

SZKŁO	N O R M A    B R A N Ż O W A	BN-81
	Szkoło optyczne	6860-02
	Badanie odporności szkła na działanie roztworów kwaśnych	Zamiast BN-71/6860-02
		Grupa katalogowa 0819

## 1. WSTĘP

**1.1. Przedmiot normy.** Przedmiotem normy są metody oznaczania chemicznej odporności powierzchni i masy szkła optycznego na działanie roztworów kwaśnych. Norma obejmuje następujące metody:

- metodę badania odporności powierzchni szkła optycznego na działanie roztworu 0,5N kwasu azotowego,
- metodę odporności powierzchni szkła optycznego na działanie roztworu kwaśnego o  $\text{pH} = 5,6$ ,
- metodę badania odporności masy szklanej na działanie roztworu 0,1N kwasu azotowego.

**1.2. Zakres stosowania normy.** Metodę badania odporności powierzchni szkła optycznego na działanie roztworu 0,5N kwasu azotowego stosuje się do określenia kategorii odporności powierzchni szkła, natomiast metodę przy użyciu roztworu kwaśnego o  $\text{pH} = 5,6$  — do określenia klasy odporności dla szkieł 5 kategorii określonej wg 1.1a).

Metodę badania odporności masy szklanej na działanie roztworu 0,1N kwasu azotowego stosuje się dla wszystkich szkieł optycznych.

## 2. METODY BADAŃ

**2.1. Metoda badania odporności szkła optycznego na działanie 0,5N kwasu azotowego**

**2.1.1. Zasada metody.** Badanie polega na określeniu czasu potrzebnego do utworzenia się na powierzchni szkła pod wpływem działania 0,5N kwasu azotowego plamy interferencyjnej o barwie czarno-niebieskiej, grubości około  $0,1 \mu\text{m}$ , pochodzącej z rozkładu szkła.

**2.1.2. Aparatura i przyrządy**

- Zlewka pojemności około  $1 \text{ dm}^3$ .
- Mieszadło.
- Termometr o zakresie pomiarowym  $(0 \div 100) \text{ }^\circ\text{C}$ , z działką elementarną  $0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**2.1.3. Odczynniki i roztwory**

- Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 0,5N.
- Mieszanina 90 % eteru naftowego (frakcja  $40 \div 70 \text{ }^\circ\text{C}$ ) i 10 % bezwodnego alkoholu etylowego.

**2.1.4. Pobieranie próbek.** Pobrać 5 sztuk prostopadłościennych próbek z wytopu. Próbki powinny mieć jedną płaszczyznę wypolerowaną, o powierzchni nie mniejszej niż  $1 \text{ cm}^2$ ; czystość powierzchni wypolerowanej — klasa PIV wg BN-64/5510-01.

Częstotliwość pobierania próbek — wg BN-76/6862-06.

**2.1.5. Przygotowanie próbki do badania.** Badaniu należy poddać świeżo wypolerowane próbki, oczyszczone mieszaniną eteru naftowego i alkoholu etylowego.

**2.1.6. Wykonanie oznaczania.** Przygotowane do badania próbki należy włożyć do zlewki tak, aby kwas mógł swobodnie opływać powierzchnie polerowane próbek. Zalać próbki 0,5N roztworem kwasu azotowego, uruchomić mieszadło i mieszać kwas utrzymując w czasie badania prędkość obrotową mieszadła  $(5 \div 8) \text{ rad/min}$  i temperaturę  $(18 \div 20) \text{ }^\circ\text{C}$ . Po upływie 0,1 h należy wyjąć jedną próbkę, opłukać wodą destylowaną i wytrzeć do sucha czystą ściereczką. W świetle odbitym sprawdzić nieuzbrojonym okiem, czy na powierzchni polerowanej próbki nie powstała plama czarno-niebieska.

W przypadku stwierdzenia przy przeglądzie powstania plamy, badanie należy zakończyć.

W przypadku gdy przy przeglądzie plama nie powstała, następne próbki należy wyjmować kolejno po czasie wg BN-76/6862-06 tabl. 13.

**2.1.7. Ocena wyników badania.** W zależności od czasu, w którym pojawiła się plama, należy zaliczyć szkło do odpowiedniej kategorii odporności chemicznej wg BN-76/6862-06. W przypadku zaliczenia szkła do kategorii 5, należy je poddać badaniu wg 2.2.

**2.2. Metoda badania odporności powierzchni szkła optycznego na działanie roztworu kwaśnego o  $\text{pH} = 5,6$**

**2.2.1. Zasada metody.** Badanie polega na określeniu czasu potrzebnego do utworzenia się na powierzchni szkła, pod wpływem działania roztworu kwaśnego o  $\text{pH} = 5,6$ , plamy interferencyjnej o barwie czarno-niebieskiej o grubości około  $0,1 \mu\text{m}$ , pochodzącej z rozkładu szkła.

Zgłoszona przez Centralne Laboratorium Optyki

Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Sprzętu Optycznego i Medycznego dnia 30 grudnia 1981 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1983 r.

(Dz. Norm. i Miar nr 15/1982 poz. 29)

### 2.2.2. Aparatura i przyrządy

- Zlewka pojemności 1 dm<sup>3</sup>.
- Mieszadło.
- Kolby pomiarowe pojemności 1 dm<sup>3</sup> — 2 sztuki.
- Cylindry pomiarowe pojemności 1 dm<sup>3</sup>.
- Termometr o zakresie pomiarowym (0 ÷ 100) °C z działką elementarną 0,5 °C.

### 2.2.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas octowy lodowaty cz.d.a. (CH<sub>3</sub>COOH).
- Octan sodowy uwodniony cz.d.a. (CH<sub>3</sub>COONa · 8H<sub>2</sub>O).
- Mieszanina 90 % eteru naftowego (frakcja 40 ÷ 70 °C) i 10 % bezwodnego alkoholu etylowego.

**2.2.4. Pobieranie próbek.** Pobrać 3 sztuki próbek z wytopu. Wykonanie próbek i częstotliwość pobierania — wg 2.1.4.

**2.2.5. Przygotowanie próbek** — wg 2.1.5.

### 2.2.6. Przygotowanie roztworu o pH = 5,6

- Przygotowanie 0,2M roztworu kwasu octowego: 11,5 cm<sup>3</sup> kwasu octowego wlać do kolby pojemności 1 dm<sup>3</sup>, zalać wodą destylowaną do kreski, wymieszać.
- Przygotowanie 0,2M roztworu octanu sodowego: 27,199 g octanu sodowego uwodnionego rozpuścić w około 0,5 dm<sup>3</sup> wody destylowanej, następnie uzupełnić wodą destylowaną do kreski.
- Przygotowanie roztworu o pH = 5,6: zmieszać 1,9 cm<sup>3</sup> roztworu 0,2M kwasu octowego i 18,1 cm<sup>3</sup> roztworu 0,2M octanu sodowego.

**2.2.7. Wykonanie oznaczania.** Ułożyć próbki w zlewce w sposób podany w 2.1.6, zalać roztworem o pH = 5,6 i uruchomić mieszadło.

Prędkość obrotów mieszadła i temperatura — wg 2.1.6. Po upływie 0,1 h należy wyjąć jedną próbkę, opłukać wodą destylowaną i wytrzeć do sucha czystą ściereczką. Sprawdzić wizualnie w świetle odbitym, czy na powierzchni polerowanej próbki nie powstała plama czarno-niebieska.

W przypadku stwierdzenia przy przeglądzie powstania plamy, badanie należy zakończyć.

W przypadku gdy plama nie powstała, następną próbkę należy wyjąć po upływie 1 h i skontrolować jak uprzednio.

**2.2.8. Ocena wyników badania.** W zależności od okresu, w którym pojawiła się plama, szkło należy zaliczyć do jednej z trzech klas podanych w BN-76/6862-06.

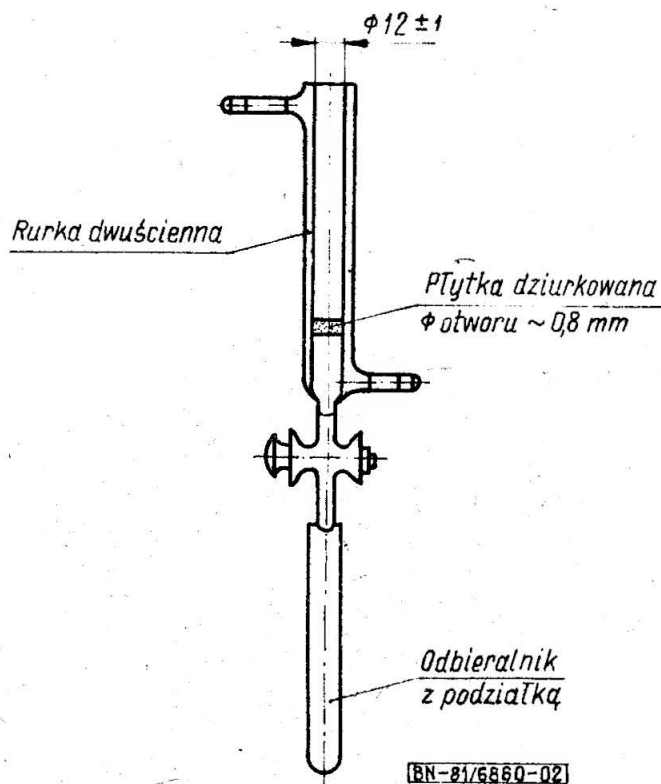
**2.3. Metoda badania odporności masy szklanej na działanie roztworu 0,1N kwasu azotowego**

**2.3.1. Zasada metody.** Badanie polega na oznaczeniu ilości składników wylugowanych z próbki rozdrobionego szkła, poddanej działaniu 0,1N roztworu kwasu azotowego.

**2.3.2. Aparatura i przyrządy**

- Kolumna ekstrakcyjna wg rysunku.
- Moździerz stalowy.
- Sita laboratoryjne o wymiarach oczek 0,07 i 0,1 mm.
- Waga analityczna o czułości ±0,0001 g.
- Termostat.
- Stoper.
- Tygiel platynowy.

- Cylinder pomiarowy pojemności 50 cm<sup>3</sup>.
- Zlewki pojemności 100 cm<sup>3</sup>.
- Młotek stalowy.
- Magnes.



### 2.3.3. Odczynniki i roztwory

- Alkohol etylowy cz.
- Kwas azotowy, roztwór 0,1N.

**2.3.4. Pobieranie próbek.** Z wytopu pobrać próbkę szkła zapewniającą uzyskanie stłuczki szklanej o wielkości ziaren (0,07 ÷ 0,1) mm, w ilości odpowiadającej 4 cm<sup>3</sup> szkła nie rozdrobionego.

Szkło powinno być wolne od kamieni, smug oraz kryształów. Powierzchnie próbki nie mogą być trawione lub poddane innej obróbce.

**2.3.5. Przygotowanie próbki do badania.** Próbkę owinać w czysty biały papier i rozbić kilkoma uderzeniami młotka. Kawałki szkła przenieść do moździerza stalowego i rozdrobnić, uderzając kilkakrotnie młotkiem w tłuczek. Rozdrobnione szkło przenieść z moździerza na górne sito o wymiarach oczek 0,1 mm i przesiewać aż do oddzielenia ziaren o wymiarach mniejszych niż 0,07 mm. Ziarno o wymiarach powyżej 0,1 mm poddaje się powtórnie rozdrobieniu w moździerzu, po czym należy je przesiać po raz drugi. Przesiane ziarno rozsypać na czystym białym papierze i oczyścić z żelaza przez przesunięcie nad nim magnesu. Następnie ziarno przemyć pięciokrotnie czystym alkoholem etylowym w celu usunięcia pyłów i innych zanieczyszczeń. Szkło zsypać do zlewki, zalać około 25 cm<sup>3</sup> czystego alkoholu etylowego, wstrząsnąć. Po 30 min roztwór zdekantować. Następnie wilgotne ziarno suszyć w temperaturze 50 °C przez 16 h i chłodzić w eksykatorze.

Z próbki pobrać odważkę w takiej ilości, aby odpowiadała 4 cm<sup>3</sup> szkła nie rozdrobionego (4 razy gęstość szkła); ważenie wykonać z dokładnością do ±0,01 g.

**2.3.6. Wykonanie oznaczania.** Odważkę przenieść do kolumny ekstrakcyjnej na płytkę dziurkowaną wyłożoną bibułą do sączenia. Wlać 35 cm<sup>3</sup> roztworu 0,1N kwa-

su azotowego na proszek szklany. Ustalić szybkość odbierania przesączu w odbieralniku na 1 cm<sup>3</sup>/min. W ciągu 25 min zebrać w odbieralniku 25 cm<sup>3</sup> przesączu. Przesącz przelać do tygla platynowego, uprzednio zważonego i odparować do sucha na łaźni wodnej.

Pozostałość suszyć przez 1 h w temperaturze 150 °C. Następnie ochłodzić w eksykatorze i zważyć.

W czasie wykonywania oznaczania utrzymywać temperaturę kolumny (25 ± 1) °C za pomocą płaszcza kolumny, który jest podłączony do termostatu.

**2.3.7. Ocena wyników badania.** Różnica między wagą tygla po odparowaniu przesączu a masą czystego tygla daje masę substancji rozpuszczonej z 4 cm<sup>3</sup> rozdrobnionego szkła w 25 cm<sup>3</sup> roztworu 0,1N kwasu azotowego w ciągu 25 min, w temperaturze 25 °C. Ilość substancji rozpuszczonej jest podstawą zakwalifikowania szkła do określonej grupy odporności chemicznej masy szkła na działanie roztworów kwaśnych wg BN-76/6862-06 tabl. 14.

**2.4. Protokół badania** — wg BN-76/6862-06.

## K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Centralne Laboratorium Optyki, Warszawa.

**2. Istotne zmiany w stosunku do BN-71/6860-02.** Wprowadzono metodę badania odporności masy szklanej na działanie 0,1N roztworu kwasu azotowego.

#### 3. Normy związane

BN-64/5510.01 Czystość powierzchni optycznych

BN-76/6862-06 Szkło optyczne. Szkło optyczne bezbarwne

#### 4. Normy zagraniczne

Francja NFS 10-003 Verres d'optique. Propriétés chimiques

NRD TGL 21791 Prüfung von Glas. Bestimmung der Säurebeständigkeit von optischen Glas

Rumunia STAS 598 Sticly. Determinarea stabilității chimice

ZSRR ГОСТ 13917 Стекло оптическое. Группа химической устойчивости. Методы определения химической устойчивости

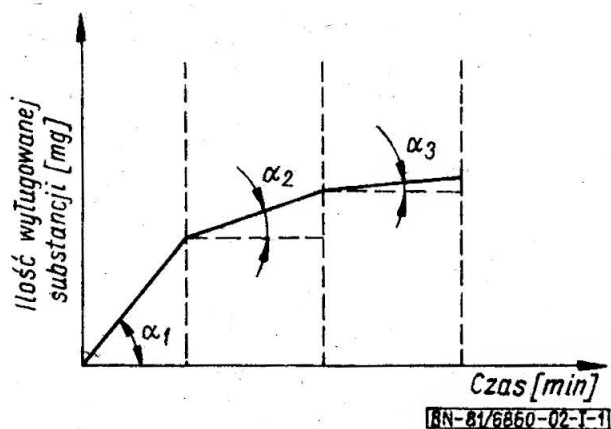
**5. Szybkość agresji.** Szkła, szczególnie zakwalifikowane do trzeciej grupy odporności masy szklanej, wykazują w procesie polerowania skłonność do tworzenia warstw interferencyjnych. Dla scharakteryzowania tego zjawiska można obliczyć z pomiaru odporności masy szklanej na działanie 0,1N roztworu kwasu azotowego zmianę średniej agresji  $\Delta V$ .

W tym celu wykonuje się oznaczanie w następujący sposób:

- odważkę szkła przygotowaną wg 2.3.5 przenieść do kolumny ekstrakcyjnej na płytkę dziurkowaną wyłożoną bibułą filtracyjną,
- włąć na proszek szklany 15 cm<sup>3</sup> roztworu 0,1N kwasu azotowego,
- ustalić szybkość otrzymywania przesączu na 1 cm<sup>3</sup>/min,
- w ciągu 7 min otrzymać 7 cm<sup>3</sup> przesączu,
- bez przerywania sączenia wymienić odbieralnik<sup>1)</sup>,
- włąć do kolumny porcję 10 cm<sup>3</sup> roztworu 0,1N kwasu azotowego<sup>1)</sup>,
- w ciągu 9 min odebrać 9 cm<sup>3</sup> przesączu<sup>1)</sup>,
- z każdego z trzech odbieralników odpipetować 5 cm<sup>3</sup> przesączu i odparować oddzielnie wg 2.3.6,

i) mnożyć masę wylugowanej substancji, otrzymanej z pierwszego odbieralnika przez 1,4 (5 z 7 cm<sup>3</sup>), a z drugiego i trzeciego — przez 1,8,

j) wykonać wykres wg rys. I-1.



Rys. I-1

Definiując pojęcie szybkości agresji w procentach jako:

$$\Delta V = \frac{V_3 - V_1}{V_1} \cdot 100 \quad (\text{I-1})$$

otrzymuje się w procentach

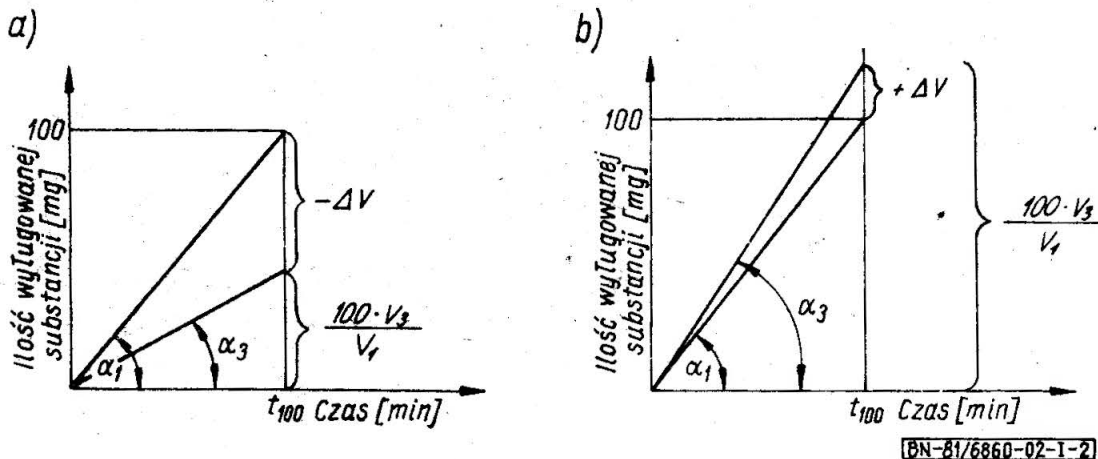
$$\Delta V = \frac{100 \cdot V_3}{V_1} - 100 \quad (\text{I-2})$$

Jeśli kąty  $\alpha_1$  i  $\alpha_3$  nanieść na wykres jak na rys. I-2, można przez proste pomierzenie odcinków odczytać przybliżoną wartość  $\Delta V$ .

Z rys. I-2 wynika, że wartość  $\Delta V$  może być dodatnia, ujemna lub zerowa.

**6. Autorzy projektu normy** — mgr Aleksandra Gackowska, mgr inż. Urszula Starzec — Jeleniogórskie Zakłady Optyczne, Jelenia Góra.

<sup>1)</sup> Czynnność wykonać dwukrotnie.



Rys. I-2