172

NORME INTERNATIONALE

ISO
8424

Première édition
1987-09-15

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Verre d'optique brut — Essai de résistance à l'attaque par des solutions acides aqueuses à 25 °C et classification

Raw optical glass — Testing of the resistance to attack by aqueous acidic solutions at 25 °C and classification

Numéro de référence
ISO 8424 : 1987 (F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est normalement confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8424 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 172, *Optique et instruments d'optique.*

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

© **Organisation internationale de normalisation, 1987** ●

Imprimé en Suisse

Verre d'optique brut — Essai de résistance à l'attaque par des solutions acides aqueuses à 25 °C et classification

0 Introduction

La présente Norme internationale est basée sur une méthode d'essai approuvée par le groupe international d'experts du verre optique du comité technique 2 «Durabilité et analyse chimique» de la Commission internationale du verre (ICG/TC 2).

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai pour la résistance des verres d'optique bruts à l'attaque par des solutions acides aqueuses à 25 °C ainsi qu'une classification des verres d'optique conformément à leur résistance à l'acide, déterminée à l'aide de cette méthode.

La présente Norme internationale donne une première idée de la stabilité chimique du verre soumis à l'essai.

2 Domaine d'application

La présente Norme internationale est applicable aux échantillons de tous verres d'optique bruts y compris des verres colorés.

3 Références

ISO 3585, *Appareillage, tuyauterie et raccords en verre — Propriétés du verre borosilicaté 3.3.*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécifications et méthodes d'essai.*

4 Principe

Attaque du verre poli par une solution acide aqueuse d'une valeur de pH respectivement de 0,3 ou 4,6 à 25 °C pour des durées spécifiées. Pesée de la perte de masse et calcul de la profondeur de l'attaque à l'aide de la densité du verre. Comparaison du temps nécessaire pour obtenir une attaque apparente de 0,1 µm aux échelles de temps données dans la table de classification pour obtenir la classe de résistance à l'acide.

5 Réactifs

Au cours de l'essai, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, de qualité 2 conformément aux spécifications de l'ISO 3696.

5.2 Acide nitrique, solution, c (HNO_3) = 0,5 mol/l (pH 0,3).

5.3 Acide acétique (CH_3 COOH), ϱ 1,05 g/cm^3, 100 % (m/m).

5.4 Hydroxyde de sodium, solution, c (NaOH) = 1 mol/l.

Dissoudre 40 g de NaOH dans l'eau et diluer à 1 litre.

5.5 Alcool isopropylique (C_3H_7OH).

Après évaporation de 100 ml d'alcool, aucun résidu ne doit être visible. Dans le cas contraire, redistiller.

5.6 Solution tampon, pH 4,6

Mélanger dans une fiole jaugée de 1 000 ml, 11,8 ml d'acide acétique (5.3), 200 ml d'eau et 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.4). Compléter au volume avec de l'eau. Stocker dans des flacons en plastique ou en verre borosilicaté.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Bécher à fond plat, en verre borosilicate 3.3 conforme aux spécifications de l'ISO 3585, de 2 000 ml de capacité, de diamètre intérieur de 150 mm, diamètre extérieur de 153 mm et hauteur de 200 mm (voir figure 2).

6.2 Agitateur, d'environ 350 mm de longueur, tige de 10 mm de diamètre en verre ou tige de 15 mm de diamètre en polytétrafluoréthylène (PTFE) (voir figure 3).

6.3 Fils de platine, d'au moins 0,1 mm de diamètre ou **nacelles** du même matériau permettant de recevoir un échantillon.

6.4 Bain d'eau, chauffé au gaz ou électriquement, contrôlé à l'aide d'un thermostat, d'une capacité de 30 à 40 litres, permettant de maintenir la température à 25 ± 0,2 °C.

6.5 Balance analytique, précise à ± 0,1 mg près ou mieux.

6.6 Dessiccateur, garni d'un mélange 2 : 1 de silicagel et de carbonate de soude, cristallisé, pour absorption du CO_2 et H_2O.

6.7 Pinces, protégées par un matériau tendre et inerte, par exemple du plastique.

6.8 Instruments de mesurage, permettant la mesure des longueurs et des diamètres, précis à ± 1 % près.

6.9 Équipement ultrasonique pour laboratoire, rempli d'eau pouvant être portée à la température d'au moins 50 °C.

6.10 Béchers, en verre borosilicate 3.3 conforme aux spécifications de l'ISO 3585 de 100 ml de capacité.

7 Préparation des échantillons

7.1 Polissage

Tailler les échantillons de verre qui seront soumis à l'essai de telle sorte qu'après avoir subi les opérations de polissage, les dimensions nominales soient 30 mm × 30 mm × 2 mm. Appliquer les procédures de polissage suivantes à toutes les faces de l'échantillon en utilisant une solution à base d'eau (voir 5.1).

7.1.1 Doucissage fin

Le doucissage fin doit être effectué avec de l'alumine abrasive ou du carbure de silicium ayant une distribution de la taille des grains comme suit :

- grains supérieurs à 10,5 µm : ≈ 50 %
- grains supérieurs à 15 µm : < 5 %
- grains supérieurs à 18 µm : 0 %

7.1.2 Polissage

Le polissage doit être effectué avec de l'abrasif oxyde de cérium(IV) ayant des grains inférieurs à 2 µm et avec du polyuréthanne LP 26 comme polisseur. La vitesse de rotation de l'outil doit être de 50 à 250 tr/min et la vitesse de rotation de l'échantillon de 20 à 100 tr/min. La pression doit être de 10 à 40 kPa (pour le polissage et non pour obtenir la planéité de la surface) et le temps de polissage moins de 30 min.

Aplanir les arêtes tranchantes par un polissage léger (chanfrein).

Stocker les échantillons dans le dessiccateur (6.6) jusqu'à ce qu'ils soient soumis aux procédures ultérieures.

NOTE — La chaux sodée peut attaquer la surface du verre. Un grand soin devrait être apporté à ne pas faire de poussière en enlevant le couvercle du dessiccateur.

7.2 Mesurage de la surface totale

Mesurer toutes les dimensions à 0,2 mm près et calculer la surface totale initiale avec une précision de 2 %.

NOTE — Dans ce but, des mesures linéaires doivent être réalisées avec une précision de ± 1 %.

Enregistrer la valeur obtenue.

7.3 Nettoyage

Après le polissage, nettoyer les échantillons dès que possible. Dans ce but, placer trois béchers (6.10) dans l'appareil ultrasonique (6.9), contenant de l'eau chauffée à 45 ± 3 °C.

Chaque bécher doit contenir suffisamment d'alcool isopropylique (5.5) pour recouvrir les échantillons qui doivent être nettoyés.

Pendant toute la procédure de nettoyage les échantillons doivent être tenus et transportés avec des pinces (6.7) pour éviter toute contamination de la surface par exemple, celle due aux empreintes de doigts.

Immerger l'échantillon pendant 1 min dans le premier bécher, placé lui-même dans l'appareil ultrasonique; nettoyer alors les surfaces du verre en l'essuyant légèrement avec un chiffon ou un tissu doux imbibé d'alcool isopropylique. Compléter le nettoyage en immergeant l'échantillon successivement, pendant 1 min, dans le second bécher puis dans le troisième bécher, placé dans l'appareil ultrasonique.

Sécher l'échantillon en l'agitant dans l'air et le stocker immédiatement dans le dessiccateur.

NOTE — Pour sécher, on peut également utiliser un four desséchant pendant 30 min à 120 °C.

L'alcool dans le premier bécher doit être remplacé après chaque nettoyage d'un échantillon. L'alcool des autres béchers ne doit pas être utilisé pour plus de 10 échantillons et doit être changé dans le cas d'une contamination suspectée.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Au moins deux échantillons doivent être essayés dans les mêmes conditions pour pouvoir réaliser les calculs de résistance à l'acide.

Placer le bécher (6.1) rempli de 2 l de solution d'essai dans le bain d'eau (6.4), ajuster l'agitateur (6.2) de telle sorte qu'il soit à 15 mm au-dessus du fond du bécher et obtenir la température de 25 ± 0,2 °C.

Transférer les échantillons nettoyés, refroidis à la température ambiante dans le dessiccateur, sur la balance (6.5) à l'aide des pinces (6.7). Enregistrer la masse m_1 des échantillons pesés à ± 0,1 mg près. Utiliser toujours deux échantillons du même type de verre pour un essai dans le même bécher.

Entourer les échantillons en faisant une croix avec le fil de platine (6.3), ou disposer dans la nacelle (6.3), et les suspendre de telle sorte qu'ils se situent au milieu entre la tige de l'agitateur et les parois du bécher. La partie inférieure de l'échantillon doit être à 50 mm au-dessus du fond du bécher (l'ensemble de l'appareil est décrit à la figure 2). Il ne doit pas y avoir de contact entre l'échantillon et l'équipement.

Agiter avec une fréquence de 100 tr/min.

Les temps de réaction sont comptés à partir du moment où les échantillons sont immergés dans la solution d'essai.

Après le temps d'attaque, sortir les échantillons du liquide, les laver deux fois avec de l'eau distillée et retirer les fils de platine. Immerger alors trois fois les échantillons dans l'alcool isopropylique, les sécher en les remuant dans l'air et les stocker dans le dessiccateur. Peser la masse m_2 (après essai) à ± 0,1 mg près aussitôt que possible et calculer le temps pour obtenir une profondeur d'attaque de 0,1 µm conformément à la formule donnée au chapitre 9 et observer les modifications de la surface du verre (voir chapitre 9 et 10).

NOTE — Dans ce but, observer la surface du verre sous la lumière naturelle ou sous l'éclairage d'une lampe de microscope sous un angle d'environ 45°.

8.2 Méthode d'essai pour les verres inconnus

À cette fin, les mesurages préliminaires suivants pour la détermination des conditions (temps et solution) d'attaque sont nécessaires.

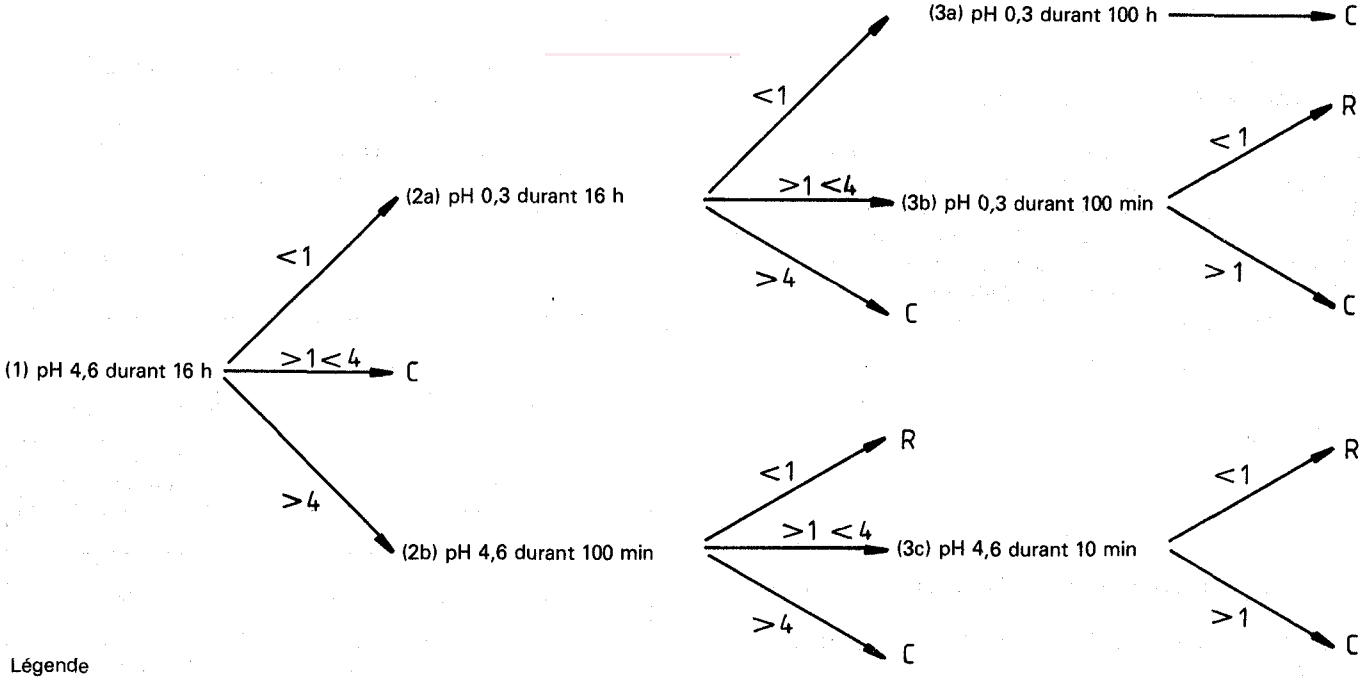
Préparer six échantillons conformément à la procédure décrite au chapitre 7 et essayer successivement seulement un échantillon à la fois, conformément au schéma donné à la figure 1.

Débuter avec la solution tampon (5.6) pendant 16 h. Continuer, en fonction de la perte de masse, avec une solution de même pH ou de pH 0,3, et/ou un nouveau temps.

Pour la détermination de la classe de résistance à l'acide, utiliser habituellement la perte de masse entre 1 mg/échantillon et 4 mg/échantillon. En principe suivre la figure 1.

Ainsi pour l'essai dans les conditions de laboratoire, il y a six possibilités d'attaque, comme indiqué dans le tableau 1.

Quand les conditions d'attaque sont déterminées, continuer conformément à 8.3.



Légende

(1), (2a), (2b), (3a), (3b), (3c) Numéro de la solution d'essai

1 ou 4 : Perte de masse de 1 mg/échantillon ou 4 mg/échantillon après l'essai

C : Calculer pour la classification

R : Calculer pour la classification en utilisant le résultat de l'attaque précédente la plus forte (plus de 4 mg/échantillon)

Figure 1 — Schéma pour la méthode d'essai de la résistance à l'acide de verre optique inconnu

Tableau 1 — Différentes solutions et temps d'essai pour l'attaque des verres d'optique dans l'essai de résistance à l'acide avec classe SR de résistance à l'acide, approximative

Solution d'essai N°	Solution d'essai pH	Temps d'essai min (h)	Classe SR de résistance à l'acide, approximative*	
(3c)	4,6	10 (0,17)	Attaque la plus faible	53
(2b)	4,6	100 (1,67)		52
(1)	4,6	(16)	↓	51 ou 5
(3b)	0,3	100 (1,67)		4 ou 5
(2a)	0,3	(16)		3
(3a)	0,3	(100)	Attaque la plus forte	2 ou 1

* La classe de résistance à l'acide correcte selon le tableau 2 est calculée d'après la formule donnée au chapitre 9 utilisant la perte de masse déterminée conformément à 8.3.

8.3 Méthode d'essai pour les verres connus

Dans la mesure où la classe de résistance à l'acide d'un verre optique est connue avec une certitude suffisante, appliquer la procédure donnée en 8.1 dans les conditions spécifiées au tableau 1 ou déterminées suivant 8.2.

Les résultats de l'attaque ayant une perte de masse comprise entre 1 et 4 mg/échantillon doivent être utilisés pour le calcul de la classe de résistance à l'acide.

Si la perte de masse est nettement inférieure à 1 mg/échantillon, continuer avec la plus forte attaque suivante. Si la perte de masse est nettement supérieure à 4 mg/échantillon, appliquer la plus faible attaque suivante (voir figure 1).

9 Expression des résultats

Calculer la valeur moyenne de la perte de masse obtenue pour les échantillons qui correspondent à la perte de masse entre 1 et 4 mg/échantillon ou à la condition minimale (c'est-à-dire, solution d'essai et temps d'essai, C ou R dans la figure 1). À partir de cette valeur, calculer le temps, $t_{0,1}$, en heures nécessaire à l'attaque de la couche de surface d'une profondeur de 0,1 µm, à l'aide de la formule suivante :

$$t_{0,1} = \frac{t_e \times \varrho \times A}{(m_1 - m_2) \times 100}$$

où

t_e est le temps pour l'attaque dans l'expérience, en heures;

ϱ est la masse volumique du verre, en grammes par centimètre cube;

A est la surface totale de l'échantillon, en centimètres carrés;

m_1 est la masse de l'échantillon avant essai, en milligrammes;

m_2 est la masse de l'échantillon après essai, en milligrammes.

10 Classification et désignation

Les verres d'optique doivent être classés conformément au tableau 2, en fonction du temps, $t_{0,1}$, en heures, nécessaire pour attaquer la couche de surface d'une profondeur de 0,1 µm, lorsqu'ils sont essayés par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Les modifications de la surface, visibles après la détermination de la masse m_2 (voir chapitre 8) utilisée pour le calcul (voir chapitre 9), sont qualitativement évaluées à l'œil nu et données comme un nombre complémentaire à la classe de la manière suivante :

— .0 pas de modification visible;

— .1 clair, mais surface irrégulière (ondulée, taches en relief, piqûres);

— .2 tache et/ou couleur d'interférence (filtrage sélectif léger de la lumière);

— .3 couche blanchâtre mince tenace (filtrage fortement sélectif, répartition de taches opalescentes, surface ternie ne pouvant être enlevée par essuyage);

— .4 couche épaisse blanchâtre, telle que dépôt de surface insoluble ne pouvant s'enlever par essuyage (peut être une couche de surface craquelée et/ou écaillée, ou surface craquelée) (forte attaque).

Tableau 2 — Classification des verres d'optique

Classe SR de résistance à l'acide	pH de la solution d'attaque	Temps, $t_{0,1}$, pour obtenir une attaque de 0,1 µm h
1	0,3	> 100
2	0,3	de 100 à 10
3	0,3	de 10 à 1
4	0,3	de 1 à 0,1
5	0,3	< 0,1
	4,6	> 10
51	4,6	de 10 à 1
52	4,6	de 1 à 0,1
53	4,6	< 0,1

Des différences dans l'histoire du verre ou de son prétraitement pendant le doucissage fin ou le polissage (voir 7.1) peuvent être responsables de légères déviations dans les nombres complémentaires à la classe.

Pour faciliter la référence à la résistance à l'acide des verres d'optique conformément à la classification donnée dans la présente Norme internationale, l'utilisation de la désignation suivante est recommandée :

Exemple

Pour un verre de masse volumique ϱ = 3,31 g/cm³, une surface totale A = 20,4 cm², une perte de masse $(m_1 - m_2)$ = 3,7 mg/échantillon après le temps d'attaque t_e = 100 min (= 1,67 h) avec une solution d'attaque de pH 0,3, 0,30 h pour l'attaque de 0,1 µm, avec couleurs d'interférence après l'attaque :

Verre d'optique, classe de résistance à l'acide ISO 8424-SR 4.2

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit comprendre les éléments suivants :

a) la référence de la présente Norme internationale;

b) l'identification des échantillons y compris la densité;

c) la surface essayée, en centimètres carrés;

d) l'ordre des étapes, effectives conformément à la figure 1 et une note spécifiant quelle étape a donné les résultats permettant le calcul du temps nécessaire à l'attaque de la couche de surface d'une profondeur de 0,1 µm et l'observation des modifications de la surface;

e) le nombre d'échantillons soumis à l'essai dans les conditions finales et pris en considération pour la valeur moyenne;

f) la désignation de la classe SR de résistance à l'acide;

g) toutes particularités inhabituelles notées pendant la détermination.

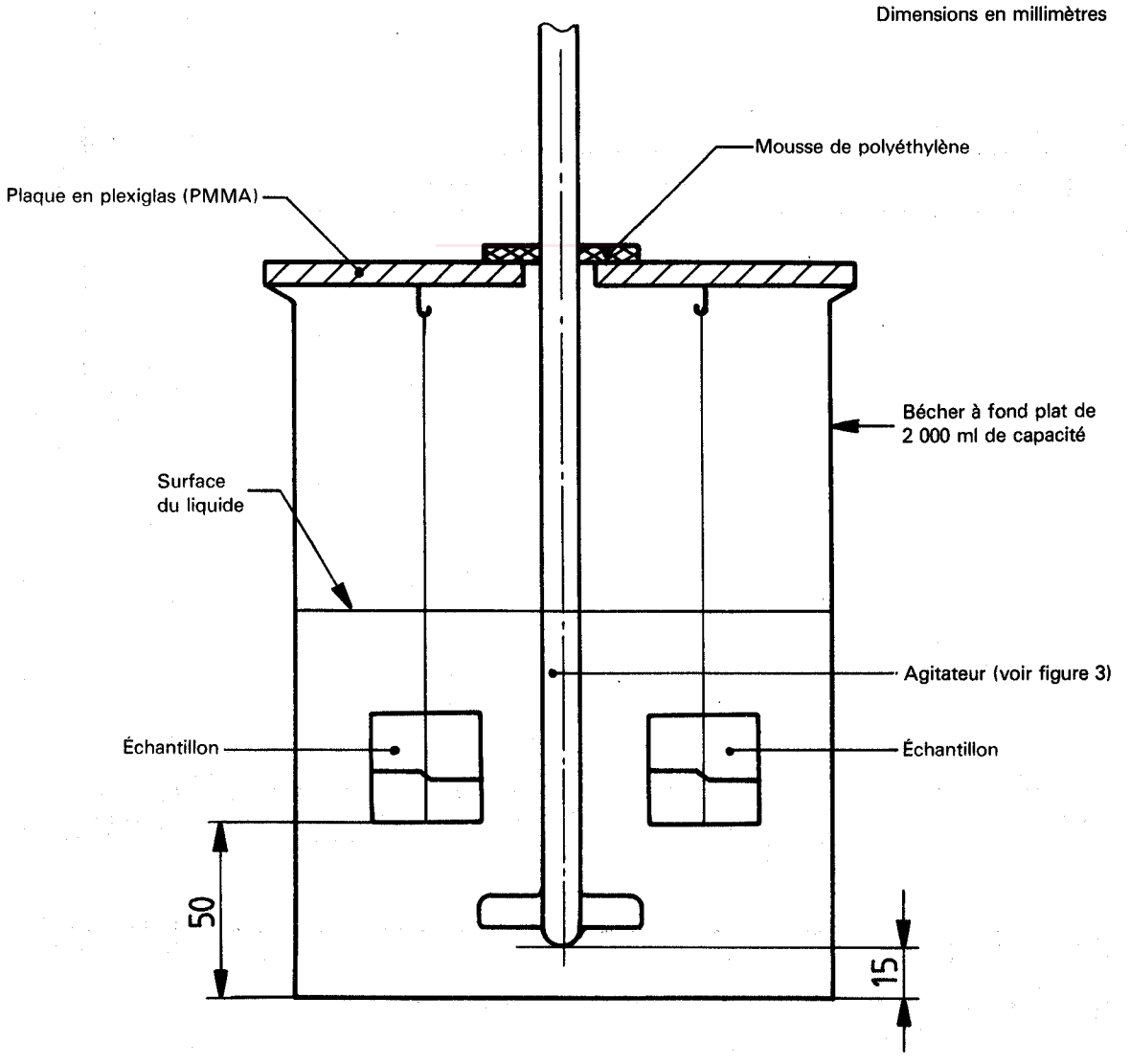


Figure 2 — Équipement pour essai