

---

---

**Analyse chimique des produits  
réfractaires contenant du chrome et des  
matières premières contenant du chrome  
(méthode alternative à la méthode par  
fluorescence de rayons X) —**

Partie 1:

**Appareillage, réactifs, mise en solution et  
détermination de la teneur en silice par  
gravimétrie**

ISO 20565-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4be2bca5-a779-40cc-b403-91743ca014dc/iso-20565-1-2008>

*Chemical analysis of chrome-bearing refractory products and chrome-bearing raw materials (alternative to the X-ray fluorescence method) —*

*Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and determination of gravimetric silica*



**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 20565-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4be2bca5-a779-40cc-b403-91743c4014dc/iso-20565-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4be2bca5-a779-40cc-b403-91743c4014dc/iso-20565-1-2008>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2008

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 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>2</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>3</b>
<b>5.1</b> <b>Réactifs de réserve</b> .....	<b>3</b>
<b>5.2</b> <b>Indicateurs</b> .....	<b>6</b>
<b>5.3</b> <b>Solutions étalon</b> .....	<b>6</b>
<b>6</b> <b>Préparation de l'échantillon</b> .....	<b>12</b>
<b>7</b> <b>Mode opératoire de base</b> .....	<b>12</b>
<b>8</b> <b>Détermination de la perte au feu (gravimétrique)</b> .....	<b>12</b>
<b>9</b> <b>Décomposition de l'échantillon et préparation des solutions utilisées dans l'analyse</b> .....	<b>13</b>
<b>9.1</b> <b>Méthodes générales de décomposition</b> .....	<b>13</b>
<b>9.2</b> <b>Méthodes de mise en solution par fusion</b> .....	<b>13</b>
<b>9.3</b> <b>Méthodes de mise en solution par attaque à l'acide fluorhydrique</b> .....	<b>15</b>
<b>9.4</b> <b>Méthodes de séparation par échange d'ions</b> .....	<b>17</b>
<b>10</b> <b>Calcul et expression des résultats d'essai</b> .....	<b>20</b>
<b>11</b> <b>Examen et adoption des résultats d'essai</b> .....	<b>20</b>
<b>12</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>20</b>
<b>Annexe A (informative) Références aux solutions mères et aux solutions témoins dans l'ISO 20565-1:2008</b> .....	<b>21</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>22</b>

## 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 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.

L'ISO 20565-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 187, *Produits et matériaux réfractaires*.

L'ISO 20565 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matières premières contenant du chrome (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X)*:

- *Partie 1: Appareillage, réactifs, mise en solution et détermination de la teneur en silice par gravimétrie*
- *Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*
- *Partie 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

# Analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matières premières contenant du chrome (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) —

## Partie 1:

## Appareillage, réactifs, dissolution et détermination de la teneur en silice par gravimétrie

### 1 Domaine d'application

L'ISO 20565 spécifie des méthodes pour l'analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matières premières contenant du chrome par des méthodes traditionnelles («par voie humide») et par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES). La présente partie de l'ISO 20565 spécifie l'appareillage, les réactifs, la mise en solution et la détermination de la teneur en silice par gravimétrie.

Elle s'applique aux plages de détermination indiquées dans le Tableau 1.

[ISO 20565-1:2008](#)

L'ISO 20565 fournit des méthodes alternatives à la méthode par fluorescence de rayons X spécifiée dans l'ISO 12677.

[91743c4014dc/iso-20565-1-2008](#)

**Tableau 1 — Plages de détermination, en fraction massique exprimée en %**

Constituant	Plage
SiO <sub>2</sub>	0,5 à 10
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 à 30
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5 à 25
TiO <sub>2</sub>	0,01 à 1
MnO	0,01 à 1
CaO	0,01 à 3
MgO	15 à 85
Na <sub>2</sub> O	0,01 à 1
K <sub>2</sub> O	0,01 à 1
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 à 60
ZrO <sub>2</sub>	0,01 à 0,5
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,01 à 5
LOI (perte au feu)	-0,5 à 5
NOTE Ces valeurs sont à considérer après la détermination de la perte au feu.	

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. 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 6353-1, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai*

ISO 6353-2, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 6353-3, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*

ISO 26845, *Analyse chimique des matériaux réfractaires — Exigences générales pour les méthodes d'analyse chimique par voie humide, par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 26845 s'appliquent.

## 4 Appareillage

Appareillage normal de laboratoire ainsi que le matériel suivant.

NOTE Un autre appareillage est défini dans l'ISO 26845.

### 4.1 Bêcher en polytétrafluoroéthylène, de 200 ml.

Chauffer dans l'acide nitrique pendant au moins 2 h et laver à l'eau.

Au lieu d'un bêcher en polytétrafluoroéthylène, il est possible d'utiliser un récipient en platine de 150 ml.

### 4.2 Fioles jaugées, de 100 ml, en matière plastique selon le cas pour chaque solution, étalonnées comme suit.

Laver la fiole en matière plastique et la laisser sécher naturellement, ou la laver à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, puis la sécher avec un jet d'air. Découper une bande de papier quadrillé (1 mm<sup>2</sup>) comprenant 20 graduations et la fixer sur le trait de repère de la fiole en matière plastique, en faisant coïncider le trait de repère avec la ligne centrale de la bande de papier. Peser la fiole au milligramme près.

Verser de l'eau à une température pratiquement égale à la température ambiante jusqu'au bord inférieur (B) de la bande et peser la fiole. Verser ensuite de l'eau jusqu'au bord supérieur (A) de la bande et peser la fiole. Mesurer séparément la température de l'eau (°C), la température ambiante (°C), la pression atmosphérique (kPa) et déterminer le trait de repère correct [c'est-à-dire le nombre de graduations comptées à partir du bord inférieur (B) du papier gradué],  $S$ , à l'aide de l'Equation (1).

$$S = \frac{\left[ \frac{1000\,000 - (m + m')}{f} - m_B \right]}{\frac{m_A - m_B}{20}} \quad (1)$$

où

$m_A$  est la masse de l'eau jusqu'au bord supérieur (A) du papier gradué [c'est-à-dire (masse obtenue lors de la seconde pesée) — (masse de la fiole jaugée)], en milligrammes (mg):

$$m_A = m_A + (\text{masse de l'eau entre les bords A et B});$$

$m_B$  est la masse de l'eau jusqu'au bord inférieur (B) du papier gradué [c'est-à-dire (masse obtenue lors de la première pesée) — (masse de l'erlenmeyer)], en milligrammes (mg);

$m$  est la valeur de correction en milligrammes (mg) sous une température ambiante de 20 °C et une pression atmosphérique de 101,325 kPa;

$m'$  est la valeur de correction en milligrammes (mg) pour l'écart par rapport à la température ambiante de 20 °C, sous une pression atmosphérique de 101,325 kPa. Cette valeur est de  $\pm 4,0$  mg par  $\pm 1$  °C de température ambiante  $\pm 1,3$  mg par  $\pm 0,133$  kPa de pression atmosphérique;

$f$  correspond à 100 ml (capacité normale de la fiole en matière plastique à étalonner).

Remplacer la bande de papier par une nouvelle bande de papier portant le trait de repère correct marqué sur la fiole en matière plastique. Lors de l'utilisation de cette fiole, utiliser le nouveau trait de repère obtenu comme indiqué ci-dessus.

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, et sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de pureté équivalente.

Les réactifs doivent être conformes aux exigences de l'ISO 6353-1, l'ISO 6353-2 et l'ISO 6353-3, selon le cas. Des exigences spécifiques concernant les réactifs figurent dans l'article approprié.

D'autres réactifs sont définis dans l'ISO 26845.

NOTE Lorsque les solutions sont indiquées sous la forme (1+1), etc., cela implique v/v sauf indication contraire.

### 5.1 Réactifs de réserve

ISO 20565-1:2008

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4be2bca5-a779-40cc-b403-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4be2bca5-a779-40cc-b403-91743c4014de/iso-20565-1:2008)

**5.1.1 Acide acétique** (ISO 6353-2, R 1), concentré, 99,7 % en masse au minimum.

**5.1.2 Solution de chlorure d'aluminium**, Al (25 mg/ml).

Dissoudre 123,5 g de chlorure d'aluminium dans de l'eau et diluer à 1 l avec de l'eau.

**5.1.3 Chlorure d'ammonium.**

**5.1.4 Solution d'ammoniaque (concentrée)**, (ISO 6353-2 R 3), 25 % en masse au minimum.

**5.1.5 Solution d'ammoniaque** (1+1).

Ajouter 1 volume de solution d'ammoniaque (concentrée) (5.1.4) à 1 volume d'eau.

**5.1.6 Solution d'ammoniaque** (1+9).

Ajouter 1 volume de solution d'ammoniaque (concentrée) (5.1.4) à 9 volumes d'eau.

**5.1.7 Solution d'acétate d'ammonium**, 200 g/l.

Dissoudre 200 g d'acétate d'ammonium dans de l'eau et diluer à 1 l.

**5.1.8 Solution de molybdate d'ammonium**, 20 g/l.

Dissoudre 2 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté dans 20 ml d'eau chaude, filtrer si nécessaire, et diluer à 100 ml en ajoutant 60 ml d'acide sulfurique (1+1) et de l'eau.

**5.1.9 Solution d'acide L (+)-ascorbique, 100 g/l.**

Dissoudre 10 g d'acide L (+)-ascorbique dans de l'eau et diluer à 100 ml. Cette solution doit être conservée dans l'obscurité et à basse température. La jeter après 2 semaines.

**5.1.10 Solution d'acide borique, 40 g/l.**

Dissoudre 40 g d'acide borique dans de l'eau et diluer à 1 l.

**5.1.11 Chloroforme.**

**5.1.12 Solution de cupferron, 60 g/l.**

Dissoudre 6 g de cupferron dans 100 ml d'eau; filtrer si nécessaire. Préparer une solution fraîche au fur et à mesure des besoins. Conserver le réactif solide dans un flacon bien bouché, en présence d'un morceau de carbonate d'ammonium pour empêcher sa décomposition.

**5.1.13 Solution de diantipyrylméthane (DAM), 10 g/l.**

Dissoudre 1 g de diantipyrylméthane monohydraté dans 30 ml d'acide chlorhydrique (1+50), et diluer à 100 ml avec de l'eau.

**5.1.14 Mélange de fusion, mélange équimoléculaire de carbonates de sodium et de potassium.**

**5.1.15 Solution de chlorhydrate d'hydrazine, 150 g/l.**

Dissoudre 15 g de chlorhydrate d'hydrazine dans de l'eau et diluer à 100 ml.

**5.1.16 Acide chlorhydrique (concentré), (ISO 6353-2 R 13), 35 % en masse.**

**5.1.17 Acide chlorhydrique (1+1)**

Ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique (concentré) (5.1.1.6) à 1 volume d'eau.

**5.1.18 Acide chlorhydrique (1+50).**

Ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique (concentré) (5.1.16) à 50 volumes d'eau.

**5.1.19 Acide fluorhydrique (concentré), (ISO 6353-3 R 67), 40 % à 42 % en masse.**

**5.1.20 Acide fluorhydrique (1+9).**

Ajouter 1 volume d'acide fluorhydrique (concentré) (5.1.19) à 9 volumes d'eau. Conserver dans un récipient en matière plastique.

**5.1.21 Solution de chlorure d'hydroxyammonium, 100 g/l.**

Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxyammonium dans de l'eau tiède, filtrer si nécessaire, refroidir et diluer à 100 ml.

**5.1.22 Résine liquide échangeuse de cations.**

Par exemple, résine Amberlite LA-2 (1+4), obtenue en ajoutant 50 ml de résine à 200 ml de chloroforme et en agitant.

Transvaser le mélange dans une ampoule à décanter de 500 ml et agiter doucement avec 25 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1+9) pendant quelques secondes, en libérant fréquemment la pression. Récupérer la phase organique dans une éprouvette graduée de 250 ml.

**5.1.23 Acide nitrique (concentré), 70 % en masse.**

**5.1.24 Acide nitrique (1+1).**

Ajouter 1 volume d'acide nitrique (concentré) (5.1.23) à 1 volume d'eau.

**5.1.25 2,2',2''- Nitrioltriéthanol (1+1).**

Ajouter 1 volume de 2,2', 2''-nitrioltriéthanol à 1 volume d'eau.

**5.1.26 Solution de chlorure de 1,10-phénanthroline, 1 g/l.**

Dissoudre 0,1 g de chlorure de 1,10-phénanthroline monohydraté dans de l'eau, diluer à 100 ml, et conserver dans un endroit sombre et frais. Cependant, jeter la solution si elle se colore pendant le stockage.

**5.1.27 Acide phosphorique (concentré), 85 % en masse.**

**5.1.28 Acide phosphorique (2+3).**

Ajouter 2 volumes d'acide phosphorique (concentré) (5.1.27) à 3 volumes d'eau, puis mélanger et laisser refroidir.

**5.1.29 Acide phosphorique (1+9).**

Ajouter 1 volume d'acide phosphorique (concentré) (5.1.27) à 9 volumes d'eau, puis mélanger et laisser refroidir.

**5.1.30 Solution d'hydroxyde de potassium, 250 g/l.**

Dissoudre 250 g d'hydroxyde de potassium dans de l'eau, refroidir et diluer à 1 l. Conserver dans un flacon en polyéthylène.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4be2bca5-a779-40cc-b403-91743c4014dc/iso-20565-1-2008>

**5.1.31 Periodate de potassium.**

**5.1.32 Carbonate de sodium, anhydre.**

Certaines marques commerciales ajoutent à cet agent une très petite quantité d'oxyde de calcium. Lors du dosage de l'oxyde de calcium par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES), il sera nécessaire d'utiliser un agent de très grande pureté.

**5.1.33 Solution d'hydroxyde de sodium, 100 g/l.**

Dissoudre avec précaution 20 g d'hydroxyde de sodium dans 150 ml d'eau, tout en agitant et en refroidissant. Après refroidissement, diluer à 200 ml environ.

**5.1.34 Acide sulfurique (concentré), (ISO 6353-2 R 37), 95 % en masse au minimum.**

**5.1.35 Acide sulfurique (1+1).**

Ajouter avec précaution, en agitant, 200 ml d'acide sulfurique (concentré) (5.1.34) à 200 ml d'eau, tout en refroidissant la solution.

**5.1.36 Acide sulfurique (1+9).**

Ajouter avec précaution, en agitant, 20 ml d'acide sulfurique (concentré) (5.1.34) à 180 ml d'eau, tout en refroidissant la solution.

**5.1.37 Solution d'acide L(+)-tartrique, 100 g/l.**

Dissoudre 100 g d'acide L(+)-tartrique dans de l'eau et diluer à 1 l.

## 5.2 Indicateurs

### 5.2.1 Solution de bleu de bromophénol, 1 g/l.

Broyer 0,1 g de bleu de bromophénol avec 1,5 ml de solution d'hydroxyde de sodium (4 g/l), diluer à 100 ml dans de l'eau et mélanger.

### 5.2.2 Indicateur à base de calcéine (tamisée), (3,3'-bis[N,N'-bis(carboxyméthyl) aminométhyl] fluorescéine).

Mélanger en broyant ensemble 0,2 g de calcéine, 0,12 g de thymolphtaléine et 20,0 g de chlorure de potassium.

### 5.2.3 Solution de dithizone, 0,25 g/l.

Dissoudre 0,012 5 g de dithizone dans 50 ml d'éthanol (95 %). Cette solution peut être conservée pendant une semaine.

### 5.2.4 Solution de xylénol orange, 1 g/l.

Dissoudre 0,10 g de xylénol orange dans de l'eau et diluer à 100 ml. Cette solution doit être conservée dans l'obscurité et à basse température. Jeter après 4 semaines.

## 5.3 Solutions étalon

### 5.3.1 Solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) à 0,1 mol/l.

Mesurer 300 ml d'eau, ajouter graduellement 30 ml d'acide sulfurique (concentré) (5.1.34) tout en agitant et laisser refroidir. Ajouter ensuite 40 g de sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté et 700 ml d'eau pour le dissoudre, puis conserver la solution dans un récipient hermétique. Préparer cette solution au fur et à mesure des besoins.

Sécher la quantité requise de bichromate de potassium (environ 0,3 g), matériau de référence pour l'analyse volumétrique, à 150 °C pendant 60 min environ et la laisser refroidir dans un dessiccateur. En peser 0,12 g à 0,1 mg près dans une fiole conique de 200 ml, ajouter 100 ml d'eau pour dissoudre, ajouter 30 ml d'acide sulfurique concentré (5.1.34) tout en agitant et laisser refroidir. Comme indicateur, ajouter plusieurs gouttes de solution de ferroïne et la titrer avec la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) à 0,1 mol/l. Le point d'équivalence correspond au virage de la couleur de la solution du vert bleuté au brun rougeâtre.

Calculer le facteur,  $F$ , de la solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) à 0,1 mol/l à l'aide de l'Équation (2).

$$F = \frac{m}{0,004\ 903 \times V} \times \frac{A}{100} \quad (2)$$

où

$m$  est la masse de bichromate de potassium pesée, exprimée en grammes (g);

$A$  est la pureté du bichromate de potassium, exprimée en % en masse;

0,004 903 représente la masse de bichromate de potassium équivalent à 1 ml de solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) à 0,1 mol/l, exprimée en grammes (g);

$V$  est le volume de solution de sulfate d'ammonium et de fer(II) à 0,1 mol/l nécessaire pour le titrage, exprimé en millilitres (ml).

**5.3.2 Solution étalon d'oxyde d'aluminium, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> à 1 mg/ml.**

Laver la surface d'une quantité suffisante (environ 1 g) d'aluminium métal (pureté supérieure à 99,9 % en masse) à l'acide chlorhydrique (1+4) pour détruire la couche oxydée, puis laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, et sécher dans un dessiccateur. Peser 0,529 2 g d'aluminium et transvaser dans un bécher de 250 ml. Couvrir d'un verre de montre, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (1+1) et chauffer pour mettre en solution. Après refroidissement, diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

**5.3.3 Solution étalon d'oxyde de calcium, CaO, à 1 mg/ml.**

Dissoudre 1,785 g de carbonate de calcium pur, préalablement séché à 150 °C, dans un léger excès d'acide chlorhydrique (1+4) dans un bécher de 250 ml couvert d'un verre de montre. Faire bouillir la solution pour éliminer le dioxyde de carbone, refroidir et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

**5.3.4 Solution étalon diluée d'oxyde de calcium, CaO, à 0,05 mg/ml.**

Diluer précisément la solution étalon d'oxyde de calcium (5.3.3) avec de l'eau jusqu'à une concentration d'un vingtième.

**5.3.5 Solution étalon d'oxyde de chrome(III), Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1 mg/ml.**

Sécher environ 2 g à 3 g de bichromate de potassium à 110 °C pendant au moins 2 h. En peser 1,935 g et dissoudre dans l'eau en diluant à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

**5.3.6 Solution de CyDTA à 0,01 mol/l.**

Ajouter 8 ml de solution d'hydroxyde de sodium (100 g/l) et environ 150 ml d'eau à 3,65 g d'acide cyclohexylène-1,2-diamine tétracétique monohydraté (CyDTA) et dissoudre en chauffant. Après refroidissement, diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

**5.3.7 Solution de CyDTA à 0,05 mol/l.**

Ajouter 40 ml de solution d'hydroxyde de sodium (100 g/l) et environ 500 ml d'eau à 18,25 g d'acide cyclohexylène-1,2-diamine tétracétique monohydraté (CyDTA) et dissoudre en chauffant. Après refroidissement, diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

Transvaser 250 ml de solution étalon d'oxyde de magnésium (MgO à 0,1 mg/l) (5.3.14) dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 100,0 ml de solution de CyDTA. Puis ajouter 2 g de chlorure d'ammonium et 25 ml de solution d'ammoniaque concentrée à 25 % en masse (5.1.4). Titrer avec la solution de CyDTA, en utilisant l'indicateur Solochrome Black 6B pour contrôler le virage du rouge au mauve et enfin au bleu clair.

Calculer le facteur,  $F$ , de la solution étalon de CyDTA à 0,05 mol/l à l'aide de l'Équation (3).

$$F = \frac{f \times \frac{1 \times 250}{40,30}}{0,05 \times V} \quad (3)$$

où

$f$  est le facteur de la solution étalon d'oxyde de magnésium (MgO à 1 mg/ml) (voir l'ISO 26845);

$V$  est le volume, en millilitres (ml), de la solution de CyDTA à 0,05 mol/l.