# МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ COBET ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (МГС) INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ ΓΟCT 22290— 2021

# СТЕКЛО КВАРЦЕВОЕ ПРОЗРАЧНОЕ

# Метод испытания на устойчивость к кристаллизации

Издание официальное

# Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

#### Сведения о стандарте

- 1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Институт стекла». Техническим комитетом по стандартизации ТК 41 «Стекло»
  - 2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии
- 3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2021 г. № 141-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004 —97	Код страны по МК (ИСО 3186) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

<sup>4</sup> Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 сентября 2021 г. № 994-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 22290—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 мая 2022 г.

#### 5 B3AMEH FOCT 22290-76

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»





В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

# FOCT 22290-2021

# Содержание

1 Область применения
2 Нормативные ссылки
3 Термины и определения
4 Сущность метода
5 Общие требования
5.1 Требования безопасности
5.2 Требования к условиям проведения испытания
6 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы
7 Подготовка к испытанию
7.1 Отбор образцов
7.2 Подготовка к испытанию
8 Проведение испытания ,
9 Оценка результатов
10 Оформление результатов испытания

# МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# СТЕКЛО КВАРЦЕВОЕ ПРОЗРАЧНОЕ

#### Метод испытания на устойчивость к кристаллизации

Vitreous silica transparent glass. Crystallization stability test method

Дата введения — 2022—05—01

# 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на прозрачное кварцевое и оптическое стекло (далее кварцевое стекло) и изделия из него, и устанавливает метод испытания их на устойчивость к различным видам кристаллизации поверхности.

# 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты: ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 166 (ИСО 3599—76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 332 Ткани хлопчатобумажные и смешанные суровые фильтровальные. Технические условия

ГОСТ 427 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 2310 Молотки слесарные стальные. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 6709<sup>1)</sup> Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8074 Микроскопы инструментальные. Типы, основные параметры и размеры. Технические требования

ГОСТ 10484 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 16548 Стекло кварцевое и изделия из него. Термины и определения

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия<sup>2)</sup>

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ OIML R 111-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $F_4$ ,  $F_2$ ,  $M_1$ ,  $M_1$ ,  $M_2$ ,  $M_2$ ,  $M_3$ ,  $M_3$ . Часть 1. Метрологические и технические требования

В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup> В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

#### FOCT 22290-2021

При ме чание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by), или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрачивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

# 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 16548, а также следующие термины с соответствующими определениями:

- 3.1 кристаллизация: Образование кристаллов в кварцевом стекле при производстве и эксплуатации.
- 3.2 локальная кристаллизация: Образование в кварцевом стекле кристаллов в виде включений (точек, рисок, пятен и т. д.).
- 3.3 поверхностная кристаллизация: Расположение кристаллов сплошным слоем по поверхности кварцевого стекла или изделия из него.
- 3.4 устойчивость к кристаллизации: Способность кварцевого стекла выдерживать эксплуатационные воздействия без образования кристаллов.

# 4 Сущность метода

Метод заключается в выдерживании образцов прозрачного кварцевого стекла и изделий из него, при заданных температуре (от 1000 °C до 1250 °C) и времени, и оценки состояния поверхности образцов стекла на наличие кристаллизации.

# 5 Общие требования

#### 5.1 Требования безопасности

- 5.1.1 Контроль устойчивости к кристаллизации кварцевого стекла и изделий из него следует проводить с соблюдением требований безопасности, изложенных в соответствующих стандартах на реактивы, методы приготовления растворов и в паспортах безопасности на реактивы (если таковые имеются).
  - 5.1.2 При выполнении испытаний необходимо соблюдать следующие требования безопасности:
  - испытания следует проводить в специально оборудованной лаборатории;
- все работающие в лаборатории должны быть обеспечены необходимой спецодеждой и средствами индивидуальной защиты;
- не допускается попадание реактивов на кожный покров и слизистые оболочки работающих в лаборатории;
  - электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;
  - организация обучения персонала безопасности труда по ГОСТ 12.0.004;
- помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009,
  - помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.
- 5.1.3 Для выполнения работ в лаборатории должна быть разработана и утверждена в установленном порядке инструкция по охране труда.
- 5.1.4 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны должны соответствовать требованиям гигиенических нормативов<sup>1)</sup> или других документов, утвержденных в установленном порядке.

<sup>1)</sup> В Российской Федерации действуют ГН 2.2.5.3532-18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

# 5.2 Требования к условиям проведения испытания

- 5.2.1 Температура воздуха в помещении, относительная влажность и давление должны соответствовать нормам, установленным для них в нормативных документах и технической документации по эксплуатации используемых при испытаниях приборов и оборудования, условиям хранения растворов, реактивов, если отсутствуют другие указания.
- 5.2.2 Если не установлены требования к условиям проведения испытания, то испытания проводят в специально оборудованном помещении при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С. Перед проведением испытаний образцы кварцевого стекла и изделий из него выдерживают в лаборатории для проведения испытаний при указанной температуре не менее 4 ч, если отсутствуют другие указания изготовителя кварцевого стекла и изделий из него. Изготовители кварцевого стекла и изделий из него имеют право проводить испытания сразу.

Освещенность рабочего места при проведении испытания должна быть не менее 300 лк.

# 6 Средства измерений, аппаратура, реактивы и растворы

- 6.1 При проведении испытания применяют следующее:
- весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1;
- линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427;
- микроскопы по ГОСТ 8074;
- молоток по ГОСТ 2310:
- набор гирь по ГОСТ OIML R 111-1;
- печь муфельная с терморегулятором, обеспечивающая:
- температуру нагрева свыше 1250 °C;
- поддержание температуры с погрешностью ±10 °C;
- салфетка из бельтинга по ГОСТ 332;
- шкаф сушильный с размером рабочего пространства, соответствующим размерам сосуда для образцов, обеспечивающий:
  - температуру не менее 150 °C;
  - поддержание температуры с погрешностью ±2 °C;
  - штангенциркуль по ГОСТ 166;
  - вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
  - калий двухромовокислый по ГОСТ 4220;
  - кислота серная по ГОСТ 4204;
  - кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, раствор с массовой долей 20 %;
- сосуды с крышками для образцов из газонаплавленного кварцевого стекла размерами, обеспечивающими размещение в них образцов;
  - спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;
  - хромовая смесь;
  - щипцы с наконечниками в виде отрезков труб из кварцевого стекла по нормативным документам.

#### 6.2 Подготовка хромовой смеси

Готовят насыщенный раствор двухромовокислого калия в серной кислоте.

6.3 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и лабораторной посуды по качеству не ниже указанных.

# 7 Подготовка к испытанию

# 7.1 Отбор образцов

- 7.1.1 Количество образцов для испытания указывают в нормативных документах на кварцевое стекло и изделия из него. Если в нормативных документах не указано количество образцов для испытаний, то испытания проводят не менее, чем на трех образцах.
  - 7.1.2 По форме и размерам образцы должны соответствовать указанным в таблице 1.

#### FOCT 22290-2021

Таблица 1

Наименование изделия	Форма и размер образца
Кварцевое стекло в виде заготовок и изделия из квар- цевого стекла	Заготовки, изделия или куски от них любой геометри- ческой формы размером не менее 30 × 30 мм (или массой не менее 2 г)
Трубы и стержни	Контролируют на образцах длиной от 40 до 50 мм. Трубы диаметром более 40 мм допускается разрезать по образующей ципиндра на сектора с хордой от 30 до 50 мм и испытывать не менее четырех образцов, расположенных в отрезке трубы во взаимно перпенди- кулярных направлениях. Трубы диаметром от 30 до 40 мм контролируют без раскроя по образующей ципиндра

7.1.3 Внешний вид образцов кварцевого стекла и изделий из него должен соответствовать требованиям, установленным в нормативных документах на кварцевое стекло и изделия из него. На торцах труб и стержней образцов не допускается выход открытых капилляров.

#### 7.2 Подготовка к испытанию

- 7.2.1 Температуру муфельной печи доводят до заданной (от 1000 °C до 1250 °C).
- 7.2.2 Образцы выдерживают в течение 20 мин в хромовой смеси. Затем образцы промывают дистиплированной водой или последовательно в проточной воде и этиловом спирте и протирают салфеткой из бельтинга или другого материала, не содержащего царапающих включений.
- 7.2.3 Осматривают внутреннюю поверхность сосудов и крышек на отсутствие следов кристаллизации без применения увеличительных приборов при рассеянном освещении на темном фоне.
- 7.2.4 Перед проведением первого испытания и/или при обнаружении на внутренней поверхности сосудов и крышек из газонаплавленного кварцевого стекла следов кристаллизации (после испытаний) их выдерживают в течение 2 ч в растворе фтористоводородной кислоты. Затем промывают дистиллированной водой.

## 8 Проведение испытания

- Подготовленные образцы помещают щипцами по одному в сосуд.
- 8.2 Сосуды с образцами сушат в сушильном шкафу при температуре от 100 °C до 120 °C в течение 60 мин.
- 8.3 Сосуды с образцами извлекают из сушильного шкафа и помещают в муфельную печь, подготовленную по 7.2.1. Выдерживают их при заданных температуре и времени, после чего сосуды с образцами извлекают из муфельной печи и охлаждают на воздухе.

## 9 Оценка результатов

9.1 Образцы извлекают из сосудов и осматривают на наличие локальной или поверхностной кристаллизации. Осмотр проводят визуально без применения увеличительных приборов на темном фоне или с применением увеличительных приборов (микроскопы, лупы и т. д.).

Требование о применении увеличительных приборов указывают в нормативных документах на кварцевое стекло и изделия из него.

- 9.2 Критерии оценки результатов испытания (вид кристаллизации, ее размеры и т. д.) устанавливают в нормативных документах на конкретный вид кварцевого стекла и изделий из него.
- 9.3 Если в нормативных документах на кварцевое стекло и изделия из него нормирована толщина слоя поверхностной кристаллизации и его толщину определяют под микроскопом, то измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации микроскопа.

Проводят не менее 10 измерений толщины слоя поверхностной кристаллизации.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение 10 измерений толщины слоя кристаллизации, отличающихся от среднего не более чем на 10 %. 9.4 Допускается использовать другие методы, в т. ч. рентгенофазового анализа на порошке, при оценке наличия кристаллической фазы в кварцевом стекле и изделиях из него.

# 10 Оформление результатов испытания

- 10.1 Результаты испытаний кварцевого прозрачного стекла и изделий из него, в том числе промежуточные, записывают в журнал. При необходимости результаты испытаний оформляют протоколом, который содержит:
- наименование документа («Протокол испытаний») и его идентификацию (например, номер и дату оформления), а также идентификацию каждой страницы, обеспечивающую признание страницы как части данного документа, четкую идентификацию конца документа и общее количество страниц;
- наименование, адрес и номер аттестата аккредитации испытательной (аналитической) лаборатории (при его наличии);
  - наименование испытанного кварцевого прозрачного стекла и изделий из него;
  - наименование, адрес заказчика испытаний;
  - идентификацию используемого метода;
  - обозначение нормативного документа на кварцевое стекло и изделия из него;
  - сведения об отборе образцов кварцевого прозрачного стекла и изделий из него;
  - количество испытанных образцов;
  - температуру нагрева и время выдержки;
  - дату проведения испытания;
  - обозначение настоящего стандарта;
  - результаты испытаний;
- фамилии, инициалы, должности и подписи руководителя испытательной (аналитической) лаборатории и сотрудников, проводивших испытания.
- 10.2 Протокол испытаний может содержать дополнительную информацию, необходимую для однозначного понимания и правильного применения результатов испытаний.
- 10.3 Если изготовитель или потребитель продукции проводят испытания для внутренних целей допускается оформлять результаты испытаний в порядке, принятом у изготовителя или потребителя, без оформления протокола.

УДК 666.192.001.4:006.354

MKC 81.040.01

Ключевые слова: прозрачное кварцевое стекло и изделия из него, устойчивость к кристаллизации, отбор образцов, оценка результатов

Редактор Н.В. Тапанова Технический редактор В.Н. Прусакова Корректор Р.А. Ментова Компьютерная верстка М.В. Лебедевой

Сдано в набор 22.09,2021, Подписано в лечать 05.10.2021. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч. изд. л. 1,12,

Лодготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва. Нахимовский пр-т. д. 31, к, 2. www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru