

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9658

Première édition
1990-03-01

**Aciers — Dosage de l'aluminium — Méthode par
spectrométrie d'absorption atomique dans la
flamme**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Steel — Determination of aluminium content — Flame atomic absorption
spectrometric method*

ISO 9658:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/99232175-cb4a-403b-a415-dfeaf8560274/iso-9658-1990>



Numéro de référence
ISO 9658:1990(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 9658 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

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

© ISO 1990

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

Aciers — Dosage de l'aluminium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, de l'aluminium soluble dans l'acide et/ou l'aluminium total dans les aciers non alliés.

La méthode est applicable aux teneurs en aluminium comprises entre 0,005 % (m/m) et 0,20 % (m/m).

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 prenantes 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 377:1989, *Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés — Partie 1: Échantillons et éprouvettes pour essais mécaniques.*

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

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

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

ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité*

d'une méthode d'essai normalisée par essais inter-laboratoires.

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

aluminium soluble dans l'acide: Aluminium mis en solution dans le mélange d'acides spécifié en 8.3.1.1.

4 Principe

Mise en solution d'une prise d'essai dans les acides chlorhydrique et nitrique dilués.

Fusion du résidu insoluble dans l'acide à l'aide d'un mélange d'acide orthoborique et de carbonate de potassium.

Nébulisation de la solution dans une flamme de monoxyde de diazote et d'acétylène.

Mesure spectrométrique de l'absorption à la longueur d'onde de 309,3 nm de la raie spectrale émise par la lampe à cathode creuse à l'aluminium.

5 Réactifs

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

5.1 Fer pur, à teneur en aluminium inférieure à 0,000 1 % (m/m), ou à teneur faible connue en aluminium.

5.2 Acide fluorhydrique, ρ 1,15 g/ml environ.

5.3 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 1 + 1.

5.4 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, dilué 2 + 100.

5.5 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml environ, dilué 1 + 1.

5.6 Mélange d'acides.

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique ρ 1,19 g/ml environ, 1 volume d'acide nitrique ρ 1,40 g/ml environ, et 2 volumes d'eau.

Préparer au moment de l'emploi.

5.7 Mélange de fusion.

Mélanger 1 partie en masse de l'acide orthoborique (H_3BO_3) et 1 partie en masse égale de carbonate de potassium anhydre (K_2CO_3).

5.8 Solution de mélange de fusion.

Dissoudre 20,0 g du mélange de fusion (5.7) dans de l'eau et diluer à 100 ml.

5,0 ml de cette solution contiennent 1,0 g du mélange de fusion (5.7).

5.9 Aluminium, solutions étalons.

5.9.1 Solution mère, correspondant à 2,0 g d'Al par litre.

Peser à 0,001 g près, 2,000 g d'aluminium de haute pureté (pureté minimale 99,9 %); dissoudre dans 40 ml d'acide chlorhydrique (ρ 1,19 g/ml environ) et 10 ml d'acide nitrique (ρ 1,40 g/ml environ). Porter à l'ébullition afin d'éliminer les oxydes d'azote. Refroidir et transférer la solution quantitativement dans une fiole jaugée de 1000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 2,0 mg d'Al.

5.9.2 Solution étalon A, correspondant à 0,20 g d'Al par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution mère (5.9.1) et les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Préparer cette solution étalon au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,20 mg d'Al.

5.9.3 Solution étalon B, correspondant à 0,020 g d'Al par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon A (5.9.2) et les introduire dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Préparer cette solution étalon au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution contient 0,020 mg d'Al.

6 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de qualité A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 ou l'ISO 1042.

Toute la verrerie doit être nettoyée avec de l'acide chlorhydrique (5.3) chaud puis avec de l'eau.

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Filtre, moyen, en nitrate de cellulose de 0,45 μ m de porosité.

6.2 Entonnoir filtrant et base avec support de filtre, résistant à l'acide, et système de serrage. L'entonnoir peut être ajusté sur la fiole à vide soit par un bouchon en caoutchouc, soit au moyen d'un rodage en verre.

6.3 Fiole à vide, d'une capacité de 500 ml, ou suffisamment large pour contenir une fiole jaugée de 100 ml, d'une ouverture permettant d'insérer le bouchon en caoutchouc de la tige d'entonnoir à filtre.

6.4 Creuset en platine, de 30 ml de capacité.

6.5 Spectromètre d'absorption atomique.

Lampe à cathode creuse à l'aluminium. Alimentation de monoxyde de diazote et d'acétylène suffisamment pur pour obtenir une flamme en plume rouge stabilisée et claire, exempte d'eau et d'huile, et exempte d'aluminium.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé conviendra si, après optimisation conformément à 8.3.4, la limite de détection et la concentration caractéristique coïncident raisonnablement avec les valeurs indiquées par le fabricant, et s'il répond aux critères de fidélité donnés de 6.5.1 à 6.5.3.

Il est également souhaitable que l'instrument soit conforme aux exigences techniques complémentaires données en 6.5.4.

6.5.1 Fidélité minimale (voir article A.1).

Calculer l'écart-type de 10 mesurages de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée. L'écart-type ne doit pas excéder 1,5 % de l'absorbance moyenne.

Calculer l'écart-type de 10 mesurages de l'absorbance de la solution d'étalonnage la moins concentrée (excepté la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro). L'écart-type ne doit pas excéder 0,5 % de l'absorbance moyenne de la solution d'étalonnage la plus concentrée.

6.5.2 Limite de détection (voir article A.2).

Elle est définie comme le double de l'écart-type de 10 mesurages de l'absorbance de la solution contenant l'élément approprié au niveau de concentration choisie afin de donner une absorbance juste au-dessus du terme zéro.

La limite de détection de l'aluminium dans la matrice similaire à la solution de la prise d'essai finale doit être meilleure que 0,1 µg d'aluminium par millilitre.

6.5.3 Linéarité de la courbe (voir article A.3).

La pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs du domaine de concentrations (exprimée en variation d'absorbance) ne doit pas être inférieure à 0,7 fois la valeur de la pente correspondant aux 20 % inférieurs du domaine de concentration, la détermination étant effectuée de la même manière.

Pour les instruments d'étalonnage automatique employant deux ou plus de deux étalons, il faut que les exigences susmentionnées pour la linéarité de la courbe soient remplies avant une analyse à l'aide d'une lecture de l'absorbance.

6.5.4 Concentration caractéristique (voir article A.4).

La concentration caractéristique pour l'aluminium dans la matrice similaire à la solution de prise d'essai finale doit être meilleure que 1,0 µg d'aluminium par millilitre.

6.6 Appareil auxiliaire.

Il est recommandé d'utiliser un enregistreur à bande ou un dispositif à lecture numérique, ou les deux, pour mesurer ces critères en 6.5 et pour toutes les autres mesures.

L'expansion d'échelle peut être utilisée jusqu'à ce que le bruit observé soit plus grand que l'erreur de la lecture et elle est recommandée dans tous les cas pour une absorbance inférieure à 0,1. Si l'expansion d'échelle doit être utilisée et que l'instrument ne peut pas donner la lecture de la valeur du coefficient de l'expansion d'échelle, la valeur peut être calculée par le mesurage de la solution appropriée avec ou sans expansion d'échelle et par la division simple du signal observé.

7 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément aux spécifications de l'ISO 377 ou des normes nationales appropriées.

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 2,0 g environ d'échantillon pour essai.

8.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc, en employant les mêmes quantités de tous les réactifs sans addition du fer pur.

La correction des données de base peut être exigée.

8.3 Dosage

8.3.1 Préparation de la solution

8.3.1.1 Décomposition de la prise d'essai

Placer la prise d'essai (8.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter, par petites portions, 40 ml de mélange d'acides (5.6), et recouvrir le bécher d'un verre de montre. Chauffer doucement jusqu'à cessation de réaction. Faire bouillir afin d'éliminer les oxydes d'azote et laisser refroidir.

8.3.1.2 Filtration de la solution d'essai

Placer un filtre (6.1) sur le support de l'entonnoir filtrant (6.2). Humecter le filtre avec de l'eau et assembler la base avec la tige et l'entonnoir. Insérer le bouchon en caoutchouc de l'entonnoir dans l'ouverture de la fiole à vide (6.3). Faire le vide doucement dans la fiole et filtrer la solution.

Laver les parois de l'entonnoir et son résidu alternativement avec de l'acide chlorhydrique (5.4) tiède et de l'eau tiède jusqu'à élimination visuelle du fer.

Arrêter doucement l'aspiration.

Lorsque le filtrat est récupéré dans une fiole à vide de 500 ml:

- si le volume du filtrat et des eaux de lavage est plus petit que 70 ml environ, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, et poursuivre suivant 8.3.1.3 ou 8.3.1.4;
- si le volume du filtrat et des eaux de lavage est plus grand que 70 ml environ, transvaser quantitativement la solution dans un bécher de 200 ml, réduire le volume de la solution à 70 ml environ par évaporation, refroidir puis transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, et poursuivre suivant 8.3.1.3 ou 8.3.1.4.

Lorsque le filtrat est récupéré dans une fiole jaugée de 100 ml placée dans la fiole à vide:

- si le volume du filtrat et des eaux de lavage est plus petit que 70 ml environ, poursuivre suivant 8.3.1.3 ou 8.3.1.4;
- si le volume du filtrat et des eaux de lavage est plus grand que 70 ml environ, transvaser la solution dans un bécher de 200 ml, réduire le volume de la solution à 70 ml environ par évaporation, refroidir et transvaser quantitativement de nouveau dans la fiole jaugée de 100 ml d'origine, et poursuivre suivant 8.3.1.3 ou 8.3.1.4.

8.3.1.3 Préparation de la solution d'essai pour l'aluminium soluble dans l'acide

Si seul l'aluminium soluble dans l'acide est exigé, ajouter 5,0 ml de la solution du mélange de fusion (5.8) dans une fiole jaugée de 100 ml, refroidir et laisser échapper tout le dioxyde de carbone produit, puis compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Enlever le résidu insoluble et le filtre de nitrate de cellulose. Conserver cette solution pour le dosage de l'aluminium soluble dans l'acide.

8.3.1.4 Préparation de la solution d'essai pour le dosage de l'aluminium total

Transvaser le filtre contenant le résidu insoluble dans un creuset en platine (6.4). Consumer le résidu à basse température et calciner lentement à 1000 °C. Refroidir le creuset. Ajouter plusieurs gouttes d'eau, plusieurs gouttes d'acide sulfurique (5.5) et 5 ml d'acide fluorhydrique (5.2). Évaporer jusqu'à siccité et calciner de nouveau lentement à 1000 °C. Refroidir le creuset et ajouter 1,0 g de mélange de fusion (5.7). Effectuer la fusion en plaçant le creuset dans un four à moufle à 1000 °C pendant 15 min. Laisser refroidir le creuset et ajouter 1 ml ou 2 ml d'acide chlorhydrique (5.3) et 8 ml d'eau au produit de fusion solidifié.

Chauffer doucement afin de dissoudre le produit de fusion. Laisser refroidir le creuset et transvaser quantitativement la solution dans la fiole jaugée de 100 ml où a été récupéré le filtrat. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver cette solution en vue du dosage de l'aluminium total.

8.3.2 Préparation des solutions d'étalonnage

8.3.2.1 Teneurs en aluminium < 0,010 % (m/m)

Introduire (2,00 ± 0,01) g de fer pur (5.1) dans une série de cinq béchers de 250 ml. Ajouter à chaque bécher, par petites portions, 40 ml de mélange d'acides (5.6), puis recouvrir les béchers d'un verre de montre. Chauffer doucement jusqu'à dissolution du fer. Porter à ébullition afin d'éliminer les oxydes

d'azote. Refroidir et transvaser les solutions dans les cinq fioles jaugées de 100 ml. À l'aide d'une burette, ajouter les volumes de la solution étalon B d'aluminium (5.9.3) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Volume de la solution étalon d'aluminium B (5.9.3)	Concentration correspondante d'aluminium dans la solution d'essai finale	Teneur correspondante d'aluminium dans l'échantillon pour essai
ml	µg/ml	% (m/m)
0 ¹⁾	0	0,000 0
2,5	0,5	0,002 5
5,0	1,0	0,005 0
7,5	1,5	0,007 5
10,0	2,0	0,010 0

1) Terme zéro.

Ajouter 5,0 ml de la solution de mélange de fusion (5.8) dans chaque fiole. Laisser refroidir et échapper tout le dioxyde de carbone produit, puis compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

8.3.2.2 Teneurs en aluminium comprises entre 0,010 % (m/m) et 0,20 % (m/m)

Procéder de la manière spécifiée en 8.3.2.1 en utilisant le tableau 2 au lieu du tableau 1.

Tableau 2

Volume de la solution étalon d'aluminium A (5.9.2)	Concentration correspondante d'aluminium dans la solution d'essai finale	Teneur correspondante d'aluminium dans l'échantillon pour essai
ml	µg/ml	% (m/m)
0 ¹⁾	0	0,000
5,0	10,0	0,050
10,0	20,0	0,100
15,0	30,0	0,150
20,0	40,0	0,200

1) Terme zéro.

8.3.3 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Voir tableau 3.

Tableau 3

Élément	Caractéristique
Type de lampe	Cathode creuse à l'aluminium.
Longueur d'onde	309,3 nm
Flamme	Flamme oxydante non lumineuse de monoxyde de diazote et acétylène. La hauteur de la flamme en plume rouge doit être comprise entre 10 mm et 20 mm, après réglage pour une réponse maximale de l'aluminium.
Courant d'alimentation de la lampe	Suivre les recommandations du fabricant.
Largeur de la bande passante	Suivre les recommandations du fabricant. S'il n'y a aucune indication, il est recommandé que la largeur de la bande soit comprise entre 0,2 nm et 0,7 nm.
Correction des données de base	Si la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro donne une absorbance comparable à la fidélité de la solution d'étalonnage la plus basse, la correction des données de base peut être exigée.
<p>AVERTISSEMENT — Les recommandations du fabricant doivent être scrupuleusement suivies et une attention particulière doit être apportée aux points de sécurité suivants:</p> <p>a) la nature explosive de l'acétylène et le réglage concernant son utilisation;</p> <p>b) le besoin de protéger les yeux de l'opérateur contre les radiations ultraviolettes au moyen de lunettes teintées;</p> <p>c) le besoin de maintenir la tête du brûleur propre et exempte de dépôts. Un brûleur encrassé peut produire des retours de flamme;</p> <p>d) le besoin de s'assurer que le siphon est rempli d'eau;</p> <p>e) nébuliser toujours de l'eau distillée entre les solutions d'essai, la solution à blanc et/ou les solutions d'étalonnage.</p>	

8.3.4 Optimisation des réglages du spectromètre d'absorption atomique

Suivre les instructions du fabricant pour préparer l'instrument en vue de son emploi.

Lorsque le courant électrique, la lampe, la longueur d'onde et le débit de gaz ont été réglés et que le brûleur a été allumé, nébuliser de l'eau jusqu'à ce que l'indication soit stabilisée.

Régler la valeur d'absorbance à zéro en employant de l'eau.

Régler l'amortissement ou le temps d'intégration, afin d'obtenir un signal suffisamment régulier pour satisfaire aux critères explicités de 6.5.1 à 6.5.3.

Ajuster la flamme pour être oxydante non lumineuse avec plume rouge de 10 mm à 20 mm. En nébulisant alternativement la solution du point haut de l'étalonnage et la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro (voir tableau 1 et tableau 2), ajuster le débit du gaz et la position du brûleur (horizontalement, verticalement et latéralement) jusqu'à ce que la différence d'absorbance entre les solutions d'étalonnage devienne maximale. Vérifier que le spectromètre est réglé avec précision à la longueur d'onde requise.

Mesurer les critères donnés de 6.5.1 à 6.5.3 et les exigences techniques complémentaires données en 6.5.4, afin de s'assurer que l'appareil est apte à l'emploi.

8.3.5 Mesurages spectrométriques

Ajuster l'expansion d'échelle de manière à ce que le point le plus haut de la solution d'étalonnage corresponde presque au maximum de l'échelle. Nébuliser plusieurs fois les solutions d'étalonnage dans l'ordre croissant jusqu'à ce que chaque lecture corresponde à la fidélité spécifiée; de cette façon, l'instrument a atteint sa stabilité. Choisir deux solutions d'étalonnage, l'une ayant une absorbance juste inférieure à celle de la prise d'essai et l'autre juste supérieure. Nébuliser d'abord ces solutions dans l'ordre croissant, puis dans l'ordre décroissant, la solution d'essai étant considérée comme solution intermédiaire. Dans chaque cas, l'absorption est mesurée par rapport à l'eau.

Nébuliser toute la gamme des solutions d'étalonnage, y compris la solution correspondant au terme zéro, de nouveau dans l'ordre croissant puis dans l'ordre décroissant. Les dernières séries en ordre croissant et décroissant des solutions d'étalonnage sont utilisées pour établir la courbe d'étalonnage.

Il est reconnu que cette manière d'opérer ne peut pas être respectée avec des instruments équipés de microprocesseurs qui permettent de travailler avec seulement deux solutions d'étalonnage. Dans ce cas, il est recommandé que les deux solutions d'encadrement ne soient pas utilisées pour l'étalonnage primaire, mais le soient alternativement pour la solution d'essai.

Nébuliser les solutions d'étalonnage à intervalles fréquents lorsqu'il s'agit de mesurage sur une série de dosages. Nettoyer le brûleur, si les résultats montrent une perte de fidélité due à son bouchage.

Noter l'absorbance moyenne de la solution d'essai et l'absorbance moyenne de la solution à blanc.

8.4 Établissement de la courbe d'étalonnage

Il est nécessaire d'établir une nouvelle courbe d'étalonnage pour chaque série de dosages et pour la gamme des teneurs prévues en aluminium.

Si on a employé des métaux purs et des réactifs purs, l'essai à blanc et le terme zéro donneront des lectures de très petite absorbance avec une différence presque négligeable. Dans ce cas, préparer une courbe d'étalonnage par le tracé des valeurs moyennes d'absorbances des solutions d'étalonnage en fonction des microgrammes d'aluminium par millilitre. Reporter la moyenne des absorbances de la solution d'essai et les absorbances des deux solutions d'étalonnage adjacentes sur la courbe.

Si toutefois le terme zéro a une absorbance significative, on doit utiliser un autre procédé. Dans ce cas la concentration d'aluminium ρ_z dans le terme zéro peut être calculée par la formule

$$\rho_z = \rho_{c1} \times \frac{A_z}{A_{c1} - A_z}$$

où

ρ_{c1} est la concentration d'aluminium, exprimée en microgrammes par millilitre, ajouté à la première solution d'étalonnage;

A_z est l'absorbance du terme zéro;

A_{c1} est l'absorbance de la première solution d'étalonnage.

La valeur introduite ρ_z est donc ajoutée à chacune des concentrations d'étalonnage nominales afin d'obtenir la courbe d'étalonnage moyenne passant par l'origine. Reporter les absorbances de la solution d'essai à blanc, de la solution d'essai et des deux solutions d'étalonnage adjacentes sur cette courbe. Soustraire la concentration de la solution d'essai à blanc des autres concentrations.

Préparer une courbe d'étalonnage par le tracé des valeurs d'absorbance nette des solutions d'étalonnage exprimées en microgrammes d'aluminium par millilitre. Reporter l'absorbance nette des deux solutions d'étalonnage adjacentes sur la courbe. Si ces deux lectures d'étalonnage ne s'écartent pas de la courbe au-delà des critères de fidélité admissible, les lectures de la solution d'essai sont également acceptables.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul

Convertir l'absorbance de la solution d'essai et l'absorbance de la solution à blanc en microgrammes d'aluminium par millilitre à l'aide de la courbe d'étalonnage (8.4).

La teneur en aluminium w_{Al} , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w_{Al} = \frac{(\rho_{Al,1} - \rho_{Al,0}) \times 100}{10^6} \times \frac{100}{m}$$

ou

$$w_{Al} = \frac{\rho_{Al,1} - \rho_{Al,0}}{100m}$$

$\rho_{Al,0}$ est la concentration en aluminium de la solution de l'essai à blanc, exprimée en microgrammes par millilitre (8.2);

$\rho_{Al,1}$ est la concentration en aluminium de la solution d'essai, exprimée en microgrammes par millilitre (8.3.1);

m est la masse, exprimée en grammes, de la prise d'essai (8.1).

9.2 Fidélité

L'essai planifié de cette méthode a été effectué par 28 laboratoires, pour l'aluminium soluble dans l'acide et l'aluminium total. Tous les laboratoires effectuent trois dosages pour l'aluminium soluble dans l'acide et l'aluminium total de chaque échantillon d'essai (voir notes 1 et 2).

Les échantillons pour essai utilisés sont indiqués dans l'annexe B.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement suivant l'ISO 5725.

Les données obtenues ont défini la relation logarithmique entre la teneur en aluminium et la répétabilité (r) et les reproductibilités (R et R_w) des résultats d'essai (voir note 3) comme indiqué dans le tableau 4. La représentation graphique des données est indiquée dans les figure C.1 et figure C.2 de l'annexe C.

Tableau 4

Niveau d'aluminium % (m/m)	Aluminium soluble dans l'acide			Aluminium total		
	<i>r</i>	<i>R</i>	<i>R_w</i>	<i>r</i>	<i>R</i>	<i>R_w</i>
0,005	0,000 73	0,002 24	0,000 71	0,001 11	0,002 12	0,000 77
0,010	0,001 03	0,003 14	0,001 14	0,001 42	0,002 82	0,001 17
0,020	0,001 47	0,004 41	0,001 84	0,001 82	0,003 74	0,001 76
0,050	0,002 34	0,006 92	0,003 46	0,002 53	0,005 45	0,003 05
0,10	0,003 32	0,009 72	0,005 58	0,003 25	0,007 23	0,004 61
0,20	0,004 72	0,013 6	0,008 94	0,004 16	0,009 61	0,006 97

NOTES

1 Deux de ces trois dosages ont été effectués selon les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725, c'est-à-dire, un opérateur, le même appareillage, des conditions opératoires identiques (le même étalonnage) et dans une période de temps minimal.

2 Le troisième dosage a été effectué à un moment différent (un jour différent) par le même opérateur décrit ci-dessus, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

3 À partir des valeurs obtenues le 1^{er} jour, la répétabilité (*r*) et la reproductibilité *R* ont été calculées selon la modalité spécifiée dans l'ISO 5725. À partir de la première valeur obtenue le 1^{er} jour et de la valeur obtenue le 2^{ème} jour, la reproductibilité (*R_w*) intralaboratoire a été calculée.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon, le laboratoire et la date de l'analyse;
- la méthode employée, par référence à la présente Norme internationale;
- les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- le compte rendu de tout détail particulier éventuellement relevé au cours de dosage;
- le compte rendu de toute opération non prévue dans la présente Norme internationale, ou de toute opération facultative ayant pu avoir une influence sur le résultat.