
NORME INTERNATIONALE



4281

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Hexafluorosilicate de sodium à usage industriel –
Déterminations de l'acidité libre et de la teneur en
hexafluorosilicate total – Méthode titrimétrique**

*Sodium hexafluorosilicate for industrial use – Determination of free acidity and total
hexafluorosilicate content – Titrimetric method*

(standards.iteh.ai)

Première édition – 1977-03-01

[ISO 4281:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b3f83bc-349d-4740-8008-549eb96b37a6/iso-4281-1977>

CDU 661.833 : 543.241.5

Réf. n° : ISO 4281-1977 (F)

Descripteurs : composé chimique, fluorsilicate de sodium, analyse chimique, dosage, acidité, fluorsilicate de sodium, méthode volumétrique.

Prix basé sur 2 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4281 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en août 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne
Belgique
Brésil
Égypte, Rép. arabe d'
Espagne
France

Hongrie
Inde
Israël
Italie
Mexique
Pologne
Roumanie

[ISO 4281:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/9b3f83bc-349d-4740-8008-549eb96274a0/iso-4281-1977)

Royaume-Uni

Suisse

Tchécoslovaquie

Turquie

U.R.S.S.

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Hexafluorosilicate de sodium à usage industriel – Déterminations de l'acidité libre et de la teneur en hexafluorosilicate total – Méthode titrimétrique

AVERTISSEMENT – L'hexafluorosilicate de sodium est toxique s'il est absorbé. Il faut éviter d'en respirer la poussière. Empêcher tout contact avec les yeux et la peau. Les opérateurs devront se laver soigneusement après manipulation du produit, et devront porter un appareil respiratoire et des lunettes protectrices lorsqu'ils manipuleront le produit réduit en poudre.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique pour les déterminations de l'acidité libre et de la teneur en hexafluorosilicate total de l'hexafluorosilicate de sodium à usage industriel. Pour ce qui concerne l'acidité libre, la méthode est applicable aux produits ayant une acidité libre, exprimée en pourcentage en masse d'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6), égale ou supérieure à 0,1.

2 PRINCIPE

Détermination de l'acidité libre par titrage d'une prise d'essai refroidie dans la glace, avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de nitrate de potassium et en utilisant du bleu de bromothymol comme indicateur. Poursuite du titrage à une température proche du point d'ébullition pour déterminer la teneur totale en hexafluorosilicate.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1 Glace pilée, préparée à partir d'eau distillée ou d'eau de pureté équivalente.

3.2 Nitrate de potassium, solution saturée à la température ambiante.

3.3 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,1 N.

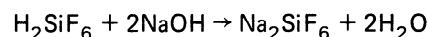
3.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,5 N.

3.5 Bleu de bromothymol, solution à 0,4 g/l.

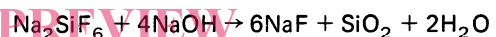
Chauffer 0,1 g de bleu de bromothymol avec 3,2 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium 0,05 N et 5 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Après dissolution, ajouter 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V), compléter le volume à 250 ml avec de l'eau et homogénéiser.

4 RÉACTIONS

Titration à froid



Titration à chaud



5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Dans un vase à peser en verre, peser, à 0,001 g près, entre 1,00 et 1,20 g de l'échantillon pour essai.

6.2 Déterminations

Transférer quantitativement la prise d'essai (6.1) dans un bécher de 500 ml contenant 100 g environ de la glace pilée (3.1) et 25 ml de la solution de nitrate de potassium (3.2), et rincer les parois du vase à peser avec le minimum d'eau en recueillant les eaux de lavage dans le bécher. Rincer les parois du bécher avec de l'eau. Tout en agitant constamment, titrer immédiatement avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.3), en présence de quelques gouttes de la solution de bleu de bromothymol (3.5), jusqu'à ce que la coloration bleue persiste durant 30 s au moins. Par la suite, l'indicateur virera au jaune; ne pas en tenir compte.

Ajouter le volume de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4) probablement requis pour le deuxième titrage.

Placer ensuite le bécher sur une plaque chauffante et amener à l'ébullition. Titrer rapidement la solution chaude avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4) jusqu'à une coloration bleue persistante.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 L'acidité libre, exprimée en pourcentage en masse d'acide chlorhydrique (HCl), est donnée par la formule

$$V_0 \times 0,003\ 65 \times \frac{100}{m} = \frac{0,365\ V_0}{m}$$

ou, en pourcentage en masse d'acide hexafluorosilicique (H₂SiF₆), par la formule

$$V_0 \times 0,007\ 205 \times \frac{100}{m} = \frac{0,720\ 5\ V_0}{m}$$

où

V₀ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.3), utilisé lors du premier titrage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

0,003 65 est la masse, en grammes, d'acide chlorhydrique correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N exactement (soit $\frac{\text{HCl}}{1\ 000} \times 0,1$);

0,007 205 est la masse, en grammes, d'acide hexafluorosilicique correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N exactement (soit $\frac{\text{H}_2\text{SiF}_6}{2\ 000} \times 0,1$).

NOTE — Les résultats peuvent être exprimés en d'autres termes par rapport au procédé industriel utilisé.

7.2 La teneur totale en hexafluorosilicate (SiF₆²⁻), exprimée en pourcentage en masse d'hexafluorosilicate de sodium (Na₂SiF₆), est donnée par la formule

$$V_1 \times 0,023\ 51 \times \frac{100}{m} = \frac{2,351\ V_1}{m}$$

où

V₁ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4), utilisé lors du second titrage;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

0,023 51 est la masse, en grammes, d'hexafluorosilicate de sodium correspondant à 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,5 N exactement (soit $\frac{\text{Na}_2\text{SiF}_6}{4\ 000} \times 0,5$).

NOTE — Si les solutions titrées employées n'ont pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, des corrections appropriées doivent être appliquées.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

PUBLICATIONS ISO RELATIVES À L'HEXAFLUROSILICATE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL

- ISO 4281 — Détermination de l'acidité libre et de la teneur en hexafluorosilicate total — Méthode titrimétrique
- ISO 5440 — Dosage des phosphates — Méthode spectrophotométrique au molybdovanadate.
- ISO 5441 — Dosage du calcium — Méthode titrimétrique à l'EDTA.
- ISO 5442 — Dosage des composés soufrés — Méthode par réduction et iodométrie.
- ISO 5443 — Dosage du fer — Méthode spectrophotométrique à la phénanthroline-1,10.
- ISO 5444 — Détermination de la perte de masse à 105 °C.