
Norme internationale



1776

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

Verre — Résistance à l'attaque par l'acide chlorhydrique à 100 °C — Méthode de détermination par spectrométrie d'absorption atomique de flamme ou d'émission de flamme

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Glass — Resistance to attack by hydrochloric acid at 100 °C — Flame emission or flame atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1985-10-15

[ISO 1776:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6eb3d5d-12cf-4b36-8360-655be3c4a31f/iso-1776-1985>

CDU 666.1 : 620.193.41 : 543.42

Réf. n° : ISO 1776-1985 (F)

Descripteurs : verre, essai, essai à température d'ébullition, essai de résistance aux acides, acide chlorhydrique, méthode spectrophotométrique.

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 1776 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*.

Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 1776-1970, 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 à l'attaque par l'acide chlorhydrique à 100 °C — Méthode de détermination par spectrométrie d'absorption atomique de flamme ou d'émission de flamme

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination, par spectrométrie d'absorption atomique de flamme (SAAF) ou par spectrométrie d'émission de flamme (SEF), des quantités d'oxydes métalliques alcalins qui sont libérées des surfaces de la verrerie lorsque celle-ci est soumise à l'attaque d'une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 100 °C. La quantité d'oxydes métalliques alcalins déterminée est une mesure de la résistance à l'acide du verre.

2 Domaine d'application

La présente Norme internationale s'applique aux morceaux de verre, de préférence plats mais au besoin incurvés, taillés dans des articles de verrerie de laboratoire, des éléments d'appareillage, de tuyauterie ou de raccords, ou dans tous autres articles utilisés à des fins qui peuvent être qualifiées de « chimiques ».

La résistance à l'acide du verre « à l'état de réception », c'est-à-dire la résistance à l'acide des surfaces d'origine polies au feu, peut être déterminée lorsque l'aire de la surface des bords coupés et lisses n'excède pas 10 % de la surface totale de l'échantillon.

La résistance à l'acide du verre « en tant que matériau utilisable » peut être déterminée lorsque la surface d'origine a été éliminée par le traitement à l'acide fluorhydrique décrit en 7.3. Ce traitement préalable à l'acide doit être appliqué à tous les échantillons de verre borosilicaté 3.3 prélevés sur des éléments d'appareillage, de tuyauterie ou de raccords.

La distinction entre la résistance à l'acide du verre « à l'état de réception » et du verre « en tant que matériau utilisable » peut présenter un intérêt dans le cas où les articles ont subi un traitement de surface pendant ou après la production.

3 Références

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

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

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

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

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

ISO 3585, *Appareillage, tuyauterie et raccords en verre — Propriétés du verre borosilicaté 3.3.*

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

ISO 3819, *Verrerie de laboratoire — Bêchers.*

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

4 Principe

La méthode est un essai sur le verre « à l'état de réception » ou sur le verre « en tant que matériau utilisable ».

Attaque de morceaux d'échantillon de 30 à 40 cm² par une solution aqueuse d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$, à 100 °C durant 3 h.

Détermination de la quantité d'oxydes métalliques alcalins extraits par unité d'aire, par spectrométrie d'absorption atomique de flamme ou par spectrométrie d'émission de flamme.

5 Réactifs

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

5.1 Eau de qualité 2, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3696.

1) Actuellement au stade de projet.

5.2 Acide chlorhydrique, solution $c(\text{HCl}) = 6 \pm 0,2 \text{ mol/l}$, préparée par addition de 1 volume d'acide chlorhydrique concentré ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) à 1 volume d'eau de qualité 2 (5.1). La teneur en oxydes alcalins (Na_2O et K_2O) de cette solution doit être inférieure à $0,2 \mu\text{g/ml}$ par oxyde.

L'acide chlorhydrique de qualité analytique correspond le plus souvent à cette spécification. Ceci doit être garanti pour chaque nouvelle bouteille d'acide chlorhydrique fournie.

Si la teneur en oxydes métalliques alcalins est plus élevée, la solution d'acide chlorhydrique doit être purifiée, par exemple en utilisant la méthode décrite dans l'annexe.

5.3 Acide chlorhydrique, solution $c(\text{HCl}) \approx 2 \text{ mol/l}$, préparée par addition de 1 volume d'acide chlorhydrique concentré ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) à 5 volumes d'eau de qualité 2 (5.1).

5.4 Acide chlorhydrique, solution $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/l}$.

5.5 Acide fluorhydrique, solution $\text{HF} \approx 40 \text{ } \%$ (m/m).

5.6 Tampon d'ionisation, pour la détermination précise des oxydes métalliques alcalins, en particulier pour les verres à haute teneur en oxyde de calcium. La teneur en oxydes métalliques alcalins (Na_2O et K_2O) du tampon d'ionisation, lorsqu'elle est mesurée dans une solution à $10 \text{ } \%$ (V/V) de tampon d'ionisation dans de l'eau de qualité 2 (5.1), doit être inférieure à $0,5 \mu\text{g/ml}$ par oxyde.

NOTE — Le tampon d'ionisation peut être préparé en dissolvant 250 g de nitrate d'aluminium nonahydraté [$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] et 50 g de chlorure de césium (CsCl) dans de l'eau de qualité 2 (5.1), et en complétant à 1 l . Des solutions disponibles commercialement, telles que le « tampon de Schuhknecht-Schinkel », peuvent être également utilisées.

5.7 Éthanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ou **acétone** (CH_3COCH_3).

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Étuve, permettant de maintenir une température de $100 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.2 Étuve, permettant d'effectuer la détermination à une température jusqu'à $130 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.3 Spectromètre d'absorption atomique de flamme ou d'émission de flamme.

6.4 Instruments de mesure linéaire, permettant de mesurer des longueurs et des diamètres avec une précision de $0,2 \text{ mm}$.

6.5 Capsules, en polytétrafluoroéthylène (PTFE) pressé de haute densité et de très faible porosité, de capacité 70 ml environ (capacité de débordement), d'épaisseur 5 mm environ, de diamètre interne 60 mm environ et de hauteur interne 25 mm environ. La capsule doit être fermée avec un couvercle à vis.

La capsule doit être munie d'un support approprié en polytétrafluoroéthylène (PTFE), ou de quatre pics en PTFE, de 3 mm de hauteur environ et fixés au fond, pour maintenir les échantillons à cette distance du fond.

NOTE — Le couvercle peut être pourvu d'une ouverture ayant jusqu'à 5 mm de diamètre, de façon à pouvoir introduire un thermocouple pour le mesurage et le contrôle de la température de $100 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ à l'intérieur de la capsule, par exemple un thermocouple en fer-cupronickel (Fe-CuNi).

6.6 Pinces, dont les extrémités sont recouvertes d'une matière ayant une résistance chimique convenable, par exemple platine ou plastique résistant. Les extrémités des pinces doivent être prétraitées avec de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) et doivent être lavées dans de l'eau de qualité 2 (5.1) immédiatement avant emploi.

6.7 Bêcher, en plastique, de capacité 250 ml , muni d'un support (voir figure 1) en fil de platine pour maintenir les échantillons au cours du traitement préalable à l'acide.

6.8 Bêchers, de capacité 50 ml , satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3819 et en verre borosilicaté 3.3 satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3585.

Chaque bêcher neuf ou contaminé doit être prétraité de la manière suivante: le bêcher doit être immergé dans de l'acide chlorhydrique (5.3) et porté à ébullition durant 2 h . Le bêcher doit ensuite être rincé avec de l'eau, immergé dans de l'eau et chauffé comme ci-dessus durant deux périodes de 1 h , en renouvelant l'eau à chaque fois.

6.9 Fioles (par exemple fioles coniques ou fioles jaugées), de capacité 50 ml , satisfaisant aux spécifications de l'ISO 1773 et en polypropylène ou en silice vitreuse. Le col des fioles en polypropylène doit être raccourci à une longueur suffisante pour maintenir les fioles dans le bain chauffant (6.10). Une fine couche d'aluminium doit entourer le col des fioles en silice vitreuse à des fins d'isolation.

NOTE — Le polypropylène résiste à des températures de $130 \text{ }^\circ\text{C}$ environ.

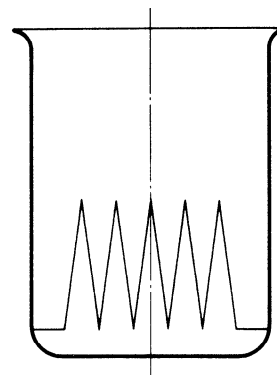


Figure 1 — Bêcher avec support pour maintenir les échantillons au cours du traitement préalable à l'acide

6.10 Bain chauffant, par exemple huile, permettant de maintenir des températures de 125 ± 5 °C.

NOTE — Pour les fioles en silice vitreuse, un bain de sable peut être également utilisé.

6.11 Agitateur magnétique, avec un barreau recouvert de plastique.

6.12 Fioles jaugées à un trait, de capacité 5 ml, satisfaisant aux spécifications de la classe A de l'ISO 1042 et en verre de résistance hydrolytique des grains de la classe HGA 1 de l'ISO 720¹⁾.

6.13 Pipette graduée à écoulement partiel, de capacité 2 ml et satisfaisant aux spécifications pour les pipettes de type 1 de la classe A de l'ISO 835/2.

7 Préparation des morceaux d'échantillon

7.1 Conditionnement des morceaux d'échantillon

Les morceaux d'échantillon doivent avoir une surface totale de 30 à 40 cm² et doivent être prélevés bien recuits de la verrerie qui a été réceptionnée. Supprimer sur les côtés tout angle aigu, rugosité ou éclat par un léger polissage mécanique. Ne pas faire de polissage à la flamme.

7.2 Mesurage des dimensions linéaires

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

7.3 Essai du verre «en tant que matériau utilisable» et du verre pour appareillage, tuyauterie et raccords en verre (traitement préalable à l'acide)

Placer les morceaux d'échantillon de n'importe quelle épaisseur sur le support (6.7) placé dans le bécher (6.7), comme indiqué à la figure 1. Introduire le barreau de l'agitateur magnétique (6.11), puis ajouter soigneusement, le long de la paroi du bécher, un mélange constitué de 1 volume de la solution d'acide fluorhydrique (5.5) et de 9 volumes de la solution d'acide chlorhydrique (5.3), jusqu'à ce que les morceaux d'échantillon soient complètement immergés. La température du mélange doit être environ la température ambiante. Agiter le mélange avec l'agitateur magnétique durant 10 min. Maintenir les morceaux d'échantillon en place à l'aide d'une baguette en plastique et vider le mélange. Remplir le bécher avec de l'eau de qualité 2 (5.1) et décanter de nouveau le liquide. Retirer chaque échantillon, à l'aide des pinces (6.6), et le laver soigneusement dans de l'eau de qualité 2. Enfin, rincer les morceaux d'échantillon avec de l'éthanol (5.7) ou de l'acétone (5.7) et les sécher durant 30 min dans l'étuve (6.2) portée à une température de 115 °C environ.

7.4 Essai du verre «à l'état de réception»

L'épaisseur des morceaux d'échantillon ne doit pas dépasser 2 mm environ pour une surface totale de 30 à 40 cm². Ce qui signifie que la surface nouvelle créée par la coupure ne doit pas dépasser 10 % environ de l'aire de la surface totale.

Laver soigneusement les morceaux d'échantillon dans de l'eau de qualité 2 (5.1), puis les rincer avec de l'éthanol (5.7) ou de l'acétone (5.7). Sécher les morceaux d'échantillon dans l'étuve (6.2) durant 30 min à une température de 115 °C environ.

8 Mode opératoire

8.1 Nombre de déterminations

Effectuer trois déterminations sur trois morceaux d'échantillon et trois essais à blanc comme spécifié en 8.2.

8.2 Attaque acide et essais à blanc

Chauffer l'étuve (6.2) à 115 °C et l'autre étuve (6.1) à 100 ± 1 °C. Mettre, à l'aide des pinces (6.6), chaque morceau d'échantillon (préparé conformément au chapitre 7) dans une capsule séparée (6.5) et fermer sans serrer les trois capsules avec les couvercles et les placer dans l'étuve chaude (6.2) durant toute une nuit. De la même manière, chauffer trois capsules supplémentaires pour les essais à blanc, en omettant les morceaux d'échantillon, et une autre capsule pour le contrôle de la température.

Le lendemain, chauffer sept fractions de 25 ml exactement de solution d'acide chlorhydrique (5.2), dans les béciers (6.8), jusqu'à ébullition. Transférer ensuite la capsule chaude pour le contrôle de la température (sans morceau d'échantillon) dans un récipient à vide et introduire dans la capsule la solution bouillante d'acide chlorhydrique. Couvrir et fermer la capsule, introduire le thermocouple et replacer la capsule dans l'autre étuve (6.1) à la température de 100 °C. Répéter l'opération de remplissage avec les trois autres capsules sans morceau d'échantillon (pour les essais à blanc), et finalement avec les trois capsules contenant les morceaux d'échantillon (c'est-à-dire les solutions d'extraction). Attendre 3 h à partir du moment où la première capsule contenant un morceau d'échantillon a été réintroduite dans l'étuve.

NOTE — Le temps de réintroduction d'une capsule dans l'étuve ne doit pas dépasser 2 min. Protéger, autant que possible, les capsules dans l'étuve de l'air froid provenant de la porte de l'étuve.

Mesurer la température dans une capsule et corriger la température de l'étuve (6.1), si nécessaire, pour maintenir la température à 100 ± 1 °C.

Après 3 h, retirer les capsules de l'étuve et faire décanter les solutions d'extraction et les solutions d'essai à blanc dans des fioles séparées (6.9), sauf la capsule pour le contrôle de la température. Plonger, aussi profondément que possible, les fioles dans le bain chauffant (6.10) à 120 à 130 °C. Retirer le morceau

1) Le verre de résistance hydrolytique des grains de la classe ISO 719-HGB 1 correspond pratiquement à la classe HGA 1 de l'ISO 720.

d'échantillon d'une capsule à l'aide des pinces. Laver soigneusement avec quelques jets de l'eau de qualité 2 (5.1). En fonction de l'évaporation des solutions dans les fioles, ajouter les eaux de lavage et terminer le nettoyage des capsules par quelques jets d'eau.

Au cours de la conservation des eaux de lavage, les capsules doivent être couvertes. Lorsque les liquides sont presque complètement évaporés, ajouter 4 gouttes de la solution d'acide fluorhydrique (5.5) et poursuivre l'évaporation jusqu'à siccité (durée totale environ 3 h).

NOTES

- 1 Si une fiole en silice vitreuse a été utilisée, l'ajout de solution d'acide fluorhydrique doit être omis.
- 2 Si la siccité n'est pas atteinte après 3 h (résidu de quelques gouttes de solution), mettre la fiole dans une étuve à 125 °C durant 30 min.

Après siccité, laisser refroidir et ajouter, dans chaque fiole, à l'aide de la pipette graduée (6.13), 0,2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) et 2 ml de l'eau de qualité 2. Dissoudre le résidu en agitant par rotation la solution.

Transvaser chaque solution dans une fiole jaugée à un trait (6.12) séparée, puis ajouter, à l'aide de la pipette graduée, 0,5 ml du tampon d'ionisation (5.6), rincer chaque fiole (6.9) avec 1,5 ml d'eau, l'introduire dans la fiole jaugée (6.12), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser soigneusement.

8.3 Détermination de la teneur en oxydes métalliques alcalins

Préparer des solutions étalons en dissolvant des chlorures de sodium et de potassium séchés, et des solutions d'étalonnage de concentrations appropriées en ajoutant 0,2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) et 0,5 ml du tampon d'ionisation (5.6) pour chaque fraction de 5 ml du volume final.

Établir les méthodes d'analyse instrumentale et étalonner soigneusement celles-ci de façon à utiliser la sensibilité maximale des appareils, car des concentrations d'oxyde de sodium d'environ 0,1 mg/l peuvent devoir être mesurées.

Les spectromètres doivent être utilisés conformément aux instructions des fabricants, en particulier pour mesurer dans le domaine de mesure optimal spécifié.

Déterminer la teneur en oxydes métalliques alcalins des solutions d'extraction et des solutions d'essai à blanc (8.2), avec le spectromètre d'absorption atomique de flamme ou d'émission de flamme (6.3). Calculer la valeur moyenne des trois solutions d'extraction et également des trois solutions d'essai à blanc (en microgrammes par millilitre).

Si des valeurs isolées des solutions d'essai à blanc diffèrent de plus de 0,2 µg/ml de la valeur moyenne, ou si la teneur en valeur absolue de Na₂O est plus grande que 5 µg, il y a eu une contamination; d'autres calculs et mesures peuvent être effectués, mais les valeurs ainsi obtenues sont données uniquement pour information. L'essai (8.2) doit être répété. À cet effet:

- a) en cas d'essai du verre «en tant que matériau utilisable», le traitement préalable à l'acide (7.3) doit être effectué auparavant;

- b) en cas d'essai du verre «à l'état de réception», des morceaux d'échantillon avec les surfaces d'origine (7.4) doivent être essayés.

Si les valeurs des solutions d'essai à blanc sont correctes, les résultats doivent être calculés.

9 Expression des résultats

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

Tableau – Plage des valeurs obtenues admise

Moyenne des valeurs obtenues µg de Na ₂ O par 100 cm ²	Plage des valeurs obtenues admise
Jusqu'à 30 inclus	30 % de la moyenne
Au-dessus de 30 et jusqu'à 70 inclus	20 % de la moyenne
Au-dessus de 70	15 % de la moyenne

Soustraire la valeur moyenne des oxydes métalliques alcalins, obtenue pour les solutions d'essai à blanc, de la valeur moyenne obtenue pour les solutions d'extraction. Calculer la teneur en oxydes métalliques alcalins extraits par 100 cm² de surface attaquée. Dans la mesure où la libération de l'oxyde de potassium est inférieure à 5 µg/100 cm², celle-ci doit être négligée.

Exprimer le résultat soit en masse d'oxyde de sodium (Na₂O), soit, si nécessaire, en masse d'oxydes métalliques alcalins particuliers, par 100 cm² de surface attaquée.

10 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification des morceaux d'échantillon;
- c) déclaration précisant si l'essai a été effectué pour le verre «à l'état de réception» ou «en tant que matériau utilisable», après traitement de la surface à l'acide;
- d) épaisseur du verre soumis à l'essai, en millimètres, à 0,1 mm près;
- e) surface soumise à l'essai, en centimètres carrés, à 0,1 cm² près;
- f) concentration réelle d'oxyde de sodium mesurée dans les solutions d'extraction, exprimée en microgrammes de Na₂O par millilitre, à 0,01 µg/ml près;
- g) libération calculée, exprimée en microgrammes de Na₂O par décimètre carré, à 0,1 µg/dm² près, valeur moyenne;
- h) tout incident éventuel rencontré au cours de la détermination.

Annexe

Exemple de méthode de purification de la solution d'acide chlorhydrique

(La présente annexe ne fait pas partie intégrante de la norme.)

Utiliser l'appareillage figurant à la figure 2, en fixant sur le ballon qui sera chauffé un dispositif pour éviter les projections, et en s'assurant que les tubes en plastique ne sont pas en contact avec l'eau contenue dans le ballon de réception. Les ballons doivent être en verre borosilicaté hautement résistant et doivent être « vieillis », par exemple en faisant d'abord bouillir à reflux, durant 3 h, avec de la solution d'acide chlorhydrique $c(\text{HCl}) \approx 1 \text{ mol/l}$ (5.4), puis durant 2 h avec de l'eau distillée.

Ajouter de l'acide chlorhydrique concentré ($\rho = 1,18 \text{ g/ml}$) dans le ballon qui sera chauffé et introduire de l'eau dans le ballon de réception, assembler l'appareillage et porter à ébullition. Laisser uniquement passer dans l'eau la vapeur 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 6 mol/l . Ajuster la concentration à $6 \pm 0,2 \text{ mol/l}$.

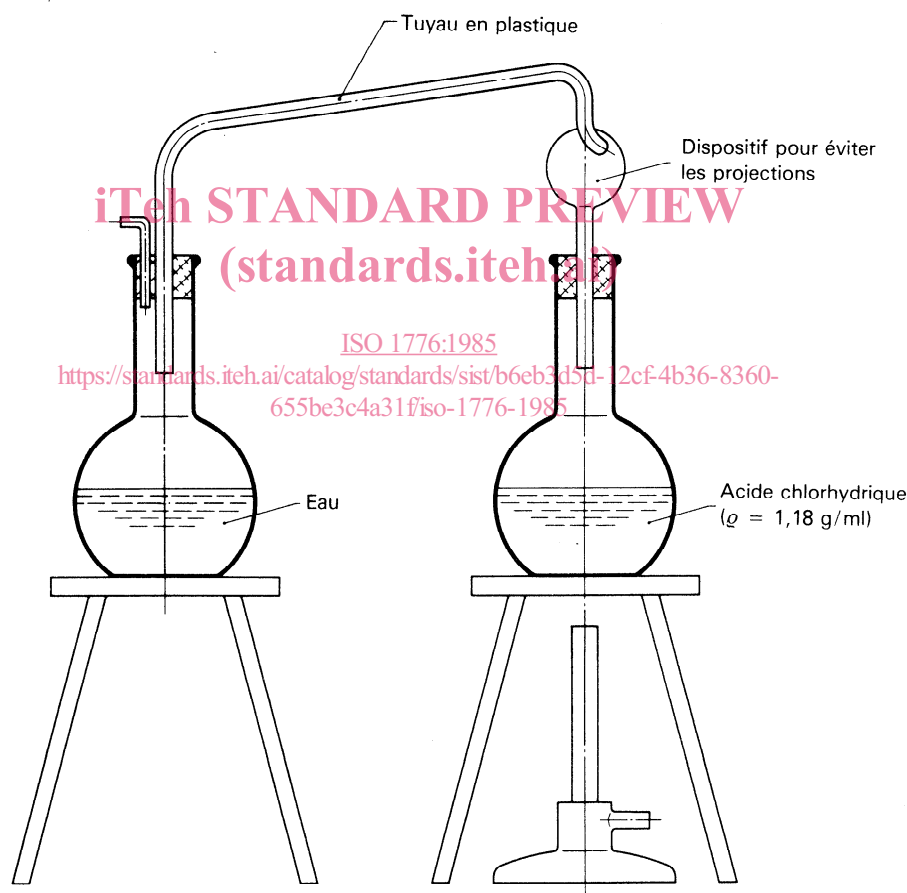


Figure 2 — Préparation de la solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$, à très faible teneur en oxyde de sodium

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1776:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b6eb3d5d-12cf-4b36-8360-655be3c4a31f/iso-1776-1985>