МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ * 719

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

СТЕКЛО. ГИДРОЛИТИЧЕСКАЯ СТОЙКОСТЬ СТЕКЛЯННЫХ ГРАНУЛ ПРИ 98° С

МЕТОД ИСПЫТАНИЯ И КЛАССИФИКАЦИЯ

Издание второе

Цена коп.

Группа И11

УДК 666.1:620.193.4 Рег. № ИСО 719—85

Дескрипторы: стекло, испытания, испытания при температуре кипения, определение, гидролитическая стойкость, классификация, обозначение

1987

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

Международная организация по стандартизации (ИСО) представляет собой объединение национальных организаций по стандартизации (комитеты — члены ИСО). Разработка международных стандартов осуществляется техническими комитетами ИСО. Каждый комитет-член может принимать участие в работе *любого технического комитета* по интересующему его вопросу. Правительственные и неправительственные международные организации, сотрудничающие с ИСО, также принимают участие в этой работе.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, перед утверждением их Советом ИСО в качестве международных стандартов направляются всем комитетам-членам.

Международный стандарт ИСО 719 разработан Техническим комитетом ИСО/ТК 48 «Лабораторная стеклянная посуда и соответствующие аппараты».

ИСО 719 был опубликован в 1981 г. Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание и является его техническим пересмотром.

Международные стандарты периодически пересматриваются и поэтому любая ссылка приводится по последнему изданию.

СТЕКЛО. ГИДРОЛИТИЧЕСКАЯ СТОЙКОСТЬ СТЕКЛЯННЫХ ГРАНУЛ ПРИ 98°С

Метод испытания и классификация

Glass. Hydrolytic resistance of glass grains at 98 °C. Method of test and classification

Рег. № ИСО 719—85

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий международный стандарт устанавливает:

а) метод определения гидролитической стойкости стеклянных гранул при 98 °С. Стойкость определяют и выражают объемом кислоты, необходимым для титрования щелочи, экстрагированной из единицы массы стекла; стойкость также выражают количеством окиси натрия, эквивалентным данному объему кислоты;

b) классификацию стекла в соответствии с гидролитической стойкостью, определяемой по методике стандарта.

Методику стандарта применяют для менее химически стойких типов стекла. Для более химически стойких типов стекла следует применять методику ИСО 720.

Примечание. Классификация стекла в соответствии с методикой стандарта неидентична классификации стекла в соответствии с требованиями ИСО 720. При обозначении гидролитического класса следует указывать применяемую классификацию.

2. ССЫЛКИ

ИСО 385/1 «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования».

ИСО 385/2 «Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания».

ИСО 565 «Образцовые сита. Металлическая сетка, перфорированные тарелки и гальванические пластины. Номинальные размеры отверстий».

ИСО 648 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой».

ИСО 720 «Стекло. Гидролитическая стойкость стеклянных гранул при 121°С. Метод определения и классификация».

ИСО 1042 «Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной отметкой».

ИСО 1773 «Посуда лабораторная стеклянная. Колбы для кипячения (узкогорлые)».

ИСО 3696 «Вода для лабораторного применения. Технические требования»*.

ИСО 3819 «Посуда лабораторная стеклянная. Стаканы».

3. ПРИНЦИП

Способ испытания — испытание стекла в виде стеклянных гранул. 2 г стеклянных гранул, измельченных до размеров от 300 до 500 мкм, обрабатывают водой 2-й степени чистоты в течение 60 мин при температуре 98°С. Степень гидролитической стойкости определяют анализом экстракта.

4. РЕАГЕНТЫ

Для испытания используют реактивы классификации ч. д. а.

4.1. Вода 2-й степени чистоты в соответствии с ИСО 3696. Вода не должна содержать растворенных газов, например двуокиси углерода. Для этого воду кипятят в колбе (п. 5.6) не менее 15 мин.

Такую воду хранят в течение 24 ч в закрытой пробкой колбе без изменения pH.

Непосредственно перед испытанием вода должна быть нейтральна по метиловому красному, т. е. она должна окрашиваться в оранжево-красный цвет (а не в фиолетово-красный или желтый) при добавлении 2 капель индикаторного раствора метилового красного (п. 4.4) в 25 мл воды, что соответствует (5,5±0,1) pH.

Примечание. Вода такой окраски может быть использована как *стандартный раствор (см. п. 7)*.

4.2. Раствор соляной кислоты HCl=0,01 *М*.

4.3. Раствор соляной кислоты HCl≈1 м.

4.4. Раствор метилового красного (индикатор).

Растворяют 25 мг натриевой соли метилового красного $C_{15}H_{14}N_3NaO_2$ в 100 мл воды 2-й степени чистоты (п. 4.1).

4.5. Ацетон CH_3COCH_3.

4.6. Вода дистиллированная или вода такого же качества (вода 3-й степени чистоты, соответствующая требованиям ИСО 3696).

5. АППАРАТУРА

Для испытания используют обычную лабораторную аппаратуру.

---

* В стадии проекта.

5.1. Весы с погрешностью взвешивания ±5 мг и ниже.

5.2. Бюретки вместимостью 5, 2 или 1 мл, соответствующие требованиям класса А ИСО 385/2 (общие требования установлены в ИСО 385/1) и изготовленные из стекла гидролитического класса HGA 1 по классификации ИСО 720*.

Вместимость бюреток выбирают в соответствии с предполагаемым расходом соляной кислоты (п. 4.2).

5.3. Пипетки вместимостью 25 мл, соответствующие требованиям класса А ИСО 648.

5.4. Колбы мерные с одной отметкой вместимостью 50 мл, соответствующие требованиям класса А ИСО 1042 и класса HGA 1 ИСО 720*, со стеклянными пробками.

Примечание. Рекомендуется выбирать колбы с отметкой в нижней половине горловины.

Перед применением каждую новую колбу подвергают следующей обработке: колбы наполняют раствором соляной кислоты (п. 4.3) выше отметки и нагревают до температуры немного выше температуры испытания в течение 2 ч в горячей бане (п. 5.19). Затем колбы промывают водой (п. 4.6), наполняют выше отметки водой и нагревают, как указано выше, в течение 2 периодов по 1 ч, меняя каждый раз воду.

Примечания:

1. Допускается применять колбы из кварца. В этом случае предварительная обработка колб не требуется.

2. Если колбы уже применяли для определения щелочестойкости гранул низкостойкого стекла, то перед дальнейшим применением их следует обработать указанным выше способом.

5.5. Колбы конические вместимостью 100 мл, соответствующие требованиям ИСО 1773.

5.6. Колбы для кипячения вместимостью 1000 мл, соответствующие требованиям ИСО 1773, изготовленные из кварца или боросиликатного стекла.

Перед применением каждую новую колбу обрабатывают способом, указанным в п. 5.4.

5.7. Стаканы вместимостью 100 мл, соответствующие требованиям ИСО 3819.

5.8. Стаканчики для взвешивания вместимостью около 20 мл.

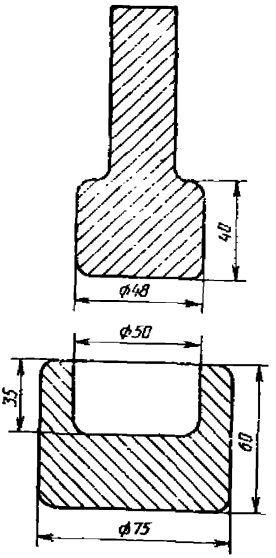
5.9. Эксикатор.

5.10. Молоток массой около 0,5 кг.

5.11. Ступка с пестиком из закаленной магнитной стали. Форма и приблизительные размеры в миллиметрах указаны на чертеже.

---

* Стекло гидролитической стойкости стеклянных гранул HGB1 по ИСО 719 соответствует классу HGA 1 по ИСО 720.



5.12. Магнит.

5.13. Набор сит диаметром 200 мм, соответствующий требованиям ИСО 565, с квадратными отверстиями и сеткой из нержавеющей стали. Набор включает:

сито (А) с отверстием размером 500 мкм;

сито (В) с отверстием размером 300 мкм;

сито (О) с отверстием размером от 600 до 1000 мкм. Необходимый размер выбирают из этого диапазона.

Крышка, поддон и особенно кольца сит должны быть изготовлены из нержавеющей стали или лакированного дерева.

Примечание. Применение сита (О) рекомендуется для задержки крупных гранул стекла и предохранения сита (А) от быстрого износа.

5.14. Шаровая мельница

Мельница вместимостью 250 мл должна быть изготовлена из агата или нержавеющей стали. Применяют 2 шара диаметром 40 мм или 3 шара диаметром 30 мм.

5.15. Механизм для просеивания

Для просеивания гранул применяют механическое сито или установку для просеивания.

5.16. Ультразвуковой очиститель (лабораторного типа)

5.17. Печь для сушки с нагревом до 150°С

5.18. Термометр с диапазоном измерения от 90 до 110°С и точностью измерения ±0,2°С

5.19. Баня горячая газовая или электрическая с термостатом; вместимость бани выбирают из расчета 1 л жидкости на каждую испытуемую колбу. Баня обеспечивает цикл нагревания, указанный в п. 7.

6. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦА

6.1. Плотность стекла

Плотность испытуемого стекла предпочтительно должна быть (2,4±0,2) г/см³ при 20°С.

6.2. Дробление

Проверяют отожжены ли образцы до промышленного уровня.

Примечание. Если стекло не отожжено до промышленного уровня, то степень отжига необходимо записать в протокол испытания. Недостаточная степень отжига влияет на результаты испытания. Плохо отожженные образцы хрупки и требуют повышенной осторожности при испытании. Дополнительный отжиг стекла перед испытанием не проводят.

Стеклянные изделия предпочтительно с толщиной стенки более 1,5 мм заворачивают в чистую бумагу и разбивают их до осколков размером не более 30 мм.

6.3. *Подготовка ручным способом*

В ступку (п. 5.11) помещают 30—40 г осколков (п. 6.2) размером от 10 до 30 мм, затем туда же помещают пестик (п. 5.11) и резко ударяют по нему раз молотком (п. 5.10).

Примечание. При повторных ударах мельчайшие частицы стекла могут образовать плотную неразделимую массу, наличие которой может повлиять на результаты испытаний.

Стекло из ступки помещают в верхнее сито (О) набора сит (п. 5.13) и трясут набор сит так, чтобы отделить более мелкие частицы. Стекло, оставшееся на ситах (А) и (О), помещают обратно в ступку. Повторяют дробление и просеивание до тех пор, пока на сите (О) останется только около 10 г стекла. Выбрасывают оставшееся на сите (О) и на поддоне стекло. Трясут набор сит вручную в течение 5 мин. Откладывают для анализа стеклянные гранулы, которые проходят через сито (А), не задерживаются на сите (В).

Для проведения испытаний требуется не менее 10 г стекла. При необходимости большего количества стекла достаточно взять стекло из сита (В) и поместить в стаканчик для взвешивания (п. 5.8).

После завершения дробления и просеивания образцы соединяют, стеклянные гранулы размещают равномерным слоем на глазурованной бумаге и магнитом (п. 5.12) удаляют металли-

ческие частицы. Все стеклянные гранулы помещают в стакан (п. 5.7) для очистки.

6.4. Подготовка механическим способом

Помещают около 50 г крупно разбитого стекла (см. п. 6.2) в шаровую мельницу (п. 5.14), добавляют шары и дробят тонкостенное стекло (толщина стенки $\leqslant$1,5 мм) в течение 2 мин, а толстостенное стекло (толщина стенки $>$1,5 мм)—в течение 5 мин.

Помещают гранулы на верхнее сито (О) набора сит (п. 5.13) отсеивающего механизма (п. 5.15) и просеивают в течение 30 с. Затем собирают гранулы, оставшиеся на сите (В), в стакан (п. 5.7) и помещают его в эксикатор (п. 5.9). Стекло, оставшееся на ситах (О) и (А), переносят обратно в шаровую мельницу и дробят его в течение времени, указанного выше. Повторяют просеивание и дробление до тех пор, пока на сите (В) останется только около 10 г гранул. Затем продолжают испытания, как указано в п. 6.3.

6.5. Очистка

Добавляют в каждый стакан (п. 5.7) с гранулами 30 мл ацетона (п. 4.5) и промывают им гранулы, помешивая стеклянной палочкой, покрытой резиной или пластмассой диаметром 10 мм.

Примечание. Промывая гранулы, стакан следует держать под углом 30—45° к поверхности стола. Необходимо интенсивно промешивать гранулы с ацетоном по кругу, растирая их о бока и дно стакана. Достаточно 20 круговых вращений.

После промывания гранулы мешают и ацетон декантируют. Наливают в стакан с гранулами новую порцию ацетона (30 мл), гранулы мешают и ацетон декантируют. Затем снова заливают гранулы ацетоном. Наполняют ванночку ультразвукового очистителя (п. 5.16) водой комнатной температуры, закрепляют стакан на штативе так, чтобы совпали уровень ацетона в стакане и уровень воды в ванночке. Время работы ультразвукового очистителя — 1 мин.

Гранулы мешают и ацетон декантируют. Затем повторяют процедуру ультразвуковой очистки. Если после очистки ацетоном раствор остается мутным, то повторяют процедуру ультразвуковой очистки и промывки ацетоном до тех пор, пока раствор не станет прозрачным и чистым. После чего гранулы мешают, ацетон декантируют и высушивают гранулы. Для этого необходимо поставить стакан с гранулами на теплую плиту для выпаривания оставшегося ацетона и прогреть его в сушильной печи (п. 5.17) при температуре 140°С в течение 20 мин.

Затем высушенные гранулы помещают в стаканчик для взвешивания (п. 5.8), закрывают пробкой и охлаждают в эксикаторе (п. 5.9).

7. МЕТОДИКА

В каждую из трех мерных колб с одной отметкой (п. 5.4) помещают по 2,00 г чистых и высушенных гранул. Наполняют колбы водой 2-й степени чистоты (п. 4.1) до отметки; две дополнительные колбы наполняют водой, одна из колб — контрольная содержит стандартный раствор, а другая — служит для контроля температуры.

Легким потряхиванием колб равномерно распределяют стеклянные гранулы по поверхности плоскости основания колб, затем все колбы без пробок помещают до половины горловины в горячую баню (п. 5.19), можно применять штатив. Скорость нагревания увеличивают так, чтобы в контрольной колбе в течение 3 мин установилась температура (98±0,5) °С. По истечении 2 мин колбы закрывают пробками. Затем продолжают нагревание в течение (60±1) мин с момента погружения колб, температуру в них поддерживают в пределах (98±0,5)°С.

Извлекают колбы из бани, открывают пробки, охлаждают в водопроводной воде, затем каждую колбу заливают водой 2-й степени чистоты до отметки. Закрывают пробки и тщательно перемешивают содержимое каждой колбы, затем дают отстояться до тех пор, пока гранулы не осядут и не получится прозрачный отстоявшийся раствор. Завершают титрование в течение 1 ч.

Пипеткой (п. 5.3) переносят 25 мл прозрачного раствора из каждой колбы в отдельные конические колбы (п. 5.5), добавляют в каждую из этих колб по две капли раствора метилового красного (п. 4.4) и сразу же титруют раствором соляной кислоты (п. 4.2) до совпадения окраски данного раствора с цветом 25 мл воды стандартного раствора, куда добавлены 2 капли индикатора. Данный раствор содержится в конической колбе.

8. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1. Вычисление

Подсчитывают среднее значение результатов в миллилитрах соляной кислоты (п. 4.2) на грамм образца и при необходимости его эквивалент в микрограммах окиси натрия (Na_2O) на грамм стеклянных гранул.

1 мл раствора соляной кислоты HCl=0,01 М эквивалентен 310 мкг окиси натрия.

Испытание повторяют, если наибольшее и наименьшее значения не соответствуют допустимым значениям, указанным в табл. 1.

8.2. Классификация

Классификацию стекла проводят в соответствии с табл. 2 по расходу кислоты и значению ее щелочного эквивалента, выра-

женного окисью натрия Na_2O, определенной по методу настоящего международного стандарта.

8.3. Обозначение

Для удобства ссылок на гидролитическую стойкость стекла как материала, определенного в соответствии с данным международным стандартом, рекомендуется применять следующие обозначения.

Пример: стекло с расходом 0,60 мл раствора соляной кислоты HCl=0,01 М на грамм стеклянных гранул, эквивалентного 186 мкг окиси натрия на грамм стеклянных гранул (класс HGB3), обозначают:

Стекло, класс гидролитической стойкости HGB 3 по ИСО 719.

9. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

Протокол испытания включает:

a) ссылку на стандарт;

b) обозначение образца;

c) среднее значение соляной кислоты HCl=0,01 М, мл/г;

d) при необходимости среднее значение щелочного эквивалента Na_2O, мкг/г;

e) класс гидролитической стойкости гранул HGB испытуемого стекла;

в) толщину стенки испытуемых изделий, если она менее или равна 1,5 мм;

g) плотность испытуемого стекла, если она отличается от $(2,4\pm0,2)$ г/см^3 при 20°С;

h) указание на недостаточный отжиг.

Таблица 1

Среднее значение расхода раствора соляной кислоты HCl=0,01 М (п. 4.2) на грамм стеклянных гранул, мл/г	Диапазон допустимых значений, %
До 0,10 включ.	30
Св. 0,10 до 0,20 »	20
Св. 0,20	10

Таблица 2

Класс	Расход раствора соляной кислоты HCl=0,10 М (п. 4.2) на грамм стеклянных гранул, мл/г	Щелочной эквивалент, выраженный массой окиси натрия Na_2O на грамм стеклянных гранул, мкг/г
HGB 1	До 0,10 включ.	До 31 включ.
HGB 2	Св. 0,10 до 0,20 »	Св. 31 до 62 »
HGB 3	» 0,20 » 0,85 »	» 62 » 264 »
HGB 4	» 0,85 » 2,0 »	» 264 » 620 »
HGB 5	» 2,0 » 3,5 »	» 620 » 1085 »

Примечание. HGB — гидролитическая стойкость стеклянных гранул по методу кипящей воды.

Редактор *О. К. Абашкова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *О. Я. Чернецова*

Сдано в набор 03.02.87 Подп. в печ. 25.02.87 0,75 усл. печ. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,58 уч.-изд. л. Тир. 800 экз. Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов ул. Московская, 256. Зак. 2951

gost.e-ecolog.ru