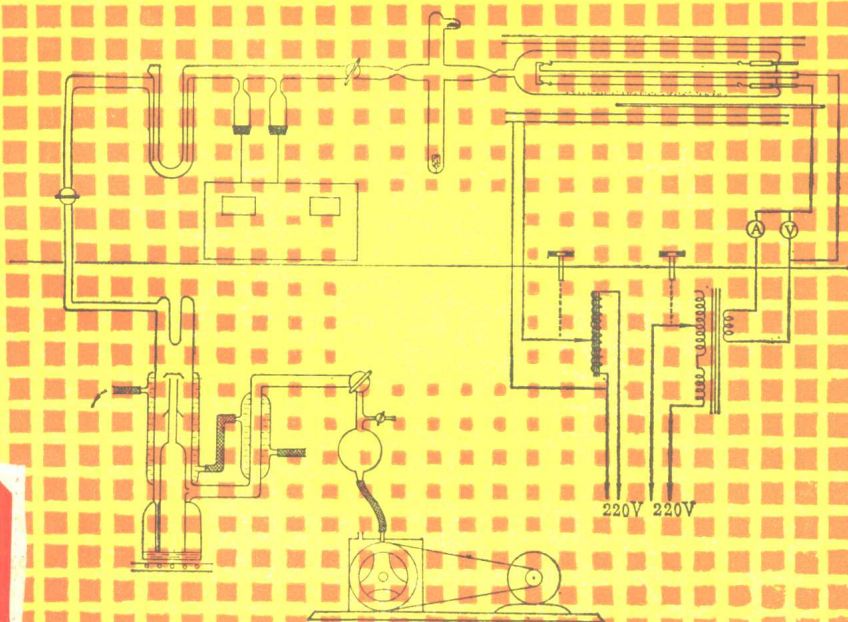


高等学校教材

高等无机化学实验

张启运 主编



北京大学出版社

高等学校教材

高等无机化学实验

张启运 主编

北京大学出版社

1987

高等学校教材
高等无机化学实验

张启运 主编
责任编辑：李彦奇

*

北京大学出版社出版
(北京大学校内)

国防工业印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

850×1168毫米 32开本 8.125印张 210千字

1987年1月第一版 1987年1月第一次印刷

印数：00001—10,500册

统一书号：13209·163 定价：1.65元

前 言

从本世纪五十年代开始，无机化学进入了一个新的、兴旺的发展时期。其特点是和其它学科，包括理论物理学、金属学、有机化学、生物学等进行广泛的渗透，完全突破了经典无机化学的范围。不少学者甚至因此认为，目前已经无法再给无机化学下定义了。然而总的说来，无机化学的发展还是有两个主要线索可寻的，一是材料科学，另一是化学键理论。

沿着材料科学发展的无机化学是采用新的手段，包括高温、高压、低温、高真空、失重以及在其它各种条件下合成新物质、新化合物和新材料。然后用一些现代化的研究方法，例如电子显微镜、电子（离子）探针、光电子能谱、X射线结构分析等来研究物质的组成、结构与性质、性能的关系。广泛应用相平衡和物质结构的理论来探讨这种关系。

沿着化学键理论发展的无机化学是利用经典的和现代的无机合成与有机合成的手段，制备大量新的络合物、金属有机化合物、原子簇化合物。这些化合物具有特殊的分子结构、化学键和反应性，是经典的无机化合物所不具有的。对于这些化合物的研究则广泛采用现代手段，例如红外光谱、核磁共振波谱、质谱等以及配合X射线结构分析来研究这些化合物的分子结构和它们的反应性。

本实验课程是为北京大学化学系高年级学生开设的。力图通过实验使学生涉足当代无机化学领域的各个方面，包括无机合成、络合物化学、金属有机化学、相平衡以及一些重要的物理化学研究方法和实验技术。应该说，本课程的重心有所偏向材料科学。

在无机合成方面，有实验一、三、四、五、七、八、九等。

除了合成、制备或提纯某一对象以外，实验中特意结合了各种实验方法和技术，包括高纯制备，熔盐电解，非水溶剂（液氨）方法，高真空、高压和高温（1500℃）技术，高频感应加热技术以及高温氯化方法等。

在络合物方面有实验九、十、十一，安排了固体络合物和溶液络合物两个部分。在固体络合物部分，合成了Cr的一种络合物并测定了它的磁学性质；溶液络合物则采用测定其稳定常数来了解它的一般特性。

在相平衡方面，通过研究熔盐相图（实验十二、十三）和水溶液相图（实验十四）的实验，使学生对相图知识方面有一个比较全面的了解。

金属有机化学是近二十年来无机化学中发展很快的一个分支，在实验十九中合成了钼的一种金属有机化合物，结合红外光谱的实验对化合物进行了鉴定。

性质相近的元素的分离，始终是无机化学中的重要课题。分离方法中，目前能达到工业规模而分离效率又高的，首推有机溶剂萃取方法。本课程选入了稀土元素镨钕分离的有关实验。

除了上面提到的各个领域和各种实验技术以外，无机化学的研究中常常要用到许多物理的和物理化学的方法。了解它们，对于提高学生的科研能力非常重要。结合以上实验体系，选入了X射线粉末衍射法（实验四、五），金相方法（实验十五），扫描电镜法（实验十六），红外光谱法（实验十九），发射光谱法（实验二），差热分析法（实验十三），热重分析法（实验十七），DSC方法（实验十八）和磁天平方法（实验十）。

每个实验基本上都结合一个特定的化合物对象或专门的研究方法，它们分别牵涉到无机化学中一个小的领域。为了扩大学生的知识面，在实验前面的叙述部分都对这个领域作了扼要的描述。此外，通过对这段叙述的阅读，也会使学生在做后面的实验时，能够有比较深入的理解。实验后面的参考资料可以供学生对本领域感兴趣时进一步阅读之用。

本书中的各个实验除了少数几个选自 Robert J. Angelici 的 *Synthesis and Technique in Inorganic Chemistry*(1977) 一书外, 其它均选自北京大学化学系无机化学教研室多年来的科研成果。实验曾多次开出并经过1983年原教育部委托举办的全国29所重点大学“高等无机化学实验研究班”的检验。

书中的计量单位尽可能地采用国务院 1984 年颁布的法定单位, 但由于部分实验中所用仪器的面板上仍为旧制, 为了避免混乱, 有些实验中未作更换。

本书由张启运主编, 先后参加编写和实验工作的有孙亦桢、郭凤瑜、黄春辉、李声崇、顾菡珍、陈见微、陈凤翔、金天柱、钱久信、范景晖、陈朝宗、刘淑祺、郑朝贵、韩万书、郭海等同志。

编写这样一本书, 需要非常广博的知识和实践经验, 这是我们力所难及的, 错误不当之处在所难免, 尚希读者不吝指正。

编 者

1985年于北京大学化学系

目 录

实验一	硫氧化钨铽荧光粉的合成和发光性能的测试	1
实验二	氧化钨中杂质的发射光谱分析	12
实验三	碘化物热离解法由海绵钛制备致密钛	19
	附录一 高真空技术	25
	附录二 FZh-1 型复合真空计的使用	31
实验四	金属间隙化合物碳化钨 (WC) 的高温合成及其 鉴定	35
	附录一 DG-4 型嗅敏检漏仪	43
	附录二 光学高温计	44
实验五	金属间化合物 LaNi_5 的合成及鉴定	46
	附录 X 射线粉末衍射分析和衍射仪	55
实验六	金属间化合物 LaNi_5 吸氢性能的测定	69
实验七	熔盐电解法制备金属锂和锂中杂质钠和钾的火焰 光度法测定	82
	附录 火焰光度分析法和火焰光度计	90
实验八	四氯化碳氯化法制备无水三氯化铬	93
实验九	液氨介质中制备硝酸六氨合铬 $[\text{Cr}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_3$	98
实验十	硝酸六氨合铬 $[\text{Cr}(\text{NH}_3)_6](\text{NO}_3)_3$ 磁化率的测定	103
实验十一	pH 法测定铜 (I) 与乙二胺络合物的稳定常数	112
	附录一 缓冲溶液的配制	120
	附录二 821 型数字式 pH/离子计	121
实验十二	目测变温法测定 KNO_3 -KCl 熔盐系的液相限	124
实验十三	差热分析 (DTA) 法测定 KNO_3 -KCl 熔盐体系 的固相反应	130
	附录 KNO_3 -KCl 相图	143

实验十四	等温法研究 $\text{CuCl}_2\text{-NH}_4\text{Cl-H}_2\text{O}(30^\circ\text{C})$ 三元水-盐体系等温相图	144
	附录 标准溶液的配制	157
实验十五	Al-Si 合金体系的显微结构分析	159
	附录 金相显微镜的原理与使用	169
实验十六	Al-Si 共晶(低共熔)体系游离 Si 相的扫描电子显微镜分析	173
	附录 S-450 型扫描电子显微镜	179
实验十七	热重分析法研究 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的脱水过程	185
实验十八	差示扫描量热法(DSC)测定 Sn 的结晶热和结晶温度以及测定 $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 脱水反应活化能、反应级数和反应热	197
实验十九	金属有机化合物 1, 3, 5-三甲苯三羰基钼(0) [1, 3, 5- $\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_3$] $\text{Mo}(\text{CO})_3$ 的制备与鉴定	207
	附录一 红外光谱仪	222
	附录二 [1, 3, 5- $\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_3$] $\text{Mo}(\text{CO})_3$ 的 NMR 谱	226
	附录三 1, 3, 5- $\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_3$ 的 NMR 谱	226
	附录四 [1, 3, 5- $\text{C}_6\text{H}_3(\text{CH}_3)_3$] $\text{Mo}(\text{CO})_3$ 的质谱图	227
实验二十	硝酸三烷基甲铵萃取锆钨分离系数的测定	228
	附录 751 型分光光度计的使用	236
总附录		238
	一、钢瓶的标记和漆色	238
	二、冷冻剂	240
	三、镍铬-镍硅(镍铬-镍铝)热电偶温度与热电势的关系	240
	四、显影液和定影液的配方	243
	五、X 射线衍射 d 值与 2θ 值的换算表	245

实验一 硫氧化镧铽荧光粉的合成和发光性能的测试

本实验通过对发光材料的了解, 给学生主要的训练是高纯制备。其中包括对原料的提纯与鉴定; 水的要求, 器皿的洗涤, 环境的清洁等。

发光是物体内部以某种方式吸收能量, 然后转化为光辐射的过程。发光技术近年来得到了广泛的应用。就以固体发光为例, 它可用于各种形式的光源、显示和显象技术、光电子器件、辐射场的探测及辐射剂量的记录等等。比较重要的无机发光材料有: I-VI族和II-V族化合物, 碱土金属的硫化物, 氧化物及硫氧化物, 硅酸盐, 磷酸盐, 钒酸盐, 碱金属的卤化物, 氟化物, 锆酸盐, 铝酸盐等等。本实验所合成的硫氧化镧铽是七十年代提出来的的一种稀土发光材料, 用阴极射线(电子束)激发, 可制作高亮度管和投影管; 用X射线激发, 可制作增感屏; 用紫外光激发, 可制作彩色荧光灯。

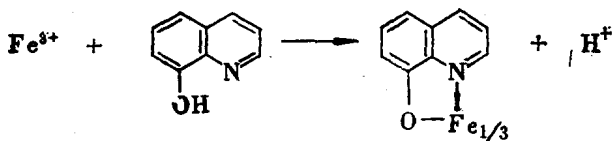
通常, 纯化合物是不易被激发而发光的, 但在纯化合物中掺入某些杂质就能使发光强度大大增加, 如纯硫氧化镧(La_2O_3)不会发光, 但掺入千分之一的铽, 在紫外光激发下就能发出明亮的黄绿色的荧光。这种纯化合物称为基质。能使发光亮度大大增加的杂质就称为激活剂, 它是发光中心的重要组成部分。通常称这种发光材料为硫氧化镧铽($\text{La}_2\text{O}_3\text{S:Tb}$), 前面的化合物为基质, 后面的元素表示激活剂。一种发光材料有时也可以同时含有两种激活剂。此外, 有一些杂质会严重损害材料的发光性能, 使发光亮度降低, 这类杂质叫猝灭剂或毒化剂, 如重金属Fe、Co、Ni就是这类杂质的典型代表。

发光材料的化学组成、晶体结构对发光性能的影响很大, 而

制备过程常直接影响组成和结构。虽然不同的发光材料，其制备方法多种多样，但制备的基本过程仍有其共同的规律，现简述如下：

一、原料的提纯

要获得发光性能良好的材料，首先要求有纯度比较高的原料。含量极低的猝灭杂质往往使发光性能发生明显的变化。例如氧化钡中含有 $3 \times 10^{-4}\%$ 的 Fe，就会使硫氧化钡相对亮度下降 5%，因此发光材料的基质原料必须经过提纯处理。提纯原料的方法很多，利用络合能力差别为基础的络合吸附色层法^[1]能从许多原料中将重金属杂质除去。此法操作方便，效果良好。本实验采用 8-羟基喹啉-活性炭络合吸附色层法提纯硝酸钡。8-羟基喹啉是一种有机络合剂，它能与 Fe、Co、Ni、Pb、Cu 等按以下反应式生成比稀土元素稳定得多并难溶于水的络合物而被活性炭吸附。



用这种方法提纯硝酸钡，可使其中重金属杂质的含量下降至 Fe、Cu < 0.5ppm；Co、Pb < 0.2ppm；Ni < 1ppm。

发光材料的制备属于高纯物质制备的范畴，除了要求比较纯的原料外，对溶剂的纯度，器皿的清洁程度和操作的环境都有比较高的要求。如制备发光材料所用的器皿除了用洗涤剂洗去器皿表面的油污外，还须在 1:1HNO₃ 中浸泡 4 小时以上。必要时，还需用氨性 EDTA 溶液浸泡。然后用水仔细冲洗干净。

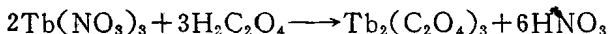
在制备过程中，从原料的溶解、稀释、提纯、沉淀到最后的洗涤，都要用太量的水。水中有害的杂质必然会直接影响产物的发光性能。制备过程中所用的水均用离子交换树脂提纯过，即所谓“去离子水”。水纯度的指标为水中含盐量的大小。因为水中含盐量的测定比较复杂，通常用电阻率来间接表示水的纯度。

水愈纯，电阻率则愈大。在25℃时离子交换水的电阻率至少不应小于 $1 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

对于实验室的卫生条件也应有基本的要求：墙壁和地面均应油漆过，便于清洗积尘。进室前应当换鞋或用湿的布垫擦净鞋底灰尘。操作时应注意防止灰尘沾污样品。

二、配料

发光材料必须在高温焙烧下制成。配料就是配制焙烧用的炉料。炉料的组成除了基质和激活剂以外，往往加入助熔剂、还原剂等辅助性的原料。加入助熔剂的目的是用来降低焙烧温度，使激活剂容易进入基质以及控制荧光粉粒度的大小。制备硫氧化钡铽时，基质和激活剂的原料为硝酸钡和硝酸铽溶液，由于钡和铽的化学性质十分相似，用草酸盐共沉淀法能使两者混合得十分均匀。



将混合草酸盐焙烧所得的氧化钡铽与硫磺、碳酸钠及助熔剂磷酸二氢钾在玛瑙研钵中研细混匀，就得到制备硫氧化钡铽的炉料。

三、焙烧

焙烧的主要作用是使基质组份间发生化学反应或相互扩散而形成固溶体，基质形成一定的晶体结构；使激活剂进入基质，而处于基质晶格的间隙中或置换晶格点上的原子以及使晶体长大和完善。由于不发光的炉料在一定环境气氛和温度下焙烧后变为发光材料，因此焙烧是形成发光中心的关键步骤。合成硫氧化钡铽荧光粉的炉料在焙烧时，硫磺与碳酸钠先形成硫化钠及多硫化钠，它们再与氧化钡铽作用而得到具有发光性能的硫氧化钡铽。

四、后处理

后处理包括选粉、洗粉和过筛等步骤。在焙烧过程中，为了防止反应物氧化，往往在炉料上面覆盖一层基质或废粉。焙烧后应该在254nm或365nm紫外光下，将这些覆盖层或受器皿污染而发光亮度较低的荧光粉去掉，这就是选粉。选粉后还要用适当

的溶剂洗去助熔剂以及未进入晶格的离子和其它杂质。

发光材料及器件的主要发光性能为：发光亮度，发光效率，发射光谱和发光的余辉等。现将本实验中测试荧光粉的相对亮度及发射光谱的方法简述如下：

一、相对亮度

相对亮度是指试样和同一牌号的标样，在完全相同的激发和测试条件下的亮度之比。荧光粉受激后产生的荧光常用光电池接收，将光的信号转变为电的信号，并用检流计显示出光电流的大小。

$$\text{相对亮度} = \frac{I}{I_0} \times 100\%$$

式中 I 为试样的光电流值， I_0 为标样的光电流值。

二、发射光谱

发光材料的发射光谱是指发光的能量（或辐射的功率）按波长或频率的分布。记录发射光谱的方法一般是使发光材料发出的荧光，通过自动扫描的光栅单色仪进行分光，经光电倍增管接收并放大，然后用 XY 函数记录仪记录讯号。此时记录的是不同波长的光电流值 I_λ ，但 I_λ 值的大小不但与荧光的强度有关，还与仪器的特性有关。因此 I_λ 还需乘以仪器系统的能量校正系数 K_λ 才能得到不同波长的相对能量值 E_λ 。所谓系统的能量校正系数 K_λ 乃是将标准反射白板安放在待测样品位置上，用已知相对功率分布 S_λ 的色温标准灯照射标准白板，测得不同波长的光电流值 I'_λ ，而 K_λ 则可由下式求得：

$$K_\lambda = \frac{S_\lambda}{I'_\lambda}$$

为了便于比较不同波长的能量值，通常以最大能量值为1.00，算出其它能量与最大能量比较的相对值，这种方法简称归一化。以归一化以后的能量值与波长作图，就可得到发射光谱。发光材料的发射光谱不但反映了发光的颜色，而且可以通过发射光谱来研究发光的机理。例如三价稀土离子在晶体中能级结构和自由离

子非常相似,通过三价稀土离子激活的发光材料的发射光谱和稀土离子能级跃迁的计算,就可找出发射谱线的来源。如铽激活的硫氧化镧用阴极射线、254nm 紫外线或 X 射线激发时,其发射光谱十分相似,都由四组谱线组成,相应于 Tb^{3+} 离子由最低激发态 5D_4 到基态 7F_J 的跃迁^[2]。

实 验 部 分

【实验内容】

一、用 8-羟基喹啉-活性炭络合吸附色层法提纯硝酸镧;

二、用邻菲罗啉、5-Cl-PADAB (即 4-[(5-氯-2-吡啶)偶氮]-1,3-二氨基苯) 分光光度法分别测定提纯前后硝酸镧中铁和钴的含量;

三、用固体硫磺法合成硫氧化镧铽;

四、用 254nm 紫外光为激发源,测定硫氧化镧铽的相对亮度和发射光谱。

【操作步骤】

一、用 8-羟基喹啉-活性炭络合吸附色层法提纯硝酸镧。

络合吸附色层法提纯装置如图 1.1 所示。在络合吸附色层柱中,从下向上依次装入泡沫塑料垫、20 g 活性炭与 2 g 8-羟基喹啉的混合物、泡沫塑料垫、10 g 活性炭、泡沫塑料垫。注意针状的 8-羟基喹啉与活性炭混合以前,应在研钵中轻轻研碎。络合吸附色层柱装好后,先由下部慢慢注入去离子水,待水超过活性炭顶部后,停止注水,静置数分钟,将柱中的水放出。再将络合吸附色层柱与装硝酸镧溶液的大瓶相连接,并使硝酸镧溶液通过色层柱,以除去溶液中重金属杂质。溶液的流速为 5ml/min,在塑料瓶中收集 100~120ml 溶液,以供合成硫氧化镧铽之用。

(一) 提纯前后硝酸镧溶液浓度的分析

用移液管吸取 1 ml 提纯前及提纯后的硝酸镧溶液,分别放入锥形瓶中,加入少量水和 5ml pH=5 的六次甲基四胺缓冲溶液、

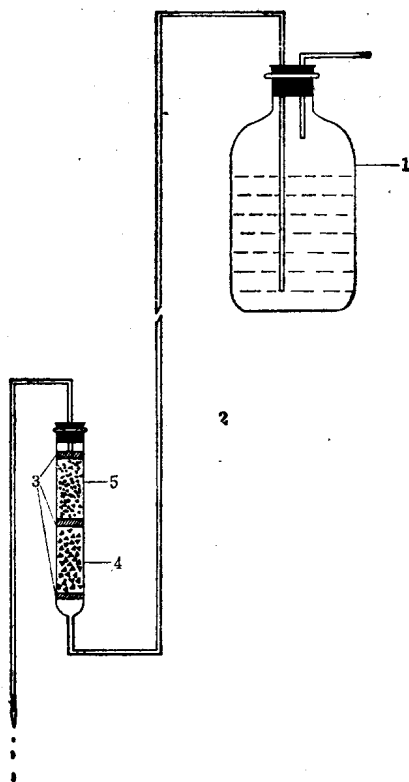


图1.1 络合吸附色层法提纯装置

1. 装pH=3 硝酸镧溶液的大瓶；2. 络合吸附色层柱；3. 泡沫塑料垫；
4. 8-羟基喹啉与活性炭的混合物；5. 活性炭

1 滴二甲酚橙指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定，当溶液的颜色由红色变为亮黄色时即达终点。按下式计算镧的浓度（以氧化镧的 g/l 数表示之）。

$$[\text{La}^{3+}] = \frac{V_{\text{EDTA}} \times C_{\text{EDTA}} \times 162.9}{V_{\text{La}(\text{NO}_3)_3}}$$

式中162.9为 La_2O_3 的当量； V_{EDTA} 、 $V_{\text{La}(\text{NO}_3)_3}$ 分别为滴定所用 EDTA 溶液及所取 $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ 溶液的体积，均以 ml 数表示；

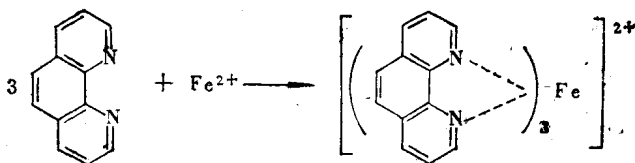
C_{EDTA} 为 EDTA 标准溶液的浓度。

用电导仪测定实验室中离子交换水，蒸馏水及自来水的电阻率。

(二) 提纯前后硝酸铜溶液中铁和钴的分析

1. 铁的分析

在 $\text{pH} = 2 \sim 9$ 时， Fe^{2+} 与邻菲罗啉生成橙红色的络合物，可用于铁的分光光度法测定。



在 8 个 25 ml 的比色管中分别加入 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 μg 的铁标准溶液及 3ml 提纯前和提纯后的硝酸铜溶液，加水稀释至 10ml，依次加入 5ml 柠檬酸钠缓冲溶液 ($\text{pH} = 3.4$)、约 0.02g 抗坏血酸、5ml 0.2% 邻菲罗啉溶液，最后稀释至刻度，摇匀（注意：每加入一种试剂都必须摇匀后，才能加入第二种试剂）。各种试剂加完后 10 分钟，以试剂空白溶液为参比，用 3cm 液槽，在 $\lambda = 510\text{nm}$ 处，用分光光度计测定铁标准溶液及硝酸铜溶液的光密度值 D 。以 D 对加入的铁量作图得工作曲线。提纯前后硝酸铜溶液中铁的含量，可用测得的 D 值，从工作曲线上查得溶液中含铁量 (μg 数)，并除以分析所取的氧化铜 g 数（硝酸铜溶液的浓度以氧化铜 g/l 数表示），计算出氧化铜中含铁的 ppm 值。注意：当硝酸铜溶液的 $D < 0.005$ 时，应在工作曲线上查出 $D = 0.005$ 时铁的 μg 数，除以分析所取氧化铜 g 数得 x ppm，并以 $\text{Fe} < x \text{ ppm}$ 表示之。

2. 钴的分析

在 $\text{pH} = 4 \sim 10$ 范围内，钴与 5-Cl-PADAB 生成红色的络合物。在过量的无机酸中，其它元素如 Fe^{3+} ， Cu^{2+} 等与该试剂

所生成的络合物立即被酸分解，而钴的络合物仍稳定，仅由红色转变为紫红色，可用于钴的分光光度法测定。

在 8 个 25ml 比色管中，分别加入 0，1.0，2.0，3.0，4.0，5.0 μ g 钴标准溶液，2ml 提纯前及 5ml 提纯后的硝酸铜溶液，加水稀释至 10ml，加入 2ml pH=6 的醋酸钠缓冲溶液和 0.5ml 0.02% 的 5-Cl-PADAB 乙醇溶液，摇匀，放置 5 分钟。然后加入 5ml 浓盐酸，用水稀释至刻度。用 1cm 液槽，以试剂空白溶液为参比，在 $\lambda=570\text{nm}$ 处测定标准溶液及硝酸铜溶液的光密度值，与铁的分析一样，作出工作曲线，计算提纯前后氧化铜中钴的含量（以 ppm 值表示）。

二、合成硫氧化铜铽^[3]。

取相当于 3g 氧化铜的硝酸铜溶液放在 150ml 的烧杯中，加入一定量的硝酸铽溶液，使铽与铜的克原子比为 1:1000。（硝酸铽溶液浓度一般按 $\text{Tb}_4\text{O}_7/\text{l}$ 数计，令 3g La_2O_3 中应加入的 Tb_4O_7 的克数为 x ，则 $x = \frac{3}{325.8} \times \frac{747.7}{2} \times \frac{1}{1000}$ ，式中 325.8 为 La_2O_3 的分子量，747.7 为 Tb_4O_7 的分子量），加入 20ml 水。在另一小烧杯中放入 6g 草酸和 54ml 水。两者同时加热近沸，将草酸溶液慢慢倒入硝酸铜溶液中，边加边搅拌即可得到草酸铜铽沉淀。沉淀在布氏漏斗中过滤，用离子交换水洗至洗液的 pH=5。沉淀连同布氏漏斗放在 130 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干。沉淀转移至 50ml 高纯氧化铝坩埚中，在马弗炉中加热到 1000 $^{\circ}\text{C}$ 并保温 1 小时，使草酸盐完全分解为氧化物。

所得氧化铜铽放在玛瑙研钵中，加入 0.9g 硫磺，0.9g 碳酸钠和 0.24g 磷酸二氢钾，研细混匀装入 10ml 高纯氧化铝坩埚中压紧。以 10g 废荧光粉与 3g 硫磺的混合物作为覆盖层，松松地装满这 10ml 的坩埚，加上盖子。以热进炉、热出炉的方式在 1150 $^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中加热半小时。待冷却后，在 254nm 紫外光下，去掉覆盖层及被沾污而发光较弱的荧光粉。将选出的发黄绿色荧光的荧光粉放在离心管中，先用离子交换水洗涤，每次 20ml，用

离心法使洗液与沉淀分离，用水洗二、三次后，如洗液的 pH 值小于10，可先后用 pH=10的碳酸钠溶液和热水各洗一次，然后在 130℃左右的烘箱中烘干，过筛后即得产品。产品保存在棕色瓶中。

三、用254nm紫外光为激发源，测定硫氧化镧铽的相对亮度和发射光谱。

(一) 荧光粉相对亮度的测定

测定荧光粉相对亮度的装置如图1.2所示。

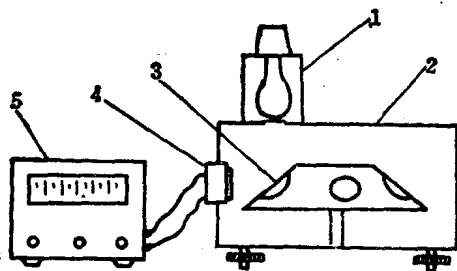


图1.2 测定荧光粉相对亮度装置的示意图

图中 1 为发射254nm 紫外光的激发源，由低压汞灯与 254nm 干涉滤光片所组成；2 为样品盒；3 为装有 $\text{La}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Tb}$ 标准样品或试样的样品盘；4 为硒光电池，在硒光电池上配有滤光片，使硒光电池的光谱灵敏度特性与人眼的明视觉函数（即在光亮条件下，人眼对各种波长光的平均相对灵敏度）相符合；5 为检流计。

当 254nm 紫外光激发 $\text{La}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Tb}$ 产生的荧光被硒光电池接收后，硒光电池将光的信号转变为电的信号，并在检流计上反映出来。根据相同测试条件下 $\text{La}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Tb}$ 标样和试样的光电流值大小来计算试样的相对亮度。

(二) 荧光粉发射光谱的测定

测定荧光粉发射光谱的装置如图1.3所示。

图中 1 为 254nm 紫外光激发源；2 为样品盒；3 为样品盘；4 为光栅单色仪；5 为光电倍增管；6 为 XY 函数记录仪。