УДК 666.11/.28.680.193.4 Группа И19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТЕКЛО НЕОРГАНИЧЕСКОЕ И СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ

Метод определения химической стойкости

Inorganic glass and glass-crystal materials.
Method for the determination of chemical resistance

ГОСТ 10134—62

Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров Союза ССР 11/V 1962 г. Срок введения установлен с 1/X 1962 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает метод определения химической стойкости неорганических стекол и стеклокристаллических материалов по отношению к воде, 1 н раствору соляной кислоты и 1 н раствору едкого натра.

Стандарт не распространяется на методы определения химической стойкости химико-лабораторного стекла, которые регламентируются ГОСТ 9111—59.

Метод основан на нагревании навески превращенного в зерна испытуемого материала в агрессивной среде заданной концентрации и определении происшедшей потери в весе зерен испытуемого материала.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на продукцию, устанавливающих технические требования на стекло как на материал.

Метод применим к материалам, не дающим нерастворимых осадков с разбавленными соляной кислотой и едким натром и не обнаруживающим видимых признаков выветривания (т. е. образования белых или матовых налетов на поверхности) ко времени проведения испытания.

Цена 3 коп.

А. ПРИМЕНЯЕМАЯ АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

1. При определении химической стойкости применяют:

Специальный прибор, изготовленный из химически стойкого химико-лабораторного стекла, изображенный на чертеже в приложении к настоящему стандарту.

Внесен Государственным научно-исследовательским институтом стекла ВСНХ

Издание официальное Перепечатка воспрещена

Переиздание. Май 1970 г.

gost.e-ecolog.ru

Набор сит с сетками № 08 и 05 по ГОСТ 3584—53.

Ступки, пестики и тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—59.

Ступки и пестики корундовые для измельчения особо твердых материалов.

Воронки стеклянные для порошков по ГОСТ 8613—64.

Стаканы и колбы по ГОСТ 10394—63.

Бюретки градуированные стеклянные номинальной вместимостью 10 *мл* по ГОСТ 1770—64.

1 н раствор химически чистой соляной кислоты по ГОСТ 3118—67—реактив № 1.

Химически чистая соляная кислота по ГОСТ 3118—67, разбавленная дистиллированной водой по объему в отношении 1:1, — реактив № 2.

1н раствор едкого натра, не содержащего карбонатов, приготовленного по ГОСТ 4517—65, — реактив № 3.

Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты, приготовленная по ГОСТ 4517—65, — реактив № 4.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—53 — реактив № 5.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962—67, предварительно перегнанный, — реактив № 6.

Б. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. Каждое определение производят в двух параллельных навесках из общей для всех испытаний зерновой пробы, подготовленной следующим способом.

Среднюю пробу стекла или стеклокристаллического материала в виде кусков материала или изделия из него общим весом не менее 400 *г* обезжиривают в очищают от пыли и других механических загрязнений, протирая поверхность фильтровальной бумагой, смоченной этиловым спиртом (реактив № 6).

Затем материал разбивают в большой фарфоровой ступке фарфоровым пестиком и растирают в зерна. В случае измельчения особо твердых материалов применяют ступку и пестик из корунда.

Зерна просеивают сквозь набор из двух сит № 08 и 05 до тех пор, пока вся проба не пройдет сквозь сито № 08. Для этого зерна, не прошедшие сквозь сито № 08 при первоначальном просеивании, дополнительно растирают и вторично просеивают, повторяя эту операцию до прохождения сквозь сито всех зерен.

Зерна, прошедшие сквозь сито № 08 и задержавшиеся на сите № 05, тщательно отсеивают от мелких частиц и пыли продолжительным встряхиванием на втором сите.

Затем, с целью контроля полноты отсева, производят просеивание над листом черной глянцевой бумаги до тех пор, пока на

поверхности бумаги не будут наблюдаться лишь единичные зерна и не будет образовываться налета пыли.

После этого остаток зерен на сите № 05 снова переносят на сито № 08 и, осторожно встряхивая, просеивают сквозь набор из двух указанных выше сит до прохождения сквозь сито № 08 приблизительно около половины зерен.

Вторичный остаток зерен на сите № 05 отсеивают на этом сите от мелких частиц и пыли так, как описано выше.

Таким образом готовят не менее 75 *г* зерен.

Для окончательного удаления пыли из зерновой пробы испытуемого материала ее разделяют на три приблизительно равные порции, помещая каждую порцию в отдельный высокий химический стакан номинальной вместимостью 50 *мл* и промывают каждую порцию зерен этиловым спиртом (реактив № 6) посредством декантации до получения прозрачного слоя жидкости над поверхностью зерен.

Прилив очередную порцию спирта, зерна взмучивают стеклянной палочкой с оплавленным концом (без резинки), дают жидкости отстояться в течение 15—20 *сек* и затем сливают ее в общий сосуд для хранения и дальнейшей регенерации.

Каждую порцию зерен декантируют 4—5 раз, затрачивая на это каждый раз по 10 *мл* этилового спирта.

Отмытые от пыли порции зерен высушивают в сушильном шкафу при температуре около 100°С до уничтожения запаха спирта и рассыпания слипшихся комочков зерен.

Переносят все порции зерен в один стаканчик для взвешивания, предварительно высушенный до постоянного веса при температуре около 100°С, и продолжают сушить зерна при такой же температуре до получения постоянного веса.

В промежутках перед взвешиванием как порожний стаканчик для взвешивания, так и стаканчик для взвешивания с зернами охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием.

Примечание. Заготовка зерновой пробы должна производиться не ранее, как накануне определения; зерновая проба должна храниться в герметически закрывающемся стаканчике для взвешивания до окончания всех испытаний.

В. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

3. Первоначально определяют ориентировочно необходимую величину навески зерен. Для этого вливают в градуированную бюретку номинальной вместимостью 10 *мл* дистиллированную воду до уровня, соответствующего объему 5 *мл*, и затем всыпают в бюретку через воронку, подготовленную для испытания и высушенную до постоянного веса, зерновую пробу стекла или стекло-

кристаллического материала до повышения уровня дистиллированной воды в бюретке, соответствующего объему 9 *мл*.

Стаканчик для взвешивания с остатком зерен взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0002 *г* и по разности вычисляют вес зерен, всыпанных в бюретку.

Этому количеству должна быть равна навеска зерен, необходимая для проведения каждого определения химической стойкости данного материала.

Определения производят в двух параллельных навесках.

4. Перед каждым определением прибор предварительно очищают промыванием горячей дистиллированной водой (реактив № 5).

Применяя новый прибор или прибор, который длительное время не использовался, его очищают кипячением в нем дистиллированной воды. Для этого, влив приблизительно 10 *мл* воды в реакционный сосуд собранного прибора, не включая холодильника, нагревают сосуд до кипения воды в нем и продолжают кипячение в течение 5 *мин*.

По истечении указанного времени прекращают нагревание, дают прибору немного остыть, освобождают сосуд от воды и снова присоединяют его к холодильнику.

5. Отвешивают в небольшой стаканчик для взвешивания необходимое количество зерновой пробы испытуемого материала с точностью до 0,0002 *г*. Вливают из измерительного цилиндра 100 *мл* необходимой для испытания агрессивной жидкости в химический стакан и подогревают ее до температуры 60—70°С. Включают холодильник прибора, всыпают навеску зерновой пробы в реакционный сосуд, вливают туда же из стакана подогретую агрессивную жидкость, закрывают отверстие реакционного сосуда и, установив его в баню, наливают в баню кипящую воду в таком количестве, чтобы сосуд был погружен в воду до метки, обозначенной на его поверхности. Наливают в водяной затвор сосуда дистиллированную воду до половины высоты затвора.

Затем нагревают воду в бане до бурного кипения и продолжают кипячение в течение 5 *ч* при определении химической стойкости материала к воздействию воды или в течение 3 *ч* при определении стойкости материала к воздействию раствора кислоты или щелочи.

Через каждые 30 *мин* зерна в реакционном сосуде перемешивают в течение 15—20 *сек* посредством мешалки, вмонтированной в приборе, производя 15—20 оборотов мешалки. В течение всего периода кипячения уровень воды в бане поддерживают постоянным, наблюдая за этим посредством водомерной трубки в корпусе бани и пополняя убыль воды частым периодическим приливанием горячей воды или пользуясь баней с постоянным уровнем.

По истечении указанного выше периода кипячения нагревание прекращают, отставляют водяную баню, дают прибору охладиться в течение 5—10 *мин,* выключают холодильник и тщательно вытирают снаружи реакционный сосуд, крышку и холодильник полотенцем. Отделяют реакционный сосуд от холодильника и, обтерев края его снаружи фильтровальной бумагой, осторожно сливают по стеклянной палочке через загрузочное отверстие (тубус) агрессивную жидкость с поверхности пробы возможно полнее, пропуская ее через быстрофильтрующий беззольный фильтр. Одновременно сливают в воронку дистиллированную воду из затвора.

Оставшиеся в сосуде мокрые зерна пробы многократно промывают способом декантации, сливая промывную жидкость через указанный выше фильтр, смачивая при этом каждый раз края фильтра. После приливания очередной порции промывной жидкости пробу взмучивают стеклянной палочкой и дают жидкости отстояться в течение 15—20 *сек.*

6. В зависимости от того, с какой агрессивной жидкостью производилось испытание, применяют соответствующий порядок промывания, указанный в таблице.

Реактивы	Промывная жидкость	Кратность промывания	Количество промывной жидкости для одного промывания в *мл*	Проверка полноты промывания от иона хлора
Вода дистиллированная, не содержащая углекислоты (№ 4)	Дистиллированная вода (№ 4)	5	10	—
	Этиловый спирт (№ 6)	2	10	—
1 н раствор соляной кислоты (№ 1)	Дистиллированная вода (№ 5)	10	10	10—15 капель промывных вод с $AgNO_3+HNO_3$
	Этиловый спирт (№ 6)	2	10	
1 н раствор едкого натра, не содержащий карбонатов (№ 3)	Раствор соляной кислоты (№ 2)	2	15	10—15 капель промывных вод с $AgNO_3+HNO_3$
	Дистиллированная вода (№ 5)	10—12	10	
	Этиловый спирт (№ 6)	2	10	

По кончании промывания пробу в реакционном сосуде и фильтр на воронке высушивают в сушильном шкафу при температуре около 100°С до исчезновения запаха спирта и рассыпания комочков пробы.

Затем, накрыв сосуд и воронку с фильтром часовыми стеклами, дают им остыть, развертывают высушенный фильтр и стряхивают с него в сосуд приставшие к поверхности фильтра зерна. Затем осторожно переносят всю пробу через загрузочное отверстие и стеклянную воронку в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель.

Последние, приставшие к стенкам сосуда и воронки, зерна стряхивают, постукивая по стенкам сосуда и воронки. Тигель с пробой прокаливают в муфельной печи при температуре около 450°С, охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием и взвешивают с точностью до 0,0002 *г*. Прокаливание и взвешивание повторяют до получения постоянного веса.

7. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений устанавливают при разработке технических условий на конкретный материал.

8. После каждого определения многократно промывают реакционный сосуд и холодильник разбавленной (1:1) соляной кислотой (реактив № 2) и обычной дистиллированной водой (реактив № 5) для очистки прибора от остатков агрессивной жидкости и продуктов разрушения испытуемого материала.

Г. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ

9. Результат отдельного определения — потерю в весе навески испытуемого материала (X) в процентах вычисляют по следующей формуле:

$$X = \frac{G \cdot 100}{G_1},$$

где:

G — потеря в весе навески испытуемого материала в *г*;

G_1 — навеска испытуемого материала в *г*.

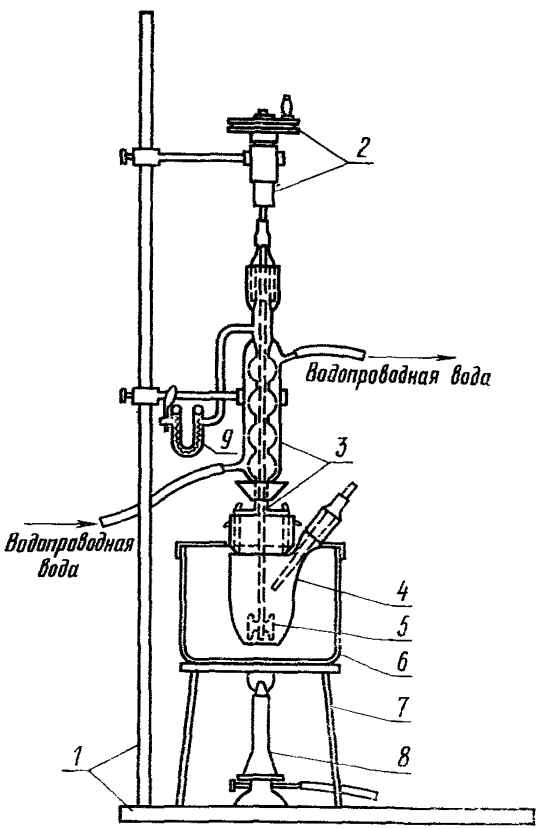
Результат испытания вычисляют как среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если расхождение между ними не превышает величины, установленной п. 7 настоящего стандарта. В противном случае производят дополнительно определение в третьей навеске и вычисляют результат как среднее арифметическое результатов двух сходящихся определений.

Замена

ГОСТ 1770—64 введен взамен ГОСТ 1770—59.
ГОСТ 3118—67 введен взамен ГОСТ 3118—46.
ГОСТ 4517—65 введен взамен ГОСТ 4517—48.
ГОСТ 5962—67 введен взамен ГОСТ 5962—51.
ГОСТ 8613—64 введен взамен ГОСТ 8613—57.
ГОСТ 10394—63 введен взамен ГОСТ 8534—57.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Прибор для определения химической стойкости неорганического стекла и стеклокристаллических материалов зерновым методом (конструкции Государственного научно-исследовательского института стекла ВСНХ)



Обозначения основных деталей прибора:

1 — штатив лабораторный металлический с массивной станиной и двумя держателями (бюреточным и для холодильника);

2 — приспособление для вращения четырехлопастной мешалки, представляющее крепление вращающего устройства к валу мешалку, состоящее из резиновой пробки со вставленной в нее эбонитовой трубкой, к верхней части которой наглухо прикреплена металлическая шайба, и из металлического или пластмассового шкива с ручкой, соединенного с валом мешалки посредством конусообразной эбонитовой вставки;

3 — крышка реакционного сосуда с припаянным к ней четырехшариковым обратным холодильником, верхняя часть которого имеет водяной затвор, снабженная стеклянными крючками для соединения ее с реакционным сосудом посредством резинки в целях предотвращения смещения сосуда;

4 — реакционный сосуд с боковым тубусом и пришлифованной горловиной. Тубус закрывается пустотелой притертой стеклянной пробкой и предназначается для загрузки сосуда через специальную воронку зерновой пробой испытуемого материала и агрессивной жидкостью. Реакционный сосуд имеет горловину с прорезью в боковой стенке и снабжен шлифом к крышке сосуда и чашечкой для водяного затвора;

5 — мешалка четырехлопастная с колпачком водяного затвора, прикрепленным к валу мешалки посредством резиновой трубки;

6 — водяная баня, снабженная крышкой с отверстием для реакционного сосуда;

7 — подставка для водяной бани, позволяющая опускать баню, не перемещая прибора;

8 — газовая горелка или электрическая плитка;

9 — трубка хлоркальциевая U-образная с натронной известью.

Сдано в наб. 4/VI 1970 г. Подп. в печ. 22/X 1970 г. 0,5 п. л. Тир. 6000

Издательство стандартов. Москва, К-1, ул. Щусева, д. 4.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул Миндауго, 12/14. Зак. 3406

gost.e-ecolog.ru