
NORME INTERNATIONALE



2833

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

Fluorure de sodium à usage industriel — Dosage du fluor — Méthode Willard-Winter modifiée

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1973-12-15

(standards.iteh.ai)

[ISO 2833:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/130f2848-51ea-492d-85b7-4fc02da18b1f/iso-2833-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/130f2848-51ea-492d-85b7-4fc02da18b1f/iso-2833-1973>

CDU 661.833.361 : 546.16 : 543.24

Réf. N° : ISO 2833-1973 (F)

Descripteurs : fluorure de sodium, analyse chimique, dosage, fluor, analyse volumétrique.

Prix basé sur 5 pages

AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2833 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*, et soumise aux Comités Membres en juin 1972.

(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne
Australie
Autriche
Belgique
France
Hongrie
Inde

Italie
Maroc
Nouvelle-Zélande
Pays-Bas
Pologne
Portugal
Roumanie
Royaume-Uni

ISO 2833:1973

Suède

Suisse

Tchécoslovaquie

Thaïlande

Turquie

U.R.S.S.

Cette Norme Internationale a également été approuvée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC).

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Fluorure de sodium à usage industriel – Dosage du fluor – Méthode Willard-Winter modifiée

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de Willard-Winter modifiée de dosage du fluor, dans le fluorure de sodium à usage industriel.

2 RÉFÉRENCE

ISO ..., *Fluorure de sodium à usage industriel – Préparation et conservation des échantillons pour essai.*¹⁾

3 PRINCIPE

Séparation du fluor d'une prise d'essai, par distillation à l'acide sulfurique ou à l'acide perchlorique. Titrage par une solution de nitrate de thorium, en présence d'alizarine sulfonate de sodium et de bleu de méthylène comme indicateurs.

Le titrage peut être exécuté, en variante, par une solution de nitrate de thorium en présence d'alizarine sulfonate de sodium seulement, en opérant par voie spectrophotométrique aux environs de 525 nm, jusqu'à atteindre l'absorbance de 0,60, conventionnellement fixée, dans des conditions bien définies.

4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Acide chlorhydrique, solution environ 0,06 N.

Diluer 5 ml de solution d'acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution à 38 % (m/m) environ, avec de l'eau, et compléter le volume à 1 000 ml.

4.2 Hydroxyde de sodium, solution à 20 g/l.

4.3 Acide sulfurique, solution environ 24 N.

Ajouter avec précaution et par petites fractions 200 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 g/ml environ, solution à 96 % (m/m) environ, dans environ 100 ml d'eau et, après refroidissement, compléter à 300 ml.

ou

4.3.1 Acide perchlorique, ρ 1,60 g/ml environ, solution à 64,5 % (m/m) environ.

4.4 Solution tampon pH 2,7.

Dissoudre 9,45 g d'acide monochloracétique dans 50 ml de solution d'hydroxyde de sodium N, et compléter le volume à 100 ml.

4.5 Nitrate de thorium, solution titrée 0,067 N environ.

1 ml de cette solution titrée correspond à environ 1,3 mg de fluor (F).

4.5.1 Préparation de la solution

Dissoudre 9,45 g de nitrate de thorium tétrahydraté $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ou la masse correspondante de nitrate de thorium d'hydratation différente, dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

4.5.2 Étalonnage de la solution.

4.5.2.1 PRÉPARATION DE LA SOLUTION ÉTALON DE RÉFÉRENCE

Peser, à 0,000 1 g près, 0,2 g environ de fluorure de sodium anhydre extra-pur, préalablement calciné à 600 °C en capsule de platine, et refroidi en dessiccateur. Transférer, en lavant avec 20 à 30 ml d'eau, dans le ballon à distiller (5.2.1) contenant quelques billes en verre (de 2 à 3 mm de diamètre).

1) En préparation.

Boucher le ballon à distiller, et ajouter, à travers l'ampoule à décanter (5.2.5) en fonction du milieu de distillation choisi, soit 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3), soit 30 ml de la solution d'acide perchlorique (4.3.1).

Effectuer ensuite la distillation, comme indiqué en 6.3.1.

Recueillir le distillat en fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume et homogénéiser.

NOTE — Si l'on ne dispose pas de fluorure de sodium extra-pur, procéder à la recristallisation du produit. Dans ce but, dissoudre 5 g environ de fluorure de sodium pur dans 125 ml d'eau et, après dissolution, filtrer sous vide à l'aide d'un petit entonnoir de Büchner. Evaporer ensuite la solution, dans une capsule en platine, jusqu'à 60 ml environ.

Refroidir à 50 °C environ, et séparer par centrifugation le fluorure de sodium cristallisé. Le laver ensuite trois fois, toujours par centrifugation, avec de petites quantités d'eau froide.

Transvaser le produit dans une capsule en platine, et dessécher, dans une étuve électrique à tirage naturel, réglée à 110 ± 2 °C.

Retirer la capsule de l'étuve, refroidir dans un dessiccateur, broyer le produit en mortier d'agate, puis le passer à travers un tamis de 355 µm d'ouverture de mailles (voir ISO 565). Placer le fluorure de sodium tamisé dans une capsule en platine, et le calciner durant 2 h à 600 °C, puis le refroidir dans un dessiccateur.

4.5.2.2 TITRAGE

Prélever une partie aliquote de 50,0 ml de la solution étalon de référence (4.5.2.1), les placer dans le bécher (5.5) et titrer selon 6.3.2.

Vers la fin du titrage, avoir soin d'ajouter les dernières gouttes de la solution de nitrate de thorium (4.5.1) avec une extrême précaution, en agitant énergiquement la solution.

4.5.2.3 ESSAI À BLANC

Effectuer parallèlement, et suivant le même mode opératoire (distillation selon 6.3.1 et titrage selon 6.3.2), un essai à blanc, avec les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées en 4.5.2.1. Titrer dans les conditions citées en 4.5.2.2.

4.5.2.4 CALCUL DU TITRE DE LA SOLUTION

La masse, en milligrammes, de fluor (F) correspondant à 1 ml de solution de nitrate de thorium est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times 0,4525}{V_1 - V_2}$$

où

m_1 est la masse, en milligrammes, de NaF contenue dans la partie aliquote de la solution étalon de référence (4.5.2.1) prélevée pour le titrage;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate de thorium (4.5.1) employée pour le titrage de la partie aliquote de la solution étalon de référence (4.5.2.1) prélevée pour le titrage;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate de thorium (4.5.1), employée pour le titrage d'une partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc (4.5.2.3);

0,4525 est le facteur de transformation du fluorure de sodium en fluor (F).

4.6 Alizarine sulfonate de sodium, solution à 0,5 g/l.

Dissoudre 0,05 g d'alizarine sulfonate de sodium dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

4.7 Bleu de méthylène, solution à 0,5 g/l.

Dissoudre 0,05 g de bleu de méthylène dans de l'eau et compléter le volume à 100 ml.

NOTE — Pour le titrage visuel (6.3.2.1), au lieu d'employer les deux indicateurs 4.6 et 4.7, on peut utiliser, soit la seule solution d'alizarine sulfonate de sodium (4.6), soit une solution de bleu de méthyl thymol, ou tout autre indicateur donnant des résultats équivalents dans le domaine de pH considéré.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Générateur de vapeur d'eau, par exemple ballon de capacité 3 000 ml environ, muni d'un bouchon dans lequel sont insérés trois tubes en verre (a – b – c) de 6 mm environ de diamètre intérieur, soit :

- Tube à dégagement, à double coude, à branches parallèles, pour introduire la vapeur dans le ballon à distiller (5.2.1). Une branche doit plonger dans le ballon à distiller.
- Tube pour réglage du débit de la vapeur, muni à son extrémité externe d'un tube en caoutchouc, équipé d'une pince de Mohr.
- Tube de sûreté, d'environ 1 m de hauteur.

5.2 Appareil en verre borosilicaté, à joints rodés, pour distillation en courant de vapeur d'eau, composé de :

5.2.1 Ballon à distiller de Claisen, de 250 ml. Les caractéristiques conseillées sont les suivantes :

- diamètre du col central : 36 mm;
- longueur du col latéral (la colonne de Vigreux comprise (5.2.2)) : 275 mm;
- distance entre le col latéral et le col central : 65 mm;
- diamètre du col latéral : 20 mm.

5.2.2 Colonne de Vigreux. Les caractéristiques conseillées sont les suivantes :

- longueur de la colonne entre la première et la dernière série de pointes : 120 mm;
- onze groupes de trois pointes, disposés à 120° sur la circonférence, et à la distance de 12 mm.

5.2.3 Gaine thermométrique plongeante.

5.2.4 *Thermomètre*, couvrant l'intervalle de température de 0 à 200 °C, ayant une longueur utile de 250 mm environ.

5.2.5 *Ampoule à décanter de Walter*, de 100 ml environ, à insérer sur la colonne de Vigreux.

5.2.6 *Réfrigérant de Graham*, à serpentin, de longueur utile 400 mm environ.

À titre d'exemple, voir le schéma d'ensemble de l'appareillage représenté par la figure.

5.3 **Résistance électrique**, pour le chauffage du ballon à distiller (5.2.1), réglable de façon à permettre le chauffage progressif de la solution jusqu'à 150 ± 1 °C.

5.4 **pH-mètre**, muni d'une électrode en verre.

5.5 **Bécher en verre borosilicaté**, de forme haute, capacité 250 ml.

5.6 **Burette**, capacité 10 ml, graduée à intervalles de 0,02 ml.

5.7 **Agitateur électromagnétique**.

5.8 **Spectrophotomètre** muni de dispositif pour le titrage.

5.9 **Cuve**, pour le titrage, de 5 cm de parcours optique, 5 cm de largeur et 7,5 cm de hauteur.

NOTE — Toute la verrerie doit être soigneusement lavée au mélange sulfochromique chaud, puis abondamment rincée à l'eau et enfin à l'eau distillée.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, environ 0,20 g de l'échantillon pour essai, séché, préparé suivant l'ISO

6.2 Essai à blanc

Effectuer parallèlement, et suivant le même mode opératoire, un essai à blanc, avec les mêmes quantités de tous les réactifs que celles employées pour le dosage.

6.3 Dosage

6.3.1 Distillation

Transférer la prise d'essai (6.1), en lavant avec 20 à 30 ml d'eau, dans le ballon à distiller (5.2.1) contenant quelques billes en verre (de 2 à 3 mm de diamètre). Placer une fiole jaugée de 500 ml sous le réfrigérant (5.2.6) pour recueillir le distillat.

Relier le ballon à distiller (5.2.1) au réfrigérant (5.2.6), tout en ouvrant la circulation de l'eau.

Boucher ensuite le ballon à distiller, et ajouter à travers l'ampoule (5.2.5), en fonction du milieu de distillation choisi, soit 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3), soit 30 ml de la solution d'acide perchlorique (4.3.1).

Remplir d'eau, aux deux tiers, le ballon pour la production de la vapeur (5.1), ajouter quelques grains de pierre ponce. Chauffer le ballon en laissant ouvert le tube de réglage de la vapeur b), jusqu'à ébullition de l'eau.

Chauffer, à l'aide de la résistance électrique (5.3), le ballon à distiller (5.2.1), jusqu'à ce que la température de la solution atteigne 150 °C (milieu sulfurique) ou 135 °C (milieu perchlorique).

Quand la température dans le ballon à distiller (5.2.1) a atteint respectivement 150 °C ou 135 °C, faire passer la vapeur d'eau (débit de 250 à 300 g/h) à travers le tube a), en réglant le débit de la vapeur au moyen de la pince de Mohr dont est muni le tube b), de façon à maintenir dans le ballon à distiller (5.2.1), en fonction du milieu de distillation choisi, la température de 150 ± 1 °C ou de 135 ± 1 °C (température à contrôler avec précision), et à recueillir 400 ml environ de distillat, dans un délai d'environ 90 min.

Détacher ensuite le ballon à distiller (5.2.1) du ballon de production de vapeur d'eau (5.1), en laissant s'échapper la vapeur dans l'air, et ôter la résistance chauffante (5.3). Rincer le réfrigérant d'un jet de pissette.

Compléter au volume le distillat et homogénéiser.

6.3.2 Titrage

6.3.2.1 TITRAGE VISUEL

Prélever 50,0 ml de la solution obtenue en 6.3.1 et les placer dans le bécher (5.5). Ajouter dans le bécher 50 ml environ d'eau et 0,50 ml de la solution d'alizarine sulfonate de sodium (4.6), puis, par petites fractions, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2) jusqu'à coloration rose (pH de virage de 6,6 à 6,8).

En contrôlant au moyen du pH-mètre (5.4), ajouter ensuite, goutte à goutte, de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) jusqu'à atteindre une valeur de pH comprise entre 4,9 et 5,2 (coloration jaune de la solution). Ajouter 3,0 ml de la solution d'alizarine sulfonate de sodium (4.6) et ensuite, en contrôlant toujours au moyen du pH-mètre (5.4), ajouter par petites fractions de la solution tampon (4.4) jusqu'à atteindre un pH de $3,4 \pm 0,1$ (addition de solution tampon, 1 ml environ).

Ajouter enfin 0,50 ml de la solution de bleu de méthylène (4.7) (coloration verte de la solution).

Immerger dans la solution un petit barreau de fer enfermé dans un tube en verre, puis placer le bécher sur l'agitateur (5.7) et agiter énergiquement.

Remplir la burette (5.6) avec la solution de nitrate de thorium (4.5), et titrer jusqu'à coloration bleu-violet.

Avoir soin d'opérer dans les mêmes conditions d'éclairage que celles adoptées pour l'étalonnage de la solution de nitrate de thorium (4.5.2.2).

NOTE — Effectuer le titrage à la lumière du jour ou à celle d'une lampe fluorescente. Éviter d'employer la lumière provenant d'une lampe à filaments de tungstène.

6.3.2.2 TITRAGE SPECTROPHOTOMÉTRIQUE

Prélever 50,0 ml de la solution obtenue en 6.3.1, les placer dans la cuve de titrage (5.9), et diluer à 100 ml environ.

Ajouter 3,0 ml de la solution d'alizarine sulfonate de sodium (4.6), puis, par petites fractions, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2) jusqu'à coloration rose (pH de virage de 6,6 à 6,8).

En contrôlant au moyen du pH-mètre (5.4), ajouter ensuite, goutte à goutte, de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) jusqu'à atteindre une valeur de pH comprise entre 4,9 et 5,2 (coloration jaune de la solution).

En contrôlant toujours au moyen du pH-mètre (5.4), ajouter, par petites fractions, de la solution tampon (4.4) jusqu'à atteindre un pH de $3,4 \pm 0,1$ (addition de solution tampon 1 ml environ).

Placer la cuve dans le dispositif de titrage du spectrophotomètre (5.8).

Immerger, dans la solution, un petit barreau de fer enfermé dans un tube en verre. Plonger l'extrémité de la burette (5.6), remplie avec la solution de nitrate de thorium (4.5), dans la solution, et agiter.

Fermer le couvercle du dispositif de titrage, ajuster la longueur d'onde à 525 nm, et choisir la sensibilité appropriée. Fermer le volet et ajuster au zéro de transmittance. Ouvrir ensuite le volet et ajuster l'ouverture de la fente, de manière à avoir une lecture de transmittance de 100. Ajouter, au moyen de la burette (5.6), la solution titrée de nitrate de thorium (4.5) jusqu'à atteindre une absorbance de 0,60 (25 % de transmittance). Lire le volume de solution titrée employée, à 0,01 ml près.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 Calcul

La teneur en fluor (F) est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{(V_3 - V_4) \times m_2}{m_0} \times 1\,000$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de thorium (4.5), employée pour le titrage de la partie aliquote de la solution obtenue en 6.3.1;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de nitrate de thorium (4.5), employée pour le titrage d'une partie aliquote correspondante de la solution de l'essai à blanc (6.2);

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, de fluor correspondant à 1 ml de la solution titrée de nitrate de thorium (4.5).

7.2 Précision

Des essais, conduits dans sept laboratoires et dans chacun par un opérateur fournissant cinq résultats, ont conduit aux renseignements statistiques suivants :

Moyenne	F 44,55 %
Ecart-type de reproductibilité	0,13

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence de la méthode employée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou dans la Norme Internationale à laquelle il est fait référence, ou toutes opérations facultatives.

Dimensions en millimètres

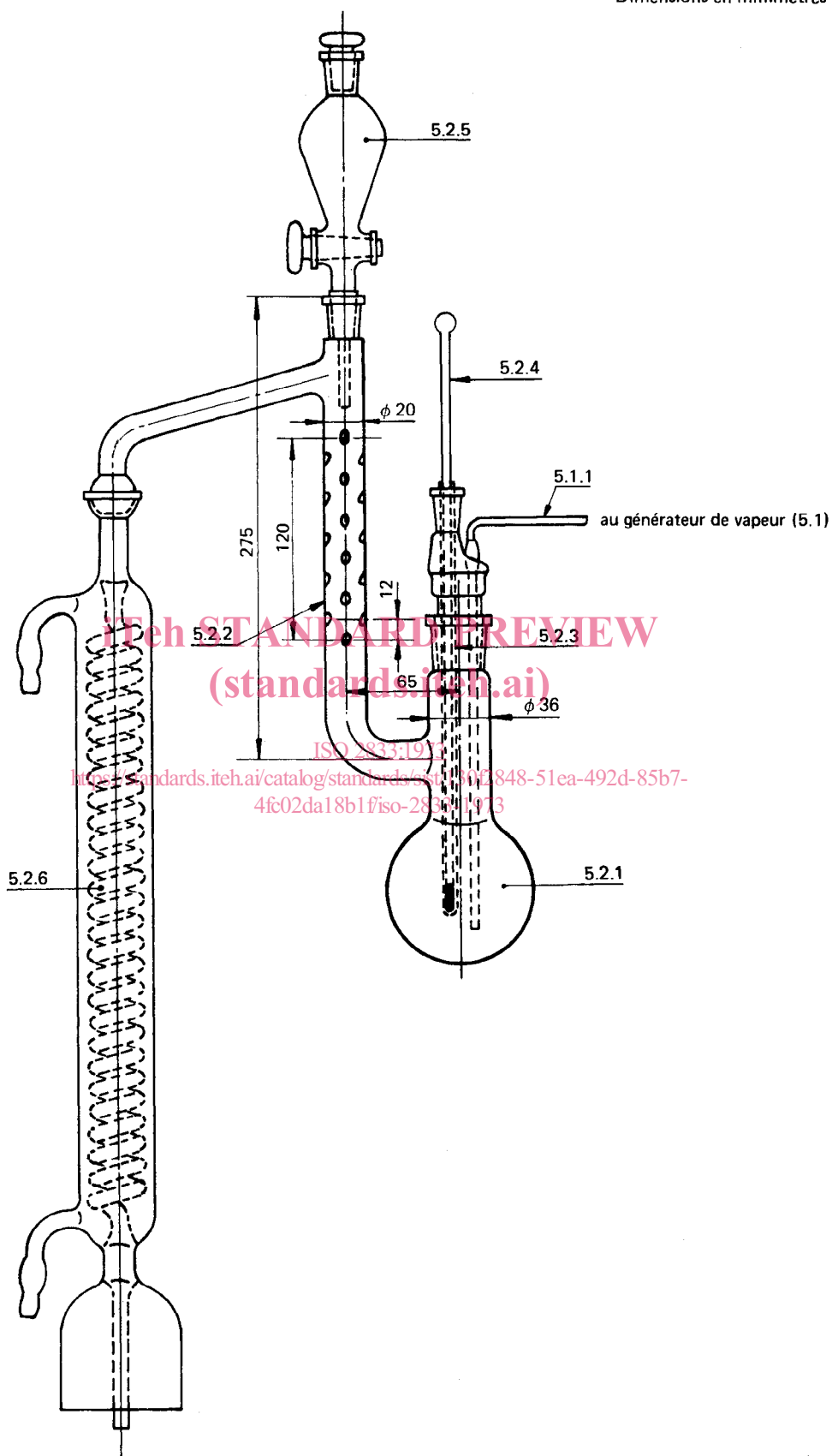


FIGURE — Schéma d'ensemble pour l'appareil de distillation en courant de vapeur

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2833:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/130f2848-51ea-492d-85b7-4fc02da18b1f/iso-2833-1973>