

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9683

Première édition
1991-11-15

**Minerais de fer — Dosage du vanadium —
Méthode spectrophotométrique à la BPHA**

iTeh *Iron ores — Determination of vanadium content — BPHA
spectrophotometric method*
(standards.iteh.ai)

ISO 9683:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9f73cf68-5274-4bfe-bd36-81f200c3c3e4/iso-9683-1991>



Numéro de référence
ISO 9683:1991(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9683 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 2, *Analyse chimique*.

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

© ISO 1991

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 du vanadium — Méthode spectrophotométrique à la BPHA

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode spectrophotométrique utilisant la N-benzoylphenylhydroxylamine (BPHA) pour le dosage du vanadium dans les minerais de fer.

Cette méthode est applicable à des concentrations en vanadium comprises entre 0,005 % (*m/m*) et 0,5 % (*m/m*) dans les minerais de fer naturels, les concentrés et agglomérés, y compris les produits frittés.

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 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 analyse chimique*.

3 Principe

Mise en solution de la prise d'essai par fusion ou frittage avec du peroxyde de sodium et extraction avec de l'eau et de l'acide sulfurique.

Addition d'acide orthophosphorique à une aliquote et oxydation de vanadium à l'état pentavalent au moyen de permanganate de potassium. Réduction de l'excès de permanganate avec du nitrite de sodium en présence d'urée.

Traitement avec de la BPHA et de l'acide chlorhydrique pour former un complexe, extraction de ce dernier avec du chloroforme.

Mesure spectrophotométrique de l'absorbance à environ 535 nm.

4 Réactifs

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

4.1 Peroxyde de sodium, poudre fine.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,16 g/ml à 1,19 g/ml, dilué 4 + 1.

4.3 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, dilué 1 + 4.

4.4 Acide orthophosphorique, ρ 1,7 g/ml, dilué 1 + 1.

4.5 Peroxyde d'hydrogène, solution à 300 g/l.

4.6 Nitrite de sodium, solution à 3 g/l.

4.7 Urée, solution à 250 g/l.

4.8 Permanganate de potassium, solution à 3,2 g/l.

Dissoudre 3,2 g de permanganate de potassium dans 100 ml d'eau, laisser bouillir doucement durant 1 h, filtrer au travers d'un entonnoir avec filtre de verre à texture fine soigneusement lavé, dans une fiole jaugée de 1000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver la solution dans une bouteille en verre brun.

4.9 Tripolyphosphate de sodium ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$), solution à 100 g/l.

Dissoudre 25 g de tripolyphosphate de sodium dans 170 ml d'eau, diluer à 250 ml et homogénéiser.

4.10 Solution de fond.

Disposer 1,300 g de fer pur (d'une teneur en vanadium inférieure à 0,001 % V) dans un creuset en zirconium ou en carbone vitreux (5.1) renfermant 4,0 g de peroxyde de sodium (4.1). Ajouter encore 4,0 g de peroxyde de sodium, mélanger soigneusement avec une baguette de verre ou une spatule en nickel et compacter le mélange. Placer le creuset durant 1 min à 2 min à l'entrée d'un four à moufle (5.2) dont la température est réglée à $420\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$, puis le transférer dans le four clos durant au moins 1 h pour réaliser le frittage.

Retirer le creuset du four et le laisser refroidir à température ambiante. Disposer le creuset renfermant la masse frittée dans un bécher sec de 400 ml, couvrir avec un verre de montre et, en soulevant ce verre momentanément, ajouter 5 ml d'eau autour de la masse frittée. Lorsque la réaction s'est produite, ajouter encore 15 ml d'eau de la même façon. Après plusieurs minutes, lorsque la réaction s'est encore calmée, vider le creuset dans un bécher de 400 ml en rinçant avec environ 10 ml d'eau. Verser avec précaution 30 ml d'acide sulfurique (4.3) dans le creuset, chauffer doucement, si nécessaire, pour dissoudre tout résidu, et transférer la solution dans le bécher en rinçant avec environ 10 ml d'eau.

Ajouter avec précaution 100 ml d'acide sulfurique (4.3) et mélanger avec une baguette de verre. Ajouter 1 à 2 gouttes de peroxyde d'hydrogène (4.5) en agitant, jusqu'à ce qu'une solution claire et jaune soit obtenue, faire bouillir durant environ 2 min, laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.11 Chloroforme.**4.12 N-benzoyl-phénylhydroxylamine (BPHA)**, solution à 2,5 g/l dans le chloroforme.

Solution à préparer fraîchement ou à conserver dans une bouteille en verre brun.

4.13 Vanadium, solutions étalons.**4.13.1 Vanadium**, solution mère à 1000 $\mu\text{g V/ml}$.

Sécher plusieurs grammes de métavanadate d'ammonium (NH_4VO_3) dans un four sous air à $100\text{ }^\circ\text{C}$ durant 1 h et refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Peser, à 0,000 2 g près, 2,296 3 g du produit sec dans un bécher de 600 ml, ajouter 400 ml d'eau chaude et chauffer doucement pour assurer la dissolution. Refroidir, ajouter avec précaution 50 ml d'acide sulfurique (4.3), transférer en fiole jaugée de 1000 ml, quantitativement diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.13.2 Vanadium, solution étalon à 50 $\mu\text{g V/ml}$.

Introduire 5,0 ml de la solution initiale de vanadium (4.13.1) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml, contenant 70 ml d'eau et 5 ml d'acide sulfurique (4.3). Refroidir, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

4.14 Solution d'étalonnage.

Dans chacune des six ampoules à brome de 125 ml, ajouter 25,0 ml de solution de fond (4.10) et 7 ml d'acide orthophosphorique (4.4). Au moyen de pipettes, ajouter respectivement à ces ampoules les volumes de solution étalon de vanadium (4.13.2) et d'eau tels que précisés au tableau 1, puis mélanger par agitation.

Tableau 1 — Solutions d'étalonnage

Solution étalon de vanadium (4.13.2) ml	Eau ml	Concentration en vanadium dans les solutions mesurées (7.4.2) $\mu\text{g/ml}$
0	5,0	0
0,5	4,5	0,5
1,0	4,0	1,0
2,0	3,0	2,0
3,5	1,5	3,5
5,0	0	5,0

Pour le développement de la teinte et l'extraction, procéder comme décrit sous 7.4.2 en commençant par «Ajouter 0,8 ml de solution de permanganate de potassium (4.8) ...»

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, y compris des pipettes et des fioles jaugées à un trait, en accord avec les spécifications de l'ISO 648 et de l'ISO 1042, et

5.1 Creuset en zirconium métal ou en carbone vitreux, d'une capacité de 50 ml environ.

5.2 Four à moufle, pouvant être réglé à une température de $420\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$.

5.3 Spectrophotomètre.

6 Échantillonnage et échantillons

6.1 Échantillon de laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon de laboratoire de granulométrie inférieure à $100\text{ }\mu\text{m}$, 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 ayant une teneur significative en eau de constitution ou en composés oxydables, utiliser une granulométrie inférieure à $160\text{ }\mu\text{m}$.

NOTE 1 Des précisions quant aux teneurs significatives en eau de constitution et en composés oxydables sont données dans l'ISO 7764.

6.2 Préparation de l'échantillon préséché pour analyse

Mélanger soigneusement l'échantillon de laboratoire et, en prélevant des incréments multiples, constituer un échantillon pour analyse de telle manière qu'il soit représentatif de la totalité du contenu du récipient. Sécher l'échantillon pour analyse à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ 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 2 L'expression «indépendamment» signifie que le second et tout résultat ultérieur ne sont pas affectés par le(s) résultat(s) précédent(s). Pour la présente méthode d'analyse, cette condition implique que la répétition du mode opératoire doit être effectuée soit par le même opérateur à des moments différents, soit par un autre opérateur. Dans chaque cas un réétalonnage approprié doit être prévu.

7.2 Prise d'essai

En prélevant plusieurs incréments, peser, à $0,0002\text{ g}$ près, $0,5\text{ g}$ de l'échantillon préséché pour analyse, obtenu conformément à 6.2.

NOTE 3 La prise d'essai doit être prélevée et pesée rapidement afin d'éviter toute réabsorption d'humidité.

7.3 Essai à blanc et essai de contrôle

Pour chaque série de mesures, un essai à blanc et une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai doivent être effectués en parallèle avec l'analyse d'un (des) échantillon(s) de minerai et dans les mêmes conditions. Pour l'essai à blanc on utilisera 25 ml de la solution de blanc à la place de l'aliquote de l'échantillon pour analyse. Un échantillon préséché pour analyse du matériau de référence certifié doit être préparé comme spécifié en 6.2.

NOTE 4 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 des modifications significatives dans le mode opératoire analytique ne deviennent nécessaires.

Lorsqu'on effectue l'analyse sur plusieurs échantillons en même temps, la valeur de l'essai à blanc peut être obtenue par un seul essai, à condition que le mode opératoire soit le même et que les réactifs utilisés proviennent des mêmes flacons de réactifs.

Lorsqu'on effectue l'analyse sur plusieurs échantillons du même type de minerai en même temps, la valeur analytique d'un seul matériau de référence certifié peut être utilisée.

7.4 Dosage

7.4.1 Mise en solution de la prise d'essai

Disposer $2,00\text{ g}$ de peroxyde de sodium (4.1) dans un creuset en zirconium ou en carbone vitreux (5.1), ajouter immédiatement la prise d'essai (7.2) et bien mélanger en utilisant une baguette de verre ou une spatule en nickel. Fondre sur un brûleur, agiter le creuset jusqu'à ce que la masse fondue soit rouge et claire. Retirer de la source de chaleur et agiter avec précaution pour amener la masse se refroidissant à se solidifier en couche mince sur les parois du creuset. Disposer ensuite le creuset et son contenu dans un bécher sec de 300 ml . Couvrir avec un verre de montre et en soulevant momentanément ce dernier, ajouter 5 ml d'eau dans le creuset. Lorsque l'effervescence a cessé, vider le creuset dans le bécher en le rinçant avec 5 ml d'eau environ.

Ajouter 32 ml d'acide sulfurique (4.3) dans le bécher via le creuset, laver le creuset avec 5 ml d'eau et retirer le creuset.

Ajouter 1 à 2 gouttes de peroxyde d'hydrogène (4.5) pour obtenir une solution claire et jaune. Faire bouillir durant 2 min, refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 50 ml , diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. (Ceci constitue la solution pour analyse.)

7.4.2 Développement de la teinte et extraction

En utilisant une pipette, introduire les aliquotes appropriées (voir tableau 2) de la solution pour analyse et de la solution à blanc dans une ampoule à brome de 125 ml, ajouter 7 ml d'acide orthophosphorique (4.4) et 5 ml d'eau puis mélanger par agitation.

Tableau 2 — Guide de dilution pour la solution pour analyse

Teneur en vanadium % (m/m)	Aliquote de la solution pour analyse (7.4.1) ml	Aliquote de la solution de fond (4.10) ml	Teneur en vanadium de l'aliquote µg
0,005 à 0,10	25	0	12,5 à 250
0,10 à 0,20	10	15	100 à 200
0,20 à 0,50	5	20	100 à 250

Ajouter 0,8 ml de solution de permanganate de potassium (4.8), mélanger par agitation et laisser reposer durant 4 min. Ajouter 5 ml de solution d'urée (4.7) puis 1 ml de solution de nitrite de sodium (4.6) goutte à goutte, ceci sous agitation et laisser reposer durant 1 min. Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 10 ml de solution de BPHA (4.12) puis agiter durant 45 s. Laisser se séparer les deux couches, soutirer la couche organique (extrait principal) en la filtrant au travers d'un tampon de coton inséré dans la tige de l'ampoule à brome et au travers d'un filtre en papier sec disposé dans un entonnoir ordinaire, dans une fiole jaugée de 50 ml, ceci en conservant la couche aqueuse.

Ajouter 10 ml de chloroforme (4.11) dans l'ampoule à brome et agiter durant 30 s. Laisser se séparer ces deux couches et soutirer la couche organique en la filtrant au travers du tampon de coton ou sur un papier filtre sec. Combiner avec l'extrait principal, diluer à la marque avec du chloroforme et homogénéiser.

ATTENTION — Les manipulations impliquant l'emploi de chloroforme doivent être effectuées dans une zone fraîche et bien ventilée.

NOTES

5 Pour assurer les mêmes conditions de développement de la teinte dans la solution pour analyse et les solutions d'étalonnage, il convient de soumettre chaque solution séparément à la procédure de développement de la teinte et aux étapes d'extraction et éviter les développements de la teinte par séries.

6 Pour la solution d'analyse contenant plus de 1 mg de titane dans l'aliquote, il convient d'ajouter 10 ml de solution de tripolyphosphate (4.9) avant l'addition de la solution de permanganate de potassium (4.8).

7.4.3 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques des solutions pour analyse à une longueur d'onde proche de 535 nm, dans une cellule d'une longueur de trajet optique de 1 cm, après avoir réglé l'absorbance nulle du spectrophotomètre (5.3) par rapport à du chloroforme (4.11).

7.4.4 Étalonnage

7.4.4.1 Mesurages spectrophotométriques

Effectuer les mesurages spectrophotométriques des absorbances pour chaque solution étalon (4.14) en utilisant la solution étalon à 0 ml de solution étalon de vanadium (4.13) comme référence, en accord avec les directives données en 7.4.3.

7.4.4.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Établir la courbe d'étalonnage en y portant les absorbances par rapport aux concentrations en vanadium, exprimées en microgrammes par millilitre, dans les solutions mesurées.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en vanadium

Convertir les absorbances (7.4.3) dans les solutions pour analyse développées et dans la solution d'essai à blanc en concentrations correspondantes, exprimées en microgrammes de vanadium par millilitre, en utilisant la courbe d'étalonnage (7.4.4.2).

Calculer la teneur en vanadium, w_V , exprimée en pourcentage en masse, au moyen de l'équation

$$\begin{aligned}
 w_V &= (\rho_{V,1} - \rho_{V,0}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{V_3}{m} \times 100 \\
 &= (\rho_{V,1} - \rho_{V,0}) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{50}{V_2} \times \frac{50}{m} \times 100 \\
 &= (\rho_{V,1} - \rho_{V,0}) \times \frac{1}{4V_2m} \dots (1)
 \end{aligned}$$

où

$\rho_{V,0}$ est la concentration, en microgrammes par millilitre, du vanadium dans la solution de blanc (7.3);

$\rho_{V,1}$ est la concentration, en microgrammes par millilitre, du vanadium dans la solution pour analyse (7.4.1);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution pour analyse;

V_2 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote (tableau 1);

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de mesure après développement de la teinte (7.4.2);

m est la masse, en grammes de la prise d'essai (7.2).

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

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 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.

8.2 Exploitation générale des résultats

8.2.1 Répétabilité et tolérance admissible

La fidélité de la présente méthode d'analyse est exprimée par les équations de régression suivantes¹⁾:

$$r = 0,034 4 X + 0,001 6 \quad \dots (2)$$

$$P = 0,068 9 X + 0,001 0 \quad \dots (3)$$

$$\sigma_r = 0,012 2 X + 0,000 6 \quad \dots (4)$$

$$\sigma_L = 0,022 9 X + 0,000 2 \quad \dots (5)$$

où

X est la teneur en vanadium, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour analyse, donnée par

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

r est la tolérance admissible dans un laboratoire (répétabilité);

P est la tolérance admissible entre laboratoires;

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 ou plusieurs méthode(s) comparable(s) à la présente du point de vue de la précision et de la fidélité, l'inégalité suivante peut être utilisée pour tester la signification de cette différence:

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, alors 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 minerai.

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

L'adoption des résultats de l'échantillon pour analyse doit, dans chaque cas, être conditionnée par l'adoption des résultats relatifs au matériau de référence certifié.

NOTE 7 Il convient d'utiliser la procédure suivante lorsque les informations concernant le matériau de référence certifié sont incomplètes:

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

- 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 assurée que par un seul laboratoire ou si les résultats interlaboratoires font défaut, il est recommandé que ce matériau ne soit pas utilisé dans l'application de la norme. Dans le cas où cet emploi est inévitable, utiliser l'inégalité

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

8.2.3 Calcul du résultat final

Le résultat final est la moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables de l'échantillon pour analyse ou déterminées par ailleurs, selon les opérations spécifiées dans l'annexe A, 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 s'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 si la cinquième décimale est 0, le 5 est rejeté et le chiffre de la troisième décimale reste in-

changé 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 Facteur de conversion en oxyde

Le facteur de conversion en oxyde est donné par l'équation suivante:

$$w_{V_2O_5} (\%) = 1,785 2 w_V (\%)$$

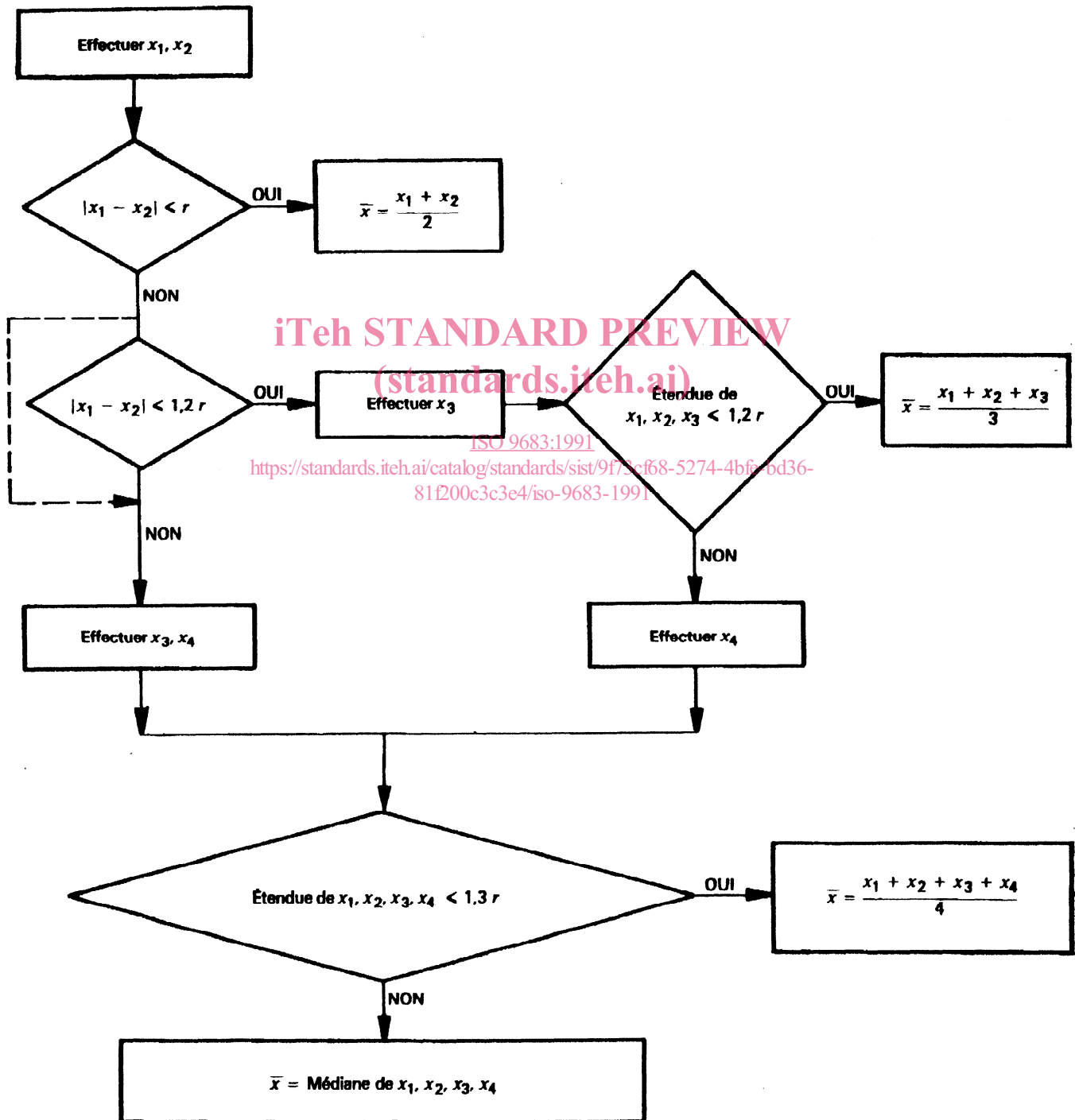
9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) nom et adresse du laboratoire d'essai;
- 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) toutes les observations notées pendant le dosage ainsi que toutes les 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
(normative)

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



r : défini en 8.2.1