

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
10203

Première édition  
1992-12-15

---

---

**Minerais de fer — Dosage du calcium —  
Méthode par spectrométrie d'absorption  
atomique dans la flamme**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Iron ores — Determination of calcium content — Flame atomic  
absorption spectrometric method*

ISO 10203:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f71ad019-f847-4fc2-8cc2-9355d03f4122/iso-10203-1992>



Numéro de référence  
ISO 10203:1992(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 10203 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 2, *Analyse chimique*.

L'ISO 10203 et l'ISO 10204 annulent et remplacent l'ISO 4692:1980, dont ils constituent une révision technique.

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

© ISO 1992

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 calcium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage du calcium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme dans les minerais de fer.

Cette méthode est applicable à des concentrations en calcium comprises entre 0,01 % (*m/m*) et 10,0 % (*m/m*) dans les minerais de fer naturels, les concentrés et les 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 attaque avec l'acide chlorhydrique et une petite quantité d'acide nitrique.

Évaporation pour déshydrater la silice, suivie de dilution et de filtration.

Calcination du résidu et élimination de la silice par évaporation en présence d'acide fluorhydrique et d'acide sulfurique. Fusion avec du carbonate de sodium et dissolution du culot de fusion refroidi dans le filtrat.

Aspiration de la solution dans la flamme d'un spectromètre d'absorption atomique utilisant un brûleur de monoxyde de diazote-acétylène.

Comparaison des valeurs d'absorbance obtenues pour le calcium avec celles obtenues pour les solutions d'étalonnage.

## 4 Réactifs

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

**4.1 Carbonate de sodium** ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) anhydre.

**4.2 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml.

**4.3 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,19 g/ml, dilué 1 + 9.

**4.4 Acide nitrique**,  $\rho$  1,4 g/ml.

**4.5 Acide fluorhydrique**,  $\rho$  1,13 g/ml, 40 % (*m/m*) ou  $\rho$  1,185 g/ml, 48 % (*m/m*).

**4.6 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml, dilué 1 + 1.

#### 4.7 Solution de fond.

Dissoudre 10 g de fer pur [de pureté minimale de 99,9 % (*m/m*) et d'une teneur en calcium inférieure à 0,0002 % (*m/m*)] dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et oxyder par l'acide nitrique (4.4) ajouté goutte à goutte. Évaporer jusqu'à consistance sirupeuse. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et diluer à 200 ml avec de l'eau. Dissoudre 17 g de carbonate de sodium (4.1) dans l'eau, ajouter cette solution avec précaution à la solution de fer et chauffer pour chasser le dioxyde de carbone. Transvaser la solution refroidie dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

#### 4.8 Solution de chlorure de lanthane.

Dissoudre 50 g de chlorure de lanthane ( $\text{LaCl}_3 \cdot x(\text{H}_2\text{O})$ ) [d'une teneur en calcium inférieure à 0,002 % (*m/m*)] dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 300 ml d'eau chaude. Refroidir et diluer à 1 l.

#### 4.9 Solution étalon de calcium, 25 µg Ca/ml.

Dissoudre 1,248 7 g de carbonate de calcium séché ( $\text{CaCO}_3$ ) [de pureté minimale 99,9 % (*m/m*), séché à 105 °C pendant 1 h] dans 100 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho$  1,19 g/ml, dilué 1 + 3. Lorsque la dissolution est complète, refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser 10 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

#### 4.10 Solutions d'étalonnage de calcium.

Au moyen de pipettes, introduire 2,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml; 20,0 ml; 40,0 ml et 50,0 ml de solution étalon de calcium dans des fioles jaugées de 200 ml (voir note 1). Ajouter 6 ml d'acide chlorhydrique (4.2), 60 ml de la solution de fond (4.7) et 40 ml de solution de chlorure de lanthane (4.8). Préparer une solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage de calcium en introduisant 60 ml de la solution de fond (4.7) dans une fiole jaugée de 200 ml, ajouter 6 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et 40 ml de la solution de chlorure de lanthane. Diluer toutes les solutions au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE 1 L'intervalle de teneurs en calcium qui peut être couvert peut dépendre d'un instrument à l'autre. L'attention doit porter sur les critères minimaux précisés sous 5.3. Avec des appareils ayant une sensibilité élevée, on peut utiliser des quantités plus petites de solution étalon ou une solution étalon plus diluée.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, y compris des pipettes et des fioles jaugées à un trait, conformes

respectivement aux spécifications de l'ISO 648 et l'ISO 1042, et

**5.1 Creusets en platine**, de capacité minimale 30 ml.

**5.2 Four à moufle**, pouvant être chauffé jusqu'à 1 100 °C environ.

**5.3 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'un brûleur pour monoxyde de diazote-acétylène.

**AVERTISSEMENT — Suivre les instructions du fabricant pour allumer et éteindre la flamme monoxyde de diazote-acétylène, afin d'éviter tout risque d'explosion. Porter des lunettes de protection teintées à chaque fois que le brûleur est utilisé.**

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé dans cette méthode sera satisfaisant s'il répond aux critères suivants:

- Sensibilité minimale — l'absorbance de la solution d'étalonnage, la plus concentrée (voir 4.10) doit être de 0,3 au moins.
- Linéarité de la courbe — la pente de la courbe d'étalonnage couvrant les 20 % supérieurs du domaine de concentrations (exprimée en variation d'absorbance), ne doit pas être inférieure à 0,7 de la valeur de la pente correspondant aux 20 % inférieurs du domaine de concentrations, la détermination étant effectuée de la même manière.
- Stabilité minimale — l'écart-type de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée et l'écart-type de l'absorbance de la solution correspondant au terme zéro de la gamme d'étalonnage, calculés chacun sur un nombre suffisant de mesures répétitives, doivent être respectivement inférieurs à 1,5 % et 0,5 % de la valeur moyenne de l'absorbance de la solution d'étalonnage la plus concentrée.

#### NOTES

2 Il est recommandé d'utiliser un enregistreur à bandes et/ou un moyen de lecture numérique pour mesurer les critères ci-dessus et pour effectuer toutes les mesures ultérieures.

3 Les paramètres instrumentaux peuvent varier d'un appareil à l'autre. Les paramètres suivants ont été utilisés avec succès dans divers laboratoires et peuvent servir d'orientation. Les solutions ont été aspirées dans une flamme monoxyde de diazote-acétylène d'un brûleur à prémélange:

Lampe à cathode creuse, mA	15
Longueur d'onde, nm	422,7
Débit de monoxyde de diazote, l/min	13,8
Débit d'acétylène, l/min	6,6

Pour des systèmes pour lesquels les données de débit ci-dessus ne conviennent pas, le rapport des débits peut encore constituer une orientation utile.

## 6 Échantillonnage et échantillons

### 6.1 Échantillon de laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire de granulométrie inférieure à 100 µm, prélevé conformément à l'ISO 3081 ou l'ISO 3082 et préparé conformément à l'ISO 3082 ou 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 µm.

NOTE 4 Des précisions quant aux teneurs significatives en eau de constitution et en composés oxydables sont données dans l'ISO 7764.

### 6.2 Préparation des échantillons préséchés pour analyse

Mélanger soigneusement l'échantillon de laboratoire et, en y 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  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ , 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 5 L'expression «indépendamment» signifie que le second résultat et tout autre 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 du mode opératoire soit 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 0,000 2 g près, approximativement 1 g de l'échantillon préséché pour analyse en accord avec 6.2.

NOTE 6 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. Un échantillon préséché pour analyse du matériau de référence certifié doit être préparé comme spécifié en 6.2.

NOTE 7 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

Placer la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 250 ml. Humidifier avec quelques millilitres d'eau, ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir avec un verre de montre et chauffer doucement. Augmenter la température en amenant juste en dessous du point d'ébullition, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucune attaque apparente.

Ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.4) et laisser la réaction se poursuivre durant plusieurs minutes. Retirer le verre de montre et faire évaporer la solution jusqu'à siccité. Chauffer les sels sur la plaque chauffante entre 105 °C et 110 °C durant 30 min. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer durant plusieurs minutes. Ajouter 50 ml d'eau en agitant pour éviter l'hydrolyse du titane et chauffer jusqu'à ébullition. Laver le verre de montre et les parois du bécher et filtrer la solution à travers un papier à texture moyenne renfermant un peu de pulpe de papier, dans un bécher de 250 ml. Enlever soigneusement toutes les particules adhérentes à l'aide d'une tige à bout caoutchouté ou d'un papier filtre humidifié et transférer sur le filtre, tout en lavant trois fois avec l'acide chlorhydrique dilué (4.3), puis avec de l'eau chaude, jusqu'à ce que le papier soit exempt de fer. Placer le papier et le précipité dans un creuset en platine (5.1). Evaporer le filtrat jusqu'à environ 100 ml et le conserver.

### 7.4.2 Reprise du résidu

Calciner le papier et le résidu dans le creuset en platine (5.1) à basse température (500 °C à 800 °C). Refroidir, humidifier avec quelques gouttes d'eau, ajouter 3 ou 4 gouttes d'acide sulfurique (4.6) et 10 ml d'acide fluorhydrique (4.5). Faire évaporer lentement pour chasser la silice, puis amener à fumée pour chasser l'excès d'acide sulfurique. Calciner à 700 °C environ. Ajouter 1,0 g de carbonate de sodium (4.1) au résidu (voir note 8), couvrir le creuset et amener à fusion sur un brûleur ou dans un four à moufle (5.2) jusqu'à l'obtention d'un culot de fusion clair (à environ 1 100 °C durant 15 min).

NOTE 8 Si des difficultés sont rencontrées pour la fusion, on peut utiliser 2 g de carbonate de sodium (4.1). Dans ce cas, il est recommandé de préparer la solution de fond (4.7) avec des quantités doubles de carbonate de sodium (4.1) et d'acide chlorhydrique (4.2).

### 7.4.3 Préparation de la solution d'essai

Dissoudre le culot de fusion refroidi dans le filtrat de 7.4.1, puis enlever le creuset et le couvercle et les laver (voir note 9).

NOTE 9 Si la solution est trouble à ce stade, indiquant la présence d'une quantité substantielle de titane hydrolysé, la filtrer avant de la transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml.

Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser dans une fiole jaugée de 200 ml une partie aliquote appropriée de cette solution (voir tableau 1) et ajouter 40 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.8). Ajouter la quantité de solution de fond (4.7) et d'acide chlorhydrique (4.2) indiquée au tableau 1, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser (voir note 10). (Cette solution est la solution d'essai finale).

Transvaser les quantités correspondantes de solution d'essai à blanc dans une fiole jaugée de 200 ml, ajouter des volumes de la solution de chlorure de lanthane (4.8), de la solution de fond (4.7) et d'acide chlorhydrique (4.2) identiques à ceux qui sont utilisés pour la solution d'essai. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser. (Cette solution est la solution d'essai à blanc diluée).

NOTE 10 Les dilutions indiquées au tableau 1 donnent des teneurs en calcium comprises dans la gamme des solutions d'étalonnage. Pour les appareils de grande sensibilité, il peut être préférable de prélever des parties plus faibles de la solution d'essai. Traiter la solution d'essai à blanc de la même manière. Dans ce cas, adapter les quantités de la solution de fond (4.7) et d'acide chlorhydrique (4.2) en conséquence.

### 7.4.4 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Régler la longueur d'onde pour le calcium (422,7 nm) en vue d'obtenir l'absorbance minimale. Ajuster le brûleur correctement et, conformément aux instructions du fabricant, allumer la flamme appropriée. Après 10 min de préchauffage du brûleur, régler le débit de combustible et le brûleur afin d'obtenir le maximum d'absorbance lors de l'aspiration de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 4.10), puis évaluer les critères en 5.3.

Aspirer de l'eau et la solution d'étalonnage afin de vérifier que la lecture de l'absorbance ne dérive pas, puis prendre comme zéro d'absorbance la lecture initiale pour l'eau.

Tableau 1 — Guide pour diluer la solution d'essai

Teneur escomptée de calcium dans l'échantillon, $w_{Ca}$ %	Partie aliquote ml	Masse équivalente d'échantillon g	Solution de fond à ajouter (4.7) ml	Acide chlorhydrique à ajouter (4.2) ml
$0,01 \leq w_{Ca} \leq 0,1$	100	0,50	30	3
$0,1 \leq w_{Ca} \leq 0,5$	50	0,25	45	4
$0,5 \leq w_{Ca} \leq 2,5$	10	0,05	60	6
$2,5 \leq w_{Ca} \leq 10,0$	2	0,01	60	6



## 7.4.5 Mesurages d'absorption atomique

Aspirer les solutions d'étalonnage (4.10) et la solution finale d'essai (voir 7.4.3) dans l'ordre croissant d'absorption, en commençant par la solution d'essai à blanc diluée et la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro de la gamme, la solution d'essai finale étant aspirée à des moments appropriés dans les séries. Aspirer de l'eau entre chaque solution et enregistrer les lectures lorsque des réponses stables sont obtenues.

Répéter les mesurages au moins deux fois encore.

Si nécessaire, convertir en absorbance la moyenne des lectures pour chaque solution. Déterminer l'absorbance nette de chaque solution d'étalonnage en soustrayant l'absorbance de la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro. De la même manière, déterminer l'absorbance nette de la solution d'essai finale en soustrayant l'absorbance de la solution d'essai à blanc diluée. Tracer une courbe d'étalonnage en portant les valeurs d'absorbance nettes des solutions d'étalonnage en fonction de la masse en microgrammes de calcium par millilitre.

Convertir la valeur d'absorbance nette de la solution d'essai finale en microgrammes de calcium par millilitre au moyen de la courbe d'étalonnage.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul de la teneur en calcium

La teneur en calcium,  $w_{Ca}$ , en pourcentage en masse, est calculée à quatre décimales près, en utilisant l'équation suivante:

$$w_{Ca} = \frac{\rho_{Ca} \times 200}{m \times 10\,000} \dots (1)$$

$$= \frac{\rho_{Ca}}{m \times 50}$$

où

$\rho_{Ca}$  est la concentration, en microgrammes par millilitre, de calcium dans la solution d'essai finale;

$m$  est la masse, en grammes, de l'échantillon contenu dans les 200 ml de la solution d'essai finale, compte tenu de toute dilution préalable qui aurait pu être faite.

## 8.2 Exploitation générale des résultats

### 8.2.1 Répétabilité et tolérance admissible

La précision de la présente méthode d'analyse est exprimée par les équations de régression suivantes<sup>1)</sup>:

$$r = 0,018\,9 X + 0,061\,7 \dots (2)$$

$$p = 0,034\,2 X + 0,122\,8 \dots (3)$$

$$\sigma_r = 0,006\,7 X + 0,021\,8 \dots (4)$$

$$\sigma_L = 0,011\,1 X + 0,040\,5 \dots (5)$$

où

$X$  est la teneur en calcium, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour analyse préséché, calculée comme suit:

— pour les équations intralaboratoires (2) et (4), par la moyenne arithmétique des valeurs en double,

— pour les équations interlaboratoires (3) et (5), par la moyenne arithmétique des résultats finals (8.2.3) des deux laboratoires;

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

$p$  est la tolérance admissible entre laboratoires;

$\sigma_r$  est l'écart-type intralaboratoire;

$\sigma_L$  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) à la présente méthode du point de vue de la précision et de la fidélité, la formule suivante doit être utilisée pour tester la signification de cette différence:

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

où

$A_c$  est la valeur certifiée;

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

- $A$  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,  $n = 1$ );

$\sigma_L$  et  $\sigma_r$  sont tels que définis en 8.2.1.

Si la condition (6) est satisfaite, c'est-à-dire si le membre gauche de l'inégalité est inférieur ou égal au membre droit, 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) en 8.2.1, une ou plusieurs analyses supplémentaires doivent être effectuées en accord avec l'organigramme présenté en annexe A, simultanément avec une analyse d'un matériau de référence certifié du même type de minerai.

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

NOTE 11 La procédure suivante doit être utilisée lorsque les informations concernant le matériau de référence certifié sont incomplètes:

- si insuffisamment 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;
- 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. Dans le cas où cet emploi est inévitable, utiliser la formule

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

### 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 en annexe A.

La moyenne arithmétique des valeurs analytiques acceptables, calculées à quatre décimales près, est à arrondir à deux décimales comme suit:

- lorsque le chiffre de la troisième décimale est inférieur à 5, il est rejeté et le chiffre de la seconde décimale reste inchangé;
- lorsque le chiffre de la troisième décimale est 5 et s'il y a un chiffre autre que 0 à la quatrième décimale, ou si le chiffre de la troisième décimale est supérieur à 5, le chiffre de la seconde décimale est majoré d'une unité;
- lorsque le chiffre de la troisième décimale est 5 et qu'il n'y a pas d'autre chiffre que 0 à la quatrième décimale, le chiffre 5 est rejeté et le chiffre de la seconde 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 Facteur de conversion en oxyde

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

$$w_{CaO} (\%) = 1,399 w_{Ca} (\%)$$

## 9 Rapport d'essai

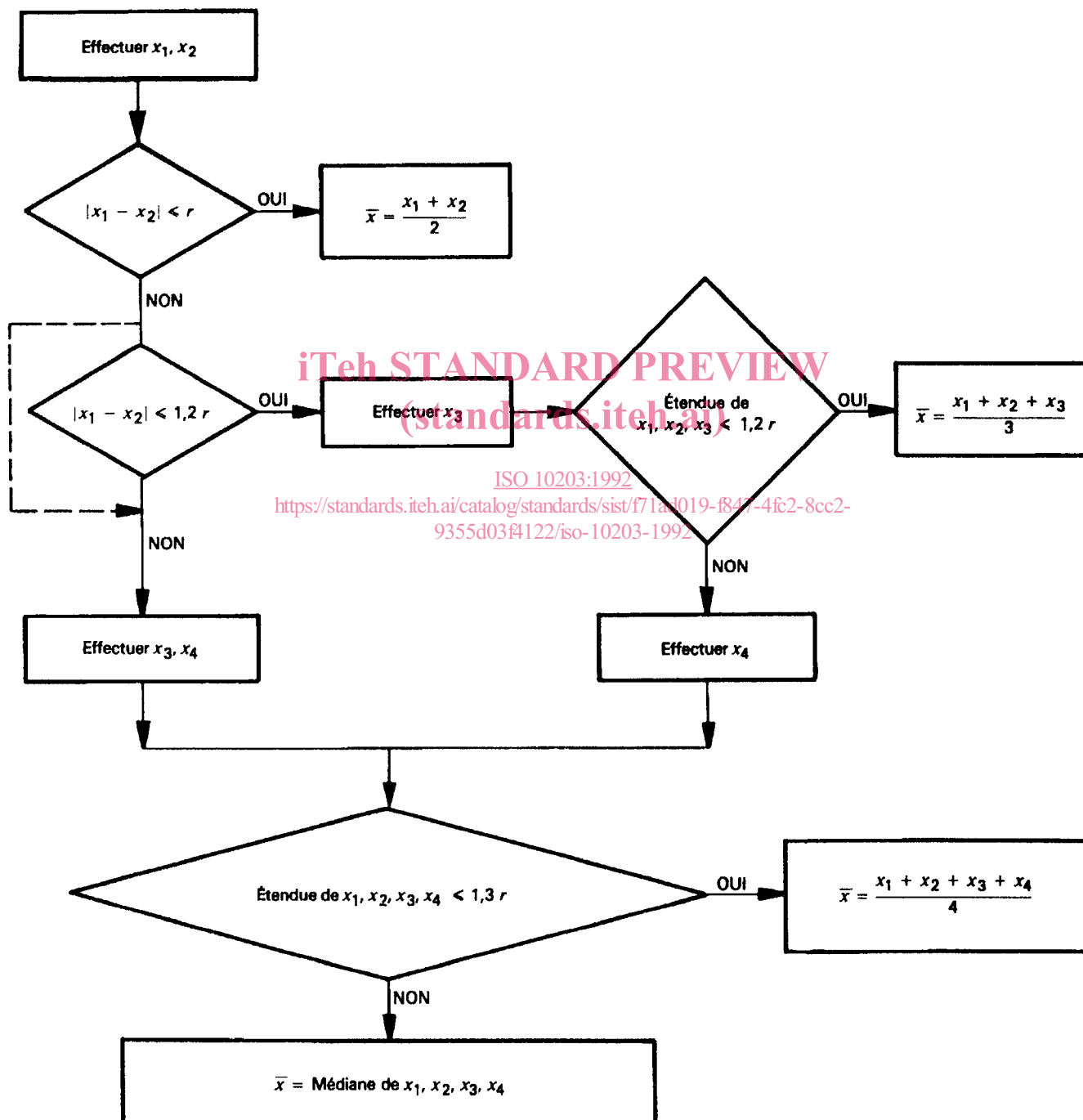
Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- nom et adresse du laboratoire d'essai;
- date d'émission du rapport d'essai;
- référence à la présente Norme internationale;
- détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- résultat de l'analyse;
- numéro de référence du résultat;
- tous détails notés pendant le dosage ainsi que toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale susceptibles d'avoir eu une influence sur le résultat, 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