
Norme internationale



8556

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

Minerais alumineux — Dosage du phosphore — Méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène

Aluminium ores — Determination of phosphorus content — Molybdenum blue spectrophotometric method

Première édition — 1986-04-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8556:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/318e1346-0f9c-406e-ba9d-16377dc274d1/iso-8556-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/318e1346-0f9c-406e-ba9d-16377dc274d1/iso-8556-1986>

CDU 553.492 : 543.42 : 546.18

Réf. n° : ISO 8556-1986 (F)

Descripteurs : minéral, minéral d'aluminium, analyse chimique, dosage, phosphore, méthode spectrophotométrique.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8556 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 129, *Minerais alumineux*.

[ISO 8556:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/218e1346-09c-406e-ba9d-6a73e2741f1c/iso-8556-1986)

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 alumineux — Dosage du phosphore — Méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrophotométrique au bleu de molybdène pour le dosage du phosphore dans les minerais et minéraux alumineux.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en phosphore, exprimé en pentaoxyde de diphosphore (P_2O_5), est comprise entre 0,01 et 5 % (m/m).

La teneur en arsenic de l'échantillon n'a pas d'influence sur le dosage.

2 Référence

ISO 8558, *Minerais alumineux — Préparation d'échantillons préséchés pour essai.*

3 Principe

Décomposition d'une prise d'essai, soit

- a) par traitement aux acides chlorhydrique, nitrique et sulfurique;

NOTE — Cette méthode est recommandée pour les minerais contenant de la gibbsite ou de la boehmite et lorsque le résidu de mise en solution de la prise d'essai après volatilisation de la silice est inférieur à 1 % de la masse de la prise.

soit

- b) par frittage avec du peroxyde de sodium, suivi d'une fusion brève et d'une mise en solution de la masse fondue dans de l'acide sulfurique.

NOTE — Cette méthode est recommandée pour les minerais contenant de la diaspore et lorsque le résidu de mise en solution de la prise d'essai après volatilisation de la silice est supérieur à 1 % de la masse de la prise.

Déshydratation de la silice, dissolution des sels, filtration et calcination de la silice impure. Élimination de la silice par évaporation par les acides chlorhydrique et sulfurique. Fusion avec du carbonate de sodium et du tétraborate de sodium, mise en solution par de l'acide chlorhydrique et combinaison à la solution principale.

Addition de molybdate pour convertir le phosphate en complexe molybdo-phosphate et réduction au bleu de molybdène par l'acide ascorbique. Mesurage spectrophotométrique de l'absorbance du complexe de bleu de molybdène à une longueur d'onde d'environ 710 nm.

4 Réactifs

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

4.1 Peroxyde de sodium (Na_2O_2), en poudre.

NOTE — Le peroxyde de sodium doit être protégé contre l'humidité et ne doit pas être utilisé dès qu'il commence à s'agglomérer.

4.2 Fondant au carbonate et au tétraborate de sodium

Mélanger intimement 3 parties en masse de carbonate de sodium anhydre (Na_2CO_3) et 1 partie en masse de tétraborate de sodium anhydre ($Na_2B_4O_7$).

4.3 Acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml), dilué 1 + 1.

4.4 Acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml), dilué 1 + 9.

4.5 Acide fluorhydrique, à 40 % (m/m) ($\rho_{20} = 1,13$ g/ml) ou à 48 % (m/m) ($\rho = 1,18$ g/ml).

4.6 Acide bromhydrique, à 40 % (m/m) ($\rho_{20} = 1,38$ g/ml) ou à 47 % (m/m) ($\rho = 1,48$ g/ml).

4.7 Mélange d'acides.

Mesurer, dans un bécher de 1 litre, 225 ml d'eau et ajouter avec précaution, en agitant, 175 ml d'acide sulfurique (4.3). Refroidir à température ambiante et ajouter 150 ml d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) et 50 ml d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,41$ g/ml).

Cette solution doit être préparée pour chaque série de dosages et jetée lorsqu'elle n'est pas utilisée en totalité, avec rinçages abondants à l'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/318e1346-0f9c-406e-ba9d-16377dc274d1/iso-8556-1986>

4.8 Acide ascorbique ($C_6H_8O_6$), solution à 2 g/l.

Cette solution doit être préparée le jour même de son utilisation.

4.9 Disulfite de sodium ($Na_2S_2O_5$), solution à 150 g/l.

Cette solution doit être préparée le jour même de son utilisation.

4.10 Molybdate de sodium dihydraté ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$), solution à 50 g/l.

4.11 Bismuth, solution.

Dissoudre 4,25 g de sulfate de bismuth [$Bi_2(SO_4)_3$] (spécification : 90 %) ou 2,80 g d'oxycarbonate de bismuth (à 90 % de Bi_2O_3) dans 280 ml d'acide sulfurique et chauffer jusqu'à dissolution complète du sel. Refroidir à température ambiante, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 2,5 mg de Bi_2O_3 .

4.12 Phosphore, solution étalon correspondant à 0,02 g de P_2O_5 par litre.

Sécher plusieurs centaines de milligrammes de dihydrogène-orthophosphate de potassium (KH_2PO_4) à 105 °C jusqu'à masse constante et mettre à refroidir dans un dessiccateur.

Dissoudre 0,192 g de sel séché dans de l'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser 25,0 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 250 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,02 mg de P_2O_5 .

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Capsules, en matériau inerte, de dimensions suffisantes pour recevoir la quantité requise d'échantillon sur une couche de masse surfacique 5 mg/mm².

5.2 Étuve, à chauffage électrique, avec système de régulation de la température (thermostat) et convection mécanique permettant de maintenir la température à 105 ± 5 °C.

NOTE — Une vérification doit être faite sur l'étuve en y plaçant le nombre habituel de capsules et en mesurant la température au voisinage de chaque capsule pour s'assurer que la température requise est établie dans toute l'étuve et non juste au voisinage du thermostat.

5.3 Four à moufle, réglable de 480 °C à plus de 1 000 °C.

5.4 Creusets en zirconium, d'environ 40 ml de capacité, pour la décomposition de la masse frittée.

5.5 Creusets en platine, pour la reprise du résidu en 7.4.3.

5.6 Dessiccateur, contenant soit du perchlorate de magnésium, soit de l'alumine activée comme desséchant.

NOTES

1 L'alumine doit avoir été activée de fraîche date, par chauffage à 300 ± 10 °C pendant la nuit.

2 Pour se débarrasser du perchlorate de magnésium, le jeter dans l'évier et l'arroser avec d'importantes quantités d'eau.

5.7 Spectrophotomètre, capable de mesurer l'absorbance aux environs de 710 nm.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillons

Après prélèvement, les échantillons pour laboratoire doivent être broyés pour passer au tamis de contrôle de 150 µm d'ouverture de maille, par les modes opératoires spécifiés dans les normes en vigueur¹⁾.

6.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai, par séchage en étuve de la manière spécifiée dans l'ISO 8558.

7 Mode opératoire

7.1 Nombre de dosages

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

NOTE — Le terme «indépendamment» signifie que l'opérateur chargé de l'analyse doit changer, ou bien, si la même personne effectue les analyses, que celles-ci doivent être faites à des moments différents.

7.2 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 1 g de l'échantillon pour essai obtenu de la manière spécifiée dans le chapitre 6.

7.3 Essai à blanc

Parallèlement à la décomposition de la prise d'essai, préparer une solution à blanc selon le même mode opératoire mais en

1) Par normes en vigueur on entend les normes nationales existantes pour autant qu'il n'existe pas de Normes internationales sur le sujet; deux Normes internationales sont en cours d'élaboration : ISO 6137, *Minerais alumineux — Méthode d'échantillonnage*, et ISO 6140, *Minerais alumineux — Préparation des échantillons*.

omettant la prise d'essai. Lorsque l'analyse porte sur plusieurs échantillons à la fois, la valeur à blanc peut être donnée par un seul essai pourvu que le mode opératoire soit le même et que les réactifs proviennent des mêmes flacons.

7.4 Essai de contrôle

À chaque essai, effectuer une analyse d'un matériau certifié de référence du même type de minerai, parallèlement à l'analyse de l'échantillon et dans les mêmes conditions.

NOTE — Le matériau de référence certifié doit être du même type que l'échantillon à analyser. Ce matériau certifié ne peut toutefois pas être considéré du même type si les propriétés de l'échantillon à analyser diffèrent de ses propriétés à lui dans une mesure telle que le mode opératoire d'analyse doive en être substantiellement modifié.

7.5 Dosage

7.5.1 Décomposition de la prise d'essai

Si la décomposition s'effectue par attaque acide, procéder de la manière spécifiée en 7.5.1.1. Si elle s'effectue par frittage alcalin, procéder de la manière spécifiée en 7.5.1.2.

7.5.1.1 Attaque acide

Transférer la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 400 ml. Humecter avec de l'eau et ajouter 60 ml du mélange d'acides (4.7). Couvrir le bécher et chauffer à environ 80 °C pour décomposer l'échantillon (voir note 1).

Dès la cessation du dégagement de fumées brunes, rincer soigneusement le couvercle et les parois du bécher. Évaporer la solution à découvert jusqu'à dégagement abondant de fumées d'acide sulfurique. Replacer le couvercle et chauffer fortement pendant 60 min sur une plaque chauffante réglée pour porter la solution à une température de 210 ± 10 °C (voir note 2).

NOTES

1 Lorsque les échantillons renferment une forte teneur en fer [> 15 % (m/m) Fe_2O_3], le chauffage initial doit être prolongé.

2 Déterminer le réglage de température sur un bécher d'essai distinct contenant un thermomètre partiellement immergé dans 10 mm d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

7.5.1.2 Frittage alcalin

AVERTISSEMENT — Des lunettes de protection doivent être utilisées pendant l'opération suivante.

Transférer la prise d'essai (7.2) dans un creuset en zirconium sec (5.4), ajouter 10 g de peroxyde de sodium (4.1) et mélanger intimement à l'aide d'une spatule métallique sèche. Placer et maintenir dans le four à moufle (5.3) réglé entre 480 et 500 °C pendant 45 min. Retirer le creuset et son contenu du four et le placer sur un brûleur pour fondre la masse frittée (environ 30 s). Poursuivre le chauffage de la masse en fusion en la brassant pendant une durée totale de 2 min.

Laisser refroidir le creuset (on peut utiliser un bloc métallique pour accélérer le processus). Si nécessaire, essuyer la base du

creuset avec un papier filtre humide. Puis le placer, couché sur le côté, dans un bécher de 400 ml. Couvrir et ajouter dans le bécher, avec précaution, 140 ml d'acide sulfurique (4.4). Ajouter 20 ml d'acide sulfurique (4.3) et faire digérer pour lixivier le contenu du creuset. Retirer le creuset dès que son contenu est entièrement lixivié et bien le rincer dans la solution contenue dans le bécher.

Rincer soigneusement le couvercle et les parois du bécher. Évaporer la solution à découvert jusqu'à dégagement abondant de fumées d'acide sulfurique. Replacer le couvercle et chauffer fortement pendant 60 min sur une plaque chauffante réglée pour porter la solution à une température de 210 ± 10 °C.

NOTE — Déterminer le réglage de température sur un bécher d'essai distinct contenant un thermomètre partiellement immergé dans 10 mm d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

7.5.2 Mise en solution et filtration

Refroidir la solution de 7.5.1.1 ou 7.5.1.2 jusqu'à température ambiante, ajouter avec précaution 130 ml d'eau et chauffer entre 80 et 90 °C pendant au moins 40 min en agitant pour bien dissoudre les sels. Filtrer le mélange chaud sur un papier filtre à texture moyenne en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 250 ml. Rincer le bécher à l'eau et, en utilisant une tige de verre à embout de caoutchouc, nettoyer le bécher et transférer le résidu quantitativement sur le papier filtre. Laver le papier filtre et le résidu cinq fois avec des portions de 5 à 10 ml d'eau chaude. Mettre en réserve le filtrat et les eaux de lavage. Conserver le papier filtre et le résidu et poursuivre de la manière spécifiée en 7.5.3.

7.5.3 Reprise du résidu

Transférer le papier filtre et le résidu de 7.5.2 dans un creuset en platine taré pré-calciné. Sécher et calciner lentement, puis incinérer le papier filtre en portant la température entre 600 et 700 °C pendant 30 min dans le four à moufle. Laisser refroidir le creuset et humecter le résidu avec quelques gouttes d'eau. Ajouter 5 gouttes d'acide sulfurique (4.3) et, suivant la teneur en silice, 5 à 15 ml d'acide fluorhydrique (4.5). Évaporer soigneusement sous une hotte jusqu'à siccité pour chasser la silice et l'acide sulfurique. Laisser refroidir le creuset dans le dessiccateur (5.6) et peser. Déterminer la masse de résidu pour vérifier que les conditions du chapitre 3 sont remplies.

Ajouter $0,7 \pm 0,1$ g de fondant (4.2). Faire fondre à plus de 1 000 °C pendant 4 à 5 min dans le four à moufle, mélanger brièvement la masse fondue et remettre au four pour 1 à 2 min.

Laisser refroidir le creuset, ajouter 10 ml d'acide sulfurique (4.4) et chauffer pour mettre la masse fondue en solution. Transvaser la solution dans le filtrat mis en réserve (7.5.2) et rincer le creuset à l'eau. Refroidir à température ambiante, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. On obtient ainsi la solution d'essai.

7.5.4 Traitement de la solution d'essai

Pour des teneurs en P_2O_5 comprises entre 0,01 et 1 % (m/m), prélever les parties aliquotes à la pipette directement sur la solution d'essai.

Pour des teneurs en P₂O₅ comprises entre 1 et 5 % (m/m), prélever à la pipette 10 ml de la solution d'essai et les verser dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. On obtient ainsi la solution d'essai diluée.

Transvaser dans un bécher de 150 ml une partie aliquote de la solution d'essai (ou de la solution d'essai diluée), prélevée de la manière spécifiée dans le tableau 1 et ajouter, si nécessaire, la quantité d'acide sulfurique (4.3) supplémentaire spécifiée dans le tableau.

Tableau 1 — Parties aliquotes de solution d'essai requises

Teneur en P ₂ O ₅ % (m/m)	Solution à utiliser	Partie aliquote ml	Supplément d'acide (4.3) ml
0,01 à 0,5	Solution d'essai	20	0
0,5 à 1,0	Solution d'essai	10	1,25
1,0 à 5,0	Solution d'essai diluée	20	2,25

Ajouter 5 ml d'acide bromhydrique (4.6) (voir la note). Chauffer la solution jusqu'à dégagement abondant de fumées blanches, puis refroidir et ajouter 50 ml d'eau. Chauffer jusqu'à ébullition pour faciliter la mise en solution des sels et évaporer à environ 30 ml.

NOTE — L'acide bromhydrique sert à éliminer l'arsenic. Si la teneur en arsenic est jugée insignifiante, il n'est pas nécessaire d'ajouter de l'acide bromhydrique et de porter à fumées.

7.5.5 Mesurage spectrophotométrique

Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, en rinçant le bécher à l'eau. (Le volume total ne doit pas dépasser 50 ml.) Ajouter 10 ml de la solution de disulfite de sodium (4.9), mélanger et placer et maintenir dans un bain d'eau bouillante pendant exactement 5 min. Ajouter 10 ml de la solution de bismuth (4.11) et refroidir entre 30 et 35 °C. Ajouter 5 ml de la solution de molybdate de sodium (4.10) directement au centre de la solution sans toucher la paroi intérieure de la fiole. Rincer le col avec 5 ml d'eau, mélanger, puis ajouter immédiatement 10 ml de la solution d'acide ascorbique (4.8). Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Laisser reposer 25 min à température ambiante, puis mesurer l'absorbance de la solution d'essai par rapport à l'eau dans des cuves d'épaisseur appropriée. Si l'absorbance du blanc dépasse 0,1, vérifier que les réactifs ne sont pas pollués par du phosphore et les remplacer ou les purifier si besoin est.

NOTE — Une épaisseur de cuve de 10 mm est généralement souhaitable. Si l'absorbance est inférieure à 0,05, il est recommandé de prendre une cuve de 20 mm.

Le maximum d'absorption convenable pour le mesurage doit se situer aux environs de 710 nm.

7.6 Établissement de la courbe d'étalonnage

Transvaser des prélèvements élémentaires de 0 — 5,00 — 10,00 — 15,00 et 20,00 ml de la solution étalon de phosphore (4.12) dans des béchers de 100 ml.

Ajouter 2,5 ml d'acide sulfurique (4.3), 40 ml d'eau et faire bouillir doucement pendant 5 min. Refroidir en partie et transvaser les solutions dans des fioles jaugées de 100 ml, en rinçant les béchers à l'eau mais sans dépasser un volume final de 50 ml.

Ajouter 10 ml de la solution de disulfite de sodium (4.9), puis laisser se former le complexe de bleu de molybdène et le mesurer au spectrophotomètre de la manière spécifiée en 7.5.5. Tracer la courbe d'étalonnage en portant respectivement sur les axes la quantité de pentaoxyde de diphosphore, exprimée en milligrammes avec trois chiffres significatifs, et l'absorbance avec une épaisseur de cuve de 10 mm.

NOTE — À titre indicatif sur les résultats obtenus par cette méthode, on peut dire que

0,200 mg de P₂O₅ dans la solution d'essai finale, mesurée à 710 nm avec une épaisseur de cuve de 10 mm et corrigée par rapport à un blanc égal à zéro, donne une absorbance de 0,440.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en phosphore

Calculer la teneur en phosphore, exprimée en pourcentage en masse de pentaoxyde de diphosphore, à l'aide de la formule

$$ISO\ 8556:1 \frac{m_2}{m_1} \times \frac{25}{V} \times f$$

où

*m*₁ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2);

*m*₂ est la masse, en milligrammes, de pentaoxyde de diphosphore contenue dans la partie aliquote de solution d'essai ou de solution d'essai diluée (7.5.4) déterminée d'après la courbe d'étalonnage, après correction pour le blanc et, si nécessaire, avec une épaisseur de cuve de 10 mm;

f est le facteur de dilution, égal à 10 si l'on a utilisé la solution d'essai diluée;

V est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de solution d'essai ou de solution d'essai diluée (7.5.4).

8.2 Traitement général des résultats

8.2.1 Fidélité

Un circuit d'analyse sur cette méthode a été effectué par neuf pays avec une participation totale de treize laboratoires. Chaque analyste a procédé à deux dosages sur chacun des quatre échantillons. À partir des résultats obtenus, la répétabilité, la reproductibilité et l'indice de reproductibilité ont été calculés et sont donnés dans le tableau 2.

Tableau 2 — Fidélité des dosages du phosphore

Échantillon	Teneur moyenne en P ₂ O ₅ % (m/m)	Éléments de l'écart-type		Indice de reproductibilité 2 s
		s _w	s _b	
MT/12/6	0,056	0,005	0,003	0,011
MT/12/9	0,381	0,007	0,013	0,030
MT/12/12	0,558	0,007	0,008	0,021
MT/12/7	3,692	0,057	0,080	0,196

où

s_w est l'écart-type intra-laboratoires;

s_b est l'écart-type inter-laboratoires.

8.2.2 Acceptation des valeurs d'analyse

La valeur d'analyse de l'échantillon d'essai est acceptée quand la valeur d'analyse obtenue sur le matériau de référence certifié correspondant concorde avec la valeur certifiée dans les limites de l'indice de reproductibilité donné dans le tableau 2 et lorsque la différence entre les deux valeurs obtenues sur l'échantillon d'essai ne dépasse pas 2,77 s_w, le calcul étant fait à partir de la valeur convenable de s_w donnée dans le tableau 2.

Si la valeur d'analyse obtenue sur le matériau de référence certifié dépasse l'indice de reproductibilité, une analyse doit être effectuée simultanément sur un échantillon d'essai et un matériau de référence certifié, avec un essai à blanc. La valeur d'analyse obtenue sur le matériau de référence certifié doit entrer en ligne de compte pour l'acceptation de la valeur d'analyse obtenue sur l'échantillon comme prévu ci-dessus. Si une nouvelle fois la valeur obtenue sur le matériau de référence certifié sort des limites; la procédure doit être répétée sur un matériau de référence différent du même type de minerai jusqu'à ce qu'on obtienne deux valeurs acceptables sur l'échantillon d'essai.

Lorsque l'étendue (différence absolue) entre deux valeurs obtenues sur l'échantillon d'essai dépasse 2,77 s_w, des analyses supplémentaires sont à effectuer sur un échantillon d'essai avec un blanc conformément à la procédure spécifiée dans l'annexe, et simultanément avec une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai. L'acceptation de ces valeurs supplémentaires obtenues sur échantillon d'essai est conditionnée dans chaque cas par l'acceptabilité de la valeur obtenue sur le matériau certifié.

8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs acceptables de l'échantillon d'essai, calculée à cinq chiffres après la virgule et arrondie à trois chiffres après la virgule de la manière suivante :

- 1) Si le quatrième chiffre après la virgule est plus petit que 5, l'éliminer et conserver inchangé le troisième chiffre après la virgule.
- 2) Si le quatrième chiffre après la virgule est un 5 et que le cinquième chiffre après la virgule est différent de 0, ou si le quatrième chiffre après la virgule est plus grand que 5, augmenter d'une unité le troisième chiffre après la virgule.
- 3) Si le quatrième chiffre après la virgule est un 5 et s'il n'y a pas d'autre chiffre que 0 comme cinquième chiffre, éliminer le 5 et conserver le troisième chiffre après la virgule inchangé s'il est égal à 0, 2, 4, 6 ou 8, ou l'augmenter d'une unité s'il est égal à 1, 3, 5, 7 ou 9.

9 Procès-verbal d'essai

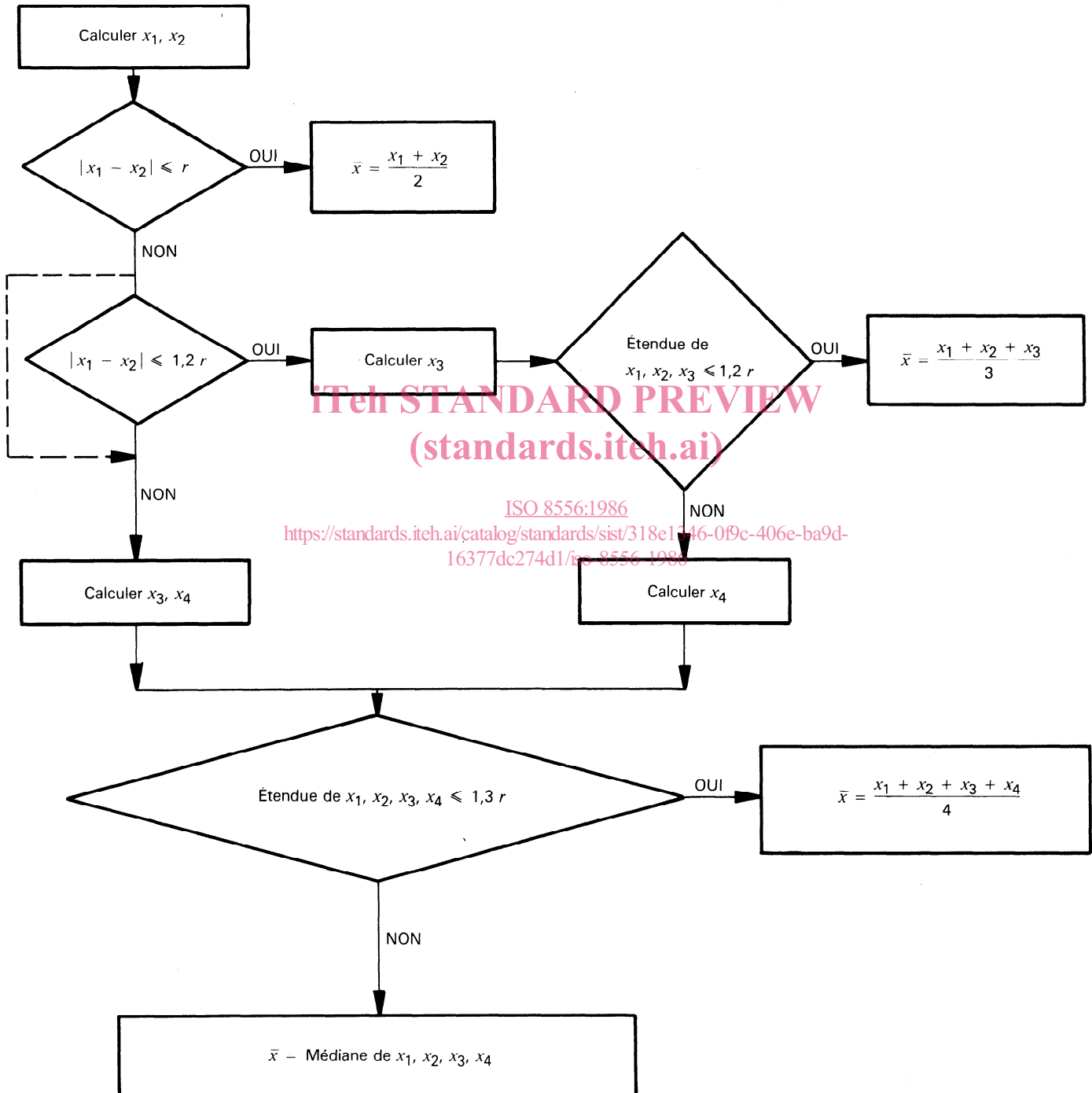
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- b) la référence à la présente Norme internationale;
- c) le résultat de l'analyse;
- d) le numéro de référence du résultat;
- e) 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.

Annexe

Organigramme de procédure pour l'acceptation des résultats d'essais

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)



$r = 2,77 s_w$

s_w est tel que défini en 8.2.1.