
NORME INTERNATIONALE



3701

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

Fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel — Dosage de l'acide hexafluorosilicique — Méthode photométrique au molybdosilicate réduit

Anhydrous hydrogen fluoride for industrial use — Determination of hexafluorosilicic acid content — Reduced molybdosilicate photometric method

Première édition — 1976-06-15

(standards.iteh.ai)

ISO 3701:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f8fe077a-4516-4c1e-99d7-a181820a62fc/iso-3701-1976>

CDU 661.487 : 546.284'161-32 : 543.42

Réf. n° : ISO 3701-1976 (F)

Descripteurs : produit chimique, fluorure d'hydrogène, analyse chimique, dosage, acide fluorosilicique, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 4 pages

Fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel – Dosage de l'acide hexafluorosilicique – Méthode photométrique au molybdosilicate réduit

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 complémentaires.

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode photométrique au molybdosilicate réduit pour le dosage de l'acide hexafluorosilicique dans le fluorure d'hydrogène anhydre à usage industriel.

2 DOMAINE D'APPLICATION

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6) est comprise entre 0,01 et 0,2 % (*m/m*).

3 RÉFÉRENCE

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

4 ÉCHANTILLONNAGE

Pour la préparation de l'échantillon pour laboratoire et de l'échantillon pour essai, utiliser les méthodes spécifiées dans l'ISO 3137.

5 PRINCIPE

Formation du molybdosilicate oxydé (jaune), en milieu faiblement acide, en présence d'acide borique pour supprimer l'interférence du fluor. Réduction sélective de ce complexe, après addition d'acide sulfurique 9 N et d'acide oxalique pour éliminer l'interférence des phosphates. Mesurage photométrique du complexe coloré bleu à une longueur d'onde aux environs de 795 nm.

6 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.

Conserver tous les réactifs en flacons de polyéthylène et effectuer toutes les opérations dans des appareils du même matériau, à moins qu'il ne soit précisé différemment.

6.1 Acide sulfurique, solution 9 N environ.

6.2 Acide chlorhydrique, solution 2 N environ.

6.3 Acide borique, solution à 40 g/l.

6.4 Acide oxalique anhydre, solution à 100 g/l.

6.5 Molybdate d'ammonium, solution à 100 g/l.

Dissoudre 25 g de molybdate d'ammonium tétrahydraté $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dans 200 ml d'eau à 50 °C environ. Laisser refroidir à la température ambiante, transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume, homogénéiser et transvaser dans un flacon en polyéthylène.

Rejeter la solution lorsqu'un précipité apparaît.

6.6 Solution réductrice

6.6.1 Dissoudre 7 g de sulfite disodique anhydre (Na_2SO_3) dans 50 ml d'eau. Ajouter 1,5 g d'acide amino-4 hydroxynaphtalène-3 sulfonique-1 et dissoudre en triturant.

6.6.2 Dissoudre 90 g de disulfite disodique anhydre ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) dans 900 ml d'eau.

6.6.3 Mélanger les deux solutions 6.6.1 et 6.6.2 et compléter le volume à 1 000 ml. Filtrer, si nécessaire, et conserver la solution au frais et à l'abri de la lumière directe. Renouveler la solution tous les 15 à 20 jours.

6.7 Silice, solution étalon correspondant à 1,00 g d'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6) par litre.

Peser, à 0,001 g près, dans un creuset en platine, soit

- 0,417 g de silice (SiO_2) obtenue par calcination d'acide silicique pur (H_2SiO_3) à 1 000 °C jusqu'à masse constante (c'est-à-dire jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 1 mg) et refroidissement en dessiccateur;

soit

- 0,417 g de quartz pur, finement broyé et préalablement calciné durant 1 h à 1 000 °C puis refroidi en dessiccateur.

Ajouter, dans le creuset, 5 g de carbonate disodique anhydre. Bien mélanger, de préférence avec une spatule en platine, et faire fondre le tout, doucement. Laisser refroidir, ajouter de l'eau tiède, chauffer modérément jusqu'à dissolution complète, refroidir, transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Transvaser immédiatement dans un flacon en polyéthylène.

1 ml de cette solution contient l'équivalent de 1,00 mg de H_2SiF_6 .

Préparer au moins chaque mois une solution fraîche.

6.8 Silice, solution étalon correspondant à 20 mg d'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6) par litre.

Prélever 20,0 ml de la solution étalon de silice (6.7), les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient l'équivalent de 20 µg de H_2SiF_6 .

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

7 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

7.1 Spectrophotomètre, équipé de cuves de 2, 4 ou 5 cm de parcours optique, ou

7.2 Photocolorimètre, équipé des mêmes cuves et muni de filtres permettant une transmission maximale aux environs de 795 nm.

NOTE — Si de tels filtres ne sont pas disponibles, opérer à 680 nm environ et en cuves de 4 ou 5 cm de parcours optique.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Prise d'essai

Dans un bécher en polyéthylène de 100 ml, introduire une quantité de la solution d'essai préparée en suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 3137, ne contenant pas plus de 0,1 g de fluorure d'hydrogène. Déterminer la masse de cette prise d'essai à 0,001 g près.

8.2 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 que celles utilisées pour le dosage, à l'exception de la prise d'essai. L'absorbance de la solution de l'essai à blanc ne doit pas dépasser celle correspondant à 10 µg d'acide hexafluorosilicique. Dans le cas contraire, utiliser des réactifs de pureté supérieure.

8.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

8.3.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de quatre fioles jaugées de 100 ml, introduire les quantités de la solution étalon de silice (6.8) indiquées dans le tableau suivant :

Solution étalon de silice (6.8) ml	Masse correspondante d'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6) µg
0*	0
2,0	40
5,0	100
10,0	200

* Essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage.

8.3.2 Développement de la coloration

Diluer le contenu de chaque fiole à 20 ml avec de l'eau et ajouter, en agitant, 4 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.2), 35 ml de la solution d'acide borique (6.3) et laisser reposer durant 5 min. Ajouter ensuite 10 ml de la solution de molybdate d'ammonium (6.5), mélanger et laisser reposer durant 15 min.

Ajouter, en agitant, 5,0 ml de la solution d'acide oxalique (6.4), puis 20 ml de la solution d'acide sulfurique (6.1). Mélanger et ajouter 2 ml de la solution réductrice (6.6), compléter au volume et homogénéiser. Laisser reposer durant 15 à 25 min.

8.3.3 Mesures photométriques

À l'aide du spectrophotomètre (7.1) réglé à une longueur d'onde aux environs de 795 nm, ou du photocolorimètre (7.2) muni de filtres appropriés, effectuer les mesures photométriques en employant des cuves de 2 cm de parcours optique, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau.

8.3.4 Tracé de la courbe

Soustraire l'absorbance de l'essai à blanc des réactifs de la courbe d'étalonnage de celles des autres solutions témoins. Tracer un graphique en portant, par exemple, sur l'axe des abscisses, les quantités, en microgrammes, d'acide hexafluorosilicique contenues dans les solutions témoins, et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances.

NOTE – Pour les teneurs en acide hexafluorosilicique inférieures à 0,05 % (m/m), préparer la courbe d'étalonnage dans les mêmes conditions, sauf que les solutions témoins devront être préparées avec 0 – 2,0 – 4,0 et 5,0 ml de la solution étalon de silice (6.8), et les mesurages photométriques effectués en cuves de 4 ou 5 cm de parcours optique.

8.4 Dosage

Diluer la prise d'essai (8.1) à 20 ml avec de l'eau, ajouter, en agitant, 4 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.2) et 35 ml de la solution d'acide borique (6.3). Laisser reposer durant 5 min, ajouter 10 ml de la solution de molybdate d'ammonium (6.5), mélanger et laisser reposer durant 15 min.

NOTE – Les modalités opératoires prévues conduisent à une solution dont le pH, à ce stade est compris entre 1,0 et 1,2.

Ajouter, en agitant, 5,0 ml de la solution d'acide oxalique (6.4), puis 20 ml de la solution d'acide sulfurique (6.1).

Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 100 ml, homogénéiser, ajouter 2 ml de la solution réductrice (6.6), compléter au volume et homogénéiser.

Laisser reposer durant 15 à 25 min et effectuer les mesurages photométriques, à la même longueur d'onde que celle adoptée pour l'établissement de la courbe d'étalonnage, sur la solution d'essai et sur la solution de l'essai à blanc, en suivant les instructions spécifiées en 8.3.3, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'eau, dans des cuves de 2, 4 ou 5 cm, selon la teneur en acide hexafluorosilicique.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Au moyen de la courbe d'étalonnage (8.3), déterminer les masses de H_2SiF_6 correspondant aux absorbances de la solution d'essai et de celle de l'essai à blanc.

La teneur en acide hexafluorosilicique, exprimée en pourcentage en masse de H_2SiF_6 , est donnée par la formule

$$(m_1 - m_2) \times \frac{1}{10^6} \times \frac{100}{m_0 \times C/100} = \frac{m_1 - m_2}{100 m_0 \times C}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, d'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6), trouvée dans la solution d'essai;

m_2 est la masse, en microgrammes, d'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6), trouvée dans la solution de l'essai à blanc;

C est la concentration en fluorure d'hydrogène anhydre, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai (voir ISO 3137, chapitre 12).

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence de la méthode utilisée;
- 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 de toutes opérations facultatives.

ANNEXE

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

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3701:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f8fe077a-4516-4c1e-99d7-a181820a62fc/iso-3701-1976>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3701:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f8fe077a-4516-4c1e-99d7-a181820a62fc/iso-3701-1976>