

---

---

**Aciers — Dosage du calcium par  
spectrométrie d'absorption atomique dans  
la flamme —**

**Partie 2:  
Dosage du calcium total**

ISO 10697-2:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/428290a8-d660-48c4-b622-4a2e6421411f/iso-10697-2-1994>  
**Steel — Determination of calcium content by flame atomic absorption  
spectrometry —**

*Part 2: Determination of total calcium content*



## 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 10697-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/428290a8-d660-48c4-b622->

L'ISO 10697 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Aciers — Dosage du calcium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme*:

- *Partie 1: Dosage du calcium soluble dans l'acide*
- *Partie 2: Dosage du calcium total*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 10697. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 du calcium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme —

## Partie 2: Dosage du calcium total

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10697 prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour le dosage du calcium total dans les aciers.

La méthode est applicable aux teneurs en calcium comprises entre 0,000 5 % (m/m) et 0,005 % (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 partie de l'ISO 10697. 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 partie de l'ISO 10697 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 377-2:1989, *Prélèvement et préparation des échantillons et éprouvettes en aciers corroyés — Partie 2: Échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

### 3 Principe

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

Fusion du résidu insoluble dans l'acide du carbonate de sodium.

Addition d'une solution de chlorure de potassium/nitrate de lanthane comme tampon spectrochimique.

Nébulisation de la solution dans la flamme monoxyde de diazote/acétylène.

Mesurages spectrométriques de l'absorption atomique de la raie spectrale 422,7 nm émise par une lampe à cathode creuse de calcium.

### 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf spécification contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue ayant des teneurs en calcium très faibles et de l'eau de qualité 2 comme spécifié dans l'ISO 3696.

**4.1 Fer pur**, contenant moins de 0,000 1 % (*m/m*) de calcium.

**4.2 Carbonate de sodium**, anhydre, haute pureté.

**4.3 Solvant approprié**, par exemple acétone ou dichlorométhane.

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

**4.5 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 1.

**4.6 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 2.

**4.7 Acide nitrique**,  $\rho$  environ 1,40 g/ml.

**4.8 Acide perchlorique**,  $\rho$  environ 1,54 g/ml.

**4.9 Acide fluorhydrique**,  $\rho$  environ 1,15 g/ml.

**4.10 Chlorure de potassium/nitrate de lanthane**, solution.

Dissoudre 95,34 g de chlorure de potassium (KCl) et 62,35 g de nitrate de lanthane  $[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  dans l'eau, diluer à 1 000 ml et homogénéiser.

**4.11 Calcium**, solutions étalons.

**4.11.1 Solution mère**, correspondant à 100 mg de Ca par litre.

Sécher plusieurs grammes de carbonate de calcium [pureté  $\geq 99,5$  % (*m/m*)] dans un four à 100 °C pendant au moins 1 h et refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Peser 0,249 7 g du produit sec, les introduire dans un bécher de 400 ml, couvrir avec un verre de montre et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.5) pour dissoudre. Refroidir et transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution mère contient 100  $\mu\text{g}$  de calcium.

**4.11.2 Solution étalon**, correspondant à 10 mg de Ca par litre.

Introduire 10,0 ml de la solution mère (4.11.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho$  environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 10). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution étalon juste avant utilisation.

1 ml de cette solution étalon contient 10  $\mu\text{g}$  de calcium.

## 5 Appareillage

Toute la verrerie jaugée doit être de classe A, conformément à l'ISO 385-1, l'ISO 648 et l'ISO 1042, selon le cas.

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Filtre de porosité moyenne**, en acétate de cellulose, de dimensions des pores 0,22  $\mu\text{m}$  et de diamètre 47 mm.

**5.2 Appareillage de filtration**, comportant une fiole propre vide placée entre le dispositif de vide et le flacon de filtration pour éviter tout retour et toute contamination.

**5.3 Creusets de platine**, de capacité 25 ml.

**5.4 Four à moufle**, permettant d'obtenir des températures comprises entre 500 °C et 800 °C.

**5.5 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'une lampe à cathode creuse de calcium et alimenté en monoxyde de diazote et acétylène suffisamment purs pour donner une flamme claire et pauvre en combustible, exempte d'eau et d'huile et exempte de calcium.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé sera jugé satisfaisant si, après optimisation selon 7.3.6, la limite de détection et la concentration caractéristique sont en accord avec les valeurs données par le constructeur et si les critères de précision donnés de 5.5.1 à 5.5.3 sont respectés.

Il est également souhaitable que l'instrument soit conforme aux exigences complémentaires données en 5.5.4.

**5.5.1 Fidélité minimale** (voir A.1)

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

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

### 5.5.2 Limite de détection (voir A.2)

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

La limite de détection du calcium dans la matrice similaire à la solution de la prise d'essai finale doit être meilleure que 0,02 µg de Ca par millilitre.

### 5.5.3 Linéarité de la courbe (voir A.3)

La pente de la courbe d'étalonnage correspondant aux 20 % supérieurs du domaine de concentration (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 (exprimée en variation d'absorbance), la détermination étant effectuée de la même manière.

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

### 5.5.4 Concentration caractéristique (voir A.4)

La concentration caractéristique pour le calcium dans la matrice similaire à la solution de prise d'essai finale doit être meilleure que 0,05 µg de Ca par millilitre.

### 5.6 Appareil auxiliaire

Il est recommandé d'utiliser un enregistreur à bande ou un dispositif à lecture numérique, ou les deux, pour mesurer les critères présentés en 5.5 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 l'absorbance d'une solution appropriée avec ou sans expansion d'échelle et en utilisant les rapports des signaux observés.

## 6 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 377-2 ou à des normes nationales appropriées pour les aciers.

## 7 Mode opératoire

**AVERTISSEMENT — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent provoquer des explosions en présence d'ammoniac, de fumées nitreuses ou de tout corps organique en général.**

Toute la verrerie doit d'abord être lavée à l'acide chlorhydrique (4.5) puis à l'eau. La contamination en calcium émanant de la verrerie peut être vérifiée en mesurant l'absorption de l'eau introduite dans la verrerie après lavage à l'acide. Si une contamination en calcium est présente, la verrerie n'est pas adaptée et doit être remplacée.

Pour chaque série de blanc, étalonnage et échantillons, tous les réactifs, incluant l'eau, doivent être du même lot.

### 7.1 Prise d'essai

Laver l'échantillon dans un solvant approprié (4.3) et sécher.

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

### 7.2 Essai à blanc (voir article 9)

Effectuer un essai à blanc, en parallèle au dosage, en suivant le même mode opératoire et avec les mêmes quantités de tous les réactifs utilisés pour la prise d'essai.

### 7.3 Dosage

#### 7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 400 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.5), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à ce que l'action du solvant cesse. Ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.7). Laisser la solution au voisinage de l'ébullition pendant 5 min pour éliminer les oxydes d'azote.

#### 7.3.2 Filtration de la solution d'essai

Après avoir placé un filtre (5.1) sur l'appareillage de filtration (5.2), laver plusieurs fois avec de l'acide chlorhydrique (4.6) et puis avec de l'eau chaude. Rejeter les solutions de lavage de la fiole avant la filtration. Placer une fiole propre et vide entre le dispositif de vide (voir 5.2) et le flacon de filtration.

Filtrer la solution chaude (à une température inférieure à 75 °C environ) à travers le filtre (5.1) en utilisant

l'appareillage de filtration (5.2) et collecter le filtrat dans une fiole propre. Rincer le b cher avec un faible volume d'eau.  liminer les particules adh rentes avec une baguette de verre  quip e d'un embout en caoutchouc et les transf rer sur le filtre en rinant plusieurs fois avec un faible volume d'eau.

R server le filtrat comme solution principale.

### 7.3.3 Traitement du r sidu insoluble

Transf rer le filtre, apr s l'avoir pli  avec pr cautions, dans un creuset en platine (5.3). Calciner le creuset de platine contenant le filtre et le r sidu dans un four   moufle (5.4)   550  C jusqu'  ce que les mati res carbon es soient consomm es, puis calciner   800  C dans le four   moufle (5.4) pendant 20 min. Laisser le creuset refroidir. Humecter le r sidu avec 2 ou 3 gouttes d'acide perchlorique (4.8). Ajouter 2 ml d'acide fluorhydrique (4.9) et chauffer doucement jusqu'  sec pour  liminer le dioxyde de silicium et l'acide perchlorique. Laisser le creuset refroidir.

Ajouter 0,500 g de carbonate de sodium (4.2). Chauffer le creuset jusqu'au rouge sombre, en agitant doucement et fondre le r sidu. Apr s avoir refroidi, ajouter avec pr caution 5 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et chauffer doucement pour dissoudre les produits de fusion. Rincer le creuset avec un faible volume d'eau et ajouter les liquides de rinage   la solution principale (voir 7.3.2).

Refroidir et transf rer la totalit  de la solution   temperature ambiante dans une fiole jaug e de 100 ml. Ajouter 10,0 ml de la solution de chlorure de potassium/nitrate de lanthane (4.10). Compl ter au volume avec de l'eau et homog n iser.

### 7.3.4 Pr paration des solutions d' talonnage

Placer 2,00 g  $\pm$  0,01 g de fer pur (4.1) dans une s rie de sept b chers de 400 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.5) dans chaque b cher, couvrir chacun d'eux avec un verre de montre et chauffer jusqu'  ce que l'action du solvant cesse. Ajouter 2 ml d'acide nitrique (4.7). Laisser la solution au voisinage de l' bullition pendant 5 min pour  liminer les oxydes d'azote.

En utilisant une burette, ajouter les volumes de solution  talon de calcium (4.11.2) comme indiqu  au tableau 1.

Proc der comme indiqu  en 7.3.2 et 7.3.3.

### 7.3.5 R glage du spectrom tre d'absorption atomique

Voir tableau 2.

Tableau 1

Volume de solution �talon de calcium (4.11.2) ml	Concentration correspondante en calcium dans la solution d'essai finale �g/ml	Teneur correspondante en calcium dans l'�chantillon d'essai % (m/m)
0 <sup>1)</sup>	0	0
1,0	0,1	0,000 5
2,0	0,2	0,001 0
4,0	0,4	0,002 0
6,0	0,6	0,003 0
8,0	0,8	0,004 0
10,0	1,0	0,005 0

1) Terme z ro.

### 7.3.6 Optimisation des r glages du spectrom tre

Suivre les instructions du fabricant pour pr parer l'instrument en vue de son emploi.

Lorsque le courant  lectrique, la lampe, la longueur d'onde et le d bit de gaz ont  t  r gl s et que le br leur a  t  allum , n buliser de l'eau jusqu'  ce que l'indication soit stabilis e.

R gler la valeur d'absorbance   z ro en employant de l'eau.

R gler l'amortissement ou le temps d'int gration, afin d'obtenir un signal suffisamment r gulier pour satisfaire aux crit res pr sent s de 5.5.1   5.5.3.

Ajuster la flamme pour qu'elle soit non lumineuse oxydante, avec une plume rouge de 10 mm   20 mm. En n bulisant alternativement la solution du point haut de l' talonnage et la solution d' talonnage correspondant au terme z ro (voir tableau 1), ajuster le d bit du gaz et la position du br leur (horizontalement, verticalement et lat ralement) jusqu'  ce que la diff rence d'absorbance entre les solutions d' talonnage devienne maximale. V rifier que le spectrom tre est r gl  avec pr cision   la longueur d'onde requise.

Mesurer les crit res pr sent s de 5.5.1   5.5.3 et les crit res compl mentaires donn s en 5.5.4 afin de s'assurer que l'appareil est apte   l'emploi.

**Tableau 2**

Élément	Caractéristique
Type de lampe	Cathode creuse au calcium
Longueur d'onde	422,7 nm
Flamme	Flamme en plume rouge 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 calcium
Courant d'alimentation	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 passante soit comprise entre 0,3 nm et 1,0 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 moins concentrée, la correction des données de base peut être exigée.

**AVERTISSEMENT — Les recommandations du fabricant doivent être scrupuleusement suivies et une attention particulière doit être portée aux points de sécurité suivants:**

- a) la nature explosive de l'acétylène et le réglage concernant son utilisation;
- b) le besoin de protéger les yeux de l'opérateur contre les radiations ultraviolettes au moyen de lunettes teintées;
- c) le besoin de maintenir la tête du brûleur propre et exempte de dépôts; un brûleur encrassé peut produire des retours de flamme;
- d) le besoin de s'assurer que le siphon est rempli d'eau;
- e) nébuliser toujours de l'eau distillée entre les solutions d'essai, la solution à blanc et/ou les solutions d'étalonnage.

**7.3.7 Mesurages spectrométriques**

Ajuster l'expansion d'échelle de manière que le point 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 requise, 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 solution 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 intermédiaire. Dans chaque cas, l'absorbance 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. Calculer les moyennes des dernières séries en ordre croissant et décroissant des solutions d'étalonnage pour établir la courbe d'étalonnage.

Il est reconnu que cette manière de procéder ne peut pas être respectée avec des instruments équipés de micro-processeurs 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 préalable, mais le soient alternativement par rapport à la solution d'essai.

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

Noter l'absorbance moyenne de chaque solution d'étalonnage.

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

**7.4 Établissement des courbes d'étalonnage**

Il est nécessaire d'établir une nouvelle courbe d'étalonnage pour chaque série de dosages.

Si l'on a employé des métaux purs et des réactifs purs, l'essai à blanc et le terme zéro donneront des lectures de très faible absorbance avec une différence presque négligeable. Dans ce cas, préparer une courbe d'étalonnage en traçant les valeurs moyennes d'absorbance des solutions d'étalonnage en fonction des microgrammes de calcium par millilitre.

Si toutefois, le terme zéro a une absorbance significative, on doit utiliser un autre procédé. Dans ce cas, la concentration de calcium,  $\rho_{Ca,z}$  dans le terme zéro peut être calculée à l'aide de l'équation

$$\rho_{Ca,z} = \rho_{Ca,c1} \times \frac{A_z}{A_{Ca,c1} - A_z}$$

où

$\rho_{Ca,c1}$  est la concentration en calcium, exprimée en microgrammes par millilitre, ajoutée à la première solution d'étalonnage,

$A_z$  est l'absorbance du terme zéro,

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

La valeur corrigée  $\rho_{Ca,z}$  est alors rajoutée à chacune des concentrations d'étalonnage nominales afin d'obtenir la courbe moyenne d'étalonnage passant par l'origine.

Reporter l'absorbance nette de 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 admissibles, les lectures de la solution d'essai sont également acceptables.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Méthode de calcul

Convertir l'absorbance de la solution d'essai et l'absorbance de la solution à blanc en microgrammes de calcium par millilitre à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4).

La teneur en calcium total,  $w_{Ca}$ , exprimée en pourcentage en masse est donnée par l'équation suivante:

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

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

où

$\rho_{Ca,0}$  est la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, de calcium dans la solution d'essai à blanc (7.2);

$\rho_{Ca,1}$  est la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, de calcium dans la solution d'essai (7.3.3);

$m$  est la masse, exprimée en grammes, de la prise d'essai (7.1).

### 8.2 Fidélité

L'essai planifié de cette méthode a été effectué par 10 laboratoires. Tous les laboratoires ont effectué trois dosages du calcium total sur chaque échantillon pour essai (voir notes 1 et 2).

Les échantillons utilisés sont indiqués au tableau B.1.

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

Les données obtenues montrent une relation logarithmique entre la teneur en calcium et la répétabilité ( $r$ ) et la reproductibilité ( $R$  et  $R_W$ ) des résultats d'essai (voir note 3). La représentation graphique des données est indiquée à la figure C.1.

Tableau 3

Teneur en calcium % (m/m)	Répétabilité $r$	Reproductibilité	
		$R$	$R_W$
0,000 5	0,000 17	0,000 30	0,000 16
0,001 0	0,000 24	0,000 40	0,000 24
0,002 0	0,000 33	0,000 54	0,000 34
0,005 0	0,000 51	0,000 78	0,000 56

#### NOTES

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

2 Le troisième dosage a été effectué à un moment différent (jour différent), par le même opérateur, comme décrit en note 1, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

3 À partir des valeurs obtenues le premier jour, la répétabilité ( $r$ ) et la reproductibilité ( $R$ ) ont été calculées selon la procédure prescrite dans l'ISO 5725. À partir de la première valeur obtenue le premier jour et le résultat obtenu le deuxième jour, la reproductibilité intralaboratoire ( $R_W$ ) a été calculée.

## 9 Informations complémentaires sur le mode opératoire

Pour prévenir toute contamination qui pourrait augmenter la valeur du blanc, il est extrêmement important d'utiliser des réactifs comme spécifié à l'article 4, concernant plus particulièrement la pureté de l'eau, des acides, du fer et du carbonate de sodium. La verrerie doit être préalablement traitée comme spécifié à l'article 7. Ces précautions, ainsi que celle précisée à l'article 7: «Pour chaque série de blanc, étalonnage et échantillons, tous les réactifs, incluant l'eau, doivent être du même lot» permettront d'obtenir des valeurs à blanc faibles. De plus, la procédure de filtration de la solution d'essai, comme

spécifié en 7.3.2, fournit la précaution de minimiser la contamination durant la filtration.

N'utiliser dans cette méthode que des réactifs donnant des valeurs à blanc inférieures à 0,05 µg/ml.

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon, le laboratoire et la date de l'analyse;
- b) la méthode employée, par référence à la présente partie de l'ISO 10697;
- c) les résultats obtenus, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) le compte rendu de tout détail particulier éventuellement relevé au cours du dosage;
- e) le compte rendu de toute opération non prévue dans la présente partie de l'ISO 10697, ou de toute opération facultative ayant pu avoir une influence sur le résultat.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 10697-2:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/428290a8-d660-48c4-b622-4aae6421f11f/iso-10697-2-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/428290a8-d660-48c4-b622-4aae6421f11f/iso-10697-2-1994>