

NORME INTERNATIONALE

**ISO
695**

Troisième édition
1991-05-15

Verre — Résistance à l'attaque par une solution aqueuse bouillante d'un mélange alcalin — Méthode d'essai et classification

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
Glass — Resistance to attack by a boiling aqueous solution of mixed
alkali — Method of test and classification

ISO 695:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6372e39b-988a-4b0d-acfe-08878751d9c8/iso-695-1991>

INTERNATIONAL

ISO



Numéro de référence
ISO 695:1991(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.

La Norme internationale ISO 695 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 695:1984), dont elle constitue une révision technique.

Verre — Résistance à l'attaque par une solution aqueuse bouillante d'un mélange alcalin — Méthode d'essai et classification

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit

- a) une méthode de détermination de la résistance du verre à l'attaque par une solution aqueuse bouillante de carbonate de sodium et d'hydroxyde de sodium. La résistance est mesurée, en raison inverse, par la perte de masse du verre par unité d'aire;
- b) une classification du verre selon la résistance aux alcalins déterminée par la méthode de la présente Norme internationale.

NOTE 1 Cette méthode d'essai selon la présente Norme internationale est aussi applicable pour la détermination de la résistance des vitrocéramiques aux alcalins.

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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 683-13:1986, *Aciers pour traitement thermique, aciers alliés et aciers pour décolletage — Partie 13: Aciers corroyés inoxydables.*

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

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

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

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

ISO 4799:1978, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants.*

3 Principe

3.1 Immersion de deux morceaux d'échantillon ayant une aire totale comprise entre 10 cm² et 15 cm², dans une solution aqueuse bouillante à volumes égaux de carbonate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$, et d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, durant 3 h. Calcul de la perte de masse par unité d'aire du verre.

4 Réactifs

Au cours de l'essai, à moins de prescriptions contraires, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente (eau de qualité 3, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3696).

4.1 **Acétone**, CH_3COCH_3 .

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

4.3 **Acide chlorhydrique**, solution $c(\text{HCl}) \approx 2 \text{ mol/l}$.

4.4 **Acide fluorhydrique**, solution $c(\text{HF}) \approx 22 \text{ mol/l}$ (solution à 400 g HF/l environ).

4.5 Carbonate de sodium, solution $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,5 \text{ mol/l} \pm 0,01 \text{ mol/l}$, fraîchement préparée avant chaque essai.

4.6 Hydroxyde de sodium, solution $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l} \pm 0,02 \text{ mol/l}$, fraîchement préparée avant chaque essai.

5 Appareillage

5.1 Récipient d'essai, en argent pur ou en alliage d'argent résistant aux alcalis, ou en acier inoxydable de type 15¹⁾ conforme aux prescriptions de l'ISO 683-13. Un récipient recommandé, tel que représenté à la figure 1, est de forme cylindrique à fond hémisphérique ou plat et muni d'un couvercle assurant une étanchéité parfaite. Le couvercle est muni d'un col large et, sur sa face inférieure, de quatre crochets permettant de suspendre les échantillons. La garniture, destinée à assurer un joint satisfaisant entre le corps du récipient et le couvercle, doit être en matériau inerte dans les conditions de l'essai.

5.2 Réfrigérant, du type Allihn ou Liebig-West, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 4799, en verre de résistance hydrolytique de la classe HGA 1 de l'ISO 720²⁾, s'adaptant au col du couvercle au moyen d'un bouchon réalisé en un matériau inerte convenable, préalablement plongé dans de l'eau bouillante durant 60 min.

5.3 Balance, précise à $\pm 0,1 \text{ mg}$.

5.4 Dessiccateur, contenant une matière desséchante appropriée.

5.5 Instruments de mesure, destinés à mesurer les longueurs et les diamètres avec une précision de $\pm 1 \%$.

5.6 Étuve, pouvant maintenir une température de 110°C .

5.7 Bécher, de 1 litre de capacité, satisfaisant aux spécifications de l'ISO 3819.

5.8 Fil d'argent.

5.9 Pincettes, dont les extrémités sont recouvertes, si nécessaire, d'une matière convenable, par exemple plastique, argent, platine.

5.10 Bain chauffant, équipé d'un thermostat et d'un régulateur de température capable de chauffer et de maintenir le bain liquide, par exemple de glycérol, à une température comprise entre 110°C et 112°C . Le bain chauffant doit être muni d'un dispositif d'agitation ou d'une pompe à circulation et être équipé d'un couvercle ou d'une couche de billes plastiques pour couvrir complètement la surface du bain liquide. Il doit être de capacité suffisante pour permettre d'immerger chaque récipient d'essai dans le bain liquide jusqu'à ce que le niveau du liquide à l'intérieur du récipient d'essai soit de niveau avec celui du bain chauffant et à une distance intérieure circulaire d'environ 60 mm. Ces conditions doivent être aussi remplies si plusieurs récipients d'essai sont placés simultanément dans le bain chauffant. Le bain chauffant doit être muni d'un système de mesurage de température, par exemple thermomètres digitaux, pour permettre de mesurer la température du bain liquide dans le domaine 110°C à 112°C .

6 Préparation et nombre d'échantillons

6.1 Verre «tel quel»

Couper le ou les morceaux d'échantillon [couramment dénommé(s) «échantillon» dans la suite du texte] dans le verre dans des formes facilement mesurables telles que carré, rectangle, ou, à partir de tubes, en cylindres à extrémité ouverte.

Chaque échantillon doit avoir une aire totale, y compris les aires des bords, de 10 cm^2 à 15 cm^2 . Supprimer tout angle aigu, toute rugosité ou tout éclat par polissage des bords ou biseautage des coins. Ne pas polir à la flamme n'importe quelle partie des échantillons.

Ceci concerne uniquement les échantillons où la nouvelle aire de découpage n'est pas supérieure à 20 % de l'aire totale. Autrement l'échantillon doit être découpé selon le mode opératoire indiqué en 6.2 et considéré comme «verre en tant que matériau».

6.2 Verre «en tant que matériau»

Immerger totalement le ou les échantillon(s) dans un mélange de 1 volume d'acide fluorhydrique (4.4) et de 9 volumes d'acide chlorhydrique (4.3). Laisser reposer les échantillons à la température ambiante durant 10 min. Maintenir les échantillons en place et vider le mélange très soigneusement. Rincer cinq fois le ou les échantillon(s) avec de l'eau distillée (voir premier alinéa de l'article 4).

1) Les constituants spécifiques de l'acier type 15 sont 18 % de Cr, 10 % de Ni, 0,08 % maximum de C et une addition de Ti.

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

6.3 Nombre d'échantillons

Pour chaque essai, qu'il s'agisse d'essai pour verre «tel quel» ou pour verre «en tant que matériau», deux échantillons doivent être examinés.

7 Mode opératoire

7.1 Nombre d'échantillons dans le récipient d'essai

Lorsque des verres «inconnus» doivent être examinés, seulement deux échantillons doivent être essayés en même temps. Lorsque des verres avec une perte de masse par unité d'aire inférieure à 200 mg/dm² sont examinés, on peut essayer simultanément jusqu'à quatre échantillons de deux types de verres différents.

7.2 Méthode

Mesurer et calculer l'aire totale de chaque échantillon, y compris la surface des bords, avec une précision de 2 % et noter la valeur obtenue.

Laver l'échantillon, en utilisant les pinces (5.9) pour tenir le verre (comme dans les opérations ultérieures), trois fois en utilisant à chaque fois de la nouvelle eau (voir premier alinéa de l'article 4) et le rincer ensuite avec de l'acétone (4.1). Sécher l'échantillon à l'étuve (5.6) à 110 °C durant 60 min, le laisser refroidir dans le dessiccateur (5.4) à la température ambiante, puis le peser à 0,1 mg près. Noter la masse, m_1 , de chaque échantillon.

Placer 800 ml d'un mélange à volumes égaux des solutions de carbonate de sodium (4.5) et d'hydroxyde de sodium (4.6) dans le récipient d'essai (5.1). Immerger chaque récipient d'essai dans le bain chauffant (5.10) jusqu'à ce que le niveau du liquide dans le récipient d'essai soit au niveau de celui du liquide dans le bain. Fixer le réfrigérant (5.2) sur le couvercle de chaque récipient d'essai et ouvrir la circulation d'eau dans le réfrigérant. Couvrir les surfaces à l'air libre du bain liquide et augmenter l'agitation ou la circulation de liquide. Chauffer jusqu'à ce que le liquide dans chaque récipient d'essai (5.1) atteigne 102,5 °C ± 0,5 °C, et la température du bain liquide soit comprise entre 110 °C et 112 °C, en évitant les soubresauts dans le récipient d'essai, si nécessaire en ajoutant des régulateurs d'ébullition, tels que morceaux de fil d'argent ou de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

Soulever les couvercles et réfrigérants des récipients d'essai, suspendre les échantillons par des fils d'argent (5.8) aux crochets du couvercle du récipient, fixer la garniture sur l'embout du corps de chaque récipient d'essai, puis immerger dans la

solution bouillante de telle façon que tous les échantillons soient complètement recouverts par la solution et qu'ils ne soient en contact ni entre eux ni avec la paroi du récipient et s'assurer que le couvercle et le corps du récipient d'essai soient suffisamment hermétiquement serrés sur la garniture pour éviter des pertes de vapeur au cours de la période de chauffage.

À partir de l'immersion des échantillons, maintenir durant 3 h ± 2 min la température de 102,5 °C ± 0,5 °C dans les récipients d'essai.

Retirer l'échantillon de la solution bouillante et l'immerger trois fois dans un volume de 500 ml de l'acide chlorhydrique (4.2) contenu dans le bécher (5.7). Le laver trois fois en utilisant à chaque fois de la nouvelle eau, et le rincer finalement avec de l'acétone (4.1). Sécher l'échantillon à l'étuve (5.6) à 110 °C durant 60 min, le laisser refroidir dans le dessiccateur (5.4) à la température ambiante, puis peser à 0,1 mg près chaque échantillon. Noter la masse, m_2 , de l'échantillon. Calculer la perte de masse de chaque échantillon.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

À partir des résultats obtenus, calculer et noter la perte de masse par unité d'aire, ρ_A , en milligrammes par décimètre carré, suivant l'équation

$$\rho_A = \frac{100(m_1 - m_2)}{A}$$

où

m_1	est la masse initiale, en milligrammes, de l'échantillon;
m_2	est la masse finale, en milligrammes, de l'échantillon;
A	est l'aire totale, en centimètres carrés, de l'échantillon.

Calculer la valeur moyenne des résultats obtenus.

Si les valeurs diffèrent de plus de 10 % de la valeur moyenne, répéter l'essai, en utilisant deux échantillons nouveaux et des solutions fraîches.

8.2 Classification

Le verre doit être classé comme indiqué dans le tableau 1, selon la perte de masse par unité d'aire, exprimée en milligrammes par décimètre carré, après un essai de 3 h selon la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Tableau 1 — Valeurs limites de l'essai de résistance aux alcalins

Classe	Caractéristiques	Perte de masse par unité d'aire après 3 h mg/dm ²
A1	Faible attaque	Jusqu'à 75
A2	Légère attaque	Au-dessus de 75 jusqu'à 175
A3	Forte attaque	Au-dessus de 175

8.3 Désignation

Pour faire référence à la résistance aux alcalins 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 ayant une perte de masse par unité d'aire de 90 mg/dm² (classe A2):

**Verre, classe de résistance aux alcalins
ISO 695 - A2**

9 Fidélité

Valeur de répétabilité: $r = 16 \text{ mg/dm}^2$

Valeur de reproductibilité: $R = 25 \text{ mg/dm}^2$

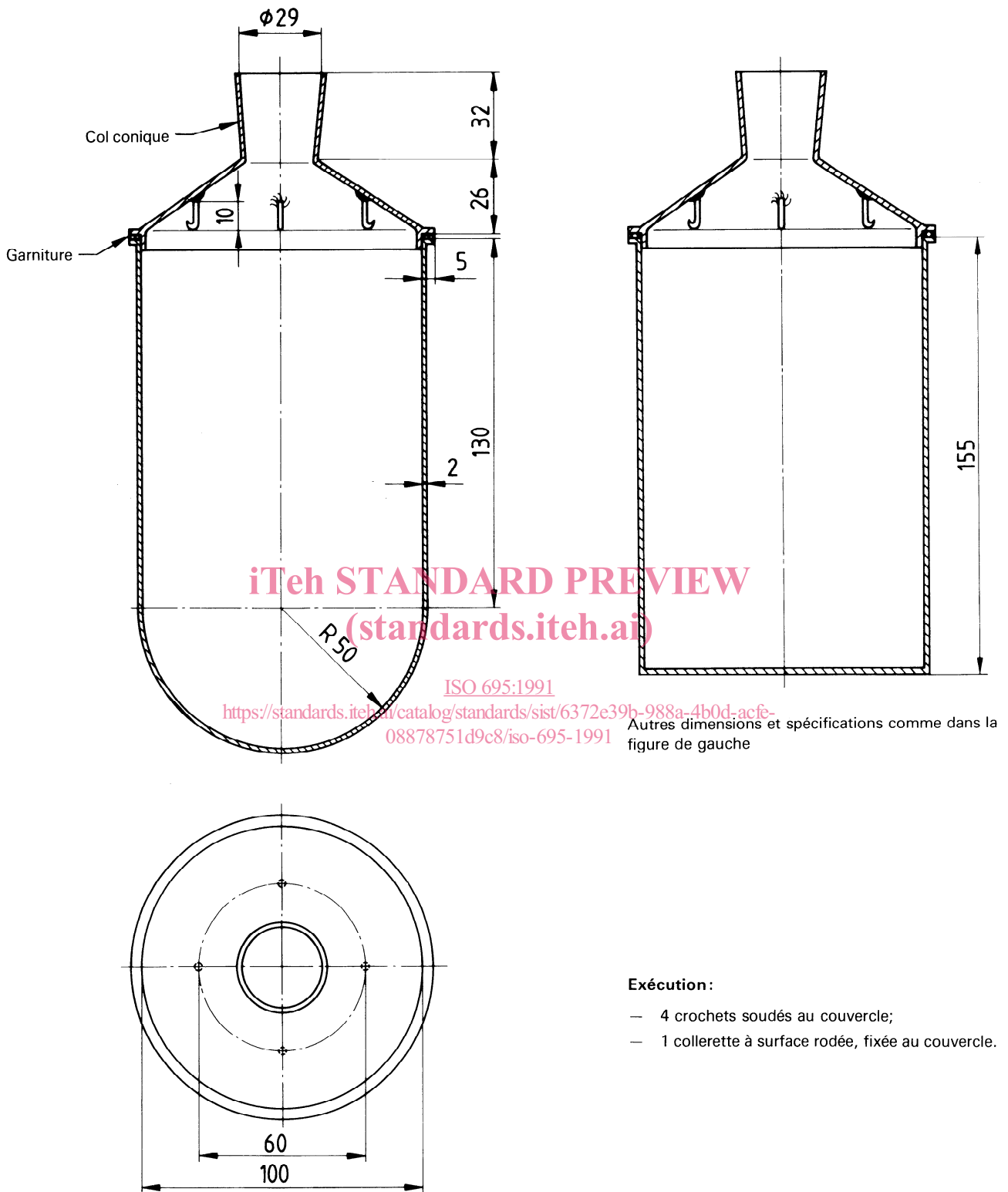
NOTE 2 Les données de fidélité sont calculées à partir des résultats obtenus au cours d'essais interlaboratoires, dans lesquels sept laboratoires ont effectué 87 déterminations simples fournissant une moyenne arithmétique de $\rho_A = 163 \text{ mg/dm}^2$ pour le verre essayé.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- la référence de la présente Norme internationale;
- l'identification de l'échantillon;
- une déclaration stipulant que l'essai a été réalisé sur le verre «tel quel» ou le verre «en tant que matériau» après décapage de la surface;
- l'aire totale, en centimètres carrés, à 0,1 cm² près, de l'échantillon essayé;
- la perte de masse par unité d'aire, en milligrammes par décimètre carré, à 1 mg/dm² près, du verre, valeur moyenne;
- la classe A de résistance aux alcalins (désignation);
- toutes particularités rencontrées au cours de la détermination.

Dimensions en millimètres



Vue de dessus du couvercle, montrant la position des crochets

Figure 1 — Exemples de récipients d'essai convenables avec un fond hémisphérique et un fond plat

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 695:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6372e39b-988a-4b0d-acfe-08878751d9c8/iso-695-1991>

CDU 542.231:620.193.42

Descripteurs: verre, résistance aux bases, classification, désignation, essai, essai de résistance aux bases, essai à température d'ébullition.

Prix basé sur 5 pages
