ICS 77.120.99

CCS H 65



中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T ××××—××××

稀土环境障涂层材料－硅酸镱粉末

**Rare earth material of environmental barrier**

**Coating —— Ytterbium Silicate Powder**

（预审稿）

×××× 发布 ×××× 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

GB/T ××××—××××

**前 言**

本文件按照GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》 的规定起

草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC 229）提出并归口。

本文件起草单位：广东省科学院资源利用与稀土开发研究所、广东省科学院新材料研究所、包头稀土研究院、瑞科稀土冶金及功能材料国家工程中心有限公司、有研稀土高技术有限公司、西安交通大学、广东粤科欣发新材料有限公司、中国南方稀土集团有限公司。

本文件主要起草人：

GB/T ××××—××××

**稀土环境障涂层材料—硅酸镱粉末**

1 范围

本文件规定了硅酸镱粉末的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及质量证明书。

本文件适用于以氧化镱、氧化硅等为原料，采用高温固相法制得的，供内燃机、航空发动机叶片环境障涂层等领域用的硅酸镱粉末。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定

GB/T 12690.2 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第2部分：稀土氧化物中灼减量的测定

重量法

GB/T 12690.3 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第3部分：稀土氧化物中水分量的测定

重量法

GB/T 17803 稀土产品牌号表示方法

GB/T 20170.1 稀土金属及其化合物物理性能测试方法 稀土化合物粒度分布的测定

GB/T 31057.1 颗粒材料 物理性能测试 第1部分 松装密度的测量

GB/T 31057.2 颗粒材料 物理性能测试 第2部分 振实密度的测量

GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

粒度分布系数 Particle size distribution coefficient

用来衡量产品粒度分布情况的参数，按式（1）计算分布系数（q）：

---------------------------------------（1）

式中：

*D90* ——粒径的体积累积分布中对应于90%的粉体的粒径，单位为微米（μm）；

*D50* ——粒径的体积累积分布中对应于50%的粉体的粒径，单位为微米（μm）；

*D10* ——粒径的体积累积分布中对应于10%的粉体的粒径，单位为微米（μm）。

4 技术要求

4.1产品分类

产品按化学成分分为Yb2SiO5和Yb2Si2O7两个牌号，产品牌号表示方法应符合GB/T 17803的规定。

4.2 化学成份

产品的化学成分应符合表1的规定。如需方对产品有特殊要求，供需双方可另行协商确定。

表1 化学成分

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 产品牌号 | | | Yb2SiO5 | Yb2Si2O7 |
| 化  学  成  分  / % | Yb2O3 | | 86.5 ± 0.3 | 76.5 ± 0.3 |
| SiO2 | | 余量 | 余量 |
| 杂质  含量  ，  不大  于 | 稀土杂质 | 0.10 | |
| Fe2O3 | 0.010 | |
| TiO2 | 0.0050 | |
| CuO | 0.0050 | |
| NiO | 0.0050 | |
| Na2O | 0.10 | |
| Al2O3 | 0.10 | |
| Cl- | 0.005 | |
| 灼减（质量分数）/%，不大于 | | 0.20 | |
| 水分（质量分数）/%，不大于 | | 0.50 | |
| 注1：表内所有化学成分检测均为去除水分后灼减前测定。  注2：稀土杂质为除去主稀土元素Yb以外的稀土元素 | | | | |

4.3 中心粒径

一次粉末中心粒径D（V，50）=1~5 µm。喷雾造粒后粉末中心粒径D（V，50）=10~30 µm

4.4 松装密度

喷雾造粒后粉末的松装密度（ρa）应符合1 g/cm3≤ ρa ≤ 1.5 g/cm3 的规定。

4.5 振实密度

喷雾造粒后粉末的振实密度（ρt）应符合2 g/cm3≤ ρt ≤ 3 g/cm3的规定。

4.6 流动性

喷雾造粒后的粉末应具有良好的流动性，其流动性用粒度分布系数、振实密度和松装密度的比值来反映，应符合以下规定：

粒度分布系数（q）≤2.5

ρt/ρa≤2

4.7 外观

4.7.1 产品为白色或淡黄色粉末状。

4.7.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

5 试验方法

5.1 化学成分

5.1.1 氧化镱（Yb2O3）含量的分析方法按附录A分析方法进行。

5.1.2 稀土杂质含量的分析方法按附录B分析方法进行。

5.1.3 非稀土杂质含量的分析方法按按附录C方法进行。

5.1.4 灼减量的分析方法按GB/T 12690.2的规定进行。

5.1.5 水分的分析方法按GB/T 12690.3的规定进行。

5.1.6氧化硅（SiO2）量为余量，即［100% -（Yb2O3量+ Σ 稀土杂质含量 + Σ 非稀土杂质含量）］，也可按供需双方商定的方法进行。

5.2 中心粒径

按GB/T 20170.1中方法1的规定进行。

5.3 松装密度检测

按GB/T 31057.1的规定进行。

5.4 振实密度检测

按GB/T 31057.2的规定进行。

5.5 流动性评判

参照GB/T 20170.1、GB/T 31057.1、GB/T 31057.2及本文件的规定进行。

5.6 数值修约

按GB/T 8170的规定进行。

5.7 外观质量

自然散射光下，目视检查外观质量。

6 检验规则

6.1 检验与验收

6.1.1 产品由供方质量检验部门进行检验，保证产品符合本文件规定。

6.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件规定不符，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于外观质量异议，应在收到产品之日起1个月内提出；属于化学成分、比表面积和粒度的异议，应在收到产品之日起2个月内提出。如需仲裁，应由供需双方在需方共同取样或协商确定。

6.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一批原料、相同工艺条件下连续生产、同时提交验收的一组产品组成。

6.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、中心粒径、松装密度、振实密度、流动性及外观质量检验。

6.4 取样和制样

6.4.1 化学成分、中心粒径、松装密度、振实密度和流动性分析取样应来自同一批次。

6.4.2 取样件数按表2的规定进行。

表2 取样件数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 件（袋）数 | 1～5 | 6～49 | 50～100 | ＞100 |
| 取样件（袋或桶）数 | 件（袋或桶）数的100% | 5 | 件（袋或桶）数的10%  只进不舍取整数 | 件（袋或桶）数的平方根  只进不舍取正整数 |

6.4.3 在每件（袋或桶）内层塑料袋中心点及其周围等距离处再取三点，将四点处的样品混合均匀，然后采用四分法得到该件（袋或桶）的代表性取样。取样完毕后外层塑料袋（或桶）应保持完好密封状态。

6.5 检验结果的判定

6.5.1化学成分、中心粒径、松装密度、振实密度和流动性结果与本文件规定不符合时，则从该批产品中取双倍试样对不合格项目进行重复检验,如仍有不合格项,则判该批产品为不合格。

6.5.2 外观质量检验不合格时，则直接判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存及质量证明书

7.1 标志

每袋（或桶）外注明：

1. 供方名称；
2. 产品名称、牌号、规格；
3. 批号；
4. 净重、毛重；
5. 出厂日期及“防潮”标志或字样。

7.2 包装

产品密封包装于双层塑料袋中,或再放入编织袋、桶或箱中，每编织袋、桶或箱净重5kg、10kg、25kg、 50kg。如需方有特殊要求，则供需双方另行协商。

7.3 运输、贮存

产品运输时严防淋雨吸潮；

产品应贮存于干燥、通风、无腐蚀的仓库内，不得露天堆放和接触地面。

7.4 质量证明书

每批产品应附质量证明书，注明：

1. 供方名称；
2. 产品名称和牌号；
3. 批号；
4. 净含量和件数；
5. 各项分析检验结果和供方质量检验部门印记；
6. 本标准编号；
7. 生产日期。

**附 录 A**

**（规范性）**

**硅酸镱中氧化镱含量的测定**

**草酸盐重量法**

A.1 原理

试料用氢氧化钠-过氧化钠熔融分解，分离硅、铝。沉淀用盐酸溶解，氢氟酸分离铁、钛、镍等。高氯酸冒烟除硅，在pH1.8～2.0草酸沉淀稀土和钍，灼烧至恒重，测得稀土氧化物合量，减去其它稀土氧化物杂质的量即为氧化镱含量。

A.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和满足GB/T6682规定的二级水。

A.2.1 氢氧化钠。

A.2.2 过氧化钠。

A.2.3 氯化铵。

A.2.4 氢氟酸（*ρ*=1.13 g/mL）。

A.2.5 高氯酸（*ρ*=1.67 g/mL）。

A.2.6 过氧化氢 (质量分数，30%)。

A.2.7 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

A.2.8 氨水（1+1）。

A.2.9 盐酸 (1+1)。

A.2.10 盐酸洗液：100mL水中含4mL（A.2.9）盐酸。

A.2.11 氢氧化钠洗液（20 g/L）。

A.2.12 盐酸-氢氟酸洗液（2＋96）。

A.2.13 氯化铵-氨水洗液：100 mL水中含2 g氯化铵和2 mL氨水。

A.2.14 草酸溶液（100 g/L）。

A.2.15 甲酚红乙醇溶液（2g/L）：称0.2g甲基红溶于100 mL乙醇溶液（1＋1）。

A.2.16 草酸洗液：100mL溶液中含1g草酸、1g草酸铵及1mL无水乙醇。

A.3 样品

样品预先在105 ℃～110 ℃烘干2 h，置于干燥器中冷却至室温。

A.4 试验步骤

A.4.1 试料

称取0.30 g样品（A.3），精确至0.0001 g。

A.4.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

A.4.3 空白试验

随同试料（A.4.1）做空白试验。

A.4.4 测定

A.4.4.1 将试料（A.4.1）置于30 mL镍坩埚（盛有3g氢氧化钠（A.2.1）预先已加热除去水分）中，覆盖1.5 g过氧化钠（A.2.2），加热除去水分，摇动坩埚使试样散开，置于750 ℃马弗炉中熔融至缨红并保持5 min～ 10min（中间取出摇动一次），取出稍冷。

A.4.4.2 将坩埚置于400 mL烧杯中，加120 mL热水浸取。待剧烈作用停止后，用水冲洗坩埚及外壁，加入2 mL盐酸溶液（A.2.9）洗涤坩埚，用水洗净并取出坩埚，控制体积约180 mL。将溶液煮沸2 min，稍冷。用中速滤纸过滤，以氢氧化钠洗液（A.2.11）洗涤烧杯2～3次，沉淀5～6次。

A.4.4.3 将沉淀连同滤纸放入原烧杯中，加入20 mL盐酸（A.2.9）及10～15滴过氧化氢（A.2.6），将滤纸捣碎，加热溶解沉淀。溶液及纸浆移入250 mL塑料杯中，补加热水至约100 mL。在不断搅拌下加入15 mL氢氟酸（A.2.4），于沸水浴上保温30 min～40 min，每隔10 min搅拌一次。取下，冷却至室温，用定最慢速滤纸过滤，用盐酸-氢氟酸洗液（A.2.12）洗塑料烧杯3～4次（用滤纸片擦净烧杯），洗沉淀及滤纸8～10次，再用水洗2次。

A.4.4.4 将沉淀和滤纸置于原玻璃烧杯中，加入30 mL硝酸（A.2.7）、5 mL高氯酸（A.2.5），加热使沉淀和滤纸溶解完全，继续加热至冒高氯酸白烟，并蒸至近干。取下，稍冷后，加入20 mL盐酸（A.2.9），用热水吹洗杯壁，加热使盐类溶解至清亮。用定量慢速滤纸过滤于300 mL烧杯中。用热的盐酸洗液（A.2.10）洗净烧杯，并洗滤纸4～6次，弃去滤纸。

A.4.4.5 在滤液中（A.4.4.4）加入2 g氯化铵（A.2.3），以水稀释至约100 mL，加热至近沸，滴加氨水（A.2.8）至刚出现沉淀，加入0.1 mL过氧化氢（A.2.6），30 ml氨水（A.2.8），煮沸。用中速定量滤纸过滤。用氯化铵-氨水洗液（A.2.13）洗涤烧杯2～3次，沉淀6～7次，弃去滤液。

A.4.4.6 将沉淀和滤纸放于原烧杯中，加入10 mL盐酸（A.2.9），3～4滴过氧化氢（A.2.6）用玻璃棒将滤纸捣烂。加入100 mL水，煮沸。加入近沸的50 mL草酸溶液（A.2.14），用氨水（A.2.8）、盐酸（A.2.9）和精密pH试纸调节pH为2.0；或加4～6滴甲酚红溶液（A.2.15），用氨水（A.2.8）调至溶液呈桔黄色（pH1.8～2.0），于80 ℃～90 ℃保温40 min，冷却至室温，放置2h。

A.4.4.7 用慢速定量滤纸过滤，用草酸洗液（A.2.16）洗涤烧杯2～3次，用小块滤纸擦净烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀8～10次，将沉淀连同滤纸放入950 ℃灼烧至质量恒定的铂坩埚中，低温加热，将沉淀和滤纸灰化。将铂坩埚和沉淀于950 ℃高温炉中灼烧1 h，将铂坩埚及烧成的氧化稀土置于干燥器中，冷却至室温，称其质量。 重复灼烧操作，直至坩埚连同烧成物的质量恒定。

A.5 试验数据处理

氧化镱量以氧化镱的质量分数 *w*计，按公式（1）计算：

*W =*

式中：

——铂坩埚及烧成物的质量，单位为克（g）；

——铂坩埚的质量，单位为克（g）；

——空白试验铂坩埚及烧成物的质量，单位为克（g）；

——空白试验铂坩埚的质量，单位为克（g）；

——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

**附 录B**

**（规范性）**

**硅酸镱中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镥**

**和钇氧化物含量的测定**

**电感耦合等离子体光谱法**

B.1 原理

试料用氢氧化钠-过氧化钠熔融分解，过滤除去硅和钠盐，用硝酸和高氯酸破坏滤纸和溶解沉淀，在稀盐酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定，以基体匹配法校正基体对测定的影响。

B.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和满足GB/T6682规定的二级水。

B.2.1 氢氧化钠。

B.2.2 过氧化钠。

B.2.3 高氯酸（*ρ*=1.67 g/mL）。

B.2.4 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。。

B.2.5 盐酸 (1+1)。

B.2.6 氢氧化钠洗液（20 g/L）。

B.2.7 氧化镱基体溶液：称取 50.000 g 经900 ℃灼烧1 h 的氧化镱[w(Yb2O3/REO）>99.999%，w（REO）>99.5%]，置于250mL烧杯中，加75mL盐酸（B.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100 mg氧化镱。

B.3 仪器设备

B.3.1 电感耦合等离子体光谱仪，分辨率<0.006 nm（200 nm处）。

B.3.2 氩等离子体光源。

B.4 样品

样品预先在105 ℃～110 ℃烘干2 h，置于干燥器中冷却至室温。

B.5 试验步骤

B.5.1 试料

B.5.1.1 Yb2SiO5试样称取0.578 g样品（B.4），精确至0.0001 g；

B.5.1.2 Yb2Si2O7试样称取0.654 g样品（B.4），精确至0.0001 g。

B.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

B.5.3 空白试验

随同试料（B.5.1）做空白试验。

B.5.4 测定

B.5.4.1 将试料（B.5.1）置于30 mL镍坩埚（盛有3g氢氧化钠（B.2.1）预先已加热除去水分）中，覆盖1.5 g过氧化钠（B.2.2），加热除去水分，摇动坩埚使试样散开，置于750 ℃马弗炉中熔融至缨红并保持5 min～ 10min（中间取出摇动一次），取出稍冷。

B.5.4.2 将坩埚置于400 mL烧杯中，加120 mL热水浸取。待剧烈作用停止后，用水冲洗坩埚及外壁，加入2 mL盐酸溶液（B.2.5）洗涤坩埚，用水洗净并取出坩埚，控制体积约180 mL。将溶液煮沸2 min，稍冷。用中速滤纸过滤，以氢氧化钠洗液（B.2.6）洗涤烧杯2～3次，沉淀5～6次，再用水洗涤沉淀5～6次。

B.5.4.3 将沉淀和滤纸置于原玻璃烧杯中，加入30 mL硝酸（B.2.4）、5 mL高氯酸（B.2.3），加热使沉淀和滤纸溶解完全，继续加热至冒高氯酸白烟，并蒸至近干。取下，稍冷后，加入5 mL盐酸（B.2.5），用热水吹洗杯壁，加热使盐类溶解至清亮。取下冷却后移入50 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

B.5.4.4 标准系列溶液的配制

将氧化镱基体溶液（B.2.7）和各稀土氧化物标准溶液按表1分别移入6个100 mL容量瓶中，并加10 mL盐酸（B.2.5），以水稀释至刻度，混匀，制得标准系列溶液，待用，系列标准溶液中各氧化物浓度见表B.1，B.2。。

表B.1 系列标准溶液中各氧化物浓度

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  标号 | 各稀土(以氧化物计)质量浓度/(μg/mL) | | | | | | | |
| 氧化镱 | 氧化镧 | 氧化铈 | 氧化镨 | 氧化钕 | 氧化钐 | 氧化铕 | 氧化钆 |
| 1  2  3  4  5  6 | 10000  10000  10000  10000  10000  10000 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  .20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 |

表B.2 系列标准溶液中各氧化物浓度

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  标号 | 各稀土(以氧化物计)质量浓度/(μg/mL) | | | | | | |
| 氧化铽 | 氧化镝 | 氧化钬 | 氧化铒 | 氧化铥 | 氧化镥 | 氧化钇 |
| 1  2  3  4  5  6 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 | 0.00  0.05  0.20  1.00  10.00  20.00 |

B.5.4.5 将分析试液（B.5.4.3 ）与标准系列溶液（B.5.4.4 ）同时进行氩等离子体光谱测定。推荐分析线见表B.3。

表B.3 推荐分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm | 元 素 | 分析线/nm |
| La | 408.671,379.477 | Tb | 350.917,367.635 |
| Ce | 413.765,418.660 | Dy | 353.171 |
| Pr | 417.942 | Ho | 345.600 |
| Nd | 401.225 | Er | 349.910 |
| Sm | 360.948,359.260 | Tm | 313.126,384.802 |
| Eu | 412.973 | Lu | 219.554,261.542 |
| Gd | 336.224 | Y | 324.229 |

B.6 试验数据处理

被测稀土元素以质量分数 *w*计，按公式（1）计算：

*W =*

式中：

*ρ*——自工作曲线上查得被测氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0*——自工作曲线上查得空白试验溶液被测氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到后两位有效数字，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

**附 录 C**

**（规范性）**

**硅酸镱中氧化铁、氧化钛、氧化铜和氧化镍含量的测定**

**电感耦合等离子体光谱法**

C.1 原理

试料用氢氧化钠-过氧化钠熔融分解，过滤除去硅和钠盐，用硝酸和高氯酸破坏滤纸和溶解沉淀，在稀盐酸介质中，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。

C.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和满足GB/T6682规定的二级水。

C.2.1 氢氧化钠。

C.2.2 过氧化钠。

C.2.3 高氯酸（*ρ*=1.67 g/mL）。

C.2.4 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。。

C.2.5 盐酸 (1+1)。

C.2.6 氢氧化钠洗液（20 g/L）。

C.2.7 氧化镱基体溶液：称取 50.000 g 经900 ℃灼烧1 h 的氧化镱[w(Yb2O3/REO）>99.999%，w（REO）>99.5%]，置于250mL烧杯中，加75mL盐酸（C.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100 mg氧化镱。

C.3 仪器设备

C.3.1 电感耦合等离子体光谱仪，分辨率<0.006 nm（200 nm处）。

C.3.2 氩等离子体光源。

C.4 样品

样品预先在105 ℃～110 ℃烘干2 h，置于干燥器中冷却至室温。

C.5 试验步骤

C.5.1 试料

称取0.50 g样品（C.4），精确至0.0001 g；

C.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

C.5.3 空白试验

随同试料（C.5.1）做空白试验。

C.5.4 测定

C.5.4.1 将试料（C.5.1）置于30 mL镍坩埚（盛有3g氢氧化钠（C.2.1）预先已加热除去水分）中，覆盖1.5 g过氧化钠（C.2.2），加热除去水分，摇动坩埚使试样散开，置于750 ℃马弗炉中熔融至缨红并保持5 min～ 10min（中间取出摇动一次），取出稍冷。

C.5.4.2 将坩埚置于400 mL烧杯中，加120 mL热水浸取。待剧烈作用停止后，用水冲洗坩埚及外壁，加入2 mL盐酸溶液（C.2.5）洗涤坩埚，用水洗净并取出坩埚，控制体积约180 mL。将溶液煮沸2 min，稍冷。用中速滤纸过滤，以氢氧化钠洗液（C.2.6）洗涤烧杯2～3次，沉淀5～6次，再用水洗涤沉淀5～6次。

C.5.4.3 将沉淀和滤纸置于原玻璃烧杯中，加入30 mL硝酸（C.2.4）、5 mL高氯酸（C.2.3），加热使沉淀和滤纸溶解完全，继续加热至冒高氯酸白烟，并蒸至近干。取下，稍冷后，加入5 mL盐酸（C.2.5），用热水吹洗杯壁，加热使盐类溶解至清亮。取下冷却后移入50 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

C.5.4.4 标准系列溶液的配制

将氧化镱基体溶液（C.2.7）和氧化铁、氧化钛、氧化铜和氧化镍标准溶液按表1分别移入6个100 mL容量瓶中，并加10 mL盐酸（C.2.5），以水稀释至刻度，混匀，制得标准系列溶液，待用。

表C.1 系列标准溶液中各氧化物浓度

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标液  标号 | 氧化铁、氧化钛、氧化铜和氧化镍(以氧化物计)质量浓度/(μg/mL) | | | | |
| 氧化镱 | 氧化铁 | 氧化钛 | 氧化铜 | 氧化镍 |
| 1  2  3  4  5  6 | 10000  10000  10000  10000  100000  10000 | 0.00  0.10  0.20  0.50  1.00  2.00 | | | |

C.5.4.5 将分析试液（C.5.4.3 ）与标准系列溶液（C.5.4.4 ）同时进行氩等离子体光谱测定。推荐分析线见表C.2。

表C.2 推荐分析线

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 分析线/nm |
| Fe2O3 | 259.940,238.204 |
| TiO2 | 337.200,338.3 |
| CuO | 324.754，213.598 |
| NiO | 232.504，222.547 |

C.6 试验数据处理

被测稀土元素以质量分数 *w*计，按公式（1）计算：

*W =*

式中：

*ρ*——自工作曲线上查得被测氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0*——自工作曲线上查得空白试验溶液被测氧化物的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到后两位有效数字，数值修约按GB/T 8170的规定执行。