NORME INTERNATIONALE

ISO 10136-4

Première édition
1993-07-01

Verre et verrerie — Analyse des solutions d'attaque —

Partie 4: Dosage de l'oxyde d'aluminium par spectrométrie d'absorption moléculaire

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88e49fe0-351b-46f3-8206-f6a729f81c45/iso-10136-4-1993

Glass and glassware — Analysis of extract solutions — Part 4: Determination of aluminium oxide by molecular absorption spectrometry

Numéro de référence
ISO 10136-4:1993(F)

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 10136-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*, sous-comité SC 5, *Qualité de la verrerie*.

ISO 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88e49fe0-351b-46f3-8206-f6b72b8b1c45/iso-10136-4-1993

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 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88e49fe0-351b-46f3-8206-f6a729f81c45/iso-10136-4-1993

Introduction

Les quantités d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) présentes dans les solutions d'attaque obtenues à partir de la plupart des verres par les méthodes classiques étant très faibles, leur mesurage nécessite l'emploi de méthodes extrêmement sensibles. Le Comité technique 2, Résistance chimique et analyse, de la Commission internationale du verre (ICG) a étudié ce problème (voir [6] dans l'annexe A) et est parvenu à la conclusion que la spectrométrie d'absorption moléculaire était probablement la méthode la plus largement applicable, bien que la spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme ait également été étudiée.

Il existe un nombre considérable de produits réagissant avec l'aluminium pour former des complexes colorés, mais aucun ne présente d'avantages exceptionnels. Trois de ces réactifs, le chromazurol S, la cyanine ériochrome et l'hydroxy-8 quinoléine ont été sélectionnés pour un essai circulaire auquel ont participé onze laboratoires. Au vu des résultats obtenus, la méthode au chromazurol S apparaît comme la plus satisfaisante du point de vue opératoire. Son exactitude, aux faibles concentrations d'oxyde d'aluminium généralement présentes dans les solutions d'attaque, est par ailleurs probablement aussi élevée que celle de toutes les autres méthodes généralement utilisées.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/0f1ce351b-46f3-8206-f6a729f81c45/iso-10136-4-1993

Des études ultérieures ont été menées sur la détermination de très faibles concentrations d'oxyde d'aluminium dans les solutions d'attaque par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme. Leurs résultats ont clairement montré que la méthode proposée n'était pas applicable à ce type de dosage.

Les résultats des études de turbidité, notamment dans les solutions d'essai du verre en grains, ont mis en évidence 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 4:
Dosage de l'oxyde d'aluminium par spectrométrie d'absorption moléculaire

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10136 prescrit une méthode d'analyse quantitative de l'aluminium, sous forme d'oxyde (Al_2O_3), libéré dans les solutions d'attaque au cours des essais de résistance hydrolytique, par spectrométrie d'absorption moléculaire.

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 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/788c9180-3318-4615-8266-fba7a81c0ab0/iso-10136-4-1993

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

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 moléculaire (SAM): Technique de dosage d'un analyte en solution par mesurage de la densité optique d'un complexe coloré de cet analyte.

3.8 solution d'essai à blanc: Solution préparée de la même manière que la solution de dosage mais ne contenant pas l'analyte.

4 Principe

Formation d'un complexe coloré par réaction de la solution d'attaque à analyser avec du Chromazurol S. Mesurage de la densité optique de la solution résultante avec un spectromètre d'absorption moléculaire, à 545 nm et dans des cuves optiques de 10 mm d'épaisseur.

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 Aluminium (Al), en feuille.

5.2 Oxyde d'aluminium, solution mère.

Prélever 264,7 mg d'aluminium (5.1) et le découper en petits morceaux dans un bécher de 250 ml (6.4) contenant 5 ml d'acide chlorhydrique (5.9) et 5 ml d'eau. Ajouter une goutte de solution de cuivre (5.7) pour faciliter la dissolution et laisser celle-ci se dérouler en immergeant partiellement le bécher dans un bain d'eau froide. Porter à ébullition, faire bouillir 1 min, puis laisser refroidir, transvaser dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml (6.5), compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution mère contient 10 mg de Al_2O_3.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0c04ffe-9318-4b2b-8266-fc2729f81c45/iso-10136-4-1993

5.3 Oxyde d'aluminium, solution étalon.

Prélever avec une pipette à un trait (6.7) 5,00 ml de la solution mère d'oxyde d'aluminium (5.2), les placer dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.5), ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (5.9.1), compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 5 µg de Al_2O_3.

5.4 Acide ascorbique ($C_6H_8O_6$), solution, 16 g/l, à préparer au moment de l'emploi.

5.5 Chromazurol S ($C_{23}H_{13}Cl_2Na_3O_9S$), solution.

Dissoudre 0,10 g de chromazurol S dans de l'éthanol (5.8), transvaser dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml (6.5), compléter au trait repère avec de l'éthanol et homogénéiser.

5.6 Cuivre (Cu), en feuille.

5.7 Cuivre (Cu^{2+}), solution à 1 g/l.

Prélever 100 mg de cuivre (5.6) et le découper en petits morceaux dans un bécher de 50 ml (6.4), ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (5.9.1) et chauffer jusqu'à dissolution. Laisser refroidir, transvaser dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.5), compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

5.8 Éthanol (C_2H_5OH).

5.9 Acide chlorhydrique (HCl), ρ = 1,19 g/ml.

5.9.1 Acide chlorhydrique dilué à 1 + 1.

5.9.2 Acide chlorhydrique dilué à 1 + 24.

5.10 Acétate de sodium trihydraté ($CH_3COONa{\cdot}3H_2O$), solution tampon.

Dissoudre 150 g d'acétate de sodium trihydraté dans de l'eau, transférer dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.5), compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

Transvaser la solution dans un flacon en plastique avec bouchon (6.3) pour le stockage.

5.11 Hydroxyde de sodium, en solution c(NaOH) ≈ 0,1 mol/l, stocké dans des flacons en plastique (6.3).

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 Spectrophotomètre d'absorption moléculaire, permettant de mesurer la densité optique à 545 nm.

6.2 Cuves optiques, de parcours optique égal à 10 mm.

6.3 Flacons en plastique, avec bouchons, de capacité adéquate, par exemple 1 000 ml environ.

6.4 Béchers, de capacité adéquate, par exemple 100 ml, conformes aux prescriptions de l'ISO 3819.

6.5 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.

6.6 Pipette graduée, de capacité adéquate, par exemple 20 ml, conforme aux prescriptions de l'ISO 835-1, ISO 835-2 ou ISO 835-3 pour les pipettes graduées de classe A.

6.7 Pipettes à un trait, de capacité 10 ml et 50 ml, conformes aux prescriptions de l'ISO 648 pour les pipettes à un trait de classe A.

6.8 Burettes, de capacité adéquate, par exemple 10 ml, et conformes aux prescriptions de l'ISO 385-2 pour les burettes de classe A.

6.9 Balance, permettant la lecture à 0,1 mg près.

6.10 pH-mètre, avec électrodes en verre et en calomel, ou électrodes mixtes.

6.11 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88c49fc9-351b-46f3-8206-f6a729f81c45/iso-10136-4-1993

8 Mode opératoire

8.1 Préparation et dosage de la solution de dosage et de la solution d'essai à blanc

8.1.1 Solution de dosage

Transférer avec une pipette à un trait (6.7) une partie aliquote de 25 ml de la solution d'attaque dans un bécher (6.4), et acidifier jusqu'à pH 3 environ avec de l'acide chlorhydrique (5.9.2) sous contrôle d'un pH-mètre. Porter à ébullition. Filtrer la solution à travers le papier filtre (6.11) approprié dans un autre bécher (6.4). Laver le filtre soigneusement avec de petites portions d'eau chaude (4 ml au maximum). Laisser refroidir puis ajouter le pH à environ 5 avec une solution d'hydroxyde de sodium (5.11). Transvaser la solution dans une fiole jaugée à un trait de 50 ml (6.5). Rincer avec un volume total de 5 ml de solution d'acide ascorbique (5.4), puis homogénéiser et laisser reposer pendant 10 min. Ajouter 7 ml de solution tampon (5.10) et 3 ml de chromazurol S en solution (5.5), compléter au trait repère avec de l'eau, homogénéiser et laisser reposer 10 min.

8.1.2 Solution d'essai à blanc

Préparer la solution d'essai à blanc avec un volume d'eau égal au volume de solution d'attaque utilisé pour préparer la solution de dosage.

8.1.3 Mesurage de la densité optique

Mesurer la densité optique de la solution de dosage à 545 nm (voir 6.1) dans les cuves de 10 mm (6.2), et celle de la solution à blanc en prenant la solution zéro de la gamme d'étalonnage (voir 3.6) comme référence.

8.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

Avec une burette (6.8), transférer séparément dans des fioles jaugées à un trait de 100 ml (6.5) différents volumes de la solution étalon d'oxyde d'aluminium (5.3) mesurés avec exactitude de façon à ce qu'ils contiennent des quantités d'Al_2O_3 allant de 0 à 25 µg. Compléter, si nécessaire, ces volumes à 5 ml environ avec de l'eau, ajouter 10 ml d'acide ascorbique en solution (5.4), et procéder comme décrit en 8.1.1 en utilisant 14 ml de solution tampon (5.10) et 6 ml de solution de chromazurol S (5.5).

Tracer la courbe d'étalonnage en portant en abscisse la masse d'Al_2O_3 et en ordonnée la densité optique.

9 Expression des résultats

À partir de la courbe d'étalonnage (8.2), déterminer les masses d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) contenues dans la solution de dosage (8.1.1) et dans la solution d'essai à blanc (8.1.2), soustraire la seconde valeur à la première, calculer la concentration d'oxyde d'aluminium dans la solution d'attaque et l'exprimer en microgrammes d'Al_2O_3 par millilitre de solution d'attaque.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

a) référence à la présente partie de l'ISO 10136;

b) identification des échantillons soumis à l'extraction;

c) référence à la méthode d'essai de résistance hydrolytique (voir annexe A) utilisée pour obtenir la solution d'attaque;

d) résultats obtenus, exprimés en microgrammes de Al_2O_3 par millilitre de solution d'attaque;

e) tout détail inhabituel noté au cours du dosage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88e49fe0-351b-46f3-8206-f6a729f81c45/iso-10136-4-1993

Annexe A
(informative)

Bibliographie

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

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

[3] ISO 4802-1:1988, *Verrerie — Résistance hydrolytique des surfaces internes des récipients en verre — Partie 1: Détermination par analyse titrimétrique et classification.*

[4] ISO 4802-2:1988, *Verrerie — Résistance hydrolytique des surfaces internes des récipients en verre — Partie 2: Détermination par spectrométrie de flamme et classification.*

[5] ISO 6286:1982, *Spectrométrie d'absorption moléculaire — Vocabulaire — Généralités — Appareillage.*

[6] The chemical durability of glass: determination of Aluminium oxide in extract solutions. (A report by Sub Committee 2 of the International Commission on Glass). Glasstechn. Ber., (1978), vol. **51**, No. 4, pp.75-78.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10136-4:1993
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/88e49fe0-351b-46f3-8206-f6a729f81c45/iso-10136-4-1993