
Norme internationale



720

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

Verre — Résistance hydrolytique du verre en grains à 121 °C — Méthode d'essai et classification

Glass — Hydrolytic resistance of glass grains at 121 °C — Method of test and classification

Deuxième édition — 1985-10-01

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 720:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bebb7b-35d9-4a88-9f9b-0f0e328c5d28/iso-720-1985>

CDU 666.1 : 620.193.4

Réf. n° : ISO 720-1985 (F)

Descripteurs : verre, essai, essai à haute température, détermination, résistance hydrolytique, classification, désignation.

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 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.

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 720 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*.

La Norme internationale ISO 720 a été pour la première fois publiée en 1981. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision technique.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Verre — Résistance hydrolytique du verre en grains à 121 °C — Méthode d'essai et classification

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie

- une méthode de détermination de la résistance hydrolytique du verre en grains à 121 °C. La résistance est mesurée et exprimée par le volume d'acide nécessaire au titrage de l'alcali extrait par unité de masse de verre, et peut également être exprimée par la quantité d'oxyde de sodium équivalant à ce volume d'acide;
- une classification du verre selon la résistance hydrolytique déterminée par la méthode de la présente Norme internationale.

La présente Norme internationale est prévue pour les types de verre plus résistants. Pour les verres de moindre résistance, la méthode spécifiée dans l'ISO 719 est préférable.

NOTE — Il y a lieu d'attirer l'attention sur le fait qu'il n'y a pas de corrélation exacte entre la classification donnée par la présente Norme internationale et celle donnée par l'ISO 719, et il est en conséquence primordial d'indiquer laquelle des classifications est utilisée.

2 Références

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

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

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

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

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

ISO 1773, *Verrerie de laboratoire — Fioles coniques et ballons (à col étroit).*

ISO 3696, *Eau à usage de laboratoire — Spécifications.*¹⁾

ISO 3819, *Verrerie de laboratoire — Béchers.*¹⁾

3 Principe

La méthode d'essai est un essai du verre comme matériau, appliqué sur du verre en grains. Sur 10 g de grains, de granulométrie comprise entre 300 et 425 µm, en vue de l'extraction des alcalins, action de l'eau de qualité 2 durant 30 min à 121 °C. Mesurage du degré de l'attaque hydrolytique par analyse des solutions d'extraction.

4 Réactifs

Au cours de l'essai, à moins de prescriptions contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau de qualité 2, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3696 et également exempte de gaz dissous, tel que le dioxyde de carbone, chassé par ébullition durant au moins 15 min, dans un ballon (5.6).

Une telle eau peut être normalement conservée durant 24 h dans un ballon bouché, sans modification de la valeur du pH.

Vérifiée juste avant l'emploi, l'eau doit être neutre au rouge de méthyle, c'est-à-dire qu'elle doit donner une couleur rouge orangée (non pas rouge violette ou jaune), correspondant à un pH de $5,5 \pm 0,1$, par addition de 4 gouttes de la solution d'indicateur de rouge de méthyle (4.3) dans 50 ml de cette eau.

NOTE — L'eau, ainsi colorée, doit être également utilisée comme solution de référence (voir chapitre 7).

4.2 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,02 \text{ mol/l}$.

4.3 Rouge de méthyle, solution d'indicateur.

Dissoudre 25 mg de sel de sodium de rouge de méthyle ($\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_2$) dans 100 ml de l'eau de qualité 2 (4.1).

4.4 Acétone (CH_3COCH_3).

1) Actuellement au stade de projet.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Balance, précise à ± 5 mg ou moins.

5.2 Burettes, de capacité 25 ml, 10 ml ou 2 ml, satisfaisant aux spécifications de la classe A de l'ISO 385/2 (voir également les spécifications générales de l'ISO 385/1) et en verre de résistance hydrolytique des grains de la classe HGA 1 de la présente Norme internationale.¹⁾

La capacité de la burette doit être choisie en fonction de la quantité présumée de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) utilisée.

5.3 Pipettes, de capacité 50 ml et satisfaisant aux spécifications de la classe A de l'ISO 648.

5.4 Fioles coniques, de capacité 250 ml et satisfaisant aux spécifications de l'ISO 1773. Avant emploi, chaque nouvelle fiole doit être soumise aux conditions de prétraitement en autoclave décrites au chapitre 7.

NOTE — Les fioles en silice peuvent être également utilisées; dans ce cas, le prétraitement n'est pas nécessaire.

5.5 Bêchers, de capacité 50 ml et satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3819. Avant emploi, chaque nouveau bêcher doit être soumis aux conditions de prétraitement en autoclave décrites au chapitre 7.

5.6 Ballons, de capacité 1 000 ml, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 1773 et en verre en silice ou borosilicaté.

Avant emploi, chaque nouveau ballon doit être soumis aux conditions de prétraitement en autoclave décrites au chapitre 7.

5.7 Bêchers, de capacité 100 ml et satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3819.

5.8 Vases à peser, de capacité 20 ml environ.

5.9 Dessiccateur.

5.10 Marteau, d'une masse d'environ 0,5 kg.

5.11 Mortier et pilon, en acier dur aimanté, ayant la forme et les dimensions approximatives indiquées à la figure.

Dimensions approximatives
en millimètres

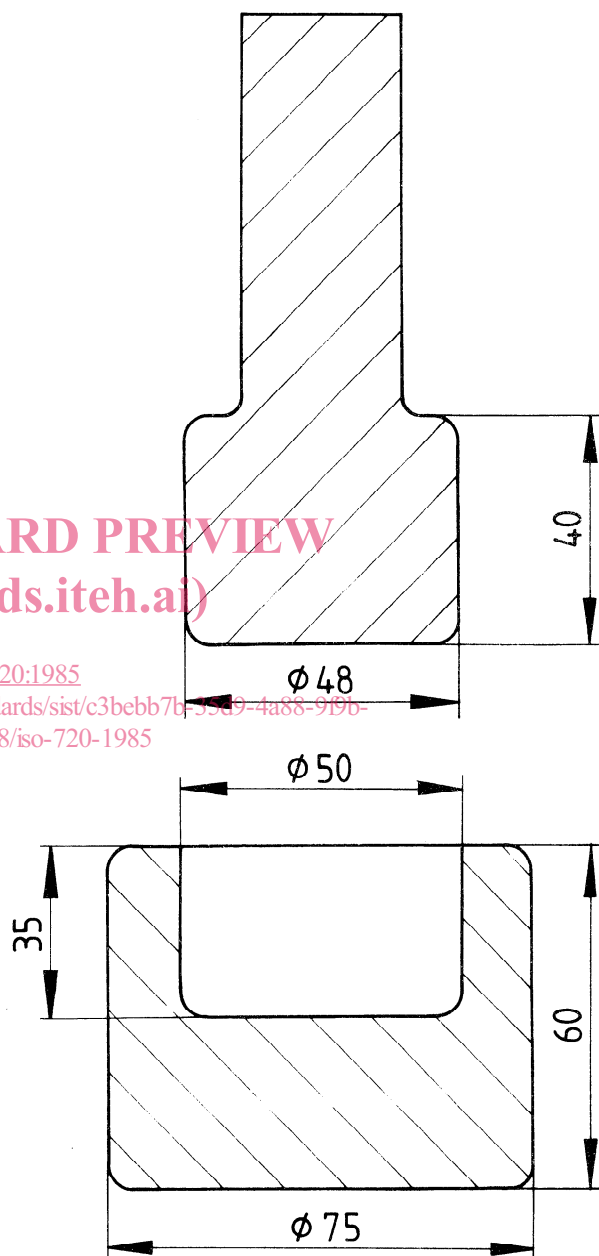


Figure — Mortier et pilon

¹⁾ Le verre de résistance hydrolytique des grains de la classe ISO 719-HGB 1 correspond pratiquement à la classe HGA 1 de la présente Norme internationale.

5.12 Aimant.

5.13 Tamis, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 565 et constituant une série de tamis de 200 mm de diamètre, avec toile en acier inoxydable à trous carrés, comprenant :

- un tamis A de 425 μm d'ouverture;
- un tamis B de 300 μm d'ouverture;
- un tamis O d'ouverture convenable, comprise entre 600 et 1 000 μm .

Le couvercle, le fond et, en particulier, les bords doivent être en acier inoxydable ou en bois laqué.

NOTE — L'utilisation du tamis O est recommandée, afin de retenir les plus grosses particules de verre et d'éviter une usure trop importante du tamis A.

5.14 Broyeur à billes

Le broyeur doit être en agate ou en acier inoxydable et avoir une capacité de 250 ml. Les plus appropriés ont deux billes de diamètre de 40 mm ou trois billes de diamètre de 30 mm.

5.15 Tamiseur

Pour le tamisage des grains, on peut utiliser un tamiseur mécanique.

5.16 Laveur à ultrasons (type pour laboratoire).

5.17 Étuve, allant jusqu'à 150 °C.

5.18 Autoclave ou stérilisateur à vapeur, capable de maintenir une compression de $2,5 \times 10^5 \text{ N/m}^2$ * et permettant d'effectuer le cycle de chauffage décrit au chapitre 7. De préférence, l'appareil devrait être équipé d'un régulateur de pression ou de tout autre dispositif susceptible de maintenir la température à $121 \pm 1 \text{ °C}$. La chambre doit avoir un diamètre interne d'au moins 300 mm et elle doit être équipée 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 panier pouvant supporter les fioles.

La chambre de l'autoclave et les dispositifs annexes doivent être soigneusement nettoyés avant emploi.

6 Préparation de l'échantillon

6.1 Masse volumique du verre

La masse volumique du verre à soumettre à l'essai doit, de préférence, être de $2,4 \pm 0,2 \text{ g/cm}^3$ à 20 °C.

6.2 Broyage

Vérifier que les articles reçus ont été recuits à un niveau de qualité commerciale convenable.

NOTE — Si un article n'est pas recuit à un niveau de qualité commerciale convenable, cela doit être noté, car les résultats peuvent en être modifiés. De tels articles, s'ils sont très médiocrement recuits, peuvent également se briser très facilement et un soin très particulier doit être pris lors de leur manipulation. Aucune autre opération de recuit ne devrait être effectuée avant l'essai.

Envelopper les pièces en verre, qui devraient de préférence avoir une épaisseur supérieure à 1,5 mm, dans du papier propre et les broyer pour obtenir 3 fois 100 g d'échantillon en morceaux de dimensions maximales de 30 mm.

6.3 Préparation manuelle

Placer 30 à 40 g de morceaux de dimensions de 10 à 30 mm, provenant d'un échantillon de 100 g (voir 6.2), dans le mortier (5.11), puis introduire le pilon (5.11) et le frapper violemment, une seule fois, avec le marteau (5.10).

NOTE — Si plus d'un coup de marteau est utilisé pour broyer le verre, les très fines particules alors produites peuvent former des agrégats qui, par la suite, ne se séparent pas et peuvent être alors la cause de nouvelles variations de l'essai.

Transférer le verre du mortier dans le tamis supérieur O de la série de tamis assemblés (5.13). Répéter le broyage jusqu'à ce que les 100 g d'échantillon aient été placés sur le tamis O. Secouer brièvement les tamis à la main, puis enlever le verre restant sur les tamis A et O. Répéter le broyage et le tamisage avec ce verre jusqu'à ce qu'il ne reste qu'environ 10 g de verre sur le tamis O. Jeter le verre restant sur le tamis O et dans la boîte réceptrice.

Réassembler la série de tamis et les secouer durant 5 min à la main. Conserver pour l'essai les grains de verre qui ont passé à travers le tamis A mais qui sont retenus par le tamis B, et les transvaser dans le vase à peser (5.8).

Répéter le broyage et le tamisage avec deux échantillons supplémentaires de 100 g, afin d'obtenir trois échantillons dont chacun doit être supérieur à 10 g.

Étaler chaque échantillon sur un morceau de papier glacé propre et passer l'aimant (5.12) de façon à éliminer toute particule de fer. Introduire chaque échantillon dans un bécher (5.7) pour le nettoyage.

6.4 Préparation mécanique

Introduire environ 50 g de verre broyé grossièrement (voir 6.2) dans la jarre du broyeur (5.14), ajouter les billes et broyer le verre de paroi mince (épaisseur $\leq 1,5 \text{ mm}$) durant 2 min, le verre épais ($> 1,5 \text{ mm}$) durant 5 min.

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

Transférer les grains dans le tamis supérieur O de la série de tamis assemblés (5.13) dans le tamiseur (5.15), tamiser durant 30 s environ et recueillir les grains retenus sur le tamis B dans le bécber (5.7), qui doit être maintenu dans le dessiccateur (5.9). Retransférer le verre des tamis O et A dans le broyeur et broyer à nouveau durant le temps indiqué ci-dessus. Répéter le tamisage et le broyage, jusqu'à ce qu'environ 11 g de grains soient obtenus à partir du tamis B. Poursuivre comme indiqué au dernier alinéa de 6.3.

6.5 Nettoyage

Ajouter 30 ml d'acétone (4.4) dans chaque bécber (5.7) contenant les grains et nettoyer les grains avec un système approprié, tel qu'une baguette de verre recouverte de caoutchouc ou de plastique.

NOTE — La méthode de nettoyage consiste à maintenir le bécber avec un angle de 30° à 45° environ et à appuyer fortement l'extrémité recouverte de la baguette de verre, d'environ 10 mm de diamètre, dans l'angle du fond et le long des parois, de telle façon que les grains soient retenus entre elle et les parois et le fond du bécber lorsque la baguette est tournée tout autour du bécber. Poursuivre la rotation durant 20 tours environ.

Après le nettoyage, secouer les grains et laisser décanter pour éliminer le maximum d'acétone. Ajouter une autre fraction de 30 ml d'acétone, secouer et laisser décanter à nouveau et ajouter une nouvelle fraction d'acétone. Remplir d'eau à la température ambiante le bain du laveur à ultrasons (5.16), puis placer le bécber dans le panier et l'immerger jusqu'à ce que le niveau de l'acétone soit au niveau de l'eau; générer les ultrasons durant 1 min.

Secouer le bécber et laisser décanter pour éliminer le maximum d'acétone, puis répéter l'opération de nettoyage aux ultrasons. Si un faible trouble est encore visible, répéter le nettoyage aux ultrasons et le lavage à l'acétone jusqu'à ce que la solution reste limpide. Secouer et laisser décanter pour éliminer l'acétone, puis sécher les grains, d'abord en mettant le bécber contenant les grains sur une plaque chauffante pour éliminer l'excès d'acétone et ensuite en chauffant à 140 °C durant 20 min dans l'étuve (5.17).

Transférer les grains séchés de chaque bécber dans des vases à peser (5.8) séparés, mettre les couvercles et laisser refroidir dans le dessiccateur (5.9).

7 Mode opératoire

Peser 10,00 g de grains propres et secs de chaque échantillon dans des fioles coniques séparées (5.4). Ajouter 50 ml de l'eau de qualité 2 (4.1) dans chacune, à l'aide d'une pipette (5.3). Introduire 50 ml de l'eau de qualité 2 dans une autre fiole conique pour servir de solution de référence. Répandre les grains de façon uniforme sur le fond des fioles en les agitant doucement.

Recouvrir les fioles avec des bécbers (5.5) de façon que leur fond s'adapte convenablement sur les bords supérieurs des fioles. Placer les quatre fioles dans le panier de l'autoclave (5.18) contenant de l'eau à la température ambiante, et s'assurer qu'elles sont maintenues au-dessus du niveau de l'eau dans la chambre. Fermer solidement le couvercle de l'auto-

clave, mais laisser le robinet d'évent ouvert. Faire chauffer à une vitesse régulière jusqu'à ce que la vapeur se dégage abondamment du robinet d'évent après 20 à 30 min, et maintenir un dégagement abondant de la vapeur durant encore 10 min. Fermer le robinet d'évent et augmenter la température à une vitesse de 1 °C/min jusqu'à 121 °C. Maintenir la température à 121 ± 1 °C durant 30 ± 1 min, à partir du moment où cette température est atteinte, puis laisser refroidir à une vitesse de 0,5 °C/min jusqu'à 100 °C, en ouvrant alors le robinet d'évent pour éviter la formation d'une dépression.

Retirer les fioles de l'autoclave, les refroidir à l'eau courante et effectuer le titrage en moins de 1 h.

Ajouter 4 gouttes de la solution d'indicateur de rouge de méthyle (4.3) dans chaque fiole et titrer immédiatement avec la solution d'acide chlorhydrique (4.2), jusqu'à ce que la couleur corresponde exactement à celle de 50 ml d'eau de la solution de référence avec 4 gouttes de la solution d'indicateur dans une fiole conique semblable.

NOTE — Si nécessaire, pour obtenir un virage plus net, la solution limpide doit être décantée dans une autre fiole de 250 ml. Rincer les grains en les agitant trois fois avec 15 ml de l'eau de qualité 2, à chaque fois, et ajouter les eaux de lavage à la solution principale. Ajouter 4 gouttes supplémentaires de la solution d'indicateur de rouge de méthyle (4.3). Puis titrer et calculer le résultat comme il est décrit ci-dessous. Dans ce cas, ajouter aussi 45 ml de l'eau de qualité 2 et 4 gouttes supplémentaires de la solution d'indicateur de rouge de méthyle dans la solution de référence.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

Calculer la valeur moyenne des résultats, en millilitres de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) par gramme d'échantillon, et, si nécessaire, son équivalent en alcali extrait, calculé en microgrammes d'oxyde de sodium (Na_2O) par gramme de verre en grains:

$$1 \text{ ml de la solution d'acide chlorhydrique} \\ [c(\text{HCl}) = 0,02 \text{ mol/l}] \cong 620 \mu\text{g d'oxyde de sodium}$$

Si la plus haute et la plus basse des valeurs obtenues s'écartent de la plage des valeurs admise donnée dans le tableau 1, répéter l'essai.

8.2 Classification

Le verre doit être classé comme indiqué dans le tableau 2, conformément à la consommation d'acide et à son équivalent en alcali [exprimé en oxyde de sodium (Na_2O)], lorsqu'il est soumis à l'essai selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

8.3 Désignation

Pour faire référence à la résistance hydrolytique du verre comme matériau conforme à la classification de la présente Norme internationale, il est recommandé d'utiliser la désignation suivante:

Exemple:

Pour un verre donnant une consommation de 0,08 ml de solution d'acide chlorhydrique [$c(\text{HCl}) = 0,02 \text{ mol/l}$] par gramme de verre en grains équivalant à 49,6 μg d'oxyde de sodium par gramme de verre en grains (classe HGA 1), la désignation doit être:

**Verre, classe de résistance hydrolytique des grains
ISO 720 - HGA 1**

9 Procès-verbal d'essai

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

- référence de la présente Norme internationale;
- identification de l'échantillon;

c) consommation de solution d'acide chlorhydrique [$c(\text{HCl}) = 0,02 \text{ mol/l}$], en millilitres par gramme de verre en grains, valeur moyenne;

d) en plus, si nécessaire, équivalent en alcali, en microgrammes d'oxyde de sodium par gramme de verre en grains, valeur moyenne;

e) classe HGA de résistance hydrolytique des grains (désignation du verre essayé);

f) le cas échéant, épaisseur de la paroi des articles utilisés pour l'essai si celle-ci est $\leq 1,5 \text{ mm}$;

g) le cas échéant, masse volumique du verre si celle-ci se trouve hors de la plage de $2,4 \pm 0,2 \text{ g/cm}^3$ à $20 \text{ }^\circ\text{C}$;

h) le cas échéant, indiquer si l'article en verre utilisé pour l'essai n'a pas été recuit à un niveau de qualité commerciale convenable.

Tableau 1 — Plage des valeurs obtenues admise

Moyenne des valeurs obtenues pour la consommation de solution d'acide chlorhydrique [$c(\text{HCl}) = 0,02 \text{ mol/l}$] (4.2) par gramme de verre en grains ml/g	Plage des valeurs obtenues admise
Jusqu'à 0,10 inclus	25 % de la moyenne
Au-dessus de 0,10 et jusqu'à 0,20 inclus	20 % de la moyenne
Au-dessus de 0,20	10 % de la moyenne

Tableau 2 — Valeurs limites de l'essai de résistance hydrolytique du verre en grains (essai à l'autoclave)

Classe ¹⁾	Consommation de solution d'acide chlorhydrique [$c(\text{HCl}) = 0,02 \text{ mol/l}$] (4.2) par gramme de verre en grains ml/g	Équivalent en alcali exprimé en masse d'oxyde de sodium (Na_2O) par gramme de verre en grains $\mu\text{g/g}$
HGA 1	Jusqu'à 0,10 inclus	Jusqu'à 62 inclus
HGA 2	Au-dessus de 0,10 et jusqu'à 0,85 inclus	Au-dessus de 62 et jusqu'à 527 inclus
HGA 3	Au-dessus de 0,85 et jusqu'à 1,50 inclus	Au-dessus de 527 et jusqu'à 930 inclus

1) « HGA » vient de l'anglais « hydrolytic resistance of glass grains according to the autoclave test method » (résistance hydrolytique du verre en grains conformément à la méthode de l'essai à l'autoclave).

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 720:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3bebb7b-35d9-4a88-9f9b-0f0e328c5d28/iso-720-1985>