

---

---

**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 2:  
**Méthodes d'analyse chimique par voie  
humide**

*Chemical analysis of chrome-bearing refractory products and chrome-bearing raw materials (alternative to the X-ray fluorescence method) —  
Part 2: Wet chemical analysis*



**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 20565-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23e3a609-74fc-4e6d-bd43-d663b231dc74/iso-20565-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23e3a609-74fc-4e6d-bd43-d663b231dc74/iso-20565-2-2008>



**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

|   |           |
|---|-----------|
| Avant-propos.....   | iv        |
| 1 <b>Domaine d'application.....</b>   | <b>1</b>  |
| 2 <b>Références normatives .....</b>  | <b>2</b>  |
| 3 <b>Dosage de l'oxyde de silicium(IV).....</b>   | <b>2</b>  |
| 4 <b>Dosage de l'oxyde d'aluminium .....</b>  | <b>5</b>  |
| 5 <b>Dosage du fer total sous forme d'oxyde de fer(III) .....</b>                                   | <b>8</b>  |
| 6 <b>Dosage de l'oxyde de titane(IV).....</b>   | <b>11</b> |
| 7 <b>Dosage de l'oxyde de manganèse(II).....</b>  | <b>14</b> |
| 8 <b>Dosage de l'oxyde de calcium.....</b>  | <b>15</b> |
| 9 <b>Dosage de l'oxyde de magnésium .....</b>   | <b>15</b> |
| 10 <b>Dosage de l'oxyde de sodium par photométrie de flamme.....</b>                                | <b>18</b> |
| 11 <b>Dosage de l'oxyde de potassium par spectrophotométrie de flamme .....</b>                     | <b>20</b> |
| 12 <b>Dosage de l'oxyde de chrome(III).....</b>   | <b>21</b> |
| 13 <b>Dosage de l'oxyde de zirconium par spectroscopie d'absorption à l'orangé de xylénol .....</b> | <b>24</b> |
| 14 <b>Dosage de l'oxyde de phosphore(V) par la méthode au bleu de molybdène.....</b>                | <b>26</b> |
| 15 <b>Rapport d'essai.....</b>  | <b>27</b> |

ISO 20565-2:2008  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23e3a609-74fc-4e6d-bd43-d663b231dc74/iso-20565-2-2008>

## 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 20565-2 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 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 20565 spécifie des méthodes traditionnelles («par voie humide») pour l'analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matières premières contenant du chrome.

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

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 20565-1, *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 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 Dosage de l'oxyde de silicium(IV)

### 3.1 Généralités

Le dosage de l'oxyde de silicium(IV) est effectué en utilisant l'une des méthodes suivantes.

- a) Utilisation combinée de la méthode de déshydratation ou de coagulation et de la méthode au bleu de molybdène

Cette méthode est appliquée à des échantillons contenant plus de 4 % en masse d'oxyde de silicium(IV).

- b) Méthode au bleu de molybdène

Cette méthode est appliquée à des échantillons contenant moins de 10 % en masse d'oxyde de silicium(IV).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23e3a609-74fc-4e6d-bd43-d663b231dc74/iso-20565-2-2008>

### 3.2 Utilisation combinée de la méthode de coagulation et de la méthode au bleu de molybdène

#### 3.2.1 Principe

Une partie aliquote de la solution (S1) (voir l'ISO 20565-1), après ajustement du pH, est traitée au molybdate d'ammonium et le silicomolybdate est réduit pour obtenir le bleu de molybdène dont l'absorbance est mesurée.

La somme de cet oxyde de silicium(IV) résiduel en solution plus la masse d'oxyde de silicium(IV) déterminée de l'ISO 20565-1, dans 9.2.2.3.3, donne la teneur totale en oxyde de silicium(IV).

#### 3.2.2 Mode opératoire

Il convient de commencer ce dosage peu de temps après la préparation de la solution (S1) car, en cas d'attente prolongée, la silice peut se polymériser et entraîner des résultats médiocres.

Introduire 10 ml de solution (S1) (voir l'ISO 20565-1) dans un bécher en matière plastique de 100 ml, ajouter 2 ml d'acide fluorhydrique (1+9) et mélanger à l'aide d'une baguette en matière plastique. Laisser reposer 10 min et ajouter 50 ml de solution d'acide borique. Ajouter 2 ml de solution de molybdate d'ammonium tout en mélangeant à une température de 25 °C et laisser reposer 10 min. Ajouter 5 ml de solution d'acide L(+)-tartrique, toujours en agitant et, après 1 min, ajouter 2 ml de solution d'acide L(+)-ascorbique. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer dans de l'eau jusqu'au trait, mélanger et laisser reposer 60 min.

Mesurer l'absorbance de la solution dans une cuve de 10 mm à une longueur d'onde de 650 nm, par rapport à l'eau, comme référence.

### 3.2.3 Traçage de la courbe d'étalonnage

Introduire 0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml et 10 ml de parties aliquotes de la solution étalon diluée d'oxyde silicium(IV) [0 mg à 0,4 mg sous forme d'oxyde de silicium(IV)] dans une série de béchers de 100 ml en matière plastique et ajouter à chacun d'eux 10 ml de solution témoin (B1) (voir l'ISO 20565-1). Traiter ces solutions et mesurer l'absorbance selon le mode opératoire décrit en 3.2.2, et tracer une représentation graphique de l'absorbance et des quantités d'oxyde de silicium(IV). Préparer la courbe d'étalonnage en l'ajustant de façon qu'elle passe par l'origine.

### 3.2.4 Essai à blanc

Suivre le mode opératoire décrit en 3.2.2 en utilisant la solution témoin (B1).

### 3.2.5 Calcul

Calculer la fraction massique d'oxyde de silicium(IV),  $w_{\text{SiO}_2}$ , en pourcentage, à l'aide de l'Équation (1), à partir des absorbances obtenues selon les modes opératoires décrits en 3.2.2 et 3.2.4, et du traçage de la courbe d'étalonnage réalisé en 3.2.3.

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{(m_1 - m_2) + (m_s - m_b) \times \frac{500}{10}}{m} \times 100 \quad (1)$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes (g), indiquée dans l'ISO 20565-1;

$m_2$  est la masse, en grammes (g), indiquée dans l'ISO 20565-1;

$m_s$  est la masse, en grammes (g), de l'oxyde de silicium(IV) dans la partie aliquote de la solution (S1) selon le cas;

$m_b$  est la masse, en grammes (g), de l'oxyde de silicium(IV) dans la partie aliquote de la solution témoin (B1) selon le cas;

$m$  est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai indiquée dans l'ISO 20565-1.

## 3.3 Méthode au bleu de molybdène

### 3.3.1 Principe

Une partie aliquote de la solution (S'1) (voir l'ISO 20565-1), après ajustement du pH, est traitée au molybdate d'ammonium et le silicomolybdate est réduit pour obtenir le bleu de molybdène dont l'absorbance est mesurée.

### 3.3.2 Mode opératoire

Introduire avec précision une partie aliquote de la solution (S'1) dans deux béchers de 100 ml en matière plastique et ajouter à chacun d'eux une partie aliquote de la solution témoin obtenue en 3.3.3. Ajouter à chaque bécher 2 ml d'acide fluorhydrique (1+9), mélanger à l'aide d'une baguette en matière plastique et laisser reposer 10 min. Ajouter 50 ml de solution d'acide borique, diluer à 80 ml dans de l'eau. Ajouter 5 ml de solution de molybdate d'ammonium tout en mélangeant à une température de 25 °C et laisser reposer 10 min. Ajouter 5 ml de solution d'acide L(+)-tartrique, en agitant et, après 1 min, ajouter 10 ml de solution d'acide L(+)-ascorbique. Transvaser chaque solution dans une fiole jaugée de 200 ml, diluer dans de l'eau jusqu'au

trait et mélanger. Laisser reposer 60 min et mesurer l'absorbance des solutions dans une cuve de 10 mm à une longueur d'onde de 650 nm par rapport à l'eau. Prendre la moyenne des deux mesures.

NOTE Des volumes de parties aliquotes de la solution étalon et de la solution témoin (B'1) sont indiqués dans le Tableau 2; ils correspondent à la teneur en oxyde de silicium(IV) dans l'échantillon.

Lorsque la différence entre les deux mesures d'absorbance est supérieure à 0,005, il convient de répéter le mode opératoire décrit en 3.3.2. Lorsque des mesures du même échantillon avec une absorbance située autour de 1,0 sont répétées, il est nécessaire que les différences indiquées par le spectrophotomètre soient de l'ordre de 0,002.

**Tableau 2 — Volume aliquote de la solution mère et de la solution témoin**

| Fraction massique d'oxyde de silicium(IV)<br>% | Partie aliquote de la solution (S'1)<br>ml | Partie aliquote de la solution témoin (B'1)<br>ml |
|--|--|---|
| < 2  | 20   | 0   |
| 2 à 4  | 10   | 10  |
| 4 à 10   | 5  | 15  |

**3.3.3 Essai à blanc**

Suivre le mode opératoire décrit en 3.3.2 en utilisant la solution témoin (B'1) (voir l'ISO 20565-1). Le volume de la partie aliquote de la solution témoin est le même que celui de la solution étalon correspondante.

**3.3.4 Traçage de la courbe d'étalonnage**

Introduire des parties aliquotes de 0 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml et 25 ml de solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV) [0 mg à 1 mg sous forme d'oxyde de silicium(IV)] dans une série de béchers de 100 ml en matière plastique et ajouter à chacun d'eux 20 ml de solution témoin (B'1) (voir l'ISO 20565-1). Traiter ces solutions et mesurer l'absorbance en suivant le mode opératoire concernant l'ajout d'acide fluorhydrique (1+9) décrit en 3.3.2. Tracer une représentation graphique de l'absorbance et de la quantité d'oxyde de silicium(IV) et préparer la courbe d'étalonnage en l'ajustant de façon qu'elle passe par l'origine.

**3.3.5 Calcul**

Calculer la fraction massique d'oxyde de silicium(IV),  $w_{SiO_2}$ , en pourcentage, à l'aide de l'Équation (2), à partir de la quantité d'oxyde de silicium(IV) dérivée des mesures d'absorbance obtenues en 3.3.2 et 3.3.3, et de l'étalonnage réalisé en 3.3.4.

$$w_{SiO_2} = \frac{m_s - m_b}{m} \times \frac{250}{V} \times 100 \tag{2}$$

où

$m_s$  est la masse, en grammes (g), de l'oxyde de silicium(IV) dans la partie aliquote de la solution mère (S'1);

$m_b$  est la masse, en grammes (g), de l'oxyde de silicium(IV) dans la partie aliquote de la solution témoin (B'1);

$V$  est le volume de la partie aliquote, en millilitres (ml), de la solution (S'1);

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

## 4 Dosage de l'oxyde d'aluminium

### 4.1 Généralités

Le dosage de l'oxyde d'aluminium est effectué en utilisant l'une des méthodes suivantes:

- Séparation par colonne de résine échangeuse de cations, puis titrage en retour de l'acide trans-1,2-cyclohexanediamine-*N,N,N',N'*-tétracétique (hydrate) (CyDTA) par le zinc (4.2);
- Séparation par le cupferron, puis titrage en retour du CyDTA par le zinc (4.3).

### 4.2 Séparation par colonne de résine échangeuse de cations et titrage en retour du CyDTA par le zinc

#### 4.2.1 Principe

Une partie aliquote de la solution (SE-a) est transvasée. Une solution en excès de CyDTA lui est ajoutée. Un composé chélaté de CyDTA et d'aluminium est formé en ajustant le pH avec de l'eau ammoniacale. Le pH est ensuite ajusté par ajout d'hexaméthylènetétramine. La quantité de CyDTA restant est déterminée par titrage en retour avec la solution étalon de zinc, en utilisant le xylénol orange comme indicateur. La teneur en oxyde d'aluminium est calculée en ajustant la teneur en oxyde de titane(IV).

#### 4.2.2 Mode opératoire

**4.2.2.1** Introduire avec précision une partie aliquote de la solution (SE-a) (voir l'ISO 20565-1 et l'alinéa suivant) dans un bécher de 300 ml. Ajouter une quantité de solution de CyDTA à 0,01 mol/l, conformément au Tableau 4, et diluer à 100 ml dans de l'eau. Ajouter 1 g d'hexaméthylènetétramine et une goutte de solution de méthyle orange comme indicateur. Verser de l'eau ammoniacale (1+1) et de l'eau ammoniacale (1+9) jusqu'à ce que le pH soit égal à 3 et que la solution prenne une couleur légèrement orange (voir alinéa immédiatement après le Tableau 3). Laisser reposer 5 min.

Un volume aliquote de solution (SE-a) est indiqué dans le Tableau 3. Ce volume dépend du volume de la partie aliquote de la solution (S5) utilisée dans l'ISO 20565-1.

**Tableau 3 — Volume aliquote de la solution (SE-a)**

| Volume aliquote de la solution (S5)<br>ml | Volume aliquote de la solution (SE-a)<br>ml |
|---|---|
| 100                                       | 40  |
| 50  | 80  |

Si la solution d'ammoniaque est ajoutée en excès, ajouter de l'acide chlorhydrique (1+1) jusqu'à ce que la couleur vire au rouge, puis ajuster en procédant de la même manière.

**NOTE** Le volume de solution de CyDTA à 0,01 mol/l ajouté dépend de la teneur en pourcentage d'oxyde d'aluminium indiquée dans le Tableau 4.

Tableau 4 — Volume aliquote de la solution CyDTA de 0,01 mol/l

| Fraction massique d'oxyde d'aluminium<br>% | Volume de la solution CyDTA de 0,01 mol/l<br>ml |
|--|---|
| < 5  | 10  |
| 5 à 10                                     | 20  |
| 10 à 15                                    | 30  |
| 15 à 20                                    | 40  |
| 20 à 30                                    | 50  |

**4.2.2.2** Ajouter 5 g d'hexaméthylènetétramine, ayant un pH compris entre 5,5 et 5,8, ajouter 4 ou 5 gouttes de solution de xylénol orange comme indicateur et titrer avec 0,01 mol/l de solution volumétrique étalon de zinc. Effectuer soigneusement le titrage en mélangeant; dès que la couleur passe du jaune à une couleur rougeâtre permanente, considérer qu'il s'agit du point de virage.

**4.2.3 Essai à blanc**

Transvaser la solution témoin (BE-a) (voir l'ISO 20565-1) et suivre le mode opératoire décrit en 4.2.2. Les volumes de la partie aliquote de la solution témoin (BE-a) et de la solution de CyDTA à 0,01 mol/ml sont identiques à ceux de la solution correspondante (SE-a).

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

**4.2.4 Calcul**

Calculer la fraction massique d'oxyde d'aluminium,  $w_{Al_2O_3}$ , en pourcentage, dans l'échantillon, à l'aide de l'Équation (3).

$$w_{Al_2O_3} = \frac{(V_2 - V_1) \times F \times 0,000\ 509\ 8}{m} \times \frac{100}{40} \times \frac{250}{100} \times 100 - w_{TiO_2} \times 0,638 \tag{3}$$

où

- $V_1$  est le volume, en millilitres (ml), de la solution volumétrique étalon de zinc à 0,01 mol/l indiquée en 4.2.3;
- $V_2$  est le volume, en millilitres (ml), de la solution volumétrique étalon de zinc à 0,01 mol/l indiquée en 4.2.2.2;
- $F$  est le facteur de la solution volumétrique étalon de zinc à 0,01 mol/l;
- $m$  est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai (voir l'ISO 20565-1);
- $w_{TiO_2}$  est la fraction massique d'oxyde de titane(IV), déterminée en 6.2.5 ou 6.3.5, exprimée en pourcentage en masse.

**4.3 Séparation par le cupferron et titrage en retour du CyDTA par le zinc**

**4.3.1 Principe**

Une partie aliquote de la solution (S6) (voir l'ISO 20565-1) est nettoyée en utilisant d'abord le carbonate de diéthyle, puis le cupferron dans un entonnoir séparateur. Un excès de CyDTA est ajouté à la solution résultante qui est ensuite titrée en retour avec une solution étalon de zinc.

### 4.3.2 Mode opératoire

**4.3.2.1** Introduire 100 ml de solution (S6) dans l'entonnoir séparateur de 500 ml. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'ammoniaque jusqu'à ce que la solution indique une légère alcalinité au bleu de bromophénol. Réacidifier avec l'acide chlorhydrique dilué (1+3) et ajouter 4 ml supplémentaires. Ajouter 20 ml de chloroforme et 10 ml de solution de diéthylthiocarbamate de sodium. Boucher l'entonnoir et agiter vigoureusement. Libérer la pression dans l'entonnoir en retirant le bouchon avec précaution, puis rincer le bouchon et le col de l'entonnoir à l'eau. Laisser les couches se séparer et retirer la couche de chloroforme.

Si une émulsion s'est formée, il faudra ajouter quelques gouttes d'acide chlorhydrique et agiter une nouvelle fois.

Ajouter des parties de 10 ml de chloroforme et des parties de 5 ml de diéthylthiocarbamate de sodium et répéter l'extraction jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de formation d'un précipité coloré (brun ou rose). Laver la phase aqueuse avec 20 ml de chloroforme pour éliminer le fer et le manganèse.

**4.3.2.2** Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique concentré, 36 % en masse, puis ajouter 2 ml à 3 ml de solution de cupferron et 20 ml de chloroforme. Boucher l'entonnoir et agiter vigoureusement. Retirer le bouchon de l'entonnoir et rincer le bouchon et le col de l'entonnoir à l'eau. Laisser les couches se séparer et retirer la couche de chloroforme. Répéter l'extraction avec trois parties de 10 ml de chloroforme pour éliminer les traces de cupferron et de diéthylthiocarbamate de sodium. Transvaser la phase aqueuse de l'entonnoir de séparation dans une fiole conique de 1 litre. Ajouter quelques gouttes de bleu de bromophénol comme indicateur, puis ajouter la solution d'ammoniaque jusqu'à ce que la solution devienne à peine alcaline. Réacidifier rapidement avec l'acide chlorhydrique concentré, ajouter cinq ou six gouttes supplémentaires et refroidir la fiole sous l'eau courante.

**4.3.2.3** S'assurer que la solution est froide. Ajouter la solution étalon de CyDTA (0,05 M environ) pour obtenir quelques millilitres de plus que la quantité prévue (1 ml = 1,275 % d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Ajouter la solution tampon d'acétate d'ammonium jusqu'à ce que l'indicateur vire au bleu, puis ajouter 15 ml supplémentaires. Ajouter un volume d'éthanol égal au volume total de la solution, puis ajouter 20 ml de solution de chlorure d'hydroxyammonium et 1 à 2 ml de dithizone comme indicateur. Titrer avec la solution étalon de zinc (0,05 M) jusqu'à ce que la solution vire pour la première fois du vert à une couleur rose permanente.

NOTE Le point de virage est souvent amélioré par l'ajout d'une petite quantité de solution de naphthol vert pour éliminer toute coloration rose qui aurait pu apparaître dans la solution au moment de l'ajout de l'indicateur.

### 4.3.3 Calcul

Calculer la fraction massique d'oxyde d'aluminium,  $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ , en pourcentage, à l'aide de l'Équation (4):

$$w_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{(V_1 \times F_1 - V_2 \times F_2) \times 0,001\,019\,6}{m} \times \frac{250}{100} \times 100 \quad (4)$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres (ml), de la solution étalon de CyDTA à 0,05 mol/l indiquée en 4.3.2.3;

$F_1$  est le facteur de la solution étalon de CyDTA à 0,05 mol/l;

$V_2$  est le volume, en millilitres (ml), de la solution étalon de zinc à 0,05 mol/l utilisée lors du titrage en retour décrit en 4.3.2.3;

$F_2$  est le facteur de la solution étalon de zinc à 0,05 mol/l;

$m$  est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai (voir l'ISO 20565-1).

## 5 Dosage du fer total sous forme d'oxyde de fer(III)

### 5.1 Généralités

Le dosage de l'oxyde de fer(III) est effectué en utilisant l'une des méthodes suivantes:

- a) méthode d'absorption à la 1,10-phénanthroline utilisant la solution (S6) ou (S'6) (voir l'ISO 20565-1)

Cette méthode est appliquée à des échantillons dont la teneur en oxyde de fer(III) est inférieure à 15 % de la masse (5.2);

- b) méthode d'absorption à la 1,10-phénanthroline utilisant la solution (SE-b) (voir l'ISO 20565-1)

Cette méthode est appliquée à des échantillons dont la teneur en oxyde de fer(III) est inférieure à 15 % de la masse (5.3);

- c) méthode titrimétrique en retour au CyDTA-zinc

Cette méthode est appliquée à des échantillons ayant une teneur en oxyde de fer(III) égale ou supérieure à 10 % en masse (5.4).

### 5.2 Méthode d'absorption à la 1,10-phénanthroline utilisant la solution (S6) ou (S'6)

#### 5.2.1 Principe

Une partie aliquote de la solution (S6) (voir l'ISO 20565-1) est réduite par le chlorure d'hydroxylamine en oxyde de fer(II), colorée avec la 1,10 ortho-phénanthroline et son absorbance est mesurée à 510 nm.

#### 5.2.2 Mode opératoire

ISO 20565-2:2008

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/23e3a609-74fc-4e6d-bd43-d1c271715022/iso-20565-2:2008>

**5.2.2.1** Diluer 25,0 ml de solution mère (S6) (voir l'ISO 20565-1) à 500 ml dans de l'eau dans une fiole jaugée et mélanger. Transvaser 25 ml de cette solution diluée dans une fiole jaugée de 100 ml, puis ajouter 2 ml de solution de chlorure d'hydroxyammonium et 5 ml de solution de phénanthroline. Ajouter la solution d'acétate d'ammonium jusqu'à l'apparition d'une couleur rose, puis ajouter 2 ml supplémentaires. Laisser reposer 15 min, diluer la solution à 100 ml dans de l'eau et mélanger. Utiliser un spectrophotomètre pour mesurer la densité optique de la solution par rapport à l'eau dans une cuve de 10 mm à 510 nm.

NOTE L'utilisation d'un absorptiomètre à filtre n'est pas appropriée pour cet essai.

**5.2.2.2** Ajouter une solution d'acétate d'ammonium pour stabiliser la couleur. S'assurer que la couleur est stable de 15 min à 75 min. Déterminer la teneur de la solution en oxyde de fer(II) par référence à une courbe d'étalonnage.

NOTE La dilution de la solution mentionnée couvrira la plage allant de 0 % à 20 % de  $Fe_2O_3$  en masse. Pour des fractions massique en fer très inférieures à 20 % de  $Fe_2O_3$ , il est nécessaire de diminuer la dilution de la solution. Une fois la couleur apparue, il n'est plus permis de diluer une partie aliquote de la solution.

#### 5.2.3 Essai à blanc

À l'aide de la solution témoin (B6) (voir l'ISO 20565-1), suivre le mode opératoire décrit en 5.2.2. Le volume de la partie aliquote de la solution témoin est le même que celui de la solution mère correspondante.

#### 5.2.4 Traçage de la courbe d'étalonnage

Introduire des parties aliquotes allant de 0 ml à 15,0 ml de la solution étalon diluée d'oxyde de fer(III) [de 0 mg à 0,6 mg sous forme d'oxyde de fer(III)] dans une série de fioles jaugées de 250 ml. Traiter ces solutions comme indiqué en 5.2.2.1 et mesurer l'absorbance par rapport à la solution de référence. Tracer une