Государственный стандарт Союза ССР ГОСТ 10134.1-82 [СТ СЭВ 1569-79] "Стекло неорганическое и стеклокристаллические материалы. Методы определения водостойкости при 98°С" (утв. постановлением Госстандарта СССР от 16 декабря 1982 г. N 4780)

Glass inorganic and glass-crystal materials. Method for determination of hudrolytic at 98°C

Срок действия установлен с 1 июля 1983 г. до 1 июля 1988 г.

Взамен ГОСТ 10134-62

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения водостойкости при 98°С для неорганического стекла и стеклокристаллических материалов кроме электровакуумных стекол (далее - стекла):

А - для стекла, содержащего щелочи;

Б - для стекла, не содержащего щелочи.

Сущность метода А заключается в воздействии дистиллированной воды при 98°С на измельченное стекло и определении расхода 0,01 н. раствора соляной кислоты при титровании.

Сущность метода Б заключается в воздействии дистиллированной воды при 98°С на измельченное стекло и определении отношения потери массы стекла после испытания к его массе до испытания.

Стандарт не распространяется на оптическое и кварцевое стекло.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1569-79 в части метода А.

1. Общие требования

1.1. Общие требования к методам определения водостойкости - по ГОСТ 10134.0-82.

2. Метод отбора образцов

2.1. Для приготовления пробы отожженное стекло разбивают на куски размером 10-30 мм. При этом следует применять защитные очки по ГОСТ 12.4.013-85 или защитые щитки по ГОСТ 12.4.023-84 и соблюдать правила безопасности.

2.2. Для приготовления измельченного стекла отбирают куски стекла общей массой не менее 100 г. Отобранные куски измельчают в ступке одним ударом молотка по пестику. После каждого удара раздробленную пробу просеивают в течение 30 с через набор сит. Крупную часть, оставшуюся на ситах с размером ячеек 1,000 и 0,500 мм, вновь измельчают в ступке до тех пор, пока не будет приготовлено 8-10 г зерновой пробы. Пробу просеивают через сито с размером ячеек 0,315 мм в течение 5 мин, освобождают от частиц железа магнитом и помещают в стаканчик для взвешивания.

2.3. Результаты методов определения водостойкости сопоставимы для стекол плотностью (2,4+-0,2) г х см(-3) при использовании для испытаний проб стекла толщиной не менее 1,5 мм.

Если фактическая плотность стекла отличается от указанной, то для испытания берут навеску, масса которой соответствует 0,83 ро в граммах (где ро - фактическая плотность стекла в г х см(-3)).

При испытании пробы стекла другой плотности и толщиной менее 1,5 мм в протоколе испытаний указывают фактическую плотность и толщину.

Для испытания не допускается использовать образцы с поверхностной обработкой.

3. Аппаратура, реактивы и растворы

Баня водяная, обеспечивающая температуру воды (98+-0,5)°С и (20+-2)°С.

Термометр лабораторный с ценой деления 0,2°С и допускаемой погрешностью показаний не более +-0,2°С.

Ступка с пестиком из стали по ГОСТ 801-78 или ГОСТ 380-71 (рекомендуемое приложение).

Электроплитка по ГОСТ 14910-83.

Молоток массой 0,5 кг.

Сита с сетками 315К; 05К; 08К и 1К по ГОСТ 6613-86.

Магнит.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру 150°С.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру 500°С.

Очки защитные по ГОСТ 12.4.013-85 или предохранительный щиток.

Бюретки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1 см3, с ценой деления 0,01 см3 и вместимостью 10 см3, с ценой деления 0,05 см3.

Пипетки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1 и 25 см3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50 см3 с пришлифованной пробкой.

Перед первым применением колбы кипятят два раза в течение 1 ч каждый раз со свежим раствором соляной кислоты концентрации с (HCl) = 0,01 моль/дм3 (наполняются выше метки).

После промывки дистиллированной водой колбы кипятят еще два раза с дистиллированной водой в течение 1 ч. Если в колбах испытывают стекла различных классов стойкости последовательно одно за другим, то после каждого испытания проводят выщелачивание внутренней поверхности дистиллированной водой.

Колбы конические по ГОСТ 23932-79 и ГОСТ 25336-82, вместимостью 100 и 250 см3 (типа КнКш).

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336-82.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147-80.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336-82.

Прибор из кварцевого стекла по ГОСТ 8680-73, схема которого приведена в рекомендуемом приложении.

pH-метр с точностью измерения до +-0,02 pH.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор концентрации с (HCl) = 1 моль/дм3.

Метиловый красный (индикатор) по по нормативно-технической документации; приготовление по ГОСТ 4919.1-77.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-72 или ацетон по ГОСТ 2603-79.

Буферный раствор pH 5,5: смесь 92,8 см3 0,1 М раствора лимонной кислоты по ГОСТ 3652-69 и 107,2 см3 0,2 М раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия по ГОСТ 4172-76; приготовление по ГОСТ 4919.2-77.

4. Проведение испытания

4.1. В коническую колбу вместимостью 250 см3 помещают пробу измельченного стекла и удаляют прилипшие частицы пыли шестикратной декантацией, используя каждый раз по 30 см3 ацетона или этилового спирта.

Для удаления остатков ацетона или спирта колбу помещают на предварительно нагретую до температуры около 70°С и затем выключенную электроплитку и после испарения всего ацетона или спирта колбу с

измельченным стеклом выдерживают в течение 20 мин в сушильном шкафу при температуре 140°С. При этом следует соблюдать правила работы с горючими и ядовитыми веществами. После извлечения колбы из сушильного шкафа измельченное стекло пересыпают в стаканчик для взвешивания, охлаждают в эксикаторе и закрывают его.

4.2. Метод А

4.2.1. Из приготовленной пробы отбирают и взвешивают с учетом п. 2.3 три навески массой 2,000 г каждая. Каждую навеску помещают в мерную колбу вместимостью 50 см3, доливают до метки дистиллированной водой и распределяют измельченное стекло по поверхности основания колб. Одновременно проводят два контрольных испытания (без пробы).

Все колбы без пробок погружают выше меток (до половины горловины) в водяную баню с температурой 98°С. Через 5 мин колбы закрывают пробками.

Нагревают колбы при температуре (98+-0,5)°С в течение 60 мин от момента погружения в баню.

Затем колбы вынимают, открывают и после охлаждения в водяной бане до температуры (20+-2)°С доливают дистиллированной водой до метки. Содержимое в колбах тщательно перемешивают и оставляют до осаждения стекла.

4.2.2. Из каждой колбы пипеткой отбирают по 25 см3 прозрачного раствора в конические колбы вместимостью 100 см3, прибавляют 0,1 см3 раствора метилового красного и титруют раствором соляной кислоты до перехода окраски индикатора от желтой к красно-оранжевой.

Конец титрования определяют совпадением цветовых оттенков 25 см3 буферного раствора с 0,1 см3 индикатора и титруемого раствора. Все три раствора и растворы контрольных испытаний титруют одинаковым способом.

4.3. Метод Б

4.3.1. Испытание проводят в приборе (см. рекомендуемое приложение). В химическом стакане предварительно подогревают 100 см3 дистиллированной воды до температуры 60-70°С. Включают холодильник прибора, всыпают пробу измельченного стекла массой 8-10 г в реакционный сосуд, вливают в него подогретую воду, закрывают отверстие реакционного сосуда и устанавливают его в кипящую водяную баню.

Уровень воды в бане должен быть выше уровня жидкости в сосуде.

Наливают в водяной затвор сосуда дистиллированную воду до половины высоты затвора. Нагревают сосуд в течение 5 ч от момента погружения в баню.

В течение всего периода нагревания уровень воды в бане должен быть постоянным. Затем отставляют водяную баню, через 5-10 мин выключают холодильник, вытирают снаружи реакционный сосуд.

Реакционный сосуд отделяют от холодильника, протирают края снаружи фильтровальной бумагой и сливают из него возможно полнее воду, пропуская

ее через обеззоленный фильтр. Одновременно сливают в воронку дистиллированную воду из затвора. Оставшиеся в сосуде зерна подвергают шестикратной декантации, используя каждый раз по 10 см3 ацетона или этилового спирта.

После каждого промывания ацетон или спирт сливают на фильтр и удаляют остатки ацетона или спирта как указано в п. 4.1.

После охлаждения сосуда и воронки с фильтром зерновую пробу переносят в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель.

Тигель с пробой прокаливают в муфельной печи при температуре 450°С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. После каждого определения реакционный сосуд и холодильник многократно промывают разбавленной соляной кислотой и дистиллированной водой.

Вместо реакционного сосуда прибора может быть использована коническая колба вместимостью 250 см3 по ГОСТ 23932-79 с обратным холодильником по ГОСТ 23932-79 и ГОСТ 25336-82 типа 14б.

5. Обработка результатов

5.1. Метод А

5.1.1. Водостойкость стекла при 98°С (X_A) в см3 х г(-1) вычисляют по формуле

V + V

1 2

V - (————————)

2

X = ————————————————,

A m

где V - объем раствор# соляной кислоты концентрации с

(HCl) = 0,01 моль/дм3, израсходованный на титрование 25 см3

анализируемого раствора, см3;

V , V - объемы раствор# соляной кислоты концентрации с

1 2 (HCl) = 0,01 моль/дм3, израсходованные на титрование 25 см3

раствора контрольных опытов, см3;

m - масса навески измельченного стекла, г.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных определений.

Класс водостойкости стекла при 98°С устанавливают в соответствии с указанным в таблице.

Расход 0,01 н. раствора соляной кислоты при титровании, см3 х г(-1)	Класс водостойкости
До 0,10 включ.	1/98
Св. 0,10 до 0,20 "	2/98
" 0,20 " 0,85 "	3/98
" 0,85 " 2,00 "	4/98
" 2,00 " 3,50 "	5/98

5.1.2. Допускаемые расхождения между результатами каждого из трех параллельных измерений и средним значением не должны превышать:

+- 15% - для класса 1/98;

+- 10% - для класса 2/98;

+- 5 % - для классов 3/98, 4/98 и 5/98.

Если расхождения превышают приведенные величины, испытания повторяют.

5.2. Метод Б

5.2.1. Водостойкость стекла при 98°С (Х_Б) в процентах вычисляют по формуле

(m - m) x 100

1

X = ——————————,

Б m

где m - масса навески до испытания, г;

m - масса навески после испытания, г.

1

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 10% от найденного среднего значения.

Если расхождения превышают 10%, испытание повторяют.

5.3. Результаты испытания записывают в протокол, который должен содержать:

обозначение пробы;

среднее арифметическое расхода раствора соляной кислоты в см3 на 1 г измельченного стекла или среднее арифметическое потери массы пробы на 1 г измельченного стекла в процентах;

плотность стекла и навеску пробы, если плотность отличается от (2,4+-0,2) г х см(-3) или толщина стекла менее 1,5 мм;

наименование лаборатории, проводившей испытание;

дату испытания;

обозначение настоящего стандарта.

Приложение
Рекомендуемое