

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1776

DÉTERMINATION DE LA RÉSISTANCE DU VERRE
À L'ATTAQUE PAR L'ACIDE CHLORHYDRIQUE 6N À 100 °C

1^{ère} ÉDITION

Octobre 1970

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1776:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04e06520-0673-4d36-a99f-c9344ef9203b/iso-r-1776-1970>

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1776, *Détermination de la résistance du verre à l'attaque par l'acide chlorhydrique 6N à 100 °C*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*, dont le Secrétariat est assuré par la British Standards Institution (BSI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1776 qui fut soumis, en décembre 1968, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Iran	Tchécoslovaquie
Autriche	Israël	Thaïlande
Belgique	Italie	Turquie
Canada	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Colombie	Pays-Bas	U.S.A.
Espagne	Pérou	Yougoslavie
France	Pologne	
Grèce	R.A.U.	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/R 1776:1970

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04e06520-0673-4d36-a99f-c9344ef9203b/iso-r-1776-1970>

DÉTERMINATION DE LA RÉSISTANCE DU VERRE À L'ATTAQUE PAR L'ACIDE CHLORHYDRIQUE 6N À 100 °C

1. OBJET

- 1.1 La présente Recommandation ISO décrit une méthode de détermination de la résistance de la verrerie de laboratoire à l'attaque par une solution aqueuse d'acide chlorhydrique 6N à 100 °C. La résistance est inversement proportionnelle à la masse d'oxydes alcalins extraits par unité de surface du verre.
- 1.2 La méthode peut être appliquée, de préférence, à des morceaux plats ou, au besoin, à des morceaux incurvés taillés dans des articles de verrerie de laboratoire. Elle permet de déterminer la résistance à l'acide du *verre à l'état de la réception* (en supprimant le traitement acide préalable décrit au paragraphe 4.3) ou du *verre en tant que matériau utilisable*. Cette distinction présente un intérêt particulier dans les cas de verres sodocalciques à surface traitée, mais ne peut concerner les verres borosilicates résistants à la chaleur pour lesquels le traitement acide préalable n'est, par conséquent, pas nécessaire.

2. APPAREILLAGE

- 2.1 *Etuves*
 - a) permettant d'obtenir une température de 100 ± 1 °C, et
 - b) permettant d'effectuer la détermination à une température comprise entre 100 et 110 °C.
- 2.2 *Photomètre de flamme* ou *spectrophotomètre d'absorption atomique*.
- 2.3 *Appareils de mesure* permettant de mesurer des longueurs et des diamètres avec une précision de 0,2 mm.
- 2.4 *Capsules en platine*
 - A : ayant une capacité d'environ 90 ml et un diamètre supérieur d'environ 70 mm, et
 - B : ayant une capacité d'environ 150 ml et un diamètre supérieur d'environ 100 mm. Un couvercle de béccher en polypropylène peut être utilisé à la place de la capsule de platine B comme indiqué sur la Figure 1.
- 2.5 *Récipient* d'environ 2 litres de capacité, par exemple appareil de filtration de WITT, à bords rodés, muni d'un couvercle convexe et d'un support où peuvent être placées les capsules de platine, comme indiqué sur la Figure 1, ou tout autre appareil convenable.
- 2.6 *Pincés* dont les extrémités sont recouvertes de caoutchouc ou d'une matière plastique ayant une résistance chimique convenable. Les extrémités des pincés doivent être préalablement traitées par ébullition dans l'acide chlorhydrique et doivent être lavées dans de l'eau distillée immédiatement avant d'être utilisées.

3. RÉACTIFS

Les réactifs utilisés doivent être d'excellente qualité, et contenir moins de 5 µg d'alcalis par 25 ml.

- 3.1 *Eau désionisée* ou *eau distillée* devant être utilisée chaque fois que l'*eau* est mentionnée dans le texte. L'eau distillée doit être fraîchement préparée pour chaque essai.
- 3.2 *Ethanol* ou *acétone*.
- 3.3 *Acide chlorhydrique*, solution 2N.
- 3.4 *Acide chlorhydrique*, solution $6 \pm 0,2$ N fraîchement préparée pour chacun des essais, de la manière suivante :
Utiliser l'appareillage mentionné sur la Figure 3, fixer un dispositif évitant les projections sur le ballon qui sera chauffé et s'assurer que les tubes de plastique ne soient pas en contact avec l'eau contenue dans le ballon. Ajouter de l'acide chlorhydrique ($d = 1,18$) dans le ballon qui sera chauffé et introduire l'eau dans le ballon de réception, assembler l'appareillage et porter à l'ébullition. Laisser uniquement passer dans l'eau les vapeurs d'acide chlorhydrique. Dès que le liquide commence à distiller, remplacer l'acide par de l'acide nouveau et continuer la distillation jusqu'à ce que la concentration de l'acide contenu dans le ballon de réception dépasse 6N. Ajouter à $6 \pm 0,2$ N par dilution.
- 3.5 *Acide fluorhydrique*, solution à 400 g/l.

4. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

4.1 Echantillon d'essai

La ou les pièces à soumettre à l'essai doivent avoir une surface totale de 30 à 40 cm², être bien recuites et, de préférence, ne pas avoir une épaisseur supérieure à 2 mm. Si des pièces plus épaisses sont essayées, l'épaisseur réelle doit être mentionnée dans le procès-verbal d'essai.

Mesurer toutes les dimensions avec une précision de 0,2 mm et calculer la surface réelle.

4.2 Procédé de lavage (doit être mis en œuvre lorsque la résistance du verre à l'état de réception est demandée).

Laver soigneusement la ou les pièces dans de l'eau (3.1), puis les rincer avec de l'éthanol ou de l'acétone (3.2). Sécher l'échantillon dans l'étuve (2.1 b)), pendant 30 minutes à une température comprise entre 100 et 110 °C.

4.3 Traitement acide préalable (doit être mis en œuvre lorsque la résistance du verre en tant que matériau utilisable est demandée).

Placer la ou les pièces dans un panier en fil de platine disposé dans un bécher en plastique de 250 ml comme indiqué sur la Figure 2. Introduire un agitateur magnétique recouvert de plastique puis ajouter soigneusement, en le faisant couler le long de la paroi du bécher, un mélange constitué de 1 volume d'acide fluorhydrique (3.5) pour 9 volumes d'acide chlorhydrique 2N (3.3), jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement immergé. La température de la solution doit être d'environ 20 °C. Agiter la solution magnétiquement pendant 1 minute. Maintenir l'échantillon en place à l'aide d'une baguette de plastique et vider le mélange acide. Remplir le bécher avec de l'eau et décanter à nouveau le liquide. Retirer l'échantillon à l'aide des pinces et laver chaque pièce soigneusement dans l'eau. Sécher l'échantillon pendant 30 minutes dans l'étuve (2.1 b)) portée à une température comprise entre 100 et 110 °C.

5. MODE OPÉRATOIRE

5.1 Préparation de la solution d'essai

Préparer l'appareillage comme indiqué sur la Figure 1 et introduire 25 ml d'acide chlorhydrique 6N (3.4) dans la capsule de platine A.

Chauffer l'ensemble dans l'étuve (2.1 a)) jusqu'à 100 °C. Puis, en utilisant les pinces, transférer l'échantillon chaud de l'étuve (2.1 b)) à une température comprise entre 100 et 110 °C sur le support placé dans la capsule de platine A et s'assurer qu'il est complètement immergé dans l'acide. Recouvrir la capsule avec la capsule en platine B (ou avec un couvercle de bécher en polypropylène), replacer le couvercle de l'appareil et maintenir la température de l'étuve (2.1 a)) à 100 ± 1 °C pendant 3 heures.

Enlever l'échantillon et le support de la capsule, en utilisant encore les pinces, laver soigneusement avec un jet d'eau et introduire les eaux de lavage (environ 25 ml) dans la capsule A.

5.2 Détermination de la teneur en oxydes alcalins

Transférer la capsule A sur un bain d'eau bouillante et faire évaporer la solution jusqu'à environ 5 ml. Ajouter 1 goutte d'acide fluorhydrique (3.5) et continuer l'évaporation jusqu'à siccité. Dissoudre le résidu dans 0,2 ml d'acide chlorhydrique 2N (3.3), ajouter quelques millilitres d'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 10 ml, compléter au volume et homogénéiser soigneusement.

Déterminer les teneurs en oxydes alcalins contenus dans la solution par photométrie de flamme ou par absorption atomique et calculer la masse d'alcali extraite par 100 cm² de surface de verre.

5.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à l'analyse en opérant comme indiqué aux paragraphes 5.1 et 5.2, mais sans introduire d'échantillon.

6. EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer la valeur moyenne de trois déterminations en soustrayant de chaque valeur, la valeur obtenue pour l'essai à blanc. Exprimer le résultat soit globalement en masse d'oxyde de sodium (Na₂O) soit, éventuellement en masse d'oxydes alcalins particuliers par 100 cm² de surface attaquée. Indiquer aussi l'épaisseur du verre, si celle-ci est supérieure à 2 mm, et éventuellement, si le traitement acide préalable (voir paragraphe 4.3) a été mis en œuvre.