

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9689

Première édition
1990-12-01

**Verre d'optique brut — Résistance à l'attaque
par des solutions aqueuses de détergent
contenant du phosphate alcalin à 50 °C — Essai
et classification**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Raw optical glass — Resistance to attack by aqueous alkaline
phosphate-containing detergent solutions at 50 °C — Testing and
classification*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/823c9890-659e-4823-a6b8-d2d8e5ee6766/iso-9689-1990>



Numéro de référence
ISO 9689:1990(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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9689 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 172, *Optique et instruments d'optique*.

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

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Verre d'optique brut — Résistance à l'attaque par des solutions aqueuses de détergent contenant du phosphate alcalin à 50 °C — Essai et classification

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai pour la résistance des verres optiques bruts à l'attaque par des solutions aqueuses de détergent contenant du phosphate alcalin, à 50 °C ainsi qu'une classification des verres d'optique conformément à leur résistance aux solutions aqueuses de détergent contenant du phosphate (résistance au phosphate) déterminée à l'aide de cette méthode.

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

NOTE 1 La méthode d'essai peut également être utilisée pour d'autres types de verres.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2768-1:1989, *Tolérances générales — Partie 1: Tolérances pour dimensions linéaires et angulaires non affectées de tolérances individuelles.*

ISO 3585:1976, *Appareillage, tuyauterie et raccords en verre — Propriétés du verre borosilicaté 3.3.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Principe

Attaque du verre poli par une solution aqueuse contenant 0,01 mol/l de tripolyphosphate à 50 °C pour des durées spécifiées.

Pesée afin de déterminer 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 avec les échelles de temps données dans une table de classification pour obtenir la classe de résistance au phosphate.

4 Réactifs

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

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

4.2 Phosphate, en solution.

4.2.1 Purification du tripolyphosphate commercial

Préparer une solution aqueuse contenant de 10 % (m/m) à 15 % (m/m) de tripolyphosphate, filtrer d'éventuelles matières insolubles et ajouter graduellement de l'éthanol (4.5) à concurrence de un volume d'éthanol pour quatre volumes de solution de phosphate.

Agiter pendant 30 min et éliminer par filtration les cristaux d'hexahydrate, laver à deux reprises dans un mélange constitué d'un volume d'éthanol et d'un volume d'eau, et dissoudre à nouveau dans une quantité minimale d'eau. Répéter ces opérations au moins quatre fois puis faire sécher les cristaux à la température ambiante et à une humidité relative (50 ± 10) %. On obtient environ 40 % à 45 % de

produit (par rapport au produit commercial initial) présentant moins de 0,5 % d'impuretés.

4.2.2 Solution d'essai

Dissoudre, dans une fiole jaugée à un trait d'une capacité de 1 000 ml, 47,6 g du tripolyphosphate purifié (4.2.1) dans de l'eau (4.1), compléter le volume et bien agiter. La solution contient environ 0,1 mol/l de phosphate. Pour l'essai, diluer un volume de la solution ainsi obtenue avec neuf volumes d'eau (4.1). Cette nouvelle solution est appelée solution d'essai; sa concentration est $c(\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}) \approx 0,01 \text{ mol/l}$; le pH doit être de $10 \pm 0,1$ à 20 °C. Lorsque le pH est différent, purifier à nouveau le sel.

4.3 Acide nitrique, (HNO_3), qualité analytique.

Diluer jusqu'à l'obtention d'un pH de $4,5 \pm 0,1$.

4.4 Hydroxyde de sodium, solution, $c(\text{NaOH}) \approx 0,1 \text{ mol/l}$.

4.5 Éthanol, ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), fraction volumique $\phi = 96 \%$, extra pur.

4.6 Alcool isopropylique ($\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$).

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

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Récipient d'essai, cylindrique et à fond plat, en acier inoxydable ayant un diamètre intérieur de 150 mm, une hauteur de 200 mm et un couvercle fermant hermétiquement (voir figure 2). Le couvercle a un col évasé et est muni à la base de deux crochets permettant de suspendre les échantillons. Le col est muni d'un bouchon en un matériau inerte approprié, que l'on a plongé au préalable dans de l'hydroxyde de sodium (4.4) porté à ébullition pendant 60 min. Ce bouchon doit permettre d'introduire un agitateur. Si un joint est nécessaire pour obtenir une étanchéité appropriée entre le couvercle et le corps du récipient, ce joint doit être réalisé en un matériau qui reste inerte sous les conditions d'essai.

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

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

5.4 Bain chauffant, chauffé au gaz ou électriquement, contrôlé à l'aide d'un thermostat, d'une capacité de 30 litres à 40 litres, permettant de maintenir la température à $(50,0 \pm 0,2) \text{ °C}$.

5.5 Balance analytique, précise à $\pm 0,1 \text{ mg}$ ou mieux.

5.6 Dessiccateur, garni d'un mélange 2 : 1 de silicagel (pour l'absorption de H_2O) et de carbonate de soude (un mélange de CaO et Na_2O , pour l'absorption de CO_2 avec indicateur pour régénération).

5.7 Pinces, protégées par un matériau souple et inerte, par exemple du plastique.

5.8 Instruments de mesure, permettant la mesure des longueurs et des diamètres, précis à $\pm 1 \%$ près.

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

5.10 Bêchers, en verre borosilicaté 3.3 conforme aux spécifications de l'ISO 3585, de 100 ml et 250 ml de capacité.

5.11 Électrode de mesure du pH.

6 Préparation des échantillons

6.1 Polissage

Découper les échantillons de verre recuit (voir ISO 9802) qui seront soumis à l'essai de telle sorte qu'après avoir subi les opérations de polissage, les dimensions nominales soient 30 mm x 30 mm x 2 mm. Appliquer les procédures de polissage suivantes à **toutes** les faces de l'échantillon en utilisant une solution à base d'eau (4.1).

6.1.1 Doucissage fin

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

- grains supérieurs à 10,5 μm : $\approx 50 \%$
- grains supérieurs à 15 μm : $< 5 \%$
- grains supérieurs à 18 μm : aucun

6.1.2 Polissage

Le polissage doit être effectué avec de l'abrasif d'oxyde de cérium(IV) ayant des grains inférieurs à 2 μm et avec du polyuréthane LP 26 comme

polissoir. La vitesse de rotation de l'outil doit être de 50 tr/min à 250 tr/min et la vitesse de rotation de l'échantillon de 20 tr/min à 100 tr/min. La pression doit être de 10 kPa à 40 kPa (pour le polissage et non pour obtenir la planéité de la surface) et le temps de polissage de moins de 30 min.

Aplanir les arêtes tranchantes par un polissage léger (chanfrein). Stocker les échantillons dans le dessiccateur (5.6) jusqu'à ce qu'ils soient soumis aux procédures ultérieures.

NOTE 2 Le carbonate de soude peut attaquer la surface du verre. Un grand soin devrait être apporté à ne pas faire de poussière en enlevant le couvercle du dessiccateur.

6.2 Calcul de l'aire de la surface totale

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

NOTE 3 Dans ce but, des mesures linéaires doivent être réalisées avec une précision de ± 1 %.

Enregistrer la valeur obtenue.

6.3 Nettoyage

Après le polissage, nettoyer les échantillons dès que possible.

Dans ce but, placer trois béchers de 100 ml (5.10) dans l'appareil ultrasonique (5.9) contenant de l'eau chauffée à (45 ± 3) °C. Chaque bécher doit contenir suffisamment d'alcool isopropylique (4.6) pour recouvrir complètement les échantillons qui doivent être nettoyés.

Pendant toute la procédure de nettoyage, les échantillons doivent être tenus et transportés avec des pinces (5.7) 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, avec les ultrasons en marche; 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, avec les ultrasons fonctionnant continuellement.

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

NOTE 4 Pour le séchage on peut également utiliser une étuve pendant 30 min à (115 ± 5) °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.

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

Les échantillons préparés ne doivent être utilisés qu'une fois.

Au moins deux échantillons doivent être testés dans les mêmes conditions pour le calcul de résistance au phosphate.

Placer le récipient d'essai (5.1) rempli de 2 l de solution d'essai (4.2.2) dans le bain chauffant (5.4), ajuster l'agitateur (5.2) de telle sorte qu'il soit à 15 mm au-dessus du fond du récipient et obtenir la température de $(50 \pm 0,2)$ °C.

Transférer les échantillons nettoyés, refroidis à la température ambiante dans le dessiccateur, à la balance (5.5) à l'aide des pinces (5.7). Peser et enregistrer la masse m_1 des échantillons pesés à $\pm 0,1$ mg près. Utiliser toujours deux échantillons du même type de verre pour un essai dans le même récipient d'essai.

Entourer les échantillons en faisant une croix avec le fil de platine ou d'argent (5.3), ou les disposer dans la nacelle (5.3), et les suspendre de telle sorte qu'ils se situent à mi-chemin entre la tige de l'agitateur et les parois du récipient d'essai. La partie inférieure de l'échantillon doit être à 50 mm au-dessus du fond du récipient d'essai (l'ensemble de l'équipement est décrit à la figure 2). Il ne doit pas y avoir de contact entre l'échantillon et l'équipement.

Agiter avec une vitesse 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 et les nettoyer comme suit: tremper chaque échantillon pendant environ 1 s dans une série de béchers de 250 ml de capacité (5.10) et contenant 200 ml des liquides mentionnés ci-dessous; respecter l'ordre suivant sans interruption:

- cinq fois dans la même eau (4.1) à 50 °C. Changer l'eau pour l'échantillon suivant;
- une fois dans de l'acide nitrique (4.3) à la température ambiante;
- une fois dans de l'eau (4.1) à la température ambiante;

d) trois fois dans de l'alcool isopropylique (4.6) à la température ambiante.

Retirer les fils de platine ou d'argent (5.3) ou la nacelle (5.3) en tenant l'échantillon par les pinces (5.7), l'immerger une dernière fois dans l'alcool isopropylique (4.6) et le sécher en le remuant dans l'air (voir également la note 4 en 6.3). Transférer l'échantillon nettoyé dans le dessiccateur pour le refroidir à la température ambiante. Peser et enregistrer la masse m_2 (après essai) à $\pm 0,1$ mg près aussitôt que possible. Calculer le temps nécessaire pour obtenir une profondeur d'attaque de $0,1 \mu\text{m}$ conformément à la formule donnée à l'article 8 et observer les modifications de la surface du verre (voir article 8 et article 9).

NOTE 5 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°C .

7.2 Méthode d'essai pour les verres inconnus

Les mesures préliminaires suivantes sont nécessaires pour déterminer le temps d'attaque.

Préparer six échantillons conformément à l'article 6 et essayer, un seul échantillon à la fois, selon le schéma donné à la figure 1.

Commencer l'essai par l'immersion d'un échantillon pendant 1 h dans la solution d'essai (4.2.2). Selon la

perte de masse, calculer la classification, ou continuer par l'attaque suivante (4 h ou 0,25 h, voir schéma, figure 1).

En règle générale, la classe est calculée lorsque la perte de masse se situe entre 1 mg/échantillon et 4 mg/échantillon. Lorsque la perte de masse est inférieure à 1 mg/échantillon après un temps d'attaque de 4 h, appliquer l'attaque suivante pendant 16 h. Le résultat obtenu avec ce temps d'attaque sera utilisé pour le calcul dans tous les cas ainsi que le résultat obtenu lorsque la perte de masse est supérieure à 1 mg/échantillon après un temps d'attaque de 4 h.

Après la détermination du temps d'attaque, continuer conformément à 7.3.

7.3 Méthode d'essai pour les verres connus

Dans la mesure où la classe de résistance au phosphate d'un verre optique est connue avec une certitude suffisante ou déterminée conformément à 7.2, appliquer la procédure suivante:

Immerger deux échantillons pendant la durée prévue dans la même solution d'essai, c'est-à-dire pendant 0,25 h, 1 h ou 4 h.

Si après 4 h la perte de masse est inférieure à 1 mg/échantillon, appliquer l'essai suivant pendant 16 h.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/823c9890-659e-4823-a6b8-d2d8e5ee6766/iso-9689-1990>

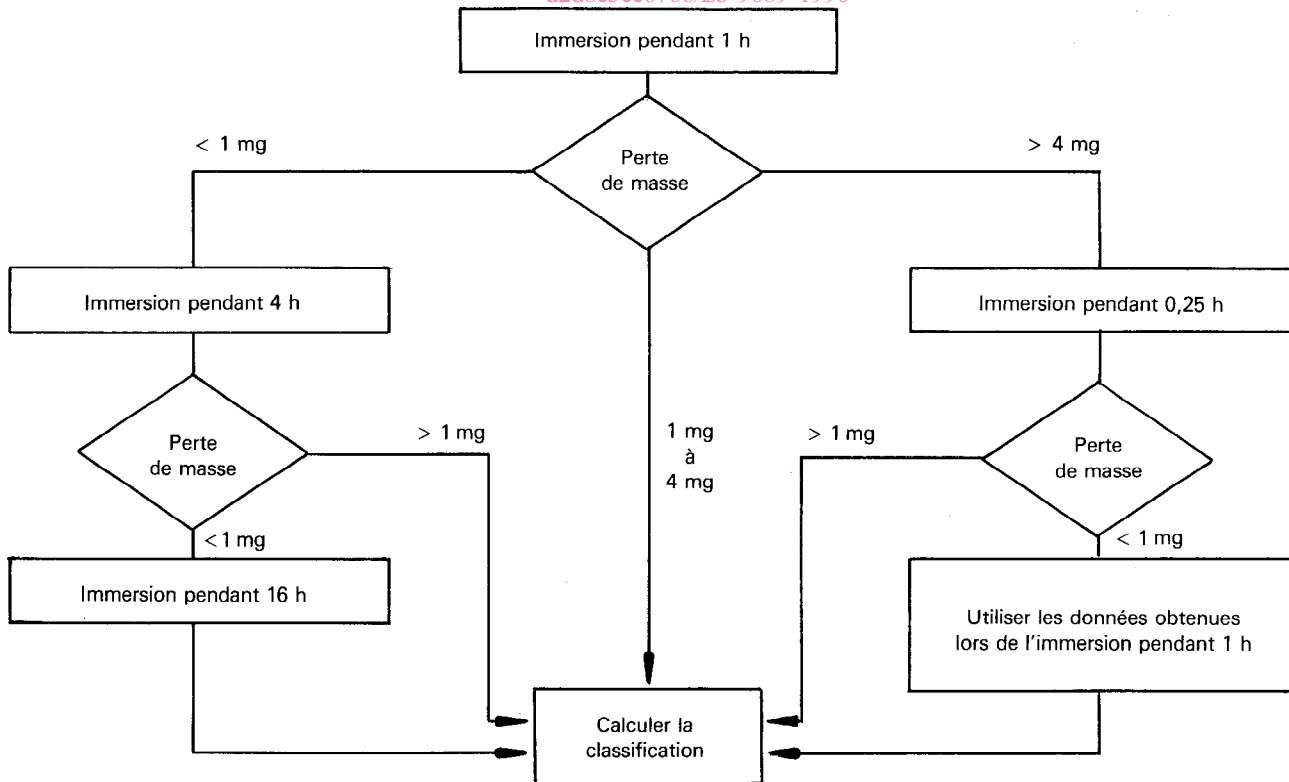


Figure 1 — Schéma pour la méthode d'essai de la résistance au phosphate de verre optique inconnu

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

Les résultats de l'attaque ayant une perte de masse comprise entre 1 mg/échantillon et 4 mg/échantillon après 1 h, ou une perte de masse supérieure à 1 mg/échantillon après 0,25 h ou après 4 h respectivement, ou les résultats de l'attaque après 16 h, doivent être utilisés pour le calcul de la classe de résistance au phosphate.

8 Expression des résultats

À partir de la valeur moyenne de la perte de masse déterminée conformément à 7.3, calculer le temps, $t_{0,1}$, en heures, nécessaire pour attaquer une couche de surface d'une profondeur de 0,1 μm , à l'aide de la formule suivante:

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

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 l'aire de la surface totale de l'échantillon avant essai, 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.

9 Classification et désignation

Les verres d'optique doivent être classés conformément au tableau 1 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 testés par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Les modifications de la surface de l'échantillon, visibles après la détermination de la masse m_2 (voir article 7) utilisée pour le calcul (voir article 8), 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);

Tableau 1 — Classification des verres d'optique

Classe PR de résistance au phosphate	Temps, $t_{0,1}$, pour obtenir une attaque de 0,1 μm h
1	> 4
2	de 4 à 1
3	de 1 à 0,25
4	< 0,25

- .2 tache et/ou couleur d'interférence (attaque sélective légère);
- .3 couche blanchâtre mince tenace (attaque sélective plus forte, surface laiteuse/terne);
- .4 couche épaisse fortement adhérente, telle que dépôt de surface insoluble ou friable (peut être une croûte de surface craquelée et/ou écaillée, ou surface craquelée; attaque forte).

Des différences dans l'histoire du verre ou dans son prétraitement pendant le doucissage fin ou le polissage (6.1) peuvent entraîner un décalage d'une position pour les nombres complémentaires à la classe.

Pour faciliter la référence à la résistance au phosphate des verres d'optique conformément à la classification donnée dans la présente Norme internationale, la désignation suivante doit être utilisée:

EXEMPLE

Pour un verre de masse volumique $\rho = 3,31 \text{ g/cm}^3$, d'une aire totale $A = 20,4 \text{ cm}^2$, ayant une perte de masse $(m_1 - m_2) = 3,7 \text{ mg/échantillon}$, après le temps d'attaque $t_e = 1 \text{ h}$, ce qui donne $t_{0,1} = 0,18 \text{ h}$ pour l'attaque de 0,1 μm , et avec couleurs d'interférence visibles après l'attaque:

Verre d'optique, classe de résistance au phosphate ISO 9689-PR 4.2

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les éléments suivants:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) l'identification des échantillons, y compris de la masse volumique;
- c) l'aire de la surface testée, en centimètres carrés;
- d) une note spécifiant quel temps d'attaque a donné les résultats permettant le calcul du temps né-

- cessaire 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 PR de résistance au phosphate;
- g) toutes particularités inhabituelles notées pendant la détermination.

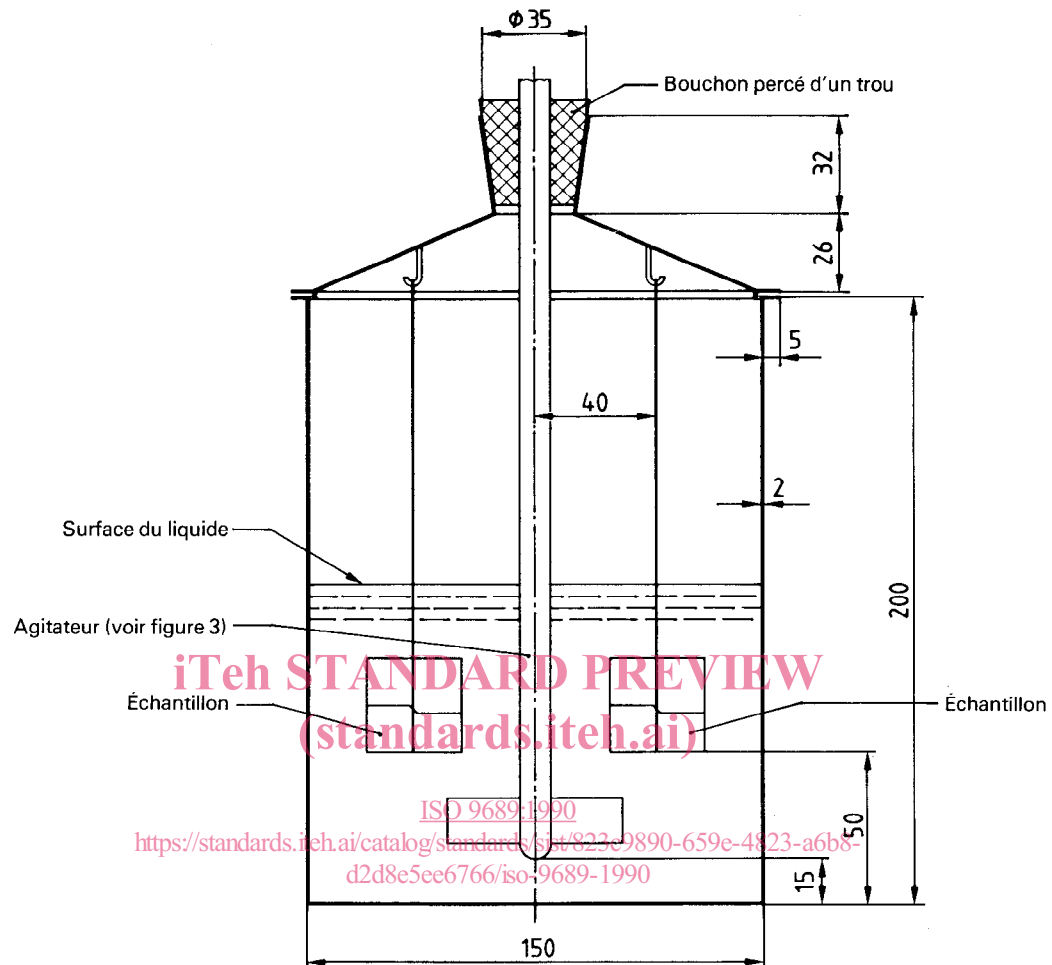
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9689:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/823c9890-659e-4823-a6b8-d2d8e5ee6766/iso-9689-1990>

Dimensions en millimètres

Les écarts admis pour les cotes sans indication de tolérances sont ceux de la «série très grossière» de l'ISO 2768-1.



Réalisation:

- 2 crochets soudés sur le couvercle
- 1 bride à surface plane rectifiée, fixée au couvercle

Figure 2 — Équipement d'essai