

NORME INTERNATIONALE

ISO 9517

Première édition
1989-12-15

Minerais de fer — Dosage des chlorures solubles dans l'eau — Méthode par électrode sélective des ions

iTeh STANDARD PREVIEW

*Iron ores — Determination of water soluble chloride content — Ion-selective
electrode method*

(standards.iteh.ai)

ISO 9517:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a5db400-b0d3-46b5-be92-7a992d3455c7/iso-9517-1989>



Numéro de référence
ISO 9517 : 1989 (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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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 9517 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*.

[ISO 9517:1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a5db400-b0d3-46b5-be92-7a00d345575c/iso-9517-1989)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a5db400-b0d3-46b5-be92-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a5db400-b0d3-46b5-be92-7a00d345575c/iso-9517-1989)

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Minerais de fer — Dosage des chlorures solubles dans l'eau — Méthode par électrode sélective des ions

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par électrode sélective des ions pour la détermination des chlorures solubles dans l'eau dans les minerais de fer. Cette méthode est applicable à des concentrations en chlorures solubles dans l'eau comprises entre 0,005 % (*m/m*) et 0,1 % (*m/m*) dans les minerais de fer naturels et concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés.

NOTE — Les chlorures solubles dans l'eau constituent la partie des chlorures d'un minerai de fer extractible par lixiviation avec une solution aqueuse dans des conditions essentiellement neutres.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties pertinentes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 648 : 1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3081 : 1986, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle.*

ISO 3082 : 1987, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements et préparation des échantillons — Méthode mécanique.*

ISO 3083 : 1986, *Minerais de fer — Préparation des échantillons — Méthode manuelle.*

ISO 7764 : 1985, *Minerais de fer — Préparation des échantillons préséchés pour l'analyse chimique.*

3 Principe

Digestion de la prise d'essai dans de l'eau renfermant du sulfate de potassium, transfert de la suspension dans une fiole jaugée et dilution à volume. Filtration sur sec, traitement d'une ali-

quote avec une solution de persulfate de potassium et addition d'un tampon neutre. Addition d'une solution d'ajustement de la force ionique et détermination potentiométrique de la teneur en chlorures au moyen d'une électrode sensible aux ions chlorure et d'une électrode de référence à double jonction.

4 Réactifs

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

La préparation des solutions des réactifs et d'étalonnage, ainsi que toutes les opérations spécifiées aux chapitres 5, 6 et 7 dans cette méthode doivent être effectuées dans une zone convenablement isolée de toutes zones où l'acide chlorhydrique est utilisé.

4.1 Sulfate de potassium (K_2SO_4), solution à 2 g/l.

4.2 Sulfate de potassium (K_2SO_4), solution à 4 g/l.

4.3 Persulfate de potassium ($K_2S_2O_8$), solution à 1,5 g/100 ml.

À préparer fraîchement pour chaque série d'essais.

4.4 Nitrate de sodium, solution, $c(NaNO_3) = 5$ mol/l.

Dissoudre 42,5 g de nitrate de sodium dans environ 60 ml d'eau, transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer au volume et homogénéiser.

4.5 Solution tampon au phosphate.

Dissoudre 2,72 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) et 2,84 g d'hydrogénophosphate disodique (Na_2HPO_4) dans 40 ml d'eau. Transférer dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer au volume et homogénéiser.

4.6 Solution de lavage du barreau d'agitation.

À environ 700 ml d'eau, ajouter avec précaution 150 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml) et 150 ml d'acide phosphorique (ρ 1,7 g/ml) et homogénéiser.

4.7 Chlorure, solution étalon A, 1 000 µg Cl/ml.

Sécher environ 2 g de chlorure de sodium à 105 °C durant 1 h et laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser 0,824 g de ce produit sec, dissoudre dans environ 50 ml d'eau et transférer dans une fiole jaugée de 500 ml. Diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de la solution étalon A de chlorure renferme 1 000 µg de chlorure.

4.8 Chlorure, solution étalon B, 50 µg Cl/ml.

Mesurer 25,0 ml de la solution étalon A de chlorure dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de la solution étalon B de chlorure renferme 50 µg de chlorure.

4.9 Chlorure, solution étalon C, 20 µg Cl/ml.

Mesurer 10,0 ml de solution étalon A de chlorure dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer au volume et homogénéiser.

1 ml de la solution étalon C de chlorure renferme 20 µg de chlorure.

NOTE — Les solutions étalon B (4.8) et C (4.9) doivent être fraîchement préparées.

4.10 Solutions d'étalonnage.

Préparer les solutions d'étalonnage spécifiées dans le tableau 1 pour la gamme de teneurs en chlorures attendue.

Si la teneur en chlorures est inconnue, préparer des solutions d'étalonnage à 5,0 µg, 10,0 µg et 50,0 µg Cl/ml.

Si la teneur en chlorures est alors trouvée inférieure à 0,012 % (m/m), préparer des solutions d'étalonnage supplémentaires renfermant 2,0 µg et 3,0 µg Cl/ml.

Pour des teneurs en chlorures plus élevées, préparer toutes solutions supplémentaires nécessaires en accord avec le tableau 1.

Tableau 1 — Solutions d'étalonnage nécessaires pour chaque gamme de teneurs en chlorure

Échantillon pour essai Teneur en Cl % (m/m)	Solution d'étalonnage Teneur en Cl µg/ml
0,005 à 0,025	2,0; 3,0; 5,0; 10,0
0,012 à 0,025	5,0; 10,0
0,025 à 0,10	10,0; 25,0; 50,0

Pour la préparation des solutions d'étalonnage nécessaires, mesurer dans une série de fioles jaugées de 100 ml les aliquotes des solutions étalon spécifiées au tableau 2.

Tableau 2 — Préparation des solutions d'étalonnage

Solution d'étalonnage Teneur en Cl µg/ml	Solution étalon Volume de l'aliquote ml	Solution étalon
2,0	10,0	C (4.9)
3,0	15,0	C (4.9)
5,0	10,0	B (4.8)
10,0	20,0	B (4.8)
25,0	50,0	B (4.8)
50,0	5,0	A (4.7)

Ajouter aux aliquotes de solution étalon dans les fioles jaugées de 100 ml, 6 ml de solution de persulfate de potassium (4.3), 35 ml de solution de sulfate de potassium (4.2), 2 ml de solution tampon au phosphate (4.5) et 2 ml de solution de nitrate de sodium (4.4) (pour l'ajustement de la force ionique). Diluer au volume et homogénéiser.

NOTE — Les solutions d'étalonnage renfermant 2,0 µg à 10,0 µg Cl/ml doivent être préparées le jour de leur emploi.

5 Appareillage

Toutes les pipettes et fioles jaugées nécessaires doivent être conformes respectivement avec les spécifications de l'ISO 648 et de l'ISO 1042.

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Agitateur magnétique (optionnel, voir 7.6.4, note 1).

5.2 Agitateur magnétique chauffant.

5.3 Barreaux d'agitation, recouverts de PTFE ou de polyéthylène, longueur 25 mm à 30 mm.

NOTE — Avant usage, les barreaux d'agitation doivent être nettoyés pour éliminer tout minerai de fer y adhérent et toute contamination en chlorures en les traitant dans la solution de lavage (4.6) durant 30 min puis dans de l'eau durant 30 min. Ne doivent être utilisées que des pincettes propres pour manipuler les barreaux d'agitation nettoyés.

5.4 Appareil de filtration, en verre ou plastique polycarbonate, avec des microfiltres à membranes de cellulose, diamètre de 25 mm à 50 mm et porosité inférieure à 1 µm.¹⁾

NOTE — Les microfiltres doivent être manipulés à tout moment et uniquement avec des pincettes propres.

5.5 Ionimètre à électrode sélective, ou pH-mètre de haute sensibilité, ou millivoltmètre à haute impédance, permettant de lire une sensibilité de 0,1 mV.

5.6 Électrode sélective, pour les ions chlorure et électrode de référence à flux libre et à double jonction.

NOTES

1 Les deux électrodes doivent être utilisées et entretenues en accord avec les spécifications du constructeur; la solution dans la chambre extérieure de l'électrode de référence doit être changée conformément

1) Millipore (appareil XX10 avec filtres HAWP), Sartorius, Gelman sont des exemples d'appareils appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ces types d'appareils.

à ces spécifications et renouvelée selon nécessité. Le débit au travers de la jonction nitrate/essai doit être tel que le niveau de la solution de la chambre inférieure chute à un taux de l'ordre de 4 à 5 mm par jour.

2 Comme certaines électrodes sélectives pour les ions chlorure sont sensibles à la lumière, elles ne doivent pas être mises en œuvre dans la lumière solaire directe ou une lumière du jour intense.

3 Des électrodes « combinées », qui ne sont pas normalement fournies avec une électrode de référence comportant une double jonction, ne conviennent pas.

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 et préparé conformément à l'ISO 3082 ou à l'ISO 3083. Dans le cas de minerais renfermant des teneurs significatives en eau de constitution ou composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à 160 μm .

NOTE — Des directives au sujet des teneurs significatives en eau de constitution ou en composés oxydables sont données dans l'ISO 7764.

6.2 Préparation des échantillons préséchés pour analyse

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire, en extraire une prise d'essai en y prélevant des incréments multiples, de telle manière qu'elle soit représentative de tout le contenu du récipient. Sécher l'échantillon pour analyse à $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, comme spécifié dans l'ISO 7764 (ceci constitue l'échantillon préséché).

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 le second résultat, ou tout autre supplémentaire, n'est pas affecté par le(s) résultat(s) antérieur(s). Pour cette méthode d'analyse particulière, cette condition implique que la répétition du mode opératoire doit être effectuée soit par un même opérateur à un moment différent, soit par un autre opérateur avec, dans tous les cas, un réétalonnage approprié.

7.2 Essai à blanc et essai de contrôle

NOTE — Pour des raisons techniques, un essai à blanc tel qu'il est habituellement conçu, ne peut être effectué dans le cas de méthodes mettant en œuvre des électrodes sélectives pour des ions. Dans cette méthode, le mode opératoire 7.4.2 a été remplacé.

Avec chaque série, une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai doit être effectuée en parallèle avec les analyses du (des) échantillon(s) dans les mêmes conditions. Un échantillon d'essai préséché du matériau de référence certifié doit être préparé comme prescrit 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 dans tous les cas qu'aucun changement significatif dans le mode opératoire analytique ne soit nécessaire.

Lorsque l'analyse porte simultanément sur plusieurs échantillons du même type, la valeur analytique d'un matériau de référence certifié peut être utilisée.

7.3 Réglage de la température

7.3.1 Agitateur magnétique chauffant

Déterminer le réglage de température nécessaire au maintien d'une température de $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ dans un volume d'eau de 35 ml.

7.3.2 Plaque chauffante de laboratoire

Préchauffer la plaque chauffante et déterminer le réglage de température nécessaire pour aboutir à une température d'au moins $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ (mais sans ébullition) après 25 min dans un volume d'eau de 50 ml.

7.4 Essais préliminaires

7.4.1 Essai de contrôle du système d'électrodes

Avant usage des électrodes pour toute série d'essais, effectuer l'essai de contrôle du bon fonctionnement des électrodes :

Dans un béccher de 150 ml ou 250 ml, ajouter 100 ml d'eau, un barreau d'agitation (5.3) et 2 ml de solution de nitrate de sodium (4.4). Disposer les électrodes dans la solution, agiter durant 5 min et relever le potentiel en millivolts (E_1) de l'électrode.

NOTE — Agiter à une vitesse telle que les bulles d'air soient déplacées de la surface de l'électrode, mais sans créer un vortex.

Ajouter 1 ml de solution étalon A de chlorure (4.7), agiter durant 5 min pour aboutir à une lecture stable et noter le potentiel de l'électrode (E_2). Ajouter 10 ml de solution étalon A de chlorure (4.7), agiter durant 5 min et lire une fois de plus le potentiel de l'électrode (E_3). Les électrodes peuvent être considérées comme donnant satisfaction lorsque la différence entre E_2 et E_3 est de $57\text{ mV} \pm 2\text{ mV}$, avec une température de la solution d'essai comprise entre $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

7.4.2 Essai de contrôle de contamination

Pour s'assurer que l'appareillage et les réactifs ne sont pas contaminés par des chlorures, effectuer toute la procédure spécifiée sous 7.6 sans addition de la prise d'essai. Le potentiel de l'électrode lu doit se situer alors dans l'intervalle de 20 mV de la lecture E_1 observée en 7.4.1. Dans le cas contraire, l'opération de nettoyage doit être répétée. Si la lecture de potentiel est encore une fois hors de l'intervalle de 20 mV de la lecture E_1 , utiliser une autre source de sulfate de potassium puis, si nécessaire, de réactif de persulfate de potassium ou de tampon.

7.5 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 2 g de l'échantillon préséché pour analyse (6.2).

7.6 Détermination

7.6.1 Lixiviation des chlorures solubles dans l'eau

Transférer la prise d'essai (7.5) dans un bécher de 150 ml et en utilisant des pincettes, y ajouter un barreau d'agitation couvert de plastique (5.3) et nettoyé. Ajouter 35 ml de solution de sulfate de potassium (4.1), disposer le tout sur un agitateur magnétique chauffant et préchauffé à la température voulue (7.3.1), couvrir et agiter durant 1 h. Retirer de la plaque chauffante et refroidir dans un bain d'eau, transférer la solution ainsi que les matériaux solides en suspension dans une fiole jaugée de 50 ml et diluer au volume. Laisser reposer durant 10 min.

7.6.2 Filtration

Assembler l'appareil de filtration à microfiltre (5.4) sur une bouteille de filtration sèche de 250 ml et, en utilisant des pincettes, mettre en place le microfiltre à membrane (5.4). Sans lavage, transférer autant que possible de la solution et des matières solides en suspension sur le filtre et terminer la filtration sans lavage.

7.6.3 Traitement de la solution d'essai

Mesurer une aliquote de 45,0 ml (20,0 ml + 25,0 ml) du filtrat dans un bécher forme haute de 100 ml, ajouter 3 ml de solution de persulfate de potassium (4.3) et 1,0 ml de solution tampon au phosphate (4.5). Disposer la solution sur une plaque chauffante préchauffée (7.3.2) et chauffer durant 30 min. Refroidir dans un bain d'eau et transférer dans une fiole jaugée de 50 ml qui n'a pas été utilisée, sous 7.6.1, au cours des séries d'essais. Ajouter au bécher 1 ml de solution de nitrate de sodium (4.4) et transférer dans la fiole jaugée en rinçant. Diluer au volume et homogénéiser en mettant le bécher en réserve.

7.6.4 Mesure du potentiel de l'électrode

Préparer les solutions d'étalonnage appropriées (4.10) et les disposer avec la solution d'essai dans un bain d'eau à température ambiante. Lorsque l'équilibre est atteint, retirer toutes les solutions du bain.

Retransférer la solution d'essai dans le bécher de 100 ml mis en réserve, ajouter un barreau d'agitation (5.3) propre au moyen de pincettes. Laisser reposer durant 15 min pour permettre à la température de s'équilibrer avec la température ambiante.

Disposer le système d'électrodes dans le bécher et, après agitation magnétique sur un agitateur non chauffant (5.1) à température ambiante durant 5 min, pour permettre une lecture stable, relever le potentiel de l'électrode.

NOTES

- 1 Si un agitateur magnétique non chauffant séparé n'est pas disponible, s'assurer que l'agitateur chauffant est bien à la température ambiante. Quel que soit le cas, disposer un morceau de carton entre l'agitateur et le bécher, afin d'éviter tout effet de chauffage de la part de l'agitateur.
- 2 Agiter à une vitesse qui permette de déplacer les bulles d'air de la surface de l'électrode, mais sans créer de vortex.

7.6.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

Sélectionner les solutions d'étalonnage (4.10) appropriées à la concentration en chlorures, en utilisant les valeurs d'orientation du tableau 3 pour les potentiels en fonction de la concentration.

Tableau 3 — Potentiels de l'électrode en liaison avec la concentration en chlorure

Concentration en chlorures µg Cl/ml	Potentiel de l'électrode mV
1 à 10	260 à 190
10 à 50	195 à 155

7.6.6 Mesure de la concentration en chlorures

Traiter les solutions d'étalonnage comme spécifié en 7.6.4 et mesurer les potentiels de l'électrode en ordre croissant des concentrations, tout comme pour les solutions d'essai.

NOTES

- 1 Entre les mesures, rincer les électrodes avec de l'eau et sécher avec un tissu.
- 2 Si la réponse de l'électrode devient lente (plus de 5 min), suivre les recommandations du fabricant pour retirer d'éventuels dépôts de la membrane sensible de l'électrode.
- 3 L'ensemble des électrodes ne doit pas être soumis à de fortes variations de température. Si tel est le cas, un temps suffisant doit être prévu pour permettre un équilibrage des températures avec les solutions d'étalonnage et d'essai.

Considérer la première série de lectures comme des indications afin de permettre ensuite de regrouper les lectures des solutions d'étalonnage et d'essai par ordre croissant et groupant les lectures à l'intérieur d'une même décade de concentration en chlorure, avant de passer au groupe suivant. Ces secondes lectures sont considérées comme définitives.

En utilisant du papier graphique semi-logarithmique, préparer des courbes d'étalonnage séparées pour chaque décade de concentrations en chlorures, si nécessaire, en portant les concentrations en chlorures sur l'axe logarithmique et les potentiels décroissants de l'électrode sur l'axe linéaire.

NOTE — Pour des concentrations inférieures à 3 µg Cl/ml, on observera une certaine courbure.

À partir des courbes d'étalonnage, lire les concentrations des solutions d'essai.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en chlorures solubles dans l'eau

La teneur en chlorures solubles dans l'eau de l'échantillon pour essai, en pourcentage en masse, est calculée à cinq décimales selon l'équation

$$w_{Cl} (\%) = \frac{1,11 \rho_{Cl}}{200 m} \dots (1)$$

où

ρ_{Cl} est la concentration, en microgrammes par millilitre, de chlorures dans la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage;

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

1,11 est le rapport 50,0/45,0.

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⁾:

$$r = 0,074 4 X + 0,001 7 \quad \dots (2)$$

$$P = 0,165 6 X + 0,003 2 \quad \dots (3)$$

$$\sigma_r = 0,026 3 X + 0,000 6 \quad \dots (4)$$

$$\sigma_L = 0,055 4 X + 0,001 0 \quad \dots (5)$$

où

X est la teneur en chlorures solubles dans l'eau exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon préséché, calculée comme suit:

- équations intralaboratoires (2 et 4): moyenne arithmétique des valeurs en double;
- équations interlaboratoires (3 et 5): moyenne arithmétique des résultats finals (8.2.3) de deux laboratoires;

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

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

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 le nombre moyen de déterminations répétitives des laboratoires de certification;

N_c est le nombre de laboratoires de certification;

n est le nombre de mesures répétées sur le matériau de référence (dans la majorité des cas, $n = 1$);

σ_L et σ_r sont définis en 8.2.1.

Si la condition (6) est satisfaite, c'est-à-dire si le membre de gauche de l'inégalité 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 en même temps que 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 minerai.

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

L'acceptabilité des résultats pour l'échantillon d'essai doit dans chaque cas être conditionné par 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, il est recommandé que ce matériau ne soit pas utilisé dans l'application de la norme. Si son emploi est inévitable, utiliser la formule:

$$|A_c - A| < 2 \sqrt{2 \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}$$

8.3.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est constitué par la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables pour l'échantillon pour analyse, calculée à cinq décimales près et arrondie à trois décimales 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 si 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 y a le chiffre 0 à la cinquième décimale, celui-ci est rejeté et le chiffre de la troisième décimale reste inchangé s'il s'agit de 0, 2, 4, 6 ou 8, ou majoré d'une unité s'il s'agit de 1, 3, 5, 7 ou 9.

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

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) nom et adresse du laboratoire d'essais;
- b) date de publication du rapport d'essai;
- c) référence à la présente Norme internationale;
- d) détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- e) résultat de l'analyse;
- f) numéro de référence du résultat;
- g) toute particularité observée durant la détermination et toute intervention non spécifiée dans la présente Norme internationale qui aurait pu avoir une influence sur le résultat, pour l'échantillon d'essai ou pour le(s) matériau(x) de référence certifié(s).

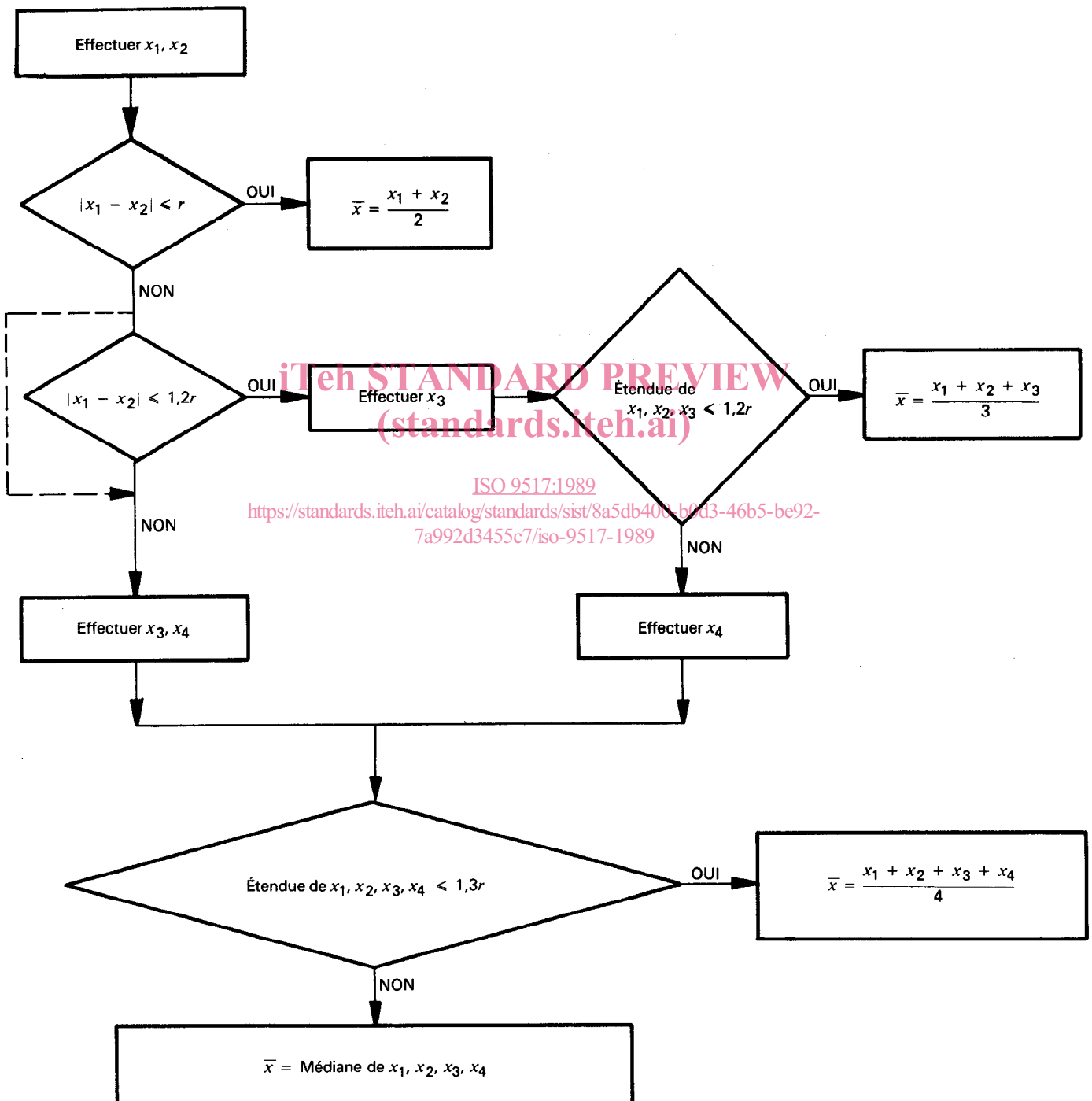
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9517:1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a5db400-b0d3-46b5-be92-7a992d3455c7/iso-9517-1989)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8a5db400-b0d3-46b5-be92-7a992d3455c7/iso-9517-1989>

Annexe A
(normative)

**Organigramme de procédure pour l'acceptation des valeurs analytiques
obtenues avec des échantillons pour analyse**



r est tel que défini en 8.2.1.