

中华人民共和国

国家标准

氧化铅中氧化锆量的测定 (X射线荧光光谱法)

GB 2590.9—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

用苦杏仁酸沉淀法将试样转化为纯锆、铅混合氧化物,然后直接压片,于 $22.52^\circ(2\theta)$ 测量 $ZrK\alpha$ 线的强度。以纯氧化铅、氧化锆为基准物人工合成标准,用 $ZrK\alpha$ 线强度对氧化锆百分含量绘制工作曲线。

测定范围: 0.1~5%。

2. 试剂与仪器

硼酸。

硫酸铵。

盐酸(比重1.19)。

硫酸(比重1.84)。

氢氧化铵(1+1)、(1+19)。

苦杏仁酸溶液(16%): 过滤后使用。

洗涤液: 500毫升水中溶解25克苦杏仁酸并含有10毫升盐酸(比重1.19)。

氧化锆标准溶液: 准确称取0.5000克氧化锆(99.9%以上),置于150毫升烧杯中,加入5毫升硫酸(比重1.84)和5克硫酸铵,加热至氧化锆完全溶解,冷却,用水移入250毫升容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。此溶液1毫升含2.00毫克氧化锆。

油压机。

X射线荧光光谱仪: 要求高压发生器稳定度优于0.03%; 整机稳定度优于1%(八小时内)。工作时应根据所用仪器选择适当条件^①。

3. 分析步骤

称取约0.1克试样,置于250毫升烧杯中,加入5毫升硫酸(比重1.84)和5克硫酸铵,在电炉上加热至试样完全溶解。冷却,用水稀释至约50毫升,摇匀。以氢氧化铵(1+1)中和至沉淀出现后不再消失,并过量10毫升。加热至沸,取下,趁热过滤,用氢氧化铵(1+19)吹洗沉淀7~8次。将沉淀移入原烧杯中,加入20毫升盐酸(比重1.19),沉淀溶解后加水稀释至约100毫升,加热至沸,取下。在搅拌下加入50毫升16%苦杏仁酸溶液,继续加热至沸,移至沸水浴上保温2小时。过滤,用洗涤液洗涤沉淀3~5次。将沉淀连同滤纸置于瓷坩埚中,烘干,灰化,在900℃高温炉中灼烧1小时。取出冷却,将此氧化物约50毫克^②置于内径为 $\phi 15.5$ 毫米的铜环中铺平,覆盖一层硼酸,在油压机上以100公斤/厘米²压强制片。按所选择的仪器工作条件测量 $ZrK\alpha$ 线强度。从工作曲线上查出氧化锆的百分含量。

4. 标准制备及工作曲线的绘制

称取1000、999、997、995、990、985、980、975、970、965、960、950毫克氧化铅(99.9%以上),分别置于一组250毫升烧杯中,加入5毫升硫酸(比重1.84)和5克硫酸铵,在电炉上加热至氧化铅完全溶解,冷却。移取一定量的氧化锆标准溶液(2.00毫克/毫升),分别置于各烧杯中,使每一烧杯

国家标准总局发布
中华人民共和国冶金工业部 提出

1982年3月1日 实施
冶金工业部有色金属研究总院 起草

中氧化锆、氧化铪的合量为1000毫克，用水稀释至约50毫升，摇匀。以下按分析步骤操作^③。经灼烧后标准系列氧化锆的百分含量为0.00、0.10、0.30、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、3.50、4.00、5.00^④。以ZrK α 线强度对氧化锆百分含量绘制工作曲线。

5. 允许差

氧化锆含量(%)	允许差(%)
0.10 ~ 0.50	0.05
>0.50 ~ 1.00	0.10
>1.00 ~ 2.50	0.15
>2.50 ~ 3.50	0.20
>3.50 ~ 5.00	0.30

注：① 以下条件可供参考：

X 射线管	晶 体	探 测 器	光 路
铯 或 钨	LiF ₂₀₀	闪烁计数管	大 气

- ② 可直接用测定氧化锆和氧化铪含量后的混合氧化物。
 ③ 由于不存在干扰杂质（如铁、钛等），可以省去洗涤步骤。
 ④ 若所用氧化铪基准物中氧化锆含量大于0.01%，则应计入各标准点。