

NORME INTERNATIONALE

ISO
8753

Première édition
1987-05-01



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

Minerais de fer — Dosage du plomb et/ou du zinc — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

*Iron ores — Determination of lead and/or zinc content — Flame atomic absorption
spectrometric method*

Numéro de référence
ISO 8753:1987 (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 8753 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 plomb et/ou du zinc — 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 plomb et/ou du zinc dans les minerais de fer.

Cette méthode est applicable à une gamme de concentrations s'étendant de 0,001 à 0,5 % (*m/m*) pour le plomb et de 0,001 à 0,5 % (*m/m*) pour le zinc dans des minerais de fer naturels et des minerais de fer 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 préséchés pour analyse chimique.*

3 Principe

Décomposition d'une prise d'essai et élimination de la silice par traitement aux acides chlorhydrique et fluorhydrique. Oxydation à l'acide nitrique.

Évaporation à sec suivie d'une dilution et d'une filtration. Calcination du résidu, fusion au carbonate de sodium. Reprise du culot de fusion avec de l'acide chlorhydrique. Conservation de cette solution.

Extraction du fer du filtrat au moyen de MIBK. Récupération du plomb et du zinc extraits. Décomposition de la MIBK à l'aide d'acide nitrique. Évaporation à sec et reprise des sels au moyen de la solution conservée et d'acide chlorhydrique.

Aspiration de la solution dans la flamme d'un spectromètre d'absorption atomique en employant un brûleur air-acétylène.

Comparaison des absorbances obtenues pour le plomb ou le zinc avec celles relatives à des solutions d'étalonnage.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf avis contraire, 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, anhydre.

4.2 Méthylisobutylcétone (MIBK), de haute pureté.

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

4.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 à 1,19 g/ml, dilué 10 + 6.

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

4.6 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 à 1,19 g/ml, dilué 2 + 98.

4.7 Acide nitrique, ρ 1,4 g/ml.

4.8 Acide fluorhydrique, 40 % (*m/m*) (ρ 1,13 g/ml).

4.9 Solutions étalons de plomb.

4.9.1 Solution mère de plomb.

Dissoudre 1,000 g de plomb métallique très pur (exempt de fer) dans 40 ml d'acide nitrique (ρ 1,4 g/ml, dilué 1 + 1). Refroidir et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette solution mère contient 1 000 μ g de plomb.

4.9.2 Solution étalon A.

Transférer 10,0 ml de la solution mère (4.9.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 100 μ g de plomb.

4.9.3 Solution étalon B.

Transférer 10,0 ml de la solution A (4.9.2) dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 μ g de plomb.

4.10 Solutions étalons de zinc.

4.10.1 Solution mère de zinc.

Dissoudre 1,000 g de zinc métallique très pur (exempt de fer) dans 40 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Refroidir et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée et homogénéiser.

1 ml de cette solution mère contient 1 000 µg de zinc.

4.10.2 Solution étalon C.

Transférer 10,0 ml de la solution mère de zinc (4.10.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de zinc.

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 Bêchers en polytétrafluoroéthylène (PTFE), d'une capacité de 250 ml, avec couvercles en PTFE.

5.2 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur air-acétylène. Le spectromètre d'absorption atomique utilisé avec cette méthode sera satisfaisant s'il répond aux critères suivants :

- a) *Sensibilité de la réponse* — l'absorbance pour la solution d'étalonnage la plus concentrée (7.4.4) est de 0,25 au moins.
- b) *Linéarité de la réponse* — la pente de la courbe d'étalonnage relative aux 20 % supérieurs du domaine des concentrations (exprimé en variation d'absorbance) n'est pas inférieure à 0,7 de la valeur de la pente relative aux 20 % inférieurs du domaine des concentrations considérées de la même manière.
- c) *Stabilité minimale* — l'écart-type de l'absorbance pour la solution étalon la plus concentrée et l'écart-type de l'absorbance de la solution relative au point zéro, chacun calculé à partir d'un nombre suffisant de mesures répétitives, sont inférieurs à 1,5 % et 0,5 % respectivement de la valeur moyenne de l'absorbance correspondant à la solution la plus concentrée.

NOTES

1 Un enregistreur sur papier et/ou un dispositif de lecture numérique est recommandé pour mesurer ces critères et pour toutes les mesures ultérieures.

2 Les paramètres instrumentaux peuvent varier d'un instrument à l'autre. Les paramètres suivants ont été employés avec succès dans divers laboratoires et peuvent servir d'orientation.

	Pb	Zn
— Lampe à cathode creuse, mA	6	8
— Longueur d'onde, nm	283,3	213,9
— Débit d'air, l/min	14	14
— Débit d'acétylène, l/min	3	3

Dans les systèmes où les valeurs indiquées ci-dessus pour les débits de gaz ne s'appliquent pas, le rapport des débits de gaz constitue encore une indication utile.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillon pour laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire d'une 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 contenant des quantités significatives d'eau de constitution ou de composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 µm.

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

6.2 Préparation des échantillons préséchés pour analyse

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire et, en prélevant des incréments multiples, constituer un échantillon pour essai de manière qu'il soit représentatif de la totalité du contenu du récipient. Sécher l'échantillon pour essai à 105 ± 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, 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 Essai à blanc et essai de contrôle

À chaque fois, un essai à blanc et une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai doivent être effectués en parallèle et dans les mêmes conditions avec l'analyse du(des) échantillon(s) de minerais. 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 similaires pour assurer qu'en aucun cas, une modification significative du mode opératoire analytique ne devienne nécessaire.

Lorsqu'on effectue l'analyse sur plusieurs échantillons en même temps, la valeur de l'essai à blanc peut être obtenue par

un seul essai, pourvu que le mode opératoire soit le même et que les réactifs 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 de l'analyse d'un seul matériau de référence certifié peut être utilisé.

7.3 Prise d'essai

En prenant plusieurs incréments, peser, à 0,000 2 g près, approximativement 2 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 réabsorption d'humidité.

7.4 Dosage

7.4.1 Mise en solution de la prise d'essai

Placer la prise d'essai (7.3) dans un bécher en PTFE de 250 ml (5.1). L'humecter avec quelques millilitres d'eau, ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.8), couvrir avec un couvercle en PTFE. Porter à 100 °C sur une plaque chauffante, puis élever la température à 200 °C. Évaporer à sec. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.7) et évaporer à environ 1 ml. Dissoudre les sels avec 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et revenir à siccité.

Dissoudre les sels avec 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Ajouter 10 ml d'eau et filtrer sur papier filtre à texture serrée dans un bécher de 250 ml. Retirer toutes les particules adhérant au bécher au moyen d'une baguette à bout caoutchouté, laver avec de l'acide chlorhydrique (4.6) jusqu'à ce que le papier filtre ne présente plus de coloration due au fer, puis laver le papier filtre trois fois avec de l'eau chaude. Conserver le résidu et combiner filtrat et eaux de lavage.

7.4.2 Traitement du résidu

Placer le papier filtre avec son résidu dans un creuset en platine, le sécher et le réduire en cendres à faible température, puis calciner en four à moufle à 550 °C. Ajouter 0,5 g de carbonate de sodium (4.1) et fondre sur bec Bunsen (à environ 900 à 1 000 °C) jusqu'à obtention d'un bain limpide. Dissoudre le culot de fusion refroidi dans 5 ml d'acide chlorhydrique (4.5), chauffer pour chasser le dioxyde de carbone et conserver la solution.

7.4.3 Traitement des filtrats et des eaux de lavage combinés

Évaporer le filtrat et les eaux de lavage (7.4.1) près de la siccité. Dissoudre les sels avec 20 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et transférer dans une ampoule à décanter de 200 ml. Rincer le bécher avec 20 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et combiner ces eaux de lavage avec la solution principale. Ajouter 50 ml de MIBK (4.2) et bien agiter durant 1 min. Laisser décanter, laisser s'écouler la phase inférieure aqueuse dans un bécher de 250 ml.

Laver la phase organique en l'extrayant avec 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4), transférer les eaux de lavage dans le bécher.

Chauffer doucement la solution pour chasser pratiquement toute la MIBK. Puis ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.7) et évaporer à siccité. Dissoudre les sels dans 15 ml d'acide chlorhydrique (4.5). Combiner cette solution avec celle obtenue sous 7.4.2.

Transférer la solution dans une fiole jaugée de 50 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Suivant la concentration (voir tableau 1), utiliser la solution pour la mesure par absorption atomique sans dilution ou comme spécifié. Lorsqu'une dilution est requise, transférer la partie aliquote appropriée dans un bécher de 250 ml. Ajouter les quantités de carbonate de sodium (4.1) et d'acide chlorhydrique (4.5) conformément au tableau 1. Chauffer la solution pour chasser le dioxyde de carbone. Laisser refroidir et compléter au volume avec de l'eau dans une fiole jaugée de 100 ml. (Voir la note sous le tableau 2.) (Cette solution constitue la solution finale d'essai.)

Transférer des quantités correspondantes de solution d'essai à blanc dans un bécher de 250 ml, ajouter les mêmes volumes de carbonate de sodium (4.1) et d'acide chlorhydrique (4.5) que dans la solution d'essai. Chauffer la solution pour chasser le dioxyde de carbone. Laisser refroidir et compléter au volume avec de l'eau dans une fiole jaugée de 100 ml, puis homogénéiser. (Cette solution constitue la solution diluée d'essai à blanc.)

7.4.4 Préparation de la gamme d'étalonnage commun de zinc et de plomb

Transférer 1,0 g de carbonate de sodium (4.1) dans une série de six béchers de 250 ml. Ajouter dans chacun 20 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et des aliquotes appropriées des solutions étalons de plomb A ou B et des solutions étalons de zinc C, conformément au tableau 2. Chauffer les solutions pour chasser le dioxyde de carbone. Refroidir et compléter au volume dans une fiole jaugée de 100 ml.

NOTE — Les étendues des teneurs en plomb et en zinc couvertes peuvent varier d'un appareil à l'autre. L'attention doit porter sur les critères minimaux précisés en 5.2. Pour les appareils à haute sensibilité, des aliquotes plus petites de la solution d'étalonnage commun peuvent être utilisées.

7.4.5 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Régler la longueur d'onde du plomb (283,3 nm) ou du zinc (213,9 nm) pour aboutir à une absorbance minimale. Installer le brûleur convenable conformément aux instructions du constructeur, allumer la flamme appropriée. Après 2 min de préchauffage du brûleur, ajuster le combustible et le brûleur pour aboutir à une absorbance maximale en aspirant la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 7.4.4) et évaluer les critères selon 5.2.

Aspirer de l'eau et la solution d'étalonnage afin d'établir que les lectures en absorbance ne dérivent pas, puis régler la lecture initiale pour l'eau au zéro d'absorbance.

Tableau 1 — Guide de dilution pour la solution d'essai*

Élément	Teneur présumée, w , de l'élément dans l'échantillon % (m/m)	Aliquote ml	Carbonate de sodium (4.1) à ajouter g	Acide chlorhydrique (4.5) à ajouter ml
Plomb	$0,001 < w_{Pb} < 0,05$	—	—	—
	$0,05 < w_{Pb} < 0,2$	20	0,8	32
	$0,2 < w_{Pb} < 0,25$	10	0,9	36
	$0,25 < w_{Pb} < 0,5$	5	0,95	38
Zinc	$0,001 < w_{Zn} < 0,006$	—	—	—
	$0,006 < w_{Zn} < 0,02$	25	0,75	30
	$0,02 < w_{Zn} < 0,06$	10	0,9	36
	$0,06 < w_{Zn} < 0,12$	5	0,95	38
	$0,12 < w_{Zn} < 0,3$	2	0,98	39
	$0,3 < w_{Zn} < 0,5$	1	0,99	40

* Les dilutions explicitées conduisent à des concentrations en plomb et en zinc situées à l'intérieur de la gamme des solutions d'étalonnage (7.4.4). Pour des appareils à haute sensibilité, des portions plus faibles de la solution d'essai peuvent être préférables. Pour une aliquote de 1 ml ou 2 ml, procéder à des dilutions préalables afin d'éviter les erreurs de dilution. Procéder de manière semblable avec la solution d'essai à blanc.

Tableau 2 — Solutions d'étalonnage

Solution n°	Plomb			Zinc	
	Solution étalon A (4.9.2) ml	Solution étalon B (4.9.3) ml	Concentration $\mu\text{g/ml}$	Solution étalon C (4.10.2) ml	Concentration $\mu\text{g/ml}$
0	0	0	0	0	0
1	0	20	2	5	0,5
2	5	0	5	10	1
3	10	0	10	15	1,5
4	15	0	15	20	2
5	20	0	20	25	2,5

7.4.6 Mesurages par absorption atomique

Aspirer les solutions d'étalonnage et la solution finale d'essai dans l'ordre croissant en débutant avec la solution diluée d'essai à blanc et la solution d'étalonnage du point zéro, la solution finale d'essai étant aspirée au point convenable dans la série. Aspirer de l'eau entre les solutions et noter les lectures lorsque des réponses stables sont observées.

Répéter les mesurages au moins deux fois, si nécessaire, convertir la moyenne des lectures de chaque solution en absorbance. Établir l'absorbance nette de chaque solution en déduisant l'absorbance de la solution d'étalonnage du zéro. De manière semblable, établir l'absorbance nette de la solution finale d'essai en déduisant l'absorbance de la solution diluée d'essai à blanc.

Établir une courbe d'étalonnage en portant les valeurs nettes d'absorbance des solutions d'étalonnage en fonction des concentrations en plomb ou en zinc, en microgrammes par millilitre.

Convertir les valeurs nettes d'absorbance de la solution finale d'essai, en microgrammes de plomb et/ou de zinc par millilitre, au moyen de la courbe d'étalonnage.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en plomb ou en zinc

La teneur en plomb ou en zinc, w , exprimée en pourcentage en masse avec cinq décimales, est calculée par l'équation

$$w = \frac{\rho V}{m_1 \times 10\,000} \quad \dots(1)$$

où

ρ est la concentration, en microgrammes par millilitre, de plomb ou de zinc dans la solution finale d'essai;

V est le volume, en millilitres, de la solution finale d'essai;

m_1 est la masse de l'échantillon, en grammes, de la solution finale d'essai, en tenant compte de toute dilution préalable éventuellement effectuée.

$$m_1 = \frac{m \times V_1}{50}$$

où

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

V_1 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote prise en 7.4.3 (voir tableau 1). Lorsqu'aucune dilution n'a été effectuée, $V_1 = 50$.

8.2 Exploitation générale des résultats

8.2.1 Répétabilité et tolérance admissible

La fidélité de cette méthode analytique est exprimée par les équations de régression suivantes¹⁾ :

Plomb

$$r = 0,033 2 X + 0,000 4 \quad \dots(2)$$

$$P = 0,058 7 X + 0,002 8 \quad \dots(3)$$

$$\sigma_r = 0,011 7 X + 0,000 1 \quad \dots(4)$$

$$\sigma_L = 0,019 0 X + 0,001 0 \quad \dots(5)$$

Zinc

$$r = 0,041 5 X + 0,001 1 \quad \dots(6)$$

$$P = 0,104 8 X + 0,003 0 \quad \dots(7)$$

$$\sigma_r = 0,014 7 X + 0,000 4 \quad \dots(8)$$

$$\sigma_L = 0,035 5 X + 0,001 0 \quad \dots(9)$$

où

X est la teneur en plomb ou en zinc, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon préséché pour analyse, donnée par

— la moyenne arithmétique des valeurs en double, calculée à partir des formules intralaboratoires (2, 4, 6, 8),

— la moyenne arithmétique des résultats finals (8.2.3) de deux laboratoires, calculée à partir des formules interlaboratoires (3, 5, 7, 9);

r est la tolérance admissible intralaboratoire (répétabilité);

P est la tolérance admissible interlaboratoire;

σ_r est l'écart-type intralaboratoire;

σ_L est l'écart-type interlaboratoire.

8.2.2 Acceptation des valeurs analytiques

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

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

où

A_c est la valeur certifiée;

A est le résultat ou la moyenne des résultats obtenus pour 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 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 certifié (dans la majorité des cas, $n = 1$);

σ_L et σ_r sont tels que définis en 8.2.1.

Si la formule (10) 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.

Lorsque l'étendue des deux valeurs de l'échantillon pour analyse se situe en dehors de la limite calculée pour r , conformément à l'équation (2) ou (6), selon le cas, en 8.2.1, un ou plusieurs essais supplémentaires doivent être effectués en accord avec l'organigramme présenté en annexe A, simultanément avec une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minéral.

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.

1) Des informations complémentaires font l'objet des annexes B et C.

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 écart-type des moyennes des laboratoires;

b) 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

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

8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables pour l'échantillon pour essai ou déterminées autrement, par les opérations spécifiées dans l'annexe A, calculée avec cinq décimales et arrondie à la troisième décimale comme suit :

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 des oxydes

$$w_{PbO} (\%) = 1,077 2 w_{Pb} (\%)$$

$$w_{ZnO} (\%) = 1,244 7 w_{Zn} (\%)$$

9 Procès-verbal d'essai

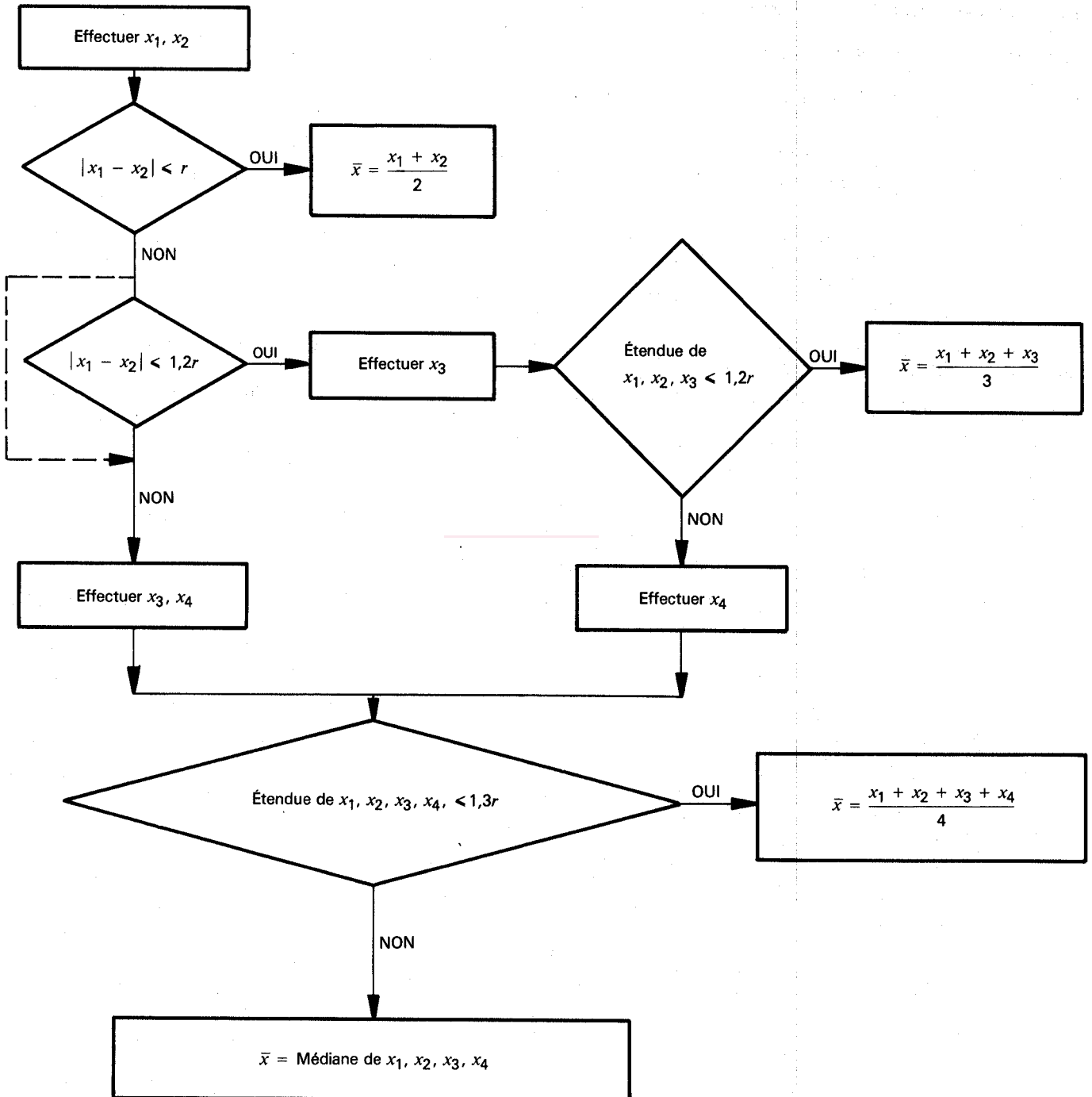
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- 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 pour 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 analyse

(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 proviennent des résultats d'essais analytiques internationaux, effectués en 1981/1982, au moyen de cinq échantillons de minerai, et concernant 22 laboratoires de 9 pays.

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

Les échantillons utilisés étaient les suivants :

Échantillon	Teneur en plomb [% (m/m)]	Teneur en zinc [% (m/m)]
Sishen (76-16)	0,001 5	0,001 6
Robe River (76-21)	0,001 4	0,009 9
Stollberg (79-1)	0,097 5	0,139 8
Whyalla (79-13)	0,006 6	0,477 8
Purpur (80-1)	0,319 5	0,164 9

NOTES

1 Le rapport relatif aux essais internationaux et l'analyse statistique des résultats (Documents ISO/TC 102/SC 2 N 702 E et 2 N 740 E) sont disponibles 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.