

SZKŁO TECHNICZNE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Szkło krzemionkowe Wybrane metody badań	6855-14
		Grupa katalogowa 0811

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są wybrane metody badań stosowane do określenia właściwości fizycznych i chemicznych przezroczystego szkła krzemionkowego oraz produkowanych z niego rurek i innych wyrobów stosowanych szczególnie w technice świetlnej.

1.2. Zakres normy. Norma obejmuje następujące badania:

- a) badanie współczynnika przepuszczania światła w zakresie $220 \div 800$ nm,
- b) badanie termicznej stabilności współczynnika przepuszczania światła,
- c) oznaczanie zawartości grup hydroksylowych,
- d) oznaczanie odporności na działanie kwasów,
- e) badanie odporności na krystalizację,
- f) badanie odporności na nagłe zmiany temperatury.

2. METODY BADAŃ

2.1. Badanie współczynnika przepuszczania światła w zakresie $220 \div 800$ nm

2.1.1. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do badania przezroczystego szkła krzemionkowego w celu określenia współczynnika przepuszczania światła w zakresie $220 \div 800$ nm.

2.1.2. Zasada metody polega na określeniu współczynnika przepuszczania światła τ_λ w zakresie $220 \div 800$ nm co najmniej dla fal o długości $\lambda = 220, 240, 250, 300, 350$ i 400 nm w odniesieniu do grubości szkła $d = 1$ mm z uwzględnieniem współczynnika odbicia ρ fali o długości λ .

2.1.3. Aparatura, przyrządy i odczynniki

- a) Spektrofotometr, zakres pomiarowy $220 \div 400$ nm lub $220 \div 800$ nm, dokładność pomiarowa $\pm 0,5\%$.
- b) Suszarka laboratoryjna $0 \div 200^\circ\text{C}$ lub termowentylator.
- c) Przyrząd do pomiaru grubości próbek z dokładnością do $0,05$ nm.
- d) Podstawa z nieprzezroczystego szkła krzemionkowego.

e) Pinceta z nasadkami z przezroczystego szkła krzemionkowego.

f) Zlewki o pojemności $250 \div 500$ cm³.

g) Aceton cz.d.a.

h) Woda destylowana.

2.1.4. Przygotowanie próbek. Do badania należy przygotować próbki o kształcie i wymiarach dostosowanych do uchwytu mocującego próbkę w spektrofotometrze. Próbki powinny mieć postać płytek płaskorównoległych, a obie przeciwległe powierzchnie wypolerowane. Próbki nie powinny wykazywać wad powierzchni. Grubość próbki powinna mieścić się w zakresie $4 \div 15$ mm.

Próbki należy umyć, kolejno wypłukać w acetonie i wodzie destylowanej, ustawione na podstawce wysuszyć w suszarce lub termowentylatorem.

2.1.5. Wykonanie badania. Zgodnie z instrukcją aparatu należy zarejestrować wykres przepuszczalności próbki o grubości d_1 w zakresie długości fal $220 \div 400$ nm lub $220 \div 800$ nm ilustrujący zależność współczynnika przepuszczania światła τ_1 od długości fali λ .

2.1.6. Obliczanie wyników. Z wykresu przepuszczalności należy odczytać współczynnik przepuszczania światła τ_1 próbki o grubości d_1 przy długości fali λ , co najmniej dla $220, 240, 250, 300, 350, 400$ nm.

Wyniki pomiaru należy przeliczyć dla każdej długości fali na grubość $d = 1$ mm wg wzoru

$$D = [D_1 + \lg(1-\rho)^2] \frac{d}{d_1} - \lg(1-\rho)^2 \quad (1)$$

w którym:

D — współczynnik gęstości optycznej próbki o grubości $d = 1$ mm,

D_1 — współczynnik gęstości optycznej próbki badanej,

ρ — współczynnik odbicia fali o długości λ ,

d — odniesieniowa grubość próbki równa 1 mm,

d_1 — grubość próbki badanej, mm.

Współczynnik gęstości optycznej D_1 dla zmierzonego współczynnika przepuszczania τ_1 należy odczytać z tabl. 1, również z tabl. 1 należy odczytać współczynnik przepuszczania τ_λ dla wyliczonego ze wzoru (1) współczynnika gęstości optycznej D .

Dane pomocnicze do obliczeń podaje tabl. 2.

Zgłoszona przez Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM
Ustanowiona przez Dyrektora Centralnego Ośrodka Badawczo-Rozwojowego POLAM dnia 31 maja 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 12/1986 poz. 23)

W przypadku obliczenia współczynnika przepuszczania światła τ_λ dla długości fali λ nie ujętej w tabl. 2 dane pomocnicze należy obliczyć następująco:

a) współczynnik załamania n fali o długości λ ze wzoru

$$n^2 = 2,98 + \frac{0,0088}{\lambda^2 - 0,0106} - \frac{84,06}{96 - \lambda^2} \quad (2)$$

b) współczynnik odbicia ρ fali o długości λ ze wzoru

$$\rho = \frac{(n - 1)^2}{(n + 1)^2} \quad (3)$$

2.1.7. Wynik badania. Za wynik badania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch wyników τ_λ dla danej długości fali λ uzyskanych z pomiaru przepuszczalności dwóch próbek.

2.1.8. Protokół badania powinien zawierać:

a) opis próbki (nr wlewka, datę produkcji, grubość próbki),

b) wynik badania,

c) datę i miejsce badania.

Protokół badania należy sporządzić wg tabl. 3.

Tablica 1

Współczynnik gęstości optycznej D	Współczynnik przepuszczania światła, %									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,00	100,0	99,8	99,5	99,3	99,1	98,9	99,6	98,4	98,2	97,9
0,01	97,7	97,5	97,3	97,1	96,8	96,6	96,4	96,2	95,9	95,7
0,02	95,5	95,3	95,1	94,8	94,6	94,4	94,2	94,0	93,8	93,5
0,03	93,3	93,1	92,9	92,7	92,5	92,3	92,0	91,8	91,6	91,4
0,04	91,2	91,0	90,8	90,6	90,4	90,2	90,0	89,7	89,5	89,3
0,05	89,1	88,9	88,7	88,5	88,3	88,1	87,9	87,7	87,5	87,3
0,06	87,1	86,9	86,7	86,5	86,3	86,1	85,9	85,7	85,5	85,3
0,07	85,1	84,9	84,7	84,5	84,3	84,1	83,9	83,8	83,6	83,4
0,08	83,2	83,0	82,8	82,6	82,4	82,2	82,0	81,8	81,7	81,5
0,09	81,3	81,1	80,9	80,7	80,5	80,4	80,2	80,0	79,8	79,6
0,10	79,4	79,2	79,1	78,9	78,7	78,5	78,3	78,2	78,0	77,8
0,11	77,6	77,4	77,3	77,1	76,9	76,7	76,6	76,4	76,2	76,0
0,12	75,9	75,7	75,5	75,3	75,2	75,0	74,8	74,6	74,5	74,3
0,13	74,1	74,0	73,8	73,6	73,5	73,3	73,1	72,9	72,8	72,6
0,14	72,4	72,3	72,1	72,0	71,9	71,6	71,4	71,3	71,1	71,0
0,15	70,8	70,6	70,5	70,3	70,1	70,0	69,8	69,7	69,6	69,3
0,16	69,2	69,0	68,9	68,7	68,5	68,4	68,2	68,1	67,9	67,8
0,17	67,6	67,5	67,3	67,1	67,0	66,8	66,7	66,5	66,4	66,2
0,18	66,1	65,9	65,8	65,6	65,5	65,3	65,2	65,0	64,9	64,7
0,19	64,6	64,4	64,3	64,1	64,0	63,8	63,7	63,5	63,4	63,2
0,20	63,1	62,9	62,8	62,7	62,5	62,4	62,2	62,1	61,9	61,8
0,21	61,7	61,5	61,4	61,2	61,1	61,0	60,8	60,7	60,5	60,4
0,22	60,3	60,1	60,0	59,8	59,7	59,6	59,4	59,3	59,2	59,0
0,23	58,9	58,7	58,6	58,5	58,3	58,2	58,1	57,9	57,8	57,7
0,24	57,5	57,4	57,3	57,1	57,0	56,9	56,8	56,6	56,5	56,4
0,25	56,2	56,1	56,0	55,8	55,7	55,6	55,5	55,3	55,2	55,1
0,26	55,0	54,8	54,7	54,6	54,5	54,3	54,2	54,1	54,0	53,8
0,27	53,7	53,6	53,5	53,3	53,2	53,1	53,0	52,8	52,7	52,6
0,28	52,5	52,4	52,2	52,1	52,0	51,9	51,8	51,6	51,5	51,4
0,29	51,3	51,2	51,1	50,9	50,8	50,7	50,6	50,5	50,4	50,2
0,30	50,1	50,0	49,9	49,8	49,7	49,6	49,4	49,3	49,2	49,1
0,31	49,0	48,9	48,8	48,6	48,5	48,4	48,3	48,2	48,1	48,0
0,32	47,9	47,8	47,6	47,5	47,4	47,3	47,2	47,1	47,0	46,9
0,33	46,8	46,7	46,3	46,5	46,4	46,2	46,1	46,0	45,9	45,8
0,34	45,7	45,6	45,5	45,4	45,3	45,2	45,1	45,0	44,9	44,8
0,35	44,7	44,6	44,5	44,4	44,3	44,2	44,1	44,0	43,9	43,8
0,36	43,7	43,6	43,5	43,4	43,3	43,2	43,1	43,0	42,9	42,8
0,37	42,7	42,6	42,5	42,4	42,3	42,2	42,1	42,0	41,9	41,8
0,38	41,7	41,7	41,6	41,5	41,4	41,3	41,2	41,1	41,0	40,9
0,39	40,7	40,6	40,5	40,5	40,4	40,3	40,2	40,1	40,0	39,9
0,40	39,8	39,7	39,6	39,5	39,4	39,4	39,3	39,2	39,2	39,0
0,41	38,9	38,8	38,7	38,6	38,5	38,5	38,4	38,3	38,2	38,1
0,42	38,0	37,9	37,8	37,8	37,7	37,6	37,5	37,4	37,3	37,2
0,43	37,2	37,1	37,0	36,9	36,8	36,7	36,6	36,6	36,5	36,4
0,44	36,3	36,2	36,1	36,1	36,0	35,9	35,8	35,7	35,6	35,6
0,45	35,5	35,4	35,2	35,2	35,2	35,1	35,0	34,9	34,8	34,8
0,46	34,7	34,6	34,5	34,4	34,4	34,3	34,2	34,1	34,0	34,0
0,47	33,0	33,8	33,7	33,7	33,6	33,5	33,4	33,3	33,3	33,2
0,48	33,1	33,0	33,0	32,9	32,8	32,7	32,7	32,6	32,6	32,5

cd. tabl. 1

Współczynnik gęstości optycznej D	Współczynnik przepuszczania światła, %									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
0,49	32,4	32,3	32,2	32,1	32,1	32,0	31,9	31,8	31,8	31,7
0,50	31,7	31,6	31,5	31,4	31,3	31,2	31,2	31,1	31,0	31,0
0,51	30,90	30,83	30,76	30,69	30,62	30,55	30,48	30,41	30,34	30,27
0,52	30,20	30,13	30,06	29,99	29,92	29,86	29,79	29,72	29,65	29,58
0,53	29,51	29,44	29,38	29,31	29,24	29,17	29,11	29,04	28,97	28,91
0,54	28,84	28,77	28,71	28,64	28,58	28,51	28,44	28,38	28,31	28,25
0,55	28,18	28,12	28,05	27,99	27,93	27,86	27,80	27,73	27,67	27,61
0,56	27,54	27,48	27,42	27,35	27,29	27,23	27,16	27,10	27,04	26,98
0,57	26,92	26,85	26,79	26,73	26,67	26,61	26,55	26,49	26,42	26,36
0,58	26,30	26,24	26,18	26,12	26,06	26,00	25,94	25,88	25,82	25,76
0,59	25,70	25,64	25,59	25,53	25,47	25,41	25,35	25,29	25,23	25,18
0,60	25,12	25,06	25,00	24,95	24,89	24,83	24,77	24,72	24,66	24,60
0,61	24,55	24,49	24,43	24,38	24,32	24,27	24,21	24,15	24,10	24,04
0,62	23,99	23,93	23,88	23,82	23,77	23,71	23,66	23,60	23,55	23,50
0,63	23,44	23,39	23,33	23,28	23,23	23,17	23,12	23,07	23,01	22,96
0,64	22,91	22,86	22,80	22,75	22,70	22,65	22,59	22,54	22,49	22,44
0,65	22,39	22,34	22,28	22,23	22,18	22,13	22,08	22,03	21,98	21,93
0,66	21,88	21,83	21,78	21,73	21,68	21,63	21,58	21,53	21,48	21,43
0,67	21,38	21,33	21,28	21,23	21,18	21,13	21,09	21,04	20,99	20,94
0,68	20,89	20,84	20,80	20,75	20,70	20,65	20,61	20,56	20,51	20,46
0,69	20,42	20,37	20,33	20,28	20,23	20,19	20,14	20,09	20,05	20,03
0,70	19,95	19,91	19,86	19,82	19,77	19,72	19,68	19,63	19,59	19,54
0,71	19,50	19,45	19,41	19,36	19,32	19,28	19,23	19,19	19,14	19,10
0,72	19,06	19,01	18,97	18,92	18,88	18,84	18,79	18,75	18,71	18,66
0,73	18,62	18,58	18,54	18,49	18,45	18,41	18,37	18,32	18,28	18,24
0,74	18,20	18,15	18,11	18,07	18,03	17,99	17,95	17,91	17,86	17,82
0,75	17,78	17,74	17,70	17,66	17,62	17,58	17,54	17,50	17,46	17,42
0,76	17,38	17,34	17,30	17,26	17,22	17,18	17,14	17,10	17,06	17,02
0,77	16,98	16,94	16,90	16,89	16,83	16,79	16,75	16,71	16,67	16,63
0,78	16,60	16,56	16,52	16,48	16,44	16,41	16,37	16,33	16,29	16,26
0,79	16,22	16,18	16,14	16,11	16,07	16,04	16,00	15,96	15,92	15,89
0,80	15,85	15,81	15,78	15,74	15,70	15,67	15,63	15,60	15,56	15,52
0,81	15,49	15,45	15,42	15,38	15,35	15,31	15,28	15,24	15,21	15,17
0,82	15,14	15,10	15,07	15,03	15,00	14,96	14,93	14,89	14,86	14,83
0,83	14,79	14,76	14,72	14,69	14,66	14,62	14,59	14,55	14,52	14,48
0,84	14,46	14,42	14,39	14,35	14,32	14,29	14,26	14,22	14,19	14,16
0,85	14,13	14,10	14,06	14,03	14,00	13,97	13,93	13,90	13,87	13,84
0,86	13,80	13,77	13,74	13,71	13,68	13,65	13,61	13,58	13,55	13,52
0,87	13,49	13,46	13,43	13,40	13,37	13,34	13,31	13,27	13,24	13,21
0,88	13,18	13,15	13,12	13,09	13,06	13,03	13,00	12,97	12,94	12,91
0,89	12,88	12,85	12,82	12,79	12,76	12,74	12,71	12,68	12,65	12,62
0,90	12,59	12,56	12,53	12,50	12,47	12,45	12,42	12,39	12,36	12,33
0,91	12,30	12,27	12,25	12,22	12,19	12,16	12,13	12,11	12,08	12,05
0,92	12,02	12,00	11,97	11,94	11,91	11,89	11,86	11,83	11,80	11,78
0,93	11,75	11,72	11,69	11,67	11,64	11,61	11,59	11,56	11,53	11,50
0,94	11,48	11,46	11,43	11,40	11,38	11,35	11,32	11,30	11,27	11,25
0,95	11,22	11,19	11,17	11,14	11,12	11,09	11,07	11,04	11,02	10,99
0,96	10,97	10,94	10,92	10,89	10,87	10,84	10,82	10,79	10,77	10,74
0,97	10,72	10,69	10,67	10,64	10,62	10,59	10,56	10,54	10,52	10,49
0,98	10,47	10,43	10,42	10,40	10,38	10,35	10,33	10,30	10,28	10,26
0,99	10,23	10,21	10,19	10,16	10,14	10,12	10,09	10,07	10,05	10,03
1,0	10,0	9,77	9,55	9,33	9,12	8,91	8,71	8,51	8,32	8,13
1,1	7,94	7,76	7,59	7,41	7,24	7,08	6,92	6,76	6,61	6,46
1,2	6,31	6,17	6,03	5,89	5,75	5,62	5,49	5,37	5,25	5,13
1,3	5,01	4,90	4,79	4,68	4,57	4,47	4,36	4,27	4,17	4,07
1,4	3,98	3,89	3,80	3,71	3,63	3,55	3,47	3,39	3,31	3,24
1,5	3,16	3,09	3,02	2,96	2,88	2,82	2,75	2,69	2,63	2,57
1,6	2,51	2,45	2,40	2,34	2,29	2,24	2,19	2,14	2,09	2,04
1,7	1,99	1,95	1,91	1,86	1,82	1,78	1,74	1,70	1,66	1,62
1,8	1,58	1,55	1,51	1,48	1,45	1,41	1,38	1,35	1,32	1,29
1,9	1,26	1,23	1,20	1,17	1,15	1,12	1,10	1,07	1,05	1,02
2,0	1,00	0,977	0,955	0,933	0,912	0,891	0,871	0,851	0,832	0,813
2,1	0,794	0,776	0,759	0,741	0,724	0,708	0,692	0,676	0,661	0,646
2,2	0,631	0,617	0,603	0,589	0,575	0,562	0,549	0,537	0,525	0,513
2,3	0,501	0,490	0,479	0,468	0,457	0,447	0,436	0,427	0,417	0,407

Tablica 2

λ , nm	n	ρ	$(1-\rho)^2$	$\lg(1-\rho)^2$	$\text{clg}(1-\rho)^2$
220	1,5286	0,0436	0,9147	$\bar{1},9613$	0,0387
240	1,5136	0,0417	0,9183	$\bar{1},9630$	0,0370
250	1,5076	0,0409	0,9188	$\bar{1},9632$	0,0368
300	1,4880	0,0384	0,9246	$\bar{1},9660$	0,0340
350	1,4771	0,0370	0,9273	$\bar{1},9672$	0,0328
400	1,4703	0,0362	0,9289	$\bar{1},9679$	0,0321
450	1,4657	0,0356	0,9301	$\bar{1},9684$	0,0316
500	1,4625	0,0352	0,9308	$\bar{1},9688$	0,0312
550	1,4601	0,0349	0,9314	$\bar{1},9690$	0,0310
600	1,4578	0,0346	0,9320	$\bar{1},9694$	0,0306
650	1,4567	0,0345	0,9322	$\bar{1},9695$	0,0305
700	1,4555	0,0343	0,9326	$\bar{1},9696$	0,0304

Tablica 3

Protokół pomiaru współczynnika przepuszczania światła τ_λ							Próbka		
							Grubość próbki $d_1 =$		
Długość fali λ nm	τ_1 %	Gęstość optyczna D_1	$\lg(1-\rho)^2$	$D_1 + \lg(1-\rho)^2$	$\frac{d}{d_1}$	$\left[D_1 + \lg(1-\rho)^2 \right] \frac{d}{d_1}$	$\text{clg}(1-\rho)^2$	D	τ_λ %
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
220			$\bar{1},9613$				0,0387		
240			$\bar{1},9630$				0,0370		
250			$\bar{1},9632$				0,0368		
300			$\bar{1},9660$				0,0340		
350			$\bar{1},9672$				0,0328		
400			$\bar{1},9679$				0,0321		
Zawartość grup OH —									

2.2. Badanie termicznej stabilności współczynnika przepuszczania światła

2.2.1. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do badania przezroczystego szkła krzemionkowego i produkowanych z niego wyrobów.

2.2.2. Zasada metody. Badanie polega na określeniu zmiany współczynnika przepuszczania światła τ_λ w zakresie 220 ÷ 400 nm co najmniej dla fal 220, 240, 250, 300, 350 i 400 nm oraz w zakresie 400 ÷ 800 nm co najmniej co 50 nm, przez pomiar przepuszczalności próbki przed i po poddaniu jej działaniu określonej wysokiej temperatury w określonym czasie.

Szkoło w zależności od przeznaczenia należy ogrzewać w wybranej temperaturze mieszczącej się w zakresie 900 ÷ 1100°C w ciągu 5 ÷ 10 h.

2.2.3. Aparatura, przyrządy i odczynniki

a) Piec elektryczny z rurą z nieprzezroczystego szkła krzemionkowego lub komorą z materiałów o wysokiej czystości, używany wyłącznie do badania przezroczystego szkła krzemionkowego. Termoregulator powinien zapewnić utrzymanie stałej temperatury z dokładnością $\pm 5^\circ\text{C}$.

b) Suszarka laboratoryjna — wg 2.1.3b).

c) Spektrofotometr, zakres pomiarowy 220 ÷ 800 nm, dokładność pomiarowa $\pm 0,5\%$.

d) Przyrząd do pomiaru grubości próbek z dokładnością do 0,05 mm.

e) Podstawka — wg 2.1.3d).

f) Pinceta — wg 2.1.3e).

g) Zlewki — wg 2.1.3f).

h) Aceton cz.d.a.

i) Kwas solny cz.d.a., roztwór 1+1.

j) Woda destylowana.

2.2.4. Przygotowanie badania. Do badania należy przygotować próbki wg 2.1.4. Włączyć piec i ogrzać do wybranej temperatury.

2.2.5. Wykonanie badania. Wykonać pomiar przepuszczalności próbek wg 2.1.5. Następnie próbki należy gotować w kwasie solnym (1+1) przez 15 min, po czym wypłukać w wodzie destylowanej i ustawione na podstawie wysuszyć. Próbki umieścić w piecu i przetrzymać w warunkach ustalonych dla badanego szkła. Wyjąć próbki z pieca, ochłodzić na powietrzu i wykonać ponownie pomiar przepuszczalności wg 2.1.5.

2.2.6. Obliczanie wyników dla próbki płaskorównoległej. Zmianę wartości współczynnika przepuszczania światła $\Delta\tau_\lambda$ danej długości fali λ wyrażoną różnicą współczynników przepuszczania światła τ_λ w %, dla grubości 1 mm należy obliczyć ze wzoru

$$\Delta\tau_\lambda = \tau'_\lambda - \tau''_\lambda \quad (4)$$

w którym:

τ'_λ — współczynnik przepuszczania światła o długości fali λ dla próbki o grubości $d = 1$ mm przed ogrzaniem, obliczony wg 2.1.6, %,

τ''_λ — współczynnik przepuszczania światła o długości fali λ dla próbki o grubości $d = 1$ mm po ogrzaniu, obliczony wg 2.1.6, %.

2.2.7. Wynik badania. Za wynik badania należy przyjąć średnią arytmetyczną dwóch wyników $\Delta\tau_\lambda$ dla danej długości fali λ uzyskany z pomiaru przepuszczalności dwóch próbek.

2.2.8. Protokół badania — wg 2.1.8.

2.3. Oznaczanie zawartości grup hydroksylowych

2.3.1. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości grup hydroksylowych w przezroczystym szkle krzemionkowym.

2.3.2. Zasada metody. Zawartość grup hydroksylowych $n_{(\text{OH})}^{-1}$ określa się na podstawie charakterystycznego pasma absorpcji promieniowania podczerwonego o długości fali $\lambda = 2730$ nm, wywołanego obecnością jonów $(\text{OH})^{-1}$ w szkle.

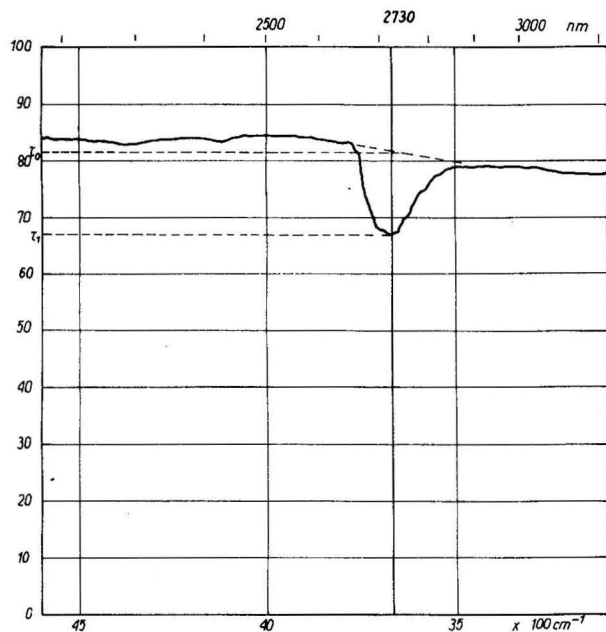
2.3.3. Aparatura, przyrządy i odczynniki

- Spektrofotometr, zakres pomiarowy $2000 \div 3100$ nm, dokładność pomiarowa $\pm 0,5\%$.
- Suszarka laboratoryjna — wg 2.1.3b).
- Przyrząd do pomiaru grubości próbek z dokładnością do 0,05 mm.
- Podstawka — wg 2.1.3d).
- Pinceta — wg 2.1.3e).
- Zlewki — wg 2.1.3f).
- Aceton cz.d.a.
- Woda destylowana.

2.3.4. Przygotowanie próbek — wg 2.1.4.

2.3.5. Wykonanie oznaczania — wg 2.1.5 w zakresie długości fal $2000 \div 3100$ nm.

2.3.6. Obliczanie wyników. Na wykresie przepuszczalności należy dokonać ekstrapolacji krzywej w obszarze pasma absorpcji. Przykładowo ilustruje to rysunek. Odczytać współczynnik przepuszczania światła τ_0 i τ_1 przy długości fali $\lambda = 2730$ nm.



BN-86/6855-14

Zawartość grup hydroksylowych $n_{(\text{OH})}^{-1}$ w ppm należy obliczyć ze wzoru

$$n_{(\text{OH})}^{-1} = 0,1 \frac{D}{d} \quad (5)$$

w którym:

$$D = \lg \frac{\tau_0}{\tau_1}$$

d — grubość próbki, mm,

τ_0 — współczynnik przepuszczania światła, zmierzony dla próbki o grubości d bez absorpcji („bezwodnej“),

τ_1 — współczynnik przepuszczania światła zmierzony dla próbki o grubości d z uwzględnieniem absorpcji (zawierającej „wodę“),

0,1 — stała określona eksperymentalnie.

2.3.7. Wynik oznaczania stanowi średnia arytmetyczna dwóch oznaczeń.

2.4. Badanie odporności na krystalizację

2.4.1. Zakres stosowania metody. Metodę należy stosować do określania odporności przezroczystego szkła krzemionkowego na krystalizację powierzchniową: plamki, wysepki, pasemka krystaliczne, siatka krystalitowa, ciągła warstwa krystaliczna.

2.4.2. Zasada metody polega na przetrzymywaniu próbek szkła w żądanej temperaturze, w określonym czasie i uwidocznienia się na powierzchni próbek śladów krystalizacji.

2.4.3. Aparatura, przyrządy i odczynniki

- Piec elektryczny — wg 2.2.3a).
- Suszarka laboratoryjna — wg 2.1.3b).
- Polaryskop.
- Lupa o powiększeniu $25\times$.
- Podstawki — wg 2.1.3d).
- Pinceta — wg 2.1.3e).
- Okulary ochronne.
- Rękawiczki gumowe.
- Zlewki pojemności 250 cm³ i $1000 \div 2000$ cm³.
- Naczynie polietylenowe na roztwór H_2F_2 pojemności $250 \div 500$ cm³.
- Tryskawka pojemności 500 cm³.
- Kwas fluorowodorowy cz.d.a., roztwór 10-procentowy.
- Aceton cz.d.a.
- Woda destylowana.

2.4.4. Przygotowanie badania. Do badania należy przygotować próbki w postaci odcinków rurek o długości $20 \div 30$ mm w liczbie 8 sztuk. Rurki nie mogą mieć obcych wtrąceń i smug. Zewnętrzna i wewnętrzna powierzchnia rurek powinna odpowiadać wymaganiom ustalonym w normie przedmiotowej.

Próbki umyć w następujący sposób: przetrzymać 10 min w 10-procentowym roztworze kwasu fluorowodorowego, spłukać wodą destylowaną przy użyciu tryskawki, zanurzać przynajmniej 15 razy w wodzie destylowanej, przemyć acetonem oraz ponownie zanurzać w wodzie destylowanej przynajmniej 15 razy. Próbki ustawić na podstawie z nieprzezroczystego szkła krze-

mionkowego umytej przy każdym badaniu w taki sam sposób jak próbki przeznaczone do badania, następnie wysuszyć w suszarce lub termowentylatorem.

Włączyć piec i ogrzać do wybranej temperatury.

2.4.5. Wykonanie badania. Wysuszone próbki należy wstawić do pieca i przetrzymać w warunkach ustalonych dla danego szkła, po czym wyjąć i po ostudzeniu na powietrzu poddać oględzinom z zastosowaniem polaryskopu i lupy.

2.4.6. Ocena wyniku badania. Wynik badania uważa się za negatywny przy stwierdzeniu śladów krystalizacji.

Krystalizacji w otwartych kapilarach nie bierze się pod uwagę.

2.4.7. Protokół badania powinien zawierać:

a) opis próbek (oznaczenie, wymiary, data produkcji),

b) liczbę zbadanych próbek,

c) warunki badania (temperatura, czas ogrzewania),

d) wynik badania,

e) datę i miejsce badania.

2.5. Oznaczanie odporności na działanie kwasów — wg PN-76/B-13111 p. 2.2 metoda B.

2.6. Badanie odporności na nagłe zmiany temperatury

2.6.1. Zakres stosowania badania. Badanie stosuje się do określenia odporności na nagłe zmiany temperatury wyrobów z przezroczystego szkła krzemionkowego.

2.6.2. Zasada badania. Badanie polega na poddaniu wyrobów nagłej zmianie temperatury przez podgrzanie ich w piecu elektrycznym do temperatury wyższej t_1 , wybranej z zakresu $700 \div 1100^\circ\text{C}$, a następnie ostudzeniu w kąpeli wodnej o temperaturze niższej t_2 .

2.6.3. Aparatura i przyrządy

a) Piec elektryczny $0 \div 1200^\circ\text{C}$, zaopatrzony w termoregulator zapewniający utrzymanie żądanej temperatury badania z dokładnością $\pm 10^\circ\text{C}$.

b) Zbiornik do ochładzania wyrobów. Objętość wody w zbiorniku powinna pięciokrotnie przewyższać łączną objętość badanych jednorazowo wyrobów.

c) Termometr szklany, $0 \div 100^\circ\text{C}$ z podziałką $0,5^\circ\text{C}$.

d) Podstawki — wg 2.1.3d).

e) Pinceta — wg 2.1.3e).

2.6.4. Przygotowanie wyrobów do badania. Z przeznaczonych do badania rurek należy przygotować trzy odcinki rurek o długości 100 mm. Końce rurek powinny być oszlifowane lub obtopione. Na rurkach nie dopuszcza się rys, pęknięć i odprysków.

Inne wyroby pobrać w liczbie 3 sztuk, przetrzymać przez 30 min w pomieszczeniu, w którym wykonuje się badanie.

2.6.5. Wykonanie badania. Piec należy ogrzać do temperatury badania wybranej z zakresu $700 \div 1100^\circ\text{C}$.

Wyroby umieszczone na podstawie ustawić w centralnej części komory grzewczej pieca w taki sposób, aby się nie stykały. Czas przetrzymywania w piecu w wybranej temperaturze t_1 obliczyć, biorąc pod uwagę największą grubość ścianki wyrobu i przyjmując 6 min na każdy milimetr grubości ścianki. Czas przebywania wyrobów w piecu nie może być jednak krótszy niż 15 min. Następnie przenieść wyroby pincetą do zbiornika z wodą o temperaturze t_2 , nie wyższej niż 25°C , tak aby czas przenoszenia wynosił 5 ± 1 s. Przy przenoszeniu należy uważać, aby końce pincety nie były mokre. W przypadku pojedynczego wyjmowania wyrobów, piec nie powinien być otwarty dłużej niż 5 s przed wyjęciem następnego wyrobu odczekać, aby temperatura w piecu ustaliła się na żadaną. Wyroby należy zanurzać tak, aby ich górne krawędzie znajdowały się 5 cm pod poziomem wody. Wyroby wyjmować w ciągu 5 min, osuszyć i poddać oględzinom.

Do wyrobów, które nie wytrzymały badania termicznego należy zaliczyć także te, które pękły przy wkładaniu do zbiornika z wodą, jak również w czasie ich nagrzewania. Nie należy brać pod uwagę tych, które pękły przy manipulacjach mechanicznych.

2.6.6. Wynik badania. Wynik badania uznaje się za pozytywny, jeżeli na badanych wyrobach nie obserwuje się rys, pęknięć i odprysków lub nie nastąpiło ich całkowite zniszczenie.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy POLAM.

2. Normy związane

PN-76/B-13111 Szkło. Metody badań. Oznaczanie odporności na działanie kwasów

3. Autor projektu normy — inż. Krystyna Teodorczuk, COBR-POLAM.