

СТЕКЛО ОПТИЧЕСКОЕ

Методы определения химической устойчивости,
группы химической устойчивости

Optical glass
Methods for determination of chemical
stability; groups of chemical stability

ГОСТ
13917—82

Взамен
ГОСТ 13917—68

ОКП 443910

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 декабря 1982 г. № 5173 срок введения установлен

с 01.01.84

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на оптическое неорганическое стекло и устанавливает методы определения химической устойчивости, а также группы химической устойчивости: группы кислотоустойчивости и группы устойчивости к воздействию влажной атмосферы.

1. ГРУППЫ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ

1.1. В зависимости от длительности воздействия на полированную поверхность образца 0,1 н. раствора уксусной кислоты или дистиллированной воды при температуре 50 °С (далее — реагента), вызывающего уменьшение коэффициента отражения на заданное значение, оптические стекла разделяют на группы кислотоустойчивости, указанные в табл. 1.

Образцы несиликатного стекла (стекла, содержащего молярную долю окиси кремния менее 30%) дополнительно проверяют интерференционным методом для обнаружения возможного растворения.

1.1.1. При определении группы кислотоустойчивости растворяющегося в реагенте стекла растворение слоя толщиной более 0,1 мкм условно рассматривают как уменьшение коэффициента отражения ΔR_v более чем на 0,004.

Таблица 1

| Группа кислотоустойчивости | Длительность воздействия, мин | Реагент | Уменьшения коэффициента отражения ΔR_v |
|----------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--|
| 1 | 300 | 0,1 н. раствор уксусной кислоты | $<0,004$ |
| 2 | Св. 60 до 300 включ. | | $\geq 0,004$ |
| 3 | Св. 15 до 60 включ | | |
| 4 | До 15 включ | Дистиллированная вода | $<0,004$ |
| | Св. 15 до 60 включ | | $\geq 0,004$ |
| 5 | Св. 15 до 60 включ. | | |
| 6 | До 15 включ. | | |

1.2. В зависимости от длительности воздействия на полированную поверхность образца влажной атмосферы (воздушной среды без конденсации паров воды) при заданных температуре и относительной влажности, вызывающего разрушение поверхности, оптические стекла разделяют на группы устойчивости к влажной атмосфере, указанные в табл. 2.

Для образцов несиликатного стекла также проверяют уменьшение коэффициента отражения на заданное значение.

Таблица 2

| Оптическое стекло | Группа устойчивости к влажной атмосфере | Длительность воздействия, ч | Температура, °C | Влажность, % | Результат | |
|-------------------|---|-----------------------------|-----------------|--------------|---|-----------------------------------|
| | | | | | Разрушение поверхности | Уменьшение коэффициента отражения |
| Силикатное | А | 20 | 50 | 85 | Нет | — |
| | Б | 20 | | | Равномерный налет | |
| | В | 5 | | | | |
| | Г | 2 | | | | |
| Несиликатное | с | 10 | 80 | 75 | Нет | До 0,005 |
| | у | | | | Потускнение и растрескивание поверхности, появление окраски | |
| | | | | | — | От 0,005 до 0,010 |
| | д | | | | | Св. 0,010 |

2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ

2.1. Метод определения химической устойчивости к воздействию 0,1 н. раствора уксусной кислоты или дистиллированной воды

2.1.1. Требования к образцам

2.1.1.1. Образец должен иметь форму параллелепипеда размером $20 \times 20 \times 10$ мм. Предельное отклонение ± 5 мм.

Четыре образца должны быть изготовлены из стекла одной варки, бесвиальность и пузырность которого соответствуют требованиям, установленным для стекла данной марки

2.1.1.2. Рабочая поверхность образца размером 20×20 мм должна быть отполирована до параметра шероховатости $Rz \leq 0,050$ мкм по ГОСТ 2789—73, чистота рабочей поверхности — IV класс по ГОСТ 11141—76

Остальные поверхности должны быть отшлифованы до параметра шероховатости $Rz \leq 1,25$ мкм.

Допуск плоскостности рабочей поверхности должен не превышать 2,2 мкм или 8 интерференционных полос.

2.1.2. Аппаратура, материалы и реактивы

2.1.2.1. Для измерения коэффициента отражения применяют рефлексомер с погрешностью измерения не более 0,001. Конструкцией рефлексометра должно быть обеспечено освещение измеряемого образца пучком лучей диаметром 1—3 мм, с углом отражения 10—15°. Приемником излучения является селеновый фотоэлемент чувствительностью не менее 400 мкА/лм для длины волны 550 нм. Отсчетным устройством служит микроамперметр с пределом отсчета до 0,1 мкА и внутренним сопротивлением до 2 кОм.

Допускается использовать другой прибор с погрешностью измерения коэффициента отражения, не более указанной.

2.1.2.2. Для испытания образца в реагенте применяют:

жидкостный термостат, обеспечивающий постоянство температуры $(50 \pm 0,5)$ °С по всему объему реагента;

термометр по ГОСТ 2045—71 со шкалой до 100 °С и с ценой деления 1 °С;

часы с минутными делениями;

кристаллизационную чашку или химический стакан вместимостью 200—500 см³;

эксикатор с осушителем (силикагелем, обезвоженным сульфатом меди, хлоридом кальция);

пробное стекло или интерференционный микроскоп, применяемые с черной подложкой для образца;

аналитические щипцы или пинцет;

вату по ГОСТ 10477—75;

фильтровальную бумагу по ГОСТ 12026—76;

лак или эмаль, не реагирующие со стеклом и реагентом. Допускается применять наклеечную смолу, используемую при полировании стекла;

уксусную кислоту по ГОСТ 61—75, ч. д. а., 0,1 н. раствор;

дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72;

этиловый ректификованный спирт по ГОСТ 18300—72.

2.1.3. Подготовка к испытанию

2.1.3.1. Рефлексометр градуируют в видимой области спектра по стеклу К8 ГОСТ 3514—76, принимая коэффициент отражения его полированной поверхности равным 0,042.

2.1.3.2. Рабочую поверхность образца очищают от загрязнений последовательно сменяемыми ватными тампонами (не менее 10), смоченными спиртом или другим растворителем, применяемым для чистки оптических деталей. Затем измеряют коэффициент отражения в четырех местах и вычисляют среднеарифметическое значение R_{v0} .

2.1.3.3. На половину рабочей поверхности образца несиликатного стекла или стекла неизвестного химического состава, коэффициент отражения которого по данным предыдущего испытания уменьшается менее чем на 0,004 и поэтому подлежащего проверке на растворимость в реагенте, наносят защитный слой лака (эмали, наклеечной смолы).

Защитный слой должен иметь ровную границу с незащищенной половиной образца. Защитный слой подсушивают в течение часа под электролампой.

2.1.3.4. Перед испытанием образцы, при необходимости, хранят в эксикаторе с осушителем не более 7 сут.

2.1.4. Проведение испытания

2.1.4.1. В кристаллизационную чашку наливают 200—500 см³ реагента, закрывают крышку и помещают в термостат. В нагретый до 50°C реагент щипцами погружают образец, перемещая его в реагенте для удаления пузырьков воздуха с поверхности.

После выдерживания в течение заданного времени щипцами вынимают образец, промывают от раствора уксусной кислоты дистиллированной водой температурой 40—50°C (после выдерживания в дистиллированной воде образец промывать не требуется) и подсушивают прикосанием фильтровальной бумаги.

2.1.4.2. Коэффициент отражения рабочей поверхности образца, подвергнутой воздействию реагента, измеряют в четырех местах и вычисляют среднеарифметическое значение R_v .

2.1.4.3. Выбор реагента и длительности воздействия необходимо проводить в последовательности, приведенной ниже:

первый образец погружают на 15 мин в 0,1 н. раствор уксусной кислоты и определяют уменьшение коэффициента отражения ΔR_{v1} . Если $\Delta R_{v1} < 0,004$, второй образец выдерживают в таком же растворе 60 мин и определяют ΔR_{v2} . Если $\Delta R_{v2} \geq 0,004$, стек-

ло соответствует 3-й группе кислотоустойчивости, если $\Delta Rv_2 < 0,004$, третий образец выдерживают 300 мин и определяют ΔRv_3 . Если $\Delta Rv_3 \geq 0,004$, стекло соответствует 2-й группе, если $\Delta Rv_3 < 0,004$, стекло соответствует 1-й группе.

Если после испытания первого образца в течение 15 мин в растворе уксусной кислоты уменьшение его коэффициента отражения $\Delta Rv_1 \geq 0,004$, то второй образец погружают в дистиллированную воду на 15 мин. Если после этого $\Delta Rv_2 \geq 0,004$, стекло соответствует 6-й группе, если $\Delta Rv_2 < 0,004$, то третий образец выдерживают в воде 60 мин. Если $\Delta Rv_3 \geq 0,004$, стекло соответствует 5-й группе, если $\Delta Rv_3 < 0,004$, стекло соответствует 4-й группе.

Четвертый образец необходимо использовать для подтверждения полученной группы кислотоустойчивости.

2.1.4.4. Каждый образец следует испытывать в новой порции реагента

2.1.4.5. Для проверки растворимости стекла в реагенте с образца данного стекла осторожно снимают защитный слой лака, отрывая его с угла. Слой смолы удаляют нагретым ножом, затем поверхность протирают тампонами ваты, смоченными растворителем. Следы воды удаляют прикасанием фильтровальной бумаги. Образец кладут на черную поверхность подложки и накладывают пробное стекло или помещают на столик интерференционного микроскопа. Вследствие растворения толщина незащищенной половины образца уменьшается и на границе с защищенной, не растворившейся половиной определяют смещение интерференционных полос.

2.1.5. Обработка результатов

2.1.5.1. Уменьшение коэффициента отражения рассчитывают по формуле $\Delta Rv = Rv_0 - Rv$.

2.1.5.2. Смещение более 0,3 интерференционной полосы на образце растворившегося стекла соответствует толщине растворенного слоя более 0,1 мкм.

2.1.5.3. В зависимости от условий испытания и полученного результата стекло относят к одной из групп кислотоустойчивости, указанных в табл. 1 и в п. 2.1.4.3.

2.2. Метод определения химической устойчивости к влажной атмосфере

2.2.1 Требования к образцам

2.2.1.1. Образец должен иметь форму пластины размером не менее $20 \times 20 \times 2,5$ мм.

Число образцов силикатного стекла — 6, несиликатного — 4.

Требования к качеству стекла — по п. 2.1.1.1.

2.2.1.2. Шероховатость рабочей поверхности образца — по п. 2.1.1.2, параметр шероховатости остальных поверхностей образца силикатного стекла $Rz \leq 0,100$ мкм, несиликатного стекла $Rz \leq 1,25$ мкм по ГОСТ 2789—73.

Поверхность образца, противоположную рабочей, отмечают меткой.

Чистота рабочей поверхности — III класс по ГОСТ 11141—76.

Сколы на краях рабочей поверхности не допускаются.

2.2.1.3. Контрольные образцы следует изготавливать из стекла марки К8 или БК10, Ф1 по ГОСТ 3514—76.

Число контрольных образцов — 3. Качество стекла и поверхностей контрольного образца — по пп. 2.1.1.1 и 2.2.1.2.

2.2.2. *Аппаратура, материалы и реактивы*

2.2.2.1. Для измерения коэффициента отражения применяют рефлексометр по п. 2.1.2.1.

2.2.2.2. Для испытания образца в реагенте применяют:

климатическую камеру или камеру-кювету с воздушным термостатом.

Камера должна обеспечивать в рабочем пространстве постоянную температуру 50 и 80 °С с предельным отклонением $\pm 0,5$ °С и относительной влажности 75 и 85% с предельным отклонением $\pm 1,5$ %. Стеклоянная или металлическая камера-кювета должна быть снабжена стеклянным держателем образцов, металлической кристаллизационной чашкой и крышкой с хомутом;

бинокулярный микроскоп по ГОСТ 8284—78 с увеличением не менее $25\times$ с черной подложкой для образца;

эксикатор с осушителем, вату, спирт — по п. 2.1.2.2;

азотнокислый калий по ГОСТ 4217—77, ч. д. а., насыщенный раствор или

сернокислый 7-водный магний по ГОСТ 4523—77, насыщенный раствор;

хлористый натрий по ГОСТ 4233—77, насыщенный раствор;

эфир петролейный по ГОСТ 11992—66, фракция 30—70 °С.

2.2.3. *Подготовка к испытанию*

2.2.3.1. Подготовка рефлексометра — по п. 2.1.3.1.

2.2.3.2. Очистка поверхностей образца — по п. 2.1.3.2. При наблюдении под микроскопом на очищенных поверхностях не должно быть видно загрязнений в виде мазков, капель, серости, допускаются отдельные пылинки в виде светящихся точек.

Измерение коэффициента отражения очищенной рабочей поверхности образца — по п. 2.1.3.2.

2.2.3.3. Камеру-кювету, держатель образцов и кристаллизационную чашку промывают горячей водой с мылом, затем дистиллированной водой. Допускается заменять промывание протиранием ватным тампоном, смоченным эфиром.

2.2.3.4. Перед испытанием образцы, при необходимости хранят в эксикаторе с осушителем не более 3 сут.

2.2.4. Проведение испытания

2.2.4.1. При проведении испытания в камере-кювете в нее устанавливают кристаллизационную чашку с 2—3 г азотнокислого калия или сернокислого магния и над ней помещают держатель с двумя образцами стекла и контрольным образцом. При испытании несиликатного стекла в чашку помещают 2—3 г хлористого натрия и контрольный образец не устанавливают. Камеру-кювету закрывают, подложив под крышку кольцевую резиновую прокладку и помещают в термостат до установления в ней заданной температуры. Затем в чашку наливают 20—25 см³ насыщенного раствора того же реактива, который находился в чашке. Крышку камеры плотно закрывают, прижимая надетым на нее хомутом (см. рекомендуемое приложение). Камеру-кювету с образцами выдерживают в термостате в течение 1 ч, после чего начинают отсчет длительности испытания. После окончания заданного времени камеру вынимают из термостата, удаляя чашку с раствором, оставляя в камере с приоткрытой крышкой образцы для предохранения от запыления при охлаждении.

2.2.4.2. При проведении испытания в климатической камере два образца стекла с контрольным образцом (образцы несиликатного стекла без контрольного образца), установленные в держателе, нагревают в течение 15 мин в термостате с заданной температурой, после чего быстро переносят в камеру с той же температурой. После закрывания камеры начинают отсчет длительности испытания. Через заданное время камеру открывают для охлаждения образцов.

2.2.4.3. Длительность выдерживания образцов силикатного стекла задают, начиная с 2 ч, затем 5 и 20 ч. Последующее испытание проводят с новыми образцами, новым контрольным образцом и с новой порцией реактива.

Допускается выдерживать образцы несиликатного стекла в течение 10 ч за два периода по 5 ч с перерывом не более 12 ч, при этом подготовку образцов к испытанию не повторяют.

2.2.4.4. Образец, вынутый из держателя после окончания испытания, кладут на черную подложку и рассматривают его рабочую поверхность: силикатного стекла — под микроскопом, сравнивая ее с рабочей поверхностью контрольного образца, несиликатного стекла — визуально с последующим измерением коэффициента отражения по п. 2.1.4.2.

2.2.4.5. Если на рабочей поверхности образца силикатного стекла появился равномерный налет преимущественно в виде мельчайших капель, но контрольный образец остался чистым, стекло соответствует группе Г, В или Б в зависимости от длительности испытания 2; 5 или 20 ч соответственно.

Образцы, на поверхности которых появились капли в отдельных местах, при определении группы не учитывают.

Если на поверхности образца силикатного стекла налет не обнаружен, два следующих образца подвергают испытанию при большей длительности (п. 2.2.4.3).

Стекло, на образце которого нет налета после испытания в течение 20 ч, соответствует группе А.

2.2.4.6. Если при визуальном осмотре признаки разрушения несиликатного стекла (потускнение поверхности, растрескивание и появление окраски) отсутствуют и уменьшение коэффициента отражения $\Delta R_v \leq 0,005$, стекло соответствует группе с. При обнаружении хотя бы одного из перечисленных признаков стекло относят к группе у.

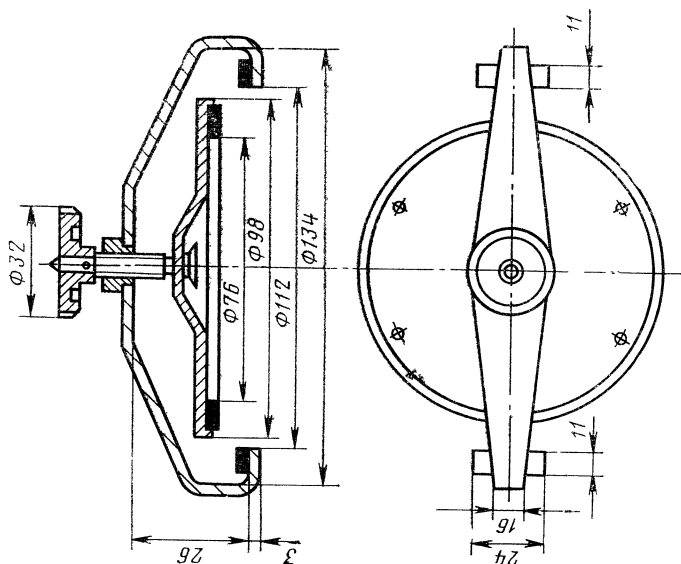
Этой же группе соответствует стекло, у которого уменьшение коэффициента отражения ΔR_v от 0,005 до 0,010. При $\Delta R_v \geq 0,010$ стекло соответствует группе д.

2.2.4.7. Вторую пару образцов несиликатного стекла используют для подтверждения полученной группы устойчивости.

2.2.5. *Обработка результатов*

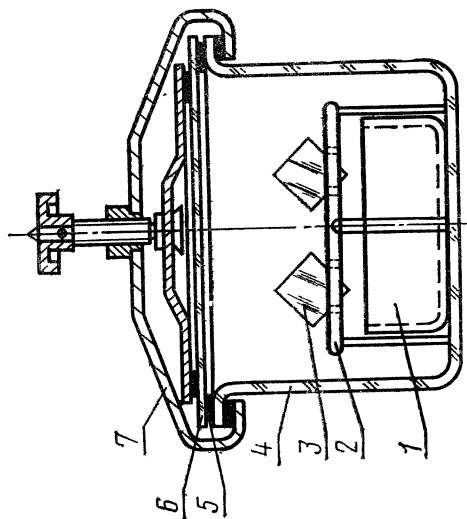
2.2.5.1. В зависимости от длительности воздействия, результатов осмотра рабочей поверхности образцов и уменьшения коэффициента отражения определяют группу химической устойчивости в соответствии с табл. 2 и пп. 2.2.4.5—2.2.4.6.

Хомут с зажимным винтом



Черт. 2

Камера-кювета



1—чашка для растворов; 2—подставка для образцов; 3—образец; 4—сосуд; 5—резиновая прокладка; 6—крышка; 7—хомут с зажимным винтом

Черт. 1