

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТЕКЛО ОПТИЧЕСКОЕ. ГРУППЫ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ

ГОСТ 13917—68

Издание официальное

**КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ, МЕР
И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР
Москва**

gost.e-ecolog.ru

УДК 666.11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР

СТЕКЛО ОПТИЧЕСКОЕ. ГРУППЫ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ

Методы определения химической устойчивости

Optical glass. Groups of chemical stability. Methods for determination of chemical stability

ГОСТ 13917—68

Взамен

Группа П40

Утвержден 15/VIII 1968 г. Срок введения 1/I 1970 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на неорганическое (силикатное и несиликатное) бесцветное, цветное и кварцевое оптическое стекло и устанавливает группы химической устойчивости стекла и методы определения групп химической устойчивости к воздействию влажной атмосферы, т. е. сопротивляемости стекла действию водяных паров, без их конденсации, и пятнающих агентов (воды, слабокислых водных растворов).

Химическую устойчивость к воздействию влажной атмосферы определяют методом микроскопической пробы, химическую устойчивость к пятнающим агентам — пробой на пятнание или на порчу поверхности.

Применение методов предусматривается в стандартах и технических условиях на продукцию.

1. ГРУППЫ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ ОПТИЧЕСКОГО СТЕКЛА

1.1. По химической устойчивости к действию влажной атмосферы оптическое стекло (силикатное и несиликатное) делится на группы, указанные в табл. 1 и 2.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Таблица 1

Группы химической устойчивости силикатных стекол к влажной атмосфере		Характеристика химической устойчивости силикатных стекол к влажной атмосфере
Обозначения	Наименования	
А	Неналетоопасные стекла	На полированной поверхности стекла после 20 *ч* выдерживания при 73% относительной влажности и температуре 50°С капельно-гигроскопический налет под микроскопом с увеличением 80× не замечается
Б	Промежуточные стекла	При тех же условиях испытания и просмотра капельно-гигроскопический налет замечается после выдерживания стекла в течение 20 *ч* и не замечается после выдерживания в течение 5 *ч*
В	Налетоопасные стекла	При тех же условиях испытания и просмотра капельно-гигроскопический налет замечается после выдерживания стекла в течение 5 *ч*

Примечание. К несиликатным относят стекла, содержащие в своем составе SiO_2 в количестве менее 30 мол. %.

Таблица 2

Группы химической устойчивости несиликатных стекол к влажной атмосфере		Характеристика химической устойчивости несиликатных стекол к влажной атмосфере
Обозначения	Наименования	
а	Устойчивые стекла	На полированной поверхности стекла после 10 *ч* выдерживания при 73% относительной влажности и температуре 80°С признаков разрушения под микроскопом с увеличением 80 × не замечается
у	Промежуточные стекла	При тех же условиях испытания разрушение поверхности обнаруживается под микроскопом с увеличением 80×, но при просмотре в отраженном свете без применения увеличительного прибора оно не замечается
д	Неустойчивые стекла	При тех же условиях испытания разрушение поверхности обнаруживается при просмотре в отраженном свете без применения увеличительного прибора

Примечание. Признаки разрушения поверхности при испытании несиликатных стекол см. в п. 2.4.2.

1.2. По химической устойчивости к действию пятнающих агентов оптическое стекло (силикатное и несиликатное) разделяется на группы, указанные в табл. 3.

Таблица 3

Группы химической устойчивости оптического стекла к пятнающим агентам		Характеристика химической устойчивости оптического стекла к пятнающим агентам
Обозначения	Наименования	
I	Непятнающиеся стекла	Под действием децинормального раствора уксусной кислоты в течение 5 *ч* при 50°С на полированной поверхности стекла пленка фиолетово-синей интерференционной окраски не образуется
II	Промежуточные стекла	При тех же условиях испытания пленка фиолетово-синей интерференционной окраски возникает за период от 1 до 5 *ч*
III	Пятнающиеся стекла	При тех же условиях испытания фиолетово-синяя окраска или признаки порчи поверхности стекла появляются менее чем через 1 *ч* Под действием дистиллированной воды в течение 1 *ч* при 50°С фиолетово-синяя окраска или порча поверхности не обнаруживаются
IV	Нестойкие стекла, требующие особо осторожного обращения при обработке	Под действием дистиллированной воды при 50°С фиолетово-синяя окраска или признаки порчи поверхности стекла обнаруживаются менее чем через 1 *ч*

Примечания:

1. Образование на полированной поверхности стекла пленки фиолетово-синей интерференционной окраски под воздействием децинормального раствора уксусной кислоты при испытаниях, указанных в табл. 3, соответствует образованию на поверхности стекла разрушенного слоя оптической толщины 135 *ммк*. Оптическая толщина — произведение геометрической толщины слоя вещества на показатель преломления этого вещества.

2. Под порчей поверхности понимается не сопровождаемое появлением фиолетово-синей окраски изъязвление или общее помутнение поверхности вследствие выявления шлифовочных царапин или отложения продуктов разрушения стекла.

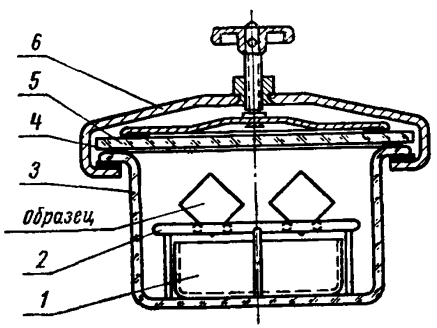
2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ СТЕКОЛ К ВОЗДЕЙСТВИЮ ВЛАЖНОЙ АТМОСФЕРЫ

2.1. Аппаратура, реактивы и материалы:

герметически закрываемый сосуд с принадлежностями (черт. 1), рекомендуемые размеры которых приведены в приложении 1;

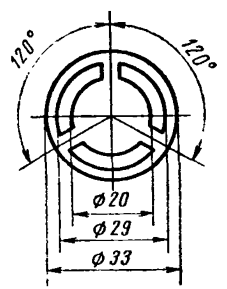
воздушный термостат с термометром и терморегулятором, обеспечивающим постоянную температуру с точностью ±1,0°С;

биологический микроскоп типа МБИ или МБР по ГОСТ 8284—67, снабженный темнопольной диафрагмой из черненного металла, форма и размеры которой приведены на черт. 2;



1—чашка для раствора; *2*—подставка для образцов, *3*—сосуд; *4*—резиновая прокладка; *5*—крышка; *6*—хомут с зажимным винтом.

Черт. 1



Черт. 2

натрий хлористый «чистый» по ГОСТ 4233—66 (для приготовления насыщенного раствора);

спирт этиловый гидролизный по ГОСТ 8314—57, высушенный над окисью кальция (мраморная крошка, прокаленная при температуре 800—900°С) и перегнанный, крепость не менее 98,5%;

эфир петролейный (фракция 30—70°С) по ГОСТ 11992—66, дополнительно перегнанный перед применением;

спирт этиловый сырец по ГОСТ 131—67;

вата хлопчатобумажная для оптической промышленности по ГОСТ 10477—63.

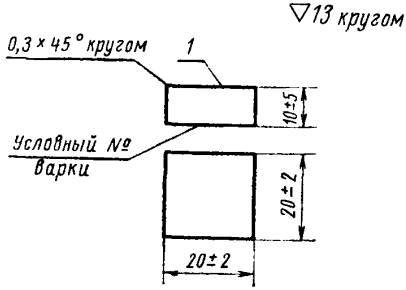
2.2. Подготовка образцов к испытанию

2.2.1. Образцы, предназначенные для определения устойчивости к действию влажной атмосферы, должны изготовляться по черт. 3 в количестве 4 шт. от каждой исследуемой варки стекла.

Все стороны образцов должны быть полированными, причем лицевая сторона *1*, за которой ведется наблюдение при испытании, должна соответствовать III классу чистоты по ГОСТ 11141—65.

2.2.2. По окончании полировки отмывка образцов от наклеечной смолы должна производиться этиловым спиртом-сырцом или денатуратом с помощью салфеток, тщательно выполосканных в горячей воде. Образцы считают пригодными для испытания в течение трех суток после полировки при условии хранения их в эксикаторе над хлористым кальцием.

2.2.3. Перед испытанием, но не позднее трех суток после полировки испытуемые образцы тщательно обезжиривают смесью перегнанного петролейного эфира и обезвоженного этилового спирта (85—90 частей эфира и 15—10 частей спирта по объему).



Черт 3

При чистке каждой стороны образца используют не менее 10 последовательно сменяемых тампонов ваты, смоченных смесью.

Особенно тщательно чистят поверхность, над которой в дальнейшем ведут наблюдения.

2.2.4. Качество чистки рабочей поверхности образцов просматривают под микроскопом при увеличении 80× (объектив 8×, окуляр 10×) в условиях освещения по принципу темного поля следующим образом:

а) с конденсора микроскопа свинчивают верхнюю линзу, в держатель светофильтра под конденсором вкладывают темнопольную диафрагму. Ирисовую диафрагму конденсора полностью открывают;

б) у осветителя закрывают ирисовую диафрагму, оставляя отверстие не более 2 *мм*. Изображение нити лампы осветителя фокусируют на плоскую сторону зеркала микроскопа, причем изображение нити должно покрывать всю площадь отражения диафрагмы, что достигается удалением осветителя от микроскопа на соответствующее расстояние;

в) устанавливают зеркало микроскопа, для чего конденсор поднимают до крайнего верхнего положения, снимают с микроскопа окуляр, удаляют темнопольную диафрагму и, наблюдая в тубус микроскопа, поворачивают зеркало так, чтобы яркий кружок света (отражение лампы осветителя) оказался точно в центре поля зрения; после этого зеркало считают установленным и его больше не трогают.

Затем ставят на место окуляр и темнопольную диафрагму. Ирисовую диафрагму осветителя открывают до отверстия диаметром 15—20 *мм* и окончательно устанавливают конденсор микроскопа. Для этого исследуемый образец помещают на столик микроскопа и, глядя сбоку на его верхнюю сторону, передвигают конденсор вниз, добиваясь наиболее резкого изображения светового пятна на этой поверхности образца. После этого, наблюдая в окуляр микроскопа, фокусируют объектив на верхнюю сторону образца и, слегка двигая конденсор, находят наилучшие условия освещения.

При просмотре на рабочей стороне образца после чистки не должно быть заметно никаких капелек, кристаллов, мазков. Допускаются отдельные ярко светящиеся в поле зрения пылинки.

2.3. Проведение испытаний силикатных стекол

2.3.1. Сосуд, крышка к нему, подставка для образцов и чашка для раствора должны быть предварительно промыты горячей водой с мылом и содой, а затем обмыты дистиллированной водой и высушены.

2.3.2. Подготовленные для испытания два образца исследуемого стекла ставят на подставку, помещенную в сосуде над чашкой для раствора, обеспечивающего требуемую относительную влажность. В чашку насыпают 2—3 *г* сухого хлористого натрия.

Сосуд с образцами закрывают крышкой (между крышкой и бортиком сосуда кладут кольцевую резиновую прокладку) и помещают в термостат, отрегулированный на температуру 50±1,0°С. Предварительный разогрев сосуда с образцами необходим во избежание конденсации паров воды на холодных образцах.

2.3.3. Когда температура термостата, снизившаяся при внесении сосуда, поднимется до первоначальной, термостат и сосуд открывают, наливают в чашку через воронку 20—25 *мл* насыщенного раствора хлористого натрия комнатной температуры, который обеспечивает поддержание в сосуде 73%-ной относительной влажности воздуха при температуре 50—80°С. Затем сосуд быстро закрывают крышкой с резиновой прокладкой, надевают хомут и зажимным винтом плотно прижимают крышку к сосуду. Термостат закрывают. Этот момент принимают за начало испытания.

В процессе испытания открывать термостат не допускается, так как это может привести к конденсации капель воды на поверхности образцов. Для обнаружения конденсации или случайных загрязнений рекомендуется вместе с испытуемыми образцами ставить контрольный образец из стекла марки БК10 или Ф1 по ГОСТ 3514—67. Контрольный образец подготовляют, как указано в пп. 2.2.3 и 2.2.4.

2.3.4. Через 5 *ч* после испытания термостат открывают, быстро снимают хомут с сосуда и сдвигают крышку, затем вынимают сосуд из термостата, осторожно приподнимают подставку с образца-

ми и удаляют чашку с раствором. Во избежание запыления образцы на подставке помещают обратно в сосуд, где они остывают при комнатной температуре; крышка сосуда должна быть немного приоткрыта.

2.3.5. Остывшие образцы просматривают под микроскопом, как указано в п. 2.2.4. Если после испытания в течение 5 *ч* при просмотре под микроскопом на образцах будет обнаружен равномерно распределенный по всей поверхности налет, состоящий из капель или кристаллов одного и того же вида, то стекло относят к группе *В*. Если после испытания на поверхности образцов налет не образуется, то проводят новое испытание с двумя другими образцами того же стекла, но их выдерживают в термостате в течение 20 *ч* в тех же условиях, в которых испытывали образцы в течение 5 *ч*.

Через 20 *ч* остывшие образцы снова просматривают под микроскопом. При обнаружении на образцах равномерно распределенного по всей поверхности налета (даже редкого), состоящего из одного и того же вида капель или кристаллов, принимающих форму капель при легком запотевании образцов, стекло относят к группе Б.

Стекло, образцы которого не покрываются налетом за 20 *ч* испытания, относят к группе *А*.

2.3.6. Наличие скоплений капель и кристаллов, расположенных только в отдельных местах образца, показывает, что их происхождение не связано с химическим разрушением стекла, а вызвано случайными загрязнениями или несовершенной чисткой образцов. Такие образцы считают испорченными и после повторной шлифовки и полировки их испытывают заново. Если налет наблюдают на поверхности только одного из испытуемых образцов или на контрольных образцах стекла марки БК10 или Ф1 по ГОСТ 3514—67, которые рекомендуется подвергать испытанию вместе с исследуемым стеклом, все испытание считается недействительным и должно быть повторено.

2.4. Проведение испытаний несиликатных стекол

2.4.1. Несиликатные стекла испытывают в том же порядке, в каком испытывают силикатные. Различие состоит лишь в том, что термостатирование проводят при температуре 80°С, а просмотр состояния поверхности испытуемых образцов — через 10 *ч* после термостатирования.

2.4.2. Изменение поверхности образцов после испытания оценивают без применения увеличительного прибора просмотром в отраженном свете от электролампы мощностью 60—100 *вт*. При этом принимают во внимание:

а) общее помутнение поверхности;

б) отдельные очаги разрушения, состоящие из кристаллических или аморфных веществ;

в) появление «морщин»;

г) образование липкой поверхности, в чем можно убедиться, прикоснувшись к образцу стеклянной палочкой или пальцем.

Если при просмотре образцов без применения увеличительного прибора изменение поверхности не обнаруживается, то образцы окончательно просматривают под микроскопом в соответствии с требованиями п. 2.2.4.

Примечание. При испытании сильно окрашенных стекол, пропускающих мало света, поверхность просматривают без увеличительного прибора при косом освещении светом лампы мощностью 60—100 *вт* или при косом освещении дневным светом.

2.4.3. По результатам осмотра образцов несиликатных стекол, подвергнутых испытанию, определяют группу устойчивости в соответствии с требованиями табл. 2.

Группу *а* присваивают стеклам, на поверхности которых под микроскопом не обнаруживают никаких признаков разрушения.

Группу *у* присваивают стеклам, разрушение поверхности которых просмотром без применения увеличительного прибора не обнаруживается, а обнаруживается под микроскопом.

Группу *д* присваивают стеклам, разрушение поверхности которых обнаруживают просмотром без применения увеличительного прибора.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ СТЕКОЛ К ВОЗДЕЙСТВИЮ ПЯТНАЮЩИХ АГЕНТОВ

3.1. Аппаратура, реактивы и материалы:

металлический или стеклянный цилиндрический сосуд, помещенный в нагревательную рубашку (черт. 4); их рекомендуемые размеры приведены в приложении 2;

ультратермостат, обеспечивающий поддержание температуры воды в нагревательной рубашке до 60°С;

электролампа мощностью 40—75 *вт* в прозрачном баллоне по ГОСТ 2239—60;

лабораторный термометр по ГОСТ 215—57 со шкалой до 100°С и ценой деления 1°С;

пинцет или тигельные щипцы для погружения образцов в раствор;

кислота уксусная «ч.д.а.» по ГОСТ 61—51, децинормальный раствор;

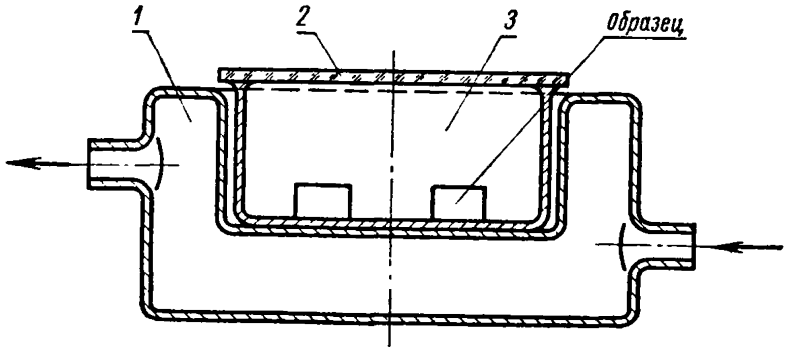
вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53;

спирт этиловый гидролизный по ГОСТ 8314—57, высушенный над окисью кальция (мраморная крошка, прокаленная при температуре 800—900°С) и перегнанный, крепостью не менее 98,5%;

эфир петролейный (фракция 30—70°С) по ГОСТ 11992—66, дополнительно перегнанный перед применением;

спирт этиловый сырец по ГОСТ 131—67;

вата хлопчатобумажная для оптической промышленности по ГОСТ 10477—63.



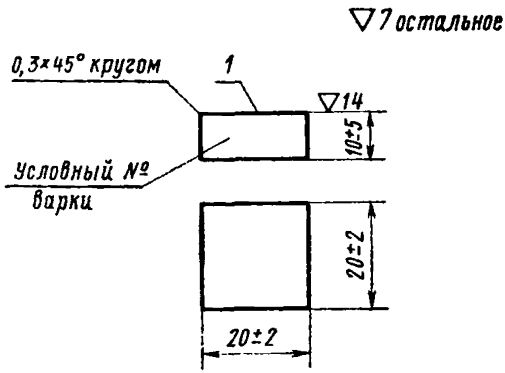
1—нагревательная рубашка к сосуду; *2*—крышка из листового стекла; *3*—металлический или стеклянный сосуд.

Черт. 4

3.2. Подготовка образцов к испытанию

3.2.1. Образцы, предназначенные для определения устойчивости к действию пятнающих агентов, должны изготовляться по черт. 5 в количестве 2 шт., а в случае особо нестойких стекол — в количестве 4 шт. от каждой исследуемой варки стекла.

Лицевая сторона *1* образца, за которой при испытании ведется наблюдение, должна быть полированной по V классу чистоты ГОСТ 11141—65; все остальные стороны должны быть шлифованными.



Черт. 5

3.2.2. Отмывка образцов от наклеечной смолы и подготовка их к испытаниям должны производиться в соответствии с требованиями пп. 2.2.2—2.2.4.

3.3. Проведение испытаний силикатных и несиликатных стекол

3.3.1. В сосуд для испытаний, помещенный в нагревательную рубашку, наливают около 200 *мл* децинормального раствора уксусной кислоты. Циркулирующей через рубашку водой из ультратермостата нагревают раствор до 50±1°С. Для поддержания этой температуры вода в ультратермостате должна иметь температуру 53—55°С (из-за тепловых потерь в рубашке). Температуру раствора контролируют погруженным в него термометром.

Подготовленные к испытанию образцы исследуемого стекла в количестве двух штук помещают в раствор, нагретый до 50°С, полированной стороной кверху. Над сосудом с раствором устанавливают электрическую лампу так, чтобы можно было удобно наблюдать отражение светящейся нити лампы от поверхности образцов.

3.3.2. Засекают время начала испытаний и в течение первого часа непрерывно следят за изменением цвета отражения светящейся нити лампы от полированной поверхности испытуемых образцов с тем, чтобы не пропустить момента появления фиолетово-синей окраски. Для того чтобы лучше различать окраску, под испытуемые образцы, лежащие в растворе, рекомендуется предварительно подкладывать белую ткань или слой ваты. При наблюдении необходимо отличать отражение нити лампы от поверхности раствора и от поверхности образцов. Первое можно отличить по легкому дрожанию при покачивании сосуда или постукиванию по нему. Отражение от образцов при этом остается неподвижным.

Если в течение первого часа на полированной поверхности образцов фиолетово-синяя окраска не появилась, то испытания продолжают еще в течение 4 *ч*, но наблюдение за изменением цвета отражения светящейся нити лампы ведут через каждый час.

По времени, которое необходимо для появления фиолетово-синей окраски (см. табл. 3), определяют группу устойчивости испытуемого стекла.

Стекла, у которых по истечении 5 *ч* испытания фиолетово-синяя окраска не появилась и порча полированной поверхности не обнаружена, относят к I группе устойчивости к действию пятнающих агентов.

3.3.3. Особо нестойкие стекла могут разрушаться без образования пленки, растворяясь в децинормальном растворе уксусной кислоты так, что на них не наблюдается изменение окраски отражения светящейся нити, как и на очень устойчивых стеклах.

Однако после испытания в течение 5 *ч* полированная поверхность образцов из таких стекол становится матовой, покрытой слоем продуктов разрушения и царапинами, хорошо заметными при высыхании образцов, вынутых из раствора. Это служит основанием для предварительного отнесения таких стекол к III группе устойчивости к действию пятнающих агентов.

3.3.4. Стекла, предварительно отнесенные к III группе, после испытания в растворе кислоты дополнительно испытывают в дистиллированной воде при 50°С. Если после испытания в течение 1 *ч* в воде на полированной поверхности образцов будет замечена фиолетово-синяя окраска или обнаружится изъязвление или помутнение поверхности, что особенно заметно при высыхании образцов, такое стекло относят к IV группе устойчивости к действию пятнающих агентов.

Примечание. Ввиду того, что пятна, образующиеся под действием воды, имеют малонасыщенную окраску и иногда их трудно заметить, перед испытанием в воде следует залакировать узкую полоску рабочей поверхности шириной 5—10 *мм* и длиной во весь образец. Лакировку необходимо производить любым лаком, химически не влияющим на поверхность стекла, изготовляемым по техническим условиям, утвержденным в установленном порядке.

После пребывания образца в реактиве полоска лака срывается или отмывается растворителем. По контрасту вида нетронутой поверхности, которая была защищена лаком, обнаруживают все изменения прозрачности окраски на остальной части поверхности, соприкасавшейся с реактивом.

Отсутствие появления окраски или порчи поверхности после испытания в воде подтверждает, что стекло относится к III группе устойчивости.

3.3.5. Аппаратуру для определения устойчивости к действию пятнающих агентов, указанную в п. 3.1, допускается заменять:

а) стеклянным сосудом (с притертой крышкой) диаметром 8—10 *см* и высотой 5—6 *см* или кристаллизатором такого же размера;

б) электроплиткой 450—1000 *вт*;

в) воздушным термостатом с термометром до 100°С и терморегулятором.

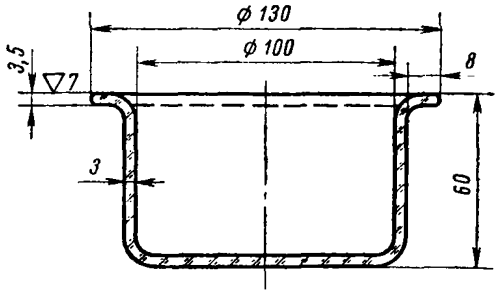
Определение устойчивости стекол в этом случае проводят в следующем порядке. В сосуде, помещенном на электроплитку, нагревают децинормальный раствор уксусной кислоты до 50°С, затем в раствор погружают два образца исследуемого стекла и в течение 1 *ч* непрерывно следят за изменением цвета отражения нити лампы.

Если в течение первого часа на полированной поверхности образцов фиолетово-синяя окраска не появилась, сосуд с образцами закрывают крышкой и помещают в термостат, отрегулированный на температуру 50°С. В течение следующих 4 *ч* испытания образцы просматривают через каждый час, для чего сосуд с образцами вынимают из термостата, открывают крышку, определяют цвет отражения светящейся нити электролампы и опять помещают сосуд в термостат для следующего цикла испытания. Так же в случае необходимости проводят испытания в дистиллированной воде.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

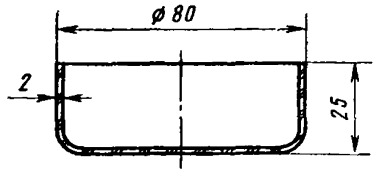
РЕКОМЕНДУЕМЫЕ РАЗМЕРЫ СОСУДА И ПРИНАДЛЕЖНОСТЕЙ К НЕМУ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УСТОЙЧИВОСТИ СТЕКОЛ К ДЕЙСТВИЮ ВЛАЖНОЙ АТМОСФЕРЫ

Стеклянный сосуд



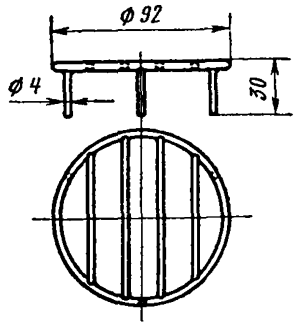
Черт. 1

Стеклянная чашка для растворов



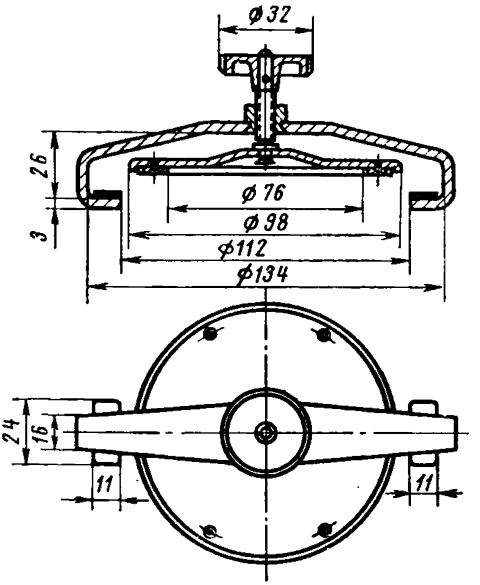
Черт. 2

Стеклянная подставка для образцов



Черт. 3

Металлический хомут с зажимным винтом

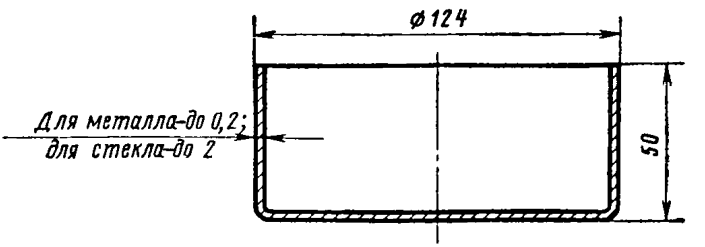


Черт. 4

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

РЕКОМЕНДУЕМЫЕ РАЗМЕРЫ СОСУДА И МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ НАГРЕВАТЕЛЬНОЙ РУБАШКИ К НЕМУ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УСТОЙЧИВОСТИ СТЕКОЛ К ДЕЙСТВИЮ ПЯТНАЮЩИХ АГЕНТОВ

Цилиндрический сосуд

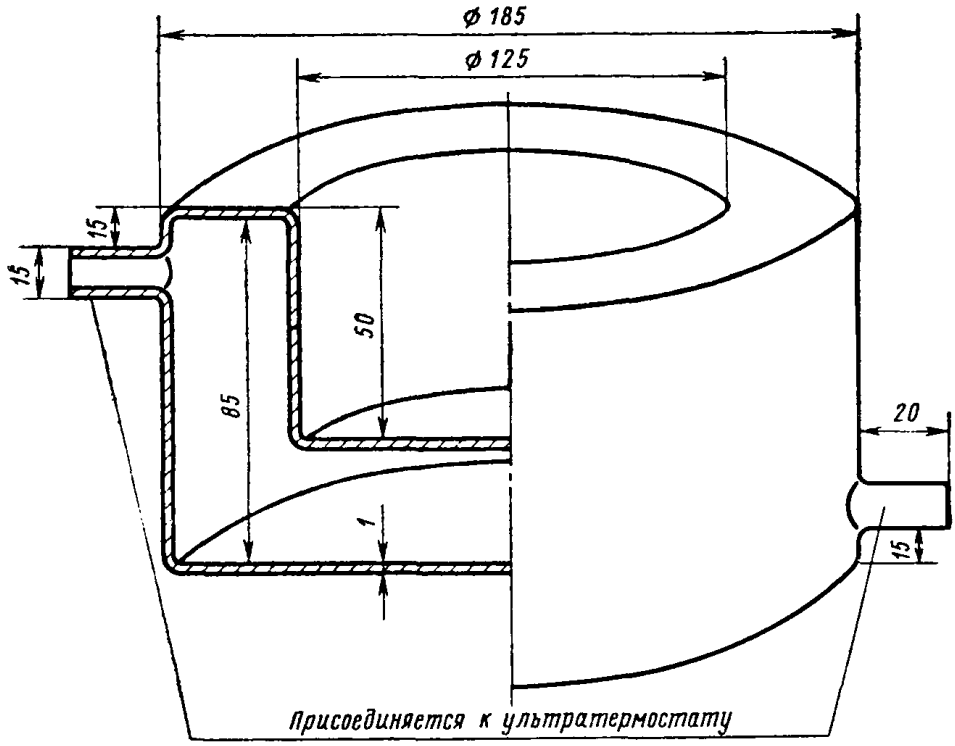


Черт. 1

Примечания:

1. Материал сосуда — платина, палладий или другой металл, устойчивый к действию уксусной кислоты.
2. Допускается применение стеклянных сосудов.

Металлическая нагревательная рубашка к сосуду



Черт. 2

Издательство стандартов. Москва, К-1, ул. Щусева, 4
Сдано в наб. 1/XI 1968 г. Подп. в печ. 11/XI 1968 г. 1,0 п. л. Тир. 6000
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 1686

gost.e-ecolog.ru