

NORME INTERNATIONALE

ISO
4802-2

Première édition
1988-12-15



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

Verrerie — Résistance hydrolytique des surfaces internes des récipients en verre —

Partie 2 :

Détermination par spectrométrie de flamme
et classification

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Glassware — Hydrolytic resistance of the interior surfaces of glass containers —
Part 2 : Determination by flame spectrometry and classification — 1988

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4802-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*.

Les Normes internationales ISO 4802-1 et ISO 4802-2 annulent et remplacent la Norme internationale ISO 4802 : 1982, dont elles constituent une révision technique.

L'ISO 4802 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Verrerie — Résistance hydrolytique des surfaces internes des récipients en verre* :

- *Partie 1 : Détermination par analyse titrimétrique et classification*
- *Partie 2 : Détermination par spectrométrie de flamme et classification*

Introduction

La présente partie de l'ISO 4802 est basée principalement sur des méthodes d'essai approuvées par le comité technique 2, *Résistance chimique et analyse*, de la Commission internationale du verre, pour la détermination de la résistance hydrolytique des surfaces internes des récipients en verre.

La présente partie de l'ISO 4802 contient une classification apparentée à la classification mentionnée dans ISO 4802-1 et obtenue par analyse titrimétrique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 4802-2:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8491d331-472a-497c-87d3-fe652808dbe6/iso-4802-2-1988)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8491d331-472a-497c-87d3-fe652808dbe6/iso-4802-2-1988>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4802-2:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8491d331-472a-497c-87d3-fe652808dbe6/iso-4802-2-1988>

Verrerie — Résistance hydrolytique des surfaces internes des récipients en verre —

Partie 2 : Détermination par spectrométrie de flamme et classification

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4802 prescrit

a) des méthodes de la détermination de la résistance hydrolytique des surfaces internes des récipients en verre lorsqu'ils sont soumis à l'attaque de l'eau à $121\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ durant $60\text{ min} \pm 1\text{ min}$. La résistance hydrolytique est mesurée par détermination de la quantité d'oxyde de sodium et d'autres d'oxydes alcalins ou alcalino-terreux dans la solution d'extraction par spectrométrie d'absorption atomique de flamme ou d'émission de flamme (spectrométrie de flamme);

b) une classification des récipients en verre selon la résistance hydrolytique des surfaces internes déterminée par les méthodes spécifiées dans la présente partie de l'ISO 4802.

NOTE — La classe HC de résistance hydrolytique de récipient obtenue par spectrométrie de flamme est comparable avec la classe HC obtenue conformément à l'ISO 4802-1, quoique les valeurs d'un essai isolé ne soient pas égales.

2 Applicabilité

La présente partie de l'ISO 4802 est applicable aux récipients tels que bouteilles, petits flacons, ampoules, flacons, béchers, etc. fabriqués par exemple en verre de silicate sodocalcique dont la surface est traitée ou non, en verre borosilicaté ou neutre.

La présente partie de l'ISO 4802 ne s'applique pas aux ampoules à deux pointes.

3 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 4802. Au moment de la publication de la présente partie de l'ISO 4802, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision

et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 4802 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : Spécifications générales.*

ISO 385-2 : 1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 2 : Burettes sans temps d'attente.*

ISO 719 : 1985, *Verre — Résistance hydrolytique du verre en grains à 98 °C — Méthode d'essai et classification.*

ISO 720 : 1985, *Verre — Résistance hydrolytique du verre en grains à 121 °C — Méthode d'essai et classification.*

ISO 1042 : 1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696 : 1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 3819 : 1985, *Verrerie de laboratoire — Béchers.*

4 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 4802, les définitions suivantes s'appliquent.

4.1 récipient : Tout article fabriqué en verre borosilicaté, neutre ou verre de silicate sodocalcique, tel que bouteilles, petits flacons, ampoules et articles destinés particulièrement au laboratoire ou à usage pharmaceutique, qui peut être rempli.

4.2 verre borosilicaté : Verre silicaté contenant entre 5 % et 13 % (*m/m*) d'oxyde de bore, et ayant une résistance au choc thermique élevée et une très grande résistance hydrolytique due à sa composition.

Les récipients fabriqués avec ce verre sont conformes à la classe de résistance hydrolytique de récipient HC 1 définie par la présente Norme internationale.

4.3 verre neutre : Verre silicaté contenant des quantités importantes d'oxyde de bore, habituellement entre 5 % et 13 % (*m/m*), des oxydes d'aluminium et/ou d'alcalino-terreux, et ayant une très grande résistance hydrolytique due à sa composition.

Les récipients fabriqués avec ce verre sont conformes à la classe de résistance hydrolytique de récipient HC 1 définie par la présente Norme internationale.

4.4 verre de silicate sodocalcique : Verre silicaté contenant jusqu'à environ 15 % (*m/m*) d'oxydes alcalins, principalement de l'oxyde de sodium, et jusqu'à environ 15 % (*m/m*) d'oxydes alcalino-terreux, principalement de l'oxyde de calcium.

Les récipients fabriqués avec ce verre auront une faible résistance hydrolytique due à la composition chimique du verre, et sont conformes à la classe de résistance hydrolytique de récipient HC 3 ou HC D. Après traitement de surface (voir 4.5), les récipients en verre de silicate sodocalcique de classe de résistance hydrolytique de récipient HC 3 auront une très grande résistance hydrolytique, due au traitement, et sont conformes à la classe de résistance hydrolytique de récipient HC 2.

4.5 traitement de surface : Traitement de la surface interne des récipients en verre de silicate sodocalcique avec des réactifs, en vue d'obtenir une surface exempte d'alcalins et de produire un abaissement significatif de la libération d'ions alcalins (et d'ions alcalino-terreux).

4.6 capacité de débordement : Volume d'eau nécessaire pour remplir un récipient, placé sur une surface plane et horizontale, jusqu'à ce que le ménisque atteigne exactement la réglette d'arasement (voir 7.7).

4.7 volume de remplissage : Volume d'eau à introduire dans l'échantillon d'essai. Pour les petits flacons, les bouteilles et les récipients avec bec, il est défini comme étant le volume correspondant à 90 % de la capacité de débordement. Pour les ampoules, il est défini comme étant le volume jusqu'à la hauteur où le corps de l'ampoule se resserre au niveau de l'épaulement (voir figure 2).

4.8 petit flacon : Petit récipient à fond plat, fabriqué à partir de tube de verre ou moulé, ayant normalement une forte épaisseur et une capacité allant jusqu'à environ 50 ml.

NOTE — Les petits flacons sont normalement bouchés avec une fermeture faite en un matériau autre que le verre, et non par scellage à la flamme.

4.9 flacon : Récipient à fond plat, fabriqué à partir de verre moulé, ayant normalement une forte épaisseur et une capacité habituellement supérieure à 50 ml.

Les flacons peuvent être cylindriques ou de section transversale ayant d'autres formes géométriques.

NOTE — Les flacons sont normalement bouchés avec une fermeture faite en un matériau autre que le verre, et non par scellage à la flamme.

4.10 ampoule : Récipient normalement à fond plat, fabriqué à partir de tube de faible épaisseur, et ayant des corps de plusieurs formes différentes.

Les ampoules sont destinées à être fermées après remplissage par scellage à la flamme. Leur capacité atteint normalement jusqu'à 25 ml.

Les deux types d'ampoules sont les ampoules ouvertes et les ampoules obturées (voir figure 1).

5 Principe

Les méthodes d'essai sont des essais de surface normalement applicable sur les récipients en verre tels quels.

Remplissage des récipients soumis à l'essai avec une eau spécifiée, jusqu'à une capacité déterminée, bouchage avec une coiffe amovible et chauffage dans des conditions définies. Mesurage du degré de l'attaque hydrolytique par spectrométrie de flamme des solutions d'extraction.

6 Réactifs

Au cours de l'essai, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.1 Eau pour essai, correspondant à de l'eau de qualité 1 ou de qualité 2, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3696.

6.2 Acide chlorhydrique, solution, $c(\text{HCl}) \approx 2 \text{ mol/l}$.

6.3 Acide chlorhydrique, solution, $c(\text{HCl}) \approx 6 \text{ mol/l}$ ($\approx 1 + 1$).

6.4 Acide fluorhydrique, $c(\text{HF}) \approx 22 \text{ mol/l}$ (c'est-à-dire solution à $\approx 400 \text{ g/l}$ de HF).

6.5 Eau distillée ou eau de pureté équivalente (eau de qualité 3, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3696).

6.6 Solution tampon spectrochimique (solution de chlorure de césium, CsCl).

Dissoudre 80 g de CsCl dans environ 300 ml d'eau pour essai (6.1), ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.3) et transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml (7.3). Diluer au volume avec de l'eau pour essai (6.1) et homogénéiser.

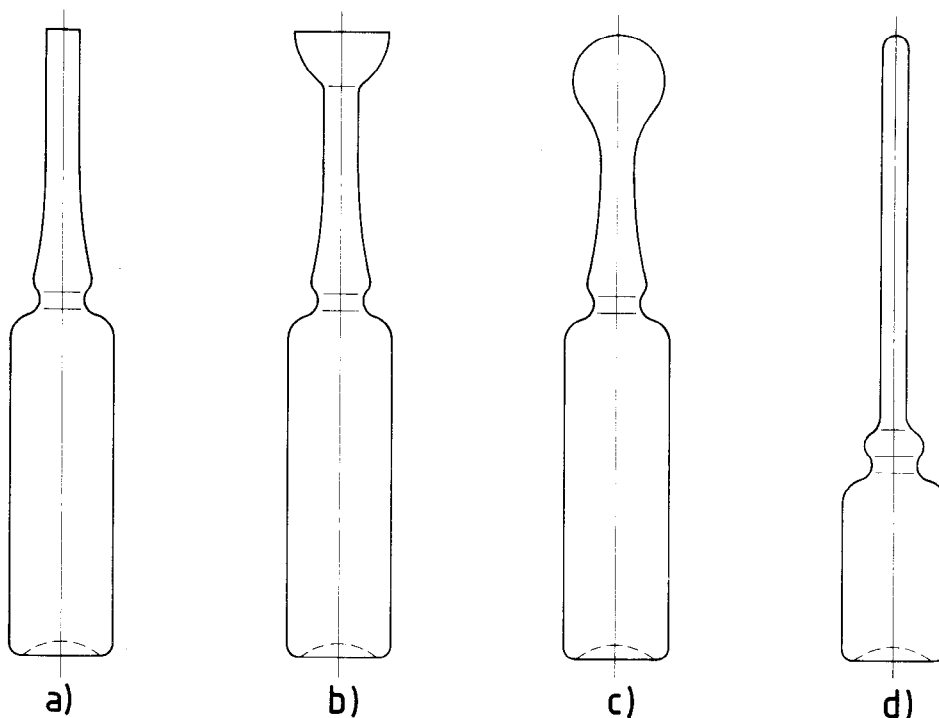


Figure 1 — Exemples d'ampoules types ouvertes [a) et b)] et obturées [c) et d)]

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 4802-2:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8491d331-472a-497c-87d3-f6652808dbe6/iso-4802-2-1988>

6.7 Solutions mères

6.7.1 Sécher les chlorures de sodium et de potassium et le carbonate de calcium à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ durant 2 h. Préparer des solutions mères aqueuses, en utilisant de l'eau pour essai (6.1), directement à partir des chlorures et du carbonate de calcium par dissolution dans un excès juste suffisant d'acide chlorhydrique, de façon que toutes les solutions contiennent, respectivement, 1 mg/ml d'oxyde de sodium, d'oxyde de potassium et d'oxyde de calcium.

6.7.2 Des solutions étalons disponibles dans le commerce peuvent également être utilisées.

6.8 Solutions étalons

6.8.1 Préparer des solutions étalons en diluant les solutions mères (6.7) avec de l'eau pour essai (6.1), pour obtenir les concentrations appropriées pour la préparation des solutions d'étalonnage selon une procédure convenable, par exemple avec des concentrations de, respectivement, 20 µg/ml d'oxyde de sodium, d'oxyde de potassium et d'oxyde de calcium.

6.8.2 Des solutions étalons disponibles dans le commerce peuvent également être utilisées.

6.9 Solutions témoins

Les solutions témoins pour établir la courbe d'étalonnage (gamme d'étalonnage) doivent être préparées en diluant les solutions étalons (6.8) concentrées appropriées avec de l'eau pour essai (6.1). Elles doivent couvrir normalement le maximum du domaine de mesurage des éléments spécifiques, selon l'appareil utilisé pour le mesurage. Les domaines de concentration type des solutions témoins sont :

- pour la détermination par spectrométrie d'émission de flamme (SEF) de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium : jusqu'à 10 µg/ml
- pour la détermination par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme (SAAF) de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium : jusqu'à 3 µg/ml
- pour la détermination par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme (SAAF) de l'oxyde de calcium : jusqu'à 7 µg/ml

Pour le mesurage des récipients des classes de résistance hydrolytique de récipient HC 1, HC 2 ou HC B (verre borosilicaté ou verre hautement résistant), les solutions d'étalonnage doivent être utilisées sans addition de solution tampon spectrochimique (6.6).

Pour le mesurage des récipients des classes de résistance hydrolytique de récipient HC 3 ou HC D (verre de silicate sodocalcique) les solutions d'étalonnage doivent contenir 5 % (V/V) de la solution tampon spectrochimique (6.6).

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.1 Autoclave ou stérilisateur à vapeur, capable de supporter une pression d'au moins $2,5 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ * et permettant de réaliser le cycle de chauffage spécifié en 9.2. Il doit, de préférence, être muni d'un régulateur de pression constante ou de tout autre dispositif susceptible de maintenir la température à $121 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$. La chambre doit avoir un diamètre interne d'au moins 300 mm et doit être munie d'un système de chauffage, d'un thermomètre ou d'un thermocouple étalonné, d'un manomètre, d'une soupape de sécurité, d'un robinet d'évent et d'un ratelier pour maintenir les récipients.

La chambre de l'autoclave et les accessoires doivent être soigneusement nettoyés avant utilisation.

7.2 Burettes, de capacité appropriée en fonction de la méthode analytique utilisée et satisfaisant aux spécifications de la classe A de l'ISO 385-2, et en verre de résistance hydrolytique des grains de la classe HGA 1 de l'ISO 720¹⁾.

7.3 Fioles jaugées à un trait, de capacité 1 000 ml et satisfaisant aux spécifications de la classe A de l'ISO 1042.

7.4 Bain d'eau, réglable à environ 80 °C.

7.5 Spectromètre d'absorption atomique de flamme (SAAF) ou d'émission de flamme (SEF).

Les appareils de SAAF doivent être munis de sources de raies pour le sodium, le potassium et le calcium; ils doivent être équipés d'un distributeur de gaz air/propane ou air/acétylène et de brûleurs pour le dosage du sodium et du potassium, ainsi que d'un distributeur de gaz protoxyde d'azote/acétylène et d'un brûleur pour le dosage du calcium.

Les appareils de SEF doivent être équipés de distributeurs de gaz air/propane ou air/acétylène et de brûleurs pour le dosage du sodium et du potassium.

7.6 Bêchers, de capacité appropriée et satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3819.

Avant emploi, chaque nouveau bécher doit être soumis aux conditions de prétraitement en autoclave décrites en 9.2.

7.7 Réglettes d'arasement (pour le mesurage de la capacité de débordement des petits flacons et flacons), en matériau rigide, inerte et transparent de n'importe quelle forme appropriée, ayant un trou central de diamètre d'environ 5 mm. La réglette d'arasement doit être de taille suffisante pour bien s'adapter et couvrir complètement la surface de bouchage du récipient dont la capacité de débordement doit être mesurée.

8 Préparation de l'échantillon

8.1 Taille de l'échantillon

Pour chaque capacité de récipient soumis à l'essai, le nombre de récipients soumis à l'essai séparément est spécifié dans le tableau 1.

Tableau 1 — Nombre de récipients pour la détermination de la résistance hydrolytique par spectrométrie de flamme

Capacité [volume correspondant au volume de remplissage (voir 8.2)] ml	Nombre de récipients soumis à l'essai séparément	Récipients supplémentaires pour essai préliminaire souhaité
Jusqu'à 2 inclus	20	2
Au-dessus de 2 et jusqu'à 5 inclus	15	2
Au-dessus de 5 et jusqu'à 30 inclus	10	2
Au-dessus de 30 et jusqu'à 100 inclus	5	1
Au-dessus de 100	3	1

8.2 Détermination du volume de remplissage

8.2.1 Récipients à fond plat de capacité jusqu'à 30 ml (sauf les ampoules)

Choisir six récipients au hasard dans le lot d'échantillons et les vider de toute saleté ou débris d'emballage en les secouant. Placer chacun des récipients, sec, sur une surface plane et horizontale, puis amener à la température de $22 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$. Couvrir chacun des récipients avec une réglette d'arasement (7.7), en plaçant le trou presque au centre de l'ouverture du récipient. À l'aide d'une burette (7.2) contenant de l'eau distillée (6.5) à $22 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$, remplir chaque récipient en passant à travers le trou de la réglette d'arasement, jusqu'à ce que le ménisque arrive juste au niveau du fond du trou. S'assurer qu'il n'y a aucune bulle d'air emprisonnée à l'interface de l'eau et de la réglette d'arasement. Lire ensuite, avec deux chiffres significatifs après la virgule, le volume d'eau introduit à l'aide de la burette. Ce volume correspond à la capacité de débordement du récipient.

Calculer la valeur moyenne des résultats obtenus avec les six récipients. Calculer ensuite, avec un chiffre significatif après la virgule, 90 % de cette capacité moyenne de débordement. Ce volume est le volume de remplissage pour le lot particulier d'échantillons.

8.2.2 Récipients à fond plat de capacité supérieure ou égale à 30 ml

Choisir six récipients (de capacité inférieure ou égale à 100 ml) ou trois récipients (de capacité supérieure à 100 ml) au hasard dans le lot d'échantillons et les vider de toute saleté ou débris d'emballage en les secouant. Amener les récipients secs à la température de $22 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$. Couvrir chaque récipient avec

* $2,5 \times 10^5 \text{ N/m}^2 = 0,25 \text{ MPa} = 2,5 \text{ bar}$

1) Le verre de résistance hydrolytique des grains de la classe ISO 719-HGB 1 satisfait pratiquement aux spécifications de la classe HGA 1 de l'ISO 720.

une réglette d'arasement (7.7) et peser chaque récipient vide et couvert à 0,1 g près. Enlever la réglette d'arasement et remplir le récipient presque jusqu'au sommet avec de l'eau distillée (6.5) à $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, puis le couvrir de nouveau avec sa réglette d'arasement, de façon que le trou soit placé presque au centre de l'ouverture du récipient. Poursuivre le remplissage du récipient avec de l'eau distillée à $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, en utilisant une burette (7.2) et en passant à travers le trou de la réglette d'arasement comme indiqué en 8.2.1.

Peser le récipient rempli, avec sa réglette d'arasement, à 0,1 g près et calculer la masse d'eau, en grammes, contenue dans le récipient.

Calculer la valeur moyenne des résultats obtenus avec les six récipients et exprimer le résultat en millilitres d'eau; cette valeur est la capacité moyenne de débordement des récipients.

Calculer ensuite, avec un chiffre significatif après la virgule, 90 % de cette capacité moyenne de débordement. Ce volume est le volume de remplissage pour le lot particulier d'échantillons.

8.2.3 Récipients à fond rond (sauf les ampoules)

Choisir six récipients (de capacité inférieure ou égale à 100 ml) ou trois récipients (de capacité supérieure à 100 ml) au hasard dans le lot d'échantillons et les vider de toute saleté ou débris d'emballage en les secouant. Amener les récipients, secs, à la température de $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Fixer verticalement chacun des récipients dans un dispositif approprié et déterminer la capacité de débordement selon, respectivement, 8.2.1 ou 8.2.2.

Calculer ensuite, avec un chiffre significatif après la virgule, 90 % de la capacité moyenne de débordement. Ce volume est le volume de remplissage pour le lot particulier d'échantillons.

8.2.4 Récipients avec bec

Placer une bande adhésive de plastique autour du bord des récipients de façon que la bande enveloppant le bec soit au niveau du rebord. Peser chaque récipient avec la réglette d'arasement (7.7) mise en place, remplir alors et peser de nouveau comme décrit en 8.2.2, sans retirer la réglette d'arasement.

8.2.5 Ampoules

Placer au moins six ampoules sèches, amenées à la température de $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, sur une surface plane et horizontale et les remplir, à l'aide d'une burette (7.2), avec de l'eau distillée (6.5) portée à la même température, jusqu'à ce que l'eau atteigne le point A où le corps de l'ampoule se resserre à l'épaulement (voir figure 2). Lire les capacités, avec deux chiffres significatifs après la virgule, et calculer la valeur moyenne.

Ce volume, exprimé avec un chiffre significatif après la virgule, est le volume de remplissage et doit être celui de toutes les ampoules du même lot.

9 Mode opératoire

Ce mode opératoire doit être appliqué en une seule journée de travail.

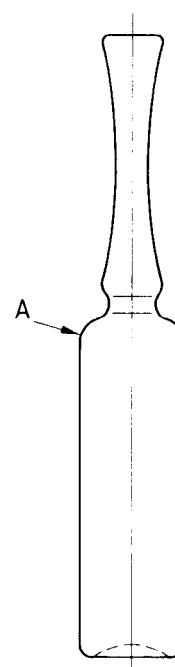


Figure 2 — Volume de remplissage des ampoules (jusqu'au point A)

9.1 Nettoyage des échantillons

Ce procédé de nettoyage doit être terminé dans un temps compris entre 20 min et 25 min à partir du premier rinçage.

Enlever de chaque échantillon ouvert tous les débris provenant de l'emballage, ou la poussière accumulée durant le stockage ou le transport. Rincer soigneusement chaque échantillon au moins deux fois avec de l'eau distillée (6.5) à la température ambiante, puis le laisser reposer, rempli de l'eau distillée. Immédiatement avant l'essai, vider les échantillons, rincer une fois avec de l'eau distillée et une fois avec de l'eau pour essai (6.1). Laisser l'eau s'écouler complètement.

Les ampoules fermées doivent être chauffées dans un bain d'eau ou à l'étuve à environ 50 °C durant environ 2 min, avant leur ouverture. Elles ne doivent pas être rincées avant l'essai.

9.2 Remplissage et chauffage

Remplir chaque récipient, choisi comme échantillon conformément à 8.1 et nettoyé conformément à 9.1, à son volume de remplissage avec l'eau pour essai (6.1), à l'aide d'un dispositif de mesure volumétrique approprié.

Chaque récipient, y compris les ampoules, doit être légèrement coiffé d'un matériau inerte, par exemple, par des petits flacons ou des béciers renversés (7.6) de dimensions telles que leur fond s'adapte bien sur les bords des échantillons, par exemple les ampoules seront coiffées d'une feuille propre d'aluminium.