eau (figure 1). Disposer des repères à 45 et 50 ml de volume sur le ballon de distillation.

Cet appareil peut être également équipé de joints rodés hémisphériques.

**NOTES**

1 Avant un premier usage, l'appareil à distiller et le béccher recevant le distillat doivent être nettoyés avec du mélange sulfochromique ou un produit équivalent, puis bien rincés afin d'être assuré que toutes les surfaces intérieures sont mouillables par un film. Si nécessaire, cette condition doit être maintenue. Les joints rodés doivent être débarrassés des lubrifiants organiques puis lubrifiés avec un minimum d'acide sulfurique (4.6). Alternativement, des joints en PTFE peuvent être utilisés.

2 Le matériel utilisé après l'étape de distillation (le réceptacle du distillat et, éventuellement, la pipette ainsi que la fiole jaugée de 100 ml) doit subir le traitement suivant :

Avant le premier usage, effectuer un traitement au mélange sulfochromique ou équivalent suivi d'un rinçage à l'eau, puis un traitement à l'acide nitrique ( $\rho$  1,4 g/ml) dilué 1 + 10, la solution étant laissée en contact avec le matériel durant plusieurs heures. Un tel matériel doit être réservé au dosage de l'arsenic et marqué en conséquence. Dans les dosages de routine, le temps de séjour de l'acide nitrique dilué peut être réduit à 30 min. Des détergents, lesquels peuvent donner lieu à une interférence des phosphates, ne doivent être utilisés en aucun cas dans ce mode opératoire.

3 Le dispositif de chauffage doit permettre un débit de distillation d'au moins 2 ml/min. En cas de difficultés, utiliser un ruban isolant approprié pour isoler le dispositif anti-projections (SH, sur la figure 1).

**5.3 Spectrophotomètre**, capable de mesurer l'absorbance jusqu'à des longueurs d'onde de 840 nm.

**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 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 relatives 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, indépendamment, avec un échantillon préséché pour analyse, en accord avec l'annexe A.

NOTE — L'expression «indépendamment» signifie que la seconde mesure ou toute mesure ultérieure n'est pas affectée par le(s) premier(s) résultat(s). Pour la présente méthode d'analyse, cette condition implique que la répétition du mode opératoire doit être effectuée soit par le même opérateur à un autre moment, soit par un autre opérateur, en incluant dans chaque cas un réétalonnage approprié.

**7.2 Essai à blanc et essai de contrôle**

Au cours de 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 de l'échantillon ou des échantillons, et 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, à condition 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 effectuant plusieurs prélèvements, peser à 0,001 g près, environ 1 g de l'échantillon préséché pour analyse en accord avec 6.2.

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

Peser et transférer dans un creuset de zirconium ou de carbone vitreux (5.1), 3 g de peroxyde de sodium (4.1). Ajouter immédiatement la prise d'essai pesée (7.3), mélanger avec une fine spatule métallique ou avec une baguette de verre et disposer le creuset dans un four à moufle à  $420 \pm 10$  °C durant 1 h.

Refroidir complètement à température ambiante (le creuset peut être posé sur un bloc métallique si besoin est), couvrir avec un verre de montre et soulever celui-ci momentanément pour ajouter 0,5 ml d'eau autour du culot fritté. Laisser évoluer la réaction (quelques minutes), puis ajouter à nouveau 1 ml d'eau de la même manière. Après quelques minutes, ajouter 15 ml d'eau et, après que la réaction sera calmée, chauffer, à nouveau, pour parfaire la désintégration. Fixer l'adaptateur à deux têtes et l'adaptateur de transfert (TA sur la figure 1) sur le ballon de distillation, au lieu de la distillation, et transférer le contenu du creuset dans le ballon. Ajouter 15 ml d'eau et 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4) dans le creuset, faire bouillir pour dissoudre le matériau résiduel et transférer dans le ballon, rincer avec 20 à 25 ml d'eau. Faire bouillir doucement pour chasser le chlore et évaporer jusqu'à un volume de 45 à 50 ml. Laisser la solution se refroidir jusqu'à 50 °C.

#### 7.4.2 Distillation du trichlorure d'arsenic

Compléter l'assemblage de l'appareil (figure 1) et ajouter 55 ml d'acide chlorhydrique (4.4) dans l'entonnoir d'addition. Mettre en place l'adaptateur de collecte en immergeant son bout dans 10 ml d'acide nitrique (4.5) disposés dans un bécher de 250 ml, forme haute, marqué au niveau de 75 ml. En utilisant un adaptateur de transfert sec (TA sur la figure 1), ajouter 2 g de bromure de potassium (4.2) et 1 g de sulfate d'hydrazine (4.3). Substituer un thermomètre à l'adaptateur de transfert et ajouter l'acide chlorhydrique (4.4) dans le ballon.

Distiller (avec un débit d'environ 2 ml/min) en maintenant la température de la vapeur en tête à environ 108 °C pour obtenir un volume total de 75 ml dans le récepteur.

NOTE — Un agent régulateur d'ébullition peut être utilisé, si nécessaire.

Suivant la teneur présumée en arsenic, utiliser soit la totalité du distillat, soit des aliquotes de cette solution en accord avec le tableau 1. Avec des échantillons contenant moins de 60 µg/g d'arsenic, utiliser la totalité du distillat. Pour des teneurs en arsenic supérieures à 60 µg/g, transférer le distillat dans une

fiolle jaugée de 100 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 1 — Parties aliquotes du distillat

Gamme des teneurs en arsenic µg/g	Partie aliquote pour 100 ml ml
1 à 60	Pas d'aliquote : distillat entier
50 à 200	25
150 à 500	10
300 à 1 000	5

Transférer respectivement le distillat et le blanc ou toute partie aliquote de l'essai et du blanc dans des béchers de 250 ml, forme haute.

#### 7.4.3 Mesure spectrophotométrique

Évaporer à sec le distillat, ou une partie aliquote, à une température ne dépassant pas 130 °C.

NOTE — Une plaque chauffante ou un bain-marie peuvent être utilisés pour l'évaporation, à condition que la température de surface de la plaque chauffante ne s'avère pas supérieure à 130 °C en tout point, après vérification avec un thermomètre de contact (ou un thermomètre conventionnel immergé dans un petit volume d'acide sulfurique).

Disposer le bécher contenant le résidu sec dans un four à  $130 \pm 5$  °C durant 30 minutes.

NOTE — En alternative, une plaque chauffante comme spécifié dans la note ci-dessus peut être utilisée, à condition d'obtenir au moins une température de 125 °C.

Refroidir, ajouter 20 ml du réactif molybdate-hydrazine (4.9) fraîchement préparé et disposer sur une plaque chauffante réglée de manière à obtenir dans la solution une température de  $95 \pm 5$  °C durant 25 à 30 min.

NOTE — Un bain-marie peut être utilisé, mais n'est pas strictement indispensable. Une plaque chauffante réglée pour fournir une température de  $95 \pm 5$  °C dans un bécher d'essai contenant de l'eau s'est avérée satisfaisante.

Refroidir à température ambiante et transférer dans une fiolle jaugée de 25 ml en utilisant le réactif à base de molybdate-hydrazine (4.9) pour rincer le bécher et pour compléter au volume. Dans une cuve de 10 mm, mesurer l'absorbance à la longueur d'onde du maximum d'absorption située vers 840 nm contre le réactif de référence à base de molybdate-hydrazine (4.9). Corriger la valeur de l'absorbance par l'absorbance de l'essai à blanc ou de l'essai à blanc dilué.

NOTE — Si des absorbances inférieures à 0,025 sont obtenues avec un parcours optique de 10 mm, utiliser une cuve d'un parcours optique de 20 mm. Dans ce cas, l'essai à blanc et la série d'étalonnage doivent également être mesurés avec une cuve de 20 mm.

### 7.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

Mesurer des aliquotes de la solution étalon B d'arsenic (4.11) de 0, 1, 2, 5 et 12 ml et les transférer successivement dans l'appareil de distillation. Diluer à 50 ml avec de l'eau, ajouter 2,5 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et poursuivre comme sous 7.4.2 et 7.4.3.

Tracer la courbe exprimant la relation entre les quantités d'arsenic et les absorbances corrigées pour l'addition nulle d'arsenic et calculer la pente ( $Z$ ) comme définie sous 8.1. La valeur de  $Z$  doit être voisine de 76 avec une cuve de 10 mm.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul de la teneur en arsenic

Calculer la teneur en arsenic,  $W_{As}$ , exprimée en microgrammes par gramme, avec trois décimales pour des teneurs inférieures à 100  $\mu\text{g/g}$ , et avec deux décimales pour des teneurs supérieures à 100  $\mu\text{g/g}$  au moyen de l'équation :

$$W_{As} = \frac{E \times Z \times D}{m} \quad \dots (1)$$

où

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

$E$  est l'absorbance de la solution d'essai ou aliquote de la solution d'essai mesurée contre la solution de référence des réactifs (4.9), corrigée par la valeur de l'essai à blanc ou de l'essai à blanc dilué;

$Z$  est la pente de la droite d'étalonnage exprimée en

$$\frac{\mu\text{g As dans 25 ml}}{\text{absorbance}}$$

$D$  est le facteur de dilution concerné (lorsque la totalité du distillat est utilisée,  $D = 1$ ; sinon  $D = 100/\text{volume de l'aliquote}$ ).

### 8.2 Exploitation générale des résultats

#### 8.2.1 Répétabilité et tolérance admissible

La fidélité de cette méthode analytique, en microgrammes par gramme, est exprimée par les équations de régression suivantes<sup>1)</sup>:

$$r = 0,0460 X + 0,90 \quad \dots (2)$$

$$P = 0,1058 X + 0,83 \quad \dots (3)$$

$$\sigma_r = 0,0163 X + 0,32 \quad \dots (4)$$

$$\sigma_L = 0,0356 X + 0,21 \quad \dots (5)$$

où

$X$  est la teneur en arsenic, exprimée en microgrammes par gramme, de l'échantillon pour essai, donnée par

- la moyenne arithmétique des valeurs en double, calculée à partir des équations intralaboratoires (2 et 4);
- la moyenne arithmétique des résultats finaux (8.2.3) de deux laboratoires, calculée à partir des équations interlaboratoires (3 et 5);

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

$P$  est la tolérance admissible interlaboratoire;

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

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

#### 8.2.2 Acceptation des résultats d'analyse

Le résultat obtenu 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 ayant été analysé par au moins 10 laboratoires avec une (ou des) méthode(s) comparable(s) en justesse et fidélité avec la présente méthode, la formule suivante peut être utilisée pour tester la signification de cette différence :

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

ITC STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

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 (dans la majorité des cas,  $n = 1$ );

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

Si la condition (6) est satisfaite, c'est-à-dire 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 minéral.

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

Lorsque l'étendue des deux valeurs de l'échantillon pour analyse se situe en dehors de la limite calculée avec l'équation (2), pour  $r$ , une ou plusieurs analyses supplémentaires doivent être effectuées en accord avec l'organigramme présenté en annexe A, simultanément avec un essai à blanc correspondant et 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 :

- si suffisamment de données sont disponibles pour permettre l'estimation de l'écart-type interlaboratoire, supprimer l'expression  $s_{WC}^2/n_{WC}$  et considérer  $s_{LC}$  comme l'écart-type des moyennes des laboratoires;
- si la certification n'a été effectuée que par un seul laboratoire ou si les résultats interlaboratoires font défaut, il est recommandé de ne pas utiliser un tel matériau dans ce but. Dans le cas où cet emploi est inévitable, utiliser la formule

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

### 8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables pour l'échantillon pour essai, ou déterminé autrement selon les opérations définies en annexe A, calculé avec trois décimales pour les teneurs en arsenic inférieures à 100 µg/g et avec deux décimales pour les teneurs supérieures à 100 µg/g.

Pour les teneurs en arsenic inférieures à 100 µg/g, la valeur calculée avec trois décimales est arrondie à une décimale comme spécifié ci-dessous en a), b) et c).

De manière similaire, avec le nombre ordinal diminué d'une unité, la valeur de la teneur en arsenic supérieure à 100 µg/g, calculée avec deux décimales, est arrondie à l'unité.

- Lorsque le chiffre de la seconde décimale est inférieur à 5, il est rejeté et le chiffre de la première décimale reste inchangé.
- Lorsque le chiffre de la seconde décimale est 5 et qu'il y a un chiffre autre que 0 à la troisième décimale, ou lorsqu'il est supérieur à 5, le chiffre de la première décimale est majoré d'une unité.
- Lorsque le chiffre de la seconde décimale est 5 et qu'il n'y a pas d'autre chiffre que 0 à la troisième décimale, le chiffre 5 est rejeté et le chiffre de la première décimale reste inchangé s'il s'agit de 0, 2, 4, 6 ou 8, ou est majoré d'une unité s'il s'agit de 1, 3, 5, 7 ou 9.

## 9 Procès-verbal d'essai

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

- nom et adresse du laboratoire d'essai;
- date de publication du procès-verbal d'essai;
- 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 spécifiées dans la présente Norme internationale qui pourraient avoir eu une influence sur les résultats, aussi bien pour l'échantillon pour analyse que pour le(s) matériau(x) de référence certifié(s).

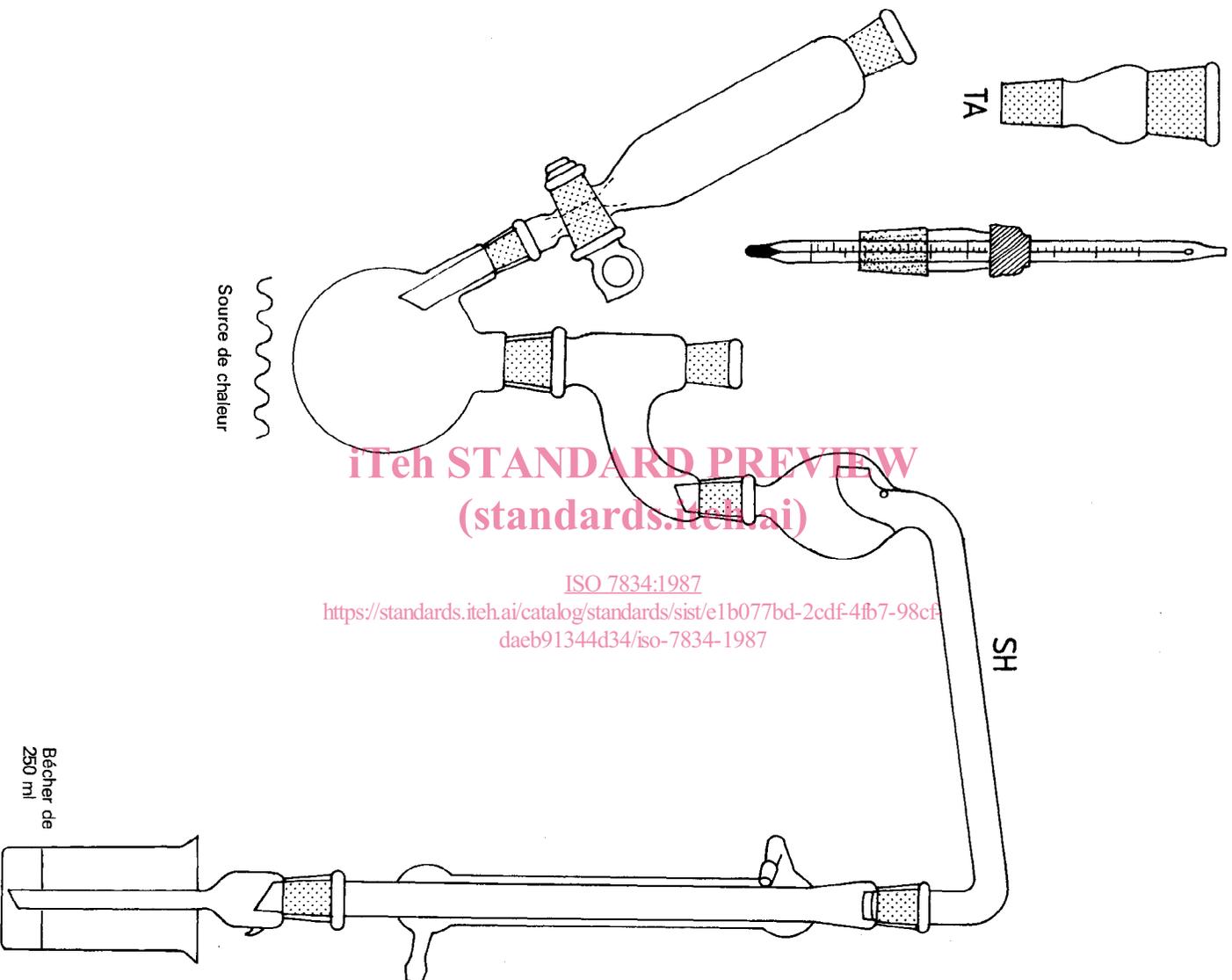
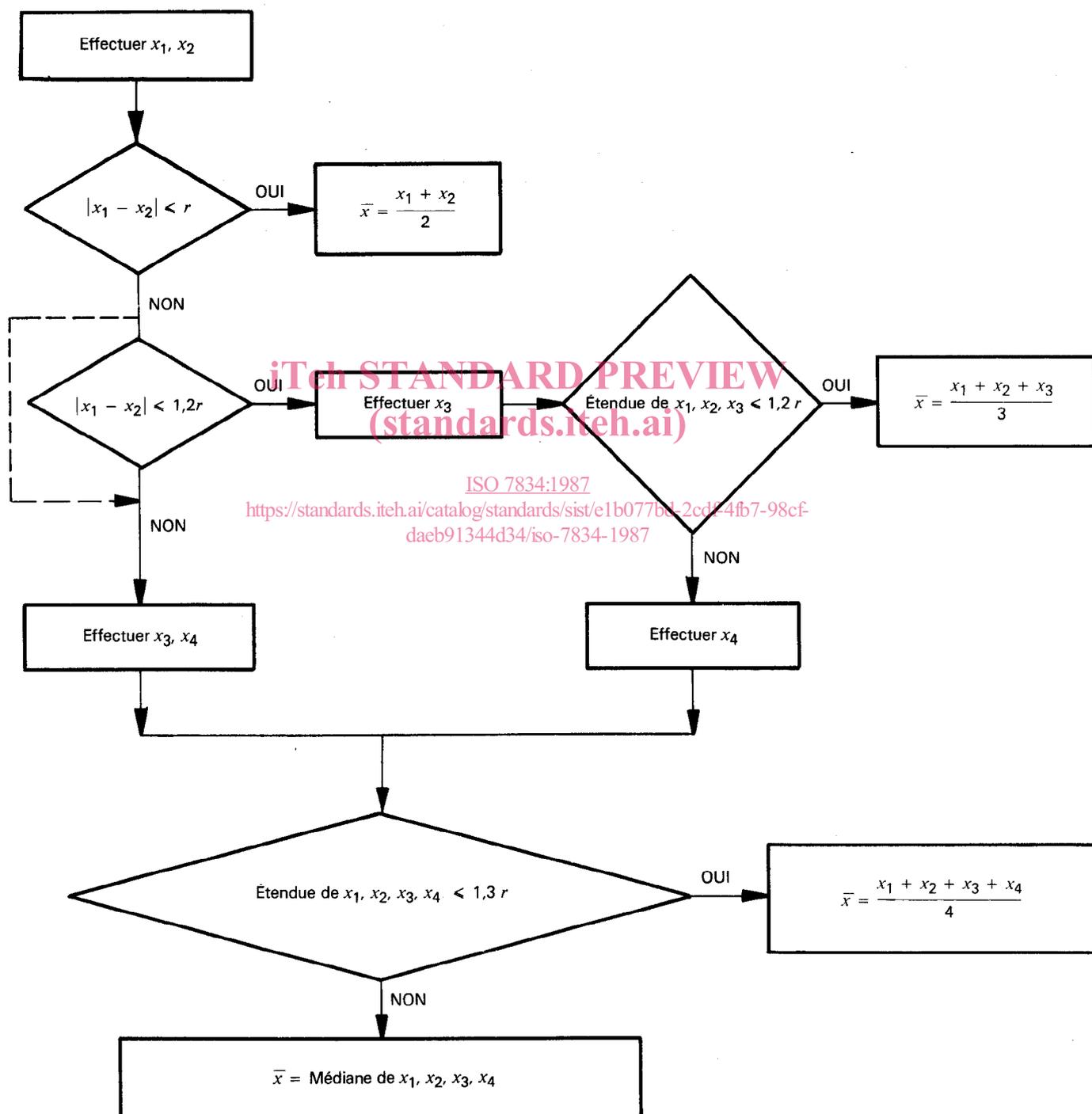


Figure 1 – Appareil pour la distillation de l'arsenic

## 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.