

---

**NORME INTERNATIONALE**



**3139**

---

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

---

**Acide fluorhydrique en solution à usage industriel —  
Échantillonnage et méthodes d'essai**

*Aqueous hydrofluoric acid for industrial use — Sampling and methods of test*

Deuxième édition — 1976-04-15  
**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3139:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b844bd5-c516-4ac4-8bb4-e18b2526e8d5/iso-3139-1976)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b844bd5-c516-4ac4-8bb4-e18b2526e8d5/iso-3139-1976>

---

CDU 661.487 : 54-145 : 620.1

Réf. n° : ISO 3139-1976 (F)

Descripteurs : acide fluorhydrique, échantillonnage, analyse chimique, dosage, acide fluorosilicique, impureté.

Prix basé sur 4 pages

## AVANT-PROPOS

L'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 3139 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*. Cette deuxième édition résulte de l'incorporation de l'Additif 1 à la première édition de cette norme.

Cet additif (chapitre 5 du présent document) fut soumis aux Comités Membres en décembre 1974, et il a été approuvé par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Royaume-Uni
Allemagne	Hongrie	Suisse
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Italie	Turquie
Bulgarie	Pays-Bas	U.R.S.S.
Chili	Pologne	Yougoslavie
Egypte, Rép. arabe d'	Portugal	
Espagne	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3139-1974), qui avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé le document.

# Acide fluorhydrique en solution à usage industriel – Échantillonnage et méthodes d'essai

**AVERTISSEMENT** – L'acide fluorhydrique en solution est un liquide extrêmement corrosif qui attaque le verre; sa vapeur est irritante et toxique. Son action sur la peau et les yeux est fortement corrosive, provoquant des brûlures graves et douloureuses qui ne sont pas immédiatement apparentes et qui ne guérissent que lentement au traitement.

Les échantillons devront être manipulés uniquement sous une hotte bien ventilée. Pendant la durée de la manipulation du produit, il faut porter des gants en caoutchouc, des bottes et une combinaison de taille convenable pour assurer une protection efficace de la personne ainsi qu'une protection complète du visage et de la tête.

Dans le cas d'un contact ou d'un contact supposé, asperger abondamment avec de l'eau et alerter immédiatement le service médical. Les publications des producteurs seront consultées pour informations supplémentaires.

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie le mode opératoire d'échantillonnage de l'acide fluorhydrique en solution à usage industriel, ainsi que des méthodes titrimétriques pour les déterminations de l'acidité totale, de la teneur en acide hexafluorosilicique et de la teneur en acides non volatils, et une méthode de calcul de la teneur en fluorure d'hydrogène.

## 2 ÉCHANTILLONNAGE

Pour ce produit dangereux, un échantillon pour essai doit être préparé par dilution, si nécessaire, à partir d'un échantillon global, comme il est spécifié en 2.1.

### 2.1 Échantillon pour essai

#### 2.1.1 Réactif

**Eau distillée** ou eau de pureté équivalente, et **glace** obtenue à partir de cette eau.

#### 2.1.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

#### 2.1.2.1 Bouteille à échantillon en polyoléfine, à couvercle fileté, de capacité 150 ml, graduée à 100 ml.

#### 2.1.3 Mode opératoire

Dans la bouteille à échantillon (2.1.2.1) préalablement tarée, peser, à 0,01 g près, une masse d'un mélange formé de la glace et de l'eau (2.1.1), dépendant de la concentration d'acide fluorhydrique dans l'échantillon global, selon le tableau suivant.

TABLEAU – Masse de mélange glace/eau destiné à la préparation de l'échantillon pour essai

Concentration de l'échantillon global HF % (m/m)	Masse de mélange glace/eau g
40 à 50	0
50 à 60	15
60 à 70	35
> 70	50

Ajouter, avec précaution, l'échantillon global jusqu'au trait de la bouteille à échantillon (2.1.2.1), refroidir si nécessaire et peser de nouveau à 0,01 g près.

## 3 DÉTERMINATION DE L'ACIDITÉ TOTALE ET DE LA TENEUR EN ACIDE HEXAFLUROSILICIQUE – MÉTHODE TITRIMÉTRIQUE

### 3.1 Objet

Le présent chapitre spécifie une méthode titrimétrique de détermination de l'acidité totale et de la teneur en acide hexafluorosilicique de l'acide fluorhydrique commercial à 40 à 85 % (m/m), à usage industriel.

### 3.2 Domaine d'application

La présente méthode est applicable à la détermination de teneurs en acide hexafluorosilicique comprises entre 0,2 et 10 % (m/m), exprimées en acide hexafluorosilicique (H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>).

### 3.3 Principe

Titrage d'une prise d'essai refroidie dans la glace, à l'aide d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de nitrate de potassium, et de phénolphtaléine comme indicateur, suivi d'un titrage à chaud.

NOTE — Le premier titrage correspond aux acides autres que l'acide hexafluorosilicique et aux deux équivalents d'acide mis en liberté par la précipitation de l'acide hexafluorosilicique. Le second titrage correspond aux quatre autres équivalents d'acide mis en liberté après redissolution à chaud de l'hexafluorosilicate de potassium précipité.

### 3.4 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.

**3.4.1 Glace pilée**, obtenue à partir d'eau distillée ou d'eau de pureté équivalente.

**3.4.2 Nitrate de potassium**, solution saturée à la température ambiante.

**3.4.3 Hydroxyde de sodium**, solution titrée 1 N.

Conserver cette solution dans un flacon en plastique.

**3.4.4 Hydroxyde de sodium**, solution titrée 0,1 N.

Conserver cette solution dans un flacon en plastique.

**3.4.5 Phénolphtaléine**, solution éthanolique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Ajouter, goutte à goutte, la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4.4) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle persistante.

### 3.5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

### 3.6 Mode opératoire

#### 3.6.1 Prise d'essai

Dans un vase à peser à couvercle, en polyoléfine ou PTFE, peser, à 0,001 g près, 2 g environ de l'échantillon pour essai (2.1).

#### 3.6.2 Dosage

Transvaser quantitativement la prise d'essai (3.6.1) dans un bécher en polyoléfine de 250 ml, contenant un mélange composé de 20 ml de la solution de nitrate de potassium (3.4.2) et de glace pilée (3.4.1). Utiliser de l'eau glacée pour rincer le vase à peser, ainsi que pour les rinçages dans le bécher.

Ajouter 5 gouttes de la solution de phénolphtaléine (3.4.5) et, tandis que la solution est maintenue dans la glace, titrer une première fois à l'aide de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4.3) jusqu'à l'approche du point final de virage. Compléter le titrage avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4.4) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle persistante.

Transvaser quantitativement le contenu du bécher en polyoléfine dans un bécher en verre de 400 ml, chauffer jusqu'à l'ébullition et titrer immédiatement à l'aide de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4.4) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle persistante.

### 3.7 Expression des résultats

#### 3.7.1 Acidité totale

L'acidité totale,  $a$ , exprimée en pourcentage en masse d'acide fluorhydrique (HF), est donnée par la formule

$$a = 0,2001 \times \frac{10 V_1 + V_2 + V_3}{m_0} \times \frac{m_1}{m_1 - m_2}$$

#### 3.7.2 Teneur en acide hexafluorosilicique

La teneur en acide hexafluorosilicique,  $b$ , exprimée en pourcentage en masse d'acide hexafluorosilicique ( $H_2SiF_6$ ), est donnée par la formule

$$b = \frac{0,3603 V_3}{m_0} \times \frac{m_1}{m_1 - m_2}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4.3), utilisé lors du premier titrage;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4.4), utilisé pour compléter le premier titrage;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.4.4), utilisé lors du second titrage;

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

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (3.6.1);

$m_1$  est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai (2.1);

$m_2$  est la masse, en grammes, du mélange glace/eau utilisé pour la préparation de l'échantillon pour essai.

## 4 DOSAGE DES ACIDES NON VOLATILS – MÉTHODE TITRIMÉTRIQUE

### 4.1 Objet

Le présent chapitre spécifie une méthode titrimétrique de dosage des acides non volatils à 100 °C dans l'acide fluorhydrique commercial à 40 à 85 % (*m/m*), à usage industriel.

### 4.2 Domaine d'application

La présente méthode est applicable au dosage des teneurs en acides non volatils comprises entre 0,025 et 5 % (*m/m*), exprimées en acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).

### 4.3 Principe

Élimination des acides volatils par évaporation, et titrage de tout acide subsistant non volatil, à l'aide d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

### 4.4 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, fraîchement bouillie puis refroidie.

#### 4.4.1 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,1 N.

ISO 3139:1976

#### 4.4.2 Phénolphthaléine, solution éthanolique à 10 g/l.

Dissoudre 1 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol à 95 % (V/V). Ajouter, goutte à goutte, la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.4.1) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle persistante.

### 4.5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

#### 4.5.1 Capsule en platine, de capacité 150 ml.

### 4.6 Mode opératoire

#### 4.6.1 Prise d'essai

Dans une éprouvette graduée, en polyoléfine, mesurer un volume convenable de l'échantillon pour essai (2.1). Le volume de la prise d'essai doit être de 40 ml pour les échantillons pour essai dont on prévoit qu'ils contiennent moins de 1 % (*m/m*) d'acides non volatils. Pour de plus fortes concentrations, prendre proportionnellement de plus petites prises d'essai.

#### 4.6.2 Dosage

Transvaser quantitativement la prise d'essai (4.6.1) dans la capsule en platine (4.5.1). Faire évaporer sur un bain d'eau bouillante, presque jusqu'à siccité, sous une hotte. Ajouter 25 ml d'eau et faire de nouveau évaporer presque jusqu'à siccité.

Transvaser quantitativement la solution résiduelle dans une fiole conique de 250 ml, en utilisant un volume total d'environ 25 ml d'eau pour rincer la capsule.

Ajouter 5 gouttes de la solution de phénolphthaléine (4.4.2) et titrer à l'aide de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.4.1) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle persistante.

### 4.7 Expression des résultats

La teneur en acides non volatils, *c*, exprimée en pourcentage en masse d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), est donnée par la formule

$$c = \frac{0,4904 V_4}{\rho V_5} \times \frac{m_1}{m_1 - m_2}$$

où

*V*<sub>4</sub> est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.4.1), utilisé pour le titrage;

NOTE – Si la solution titrée employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

*V*<sub>5</sub> est le volume, en millilitres, de la prise d'essai (4.6.1);

*ρ* est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'échantillon pour essai (2.1);

NOTE – *ρ* peut être considérée, avec une approximation suffisante, comme étant égale à 1,0 g/ml.

*m*<sub>1</sub> est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai (2.1);

*m*<sub>2</sub> est la masse, en grammes, du mélange glace/eau utilisé pour la préparation de l'échantillon pour essai.

## 5 CALCUL DE LA TENEUR EN FLUORURE D'HYDROGÈNE

### 5.1 Objet et domaine d'application

Le présent chapitre spécifie une méthode de calcul de la teneur en fluorure d'hydrogène de l'acide fluorhydrique commercial à 40 à 85 % (*m/m*), à usage industriel, en utilisant les résultats obtenus pour les déterminations spécifiées dans les chapitres 3 et 4.

### 5.2 Calcul

La teneur en fluorure d'hydrogène, exprimée en pourcentage en masse de fluorure d'hydrogène (HF), est donnée par la formule

$$a - [(b \times 0,833) + (c \times 0,408)] = a - 0,833 b - 0,408 c$$

où

*a* est l'acidité totale, exprimée en pourcentage en masse d'acide fluorhydrique (HF), déterminée selon le chapitre 3;

*b* est la teneur en acide hexafluorosilicique, exprimée en pourcentage en masse d'acide hexafluorosilicique ( $H_2SiF_6$ ), déterminée selon le chapitre 3;

*c* est la teneur en acides non volatils, exprimée en pourcentage en masse d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ), déterminée selon le chapitre 4;

0,833 est le facteur de conversion de l'acide hexafluorosilicique ( $H_2SiF_6$ ) en fluorure d'hydrogène (HF);

0,408 est le facteur de conversion de l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) en fluorure d'hydrogène (HF).

## 6 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence des méthodes utilisées;
- b) résultats, ainsi que les formes sous lesquelles ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours des déterminations;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou de toutes opérations facultatives.

# iTeh STANDARD PREVIEW ANNEXE (standards.iteh.ai)

## PUBLICATIONS ISO RELATIVES AU FLUORURE D'HYDROGÈNE ANHYDRE ET À L'ACIDE FLUORHYDRIQUE EN SOLUTION, À USAGE INDUSTRIEL

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b844bd5-c516-4ac4-8bb4-e18b2526e8d5/iso-3139-1976>

### FLUORURE D'HYDROGÈNE ANHYDRE

ISO 3137 – Échantillonnage.

ISO 3138 – Dosage des acides non volatils – Méthode titrimétrique.

ISO 3699 – Dosage de l'eau – Méthode de Karl Fischer.

ISO 3700 – Dosage de l'eau – Méthode conductimétrique.

ISO 3701 – Dosage de l'acide hexafluorosilicique – Méthode photométrique au molybdosilicate réduit.

ISO 3702 – Dosage du dioxyde de soufre – Méthode iodométrique.

### ACIDE FLUORHYDRIQUE EN SOLUTION

ISO 3139 – Échantillonnage et méthodes d'essai.

Page blanche

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

ISO 3139:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b844bd5-c516-4ac4-8bb4-e18b2526e8d5/iso-3139-1976>

Page blanche

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

ISO 3139:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b844bd5-c516-4ac4-8bb4-e18b2526e8d5/iso-3139-1976>