

---

---

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

iTeh STANDARD PREVIEW

([standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai))  
*Iron ores — Determination of cobalt content — Flame atomic absorption  
spectrometric method*

ISO 11533:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aac39825-5969-47cd-8406-0048a1c78435/iso-11533-1996>



## 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 11533 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 11533:1996  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aac39825-5969-47cd-8406-0048a1c78435/iso-11533-1996>

© ISO 1996

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

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

## 1 Domaine d'application

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

Cette méthode est applicable à des concentrations en cobalt comprises entre 0,000 6 % (*m/m*) et 0,070 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

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 les acides chlorhydrique, nitrique, sulfurique et fluorhydrique. Évaporation à sec, suivie d'une mise en solution et d'une filtration.

Calcination du résidu et élimination de la silice par traitement à l'acide fluorhydrique et évaporation à sec. Fusion avec du carbonate de sodium. Dissolution du culot de fusion refroidi à l'acide chlorhydrique et combinaison au filtrat original.

Extraction du fer avec de l'acétate d'isobutyle. Évaporation de la phase aqueuse pour réduire le volume. Acidification à l'acide nitrique et dilution à volume.

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

Comparaison des valeurs d'absorbance obtenues pour le cobalt avec celles relatives aux solutions d'étalement.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696.

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

**4.2 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 g/ml à 1,19 g/ml.

**4.3 Acide chlorhydrique**,  $\rho$  1,16 g/ml à 1,19 g/ml, dilué 1 + 1.

**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 Acétate d'isobutyle.**

**4.8 Solutions de fond au sodium.**

Dissoudre 15 g de carbonate de sodium (4.1) dans 50 ml d'eau. Ajouter doucement, en agitant, 25 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Chauffer pour éliminer le dioxyde de carbone, puis refroidir. Diluer à 250 ml et homogénéiser.

**4.9 Solutions étalons de cobalt.**

**4.9.1 Solution mère**, à 1 000  $\mu\text{g}$  Co/ml.

Dissoudre 1,000 g de cobalt métallique [de pureté minimale 99,5 % (m/m)] en le chauffant dans 30 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.4) et chauffer pour chasser les oxydes d'azote. Refroidir, diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée à un trait et homogénéiser.

**4.9.2 Solution étalon A**, à 25  $\mu\text{g}$  Co/ml.

Transvaser 25 ml de la solution mère de cobalt (4.9.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

**4.9.3 Solution étalon B**, à 200  $\mu\text{g}$  Co/ml.

Transvaser 50 ml de la solution mère de cobalt (4.9.1) dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, y compris des pipettes à un trait et des fioles jaugées à un trait, conformes respectivement aux spécifications de l'ISO 648 et de l'ISO 1042, et

**5.1 Ampoules à décanter**, de 100 ml de capacité.

**5.2 Creusets en platine**, de 30 ml de capacité.

**5.3 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'un brûleur air-acétylène.

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

Le spectromètre d'absorption atomique utilisé dans cette méthode doit satisfaire aux critères suivants:

- Sensibilité minimale — L'absorbance d'une solution d'étalonnage de cobalt à 4  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , mesurée avec un parcours optique dans la flamme de 10 cm, à la longueur d'onde de 240,7 nm, doit être de 0,2 au moins et l'absorbance de la solution d'étalonnage de cobalt à 32  $\mu\text{g}/\text{ml}$ , mesurée avec un parcours optique dans la flamme de 10 cm, à la longueur d'onde de 252,2 nm doit être de 0,6 au moins lorsqu'aucune expansion d'échelle n'est utilisée.
- 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 celui de la solution correspondante au terme zéro de la gamme d'étalonnage, calculés chacun à partir d'au moins 10 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

1 Il est recommandé d'utiliser un enregistreur à bandes et/ou un moyen de lecture numérique pour mesurer les critères a), b) et c) et pour effectuer toutes les mesures ultérieures.

2 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 air-acétylène.

Lampe à cathode creuse, mA	7
Longueur d'onde, nm	240,7 252,2
Débit d'air, l/min	20
Débit d'acétylène, l/min	5

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

3 Il convient d'établir les critères b) et c) séparément aux longueurs d'onde de 240,7 nm et 252,2 nm.

## 6 Échantillonnage et échantillons

### 6.1 Échantillon de laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon de 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 et composés oxydables sont données dans l'ISO 7764.

### 6.2 Préparation des échantillons préséchés 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 °C ± 2 °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 deuxième résultat ou tout autre résultat ultérieur n'est pas affecté pour 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, en incluant un rééchantillonnage approprié dans chaque cas.

### 7.2 Prise d'essai

En prélevant plusieurs incréments, peser, à 0,000 2 g près, approximativement 2 g de l'échantillon préséché pour analyse obtenu en accord avec 6.2.

NOTE 6 Il convient que la prise d'essai soit 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 du(des) échantillon(s) de minerai et

dans les mêmes conditions. Un échantillon préséché pour analyse du matériau de référence certifié doit être préparé comme prescrit en 6.2.

NOTE 7 Il convient que le matériau de référence certifié soit du même type que l'échantillon à analyser et les propriétés des deux matériaux soient suffisamment similaires pour assurer qu'en aucun cas des modifications significatives dans le mode opératoire analytique ne deviennent nécessaires.

Lorsque l'analyse porte 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 réactif.

Lorsque l'analyse porte 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

Transférer la prise d'essai (7.2) dans un bécher de 250 ml. Humidifier avec quelques millilitres d'eau, ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (4.2), couvrir avec un verre de montre et chauffer à 95 °C pendant une heure.

NOTE 8 Si après cette digestion le résidu insoluble est important, augmenter la température de la plaque chauffante jusqu'à 105 °C et poursuivre le chauffage sans aller à ébullition.

Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.4) et 0,5 ml d'acide sulfurique (4.6) puis chauffer à 105 °C pendant 15 min. Retirer le verre de montre pour obtenir une ouverture de 5 mm environ et ajouter 1 ml d'acide fluorhydrique (4.5). Évaporer à sec et chauffer pendant encore 15 min.

Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.3) et chauffer doucement pour dissoudre les sels. Laver le verre de montre et les parois du bécher. Filtrer à travers un papier filtre à texture serrée (diamètre maximal 11 cm) dans un bécher de 250 ml. Retirer toutes les particules adhérentes au bécher à l'aide d'une tige à bout caoutchouté, laver le papier et le résidu avec plusieurs volumes minimaux d'acide chlorhydrique (4.3) tiède, jusqu'à ce que le papier soit exempt de fer, puis laver soigneusement avec de l'eau tiède. Conserver le filtrat.

### 7.4.2 Traitement du résidu

Placer le filtre et le résidu dans un creuset en platine (5.2). Évaporer l'essentiel de l'eau du papier filtre en plaçant le creuset sur une plaque chauffante pendant environ 20 min. Calciner le papier à 600 °C pendant 30 min, puis l'enflammer à 850 °C pendant 60 min.

Refroidir et ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique (4.5) et 0,5 ml d'acide sulfurique (4.6). Évaporer à sec sur une plaque chauffante à 200 °C. Ajouter 300 mg de carbonate de sodium (4.1) et faire fondre à 900 °C pendant 30 min. Dissoudre le culot de fusion refroidi avec 10 ml d'acide chlorhydrique (4.3) sur une plaque chauffante.

#### 7.4.3 Traitement de l'ensemble filtrat et eaux de lavage

Évaporer le filtrat et les eaux de lavage (7.4.1) jusqu'à 5 ml à 10 ml.

Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2). Ajouter la solution traitée de résidu (7.4.2) avec 2 ml d'acide chlorhydrique (4.3) en utilisant le jet d'une pissette pour rincer le creuset.

Transvaser dans une ampoule à décanter au moyen de 5 ml à 7 ml d'acide chlorhydrique (4.3) à partir du jet d'une pissette. Ajouter 25 ml d'acétate d'isobutyle (4.7) et agiter vigoureusement pendant 1 min. Attendre la séparation des phases puis soutirer la phase aqueuse dans un bécher de 250 ml jusqu'à ce qu'il ne reste plus que 0,5 ml de phase aqueuse dans l'ampoule. Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et laisser s'écouler 1 ml par le robinet. Agiter vigoureusement pendant 30 s, laisser les phases se séparer puis soutirer toute la phase aqueuse dans le bécher. Rejeter la phase organique contenant le fer extrait.

Remettre la solution aqueuse dans l'ampoule à décanter, en rinçant avec 1 ml d'acide chlorhydrique (4.3) provenant du jet d'une pissette, puis répéter l'extraction à l'acétate d'isobutyle décrite ci-dessus.

Évaporer la phase aqueuse contenue dans le bécher jusqu'à environ 5 ml.

Rincer les parois du bécher avec 5 ml d'eau. Ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.4). Transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml et diluer au volume avec de l'eau.

#### 7.4.4 Préparation de la gamme de solutions prévues d'étalonnage

Préparer une gamme de solutions d'étalonnage couvrant les teneurs en cobalt prévues dans les échantillons. Pour la gamme de teneurs en cobalt allant de 0,000 6 % (*m/m*) à 0,010 0 % (*m/m*), utiliser la solution étalon A (4.9.2). Pour la gamme de teneurs en cobalt allant de 0,010 0 % (*m/m*) à 0,070 0 % (*m/m*), utiliser la solution étalon B (4.9.3).

Transvaser des portions de 2 ml, 4 ml, 6 ml et 8 ml de la solution étalon appropriée dans des fioles jaugées de 50 ml. Ajouter 5 ml de solution de fond au sodium (4.8), 5 ml d'acide nitrique (4.4) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3). Diluer chaque solution au volume avec de l'eau et homogénéiser. Préparer une solution d'éta-

lonnage correspondant au terme zéro en transvasant 5 ml de solution de fond au sodium (4.8), 5 ml d'acide nitrique (4.4) et 5 ml d'acide chlorhydrique (4.3) dans une fiole jaugée à un trait de 50 ml. Diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser.

NOTE 9 La gamme de cobalt qui peut être couverte peut varier d'un instrument à l'autre. Il convient de porter l'attention sur les critères minimaux donnés en 5.3. Pour les instruments à haute sensibilité, des portions aliquotes plus faibles des solutions étalons peuvent être utilisées. Dans ce cas, les concentrations du tableau 1 seront ajustées en conséquence.

#### 7.4.5 Réglage du spectromètre d'absorption atomique

Régler la longueur d'onde pour le cobalt [240,7 nm pour les teneurs en cobalt inférieures à 0,010 0 % (*m/m*), 252,2 nm pour les teneurs en cobalt entre 0,010 0 % (*m/m*) et 0,070 0 % (*m/m*)] en vue d'obtenir l'absorbance minimale. Ajuster le brûleur correctement conformément aux instructions du constructeur, allumer la flamme air-acétylène. Après 10 min de préchauffage, régler le débit de combustible et le brûleur afin d'obtenir l'absorbance maximale lors de l'aspiration de la solution d'étalonnage la plus concentrée (voir 7.4.4), et évaluer les critères de 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.

#### 7.4.6 Mesurages d'absorption atomique

Aspirer les solutions d'étalonnage et la solution finale d'essai 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, la solution d'essai finale étant aspirée à des moments appropriés dans les séries. Aspirer de l'eau entre chaque solution et noter les lectures d'absorbance lorsque des réponses stables sont obtenues.

Répéter les mesurages au moins deux fois encore et déterminer les moyennes de ces lectures. 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.

Établir une courbe d'étalonnage en portant les valeurs d'absorbance nettes des solutions d'étalonnage en fonction de la masse en microgrammes de cobalt par millilitre (voir tableau 1).

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

Tableau 1 — Solutions d'étalonnage

N° de la solution	Solution étalon A (4.9.2) ml	Solution étalon B (4.9.3) ml	Concentration µg/ml
0	0	0	0
1	2	—	1
2	4	—	2
3	6	—	3
4	8	—	4
5	—	2	8
6	—	4	16
7	—	6	24
8	—	8	32

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Calcul de la teneur en cobalt

La teneur en cobalt,  $w_{Co}$ , exprimée en pourcentage en masse, est calculée, à six décimales près, en utilisant l'équation:

$$w_{Co} = \frac{\rho_{Co} \times 50}{1\,000\,000 \times m} \times 100 = \frac{\rho_{Co}}{200 \times m} \dots (1)$$

où

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

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

### 8.2 Exploitation générale des résultats

#### 8.2.1 Répétabilité et tolérances admissibles

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

$$\sigma_d = 0,023\,7\,X + 0,000\,1 \dots (2)$$

$$\sigma_L = 0,055\,5\,X - 0,000\,1 \dots (3)$$

$$R_d = 0,066\,3\,X + 0,000\,4 \dots (4)$$

$$P = 0,161\,9\,X \dots (5)$$

où

$X$  est la teneur en cobalt, exprimée 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 (8.2.5) des deux laboratoires;

$\sigma_d$  est l'écart-type des paires indépendantes;

$\sigma_L$  est l'écart-type interlaboratoire;

$R_d$  est la limite des paires indépendantes;

$P$  est la tolérance admissible entre laboratoires.

#### 8.2.2 Détermination du résultat analytique

Ayant calculé les résultats des paires indépendantes conformément à l'équation (1), les comparer avec la limite des paires indépendantes ( $R_d$ ), en utilisant la procédure donnée en annexe A.

#### 8.2.3 Fidélité interlaboratoire

La fidélité interlaboratoire est utilisée pour déterminer l'accord entre les résultats finals enregistrés par deux laboratoires. Il est admis que les deux laboratoires ont utilisé le même mode opératoire décrit en 8.2.2.

Calculer les quantités suivantes:

$$\mu_{12} = \frac{\mu_1 + \mu_2}{2}$$

$\mu_1$  est le résultat final du laboratoire 1;

$\mu_2$  est le résultat final du laboratoire 2;

$\mu_{12}$  est la moyenne des résultats finals;

Si  $|\mu_1 - \mu_2| \leq P$ , les résultats finals sont en accord.

#### 8.2.4 Contrôle de la justesse

La justesse de la méthode analytique doit être contrôlée en l'appliquant à un matériau de référence certifié (MRC) ou à un matériau de référence (MR). La procédure est la même que celle décrite plus haut. Après confirmation de la fidélité, le résultat final du laboratoire est comparé à la valeur de référence ou certifiée  $A_C$ . Il y a deux possibilités:

a)  $|\mu_C - A_C| \leq C$ : dans ce cas la différence entre le résultat enregistré et la valeur de référence/certifiée est statistiquement non significative;

b)  $|\mu_C - A_C| > C$ : dans ce cas la différence entre le résultat enregistré et la valeur de référence/certifiée est statistiquement significative;

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

où

- $\mu_c$  est le résultat final pour le matériau de référence certifié;
- $A_c$  est la valeur de référence/certifiée pour le MRC/MR;
- $C$  est la valeur dépendant du type de MRC/MR utilisé.

NOTE 10 Il convient que les matériaux de référence certifiés utilisés dans ce but soient préparés et certifiés conformément au Guide ISO 35:1989, *Matériaux de référence certifiés — Principes généraux et statistiques*.

Pour un MRC certifié par un programme d'essai interlaboratoire

$$\sigma_L = 0,055\ 5\ \mu_c - 0,000\ 1$$

$$\sigma_d = 0,023\ 7\ \mu_d + 0,000\ 1$$

$$C = 2 \left[ \sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} + V(A_c) \right]^{1/2}$$

où

$V(A_c)$  est la variance de la valeur certifiée  $A_c$ .

Pour un MRC certifié seulement par un laboratoire

$$C = 2 \left[ \sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n} \right]^{1/2}$$

NOTE 11 Il convient d'éviter ce type de MRC à moins qu'il soit connu pour sa valeur certifiée non biaisée.

### 8.2.5 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, calculé à six décimales près et arrondi à la quatrième décimale comme suit:

- a) lorsque le chiffre de la cinquième décimale est inférieure à 5, il est rejeté et le chiffre de la quatrième décimale reste inchangé;

- b) lorsque le chiffre de la cinquième décimale est 5, et si le chiffre de la sixième décimale est autre que 0, ou si le chiffre de la cinquième décimale est supérieure à 5, le chiffre de la quatrième décimale est majoré d'une unité;
- c) lorsque le chiffre de la cinquième décimale est égal à 5, et si le chiffre de la sixième décimale est 0, le chiffre 5 est rejeté et le chiffre de la quatrième décimale reste inchangé s'il s'agit de 0, 2, 4, 6 ou 8, et il est augmenté 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:

$$w_{CoO} (\%) = 1,271\ w_{Co} (\%)$$

## 9 Rapport d'essai

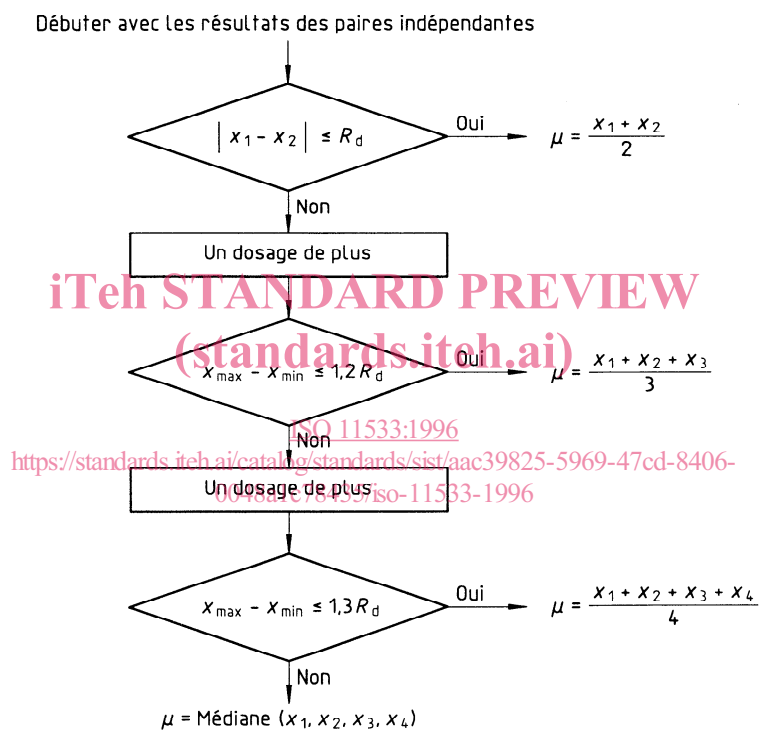
Le rapport doit contenir les informations suivantes:

- a) nom et adresse du laboratoire d'essai;
- b) date d'émission 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) 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 la procédure pour l'acceptation des valeurs analytiques obtenues avec des échantillons pour analyse



$R_d$ : défini en 8.2.1