

---

# Norme internationale



# 6677

---

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

---

## Acide hexafluorosilicique à usage industriel — Dosage du fluor utilisable — Méthode potentiométrique après distillation

*Hexafluorosilicic acid for industrial use — Determination of available fluorine content — Potentiometric method after distillation*

Première édition — 1983-05-01

(standards.iteh.ai)

[ISO 6677:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b05b411c-275a-4690-8091-a16002ce9a50/iso-6677-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b05b411c-275a-4690-8091-a16002ce9a50/iso-6677-1983>

---

CDU 661.488 : 543.257.1 : 546.16

Réf. n° : ISO 6677-1983 (F)

Descripteurs : composé chimique, acide fluorosilicique, analyse chimique, dosage, fluor, méthode potentiométrique.

## 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 6677 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne, R.F.	Hongrie	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Italie	Suisse
Chine	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Thaïlande
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	URSS

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Acide hexafluorosilicique à usage industriel — Dosage du fluor utilisable — Méthode potentiométrique après distillation

**AVERTISSEMENT** — L'acide hexafluorosilicique est un liquide extrêmement corrosif et toxique qui peut attaquer le verre. Son action sur la peau et les yeux est fortement corrosive, provoquant des brûlures graves et douloureuses qui peuvent ne pas être immédiatement apparentes. Dans le cas d'un contact supposé, asperger abondamment avec de l'eau la (ou les) partie(s) du corps affectée(s) et alerter immédiatement le service médical. Pendant la durée de la manipulation du produit, il faut porter des gants en caoutchouc et des lunettes de protection.

Les publications des producteurs seront consultées pour informations supplémentaires.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode potentiométrique, utilisant une électrode sélective d'ions, après distillation, pour le dosage du fluor utilisable dans l'acide hexafluorosilicique à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en fluor utilisable total, exprimé en acide hexafluorosilicique ( $\text{H}_2\text{SiF}_6$ ), est comprise entre 15 et 35 % (m/m).

## 2 Références

ISO 2362, *Fluorure d'aluminium à usage industriel — Dosage du fluor — Méthode Willard-Winter modifiée.*

ISO 6227, *Produits chimiques à usage industriel — Méthode générale de dosage des ions chlorure — Méthode potentiométrique.*

## 3 Principe

Séparation du fluor d'une prise d'essai par distillation, en présence d'acide perchlorique, à l'aide d'un appareil à distillation à température contrôlée. Titrage potentiométrique du distillat par une solution de nitrate de lanthane, à l'aide d'une électrode sélective d'ions fluorure.

## 4 Réactifs

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

**4.1 Sulfate d'argent** ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ), ou

**4.2 Phosphate d'argent** ( $\text{Ag}_3\text{PO}_4$ ).

**4.3 Silice en poudre**, finement broyée.

**4.4 Fluorure de sodium.**

Chauffer 2 g environ de fluorure de sodium, dans une capsule en platine, durant 1 h dans le four électrique (5.9) réglé à 600 °C, puis laisser refroidir dans un dessiccateur.

**NOTE** — Si l'on ne dispose pas de fluorure de sodium de qualité analytique, recristalliser le produit suivant les modalités spécifiées dans la note du paragraphe 4.6.2.1 de l'ISO 2362.

**4.5 Éthanol**, ou propanol-2.

**4.6 Acide perchlorique**,  $\rho$  1,54 g/ml environ, solution à 60 % (m/m) environ.

**4.7 Acide perchlorique**, solution à 10 % (m/m) environ.

Diluer 16,5 ml de la solution d'acide perchlorique (4.6) à 100 ml.

**4.8 Hydroxyde de sodium**, solution à 40 g/l environ.

Conserver la solution dans un flacon en plastique.

**4.9 Nitrate de lanthane**, solution titrée,  $c[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0,01 \text{ mol/l}$ .

**4.9.1 Préparation de la solution**

Utiliser de l'eau exempte de dioxyde de carbone pour la préparation de cette solution.

Dissoudre 4,33 g de nitrate de lanthane hexahydraté [ $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ] dans de l'eau. Ajouter 10 ml d'une solution d'acide nitrique à 6,3 g/l environ, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

**4.9.2 Étalonnage de la solution**

Voir 6.5.

**4.10 Solution tampon, de pH 6,5.**

Dissoudre 79 g de pyridine dans 800 ml environ d'eau et neutraliser avec la solution d'acide perchlorique (4.7) jusqu'à pH  $6,5 \pm 0,2$ . Diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

**AVERTISSEMENT — Effectuer ces opérations sous une hotte bien ventilée.**

**4.11 Phénolphtaléine, solution à 5 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V).**

**5 Appareillage**

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Appareil à distillation** (voir figure 1), comprenant un générateur de vapeur, deux chauffe-ballons électriques et un thermomètre de contact avec relais permettant de maintenir la température, dans le ballon à distiller, à  $135 \pm 2$  °C.

La puissance requise pour les chauffe-ballons est

- a) 150 W environ, pour le ballon à distiller ;
- b) 500 W au minimum, pour le générateur de vapeur.

Il est essentiel que le chauffe-ballon du générateur de vapeur soit équipé d'un régulateur, en vue d'ajuster l'apport de puissance pour donner la quantité de vapeur désirée.

NOTE — En variante, l'appareil spécifié dans l'ISO 2362, pour le dosage du fluor dans le fluorure d'aluminium, peut être utilisé.

**5.2 Agitateur magnétique.**

**5.3 pH-mètre,** muni d'une électrode en verre et d'une électrode au calomel saturé.

**5.4 Burette,** de capacité 25 ml, graduée en 0,02 ml.

**5.5 Électrode sélective des ions fluorure.**

**5.6 Électrode de référence,** au calomel saturé ou d'un autre type approprié.

NOTE — Si l'on dispose d'une électrode combinée, on peut l'utiliser à la place des électrodes (5.5 et 5.6).

**5.7 Potentiomètre,** sensibilité 0,5 mV (potentiel de -500 à +500 mV).

Pour des mesurages d'un point final prédéterminé, utilisant un couple spécifique d'électrodes, l'équipement doit reproduire le point final à  $\pm 0,5$  mV.

Des appareils automatiques pour l'enregistrement des graphiques de titrage ou pour des titrages à un point final de potentiel prédéterminé, sont disponibles dans le commerce et peuvent également être utilisés.

**5.8 Étuve électrique,** réglable à  $105 \pm 2$  °C.

**5.9 Four électrique,** réglable à 600 °C environ.

**5.10 Flacons d'échantillonnage,** en polyéthylène à bouchon à vis, de capacités 250 et 500 ml.

**5.11 Vases à peser,** en polyéthylène, de capacité 25 ml environ.

**6 Mode opératoire**

**6.1 Prise d'essai**

Selon la teneur présumée en fluor utilisable, peser, à 0,000 2 g près, la masse d'échantillon pour essai indiquée dans le tableau suivant.

Teneur présumée en fluor utilisable, exprimée en H <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub> % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
15 à 20	1
20 à 30	0,75
30 à 35	0,5

**6.2 Essai à blanc**

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs [à l'exception de la solution de nitrate de lanthane (4.9)] que celles utilisées pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

**6.3 Distillation**

Assembler l'appareil à distillation (5.1). Enlever le thermomètre de contact et introduire, dans le ballon à distiller, 0,5 g de la silice en poudre (4.3) et 0,2 g du sulfate d'argent (4.1) ou 0,2 g du phosphate d'argent (4.2). Transférer quantitativement la prise d'essai (6.1) dans le ballon à distiller, ajouter 35 ml de la solution d'acide perchlorique (4.6) et fermer immédiatement l'appareil avec le thermomètre de contact.

Placer une fiole jaugée de 500 ml, contenant 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.8) et 40 ml d'eau, sous le tube à dégagement qui doit plonger dans le liquide.

Mettre le robinet d'arrêt, qui est entre le générateur de vapeur et l'appareil à distillation, dans la position 1, régler le thermomètre de contact à 135 °C et mettre en marche les chauffe-ballons du ballon et du générateur de vapeur. Chauffer le contenu du ballon à 135 °C durant 15 min environ, mettre le robinet d'arrêt en position 2 et faire passer la vapeur d'eau dans le ballon à un débit correspondant à 10 ml environ d'eau par minute. Recueillir 400 ml environ de distillat et arrêter la distillation.

Rincer le tube à dégagement à l'intérieur et à l'extérieur, avec de l'eau, en recueillant les eaux de rinçage dans la même fiole jaugée de 500 ml. Neutraliser le distillat avec la solution d'acide perchlorique (4.7), en présence de quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine (4.11) comme indicateur. Compléter au volume et homogénéiser.

#### 6.4 Titration potentiométrique

Prélever 50,0 ml de la solution contenue dans la fiole jaugée de 500 ml et les introduire dans un bécher de 250 ml. Ajouter 10 ml de la solution tampon (4.10) et 60 ml de l'éthanol ou du propanol-2 (4.5). Introduire, dans le bécher, le barreau de l'agitateur magnétique (5.2), placer le bécher sur l'agitateur, immerger l'électrode sélective des ions fluorure (5.5) et l'électrode de référence (5.6) (ou l'électrode combinée) dans la solution et relier au potentiomètre (5.7). Mettre en marche l'agitateur magnétique et titrer avec la solution titrée de nitrate de lanthane (4.9) en ajoutant 0,5 ml environ à la fois. Après chaque addition, laisser le potentiomètre se stabiliser, lire la valeur et le volume correspondant de la solution de titrage. Au voisinage du point final, la valeur de la lecture potentiométrique augmente rapidement. À ce moment-là, réduire le volume de la solution de titrage pour chaque ajout de 0,5 à 0,1 ml.

Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les volumes de la solution de nitrate de lanthane ajoutés et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des lectures potentiométriques. Le point final correspond au volume ajouté au point d'inflexion de la courbe. En variante, le graphique peut être obtenu par un appareil de titrage automatique muni d'un styler enregistreur.

Un exemple de graphique type est donné à la figure 2.

NOTE — Le point final peut également être déterminé mathématiquement en utilisant la méthode décrite dans l'ISO 6227.

#### 6.5 Étalonnage

Suivre le mode opératoire spécifié en 6.3 et 6.4, en utilisant 0,200 g environ du fluorure de sodium recristallisé (4.4) pesé à 0,000 1 g près, à la place de la prise d'essai (6.1). Calculer la masse de fluorure de sodium correspondant à 1 ml de la solution titrée de nitrate de lanthane (4.9), en tenant compte de l'essai à blanc (6.2).

## 7 Expression des résultats

La teneur en fluor utilisable, exprimée en pourcentage en masse d'acide hexafluorosilicique ( $\text{H}_2\text{SiF}_6$ ), est donnée par la formule

$$\frac{0,5719 \times m_1 (V_1 - V_0) \times 1000}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1) ;

$m_1$  est la masse, en grammes, de fluorure de sodium correspondant à 1 ml de la solution titrée de nitrate de lanthane (4.9) ;

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de lanthane (4.9), utilisé pour l'essai à blanc ;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de lanthane (4.9), utilisé pour le dosage ;

0,5719 est le facteur de conversion du fluorure de sodium en acide hexafluorosilicique.

## 8 Procès-verbal d'essai

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

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

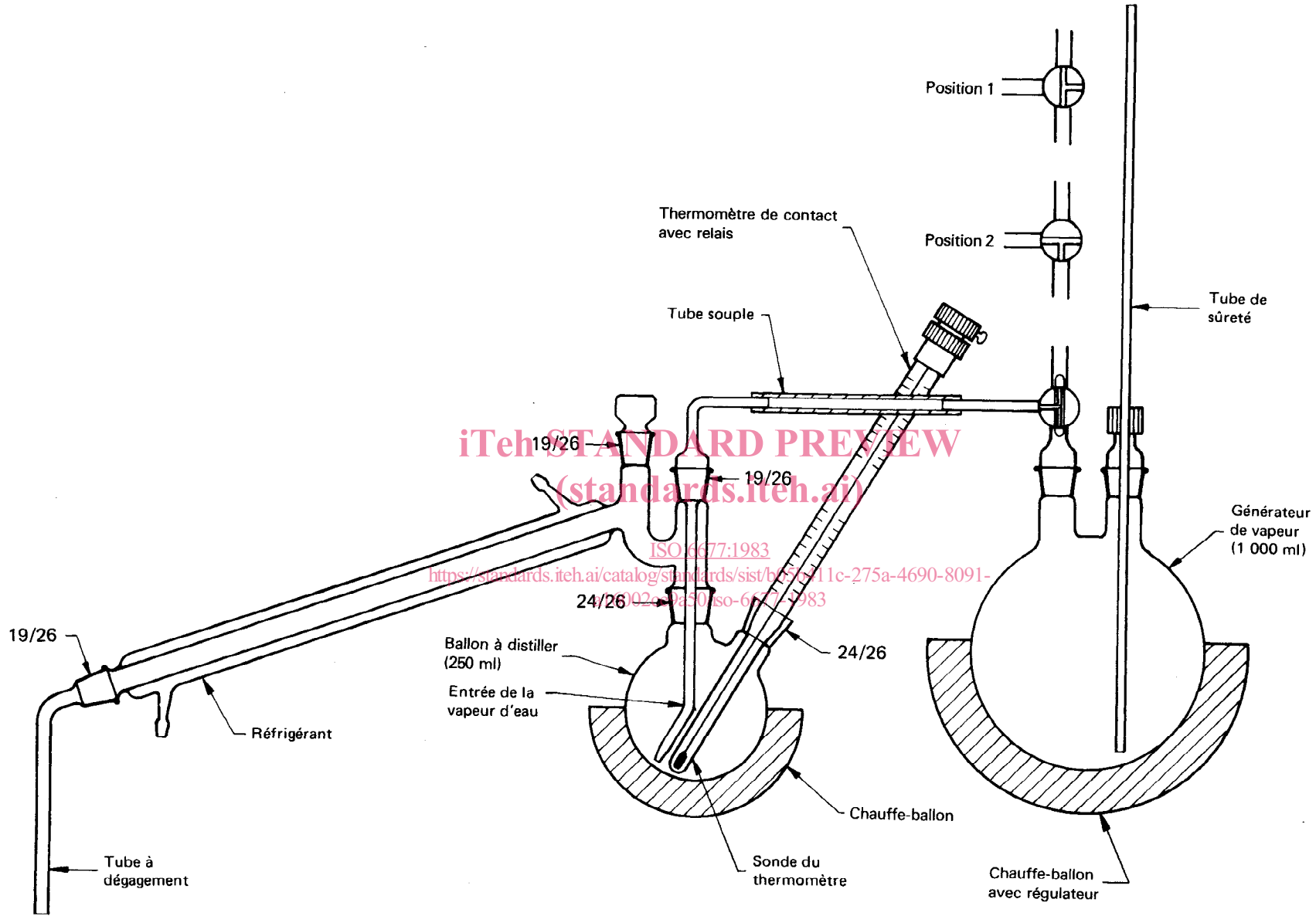


Figure 1 – Appareil à distillation

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 6677:1983  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6557411c-275a-4690-8091-02a0a501iso-6677-1983>

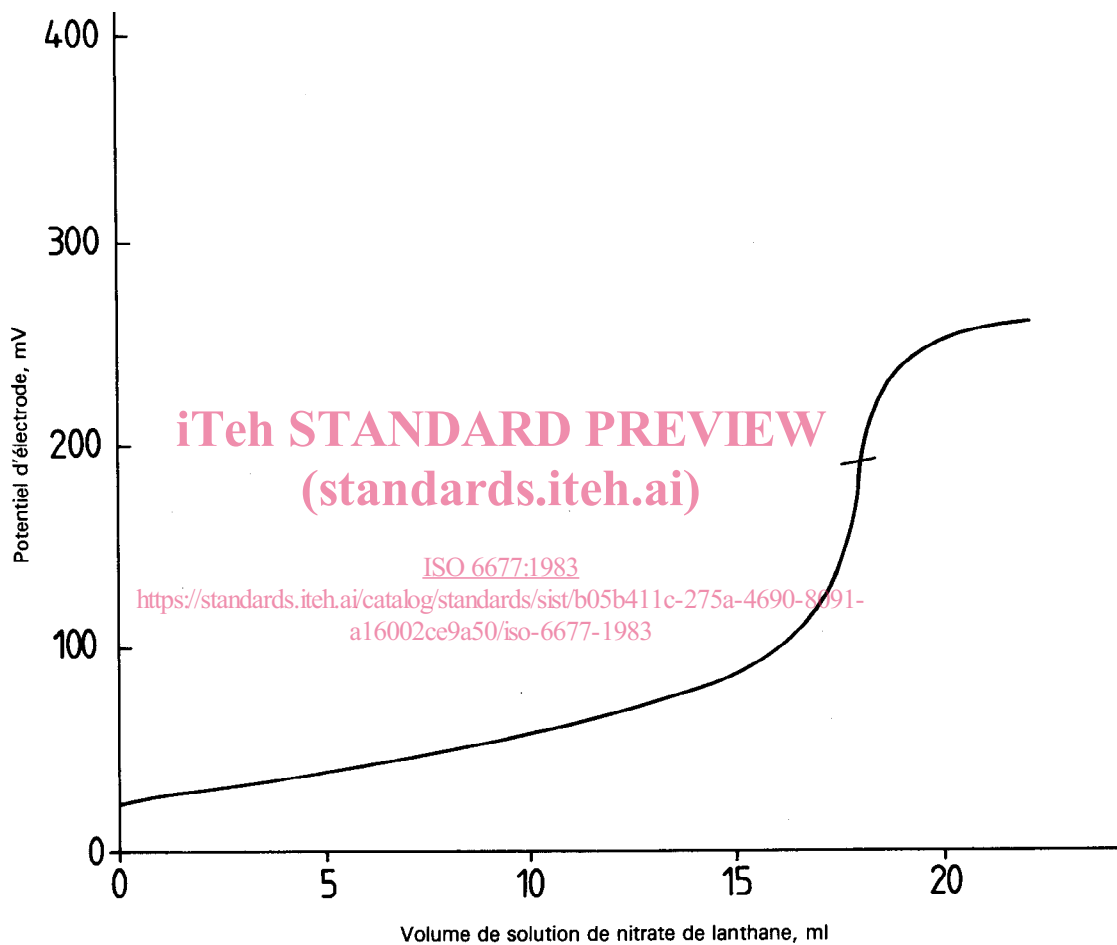


Figure 2 — Exemple de graphique type de titrage

Page blanche

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

ISO 6677:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b05b411c-275a-4690-8091-a16002ce9a50/iso-6677-1983>