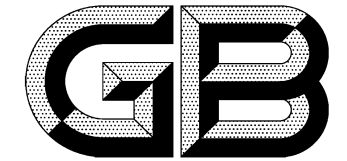


ICS 81.040.30
Q 35



中华人民共和国国家标准

GB/T 3284—2015
代替 GB/T 3284—1993

GB/T 3284—2015

石英玻璃化学成分分析方法

Analytical method of the chemical composition in the quartz glass

中华人民共和国
国家标准
石英玻璃化学成分分析方法
GB/T 3284—2015

*

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.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

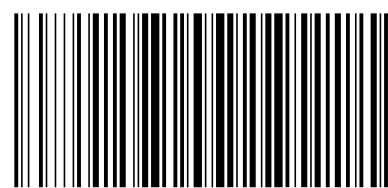
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 40 千字
2016年1月第一版 2016年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-53145 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 3284—2015

2015-10-09 发布

2016-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

的谱线发射强度为纵坐标绘制浓度-谱线发射强度($C-I$)标准曲线。相同条件下测定空白溶液和试料溶液的元素谱线发射强度。对比浓度-谱线发射强度($C-I$)标准曲线得相应的质量浓度。

9.6 结果计算与表示

试料中杂质元素含量的质量分数(ω_x)按式(6)计算:

$$\omega_x = \frac{f(C_x - C_0)V}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

ω_x —— 试料中被测元素含量的质量分数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

C_x —— 试料溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

C_0 —— 空白溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V —— 试料溶液的体积,单位为毫升(mL);

f —— 试料溶液被稀释的倍数;

m —— 试料的质量,单位为克(g)。

以平行测定结果的算术平均值表示,保留两位小数。

9.7 精密度

平行测定结果的相对标准偏差应小于或等于 10%。

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 3284—1993《石英玻璃化学成分分析方法》。与 GB/T 3284—1993 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了范围(见第 1 章,1993 年版的第 1 章);
- 增加了规范性引用文件引导语(见第 2 章);
- 增加了试验基本要求(见第 3 章);
- 增加了试样制备(见第 4 章);
- 修改了烧失量和二氧化硅含量的测定(见第 5 章,1993 年版的 2.1.1);
- 删除了低膨胀石英玻璃中二氧化钛的测定(1993 年版的 2.1.2);
- 修改了发射光谱法(见第 6 章,1993 年版的 2.2);
- 修改了石墨炉原子吸收光谱法(见第 7 章,1993 年版的 2.3);
- 修改了火焰原子吸收光谱法(见第 8 章,1993 年版的 2.4);
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱法(见第 9 章)。

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。

本标准负责起草单位: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、湖北菲利华石英玻璃股份有限公司。

本标准参加起草单位:连云港市东海县宏伟石英制品有限公司。

本标准主要起草人:杨晓会、吴洁、杨学东、欧阳葆华、刘俊龙、黄利、黄永亮、王京侠、丁家兴。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 3284—1982、GB/T 3284—1993。

9.3.4 各元素混和标准贮备液

15种元素混和标准贮备液(铝元素浓度 $3.0\ \mu\text{g}/\text{mL}$,铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾、锆、铬、钡等元素浓度 $0.5\ \mu\text{g}/\text{mL}$):分别吸取铝单元素标准溶液 $3.0\ \text{mL}$,铁、钙、镁、钛、铜、钴、镍、锰、锂、钠、钾、锆、铬、钡单元素标准溶液各 $0.5\ \text{mL}$,用硝酸(2→100)定容到 $100\ \text{mL}$ 。

注:可根据杂质含量高低适当调整各元素标准使用液浓度。

9.4 仪器和设备

9.4.1 天平

精确至 $0.0001\ \text{g}$ 。

9.4.2 石墨分解箱或微波消解仪

9.4.3 坩埚

铂坩埚或聚四氟乙烯坩埚。带盖,容量 $20\ \text{mL}\sim 50\ \text{mL}$ 。

9.4.4 可调式电热板

9.4.5 电感耦合等离子体发射光谱仪

9.5 分析步骤

9.5.1 试料

称取约 $1.0\ \text{g}$ 试样,精确至 $0.0001\ \text{g}$,置于坩埚或微波消解罐中。做三份试料的平行测定。

9.5.2 空白试验

除不加试料外,采用与测定完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行平行操作。

9.5.3 试料溶液的制备

向装有试料的坩埚中依次加入数滴水(润湿)、 $7\ \text{mL}\sim 10\ \text{mL}$ 氢氟酸。根据实验室条件,下列两种消解方法任选其一:

- 湿法消解:将坩埚置于石墨分解箱中的栅板上,盖上坩埚盖和石墨分解箱盖,置于 $105\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ 电热板上加热分解试料,充分溶解后,置于电热板上于 $100\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ 缓慢加热蒸发至干以赶尽氢氟酸。冷却,加入 $25\ \text{mL}$ 硝酸(2→100),摇匀,待测。
- 微波消解:将微波消解罐置于微波消解仪中,于 $150\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ 分解试料,微波消解法需严格遵守微波消解仪使用说明及注意事项进行操作。充分溶解后,取出微波消解罐(微波消解罐取出时,需遵守微波消解仪所提供的合适温度、压力条件),置于电热板上于 $100\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ 缓慢加热蒸发至干以赶尽氢氟酸。冷却后,加入 $25\ \text{mL}$ 硝酸(2→100),摇匀,待测。

9.5.4 测定

9.5.4.1 仪器工作条件

表9为推荐性仪器工作条件,不同型号仪器应参考选定最佳工作条件。表10为推荐分析谱线的波长。

石英玻璃化学成分分析方法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了石英玻璃化学成分分析的试验基本要求、试样制备、方法提要 and 原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算和表示。

本标准适用于石英玻璃原料、石英玻璃及制品、石英玻璃纤维及制品的化学成分分析。

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。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 试验基本要求

3.1 水和试剂

除非另有说明,分析中使用试剂应不低于分析纯,所用水应不低于 GB/T 6682 中规定的二级水要求。

试剂稀释程度用体积比表示,表示方式如下:

——“稀释 $V_1\rightarrow V_2$ ”表示:将体积为 V_1 的特定溶液稀释为总体积为 V_2 的最终混合物。

——“ V_1+V_2 ”表示:将体积为 V_1 的特定溶液加入到体积为 V_2 的溶剂中。

3.2 恒量

经第一次灼烧、冷却、称量后,重复灼烧(每次 $20\ \text{min}$),然后冷却、称量,当连续2次称量的差值小于或等于 $0.0002\ \text{g}$,即为恒量。

3.3 标准贮备液

使用前应恒温至 $20\ \text{℃}\pm 2\ \text{℃}$,并充分摇匀。除非另有规定,在常温($15\ \text{℃}\sim 25\ \text{℃}$)下,保存期一般不超过两个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

4 试样制备

4.1 试剂

盐酸(HCl):优级纯,质量分数 $36\%\sim 38\%$ 。