

石英玻璃化学成分分析方法

代替 GB 3284 82

Analytical method of the chemical composition
in the quartz glass

1 主题内容与适用范围

本标准规定了石英玻璃化学成分分析时采用的试剂、材料和仪器,试样的制备和分解,分析步骤和结果表述方法。

本标准适用于石英玻璃、高纯石英玻璃及其原料水晶、硅石的化学成分分析。

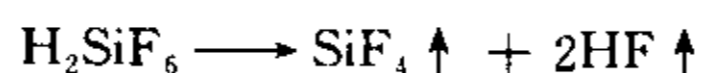
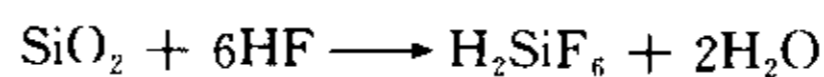
2 分析方法

2.1 化学分析法

2.1.1 烧失量和二氧化硅的测定

2.1.1.1 方法提要和原理

试样经硫酸和氢氟酸分解,使全部二氧化硅转化为四氟化硅而除去,其反应方程如下:



2.1.1.2 试剂和仪器

- a. 氢氟酸(HF)₂:优级纯。
- b. 硫酸溶液:1+4,优级纯。
- c. 盐酸溶液:1+1。
- d. 高纯水:二次交换水。
- e. 高温炉。
- f. 铂坩埚。

2.1.1.3 样品

2.1.1.3.1 实验室样品

供检验用的样品不得污染,质量不少于 20 g。

2.1.1.3.2 试样

将实验室样品敲成碎片或原料水淬后,取一定量碎片(粒度<5 mm)置于盐酸溶液中煮沸约 10 min,然后用高纯水充分洗净,烘干后用玛瑙研钵研细,粒度约为 0.125 μm(120 目),贮存于试样瓶内,备用。

2.1.1.4 分析步骤

2.1.1.4.1 试料

称取约 1 g 经 110 °C 烘干不少于 2 h 的试样两份,精确至 0.000 1 g,分别置于两个经 950~1 000 °C

高温灼烧恒重的铂坩埚中。

2.1.1.4.2 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。

2.1.1.4.3 烧失量的测定

将装有试料的铂坩埚置于 950~1 000 °C 的高温炉中灼烧不少于 1 h,然后移入干燥器冷却至室温后称重。再灼烧 20 min,冷却,称重。反复灼烧,直至恒重。保留恒重试料 A 用于 2.1.1.4.4 的测定。

2.1.1.4.4 二氧化硅的测定

向 2.1.1.4.3 中得到的恒重试料 A 中加数滴高纯水润湿,然后加入 5 滴硫酸溶液和 5 mL 氢氟酸,在 80~100 °C 电炉上蒸发至近干,取下坩埚,冷却后用少量高纯水洗涤坩埚壁,然后再加入 3 mL 氢氟酸,于低温电炉上蒸发至近干,用少量高纯水洗涤坩埚壁,再次蒸干后,升高温度驱尽二氧化硫。冷却后用湿滤纸擦净坩埚外壁,于 950~1 000 °C 高温下灼烧 30 min,移入干燥器冷却至室温后称重,反复灼烧,直至恒重。

2.1.1.5 分析结果的表述

2.1.1.5.1 烧失量

烧失量是以高温烧失的质量百分比表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X——试样的烧失量, %;

m——试料质量, g;

*m*₁——灼烧前坩埚和试料的质量, g;

*m*₂——灼烧后坩埚和试料的质量, g。

所得结果应表示至两位小数。

2.1.1.5.2 二氧化硅含量

二氧化硅的含量以其质量百分比表示,按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2 + m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X₁——试样中二氧化硅含量, %;

m——试料质量, g;

*m*₁——灼烧后坩埚和试料的质量, g;

*m*₂——氢氟酸处理后的坩埚和残渣的质量, g;

*m*₀——空白试验的残渣质量, g。

所得结果应表示至两位小数。

2.1.1.6 允许差

二氧化硅含量分析结果的允许差在 0.1% 之内。

2.1.2 低膨胀石英玻璃中二氧化钛的测定

2.1.2.1 方法提要

采用硫酸和氢氟酸分解试样,再用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合滴定法测定。

2.1.2.2 试剂

2.1.2.2.1 六次甲基四胺。

2.1.2.2.2 氢氟酸:优级纯,40%(V/V)。

2.1.2.2.3 氢氧化铵:1+1。

2.1.2.2.4 硫酸溶液:1+1。

2.1.2.2.5 盐酸溶液:1+1。

2.1.2.2.6 乙酸锌溶液:0.01 mol/L。

称取 1.6 g 乙酸锌,精确至 0.1 g,溶于少量水中,用乙酸调到 pH 为 6,用水稀释至 1 000 mL。

2.1.2.2.7 氧化钙标准溶液(1 mg/mL):

称取 1.784 8 g 经 105 °C 烘干不少于 1 h 的碳酸钙(优级纯),精确至 0.000 1 g,置于 200 mL 烧杯中,加少量高纯水,滴加盐酸溶液使其溶解,加热煮沸 5 min,冷却。转移至 1 000 mL 容量瓶中,用高纯水稀释至刻度,摇匀。

2.1.2.2.8 半二甲酚橙指示剂溶液:5 g/L。

称取 0.5 g 半二甲酚橙指示剂,精确至 0.1 g,溶于 100 mL 水中。

2.1.2.2.9 EDTA 标准滴定溶液,0.015 mol/L。

a. 制备方法

称取 5.5 g EDTA,精确至 0.1 g,溶于少量水中,用水稀释至 1 000 mL。

b. 标定方法

吸取 15.0 mL 浓度为 1 mg/mL 氧化钙标准溶液,置于 300 mL 烧杯中。用水稀释至约 150 mL,滴加 20% 的氢氧化钠溶液至溶液 pH 约 12,过量 2 mL,加少许钙指示剂(钙指示剂与烘干氯化钠之比为 1+50,研细混匀)。以 0.015 mol/L 的 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色。EDTA 标准滴定溶液浓度按式(3)计算:

$$c = \frac{m}{56.08 \times V} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: c ——EDTA 标准滴定溶液浓度, mol/L;

m ——氧化钙质量, mg;

V ——滴定时消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

56.08——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{CaO}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氧化钙质量。

c. 乙酸锌溶液与 EDTA 标准溶液的体积比

取 EDTA 标准滴定溶液 10.0 mL 于 300 mL 烧杯中,用水稀释至 150 mL 左右,加 1 g 六次甲基四胺和 3~4 滴半二甲酚橙指示剂,加盐酸溶液至溶液变黄,以乙酸锌溶液滴至溶液由黄色变为橙红色。体积比按式(4)计算:

$$a = \frac{10}{V} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: a ——每毫升乙酸锌溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积;

V ——滴定时消耗乙酸锌的体积, mL。

2.1.2.2.10 铂坩埚。

2.1.2.3 样品

2.1.2.3.1 试验室样品

供检验用的石英玻璃样品,表面不得污染,质量不少于 10 g。

2.1.2.3.2 试样

按第 2.1.1.3.2 步骤进行。

2.1.2.4 分析步骤

2.1.2.4.1 试料

称取 0.100 0 g 经 105 °C 烘干不少于 1 h 的试样 3 份,精确至 0.000 1 g,分别置于铂坩埚中。

2.1.2.4.2 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。

2.1.2.4.3 二氧化钛的测定

将铂坩埚中的试料,用高纯水润湿,再加入约 2 mL 硫酸溶液和 4 mL 氢氟酸,于电炉上低温蒸发至