

中华人民共和国

国家标准

氧化锆中氧化钪量的测定 (发射光谱法)

GB 2590.8—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

以一定比例的氟化钡、碳粉混合物作缓冲剂，与试样混合后装入杯形电极直流电弧阳极激发，用光栅光谱仪摄谱，测量谱线的相对强度比，以 $\log R - \log C$ 绘制工作曲线，求得氧化锆中氧化钪含量。
测定范围：0.0023~1%。

2. 仪器与设备

摄谱仪：光栅光谱仪，光栅刻线1300条/毫米。色散率1.85埃/毫米（一级光谱二次投射）或3.7埃/毫米（一级光谱一次投射）。

光源：能产生20安培稳定直流电弧的设备。

测微光度计。

计算板。

3. 试剂与材料

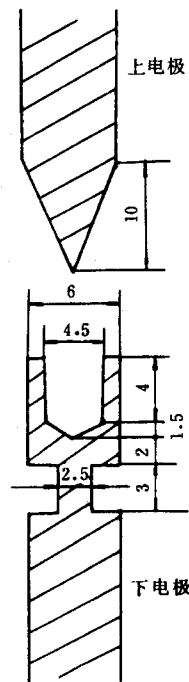
氧化锆基体（氧化钪含量小于0.005%）。

氧化钪（99%以上）。

氟化钡（光谱纯）。

碳粉（光谱纯）。

电极（光谱纯石墨电极）：上电极为锥形，下电极为杯形，如下图。



4. 标准系列

按计算量称取氧化锆和氧化钪，研磨均匀，配制成含氧化钪为 3 % 的主标准，然后用纯氧化锆依次稀释成 1 %、0.3 %、0.1 %、0.03 %、0.01 %、0.005 %、0.003 % 一套标准试样。

5. 光谱测定

装样：将制备好的标准及分析试样按氟化钡：碳粉：氧化锆 = 1 : 3 : 4 混合磨匀。称样 50 毫克装于直径 4.5×4 杯形电极中，用平头压模棒压紧。

光源：直流电弧阳极激发。

电压：220 伏。

电流：18 安培。

狭缝照明：三透镜照明系统。

狭缝宽度：12 微米。

遮光板高：3.2 毫米。

极距：3 毫米。

曝光时间：预燃 30 秒，曝光 45 秒。

感光板：国产天津 II 型感光板。

感光板处理：A + B (1 + 1) 显影液，在 $18 \sim 20^\circ\text{C}$ 显影 4 分钟，在 F-5 定影液中定影至感光板透明为止。流水冲洗，干燥。

分析线对：Hf 2820.2 埃 / Zr 2807.8 埃。

光度测量：用测微光度计 S 标尺测量分析线对的黑度值。

计算：以 $\log R \left(\frac{I_{\text{Hf}} - I_{\varphi}}{I_{\text{Zr}}} \right) - \log C$ (其中： I_{Hf} —— 分析线强度； I_{φ} —— 背景强度； I_{Zr} ——

内标线强度) 绘制工作曲线，查出相应的氧化钪百分含量。

6. 允许差

氧化钪含量 (%)	允许差 (%)
0.003 ~ 0.008	0.001
> 0.008 ~ 0.020	0.002
> 0.020 ~ 0.050	0.010
> 0.050 ~ 0.100	0.020
> 0.100 ~ 0.500	0.050
> 0.500 ~ 1.000	0.200

注：约 10 克主标准研磨 4 小时以上，标准系列各点，取 10 克时，需研磨 2 小时以上。分析试样研磨 10 ~ 45 分钟。