
**Fontes — Détermination du carbone
non combiné — Méthode par
absorption dans l'infrarouge après
combustion dans un four à induction**

*Cast irons — Determination of non-combined carbon content —
Infrared absorption method after combustion in an induction furnace*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 10719:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948daeb2-e5e7-437d-af5a-b47a75c8a3d7/iso-ts-10719-2016)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948daeb2-e5e7-437d-af5a-
b47a75c8a3d7/iso-ts-10719-2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948daeb2-e5e7-437d-af5a-b47a75c8a3d7/iso-ts-10719-2016)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 10719:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948daeb2-e5e7-437d-af5a-b47a75c8a3d7/iso-ts-10719-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/948daeb2-e5e7-437d-af5a-b47a75c8a3d7/iso-ts-10719-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Prélèvement	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Instructions générales d'utilisation.....	3
8.2 Prise d'essai.....	4
8.3 Essai à blanc.....	4
8.4 Détermination.....	4
8.4.1 Mise en solution de la prise d'essai.....	4
8.4.2 Filtration du carbone non combiné.....	4
8.4.3 Mesurages.....	5
8.5 Etablissement de la courbe d'étalonnage.....	5
8.5.1 Etalonnage à partir de produits primaires.....	5
8.5.2 Etalonnage à partir de matériaux de référence certifiés.....	6
9 Expression des résultats	6
9.1 Etalonnage à partir de produits primaires.....	6
9.2 Etalonnage à partir de matériaux de référence certifiés.....	6
10 Fidélité	7
11 Notes relatives au mode opératoire	7
11.1 Essais à blanc préliminaires.....	7
11.2 Essais préliminaires sur des matériaux de référence certifiés.....	8
12 Rapport d'essais	8
Annexe A (informative) Informations supplémentaires sur l'essai interlaboratoires international	9
Annexe B (informative) Comparaison entre les résultats du premier et du deuxième essai de fidélité	11
Annexe C (informative) Effet des fractions fines dans un échantillon sur la détermination de la teneur en carbone non combiné	12
Bibliographie	15

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/foreword.html

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 17, *Acier*, Sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Cette première édition de Spécification Technique remplace la première édition du Rapport Technique (ISO/TR 10719:1994), qui a été techniquement révisé. Les modifications suivantes ont été apportées:

- les aciers ont été supprimés du champ d'application;
- ajout de la possibilité d'établir la courbe d'étalonnage au moyen de matériaux de référence certifiés;
- révision de l'évaluation des données de fidélité.

Fontes — Détermination du carbone non combiné — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur en carbone non combiné dans les fontes par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction.

La méthode est applicable aux teneurs en carbone non combiné comprises entre 1,0 % (fraction massique) et 3 % (fraction massique).

Les éléments habituellement présents n'interfèrent pas. Cependant, quelques fontes alliées, lorsqu'elles subissent un important traitement thermique, contiennent des carbures qui ne sont pas solubles dans les conditions décrites dans la présente méthode et peuvent conduire à des valeurs en carbone non combiné par excès.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables à son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 14284, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques pour la normalisation aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible sur <http://www.electropedia.org/>
- Plateforme de navigation en ligne ISO: disponible sur <https://www.iso.org/obp>

3.1

carbone non combiné

carbone graphitique

carbone qui n'est pas dissous par le méthanol et les acides nitrique et fluorhydrique

4 Principe

Décomposition d'une prise d'essai par l'acide nitrique en présence de méthanol et traitement par l'acide fluorhydrique. Séparation du carbone non combiné par filtration sur un filtre en fibre de verre.

Combustion, à haute température et sous courant d'oxygène, du filtre en fibre de verre contenant le carbone non combiné, dans un four à induction à haute fréquence en présence de fer pur et d'un accélérateur. Transformation du carbone en dioxyde de carbone et/ou en monoxyde de carbone.

Mesurage par absorption infrarouge du dioxyde de carbone et/ou du monoxyde de carbone sous courant d'oxygène comme gaz porteur.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau à faible teneur en matières organiques, c'est-à-dire de qualité 2 ou 1, comme spécifié par l'ISO 3696.

5.1 Eau, exempte de dioxyde de carbone.

Faire bouillir de l'eau pendant 30 min, refroidir à température ambiante et faire barboter de l'oxygène (5.2) pendant 15 min. Préparer au moment de l'emploi.

5.2 Oxygène, pureté minimale 99,5 % (fraction volumique).

Si on soupçonne l'oxygène de contenir des polluants organique, un tube à catalyseur d'oxydation [oxyde de cuivre(II) ou platine], chauffé à une température supérieure à 450 °C doit être placé avant l'unité de purification.

5.3 Fer pur, à teneur en carbone inférieure à 0,001 0 % (fraction massique).

5.4 Solvant, approprié au nettoyage des échantillons souillés de graisse ou sales, par exemple, acétone.

5.5 Méthanol, pureté minimale 99,5 % (fraction volumique).

5.6 Carbonate de baryum.

Sécher le carbonate de baryum [pureté minimale 99,5 % (fraction massique)] entre 105 °C et 110 °C pendant 3 h et refroidir dans un dessiccateur avant emploi.

5.7 Matériaux de référence certifiés de fonte (MRCs), à teneurs en carbone comprises entre 1 % à 3 % (fraction massique).

Les fontes à utiliser à cette fin doivent être à structure blanche.

5.8 Accélérateur.

Cuivre, mélange tungstène-étain ou tungstène à teneur en carbone inférieure à 0,001 0 % (fraction massique).

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

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

5.11 Acide chlorhydrique, ρ environ 1,19 g/ml, dilué 1 + 1.

5.12 Hydroxyde de sodium, solution à 120 g/l.

Dissoudre précautionneusement 60 g d'hydroxyde de sodium dans environ 200 ml d'eau (5.1). Après dissolution complète, refroidir, diluer à 500 ml avec de l'eau, homogénéiser et conserver dans un flacon en plastique.

5.13 Perchlorate de magnésium [Mg(ClO₄)₂], granulométrie de 0,7 mm à 1,2 mm.

5.14 Céramique inerte (attapulгите), imprégnée d'hydroxyde de sodium, granulométrie de 0,7 mm à 1,2 mm.

6 Appareillage

L'appareillage nécessaire à la combustion dans un four à induction à haute fréquence et au mesurage consécutif par absorption dans l'infrarouge du dioxyde de carbone et/ou du monoxyde de carbone dégagé(s) peut être obtenu dans le commerce auprès d'un certain nombre de fabricants. Suivre les instructions du fabricant pour l'utilisation de l'appareil. Un régulateur de pression est nécessaire pour contrôler la pression d'oxygène vers le four, selon les spécifications du fabricant.

Outre du matériel courant de laboratoire, on doit utiliser ce qui suit.

6.1 Filtre, en fibre de verre, de 47 mm de diamètre et de 0,3 µm de taille des pores.

6.2 Appareil de filtration sous vide, pour utilisation de filtres en fibre de verre de 47 mm (6.1) et résistant aux acides.

6.3 Creuset en céramique, résistant à la combustion dans un four à induction.

Calciner les creusets dans un four électrique, à l'air ou sous courant d'oxygène, pendant au moins 2 h à 1 100 °C et conserver dans un dessiccateur avant emploi.

7 Prélèvement

Le prélèvement doit être effectué conformément à l'ISO 14284 ou des normes nationales appropriées relatives aux fontes (voir [Annexe C](#)).

NOTE Pour les fontes, utiliser des copeaux de plus de 2 mm de longueur. Pour les fontes à graphite sphéroïdal, utiliser des fragments d'approximativement 10 mm x 10 mm x 0,3 mm.

8 Mode opératoire

CONSIGNES DE SÉCURITÉ

Les risques entraînés par une analyse avec combustion sont principalement des risques de brûlure lors de la pré-calcination des creusets en céramique et lors des fusions. Utiliser toujours des pinces à creuset et des récipients appropriés pour les creusets usagés. Les précautions normales pour manipuler les bouteilles d'oxygène doivent être prises. L'oxygène utilisé pour la combustion doit être éliminé efficacement de l'appareillage, car une concentration élevée en oxygène dans un espace confiné peut engendrer des risques d'incendie.

Ne pas mélanger le méthanol avec de l'acide nitrique concentré à cause des risques d'explosion.

8.1 Instructions générales d'utilisation

Purifier l'alimentation en oxygène (5.2) en utilisant des tubes garnis, l'un de céramique inerte (5.14), imprégnée d'hydroxyde de sodium et l'autre de perchlorate de magnésium (5.13) et maintenir un débit suffisant en mode veille. Maintenir un filtre en fibre de verre ou une grille en acier inoxydable comme collecteur de poussière. Le nettoyer et le changer à chaque fois que cela s'avère nécessaire. Nettoyer fréquemment l'enceinte du four, la colonne support et le piège du filtre pour éliminer les accumulations d'oxydes.

Lorsque l'alimentation principale est mise sous tension après une période de coupure prolongée, laissez l'équipement se stabiliser pendant la durée recommandée par le fabricant de l'équipement.

Après un nettoyage du four et/ou un changement des filtres ou lorsque l'appareillage n'a pas fonctionné pendant un certain temps, stabiliser l'instrument en faisant brûler plusieurs échantillons, similaires aux échantillons à analyser, avant de débiter des analyses.

Balayer l'appareillage par un courant d'oxygène et effectuer les réglages nécessaires à l'obtention du zéro.

Si l'instrument utilisé donne des lectures directes en pourcentage de teneur en carbone, régler les lectures de l'appareil pour la gamme d'étalonnage comme ci-après.

Choisir un matériau de référence certifié de fonte ayant une teneur en carbone voisine de la teneur maximale de la gamme d'étalonnage, mesurer la teneur en carbone correspondante selon les instructions du fabricant et ajuster la lecture de l'instrument à la valeur certifiée.

8.2 Prise d'essai

Si nécessaire, dégraisser l'échantillon pour essai par nettoyage dans un solvant approprié (5.4). Evaporer pour éliminer les dernières traces du solvant, en chauffant précautionneusement.

Peser, à 1 mg près, environ 0,50 g d'échantillon pour essai.

8.3 Essai à blanc

Parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, effectuer deux essais à blanc en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs, y compris la même quantité de fer pur (5.3) que celle correspondant à la prise d'essai (8.2).

Noter les lectures des essais à blanc et les convertir en milligrammes de carbone au moyen de la courbe d'étalonnage (voir 8.5).

La valeur moyenne du blanc (m_1) est calculée à partir des deux valeurs de blanc. La valeur moyenne du blanc et la différence entre les deux valeurs de blanc ne doivent pas excéder 0,15 mg de carbone. Si ces valeurs sont anormalement élevées, rechercher et éliminer la source de contamination.

8.4 Détermination

8.4.1 Mise en solution de la prise d'essai

Placer la prise d'essai (8.2) dans un bécher de 250 ml. Ajouter 25 ml de méthanol (5.5), 50 ml d'eau (5.1) et 5 ml d'acide nitrique (5.9). Couvrir immédiatement le bécher d'un verre de montre et laisser reposer entre 12 h et 16 h, à température ambiante.

Ajouter 20 ml d'acide nitrique (5.9) et attendre que la réaction se termine. Placer le bécher sur une plaque chauffante réglée entre 50 °C et 60 °C. Après cessation de toute réaction importante, ajouter 4 à 5 gouttes d'acide fluorhydrique (5.10). Poursuivre le chauffage jusqu'à mise en solution complète. Ajouter de l'eau (5.1), si nécessaire, pour maintenir le volume d'origine.

8.4.2 Filtration du carbone non combiné

Placer deux filtres en fibre de verre (6.1) sur un appareil de filtration sous vide (6.2) et les humecter avec de l'eau (5.1). Filtrer la solution obtenue en 8.4.1 sous dépression très modérée. Transférer le carbone non combiné sur le filtre et, à l'aide d'une tige de verre avec embout en caoutchouc détacher complètement toute particule qui peut adhérer au bécher. Rincer les parois de l'entonnoir de filtration pour que tout le carbone non combiné se dépose sur le filtre en fibres de verre.

Rincer le filtre une fois avec de l'acide chlorhydrique (5.11), deux fois avec de l'eau chaude (5.1), trois fois avec la solution d'hydroxyde de sodium (5.12) chaude, deux fois avec de l'acide chlorhydrique (5.11) chaud et cinq fois avec de l'eau chaude (5.1), dans l'ordre indiqué. Rincer, enfin, avec du méthanol (5.5) afin d'enlever toute trace de carbone non combiné des parois de l'entonnoir de filtration.

Arrêter le vide et retirer la partie supérieure de l'entonnoir de filtration. Retirer le filtre supérieur du support de filtration avec une petite paire de pinces, le plier en huit parties et le placer dans un creuset en céramique (6.3). Retirer le filtre inférieur du support de filtration et l'utiliser pour essuyer le carbone non combiné de l'appareil de filtration. Plier le filtre en huit parties et le placer dans le même creuset.

Sécher le creuset contenant les filtres pendant 2 h à 105 °C et conserver dans un dessiccateur.

8.4.3 Mesurages

8.4.3.1 Ajouter 0,500 g de fer pur (5.3) et la masse appropriée d'accélérateur dans le creuset en céramique contenant les filtres séchés, préparés selon 8.4.2.

La quantité d'accélérateur (5.8) dépend des caractéristiques propres à l'appareillage. La quantité utilisée devrait être suffisante pour assurer une combustion complète.

8.4.3.2 Placer le creuset en céramique et son contenu sur la colonne support, lever le tout en position de combustion et verrouiller le système. Mettre le four en fonctionnement conformément aux instructions du fabricant.

8.4.3.3 A la fin du cycle de combustion et de mesurage, retirer le creuset et le jeter, puis enregistrer la lecture de l'analyseur.

8.5 Etablissement de la courbe d'étalonnage

8.5.1 Etalonnage à partir de produits primaires

Peser, à 0,1 mg près, les masses de carbonate de baryum (5.6) figurant dans le Tableau 1 et les introduire dans quatre creusets en céramique (6.3) SO/TS 10719:2016

Ajouter deux filtres en fibre de verre (6.4) dans chaque creuset en céramique (6.3), contenant le carbonate de baryum (5.6). Ajouter 0,500 g de fer pur (5.3) et couvrir avec la même quantité d'accélérateur (5.8) que celle utilisée en 8.4.3.

Effectuer les mesurages selon 8.4.3.1.

Obtenir les lectures nettes en soustrayant la lecture du terme zéro à celle de chaque terme de la gamme d'étalonnage.

Tracer une courbe d'étalonnage en portant les lectures nettes en fonction de la masse de carbone, exprimée en milligrammes, de chaque terme de la gamme d'étalonnage.

Tableau 1 — Composition de l'étalonnage avec du carbonate de baryum

Masse de carbonate de baryum (5.6) mg	Masse de carbone correspondante mg	Teneur en carbone non combiné correspondante dans une prise d'essai de 0,5 g % (fraction massique)
0 ^a	0	0
82,1	5	1
164,3	10	2
246,4	15	3

^a Terme zéro.

8.5.2 Etalonnage à partir de matériaux de référence certifiés

Choisir une série de matériaux de référence certifiés de fonte à structure blanche (5.7) pour l'étalonnage et la vérification, qui a minima correspondent aux limites supérieure et inférieure et aux quartiles du domaine d'application.

Dans un creuset (6.3), peser, à 1 mg près, environ 0,50 g d'un matériau de référence certifié ayant une teneur en carbone correspondant à la limite supérieure du domaine d'application. Ajouter la quantité appropriée d'accélérateur (5.8), deux filtres en fibre de verre (6.1) et effectuer la combustion selon 8.4.3.2 et 8.4.3.3.

Ajuster la lecture nette de l'instrument de manière à ce qu'elle corresponde au niveau exact de carbone du matériau de référence certifié, en suivant les instructions opérationnelles du fabricant. Répéter deux fois ce mesurage, afin de vérifier la répétabilité des lectures: chaque résultat doit se situer dans l'intervalle « valeur certifiée $\pm 2 \sigma$ », où σ représente l'écart-type caractérisant la valeur certifiée.

Vérifier la linéarité de l'étalonnage en analysant, au moins trois fois, deux autres matériaux de référence certifiés, l'un ayant une teneur en carbone au milieu de la gamme et l'autre vers la limite inférieure de celle-ci: le coefficient de corrélation doit être, au moins, supérieur à 0,99.

Corriger tout point non conforme avant de passer à l'étape suivante.

9 Expression des résultats

9.1 Etalonnage à partir de produits primaires

Convertir la lecture correspondant à la prise d'essai en milligrammes de carbone (m_0), au moyen de la courbe d'étalonnage (8.5.1).

La teneur en carbone non combiné, w_c , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la Formule (1):

$$w_c = \frac{(m_0 - m_1)}{m \times 10^3} \times 100 = \frac{(m_0 - m_1)}{10m} \quad (1)$$

où

m_0 est la masse de carbone de la prise d'essai, exprimée en milligrammes;

m_1 est la masse de carbone de l'essai à blanc (8.3), exprimée en milligrammes;

m est la masse de la prise d'essai (8.2), exprimée en grammes.

9.2 Etalonnage à partir de matériaux de référence certifiés

Si l'instrument a été étalonné pour donner une lecture directe en pourcentage en masse de carbone, avec compensation automatique de la masse de la prise d'essai, prendre la moyenne des déterminations effectuées et rapporter le résultat.

Avec certains instruments, il sera nécessaire de préparer une courbe d'étalonnage des lectures de l'instrument par rapport à la masse, en microgrammes, de carbone des matériaux de référence certifiés. Déduire de la courbe d'étalonnage la masse de carbone de la prise d'essai, en microgrammes, la corriger par l'essai à blanc et par la masse de la prise d'essai. Moyenner les lectures effectuées et en rapporter le résultat.

10 Fidélité

Un essai planifié de cette méthode a été effectué par 12 laboratoires, à 10 niveaux de teneur en carbone non combiné, chaque laboratoire ayant effectué 3 déterminations de carbone non combiné pour chaque niveau (voir Note 1).

NOTE 1 Deux des trois déterminations ont été effectuées dans les conditions de répétabilité définies dans l'ISO 5725:1986¹⁾, c'est-à-dire un opérateur, même appareillage, conditions opératoires identiques, même étalonnage et une période de temps minimale.

La troisième détermination a été effectuée à un moment différent (jour différent) par le même opérateur, en utilisant le même appareillage avec un nouvel étalonnage.

Les résultats obtenus ont été traités statistiquement selon l'ISO 5725-2 et l'ISO 5725-3.

NOTE 2 Pour la préparation de ce document, les résultats originaux ont été soumis à une nouvelle évaluation statistique, basée sur l'ISO 5725-2 et l'ISO 5725-3. Cette nouvelle évaluation a conduit à l'élimination de tous les résultats fournis par un laboratoire (repéré «USA 1»), car tous ces résultats étaient à tendance systématiquement par défaut d'environ 0,2 %, pour les neuf échantillons de fonte. Voir l'[Annexe B](#) pour la comparaison entre les résultats des premier et deuxième essais de fidélité.

NOTE 3 L'utilisation principale de la procédure décrite dans le présent document concerne la détermination de la teneur en carbone non combiné dans les fontes. Son application possible aux aciers est un cas extrême, car la plupart de ces matériaux ne contiennent pas de carbone non combiné. Pour cette raison, les aciers ont été retirés du domaine d'application de la méthode.

Les résultats obtenus lors du test de fidélité figurent dans le [Tableau A.1](#).

Les données de fidélité obtenues n'ont pas de relation cohérente avec les teneurs moyennes en carbone non combiné correspondantes, puisque les coefficients de corrélation sont les suivants:

- 0,15 pour la relation logarithmique entre la limite de répétabilité (r) et les valeurs moyennes des teneurs;
- 0,43 pour la relation logarithmique entre la limite de reproductibilité interlaboratoires (R_w) et les valeurs moyennes des teneurs;
- 0,18 pour la relation logarithmique entre la limite de reproductibilité (R) et les valeurs moyennes des teneurs.

Par conséquent, seules les données expérimentales doivent être utilisées (voir [Tableau A.1](#)).

Il faut également souligner que les données de reproductibilité expérimentale pour une majorité des échantillons sont au-dessus des limites acceptables définies par l'ISO/TC 17/SC 1, comme le montre le [Tableau A.2](#).

11 Notes relatives au mode opératoire

11.1 Essais à blanc préliminaires

Pour tester l'eau ([5.1](#)) et les différents réactifs, effectuer en même temps deux essais à blanc préliminaires, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs, y compris la même quantité de fer pur ([5.3](#)) que celle utilisée pour la prise d'essai ([8.2](#)).

Tous ces essais à blanc préliminaires doivent correspondre au plus à 0,15 mg de carbone. Si tel n'est pas le cas, il est nécessaire de choisir d'autres réactifs, ainsi que l'eau, et de répéter ces essais à blanc préliminaires.

1) Document annulé.