

NORME INTERNATIONALE

ISO
10629

Première édition
1996-07-01

Verre d'optique brut — Résistance à l'attaque par des solutions aqueuses alcalines à 50 °C — Méthode d'essai et classification

*Raw optical glass — Resistance to attack by aqueous alkaline solutions at
50 °C — Test method and classification*



Numéro de référence
ISO 10629:1996(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 10629 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 172, *Optique et instruments d'optique*, sous-comité SC 3, *Matériaux et composants optiques*.

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

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 alcalines à 50 °C — Méthode d'essai et classification

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode d'essai pour la résistance des verres d'optique bruts à l'attaque par des solutions aqueuses alcalines à 50 °C ainsi qu'une classification des verres d'optique conformément à leur résistance aux solutions aqueuses alcalines (résistance aux alcalins) 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 3585:1991, *Verre borosilicaté 3.3 — Propriétés*.

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

3 Principe

Attaque du verre poli par une solution d'essai (solution d'hydroxyde de sodium à 0,01 mol/l) à 50 °C pour des durées spécifiées. Pesée afin de déterminer la perte de masse et calcul de la profondeur de l'attaque selon la masse volumique du verre. Comparaison du temps nécessaire pour obtenir une profondeur d'attaque apparente de 0,1 µm avec les échelles de temps données dans une table de classification pour obtenir la classe de résistance aux alcalins.

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 Solution d'essai.

Solution d'hydroxyde de sodium de concentration $c(\text{NaOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$ obtenue en diluant la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) avec de l'eau. Préparer une solution sans carbonate. Contrôler la valeur du pH et ajuster si nécessaire à $\text{pH} = 12$.

4.3 Acide nitrique (HNO_3), de 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 Propanol-2 (C₃H₇OH)

Après évaporation de 100 ml d'alcool, aucun résidu ne doit être visible. Dans le cas contraire, redistiller le propanol-2.

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 la solution d'hydroxyde de sodium (4.4) portée 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 polytétrafluoroéthylène (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 l à 40 l, permettant de maintenir la température à 50,0 °C ± 0,2 °C.

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

5.6 Dessiccateur, garni d'un mélange 2:1 de silicagel (pour l'absorption de H₂O) et de carbonate de soude (pour l'absorption de CO₂) avec indicateur pour régénération.

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

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

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

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

5.11 Électrode de mesure du pH.

6 Préparation des échantillons

6.1 Généralités

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 × 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 (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 granulométrie comme suit:

- grains supérieurs à 10,5 µm: ≈ 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 exactitude de 2 %.

NOTE 3 Dans ce but, réaliser des mesures linéaires avec une exactitude de ± 1 %.

Enregistrer la valeur obtenue.

6.3 Nettoyage

Après le polissage, nettoyer les échantillons dès que possible. Dans ce but, placer trois bêchers de 100 ml

(5.10) dans l'appareil ultrasonique (5.9) contenant de l'eau chauffée à $45^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$. Chaque bêcher doit contenir suffisamment de propanol-2 (4.5) 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 bêcher, avec l'équipement ultrasonique (5.9) en marche. Nettoyer alors les surfaces du verre en l'essuyant légèrement avec un chiffon doux imbibé de propanol-2. Compléter le nettoyage en immergeant l'échantillon successivement, pendant 1 min, dans le second bêcher puis dans le troisième bêcher, avec l'équipement ultrasonique 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 $115^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

L'alcool dans le premier bêcher doit être remplacé après chaque nettoyage d'un échantillon. L'alcool des autres bêchers 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 aux alcalins.

Placer le récipient d'essai (5.1) rempli de 2 l de solution d'essai (4.2) 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 $50,0^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$.

Transférer les échantillons nettoyés, refroidis à la température ambiante dans le dessiccateur, sur 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. 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 intérieure 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 de 100 tr/min.

Les temps de réaction sont comptés à partir du moment où les échantillons sont immersés 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 bêchers de 250 ml de capacité (5.10) et contenant 200 ml des liquides mentionnés ci-dessous; respecter l'ordre suivant sans interruption:

- a) cinq fois dans la même eau (4.1) à 50°C ; changer l'eau pour l'échantillon suivant;
- b) une fois dans de l'acide nitrique (4.3) à la température ambiante;
- c) une fois dans de l'eau (4.1) à la température ambiante;
- d) trois fois dans du propanol-2 (4.5) 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 le propanol-2 (4.5) 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 aussitôt que possible. Calculer le temps nécessaire pour obtenir une profondeur d'attaque de 0,1 μm conformément à la formule donnée à l'article 8 et observer les modifications de la surface du verre (voir articles 8 et 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°.

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 effectuer l'essai, 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). Selon la perte de masse, calculer pour déterminer la classe du verre, ou continuer par l'attaque suivante (4 h ou 0,25 h, voir la 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 aux alcalins d'un verre d'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.

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

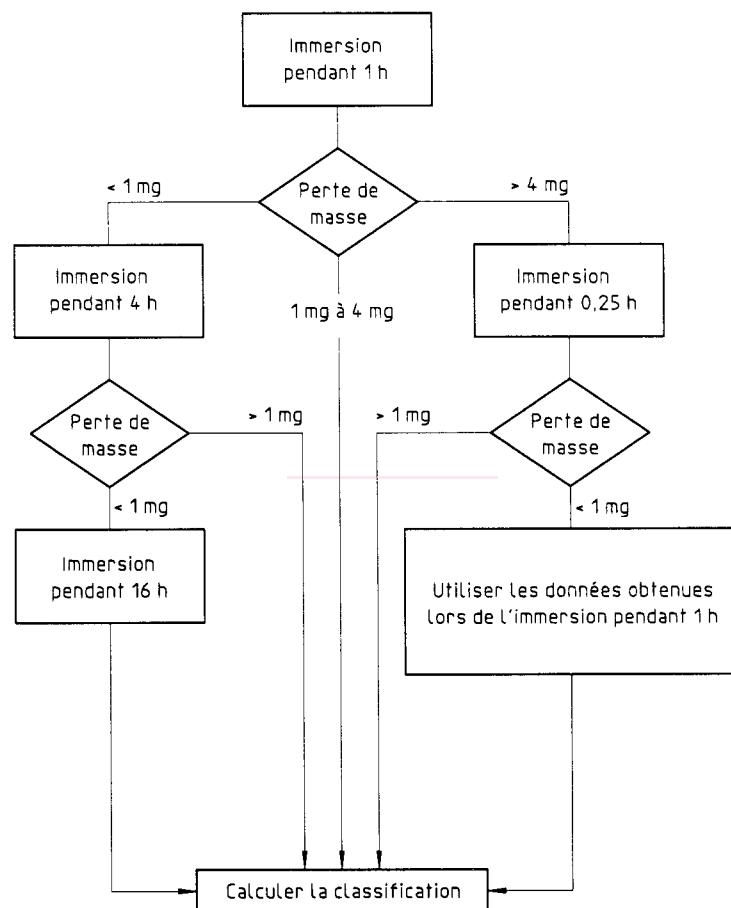


Figure 1 — Schéma pour la méthode d'essai de la résistance aux alcalins de verre optique inconnu