

中华人民共和国国家标准

GB/T 12442—2019
代替 GB/T 12442—1990

石英玻璃中羟基含量检验方法

Test method for the hydroxyl groups content of silica glass

2019-08-30 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 12442—1990《石英玻璃中羟基含量检验方法》。与 GB/T 12442—1990 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了对试验仪器的要求(见 5.1,1990 年版的 5.1);
- 删除了“稳定精度为 $\pm 0.5\%$ 的电子交流稳压器”要求(见 1990 年版的 5.2);
- 修改了对固定光栏的要求(见 5.3,1990 年版的 5.4);
- 增加了方法 B(见 8.2);
- 修改了附录 A 的内容(见附录 A,1990 年版的附录 A);
- 增加了精密度的要求(见 8.4)。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国工业玻璃和特种玻璃标准化技术委员会(SAC/TC 447)归口。

本标准起草单位:中国建材检验认证集团股份有限公司、中国建筑材料科学研究总院有限公司、中天科技精密材料有限公司、湖北菲利华石英玻璃股份有限公司、中建材衢州金格兰石英有限公司。

本标准主要起草人:杨学东、肖颂华、吴椿烽、欧阳葆华、吴洁、钱宜刚、陈娅丽、刘俊龙、邵竹锋、张浩运、杨晓会、王京侠、刘焕敏、聂兰舰、花宁、隋镁深、李怀阳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 12442—1990。

石英玻璃中羟基含量检验方法

1 范围

本标准规定了石英玻璃中羟基含量检验的术语和定义、试验原理、试验仪器、试样要求、试验步骤、结果计算方法与表示、检验报告。

本标准适用于石英玻璃中羟基含量的检验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

JC/T 2205 石英玻璃术语

3 术语和定义

JC/T 2205 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

基线 base line

光谱曲线上吸收峰两肩基点的连线。

4 试验原理

石英玻璃中羟基含量与其在波长 $2.73\ \mu\text{m}$ 处光吸收强度呈线性关系,依据比尔-朗伯定律(Beer-Lambert Law)进行定量测定,公式见式(1)。

$$A = -\log_{10}(T) = kdC \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A ——吸光度;

T ——透射比;

k ——常数,与吸收物质的性质及入射光的波长 λ 有关;

d ——试样厚度,单位为毫米(mm);

C ——试样的羟基含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)。

5 试验仪器

5.1 可测波长范围应包含 $2.50\ \mu\text{m} \sim 3.10\ \mu\text{m}$,透射比测量精度不低于1%的分光光度计或红外光谱仪。

5.2 分度值不大于0.02 mm的游标卡尺等量具。

5.3 固定光栏:需要时应依据样品的形状,选择合适的固定光栏。

6 试样要求

- 6.1 待测样品应无气泡、划伤、结石等影响测试的缺陷。
- 6.2 待测样品为块状时,将样品切割、抛光,制成平行厚度差不大于 0.1 mm 的试样。待测样品为管状时,将样品切取适宜测试的长度,弦长大于 8 mm 的弧形试样;当石英玻璃管直径小于 8 mm 及其他较小样品时,可采用同工艺生产的较大直径样品代替。
- 6.3 应选用合适的厚度,试样在 2.73 μm 处的透射比宜处于 10%~80%(吸光度在 1.0~0.1)的范围内,当超出此范围时,将会增加测量误差。试样厚度约为 0.4 mm~10.0 mm,其中合成石英玻璃厚度约为 0.4 mm~0.9 mm,气炼石英玻璃厚度约为 0.8 mm~3.0 mm,电熔石英玻璃厚度约为 1.0 mm~10.0 mm。

7 试验步骤

- 7.1 试验环境,温度 21℃±5℃,相对湿度 20%RH~60%RH。
- 7.2 试样应保持清洁,必要时可用无水乙醇、去离子水等清洗。
- 7.3 开启并预热试验用仪器,检查调整使仪器处于正常测试状态。
- 7.4 测试时,将试样固定在测试光路的光栏架上,使其中心对准光栏中心。当测试较小试样时,在测试光路应装入固定光栏,光栏大小和形状依据试样规格选择,片状试样宜使用圆形光栏,管状试样宜使用长方形光栏。
- 7.5 将待测试样置于测试光路中,测试试样在 2.50 μm~3.10 μm 范围的光谱曲线。
- 7.6 将试样上下位置对换,再测试一次光谱曲线。
- 7.7 测量试样的厚度。

8 结果计算方法与表示

8.1 方法 A

按式(2)或式(3)计算,本方法为仲裁方法。

$$C = 965 \times \frac{1}{d} \log_{10} \left(\frac{T_0}{T} \right) \quad \dots\dots\dots (2)$$
$$C = 965 \times \frac{1}{d} (A - A_0) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- C ——试样的羟基含量,单位为微克每克(μg/g);
- d ——试样厚度,单位为毫米(mm);
- T_0 、 A_0 ——2.73 μm 处基线的透射比、吸光度,基线确定方法参见附录 A;
- T 、 A ——2.73 μm 处吸收峰的透射比、吸光度。

8.2 方法 B

按式(4)或式(5)计算:

$$C = 910 \times \frac{1}{d} \log_{10} \left(\frac{T_0}{T} \right) \quad \dots\dots\dots (4)$$
$$C = 910 \times \frac{1}{d} (A - A_0) \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

C ——试样的羟基含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)；

d ——试样厚度,单位为毫米(mm)；

T_0 、 A_0 —— $2.60\ \mu\text{m}$ 处透射比、吸光度；

T 、 A —— $2.73\ \mu\text{m}$ 处吸收峰的透射比、吸光度。

8.3 取值

羟基含量以两次测试结果的算术平均值表示,保留一位小数。

8.4 精密度

不同含量范围测试结果的相对标准偏差应符合表1的要求。

表1 石英玻璃羟基测试结果相对标准偏差要求

含量范围 $\mu\text{g/g}$	相对标准偏差 %
<50	≤ 25
$50\sim 300$	≤ 8
>300	≤ 4

9 检验报告

检验报告至少应包括以下内容：

- 所依据的标准；
- 样品信息,包括规格、数量；
- 所采用的方法；
- 测试环境。

附录 A
(资料性附录)
基线确定方法

石英玻璃的红外光谱曲线存在多种形状,在 $2.50\ \mu\text{m}\sim 3.10\ \mu\text{m}$ 范围内,以下为三种典型基线确定方法:

a) 以吸收曲线的肩部确定基线,见图 A.1。

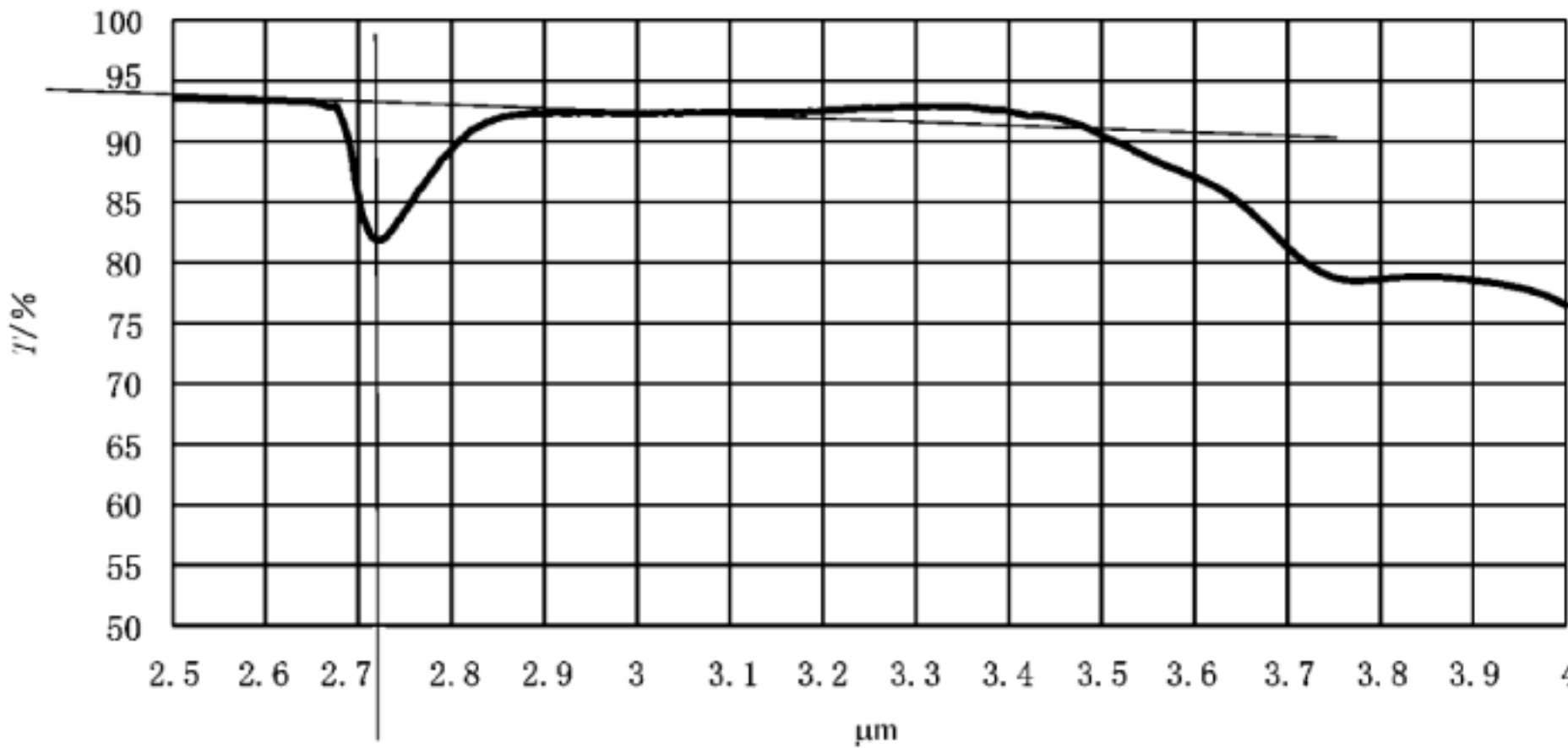


图 A.1

b) 对于不能明确区分肩部的吸收峰,左侧波长取点位置不能小于 $2.50\ \mu\text{m}$,右侧波长取点位置不能大于 $3.10\ \mu\text{m}$,取吸收峰左侧透射比最大值和右侧透射比最大值确定基线,见图 A.2。

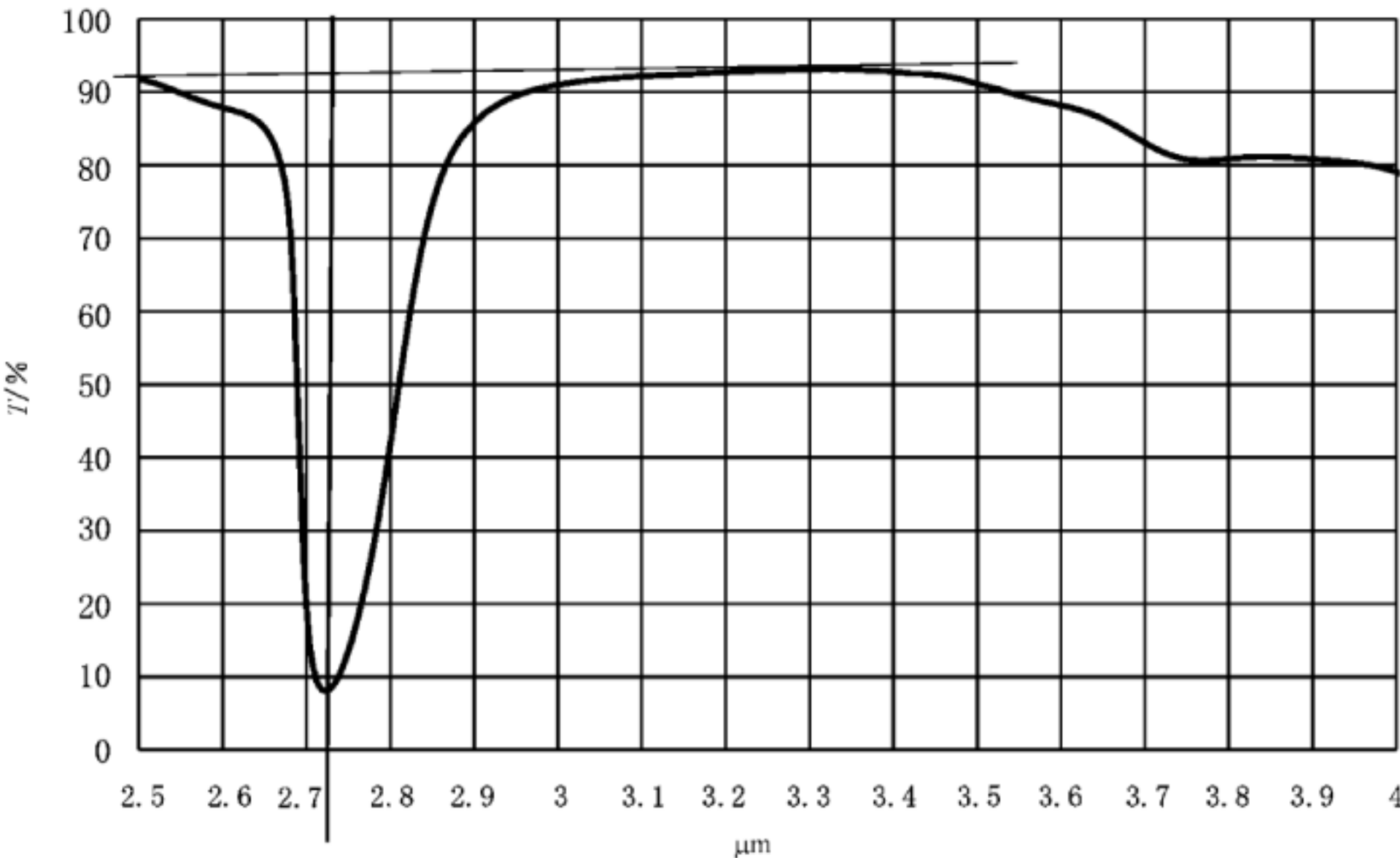


图 A.2

c) 当羟基含量较小时,测试曲线因仪器噪声产生波动,不宜选取吸收峰肩部的最高点或最低点,应对曲线进行平滑处理,消除噪声,见图 A.3。

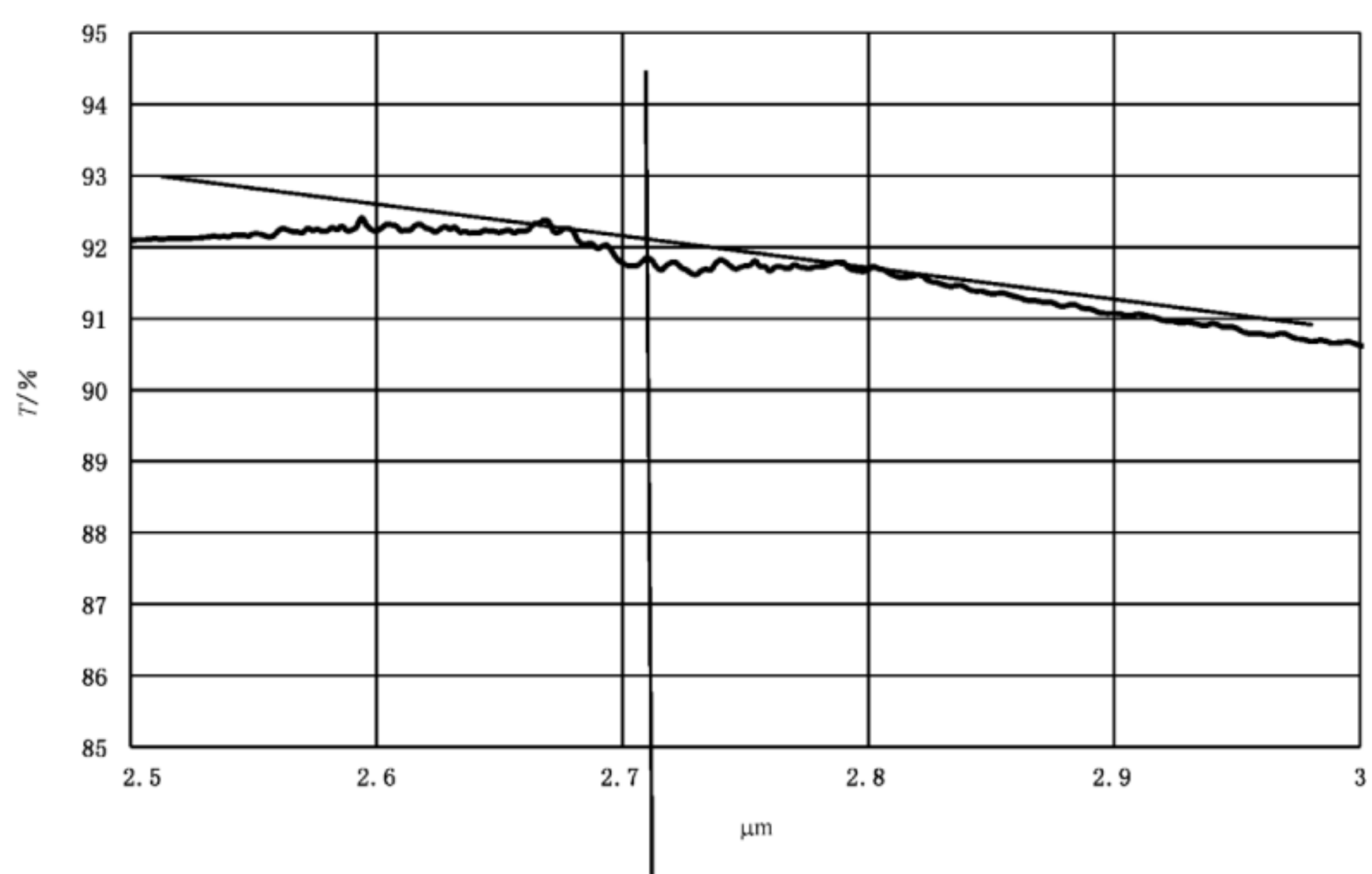


图 A.3

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
石英玻璃中羟基含量检验方法
GB/T 12442—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年7月第一版

*

书号: 155066 • 1-63281

版权专有 侵权必究



GB/T 12442-2019