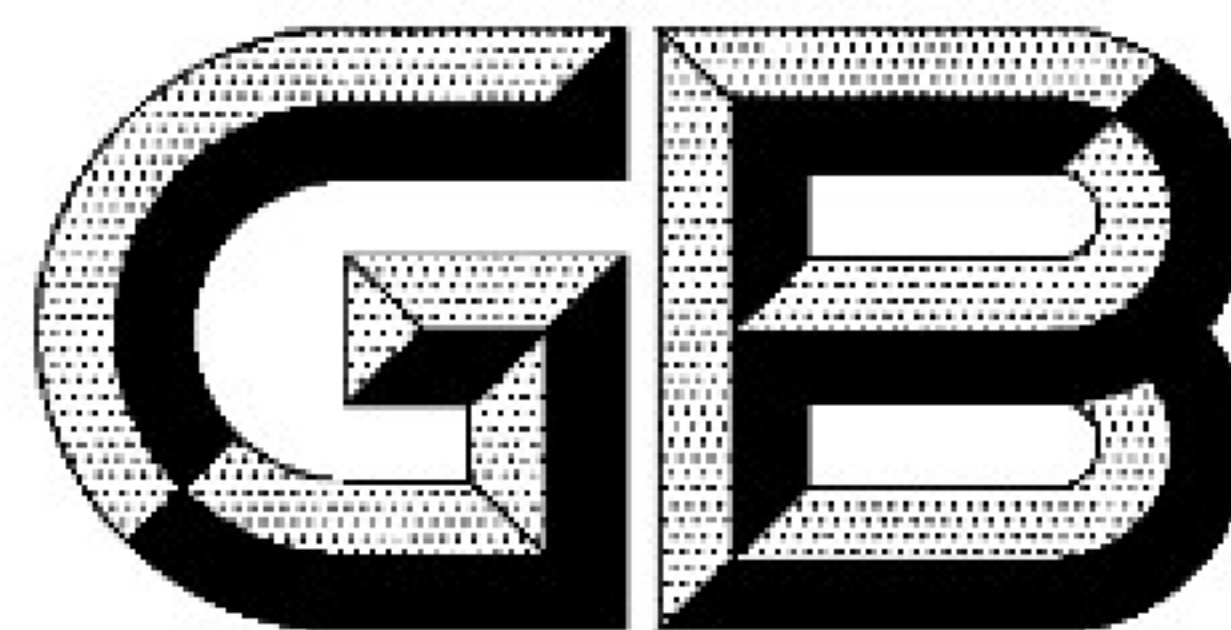




中华人民共和国国家标准

GB/T 36406—2018

平板玻璃表面渗锡量的测试方法

Test method of tin penetrated on float glass surface

2018-06-07 发布

2019-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
平板玻璃表面渗锡量的测试方法
GB/T 36406—2018

*

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

2018 年 6 月第一版

*

书号: 155066 · 1-60794

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国建筑用玻璃标准化技术委员会(SAC/TC 255)归口。

本标准起草单位:中国建材检验认证集团秦皇岛有限公司(国家玻璃质量监督检验中心)、台玻长江玻璃有限公司、中玻(陕西)新技术有限公司、苏州市华测检测技术有限公司、福耀玻璃工业集团股份有限公司、河北润安建材有限公司、佛山市顺德区质量技术监督标准与编码所、东莞市华喜机电工程有限公司。

本标准主要起草人:孟照林、李静彤、刘逸群、康俊、李虎、杨伟、贾绍辉、王川、王守云、陈砚、何世猛、桑路明、周到、温汉平。

平板玻璃表面渗锡量的测试方法

警示——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。使用者有责任采用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

本标准规定了平板玻璃表面渗锡量的测试方法的仪器与设备、通则、测试方法、结果表述、精密度要求、试验报告。

本标准适用于以浮法工艺生产的平板玻璃。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
- GB/T 15337 原子吸收光谱分析法通则
- GB/T 21389 游标、带表和数显卡尺

3 仪器与设备

3.1 天平

分度值 0.1 mg。

3.2 铂金皿

3.3 矩形塑料侵蚀盘

3.3.1 底面积 $60\text{ cm}^2 \sim 65\text{ cm}^2$, 高约 3.5 cm。

3.3.2 底面积 $25\text{ cm}^2 \sim 30\text{ cm}^2$, 高约 3.0 cm。

3.4 游标卡尺

符合 GB/T 21389 的规定。

3.5 干燥箱

加热温度应不低于 150 ℃。

3.6 吸量管

符合 GB/T 12808 的规定。

3.7 容量瓶

符合 GB/T 12806 的规定。

3.8 锡面测定仪

3.9 可见分光光度计

符合 GB/T 9721 的规定。

3.10 石墨炉原子吸收分光光度计

符合 GB/T 15337 的规定并配备锡空心阴极灯、热解石墨管。

4 通则

4.1 水

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 中规定的二级水的要求。

4.2 试剂

本标准所列市售溶液试剂的密度指在 20 °C 环境条件下的密度(ρ)。所用酸,凡未注浓度的均指市售酸浓度。

用体积比表示试剂稀释程度,例如:盐酸(1+3)表示 1 份体积浓盐酸与 3 份体积的水相混合。

4.3 平行试验

在重复性条件下平行进行两组试验。

5 测试方法

5.1 苯基荧光酮-十六烷基三甲基溴化铵分光光度法

5.1.1 原理

玻璃试样表面用氢氟酸-硝酸混合酸溶液侵蚀,将渗锡全部转入混合酸溶液中。以高锰酸钾将二价锡全部氧化成四价锡。在硫酸介质中锡(IV)-苯基荧光酮-十六烷基三甲基溴化铵生成红色三元络合物。于波长 510 nm 处测量其吸光度。在一定浓度范围内,吸光度与锡的浓度成正比。由此可以计算出玻璃试样单位表面积上的渗锡量($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)。

5.1.2 试剂

5.1.2.1 硝酸

密度约 1.42 g/mL,质量分数 65%~68%。

5.1.2.2 氢氟酸

警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴橡胶手套,防止皮肤接触!

密度约 1.14 g/mL,质量分数 40%以上。

5.1.2.3 硫酸

密度约 1.84 g/mL,质量分数 98%以上。

5.1.2.4 盐酸

密度约 1.19 g/mL,质量分数 36%~38%。

5.1.2.5 无水乙醇

密度约 0.789 g/mL,质量分数 99%。

5.1.2.6 硝酸-氢氟酸混合酸(1+3)

5.1.2.7 硫酸溶液(1+1)

警告——不当稀释易发生危险!

将 1 份体积的硫酸缓慢注入 1 份体积的水中,混匀。

5.1.2.8 硫酸溶液(1+4)

警告——不当稀释易发生危险!

将 1 份体积的硫酸缓慢注入 4 份体积的水中,混匀。

5.1.2.9 硫酸溶液(1+8)

警告——不当稀释易发生危险!

将 1 份体积的硫酸缓慢注入 8 份体积的水中,混匀。

5.1.2.10 盐酸溶液(1+1)

5.1.2.11 高锰酸钾溶液(10 g/L)

称取 1 g 高锰酸钾溶解于 100 mL 水中,用时现配。

5.1.2.12 抗坏血酸溶液(50 g/L)

称取 5 g 抗坏血酸溶解于 100 mL 水中,用时现配。

5.1.2.13 草酸水溶液(1.3 g/L)

称取 0.65 g 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于 500 mL 水中。

5.1.2.14 CTMAB(十六烷基三甲基溴化铵)溶液(0.01 mol/L)

称取 3.644 g CTMAB 溶解于水中,以水稀释至 1 000 mL。

5.1.2.15 苯基荧光酮(0.3 g/L)

称取 0.15 g 苯基荧光酮溶于 5 mL 硫酸溶液(5.1.2.7),用无水乙醇稀释至 500 mL。

5.1.2.16 锡标准贮备溶液(100 μg/mL)

准确称取 0.100 0 g 高纯金属锡(锡含量 99.9%以上,称量前用稀盐酸洗去表面氧化物,再用水、无水乙醇依次充分洗涤,晾干),放入 10 mL 硫酸(5.1.2.3)中,蒸发至冒三氧化硫白烟,取下冷却。用硫酸溶液(5.1.2.8)溶解后转入 1 000 mL 容量瓶中,以硫酸溶液(5.1.2.8)稀释至刻度,摇匀;或采用国家认可的标准溶液配制。

5.1.2.17 锡标准使用溶液(10.0 μg/mL)

准确吸取 10.00 mL 锡标准贮备溶液(5.1.2.16)于 100 mL 容量瓶中,以硫酸溶液(5.1.2.9)稀释至刻度,摇匀。

5.1.3 标准曲线的绘制

准确吸取 0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL 锡标准使用溶液(5.1.2.17)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 硫酸溶液(5.1.2.8),滴加高锰酸钾溶液(5.1.2.11)至出现红色,加水至约 30 mL。滴加抗坏血酸溶液(5.1.2.12)至溶液呈现无色,再过量 2 滴。依次加 6 mL 草酸水溶液(5.1.2.13),10 mL 抗坏血酸溶液(5.1.2.12),10 mL CTMAB 溶液(5.1.2.14),8.00 mL 苯基荧光酮溶液(5.1.2.15)。每加入一种溶液后均需摇匀。最后用水稀释至刻度,摇匀,配成含锡 0.00 μg、10.0 μg、20.0 μg、30.0 μg、40.0 μg、50.0 μg 的标准溶液系列。20 min 后,于分光光度计上,在波长 510 nm 处,以空白试剂作参比,用 0.5 cm 比色皿测量溶液的吸光度,绘制出锡标准溶液的锡含量与吸光度对应的标准曲线。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试样溶液的制备

将玻璃片切割成约 5 cm×5 cm 的矩形片,用锡面测定仪分辨出待测表面。用游标卡尺(3.4)准确测量玻璃试样的待测面长度和宽度,计算其表面积(S_1)。清洗干净,放于塑料侵蚀盘(3.3.1)内并确保待测面向下。用注射器或吸管吸取硝酸-氢氟酸混合酸(1+3)(5.1.2.6)沿盘壁缓缓注入侵蚀盘内,直至恰好浸没受侵蚀玻璃的下表面(注:切勿将混合酸洒落到玻璃试样的上表面),此时开始计时。混合酸用量及侵蚀时间见表 1。

表 1 不同厚度的玻璃样品与混合酸溶液体积及侵蚀时间

玻璃厚度 mm	混合酸溶液体积 mL	侵蚀时间 min
2~4	5	≥5
5~8	8	≥8
10~12	10	≥10
≥15	15	≥15

取出试样,用水和塑料扫棒洗净受到侵蚀的玻璃样品表面,洗涤液连同塑料侵蚀盘内的混合酸液全部转移至铂金皿中。将铂金皿置于水浴上蒸发至近干。以少量水冲洗皿壁,加 5 滴硫酸溶液(5.1.2.7)和 10 mL 氢氟酸(5.1.2.2),于低温电炉上蒸发至冒三氧化硫白烟。取下,再加 10 mL 氢氟酸(5.1.2.2),于低温电炉上蒸发至三氧化硫白烟,逐渐升高温度至三氧化硫白烟冒尽。取下冷却,加 5 mL 盐酸溶液(5.1.2.10),以水冲洗皿壁至皿内液体体积约 30 mL~40 mL。于低温电炉上加热溶解至溶液澄清,定

量转移至 250 mL 容量瓶中。冷却至室温,用水稀释至标线,摇匀,此为待测液(V_1)。

5.1.4.2 试样溶液锡含量测试

准确吸取 10.00 mL(V_2)待测溶液(V_1)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 硫酸溶液(5.1.2.8),以下操作同标准曲线的绘制(5.1.3)。根据测得的吸光度值在标准曲线上查得锡的含量(m_1)。

5.1.4.3 分析结果的计算

玻璃表面单位面积上的渗锡量按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 \times V_1}{S_1 \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w ——玻璃表面单位面积上的渗锡量,单位为微克每平方厘米($\mu\text{g}/\text{cm}^2$);
- m_1 ——标准曲线上查得锡的含量,单位为微克(μg);
- S_1 ——被测玻璃样品的表面积,单位为平方厘米(cm^2);
- V_1 ——待测溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——吸取待测溶液的体积,单位为毫升(mL);

5.2 石墨炉原子吸收分光光度法

5.2.1 原理

试样经硝酸-氢氟酸混合酸侵蚀,将渗锡层全部转入酸液中。低温蒸发驱尽氟化硅,用硝酸溶解残渣,将锡全部转入溶液中。

将试样溶液注入事先经涂钨处理的石墨管中,在石墨炉原子吸收光谱仪上,用锡空心阴极灯,于波长 224.6 nm 测定锡的吸光度。将试样溶液的吸光度与标准溶液的吸光度进行比较,确定试样中锡的浓度。

5.2.2 试剂

5.2.2.1 硝酸

密度约 1.42 g/mL,质量分数 65%~68%,优级纯。

5.2.2.2 氢氟酸

警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触!

密度约 1.14 g/mL,质量分数 40%以上,优级纯。

5.2.2.3 硫酸

密度约 1.84 g/mL,质量分数 98%以上,优级纯。

5.2.2.4 硝酸-氢氟酸混合酸(1+3)

5.2.2.5 硝酸溶液(1+1)

5.2.2.6 硝酸溶液(1+9)

5.2.2.7 硫酸溶液(1+1)

警告——不当稀释易发生危险!

将 1 份体积的硫酸缓慢注入 1 份体积的水中,混匀。

5.2.2.8 酒石酸(优级纯)

5.2.2.9 氧氯化锆溶液(Zr 10 mg/mL)

称取 0.36 克氧氯化锆($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$)溶于 10 mL 水中。

5.2.2.10 酒石酸-锆基体改进剂(Zr 1 mg/mL;酒石酸 100 mg/mL)

吸取 1 mL 氧氯化锆溶液(5.2.2.9)置于事先盛有 1 mL 硝酸溶液(5.2.2.6)的小烧杯中,依次加入 8 mL 水、1 g 酒石酸(5.2.2.8),使其完全溶解。

5.2.2.11 锡标准贮备溶液(100 μg/mL)

准确称取 0.100 0 g 高纯金属锡(锡含量 99.9%以上,称量前用稀盐酸洗去表面氧化物,再用水、无水乙醇依次充分洗涤,晾干),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(5.2.2.1),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.2.2.6)稀释至刻度,摇匀;或采用国家认可的标准溶液配制。

5.2.2.12 锡标准中间溶液(10 μg/mL)

准确吸取 10.00 mL 锡标准贮备溶液(5.2.2.11)于 100 mL 容量瓶中,以硝酸溶液(5.2.2.6)稀释至刻度,摇匀。

5.2.2.13 锡标准使用溶液(1 μg/mL)

准确吸取 10.00 mL 锡标准中间溶液(5.2.2.12)于 100 mL 容量瓶中,以硝酸溶液(5.2.2.6)稀释至刻度,摇匀。

5.2.3 标准曲线的绘制

5.2.3.1 用微量移液器向热解石墨管中移入约 150 μL 氧氯化锆溶液(5.2.2.9),按仪器操作说明书选定仪器工作参数及条件,在石墨炉内进行一次全过程原子化,制备出涂锆石墨管。

5.2.3.2 分别准确吸取 0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL 锡标准使用溶液(5.2.2.13)于一组 100 mL 容量瓶中,分别用硝酸溶液(5.2.2.6)稀释至刻度,摇匀。配成含锡 0.00 μg,1.00 μg、2.00 μg、4.00 μg、6.00 μg、8.00 μg、10.00 μg 标准溶液系列。

5.2.3.3 将石墨炉原子吸收分光光度计调整至最佳状态,锡空心阴极灯波长 224.6 nm,仪器工作参数和条件可参照说明书选择,表 2 所列参数仅供参考。

表 2 石墨炉分析测试锡设定条件

条件	参数	条件	参数
测定波长	224.6 nm	干燥温度与时间	60 ℃(3 s),120 ℃(20 s),250 ℃(10 s)
灯电流	10 mA	灰化温度与时间	600 ℃(23 s)
狭缝	0.7 nm	原子化温度与时间	2 300 ℃
进样量	10 μL 改进剂+20 μL 样品溶液	清洗净化温度与时间	2 500 ℃
点灯方式	BGC-D2	石墨管	热解涂锆石墨管

用微量移液器依次向热解涂锆石墨管内注入 10 μL 酒石酸-基体改进剂(5.2.2.10),20 μL 标准溶液,测定标准溶液系列吸光度,以测得的吸光度对标准系列溶液的锡含量绘制标准曲线。

配备自动进样器的设备,也可以采用自动进样模式。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 试样溶液的制备

将玻璃试样切裁成尺寸约 2 cm×3 cm 的矩形,用锡面测定仪分辨出待测表面。用游标卡尺(3.4)准确测量玻璃试样的待测面长度和宽度,计算其表面积(S_2)。清洗干净,放于塑料侵蚀盘(3.3.2)内并确保待测表面向下。用注射器或吸管吸取硝酸-氢氟酸混合酸(1+3)(5.2.2.4)沿盘壁缓缓注入侵蚀盘内,直至恰好浸没受侵蚀玻璃的下表面(注:切勿将混合酸洒落到玻璃试样的上表面),此时开始计时。混合酸用量及侵蚀时间见表 3。

表 3 不同厚度的玻璃样品与混合酸溶液体积及侵蚀时间

玻璃厚度 mm	混合酸溶液体积 mL	侵蚀时间 min
2~4	4	≥5
5~8	6	≥8
10~12	8	≥10
≥15	15	≥15

取出试样,用水及塑料扫棒清洗玻璃表面的反应物,将洗涤用水和洗下的反应物全部收集于侵蚀盘内。将侵蚀盘内的溶液连同反应物全部转入铂金皿中,然后将铂金皿置于水浴上蒸发至近干,取下冷却,用水吹洗皿壁,并加入 10 滴硫酸溶液(5.2.2.7)、10 mL 氢氟酸(5.2.2.2),于低温电炉上加热蒸发至冒三氧化硫白烟。取下,冷却后再加 5 mL 氢氟酸(5.2.2.2)。继续于低温电炉上蒸发至近干,逐渐升高温度,至三氧化硫白烟冒尽。取下冷却,加 10 mL 硝酸溶液(5.2.2.5)、30 mL~40 mL 水,加热至溶液澄清,定量转移到 250 mL 容量瓶中。冷却,用水稀释至刻度,摇匀,此为待测溶液(V_3)。

5.2.4.2 试样溶液锡含量测试

用吸量管准确吸取 5 mL~10 mL(V_1)待测溶液(V_3)(使得其中锡含量在标准曲线范围内)于 100 mL 容量瓶中,以硝酸溶液(5.2.2.6)稀释至刻度并摇匀。以下操作同标准曲线的绘制(5.2.3)。根据测得的吸光度值在标准曲线上查得锡的含量(m_2)。

5.2.4.3 分析结果的计算

玻璃表面单位面积上的渗锡量按式(2)计算:

$$w = \frac{m_2 \times V_3}{S_2 \times V_4} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w ——玻璃表面单位面积上的渗锡量,单位为微克每平方厘米($\mu\text{g}/\text{cm}^2$);

m_2 ——标准曲线上查取锡的含量,单位为微克(μg);

S_2 ——被测玻璃样品的表面积,单位为平方厘米(cm^2);

V_3 ——待测溶液的总体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——吸取待测溶液的体积,单位为毫升(mL)。

6 结果表述

所得结果应按 GB/T 8170 修约,保留 4 位有效数字;如果委托方供货合同或有关标准另有要求时,可按要求的位数修约。

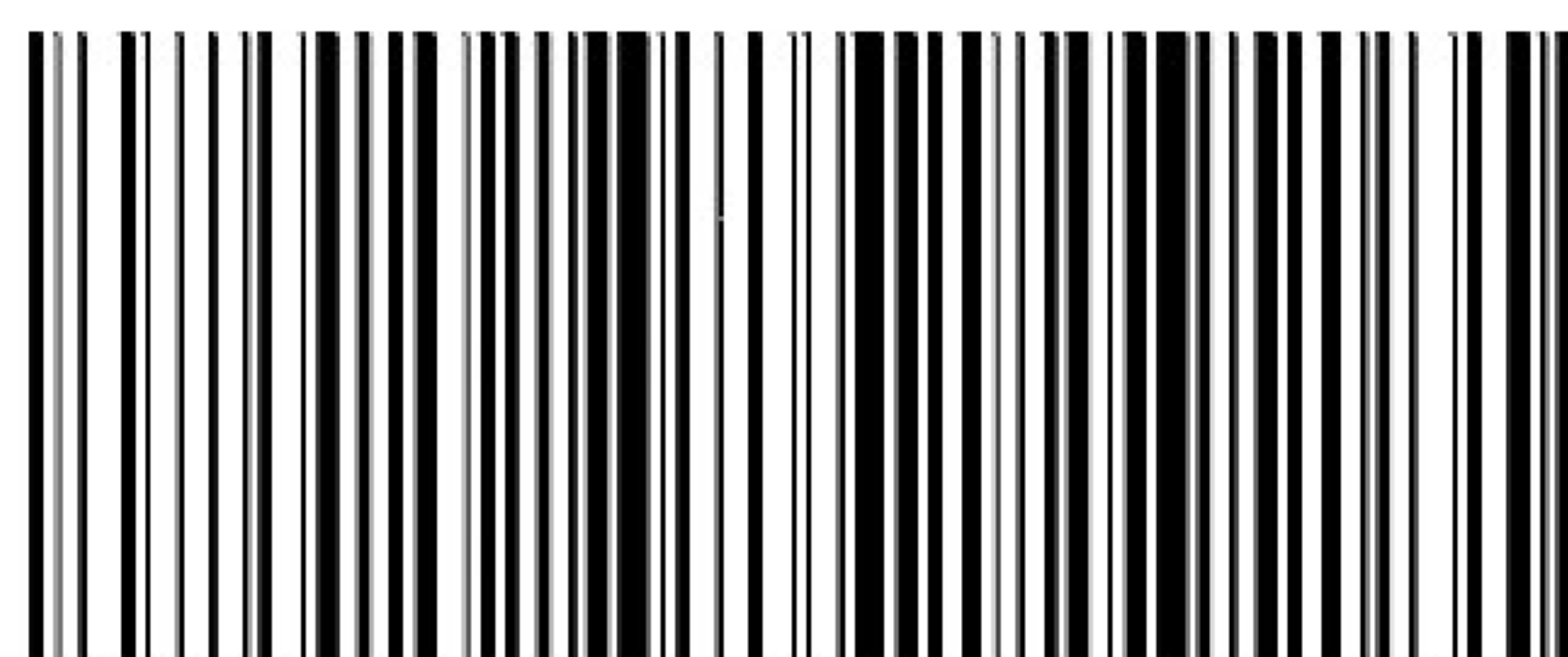
7 精密度要求

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的偏差不大于 5%。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 委托单位;
 - b) 试样名称;
 - c) 分析结果;
 - d) 使用标准(GB/T 36406—2018);
 - e) 分析方法;
 - f) 与规定的分析步骤的差异(如有必要);
 - g) 在试验中观察到的异常现象(如有必要);
 - h) 试验日期。
-



GB/T 36406-2018

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-60794