

石英玻璃中羟基含量检验方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了检验石英玻璃中羟基含量时试样的制备、试验用仪器、试验步骤及结果处理。

本标准适用于透明石英玻璃中羟基含量的测定。

2 引用标准

GB9657 半导体用透明石英玻璃管

GB9658 光源及真空仪表用透明石英玻璃管

JC426-91 无臭的氧石英玻璃管

3 术语

3.1 透过率或透射比：透过物体的光强度与入射光强度的比值，符号为 T。

3.2 光谱透过曲线：透过率或透射比随波长的分布曲线。

3.3 光密度：衡量玻璃阻止光线透过的能力，符号为 D，数值等于透过率倒数的常用对数。

3.4 基线：光谱透过曲线上吸收峰两肩边的连线。

3.5 零线：光谱透过曲线上透射比为零的线。

3.6 摩尔吸收系数：浓度为 1mol/L 的单位光程长的吸光度，符号为 ϵ 。

4 试验原理

根据石英玻璃中羟基含量与波长 2.73 μm 处光吸收的线性关系进行定量测定。

5 试验仪器

5.1 可测波长范围为 2.00—3.30 μm ，测量精度为 $\pm 1\%$ T 的红外分光光度计。

5.2 稳定精度为 $\pm 0.5\%$ 的电子交流稳压器。

5.3 精度为 $\pm 0.01\text{mm}$ 的千分尺, 量度为 0.02mm 的游标卡尺。

5.4 宽度为 $0.6\text{--}1.0\text{mm}$ 的长方形固定光栏一组(2个)。

6 试样制备

6.1 从外观质量符合 GB9657、GB9658、JC126 或相应标准规定的石英玻璃产品中选取待测样品。

6.2 待测样品为块状时, 将待测石英玻璃切割、研磨、抛光成镜面, 制成 $25\text{mm}\times 12\text{mm}$ 两面平行(厚度差小于或等于 0.05mm)的透明试样两个, 厚度为 $0.1\text{--}10.0\text{mm}$, 其中人造石英玻璃厚度为 $0.1\text{--}0.7\text{mm}$, 气炼玻璃厚度为 $0.8\text{--}3.0\text{mm}$, 电熔石英玻璃厚度为 $1.6\text{--}10.0\text{mm}$ 。使试样在 $2.73\mu\text{m}$ 处的透过率在 $10\%\text{--}80\%$ (吸光度在 $1.0\text{--}0.1$)的范围内。

待测样品为管状时, 将待测石英玻璃管切取长 $35\text{--}40\text{mm}$ 的管段二段, 再分别沿管长方向切取弦长为 $8\text{--}15\text{mm}$ 的弧形试样各一个。

6.3 用千分尺或卡尺测量试样的厚度。

6.4 将试样在器皿中用无水乙醇洗涤干净、晾干、待测。

7 试验步骤

7.1 开启并预热试验用仪器。当检测管状试样时, 在样品光路和参考光路中分别装入长方形固定光栏。

7.2 用遮蔽物遮盖样品光路, 盖上样品室的盖, 检查并调整仪器零点。

7.3 拿去遮蔽物, 记录并调整仪器在 $2.00\text{--}3.30\mu\text{m}$ 范围内的 100% 基准线。

7.4 将块状待测试样置于样品光路中, 当检测管状样品时, 将其试样固定在样品光路的固定光栏架上, 使其中心对准光栏。

7.5 按动扫描进行扫描, 记录试样在 $2.00\text{--}3.30\mu\text{m}$ 范围的光谱透过曲线。

7.6 将试样上下位置对换, 再记录一次光谱透过曲线。

8 试验结果

8.1 在记录的光谱曲线上, 划出基线, 分别测量出 $2.73\mu\text{m}$ 处基线到零线和吸收峰到零线的距离。

8.2 石英玻璃的羟基含量用下式计算:

$$C = 96.5 \frac{1}{d} \lg \frac{I_0}{I}$$

式中: C——试样的羟基含量, ppm;

d——试样厚度, cm;

I_0 —— $2.73 \mu\text{m}$ 处基线到零线的距离, mm;

I—— $2.73 \mu\text{m}$ 处吸收峰到零线的距离, mm。

本公式由中国建筑材料科学研究院石英玻璃所实测国产石英玻璃中羟基在 $2.73 \mu\text{m}$ 处的充分了吸收系数 $\epsilon = 80.1 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, 根据朗伯一比耳定律导出的。

8.3 每个试样用两次计算结果的算术平均值作为该试样的羟基含量值。取两个试样的算术平均值 作为待测石英玻璃的羟基含量值。

8.4 参考附录 A (参考件) 记录和报告试验结果。

附录 A

试验记录和试验报告 (参考件)

试验中使用的试验条件应记录在光谱透过曲线的记录纸上, 按下述格式和内容填写试验记录和报告。

石英玻璃羟基含量试验记录

送样单位_____ 送样日期_____

试样名称_____ 试样数量_____

试验日期_____ 试验人员_____

检验结果

试样编号 试样名称 试样厚度 I_0 I 羟基含量, ppm

cm mm 检测值 平均值

石英玻璃羟基含量试验报告

送样单位_____ 试样名称_____

筑神-建筑下载: <http://www.zhushen.com.cn>

试验人员_____ 报告日期_____

检验结果

试样编号称 试样名称 羟基含量, ppm