
**Verre et verrerie — Analyse des solutions
d'attaque —**

Partie 2:

**Dosage de l'oxyde de sodium et de l'oxyde
de potassium par spectrométrie d'émission de
flamme ou d'absorption dans la flamme**

ISO 10136-2:1993

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7819f437-d1ad-49c6-a4e0-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7819f437-d1ad-49c6-a4e0-728a422f5b1a/iso-10136-2-1993)

[728a422f5b1a/iso-10136-2-1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7819f437-d1ad-49c6-a4e0-728a422f5b1a/iso-10136-2-1993)

Glass and glassware — Analysis of extract solutions —

*Part 2: Determination of sodium oxide and potassium oxide by flame
spectrometric methods*



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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10136-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*, sous-comité SC 5, *Qualité de la verrerie*.

L'ISO 10136 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Verre et verrerie — Analyse des solutions d'attaque*:

- *Partie 1: Dosage du dioxyde de silicium par spectrométrie d'absorption moléculaire*
- *Partie 2: Dosage de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium par spectrométrie d'émission de flamme ou d'absorption dans la flamme*
- *Partie 3: Dosage de l'oxyde de calcium et de l'oxyde de magnésium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme*
- *Partie 4: Dosage de l'oxyde d'aluminium par spectrométrie d'absorption moléculaire*
- *Partie 5: Dosage de l'oxyde de fer(III) par spectrométrie d'absorption moléculaire et par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme*
- *Partie 6: Dosage de l'oxyde de bore(III) par spectrométrie d'absorption moléculaire*

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 10136 est donnée uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10136-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7819f437-d1ad-49c6-a4e0-728a422f5b1a/iso-10136-2-1993>

Introduction

Les classifications du verre ou de la verrerie, dans les normes nationales ou internationales et dans les diverses pharmacopées, ont reposé pendant de nombreuses années sur le titrage de solutions d'attaque avec un acide minéral dilué. Ces solutions peuvent contenir, en plus des oxydes de métaux alcalins (sodium et potassium) des oxydes de métaux alcalino-terreux (calcium et magnésium) qui interviennent également dans le titrage à l'acide. Le résultat du titrage est donc en réalité la teneur totale en substances alcalines de la solution, qui est cependant exprimée en masse équivalente d'oxyde de sodium. L'apparition de techniques plus modernes telles que la spectrométrie d'émission de flamme ou d'absorption atomique dans la flamme, de plus en plus largement utilisées au cours des dernières années, rend aujourd'hui possible le dosage spécifique du sodium et du potassium dans les solutions d'attaque. Ceci présente un intérêt certain pour de nombreuses études générales de durabilité des verres. La présente méthode d'essai a été mise au point et appliquée à des solutions d'attaque réelles ou simulées au cours d'un essai interlaboratoires mené à l'échelle internationale par le Comité technique 2, Résistance chimique et analyse, de la Commission internationale du verre (ICG). Ont participé à cet essai circulaire 21 analystes de 15 laboratoires différents.

La conclusion finale de l'essai a été qu'il est inutile d'utiliser un tampon spectrochimique pour les solutions d'attaque à très faible teneur en sodium et potassium (obtenues à partir de verre borosilicaté par exemple), et qu'il suffit d'ajouter du chlorure de césium aux autres solutions d'attaque aqueuses (voir [5] dans l'annexe A).

Les techniques spectrométriques décrites dans la présente partie de l'ISO 10136 ont été déclarées satisfaisantes pour le dosage des deux oxydes de métaux alcalins dans les solutions d'attaque.

Les résultats des études de turbidité, notamment dans les solutions d'essai du verre en grains, ont montré la nécessité de faire précéder l'analyse d'une acidification, afin de dissoudre les hydroxydes et/ou carbonates éventuellement présents. Ceci est réalisé au moyen de solutions tampons spectroscopiques, généralement fortement acides, ou par addition d'acides.

Verre et verrerie — Analyse des solutions d'attaque —

Partie 2:

Dosage de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium par spectrométrie d'émission de flamme ou d'absorption dans la flamme

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10136 prescrit des méthodes d'analyse quantitative du sodium et du potassium, sous forme d'oxyde de sodium (Na_2O) et d'oxyde de potassium (K_2O), libérés dans les solutions d'attaque au cours des essais de résistance hydrolytique, par spectrométrie dans la flamme fondée sur le mesurage de l'émission atomique (spectrométrie d'émission de flamme) ou de l'absorption atomique (spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme).

La présente partie de l'ISO 10136 s'applique à l'analyse des solutions d'attaque obtenues à partir des verres ou articles en verre de toutes natures, notamment les articles pour laboratoire ou à usage pharmaceutique constitués par exemple de verre borosilicaté (tel que le verre borosilicaté 3.3 selon l'ISO 3585), de verre neutre ou de verre silico-sodocalcique tel que défini dans l'ISO 4802^[3]^[4], les emballages pour boissons et produits alimentaires, la vaisselle et les articles de cuisson. La solution d'attaque peut être obtenue soit à partir d'articles en verre, par la méthode décrite dans dans l'ISO 4802 par exemple, soit à partir du verre en tant que matériau, par la méthode décrite dans l'ISO 719^[1] ou l'ISO 720^[2] par exemple. La méthode d'essai est en outre applicable aux solutions d'attaque obtenues par toute méthode de détermination de la résistance hydrolytique du verre ou de la verrerie.

2 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 10136. Au moment de la publication, 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 10136 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 385-2:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 2: Burettes sans temps d'attente.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 835-1:1981, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 835-2:1981, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 2: Pipettes sans temps d'attente.*

ISO 835-3:1981, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 3: Pipettes avec temps d'attente de 15 s.*

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

ISO 3585:1991, *Verre borosilicaté 3.3 — Propriétés.*

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

ISO 6955:1982, *Méthodes d'analyse par spectroscopie — Émission de flamme, absorption atomique et fluorescence atomique — Vocabulaire*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 10136, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 solution d'attaque: Solution aqueuse obtenue en faisant réagir du verre avec de l'eau dans des conditions spécifiques.

3.2 solution de dosage: Solution effectivement utilisée pour mesurer la concentration de l'analyte. Il peut s'agir de la solution d'attaque non diluée, diluée, ou modifiée.

3.3 analyte: Élément ou constituant à doser.

3.4 solution mère: Solution de composition appropriée contenant l'analyte, sous forme d'oxyde, à une concentration connue et élevée.

3.5 solution étalon: Solution contenant l'analyte, sous forme d'oxyde, à une concentration connue convenable pour la préparation des solutions de référence (d'étalonnage).

3.6 gamme d'étalonnage: Série de solutions de référence simples ou synthétiques contenant l'analyte à des concentrations diverses. Le terme zéro de la série est, en principe, la solution dans laquelle la concentration de l'analyte est nulle. [ISO 6955]

3.7 spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF): Technique de dosage d'éléments chimiques fondée sur le mesurage de l'absorption de rayonnements photoniques spécifiques par des atomes en phase vapeur dans une flamme.

3.8 spectrométrie d'émission de flamme (SEF): Méthode de dosage d'éléments chimiques fondée sur le mesurage de l'intensité de l'émission de rayonnements photoniques spécifiques par des atomes ou des molécules dans une flamme. [ISO 6955]

3.9 spectrométrie d'émission de flamme avec filtre (SEF avec filtre): Méthode semblable à la spectrométrie d'émission de flamme (3.8) utilisant des filtres pour la sélection des raies de détection.

3.10 solution tampon spectrochimique: Solution d'une ou plusieurs substance(s) que l'on ajoute aux solutions de dosage et de référence afin de réduire les perturbations au cours des mesurages spectrochimiques dans la flamme.

3.11 domaine de mesure optimal: Domaine de concentrations d'un analyte en solution dans lequel la relation entre absorption (ou émission) et concentration est linéaire.

4 Principe

Nébulisation de la solution d'attaque à analyser dans la flamme du brûleur d'un spectromètre d'émission ou d'absorption avec, si nécessaire, addition d'une solution tampon spectrochimique, ou dans la flamme d'un spectromètre d'émission de flamme avec filtre sans addition de tampon. En spectrométrie d'émission de flamme ou d'absorption atomique dans la flamme, dosage du sodium et du potassium par comparaison de leurs raies respectives (589,0 nm et 766,5 nm) avec celles obtenues pour une série de solutions de référence. En spectrométrie d'émission de flamme avec filtre, utilisation des filtres spécifiques destinés au dosage du sodium et du potassium.

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser au cours de l'analyse, uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 1 ou 2 selon l'ISO 3696.

Lorsque les acides ou l'hydroxyde d'ammonium sont simplement désignés par leur nom ou leur formule chimique, il est entendu qu'il s'agit des réactifs concentrés. Dans des solutions diluées, leur concentration est exprimée sous la forme d'un rapport indiquant le nombre de volumes de réactif concentré à ajouter à un nombre donné de volumes d'eau. L'expression 1 + 3, par exemple, signifie qu'il faut diluer un volume de réactif concentré dans trois volumes d'eau.

Les solutions titrées pour spectrométrie vendues dans le commerce peuvent être utilisées pour préparer les solutions mères ou étalons.

5.1 Acide chlorhydrique (HCl), $\rho = 1,19$ g/ml.

5.1.1 Acide chlorhydrique (HCl) dilué à 1 + 1.

5.1.2 Acide chlorhydrique (HCl) dilué à 1 + 12.

5.2 Chlorure de césium (CsCl).

5.3 Solution tampon spectrochimique, solution de chlorure de césium.

Dissoudre 40 g de chlorure de césium (5.2) dans de l'eau, ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (5.1) et transvaser dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.4). Compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser. Conserver la solution tampon spectrochimique dans un flacon de verre borosilicaté pré-traité (6.3).

5.4 Chlorure de sodium (NaCl).

Sécher pendant au moins 1 h à 110 °C, laisser refroidir et conserver dans un dessiccateur.

5.5 Chlorure de potassium (KCl).

Sécher pendant au moins 1 h à 110 °C, laisser refroidir et conserver dans un dessiccateur.

5.6 Oxyde de sodium, solution mère.

Utiliser une solution titrée du commerce ou procéder comme suit.

Dissoudre 1,885 8 g de chlorure de sodium (5.4) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.4) contenant de l'eau, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver cette solution mère dans un flacon en verre borosilicaté pré-traité (6.3).

1 ml de cette solution mère contient 1 mg de Na₂O.

5.7 Oxyde de potassium, solution mère.

Utiliser une solution titrée du commerce ou procéder comme suit.

Dissoudre 1,583 0 g de chlorure de potassium (5.5) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.4) contenant de l'eau, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Conserver cette solution mère dans un flacon en verre borosilicaté pré-traité (6.3).

1 ml de cette solution mère contient 1 mg de K₂O.

5.8 Oxyde de sodium et oxyde de potassium, solution étalon.

Effectuer des dosages préliminaires sur la solution d'attaque pour déterminer dans quel domaine se situera probablement la concentration de chacun des deux oxydes. Suivant l'analyse à effectuer, préparer les solutions étalons en diluant des volumes appropriés des solutions mères (5.6 et 5.7) de façon à obtenir, par exemple, des concentrations de 100 µg de Na₂O et 100 µg de K₂O par millilitre ou, comme le K₂O est souvent extrait en très faible quantité, de 100 µg de Na₂O et 10 µg de K₂O par millilitre. Conserver ces solutions étalons dans des flacons en verre borosilicaté pré-traités (6.3).

1 000 ml de chacune de ces solutions étalons doivent contenir 5 ml d'acide chlorhydrique (5.1.1).

6 Appareillage

Toute la verrerie de laboratoire utilisée, sauf les pipettes et les burettes, doit être en verre borosilicaté et de préférence en verre borosilicaté 3.3 selon l'ISO 3585.

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Spectromètre d'émission de flamme ou d'absorption atomique dans la flamme, avec sources produisant les raies caractéristiques du sodium et du potassium, brûleurs et systèmes d'alimentation en mélange air/acétylène ou air/propane.

ou **spectromètre d'émission de flamme avec filtre**, équipé de filtres pour les raies caractéristiques du sodium et du potassium.

6.2 balance, permettant la lecture à 0,1 mg près.

6.3 Flacons en verre borosilicaté pré-traité, de capacité adéquate.

Chaque nouveau flacon doit, avant de recevoir des solutions de réactifs, subir le pré-traitement suivant: remplir le flacon d'acide chlorhydrique (5.1.2) et porter à la limite de l'ébullition pendant 2 h, dans un bain chauffant. Rincer le flacon à l'eau, le remplir d'eau et chauffer à nouveau deux fois pendant 1 h de la même manière, en renouvelant l'eau à chaque fois.

6.4 Fioles jaugées à un trait, de capacité adéquate et conformes aux prescriptions de l'ISO 1042 pour les fioles jaugées à un trait de classe A, avec bouchons en verre.

6.5 Pipette à un trait, de capacité adéquate et conformes aux prescriptions de l'ISO 648 pour les pipettes à un trait de classe A.

6.6 Pipette graduée, de capacité 10 ml et conforme aux prescriptions de l'ISO 835-1, ISO 835-2 et ISO 835-3 pour les pipettes graduées de classe A.

6.7 Burettes, de capacité 10 ml conforme aux prescriptions de l'ISO 385-2 pour les burettes de classe A.

6.8 Papier filtre, du type sans cendres lavé deux fois à l'acide et désigné comme suit:

papier dit «ouvert» ou «grossier» de porosité généralement utilisée pour la filtration de l'hydroxyde d'aluminium;

papier dit «moyen», de porosité généralement utilisée pour la filtration de l'oxalate de calcium;

papier dit «fermé» ou «fin», de porosité généralement utilisée pour la filtration du sulfate de baryum.

7 Échantillonnage et échantillons

Prendre comme échantillon pour analyse la solution d'attaque obtenue au cours d'un essai de résistance hydrolytique quelconque.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de la solution de dosage

Choisir, suivant le volume de solution d'attaque reçu, des fioles jaugées à un trait (6.4), nettoyées et séchées, de capacité adéquate. Prélever au moyen d'une pipette de capacité appropriée (6.5 et 6.6) des volumes de la solution tampon spectrochimique (5.3) équivalents à 5 % du volume des fioles choisies, les introduire dans les fioles et compléter au trait repère avec la solution d'attaque. Homogénéiser soigneusement, chauffer modérément et laisser reposer pendant 2 min. Refroidir sous le robinet jusqu'à la température ambiante et, dans tous les cas, filtrer sur papier filtre sec (6.8) pour retenir les matières en suspension. Le filtrat obtenu constitue la solution de dosage.

Si les solutions d'attaque sont troubles, les homogénéiser en agitant vigoureusement. Laisser se déposer les particules les plus grosses puis, aussi rapidement que possible, remplir jusqu'au trait, avec la solution d'attaque, les fioles préparées et poursuivre comme décrit dans le paragraphe précédent.

8.2 Préparation des solutions de référence d'oxyde de sodium et d'oxyde de potassium

Préparer les solutions de référence destinées à l'établissement de la courbe d'étalonnage: prélever différents volumes d'une solution étalon appropriée (5.8) avec une burette adéquate (6.7), les placer dans des fioles jaugées à un trait de 100 ml (6.4), ajouter 5 ml de solution tampon spectrochimique (5.3) et compléter au trait repère avec de l'eau.

La série de solutions de référence préparée pour chaque élément doit normalement couvrir l'ensemble du domaine de mesure optimal pour le type d'instrument utilisé pour l'analyse. Le tableau 1 indique les domaines de concentration types des solutions de référence et les conditions d'utilisation des instruments.

8.3 Établissement des courbes d'étalonnage

Régler l'instrument (6.1) sur les conditions de mesurage optimales, comme spécifié dans le manuel de l'utilisateur, d'après les paramètres indiqués dans le tableau 1.

Nébuliser dans la flamme de l'instrument, par ordre de concentration croissante, les solutions de référence (8.2) choisies en fonction de la composition des solutions de dosage et effectuer une série de mesures d'émission ou d'absorption pour le Na_2O et le K_2O , respectivement. Nébuliser de l'eau pour nettoyer la chambre de nébulisation, puis répéter la nébulisation de façon à effectuer cinq lectures pour chaque concentration des solutions de référence. Calculer les valeurs moyennes correspondantes et tracer les courbes d'étalonnage en portant en ordonnée les concentrations de Na_2O et de K_2O , respectivement, et en abscisse les moyennes des valeurs lues.

8.4 Analyse des solutions de dosage

Nébuliser dans la flamme la solution de dosage et lire les valeurs indiquées par l'instrument pour le sodium et/ou le potassium. Répéter cette opération, en nettoyant la chambre de nébulisation à l'eau chaque fois que les concentrations mesurées changent, de façon à obtenir cinq valeurs pour chacun des analytes (Na et K).

NOTE 1: Il est recommandé de vérifier la stabilité de l'instrument en effectuant un mesurage avec l'une des solutions de référence contenant l'analyte considéré, de préférence à la même concentration.

9 Expression des résultats

9.1 Calculer la moyenne des valeurs obtenues pour la solution de dosage comme prescrit en 8.4 et lire sur la courbe d'étalonnage (8.3) appropriée la concentration correspondante de Na_2O ou de K_2O dans chacune des solutions analysées. Multiplier le résultat obtenu par 1,05 et l'exprimer en microgrammes de l'oxyde considéré par millilitre de solution d'attaque.

Tableau 1 — Conditions d'utilisation des instruments pour le dosage du sodium (Na) et du potassium (K)

Élément	Instrument	Domaine de mesure optimal usuel $\mu\text{g/ml}$	Mélange gazeux	Raie de détection nm
Na, K	SEF avec filtre	≤ 10	air/propane	filtres
Na	SEF ou SAAF	≤ 3	air/acétylène ou air/propane	589,0
K	SEF ou SAAF	≤ 3		766,5

9.2 Si l'attaque a porté sur des surfaces de pièces de verre plus grandes, les résultats peuvent être rapportés à la surface. Dans ce cas, mesurer à 2 % près la surface totale de l'échantillon de verre, bords compris, et calculer la quantité, B , d'oxyde(s) de métal alcalin extraite rapportée à la surface, en microgrammes par décimètre carré, à l'aide de l'équation

$$B = \frac{\rho_{AO} \cdot V}{A}$$

où

ρ_{AO} est la concentration moyenne mesurée de l'oxyde de métal alcalin, en microgrammes par millilitre;

V est le volume total de la solution d'attaque, en millilitres;

NOTE 2 Ce volume n'est pas égal à celui de la solution de dosage.

A est la surface totale, en décimètres carrés, de l'échantillon de verre soumis à l'attaque.

Exprimer les résultats en microgrammes de chacun des oxydes par décimètre carré.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- référence à la présente partie de l'ISO 10136;
- identification des échantillons soumis à l'attaque;
- référence à la méthode d'essai de résistance hydrolytique (voir annexe A) utilisée pour obtenir la solution d'attaque;
- référence à la méthode d'analyse utilisée (spectrométrie d'émission de flamme ou d'absorption atomique dans la flamme, spectrométrie d'émission de flamme avec filtre);
- éventuellement, turbidité des solutions dosées;
- résultats obtenus, exprimés en microgrammes de Na_2O et/ou de K_2O par millilitre de solution d'attaque;
- tout détail inhabituel noté au cours du dosage.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10136-2:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7819f437-d1ad-49c6-a4e0-728a422f5b1a/iso-10136-2-1993>