

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10700

Première édition
1994-05-15

**Aciers et fontes — Dosage du
manganèse — Méthode par spectrométrie
d'absorption atomique dans la flamme**

iTeh STANDARD PREVIEW

*(Steel and iron — Determination of manganese content — Flame atomic
absorption spectrometric method)*

ISO 10700:1994

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/e5a0f61c-fb15-49ea-8bb6-9bbf839a9e2/iso-10700-1994>



Numéro de référence
ISO 10700:1994(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 10700 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition 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 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 et fontes — Dosage du manganèse — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour le dosage du manganèse dans les aciers et les fontes.

La méthode est applicable aux teneurs en manganèse comprises entre 0,002 % (m/m) et 2,0 % (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 377-2:1989, *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, suivie d'une évaporation à fumées en milieu perchlorique.

Nébulisation de la solution dans une flamme air/acétylène.

Mesurage spectrométrique de l'absorption atomique de la raie spectral 279,5 nm émise par une lampe à cathode creuse de manganèse.

4 Réactifs

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

4.1 Fer pur, exempt de manganèse ou à teneur connue en manganèse.

4.2 Acide chlorhydrique, ρ environ 1,19 g/ml.

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

4.4 Acide nitrique, ρ environ 1,40 g/ml.

4.5 Acide perchlorique, ρ environ 1,54 g/ml (voir note 1).

NOTE 1 L'acide perchlorique (ρ environ 1,67 g/ml) peut être utilisé. 100 ml d'acide perchlorique (ρ environ 1,54 g/ml) sont équivalents à 79 ml d'acide perchlorique (ρ environ 1,67 g/ml).

4.6 Solution de base.

AVERTISSEMENT — Voir article 7.

Peser à 0,01 g près, 10,00 g de fer pur (4.1). Les introduire dans un bécher de 1 litre. Ajouter 200 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir le bécher d'un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à dissolution. Puis, oxyder avec 50 ml d'acide nitrique (4.4) ajoutés par petites portions. Ajouter 150 ml d'acide perchlorique (4.5). Chauffer fortement et évaporer jusqu'à ce que des fumées denses blanches d'acide perchlorique apparaissent. Laisser fumer pendant 15 min à une température telle qu'on maintienne un reflux constant d'acide perchlorique sur les parois du bécher. Laisser refroidir et ajouter 300 ml d'eau. Chauffer doucement jusqu'à dissolution des sels.

Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution de base contient 0,010 g de Fe.

4.7 Manganèse, solutions étalons.

4.7.1 Solution mère, correspondant à 1,00 g de Mn par litre.

Peser à 0,1 mg près, 1,00 g de manganèse métal pur [pureté $\geq 99,9\%$ (*m/m*)]. Les placer dans un bécher de 250 ml et ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Couvrir avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à ce que le métal soit dissous. Laisser refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 1,00 mg de Mn.

4.7.2 Solution étalon, correspondant à 0,02 g de Mn par litre.

Introduire 20,0 ml de la solution mère (4.7.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Préparer cette solution étalon juste avant utilisation.

1 ml de cette solution étalon contient 0,02 mg de Mn.

5 Appareillage

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

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'une lampe à cathode creuse de manganèse et alimenté en air et acétylène suffisamment purs pour donner une flamme stable et claire et pauvre en combustible, exempte d'eau et d'huile, et exempte de manganèse.

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé sera jugé satisfaisant si, après optimisation conformément à 7.3.5, 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 5.1.1 à 5.1.3.

Il est également souhaitable que l'instrument soit conforme aux exigences techniques complémentaires données en 5.1.4.

5.1.1 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 de cette même solution.

Calculer l'écart-type de 10 mesures de l'absorbance de la solution d'étalonnage la moins concentrée (exceptée 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.

5.1.2 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 concerné au niveau de concentration choisi afin de donner une absorbance juste au dessus du terme zéro.

La limite de détection du manganèse dans la matrice similaire à la solution de la prise d'essai final doit être inférieure à 0,02 μg de Mn par millilitre.

5.1.3 Linéarité de la courbe (voir A.3)

La valeur de 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.

5.1.4 Concentration caractéristique (voir A.4)

La concentration caractéristique pour le manganèse dans la matrice similaire à la solution de prise d'essai finale doit être inférieure à 0,1 µg de Mn par millilitre.

5.2 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 5.1.1 à 5.1.3 et pour toute 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 le rapport des signaux observés.

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Les vapeurs d'acide perchlorique peuvent provoquer des explosions en présence d'ammoniac, de fumée nitreuse ou de tout corps organique en général. Toutes les évaporations doivent être effectuées sous une hotte adaptée à l'acide perchlorique.

S'assurer que le système de nébulisation et le système de drainage sont lavés et exempts d'acide perchlorique après utilisation.

7.1 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, 1,0 g environ d'échantillon pour essai.

7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et avec les mêmes quantités de tous les réactifs utilisés pour la prise d'essai, incluant le fer pur (4.1).

7.3 Dosage

7.3.1 Préparation de la solution d'essai

Placer la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer doucement jusqu'à ce que l'action du solvant cesse. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.4) et faire bouillir pendant 1 min pour éliminer les oxydes d'azote (voir note 2). Ajouter 15 ml d'acide perchlorique (4.5), chauffer fortement sans couvrir jusqu'à ce que des fumées denses blanches d'acide perchlorique apparaissent. Remettre le verre de montre et continuer l'émission de fumées à une température telle qu'on maintienne un reflux constant d'acide perchlorique sur les parois du bécher. Continuer le chauffage jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de fumées d'acide perchlorique visibles à l'intérieur du bécher.

Pour les échantillons difficilement solubles dans l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique, ajouter 2 ml d'acide fluorhydrique (4.3) avant addition de 15 ml d'acide perchlorique et poursuivre comme précédemment.

7.3.2 Traitement de la solution

7.3.2.1 Teneurs en manganèse jusqu'à 0,10 % (m/m)

Laisser refroidir. Ajouter 25 ml d'eau et chauffer doucement pour dissoudre les sels. Laisser refroidir à nouveau et transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Filter par décantation au travers d'un filtre en papier sec à texture moyenne pour éliminer tout résidu ou précipité. Récupérer le filtrat dans un bécher sec après avoir rejeté les premières fractions.

Le filtrat est la solution d'essai pour le dosage des teneurs en manganèse jusqu'à 0,10 % (m/m).

7.3.2.2 Teneurs en manganèse comprises entre 0,10 % (m/m) et 0,40 % (m/m)

Introduire 50,0 ml du filtrat (7.3.2.1) dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.2.3 Teneurs en manganèse comprises entre 0,40 % (m/m) et 2,0 % (m/m)

Introduire 10,0 ml du filtrat (7.3.2.1) dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

7.3.3 Préparation des solutions d'étalonnage

7.3.3.1 Teneurs en manganèse jusqu'à 0,10 % (m/m)

Introduire 40,0 ml de la solution de base (4.6) dans une série de huit fioles jaugées de 100 ml et ajouter, en utilisant une burette ou une pipette, les volumes de solution étalon de manganèse (4.7.2) indiqué au tableau 1. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 1

Volume de solution étalon de manganèse (4.7.2) ml	Masse de manganèse mg	Teneur correspondante en manganèse dans l'échantillon d'essai % (m/m)
0 ¹⁾	0	0
0,4	0,008	0,002
2,0	0,04	0,010
4,0	0,08	0,020
8,0	0,16	0,040
12,0	0,24	0,060
16,0	0,32	0,080
20,0	0,40	0,100

1) Terme zéro.

7.3.3.2 Teneurs en manganèse comprises entre 0,10 % (m/m) et 0,40 % (m/m)

Introduire 10,0 ml de la solution de base (4.6) dans une série de six fioles jaugées de 100 ml et ajouter, en utilisant une burette ou une pipette, les volumes

de solution étalon de manganèse (4.7.2) comme indiqué au tableau 2. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 2

Volume de solution étalon de manganèse (4.7.2) ml	Masse de manganèse mg	Teneur correspondante en manganèse dans l'échantillon d'essai % (m/m)
0 ¹⁾	0	0
4,0	0,08	0,08
8,0	0,16	0,16
12,0	0,24	0,24
16,0	0,32	0,32
20,0	0,40	0,40

1) Terme zéro.

7.3.3.3 Teneurs en manganèse comprises entre 0,40 % (m/m) et 2,0 % (m/m)

Introduire 2,0 ml de la solution de base (4.6) dans une série de six fioles jaugées de 100 ml et ajouter, en utilisant une burette ou une pipette, les volumes de solution étalon de manganèse (4.7.2) comme indiqué au tableau 3. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 3

Volume de solution étalon de manganèse (4.7.2) ml	Masse de manganèse mg	Teneur correspondante en manganèse dans l'échantillon d'essai % (m/m)
0 ¹⁾	0	0
4,0	0,08	0,40
8,0	0,16	0,80
12,0	0,24	1,20
16,0	0,32	1,60
20,0	0,40	2,00

1) Terme zéro.

7.3.4 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Voir tableau 4.

Tableau 4

Élément	Caractéristique
Type de lampe	Cathode creuse au manganèse
Longueur d'onde	279,5 nm
Flamme	Flamme claire air et acétylène, ajustée pour une réponse maximale de manganèse
Courant d'alimentation	Suivre les recommandations du fabricant
Largeur de la bande passante	Suivre les recommandations du fabricant

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

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

7.3.5 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 satis-

faire aux critères de la fidélité présentés de 5.1.1 à 5.1.3.

Ajuster la flamme pour obtenir une flamme claire et pauvre en combustible et la hauteur du brûleur pour se trouver juste 10 mm en dessous du parcours optique. En nébulisant alternativement la solution du point haut de l'étalonnage et la solution d'étalonnage correspondant au terme zéro (voir tableaux 1 à 3), 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 présentés de 5.1.1 à 5.1.3 et le critère complémentaire donné en 5.1.4, afin de s'assurer que l'appareil est apte à l'emploi.

7.3.6 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 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 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. Les dernières séries en ordre croissant et décroissant des solutions sont utilisées pour établir la courbe d'étalonnage.

Il est reconnu que cette manière de procéder 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 avec 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 son 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 dosage et pour le domaine des teneurs prévues en manganèse.

Généralement, le terme zéro a une absorbance négligeable, mais si ce terme zéro a une absorbance significative, on doit utiliser un autre procédé. Dans ce cas, la concentration en manganèse $\rho_{Mn,z}$ en terme zéro peut être calculée à l'aide de la formule

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

où

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

A_z est l'absorbance du terme zéro;

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

La valeur introduite $\rho_{Mn,z}$ 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 sur 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 manganèse par millilitre à l'aide de la courbe d'étalonnage (7.4).

La teneur en manganèse, w_{Mn} , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation suivante:

$$w_{Mn} = \frac{(\rho_{Mn,1} - \rho_{Mn,0}) \times 250}{10^6} \times \frac{100}{m} \times D$$

$$= \frac{(\rho_{Mn,1} - \rho_{Mn,0}) \times 25D}{10^3 m}$$

où

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

$\rho_{Mn,1}$ est la concentration, exprimée en microgrammes par millilitre, de manganèse dans la solution d'essai, déduite de la courbe d'étalonnage (7.4);

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

D est le facteur de dilution

$D = 1$ pour les teneurs jusqu'à 0,10 % (m/m)

$D = 4$ pour les teneurs comprises entre 0,10 % (m/m) et 0,40 % (m/m)

$D = 20$ pour les teneurs comprises entre 0,40 % (m/m) et 2,0 % (m/m)

8.2 Fidélité

L'essai planifié de cette méthode a été effectué par 20 laboratoires, à 10 niveaux de manganèse. Tous les laboratoires ont effectué trois dosages pour le manganèse à chaque niveau (voir notes 2 et 3).

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 manganèse et la répétabilité (r) et la reproductibilité (R et R_w) des résultats d'essai (voir note 4) comme indiqué au tableau 5. La représentation graphique des données est indiquée à la figure C.1.

Tableau 5

Teneur en manganèse % (m/m)	Répétabilité <i>r</i>	Reproductibilité	
		<i>R</i>	<i>R_w</i>
0,002	0,000 29	0,000 62	0,000 30
0,005	0,000 52	0,001 2	0,000 59
0,010	0,000 81	0,001 8	0,000 99
0,020	0,001 3	0,002 9	0,001 7
0,050	0,002 3	0,005 3	0,003 3
0,100	0,003 6	0,008 4	0,005 5
0,20	0,005 6	0,013	0,009 2
0,50	0,010	0,024	0,018
1,00	0,016	0,038	0,030
2,00	0,024	0,061	0,051

NOTES

2 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 minimale.

3 Le troisième dosage a été effectué à un moment différent (un jour différent), par le même opérateur, comme de

crit en note 2, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

4 À partir des valeurs obtenues le 1^{er} 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 1^{er} jour et le résultat obtenu le 2^e jour, la reproductibilité intralaboratoire (*R_w*) a été calculée.

9 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 du dosage;
- le compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives ayant pu avoir une influence sur le résultat.