

---

---

**Acier et fonte — Dosage de la teneur en  
chrome — Méthode par titrage indirect**

*Steel and iron — Determination of chromium content — Indirect titration  
method*

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

[ISO 15355:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-6318fe145350/iso-15355-1999)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-  
6318fe145350/iso-15355-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-6318fe145350/iso-15355-1999)



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 15355:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-6318fe145350/iso-15355-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-6318fe145350/iso-15355-1999>

© ISO 1999

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 734 10 79  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## Sommaire

	Page
1	Domaine d'application..... 1
2	Références normatives ..... 1
3	Principe..... 2
4	Réactifs ..... 2
5	Appareillage ..... 3
6	Échantillonnage et échantillons..... 4
7	Mode opératoire..... 4
8	Expression des résultats ..... 5
9	Interprétation des résultats ..... 7
10	Rapport d'essai ..... 7
<b>Annexe A (informative) Renseignements complémentaires sur les essais coopératifs internationaux ..... 8</b>	
<b>Annexe B (informative) Représentation graphique des données de fidélité ..... 10</b>	

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

[ISO 15355:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-6318fe145350/iso-15355-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-6318fe145350/iso-15355-1999>

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 15355 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 1, *Méthodes de détermination de la composition chimique*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ISO 15355:1999  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-6318fe145350/iso-15355-1999>

# Acier et fonte — Dosage de la teneur en chrome — Méthode par titrage indirect

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de dosage du chrome dans les aciers et les fontes, par titrage potentiométrique.

Cette méthode est applicable aux teneurs en chrome comprises entre 1 % (*m/m*) et 35 % (*m/m*).

Il convient que la teneur en vanadium de l'échantillon soit inférieure à 1 % (*m/m*) pour des teneurs en chrome supérieures à 10 % (*m/m*), et inférieure à 0,2 % (*m/m*) pour des teneurs en chrome inférieures à 10 % (*m/m*).

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

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

ISO 4942:1988, *Aciers et fontes — Dosage du vanadium — Méthode spectrophotométrique au N-BPHA.*

ISO 4947:1986, *Aciers et fontes — Dosage du vanadium — Méthode par titrage potentiométrique.*

ISO 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions.*

ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 5725-3:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.*

ISO 9647:1989, *Aciers et fontes — Dosage du vanadium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.*

ISO 14284:1996, *Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique.*

### 3 Principe

Fusion de l'échantillon avec du peroxyde de sodium, suivie d'une acidification par l'acide sulfurique.

Oxydation du chrome (III) en dichromate par le peroxodisulfate, en présence d'argent comme catalyseur.

Réduction du dichromate par un excès d'un sel ferreux (II), et titrage potentiométrique en retour de l'excès au moyen d'une solution de dichromate.

Toute interférence provoquée par le vanadium est corrigée par calcul.

### 4 Réactifs

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

4.1 **Acide sulfurique**,  $\rho$  1,84 g/ml environ

4.2 **Acide sulfurique**, dilué 1 + 6

4.3 **Acide sulfurique**, dilué 1 + 1

4.4 **Acide chlorhydrique**, dilué 1 + 1

4.5 **Peroxyde de sodium**,  $\text{Na}_2\text{O}_2$

NOTE Il est recommandé d'utiliser une poudre aussi fine que possible.

4.6 **Solution de nitrate d'argent**, 1 % environ [ISO 15355:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-0916c45550/b0-4555-1999)

Dissoudre 5 g de  $\text{AgNO}_3$  dans 300 ml d'eau. Diluer à 500 ml et homogénéiser.

4.7 **Solution de peroxodisulfate d'ammonium**, 20 % environ

Dissoudre 100 g de  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  dans 300 ml d'eau. Diluer à 500 ml et homogénéiser.

4.8 **Dichromate de potassium**,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , de pureté connue d'au moins 99,5 %.

Immédiatement avant utilisation, faire sécher le sel à 105 °C pendant au moins 2 h. Le laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

4.9 **Solution de dichromate de potassium**, 0,1 N

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 4,9 g de sel (4.8), à 0,1 mg près, dans 500 ml d'eau. Laisser reposer pendant 6 h pour que le sel se dissolve complètement. Maintenir la solution à 20 °C, diluer au volume avec de l'eau et homogénéiser soigneusement.

Calcul de la normalité de la solution,  $N$ :

$$N = \frac{m \times 6 \times p}{M \times 100}$$

où

$m$  est la masse, exprimée en grammes, de  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ;

$p$  est la pureté, exprimée en pourcentage en masse, de  $K_2Cr_2O_7$ ;

$M$  est la masse molaire de  $K_2Cr_2O_7$  (294,191 8 g/mol).

#### 4.10 Sulfate de fer (II) et d'ammonium, $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

Le degré de réduction du sel doit être déterminé pour chaque lot à utiliser.

Broyer 300 g à 400 g de sel jusqu'à élimination totale des gros cristaux. Introduire le sel dans un récipient pouvant être fermé hermétiquement. Transférer, dans cinq béchers en verre de 400 ml, environ 300 mg (à 0,01 mg près) de dichromate de potassium (4.8), et dissoudre dans 200 ml d'eau et 35 ml d'acide sulfurique (4.2). Ajouter dans chaque bécher environ 2 700 mg (à 0,01 mg près) de sel ferreux broyé. Agiter à l'aide d'une tige de verre jusqu'à dissolution complète des cristaux. Titrer les solutions avec la solution de dichromate (4.9).

Calcul du degré de réduction,  $R$ :

$$R = \frac{(A \times B) + (C \times D)}{E}$$

où

$A$  est le facteur donné par la formule  $A = \frac{F \times G \times H}{M \times 100}$  ;

$B$  est le facteur de conversion du chrome en sulfate de fer (II) et d'ammonium (22,652 2 g/mol);

$C$  est le facteur donné par la formule  $C = L \times N$ ;

$D$  est le volume, exprimé en millilitres, de la solution de dichromate de potassium ajoutée (4.9);

$E$  est la masse, exprimée en milligrammes, de sulfate de fer (II) et d'ammonium;

$F$  est deux fois la masse molaire du chrome (103,993 g/mol);

$G$  est la pureté du sel de dichromate de potassium utilisé (4.8);

$H$  est la masse, exprimée en milligrammes, du dichromate de potassium;

$M$  est la masse molaire du dichromate de potassium (294,191 8 g/mol);

$L$  est le facteur de conversion du dichromate de potassium en sulfate de fer (II) et d'ammonium (392,138 3 mg/ml);

$N$  est la concentration, exprimée en normalité, de la solution de dichromate de potassium (4.9).

Calculer la moyenne et l'écart-type relatif des cinq valeurs. L'écart-type relatif ne doit pas dépasser 0,03 %.

## 5 Appareillage

Toutes les verreries jaugées doivent être de la classe A, conformément à l'ISO 648 ou l'ISO 1042, selon le cas.

Appareillage courant de laboratoire, et les éléments suivants.

**5.1 Dispositif de titrage potentiométrique**, constitué des éléments suivants.

**5.1.1 Électrode Redox**, combinaison Pt-Ag/AgCl.

**5.1.2 Ensemble de titrage**, composé d'un bécher de 400 ml, d'une burette de 10 ml conforme à l'ISO 385-1, classe A, et d'un agitateur magnétique.

### 5.1.3 Voltmètre électronique à haute impédance

Normalement, un pH-mètre peut être utilisé comme voltmètre, mais les titrateurs automatiques ou les potentiographes vendus dans le commerce possèdent l'avantage sur les systèmes manuels de permettre l'enregistrement des courbes de titrage et l'évaluation du point d'équivalence, soit par interpolation sur la courbe, soit par calcul à partir de la dérivée première ou seconde. Voir article 9.

**5.2 Four à moufle**, à même de fournir une température constante de 650 °C et une atmosphère d'argon.

### 5.3 Creuset en zirconium

Le creuset doit être propre et non endommagé, afin d'éviter les interférences avec le zirconium.

### 5.4 Couvercle en zirconium

Le couvercle doit être propre et non endommagé, afin d'éviter les interférences avec le zirconium.

**5.5 Billes de verre**, pour régulariser l'ébullition.

## 6 Échantillonnage et échantillons

Effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 14284.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Préparation de la solution d'échantillon

**7.1.1** Peser 0,25 g de l'échantillon pour analyse, à 0,01 mg près, et l'introduire dans un creuset en zirconium de 50 ml (5.3). Ajouter 5 g de peroxyde de sodium (4.5), bien mélanger et couvrir d'un couvercle en zirconium (5.4).

L'échantillon doit se présenter sous forme de copeaux ou de poudre, de dimension inférieure à 2 000 µm.

**7.1.2** Introduire le creuset dans le four à moufle (5.2), chauffé à 650 °C et sous atmosphère d'argon, et l'y laisser pendant 2 h à 3,5 h. Agiter le creuset en le faisant tourner doucement, une à deux fois, pour s'assurer que le mélange en cours de fusion soit bien homogénéisé.

NOTE Il est important que la température soit juste. Une température trop élevée provoquera des interférences positives.

**7.1.3** Retirer le creuset du four et le laisser refroidir.

**7.1.4** Mettre le couvercle et le creuset (posé sur le côté) dans un bécher de 400 ml.

**7.1.5** Ajouter précautionneusement quelques millilitres d'eau et la faire pénétrer dans le creuset. La réaction est violente et on doit éviter toute éclaboussure. Continuer à verser de l'eau jusqu'à la fin de la réaction, puis verser jusqu'à 100 ml environ. Ajouter ensuite 24 ml d'acide sulfurique (4.3). Chauffer la solution pour dissoudre tous les hydroxydes. Observer attentivement la solution pour s'assurer qu'il n'y a pas de particule non dissoute.

**7.1.6** Retirer le creuset ainsi que le couvercle et les rincer soigneusement à l'eau.

**7.1.7** Sécher l'extérieur du creuset et introduire dans celui-ci 5 ml d'acide sulfurique (4.1). Chauffer jusqu'à ce qu'il y ait dégagement de fumées sulfuriques. Agiter le creuset afin de dissoudre tous les sels. Laisser l'acide refroidir et le verser précautionneusement dans le bécher. Rincer et ajouter environ 200 ml d'eau.

**7.1.8** Porter la solution à ébullition en présence de billes de verre (5.5), pendant au moins 5 min.



## 7.2 Titrage

**7.2.1** Ajouter à la solution (voir 7.1.8) 5 ml de solution de nitrate d'argent (4.6) et 60 ml de solution de peroxydisulfate d'ammonium (4.7). Porter à ébullition et laisser bouillir pendant 20 min.

**7.2.2** Ajouter 7 ml d'acide chlorhydrique (4.4) et faire bouillir encore 2 min. Laisser refroidir.

**7.2.3** Calculer la quantité de sel ferreux (II),  $E$  (en milligrammes), à ajouter à la solution d'essai:

$$E = (M \times B \times i \times 10) + 300$$

où

$i$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$B$  est le facteur de conversion du chrome en sulfate de fer (II) et d'ammonium (22,625 2 g/mol);

$M$  est la masse présumée de chrome dans l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse.

**7.2.4** Peser la quantité calculée de sel ferreux (II), à 0,01 mg près, et la transférer quantitativement dans la solution d'essai. Agiter soigneusement la solution avec une tige de verre pour dissoudre tout le sel.

**7.2.5** Placer le bécher sur l'agitateur magnétique, et mettre ce dernier en marche. Titrer lentement avec la solution de dichromate de potassium (4.9) jusqu'à l'approche du point d'équivalence. Poursuivre le titrage par ajouts de 0,1 ml ou goutte à goutte, et relever les lectures de volume et de potentiel, après stabilisation, correspondant à chaque nouvel ajout. Poursuivre le titrage au-delà du point d'équivalence. Déterminer ce dernier par interpolation ou à partir de la courbe de titrage. Voir article 9.

## 8 Expression des résultats

ISO 15355:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89462907-41e4-4de9-ad86-6318fe145350/iso-15355-1999>

### 8.1 Méthode de calcul

La teneur en chrome de l'échantillon,  $Cr_T$ , exprimée en pourcentage de masse, est calculée à partir de la formule

$$Cr_T = \frac{m_1 \times R - (v \times L \times N)}{B \times m_2} \times 100$$

où

$m_1$  est la masse, exprimée en milligrammes, de sulfate d'ammonium ferreux (4.10) ajouté;

$R$  est le degré de réduction du sel de fer (4.10);

$v$  est le volume, en millilitres, de la solution de dichromate de potassium ajouté;

$L$  est le facteur de conversion du dichromate de potassium en sulfate d'ammonium ferreux (392,138 3 mg/ml);

$N$  est la concentration, exprimée en normalité, de la solution de dichromate de potassium (4.9);

$B$  est le facteur de conversion du chrome en sulfate de fer (II) et d'ammonium (22,625 2 g/mol);

$m_2$  est la masse, exprimée en milligrammes, de la prise d'essai.