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

（送审稿）

×××× 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

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、西安交通大学、国营川西机器厂、广东省科学院工业分析检测中心、包头稀土研究院、瑞科稀土冶金及功能材料国家工程研究中心有限公司、有研稀土高技术有限公司、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、矿冶科技集团有限公司。

本文件主要起草人：

稀土环境障涂层材料—硅酸镱粉末

1 范围

 本文件规定了环境障涂层用稀土硅酸镱粉末的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件。

本文件适用于以镱、硅的化合物等为原料，采用化学法制得的，主要用于制备航空领域涡轮发动机叶片、燃烧室等部件用抗高温水氧腐蚀环境障涂层用的硅酸镱粉末。

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 20170.1-2006 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

GB/T 39530-2020 热喷涂纳米氧化锆粉末及涂层制备工艺技术条件

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）计算粉末粒度分布系数(*q*)：

 ...........................................（1）

式中：

q —— 粒度分布系数；

*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）。

[来源：GB/T 24982-2020，定义3.9]

3.2

团聚粉末 Agglomerated powder

原始粉末经喷雾干燥团聚、热处理及致密化处理得到的粉末。

[来源：GB/T 39530-2020，定义3.1.2]

4 分类

4.1 产品分类

稀土环境障涂层材料—硅酸镱粉末按照化学成分、产品规格、粉末状态、中心粒径大小及用途分为REEBC-Yb2SiO5-OP1、 REBEC-Yb2SiO5-AP1、REEBC-Yb2SiO5-OP2、REEBC-Yb2SiO5-AP2、REEBC-Yb2SiO5-OP3、 REEBC-Yb2SiO5-AP3、REEBC-Yb2Si2O7-OP1、REEBC-Yb2Si2O7-AP1、REEBC-Yb2Si2O7-OP2、REEBC-Yb2Si2O7-AP2、REEBC-Yb2Si2O7-OP3、REEBC-Yb2Si2O7-AP3十二个牌号。

4.2 牌号表示方法

稀土环境障涂层材料—硅酸镱粉末牌号由稀土环境障涂层的英文首字母、硅酸镱的化学式、产品的规格、粉末状态英文首字母及用途组成，共分四个层次，其中第一层次表示稀土环境障涂层用粉末，用“Rare earth material of environmental barrier coatings” 英文首字母“REEBC”表示；第二层次表示硅酸镱产品名称，用该产品的化学分子式表示；第三层次表示粉末的状态，用XP表示，其中原始粉末用英文首字母“OP”表示，团聚粉末用英文首字母“AP”表示，第四层次表示产品规格,根据粉末的中心粒径划分三个牌号，用数字1~3表示。由此牌号表示为：REEBC-Yb2SiO5-OP1、 REEBC-Yb2SiO5-AP1、REEBC-Yb2SiO5-OP2、REEBC-Yb2SiO5-AP2、REEBC-Yb2SiO5-OP3、 REEBC-Yb2SiO5-AP3、REEBC-Yb2Si2O7-OP1、REEBC-Yb2Si2O7-AP1、REEBC-Yb2Si2O7-OP2、REEBC-Yb2Si2O7-AP2、REEBC-Yb2Si2O7-OP3、REEBC-Yb2Si2O7-AP3十二个牌号。具体表示方法如下：

REEBC—Yb2SiO5 (Yb2Si2O7) —XP —a

第三层次 表示该产品的粉末状态

第四层次 表示粉末中心粒径大小及涂层制备方法

第二层次 表示产品名称

第二层次 表示产品名称

第一层次 表示稀土环境障涂层用粉末

示例：

REEBC-Yb2SiO5 -OP1 表示中心粒径D5 0 ≤ 0.25 µm的稀土环境障涂层用硅酸镱原始粉末

REEBC-Yb2SiO5 -AP1 表示中心粒径0.25µm < D50 ≤ 15 µm的稀土环境障涂层用硅酸镱团聚粉末，用于等离子喷涂-物理气相沉积技术制备热障涂层

REEBC-Yb2SiO5 -OP2 表示中心粒径0.25µm < D50 ≤ 1 µm的稀土环境障涂层用硅酸镱原始粉末

REEBC-Yb2SiO5 -AP2 表示中心粒径15µm < D50 ≤ 30 µm的稀土环境障涂层用硅酸镱团聚粉末，用于等离子喷涂-物理气相沉积技术或大气等离子技术制备热障涂层

REEBC-Yb2SiO5 -OP3 表示中心粒径1µm < D50 ≤ 5 µm 的稀土环境障涂层用硅酸镱原始粉末

REEBC-Yb2SiO5 -AP3 表示中心粒径30µm < D50 ≤ 75 µm的稀土环境障涂层用硅酸镱团聚粉末，用于大气等离子技术制备热障涂层

5 技术要求

5.1 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 | REEBC-Yb2SiO5-OP1 | REEBC-Yb2SiO5-OP2 | REEBC-Yb2SiO5-OP3 | REEBC-Yb2Si2O7-OP1 | REEBC-Yb2Si2O7-OP2 | REEBC-Yb2Si2O7-OP3 |
| REEBC-Yb2SiO5-AP1 | REEBC-Yb2SiO5-AP2 | REEBC-Yb2SiO5-AP3 | REEBC-Yb2Si2O7-AP1 | REEBC-Yb2Si2O7-AP2 | REEBC-Yb2Si2O7-AP3 |
| 化学成分(质量分数/ %） | Yb2O3  | 86.5 ± 0.6 | 76.5 ± 0.6 |
| SiO2 | 余量 | 余量 |
| 杂质含量，不大于 | 稀土杂质 |  0.10 |
| Fe2O3 |  0.03 |
| TiO2 |  0.03 |
| CuO |  0.03 |
| NiO |  0.03 |
| Al2O3 | 0.10 |
| Na2O | 0.10 |
| Cl- | 0.06 |
| 水分+灼减（质量分数）/%，不大于 | 1 |
| 注1：稀土杂质为除去主稀土元素Yb以外的稀土元素。 |

5.2 物理性能

产品的物理性能应符合表2的规定。需方如有特殊要求，供需双方可另行协商。

表 2 物理性能

|  |  |
| --- | --- |
| 物理性能 | 产品牌号 |
| REEBC-Yb2SiO5-OP1 | REEBC-Yb2SiO5-OP2 | REEBC-Yb2SiO5-OP3 | REEBC-Yb2SiO5-AP1 | REEBC-Yb2SiO5-AP2 | REEBC-Yb2SiO5-AP3 |
|  | REEBC-Yb2Si2O7-OP1 | REEBC-Yb2Si2O7-OP2 | REEBC-Yb2Si2O7-OP3 | REEBC-Yb2Si2O7-AP1 | REEBC-Yb2Si2O7-AP2 | REEBC-Yb2Si2O7-AP3 |
| 原始粉末中心粒径D（V，50）/ µm | ≤0.25 | 0.25~1 | 1~5  |   | - | - |
| 团聚粉末中心粒径D（V，50）/ µm | - | - | - | ≤ 15 | 15 ~ 30 | 30 ~ 75 |
| 团聚粉末松装密度ρtg/ cm3 | - | - | - | 1.0 ~ 3.5 |
| 团聚粉末振实密度ρq g/ cm3 | - | - | - | 2.0 ~ 4.0 |
| 团聚粉末粒度分布离散度，不大于 | - | - | - | 2.5 |

5.3 外观质量

5.3.1 产品为白色粉末状。

5.3.2 产品应洁净，无目视可见夹杂物。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 氧化镱（Yb2O3）含量的测定按照附录A的规定进行。

6.1.2 稀土杂质含量的测定按照附录B的规定进行。

6.1.3 非稀土杂质Al2O3含量的测定按照附录B的规定进行；

6.1.4非稀土杂质(Fe2O3、TiO2、CuO、NiO）含量的测定按照附录C的规定进行。

6.1.5 非稀土杂质Na2O含量的测定按照附录D的规定进行；

6.1.6 非稀土杂质Cl- 含量的测定按照附录E的规定进行。

6.1.7 水分、灼减量的分析按照GB/T 12690相应部分规定的方法进行。

6.1.8 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。

6.2 物理性能

6.2.1 粉末中心粒径大于1μm时，中心粒径及粒度分布的测定按GB/T 20170.1-2006中方法1的规定进行；粉末中心粒径不大于1μm时，中心粒径及粒度分布的测定按照附录F的规定进行。

6.2.2 松装密度的测定按GB/T 31057.1的规定进行。

6.2.3 振实密度的测定按GB/T 31057.2的规定进行。

6.3 数值修约

按GB/T 8170的规定进行。

6.4 外观质量

自然散射光下，目视检查外观质量。

7 检验规则

7.1 检验与验收

7.1.1 产品由供方或第三方进行检验，保证产品符合本文件规定。

7.1.2 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、粒度、松装密度和振实密度的异议，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。

7.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由（同一批原料）同一牌号的产品组成。

7.3 检验项目

每批产品应进行化学成分、中心粒径、松装密度、振实密度及外观质量检验。

7.4 取样和制样

7.4.1  产品的取样件数按表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 |

7.4.2 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，每点取样量不少于20g，将四点处的样品混合均匀，以四分法迅速缩分至试样所需量，立即装入洁净的试样袋中密封保存。取样完毕后外层塑料袋（或桶）应保持完好密封状态。

7.5 检验结果的判定

7.5.1化学成分、中心粒径、松装密度、振实密度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。

7.5.2 外观质量检验不合格时，则直接判该批产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志、包装、运输、贮存

产品的标志、包装、运输、贮存应符合GB 39176的规定。如需方对包装有特殊要求，可由供需双方协商确定。

8.2 随行文件

每批产品应附有随行文件，其中应包括质量证明书，质量证明书应符合GB 39176的规定。此外还宜包括：

a) 产品合格证；

b) 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告；

c) 产品使用说明书；

d）其他。

附 录 A

（资料性）

硅酸镱中氧化镱含量的测定

—草酸盐重量法及电感耦合等离子体发射光谱法

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，合量中扣除其它稀土氧化物杂质的量即为氧化镱量。

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：100 mL水中含4 mL（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0.2 g甲基红溶于100 mL乙醇溶液（1＋1）。

A.2.16 草酸洗液：100 mL溶液中含1 g草酸、1 g草酸铵及1 mL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，滤液用250 mL容量瓶承接，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.4.4.8 移取滤液5.00 mL 或10.00 mL于250 mL烧杯中，加入30 mL硝酸（A.2.7）、5 mL高氯酸（A.2.5），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（A.2.9），用热水吹洗杯壁，加热使盐类溶解至清亮。取下冷却后移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

A.4.4.9 将空白试液(A.4.3)、分析试液(A.4.4.8)与氧化镱系列标准溶液在测定推荐分析线：328.937 nm，同时进行氩等离子体光谱测定，并计算出滤液中氧化镱的质量分数。

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 =* $\frac{ （m\_{1}−m\_{2}）−（m\_{3}−m\_{4}）}{m\_{0}}×100\%+W\_{1}−其它稀土杂质含量………………（1）$

式中：

$m\_{1}$——铂坩埚及烧成物的质量，单位为克（g）；

$m\_{2}$——铂坩埚的质量，单位为克（g）；

$m\_{3}$——空白试验铂坩埚及烧成物的质量，单位为克（g）；

$m\_{4}$——空白试验铂坩埚的质量，单位为克（g）；

$W\_{1}$——滤液中氧化镱的质量分数，单位为百分号（%）；

$m\_{0}$——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

（资料性）

镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镥、钇和铝

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来测定稀土杂质量，滤液用盐酸酸化后，直接以氩等离子体光源激发，进行光谱测定氧化铝量。

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 (*ρ*=1.19 g/mL)。

B.2.6 盐酸 (1+1)。

B.2.7 氢氧化钠洗液（20 g/L）。

B.2.8 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250 mL烧杯中，加75 mL盐酸（B.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 mg氧化镱。

B.2.9 氧化铝标准贮存溶液：准确称取0.0529g高纯铝(纯度>99.99%),加5 mL水及10 mL盐酸(B.2.5),低温加热溶解，取下，冷至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg氧化铝。

B.2.10 氧化铝标准溶液：准确移取5.00 mL铝标准贮存溶液(B.2.9)于100 mL容量瓶中，加2 mL盐酸(B.2.5),用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50 μg氧化铝。

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.2.6）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，用 250 mL塑料容量瓶承接滤液，以氢氧化钠洗液（B.2.7）洗涤烧杯2～3次，沉淀5～6次，再用水洗涤沉淀5～6次。稀土杂质量按B.5.4.3～B.5.4.5 测定；氧化铝量按B.5.4.6～B.5.4.8 测定。

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.2.6），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.2.8）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.2.6），以水稀释至刻度，混匀，制得标准系列溶液，待用。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 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 |
| 123  | 100001000010000 | 0.000.050.20 | 0.000.050.20 | 0.000.050.20 | 0.000.050.20 | 0.000.050.20 | 0.000.050.20 | 0.000.050.20 |
|  456 | 10001000010000 | 1.0010.0020.00 | 1.0010.0020.00 | 1.0010.0020.00 | 1.0010.0020.00 | 1.0010.0020.00 | 1.0010.0020.00 | 1.0010.0020.00 |

表1续

|  |  |
| --- | --- |
|  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 |
|  123456 | 0.000.050.201.0010.0020.00 | 0.000.050.201.0010.0020.00 | 0.000.050.201.0010.0020.00 | 0.000.050.201.0010.0020.00 | 0.000.050.201.0010.0020.00 | 0.000.050.201.0010.0020.00 | 0.000.050.201.0010.0020.00 |

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2。

表2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 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.5.4.6 分取50.00 mL滤液(B.5.4.2)缓慢加入于预先盛有30 mL～40 mL盐酸（B.2.5）的100 mL烧杯中，加热煮沸，取下冷却，转移至 100 mL容量瓶中，用水稀释刻度，混匀。

B.5.4.7 系列标准溶液的配制

分取0 mL,1.00 mL,2.00 mL,5.00 mL铝标准溶液(B.2.10)于一系列50 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸(B.2.6),用水稀释至刻度，混匀，此系列标准溶液铝的质量浓度为0μg/mL,1.00 μg/mL,2.00μg/mL,5.00 μg/mL。

B.5.4.8 测定

B.5.4.8.1 推荐分析线：396.152 nm，308.215 nm，237.312 nm。

B.5.4.8.2 将空白试液(B.5.3)、分析试液(B.5.4.6)与系列标准溶液(B.5.4.7)同时进行氩等离子体光谱测定。

B.6 试验数据处理

被测稀土元素和铝氧化物以质量分数 *w*计，按公式（1）计算：

*W =* $\frac{（ρ−ρ\_{0}）×50×10^{−6}}{m\_{0}}×100………………………………………（1）$

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）；

$m\_{0}$*——*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

（资料性）

氧化铁、氧化钛、氧化铜和氧化镍量的测定—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250 mL烧杯中，加75 mL盐酸（C.2.3），低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL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高铝坩埚（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1

|  |  |
| --- | --- |
|  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 |
| 123456 | 100001000010000100001000010000 | 0.000.100.200.501.002.00 |

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2。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| 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 =* $\frac{（ρ−ρ\_{0}）×50×10^{−6}}{m\_{0}}×100………………………………………（1）$

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）；

$m\_{0}$*—*—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 D

（资料性）

氧化钠量的测定—火焰原子吸收光谱法

D.1 原理

试料以硝酸溶解，在稀硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.0nm处测量钠的吸光度。用标准加入法计算钠的含量。

D.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。

D.2.1 过氧化氢(30%)。。

D.2.2 硝酸,优级纯。

D.2.3 钠标准贮存溶液：称取2.5421 g经400 ℃～450 ℃灼烧到无爆裂声的氯化钠(优级纯)于500 mL烧杯中，加200mL水溶解。移入1000 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钠。

D.2.4 钠标准溶液：移取10.00 mL钠标准贮存溶液(D.2.3)于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg钠。

D.3 仪器设备

原子吸收光谱仪，附钠空心阴极灯。

在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——特征浓度：在与测量样品溶液的基体相一致的溶液中，钠的特征浓度不大于0.0062μg/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差不超过平均吸光度1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高溶液平均吸光度的0.5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

D.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。

D.5 试验步骤

D.5.1 试料

称取0.50 g样品（D.4），精确至0.0001 g；

D.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

D.5.3 空白试验

随同试料（D.5.1）做空白试验。

D.5.4 测定

D.5.4.1 将试料（D.5.1）置于100 mL烧杯中，吹入少许水，加入10 mL硝酸(D.2.2),低温加热溶解试料约20 min，冷却至室温。将试液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。静置使沉淀沉降。

D.5.4.2 工作曲线的绘制与测定

D.5.4.2.1 分别移取10.00 mL上清试液(D.5.4.1 )4份于一组25 mL容量瓶中，分别加入0,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL钠标准溶液(D.2.4),加入1 mL硝酸(D.2.2),用水稀释至刻度，混匀。

D.5.4.2.2使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.0 nm处测量钠的吸光度。以钠浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准加入曲线，用外推法从加入曲线上求出试液(D.5.4.1 )的钠浓度。

D.6 试验数据处理

被测氧化钠以质量分数 *w*计，按公式（1）计算：

*W =* $\frac{（c−c\_{0}）×v\_{2}×v×10^{−6}}{m\_{0}×v\_{1}}×1.348×100………………………………………（1）$

式中：

*c*——由标准加入法求得的被测溶液的钠含量，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*c0*——由标准加入法求得的被测溶液的钠含量，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——试液总体积，单位为毫升(mL)；

V₁——分取试液的体积，单位为毫升(mL)；

V₂——被测溶液的体积，单位为毫升(mL)；

1.348——由钠量换成氧化钠量的系数；

$m\_{0}$*—*—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 E

（资料性）

氯量的测定—硝酸银比浊法

E.1 原理

试样以硝酸溶解，在稀硝酸介质中，氯离子与银离子形成氯化银胶体，氯化银胶体在溶液中成悬浮状态，在稳定剂丙三醇的存在下，于分光光度计波长430 nm处进行比浊。。

E.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。

E.2.1 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。优级纯

E.2.2 过氧化氢(30%)。

E.2.3 硝酸（1+1）。

E.2.4 硝酸（1+3）。

E.2.5 硝酸银(5g/L)。。

E.2.6 丙三醇（1+1）。

E.2.7 氯标准贮存溶液：称取1.6485 g经400 ℃～450 ℃灼烧过的氯化钠(优级纯)于500 mL烧杯中，加200 mL水溶解。移入1000 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。此溶液浓度为1mL含1 mg氯。

E.2.8 氯标准溶液：移取10.00 mL氯标准贮存溶液(E.2.7)于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液浓度为1mL含20 ug氯。。

E.3 仪器设备

分光光度计。

E.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。

E.5 试验步骤

E.5.1 试料

称取1.00 g样品（E.4），精确至0.0001 g；

E.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

E.5.3 空白试验

随同试料（E.5.1）做空白试验。

E.5.4 测定

E.5.4.1 将试料（E.5.1）置于150 mL锥形瓶中，加入20 mL硝酸(E.2.4),低温加热溶解约20 min。移人50 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，静置使沉淀沉降，视氯量的不同含量，分取5.00 mL（或10.00 mL）两份上清试液于25 mL比色管中，并补加1 mL硝酸(E.2.3)（分取10.00 mL不补加硝酸）,加入2mL丙三醇(E.2.6),其中一份用水稀至刻度，此溶液为补偿溶液；另一份加入2 mL硝酸银(E.2.5),每加一种试剂需轻轻混匀。用水稀释至刻度，混匀。将比色管放入60 ℃～80 ℃的水浴中保温15 min。冷却至室温。

E.5.4.2 将部分试料空白溶液(E.5.3)移入3 cm吸收池中，用水作参比，于分光光度计波长430nm处，测量其吸光度。从曲线上查出空白溶液(E.5.3)中的氯量。

E.5.4.3 将部分试料溶液(E.5.4.1 )移入3 cm吸收池中，用补偿溶液(E.5.4.1 )作参比，于分光光度计波长430 nm处，测量其吸光度。从曲线上查出试液(E.5.4.1 )中的氯量。

E.5.4.4 工作曲线的绘制

移取0、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL，4.00 mL氯标准溶液(E.2.8)于5个25 mL比色管中，分别加入2 mL硝酸(E.2.3),以下按E.5.4.1和E.5.4.3进行。以氯浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

E.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 =* $\frac{（m\_{1}−m\_{0}）×v\_{0}×10^{−6}}{m×v\_{1}}×100………………………………………（1）$

式中：

$m\_{1}$——自工作曲线上查得试料溶液氯的质量，单位为微克（μg）；

$m\_{0}$——自工作曲线上查得空白试验溶液氯的质量，单位为微克（μg）；

$v\_{0}$——试液总体积，单位为毫升(mL)；

$v\_{1}$——移取试液的体积，单位为毫升(mL)；

m*—*—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 F

（规范性附录）

纳米级硅酸镱粉末中心粒径的测试方法

F.1 试剂

无水乙醇或95%乙醇。

F.2 仪器和设备

F.2.1 超声波振荡器：超声功率大于250W。

F.2.2 透射电子显微镜(TEM)：点分辨率小于或等于0.3nm；照相机(CCD)像素≥1024×1024。

F.2.3 扫描电子显微镜(SEM)：点分辨率小于或等于3nm；照相机(CCD)像素≥1024×1024。

F.3 试样

直接取适量样品。

F.4 分析步骤

F.4.1 试样3置于50mL烧杯中，加入10mL~20mL乙醇（1）。将烧杯置于超声波振荡器（2.1）中，250W功率下，超声分散5min~15min。

F.4.2 取1滴~2滴分散液于电子显微镜的制样铜网（已制膜和喷碳）上，自然干燥后，置于透射电子显微镜（2.2）的样品架上，在约1~5万放大倍数下，用照相机摄下样品的电子显微镜照片；或取1滴~2滴分散液于小块载玻片上，自然干燥后，喷金处理。在扫描电子显微镜（B.2.3）约1~5万放大倍数下，用照相机摄下样品的电子显微镜照片。

F.4.3 观察样品电镜下颗粒形貌。用纳米标尺测量不少于100个颗粒中每个颗粒的长径和短径（可用计算机软件进行统计处理），取算数平均值。分析结果应注明何种电子显微镜下获得。

F.5 试验数据处理

第*n*个颗粒的平均粒径*dn*按公式(B.1)计算，单位为纳米(nm)：

 (F.1)

式中：

*dl* ——颗粒的长径，单位为纳米(nm)；

*ds*——颗粒的短径，单位为纳米(nm)；

*n* ——颗粒个数，单位为个。

将*dn*按从小到大的顺序重新排列为{,,,…,}，则中心粒径*d*按公式（B.2）计算，单位为纳米(nm)：

 (F.2)

式中：

*d* ——粉末的中心粒径，单位为纳米(nm)；

——中心颗粒尺寸位置，为不超过的最大正整数，无量纲。