
Norme internationale



3700

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

Fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel — Dosage de l'eau — Méthode conductimétrique

Anhydrous hydrogen fluoride for industrial use — Determination of water content — Conductimetric method

Première édition — 1980-09-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3700:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/774d8de5-2f69-462c-8651-e643e5962a91/iso-3700-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/774d8de5-2f69-462c-8651-e643e5962a91/iso-3700-1980>

CDU 661.487 : 543.712 : 543.257.5

Réf. n° : ISO 3700-1980 (F)

Descripteurs : fluorure d'hydrogène, analyse chimique, dosage, eau, méthode conductimétrique.

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 3700 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie
Allemagne, R. F.	France	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suisse
Belgique	Inde	Tchécoslovaquie
Brésil	Israël	Thaïlande
Bulgarie	Italie	Turquie
Chili	Kenya	URSS
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Autriche

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel — Dosage de l'eau — Méthode conductimétrique

AVERTISSEMENT — Le fluorure d'hydrogène anhydre est un liquide extrêmement corrosif dont le point d'ébullition est 19,5 °C. Il attaque le verre, est très hygroscopique et 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

La présente Norme internationale spécifie une méthode conductimétrique de dosage de l'eau dans le fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel. Cette méthode est destinée aux contrôles de routine, comme variante de la méthode de référence de Karl Fischer spécifiée dans l'ISO 3699, mais elle peut conduire à une précision moindre.

2 Domaine d'application

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en eau comprise entre 0,01 et 0,4 % (m/m).

3 Références

ISO 3137, *Fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel — Échantillonnage.*

ISO 3138, *Fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel — Dosage des acides non volatils — Méthode titrimétrique.*

ISO 3699, *Fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel — Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer.*

4 Échantillonnage

Préparer l'échantillon pour laboratoire conformément à la méthode spécifiée dans la Section 1 de l'ISO 3137.

5 Principe

Mesurage de la conductivité du fluorure d'hydrogène anhydre à l'aide d'un conductimètre. Détermination de la teneur en eau correspondante à l'aide d'une courbe d'étalonnage en effectuant une correction pour la teneur en acides non volatils.

6 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.

6.1 Propanol-2.

6.2 Acide fluorhydrique, solution aqueuse à 40 % (m/m) environ.

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est toxique et corrosif. Éviter l'aspiration des vapeurs. Éviter le contact avec la peau, les yeux et les vêtements.

NOTE — 40 % est la concentration nominale des solutions d'acide fluorhydrique disponibles dans le commerce. Même si la concentration peut varier d'un échantillon à l'autre, l'expérience indique que pour le but de cette détermination, ces solutions sont néanmoins utilisables pour l'emploi dans l'essai de contrôle (chapitre 10).

6.3 Acide chloroplatinique, solution à 30 g/l environ.

Dissoudre 4,5 g d'acide chloroplatinique hexahydraté ($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) et 0,037 g d'acétate de plomb trihydraté [$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] dans 150 ml d'eau.

6.4 Acide sulfurique, solution à 10 % (m/m) environ.

Ajouter, avec précaution, 5,5 ml d'acide sulfurique ρ 1,84 g/ml environ à 80 ml d'eau environ et, après refroidissement, compléter le volume à 100 ml.

6.5 Chlorure de potassium, solution étalon de conductimétrie, c (KCl) = 0,01 mol/l.

Dissoudre $0,7455 \pm 0,0002$ g de chlorure de potassium sec, préalablement séché à 110 °C environ durant 2 h et refroidi en dessiccateur, dans 1 000 ml d'eau.

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.1 Raccord, fileté, en acier inoxydable, pour s'ajuster au cylindre d'échantillonnage (voir figure 1 et l'ISO 3137).

7.2 Tube d'adduction, en acier inoxydable (voir figure 1).

7.3 Conductimètre, couvrant l'intervalle 1 à 50 mS.

7.4 Élément de mesure (comme illustré à la figure 2) avec électrodes en platine platinées.

Les électrodes sont platinées ou replatinées de la façon suivante :

7.4.1 Nettoyer les électrodes en dégraissant, avec de l'éther diéthylique, les surfaces à plater, après les avoir éventuellement polies pour éliminer toutes irrégularités.

7.4.2 Plonger les électrodes dans la solution d'acide chloroplatinique (6.3) et procéder à une électrolyse durant 2 min dans un courant de 100 mA environ et sous un voltage de 4 à 5 V. Inverser la polarité et répéter l'électrolyse.

7.4.3 Rincer soigneusement les électrodes à l'eau.

7.4.4 Plonger les électrodes dans la solution d'acide sulfurique (6.4) et procéder à une nouvelle électrolyse durant 1 min en utilisant le même courant et le même voltage qu'en 7.4.2. Inverser la polarité et répéter l'électrolyse.

7.4.5 Rincer les électrodes, une première fois à l'eau, et ensuite avec de l'éther diéthylique pour les sécher complètement.

NOTE — Les systèmes de mesurage de la conductance sont disponibles dans le commerce et peuvent être utilisés à la place de l'appareillage spécifié en 7.3 et 7.4. Dans ce cas, suivre les instructions données par le producteur.

7.5 Flacon en polyéthylène, de capacité 250 ml, portant un trait de repère correspondant à 150 ml environ (voir figure 3).

NOTE — Les dimensions données à la figure 3 ne sont pas critiques.

7.6 Thermomètre, gradué en 0,1 °C, d'échelle permettant de couvrir la température ambiante. Le thermomètre devra être protégé de toute attaque du fluorure d'hydrogène par une gaine mince en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

8 Mode opératoire

8.1 Détermination de la constante de l'élément de mesure

Si la constante de l'élément de mesure n'est pas connue, la déterminer en utilisant l'électrode de l'élément de mesure (7.4) et le conductimètre (7.3) pour mesurer la conductance de la solution de chlorure de potassium (6.5) à $20,0 \pm 0,1$ °C.

Calculer la constante de l'élément de mesure (K) à l'aide de la formule

$$\frac{1,28}{C_m}$$

où

1,28 est la conductance spécifique, en millisiemens, de la solution de chlorure de potassium (6.5) à $20 \pm 0,1$ °C;

C_m est la conductance mesurée, en millisiemens, de la solution de chlorure de potassium (6.5) à $20 \pm 0,1$ °C.

8.2 Prise d'essai

Refroidir le cylindre d'échantillonnage (voir figure 1 et ISO 3137) à 10 à 15 °C. Enlever le bouchon fileté de l'une des extrémités du passage transversal et adapter le raccord fileté (7.1) au tube d'adduction (7.2) préalablement séché par chauffage à 105 °C, durant 1 h. Transvaser 150 ml environ de l'échantillon dans le flacon en polyéthylène (7.5) sec et propre et amener le flacon et son contenu à 15 ± 2 °C.

8.3 Mesurage de la conductance

Rincer l'élément de mesure (7.4) avec le propanol-2 (6.1), l'essuyer et le sécher soigneusement avec un papier filtre en prenant soin d'éviter de toucher les surfaces recouvertes de noir de platine. Plonger l'élément de mesure (7.4) dans la prise d'essai (8.2) et mesurer la conductance (C) à l'aide du conductimètre (7.3).

9 Expression des résultats

9.1 Calculer la conductance spécifique (C_s) par la formule

$$C \times K$$

où

C est la conductance, en millisiemens, de la solution d'essai déterminée comme indiqué en 8.3;

K est la constante de l'élément de mesure, déterminé comme indiqué en 8.1.

9.2 Au moyen du graphique (voir figure 4), déterminer le pourcentage en masse d'eau correspondant à la conductance spécifique C_s .

9.3 La teneur réelle, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$A - \frac{18 \times S}{98} = A - 0,18 S$$

où

A est la teneur en eau non corrigée, exprimée en pourcentage en masse, obtenue comme spécifié en 9.2;

S est la teneur en acides non volatils, exprimée en pourcentage en masse d'acide sulfurique, déterminée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 3138;

18 est la masse molaire relative de l'eau (H_2O);

98 est la masse molaire relative de l'acide sulfurique (H_2SO_4).

Exprimer le résultat à 0,01 % près.

10 Essai de contrôle

Au moins une fois par mois, effectuer un essai de contrôle en déterminant la teneur en eau avant et après l'addition d'une quantité connue de la solution d'acide fluorhydrique (6.2) à un

fluorure d'hydrogène anhydre dont la faible teneur en eau est connue afin d'obtenir une teneur totale en eau égale à 0,2 % (m/m) environ.

En variante, l'essai de contrôle peut être effectué par la méthode de référence (Karl Fischer) spécifiée dans l'ISO 3699. Si l'essai de contrôle diffère de la valeur présumée de plus de 10 %, ou si la réponse de l'électrode est lente, replatiner l'électrode comme spécifié en 7.4.

11 Procès-verbal d'essai

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

- a) type et identification du produit;
- b) référence de la méthode employée;
- 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.

ISO 3700:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/774d8de5-2f69-462c-8651-e643e5962a91/iso-3700-1980>

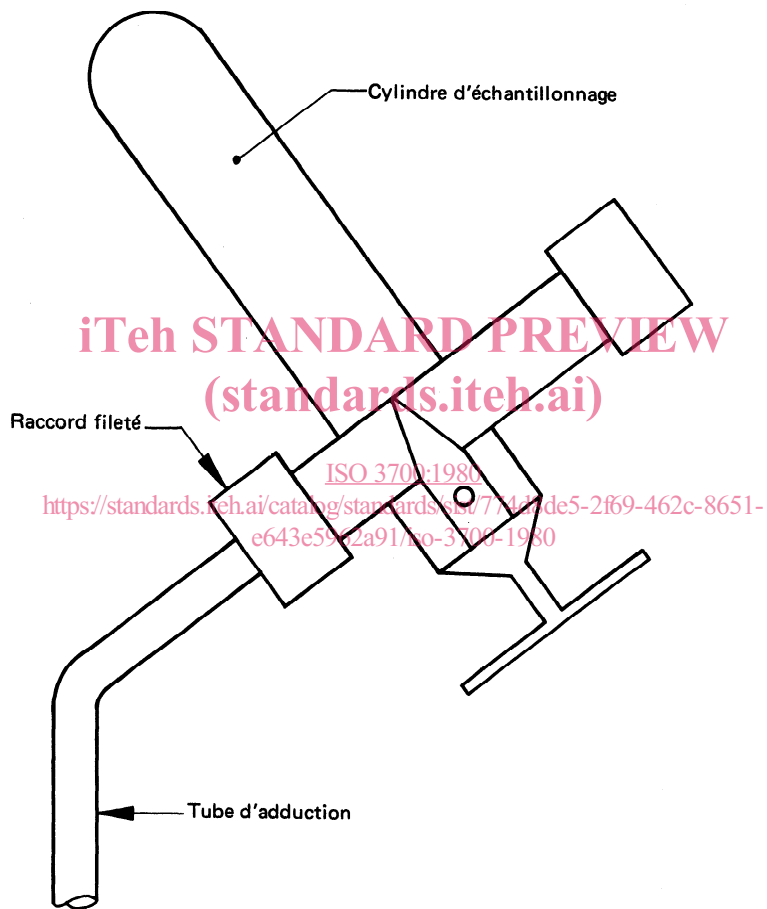


Figure 1 – Cylindre d'échantillonnage avec tube d'adduction

Dimensions en millimètres

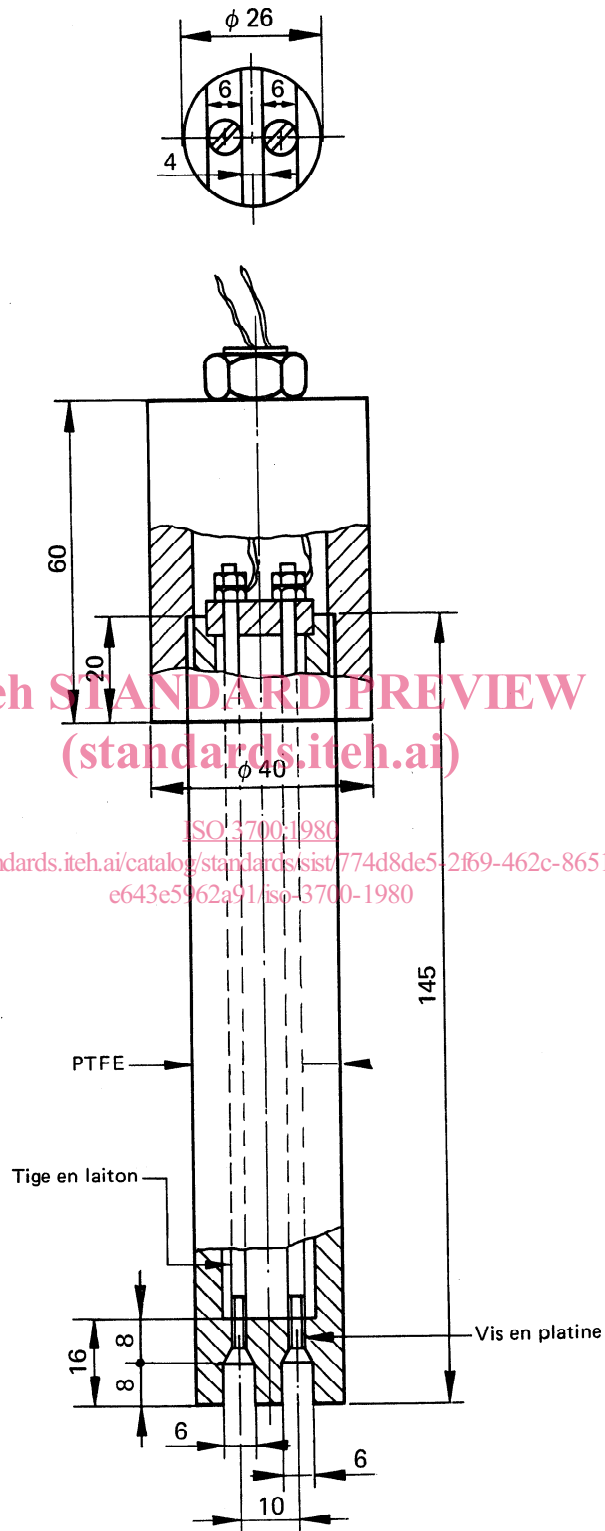


Figure 2 — Élément de mesure

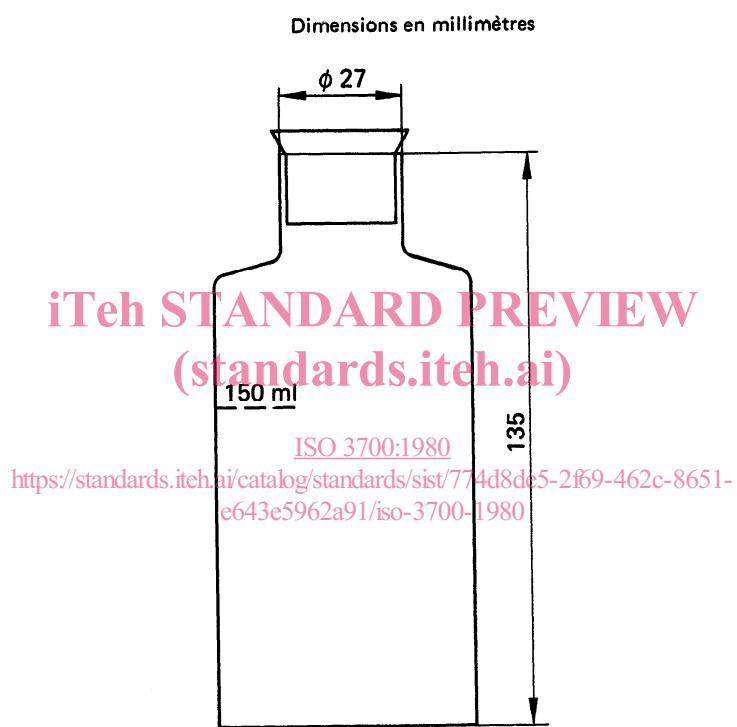


Figure 3 — Flacon en polyéthylène

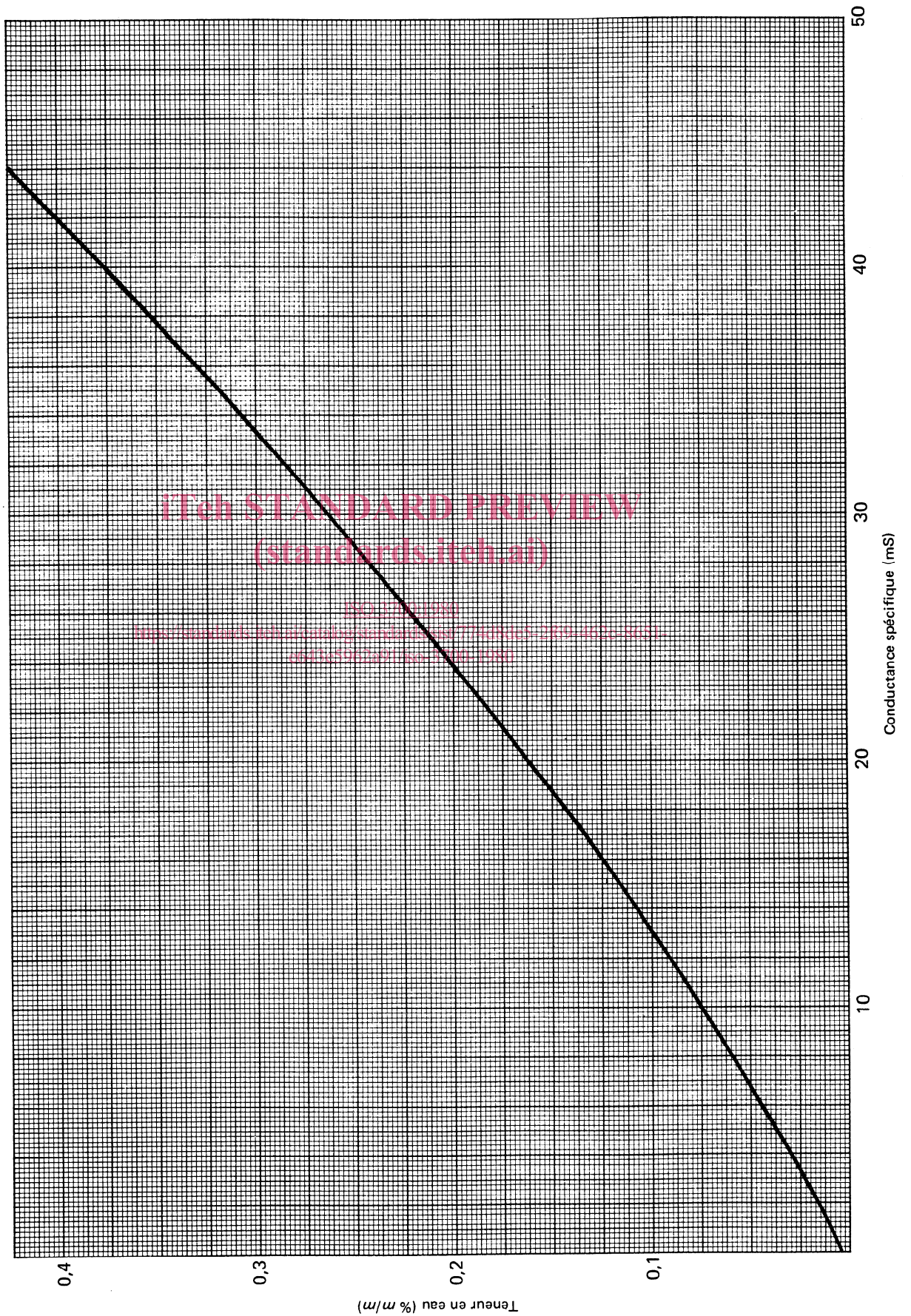


Figure 4 — Graphique de la conductance spécifique par rapport à la teneur en eau