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

Partie 6:

Dosage de l'oxyde de bore(III) par
spectrométrie d'absorption moléculaire

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/61362642-9974-4a04-84dd-4916a2762725/iso-10136-6-1993>
*Glass and glassware — Analysis of extract solutions —
Part 6: Determination of boron(III) oxide by molecular absorption
spectrometry*



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 10136-6 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 10136-6:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf882b4f-5574-4a04-b4dd-491eba376272/iso-10136-6-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf882b4f-5574-4a04-b4dd-491eba376272/iso-10136-6-1993>

Introduction

L'oxyde de bore(III) (B_2O_3) n'est présent qu'à très faible concentration dans les solutions d'attaque obtenues lors des essais de résistance hydrolytique du verre et de la verrerie, y compris du verre borosilicaté 3.3 thermorésistant qui est utilisé pour la verrerie de laboratoire. Il ne peut donc pas être dosé par les méthodes de titrage classiques, ni par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, et il faut recourir à des techniques colorimétriques utilisant la spectrométrie d'absorption moléculaire. L'oxyde de bore(III) forme des complexes colorés avec plusieurs réactifs organiques, mais les plus couramment utilisés sont la curcumine, le 1,1'-dianthrimide, l'acide carminique, la quinalizarine et, depuis quelques années, l'azométhine H.

Le Comité technique 2, Résistance chimique et analyse, de la Commission internationale du verre (ICG) a étudié le dosage de l'oxyde de bore à l'aide de tous ces réactifs (voir [7] dans l'annexe A) et, après examen de tous les résultats et commentaires reçus, a choisi de recommander la méthode à l'azométhine H. Un essai circulaire a été conduit, auquel ont participé onze laboratoires dont chacun a reçu une solution d'attaque homogène obtenue à partir de récipients en verre borosilicaté courants ayant subi un traitement en autoclave selon la méthode prescrite dans l'ISO 4802. Les résultats obtenus ont été déclarés satisfaisants.

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 6:

Dosage de l'oxyde de bore(III) par spectrométrie d'absorption moléculaire

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10136 prescrit une méthode d'analyse quantitative du bore, sous forme d'oxyde (B_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 ac-

cords 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 3819:1985, *Verrerie de laboratoire — Bêchers.*

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 du bore contenu dans la solution d'attaque à analyser avec de l'azométhine H. Mesurage de la densité optique de ce complexe coloré avec un spectromètre d'absorption moléculaire, à 415 nm et dans des cuves optiques de 20 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 indi-

quant 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 borique (H_3BO_3).

5.2 Oxyde de bore(III), solution mère.

Dissoudre 1,776 g d'acide borique (5.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.5) contenant de l'eau, compléter au trait repère et homogénéiser.

Transvaser pour stockage dans une fiole en verre non boré ou en plastique (6.3).

1 ml de cette solution mère contient 100 µg de B_2O_3 .

5.3 Oxyde de bore(III), solution étalon.

Prélever avec une pipette à un trait (6.8) 5 ml de la solution mère d'oxyde de bore(III) (5.2), les placer dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml (6.5), compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser. Préparer cette solution au moment de l'emploi.

1 ml de cette solution mère contient 10 µg de B_2O_3 .

5.4 Acide ascorbique ($C_6H_8O_6$).

5.5 Azométhine H ($C_{17}H_{12}NNaO_8S_2$), solution.

Dissoudre 1 g d'azométhine H et 3 g d'acide ascorbique (5.4) dans 100 ml d'eau. Filtrer la solution sur papier fin et la stocker à l'obscurité. Ne pas conserver plus d'une semaine.

5.6 Acide acétique (CH_3COOH), glacial, $\rho = 1,05$ g/ml.

5.7 Acétate d'ammonium (CH_3COONH_4).

5.8 Hydroxyde d'ammonium (NH_4OH), $\rho = 0,88$ g/ml.

5.9 Solution tampon

Diluer 80 ml d'acide acétique (5.6) à 100 ml avec de l'eau et ajouter 50 g d'acétate d'ammonium (5.7). Après dissolution, ajuster le pH à 4,5 à l'aide du pH-mètre (6.11) et avec de l'acide acétique (5.6) ou de l'hydroxyde d'ammonium (5.8).

Conserver dans un flacon en plastique (6.3).

5.10 Sel disodique de l'acide éthylènediamine-tétracétique (EDTA) ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$).

5.11 Acide citrique ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$).

5.12 Hydroxyde de sodium, solution
 $c(NaOH) \approx 5 \text{ mol/l}$.

Conserver dans un flacon en plastique (6.3).

5.13 Hydroxyde de sodium, solution
 $c(NaOH) \approx 0,1 \text{ mol/l}$.

5.14 Acide chlorhydrique (HCl), $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$.

5.15 Acide chlorhydrique dilué 1 + 24.

5.16 Solution de révélation

Dissoudre 20 g d'EDTA (5.10) et 10 g d'acide citrique (5.11) dans 450 ml d'eau, puis ajuster le pH à 4,5, à l'aide du pH-mètre (6.11), par addition progressive d'hydroxyde de sodium en solution (5.12). Transvaser la solution dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml (6.5), compléter au trait repère avec de l'eau et homogénéiser.

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 415 nm.

6.2 Cuves optiques, de parcours optique adéquat, par exemple 20 mm.

6.3 Flacons en verre non boré ou en plastique, avec bouchons, de capacité adéquate.

6.4 Bécher, de capacité 100 ml, conforme aux prescriptions de l'ISO 3819.

6.5 Fioles jaugées à un trait, de capacité adéquate, par exemple 500 ml et 1 000 ml, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042 pour les fioles jaugées à un trait de classe A.

6.6 Fioles jaugées à un trait, en verre silicaté ou en matière plastique adéquate, de capacité 25 ml et conformes aux prescriptions de l'ISO 1042 pour les fioles jaugées à un trait de classe A.

6.7 Pipette graduée, de capacité 5 ml, conforme aux prescriptions de l'ISO 835-1, ISO 835-2 et ISO 835-3 pour les pipettes graduées de classe A.

6.8 Pipettes à un trait, de capacité adéquate, par exemple 5 ml et 50 ml, conformes aux prescriptions de l'ISO 648 pour les pipettes à un trait de classe A.

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

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

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

6.12 Agitateur magnétique avec baguette revêtue de plastique.

6.13 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.

6.14 Capsule en platine.

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 de la solution d'essai à blanc

8.1.1 Solution de dosage

Transférer, avec une pipette à un trait (6.8), 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 (5.14) sous contrôle du pH-mètre (6.11). Porter à ébullition, puis filtrer la solution à travers le papier filtre (6.13) approprié dans un autre bécher (6.4). Laver le filtre avec de petites quantités d'eau chaude. Faire évaporer dans la capsule en platine (6.14) en faisant bouillir doucement, jusqu'à obtention d'un volume de 20 ml environ, laisser refroidir et ajuster le pH à environ 5 avec la solution d'hydroxyde de sodium (5.13). Transvaser dans une fiole jaugée à un trait de 25 ml (6.6), et compléter au trait repère en rinçant le bécher avec de petites quantités d'eau.

8.1.2 Solution d'essai à blanc

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

Transférer dans une fiole jaugée à un trait de 25 ml (6.6) un volume de cette solution mesuré avec exactitude et contenant au maximum 50 µg de B₂O₃. Ajouter 3 ml de solution tampon (5.9), 3 ml de solution de révélation (5.16) et 5 ml de solution d'azométhine H (5.5). Homogénéiser après chaque addition. Compléter au trait repère avec de l'eau, homogénéiser à nouveau et laisser reposer pendant 4 h à l'obscurité.

8.1.3 Mesurage de la densité optique

Mesurer la densité optique de la solution de dosage à 415 nm (voir 6.1) dans les cuves de 20 mm (6.2), et celle de la solution d'essai 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 (6.9) ou une pipette à un trait (6.8), transférer séparément dans des fioles jaugées à un trait de 25 ml (6.6) différents volumes de la solution étalon d'oxyde de bore(III) (5.3) mesurés avec exactitude et contenant des quantités de B₂O₃ allant de 0 à 50 µg. Compléter ces volumes à 10 ml environ, ajouter 3 ml de solution tampon (5.9) et procéder comme décrit en 8.1.1.

Tracer la courbe d'étalonnage en portant en abscisse la masse de B₂O₃ et en ordonnée la densité optique.

9 Expression des résultats

À partir de la courbe d'étalonnage (8.2), déterminer les masses d'oxyde de bore(III) (B₂O₃) contenues dans la solution de dosage (8.1.1) et dans la solution d'essai à blanc (8.1.2). Soustraire la seconde valeur de la première, calculer la concentration d'oxyde de bore(III) (B₂O₃) dans la solution d'attaque et l'exprimer en microgrammes de B₂O₃ par millilitre de solution d'attaque.

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'extraction;
- référence à la méthode d'essai de résistance hydrolytique (voir annexe A) utilisée pour obtenir la solution d'attaque;
- résultats obtenus, exprimés en microgrammes de B₂O₃ par millilitre de solution d'attaque;
- tout détail inhabituel noté au cours du dosage.

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] DIN 52 296:1989, *Glas und Glaskeramik — Wasserbeständigkeit der Oberfläche von Glas- und Glaskeramik-Platten bei 98 °C — Prüfverfahren und Klasseneinteilung (Glass and glass ceramics — Hydrolytic resistance of the surface of glass and glass ceramic plates at 98 °C — Method of test and classification).*
- [7] The chemical durability of glass: the determination of boric oxide in durability extract solutions. (A report by Sub Committee A2 of the International Commission on Glass). *Glass Technology*, (1973), Vol. **14**, No. 1, pp.14-19.

ITIH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10136-6:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf882b4f-5574-4a04-b4dd-491eba376272/iso-10136-6-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf882b4f-5574-4a04-b4dd-491eba376272/iso-10136-6-1993>