



中华人民共和国稀土行业标准

XB/T XXX-202X

铽/镝合金靶材

Terbium or dysprosium alloy target

(送审征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

请注意本文件的有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：有研稀土新材料股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、江西理工大学、有研稀土高技术有限公司、虔东稀土集团股份有限公司、合肥钢研稀土永磁材料研究院有限公司、赣州晨光稀土新材料有限公司、中山智隆新材料科技有限公司、包头稀土研究院、湖南高创稀土新材料有限责任公司（不分前后）。

本文件主要起草人：...。

铽/镝合金靶材

1 范围

本文件规定了铽/镝合金靶材的分类与牌号、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。

本文件适用于真空熔炼法、粉末冶金法制得的铽/镝合金靶材。

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 1031 产品几何技术规范(GPS) 表面结构 轮廓法 表面粗糙度参数及其数值
- GB/T 1423 贵金属及其合金密度的测试方法
- GB/T 1804 一般公差 未注公差的线性和角度尺寸的公差
- GB/T 6394 金属平均晶粒度测定方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8651 金属板材超声板波探伤方法
- GB/T 12690.5 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第5部分：钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定
- GB/T 12690.15 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第15部分：钙量的测定
- GB/T 18115.8 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 铽中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铈、铉、铊、铋和铋量的测定
- GB/T 18115.9 稀土金属及其氧化物中稀土杂质化学分析方法 镝中镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铈、铉、铊、铋和铋量的测定
- GB/T 20967-2007 无损检测 目视检测 总则
- GB 39176 稀土产品的包装、标志、运输和贮存
- GB/T 44760 锆及锆合金管材超声检测方法
- YS/T 837 溅射靶材-背板结合质量超声波检验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

靶坯 target blank

阴极上用作溅射材料的部分。

3.2

背板/背管 backing plate/backing tube

用来支撑或固定靶坯的金属或合金板/管。

注：背板一般为透磁性较好的铜、铜合金等板材；背管材质一般为透磁性较好的不锈钢管、钛或钛合金管等管材。

3.3

靶材 target

靶坯与背板/背管焊接结合而成的平面/旋转靶材，作为溅射沉积技术中的阴极部分。

注：靶材不经焊接而直接使用，此时靶坯和靶材的含义一样。

3.4

焊合率 bonding rate

靶坯与背板/背管的焊接结合面积占完全焊合总面积的比例。

3.5

局部未焊合率 local unbonding rate

靶坯与背板/背管的单个未结合面积占完全焊合总面积的比例。

3.6

致密度 relative density

靶坯的实际密度与理论密度的百分比。

注：合金理论密度可查询相关手册，如无法查到可用混合定律（Rule of Mixtures）进行预测，合金的理论密度是通过对组成元素的“比容”（密度的倒数）进行质量分数加权平均，取倒数后得到的，具体公式为：

$$\frac{1}{\rho_{\text{alloy}}} = \sum_{i=1}^n \frac{w_i}{\rho_i} \quad (1)$$

其中， ρ_{alloy} 为合金的理论密度， ρ_i 为第 i 种纯组元的密度， w_i 为第 i 种组元的质量分数，n 表示合金组元数。

4 分类与牌号

4.1 产品分类

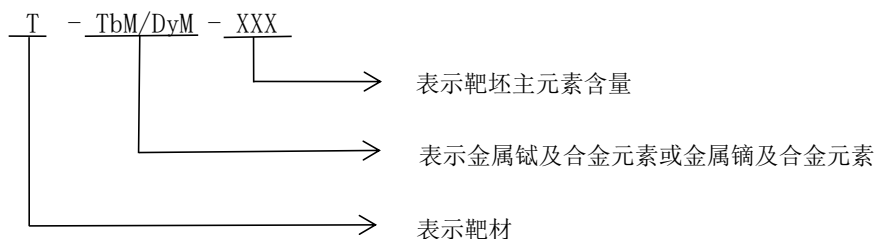
产品按靶坯主元素分为钽合金靶材和锆合金靶材两类。

4.2 产品牌号

铽/镱合金靶材按靶坯的合金元素种类分为四大类，分别为铽铝/镱铝合金靶材、铽铜/镱铜合金靶材、铽铜铝/镱铜铝合金靶材、铽镍/镱镍合金靶材。其中，铽铝/镱铝合金靶材分 T-TbAl-82、T-DyAl-82、T-TbAl-87、T-DyAl-87、T-TbAl-92.5、T-DyAl-92.5 六个牌号，铽铜/镱铜合金靶材分 T-TbCu-82、T-DyCu-82、T-TbCu-87、T-DyCu-87、T-TbCu-92.5、T-DyCu-92.5 六个牌号，铽铜铝/镱铜铝合金靶材分 T-TbCuAl-82、T-DyCuAl-82、T-TbCuAl-87、T-DyCuAl-87、T-TbCuAl-92.5、T-DyCuAl-92.5 六个牌号，铽镍/镱镍合金靶材分 T-TbNi-82、T-DyNi-82、T-TbNi-87、T-DyNi-87、T-TbNi-92.5、T-DyNi-92.5 六个牌号，具体见表 1-4。

4.3 产品牌号表示方法

铽/镱合金靶材牌号共分 3 个层次，其中第一层次表示靶材，用靶材的英文首字母“T”表示；第二层次表示产品主元素金属铽或镱靶坯和合金元素，用元素符号“TbM”或“DyM”表示，其中 M 表示 Al、Cu、Ni 等中的一种或者多种合金元素；第三层次表示靶坯主元素含量，以含量中位值表示该范围内的合金靶材规格；各层次之间用“-”分开。具体表示方法如下：



示例：T-TbCu-82±2 表示靶坯主元素铽含量范围为 80%~84%和合金元素铜含量范围为 20%~16%的铽铜合金靶材。

5 技术要求

5.1 铽/镱合金靶坯

5.1.1 化学成分

铽铝/镱铝合金靶坯、铽铜/镱铜合金靶坯、铽铜铝/镱铜铝合金靶坯、铽镍/镱镍合金靶坯的化学成分应分别符合表 1、2、3 和 4 的规定。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

表 1 铽铝/镱铝合金靶坯的化学成分

产品牌号		T-TbAl-82	T-DyAl-82	T-TbAl-87	T-DyAl-87	T-TbAl-92.5	T-DyAl-92.5
化学成分(质量分数)/%	稀土总量(RE)	80.0~84.0		85.0~89.0		90.0~95.0	
	Tb	82±2	-	87±2	-	92.5±2.5	-
	Dy	-	82±2	-	87±2	-	92.5±2.5
	相对纯度(Tb(Dy))	99.9					

	/RE)，不小于				
	稀土杂质含量/稀土总量，不大于		0.1000		
	合金元素含量	Al	18±2	13±2	7.5±2.5
		Cu	—		
		Al、Cu 含量	—		
		Ni	—		
	非稀土杂质含量，不大于	Al	—		
		Cu	0.0200		
		Ni	0.0300		
		Fe	0.2000		
		Ca	0.0100		

表 2 铽铜/镝铜合金靶坯的化学成分

产品牌号		T-TbCu-82	T-DyCu-82	T-TbCu-87	T-DyCu-87	T-TbCu-92.5	T-DyCu-92.5	
化学成分（质量分数）/%	稀土总量（RE）	80.0~84.0		85.0~89.0		90.0~95.0		
	Tb	82±2	—	87±2	—	92.5±2.5	—	
	Dy	—	82±2	—	87±2	—	92.5±2.5	
	相对纯度（Tb（Dy）/RE），不小于	99.9						
	稀土杂质含量/稀土总量，不大于	0.1000						
	合金元素含量	Al	—					
		Cu	18±2		13±2		7.5±2.5	
		Al、Cu 含量	—					
		Ni	—					
	非稀土金属杂质含量，不大于	Al	0.0300					
		Cu	—					
		Ni	0.0300					
Fe		0.2000						
Ca		0.0100						

表 3 铽铜铝/镝铜铝合金靶坯的化学成分

产品牌号		T-TbCuAl-82	T-DyCuAl-82	T-TbCuAl-87	T-DyCuAl-87	T-TbCuAl-92.5	T-DyCuAl-92.5
化学成分（质量分数）/%	稀土总量（RE）	80.0~84.0		85.0~89.0		90.0~95.0	
	Tb	82±2	—	87±2	—	92.5±2.5	—
	Dy	—	82±2	—	87±2	—	92.5±2.5

	相对纯度 (Tb (Dy) /RE) , 不小于		99.9		
	稀土杂质含量/稀土总量, 不大于		0.1000		
	合金元素含量	Al	-		
		Cu	-		
		Al、Cu 含量	18±2	13±2	7.5±2.5
		Ni	-		
	非稀土杂质含量, 不大于	Al	-		
		Cu	-		
		Ni	0.0300		
		Fe	0.2000		
		Ca	0.0100		

表 4 铽镍/镝镍合金靶坯的化学成分

产品牌号			T-TbNi-82	T-DyNi-82	T-TbNi-87	T-DyNi-87	T-TbNi-92.5	T-DyNi-92.5
化学成分（质量分数）/%	稀土总量（RE）		80.0~84.0		85.0~89.0		90.0~95.0	
	Tb		82±2	—	87±2	—	92.5±2.5	—
	Dy		—	82±2	—	87±2	—	92.5±2.5
	相对纯度（Tb（Dy）/RE），不小于		99.9					
	稀土杂质含量/稀土总量，不大于		0.1000					
	合金元素含量	Al	—					
		Cu	—					
		Al、Cu 含量	—					
		Ni	18±2		13±2		7.5±2.5	
	非稀土杂质含量，不大于	Al	0.0300					
		Cu	0.0200					
		Ni	—					
Fe		0.2000						
Ca		0.0100						

5.1.2 致密度

铽/镝合金靶坯的致密度应不小于 99%。如需方有特殊要求, 供需双方可另行协商。

5.1.3 平均晶粒尺寸

铽/镱合金靶坯的平均晶粒尺寸应不大于 200 μm 。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

5.1.4 内部质量

铽/镱合金靶坯的内部不应有分层、疏松、夹杂和气孔等缺陷。

5.2 背板/背管

5.2.1 几何尺寸和允许偏差

背板厚度宜为 4 mm~10 mm，背管厚度宜为 3 mm~6 mm，几何尺寸及允许偏差由供需双方协商确定。如需方未提供允许偏差，则背管尺寸允许偏差应符合 GB/T 1804 的要求。

5.2.2 表面粗糙度

背板非焊接面的表面粗糙度 (Ra) 应不大于 1.6 μm ；背管密封处的表面粗糙度 (Ra) 应不大于 0.8 μm 。

5.2.3 密封性

背管在 0.9 MPa 稳压 1 h，稳定期间压力降应不大于 0.05 MPa，背管密封处和背管各处无渗水现象。

5.3 铽/镱合金靶材

5.3.1 几何尺寸和允许偏差

产品尺寸、规格及结构方式宜由需方提供图纸。几何尺寸及允许偏差由供需双方协商确定。如需方未提供允许偏差，则产品尺寸允许偏差应符合 GB/T 1804 的要求。

5.3.2 表面粗糙度

产品外表面的表面粗糙度 (Ra) 值应不大于 2 μm 。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

5.3.3 外观质量

产品表面应清洁光滑，无指痕，无油污和锈蚀，无拉伸润滑痕迹，无颗粒附加物和其他玷污，无凹坑、划痕、裂纹、凸起等缺陷。

5.3.4 焊接质量

产品的焊合率应不小于 95%，局部未焊合率应不大于 2%。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

6 试验方法

6.1 化学成分

6.1.1 靶坯中稀土总量 (RE) 的分析方法见附录 A。靶坯中铽/镱量为稀土总量- Σ 稀土杂质。相对纯度为 100%-稀土杂质含量/稀土总量。

6.1.2 铽合金靶坯中稀土杂质含量的分析方法中的试样的前处理及分析试液的制备见附录 B，其余部分按照 GB/T 18115.8 的规定进行。

6.1.3 铪合金靶坯中稀土杂质含量的分析方法中的试样的前处理及分析试液的制备见附录 C，其余部分按照 GB/T 18115.9 的规定进行。

6.1.4 当铝、铜、镍作为靶坯合金元素时，靶坯中合金元素铝、铜、镍含量的分析方法见附录 D。

6.1.5 当铝、铜、镍不作为靶坯合金元素时，靶坯中的铝、铜、镍含量的分析方法中的试样的前处理及分析试液的制备见附录 E，其余部分按 GB/T 12690.5 的规定进行。

6.1.6 靶坯中铁含量的分析方法中的试样的前处理及分析试液的制备见附录 E，其余部分按 GB/T 12690.5 的规定进行。

6.1.7 靶坯中钙含量的分析方法中的试样的前处理及分析试液的制备见附录 F，其余部分按 GB/T 12690.15 的规定进行。

6.2 致密度

靶坯的致密度的测定按 GB/T 1423 的规定进行。

6.3 平均晶粒尺寸

靶坯的平均晶粒尺寸的测定按 GB/T 6394 的规定进行。

6.4 内部质量

铪/铪合金靶坯若为平面状（平面靶材），则其内部质量的测定按 GB/T 8651 的规定进行；若为管状（旋转靶材），则其内部质量的测定按 GB/T 44760 的规定进行。

6.5 几何尺寸和允许偏差

背板/背管和铪/铪合金靶材的几何尺寸和允许偏差的测定采用相应精度的量具，按 GB/T 1804 的规定进行。

6.6 表面粗糙度

背板/背管和铪/铪合金靶材的表面粗糙度的测定按 GB/T 1031 的规定进行。

6.7 密封性

背管两端用堵头封严，借助堵头上的连接管道往背管内注满水，确保背管内无空气；使用水泵逐渐加压，当水压达到 0.9 MPa 时，在该试验压力下稳压 1 h，稳压期间压力降应不大于 0.05 MPa，同时逐一检查背管密封处和背管各处是否有渗水现象。

6.8 外观质量

铪/铪合金靶材的外观质量采用目视检查，按 GB/T 20967-2007 第 5 章的规定进行。

6.9 焊接质量

钽/锆合金靶材的焊接质量按 YS/T 837 的规定进行。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商测试标准。

7 检验规则

7.1 检查与验收

7.1.1 产品由供方检验部门或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及合同的规定，并填写质量证明书。

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及合同的规定不符时，应在收到产品之日起 2 个月内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方协商确定。

7.2 组批

产品应成批提交验收。每批应由同一牌号、同一尺寸规格的产品组成，其中平面靶材每批不大于 6 件（套），旋转靶材每批不大于 8 件（支）。

7.3 检验项目

7.3.1 生产过程中应对靶坯的必检项化学成分和背板/管的几何尺寸和允许偏差、表面粗糙度和背管的密封性进行检验；如需对靶坯的非必检项致密度、平均晶粒尺寸和内部质量进行检验，应由供需双方协商确定。

7.3.2 产品应进行必检项几何尺寸和允许偏差、外观质量进行检验；如需对非必检项表面粗糙度和焊接质量进行检验，应由供需双方协商确定。

7.4 取样与制样

7.4.1 产品的取样应符合表 5 的规定。如需方有特殊要求，供需双方可另行协商。

表 5 钽/锆合金靶坯、背板/管及靶材的检测项目、取样位置及数量

部位	检测项目	取样位置	取样数量	要求的章条号	试验方法的章条号
靶坯	化学成分	铸锭或靶坯端头	每批一件	5.1.1	6.1
	致密度	7.4.2	每批一件	5.1.2	6.2
	平均晶粒尺寸	7.4.2	每批一件	5.1.3	6.3
	内部质量	—	逐件	5.1.4	6.4
背板/背管	几何尺寸和允许偏差	—	逐件	5.2.1	6.5

	表面粗糙度	-	逐件	5.2.2	6.6
	密封性	-	逐件	5.2.3	6.7
靶材	几何尺寸和允许偏差	-	逐件	5.3.1	6.5
	表面粗糙度	-	逐件	5.3.2	6.6
	外观质量	-	逐件	5.3.3	6.8
	焊接质量	-	逐件	5.3.4	6.9

7.4.2 平均晶粒尺寸和致密度的检测在铽/镱合金靶坯成品加工前进行。取样示意图如图 1 所示。

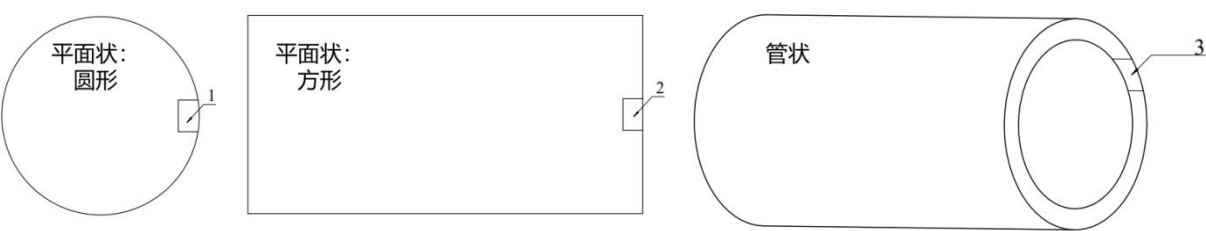


图 1 取样示意图（1、2、3—取样位置）

7.5 检验结果的判定

- 7.5.1 检验结果的数值按 GB/T 8170 的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。
- 7.5.2 铽/镱合金靶坯的化学成分分析结果与本文件及合同的规定不符时，则判该批产品不合格。
- 7.5.3 背板/管的几何尺寸和允许偏差、表面粗糙度、背管的密封性，以及铽/镱合金靶材的几何尺寸、允许偏差和外观质量任何一项检验不合格时，则判该件产品不合格。
- 7.5.4 如需方要求检验时，靶坯的致密度、平均晶粒尺寸和内部质量任何一项检验不合格时，则判该批产品不合格；靶材的表面粗糙度和焊接质量任何一项检验不合格时，则判该件产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

8.1 标志

产品的标志应符合GB 39176的规定，同时在背板/背管上注明背板/背管批号，在产品上注明产品批号。如需方对标志有特殊要求，可由供需双方协商确定。

8.2 包装、运输、贮存

产品的包装、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。

8.3 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)

铽/镨合金靶材中稀土总量的测定 草酸盐重量法

A.1 方法原理

试料经盐酸分解后，氢氟酸沉淀稀土，沉淀用硝酸、高氯酸溶解并冒烟后，以盐酸溶解盐类。在 pH 2.0 条件下以草酸溶液沉淀稀土，进一步分离残留的铝、铜及镍等杂质，于 950 °C 灼烧至恒重，计算稀土总量。

A.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。优先使用有证标准溶液。

A.2.1 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。A.2.2 氢氟酸 ($\rho=1.15\text{ g/mL}$)。A.2.3 高氯酸 ($\rho=1.67\text{ g/mL}$)。A.2.4 过氧化氢 [$\omega(\text{H}_2\text{O}_2) \geq 30\%$]。

A.2.5 盐酸 (1+1)。

A.2.6 氨水 (1+1)。

A.2.7 高氯酸洗液 (1+99)。

A.2.8 氢氟酸洗液 (2+98)。

A.2.9 盐酸洗液 (2+98)。

A.2.10 草酸溶液 (100 g/L)。

A.2.11 甲酚红溶液 (2 g/L)：2 g 甲酚红溶于 1 L 乙醇 (1+1) 中。

A.2.12 草酸洗液 (2 g/L)。

A.2.13 精密 pH 试纸 (0.5~5.0)。

A.3 仪器设备

A.3.1 分析天平，分度值 0.1 mg。

A.3.2 高温炉，温度上限不低于 1000 °C。

A.3.3 坩埚（铂坩埚或瓷坩埚），30 mL。

A.4 样品

样品应制备成碎屑状/颗粒状。

A.5 试验步骤

A.5.1 试料

称取 0.50 g 样品 (A.4)，精确至 0.0001 g。

A.5.2 平行试验

平行做两份试验。

A.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.4 测定

A.5.4.1 试料的溶解

将试料 (A.5.1) 置于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 水、10 mL 盐酸 (A.2.5)、0.5~1.0 mL 过氧化氢 (A.2.4)，盖上表面皿，低温加热至溶解完全，蒸发至 1 mL 左右。加入 20 mL 水，加热使盐类溶解至清。转移至 50 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。移取 20 mL 试液于 300 mL 聚四氟烧杯中。

A.5.4.2 沉淀分离

A.5.4.2.1 在试液 (A.5.4.1) 中加入适量纸浆，稍加热，边搅拌边小心加入 30 mL 氢氟酸 (A.2.2)，于 80 °C~90 °C 水浴保温 40 分钟，每隔 10 分钟搅拌一次。取下冷却后，用双层慢速定量滤纸过滤。用氢氟酸洗液 (A.2.8) 洗涤烧杯 3~4 次，用小块滤纸擦拭搅拌棒及烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀 10 次，再用去离子水洗涤沉淀 3~5 次，弃去滤液。

A.5.4.2.2 将沉淀 (A.5.4.2.1) 转移至 300 mL 聚四氟烧杯中，加入 30 mL 硝酸 (A.2.1)、10 mL 高氯酸 (A.2.3)，加热至冒高氯酸白烟，并蒸至近干，取下冷却。加入 10 mL 盐酸 (A.2.5)，加热溶解盐类。

A.5.4.2.3 将试液 (A.5.4.2.2) 用水稀释至约 100 mL，煮沸，取下，加入适量纸浆。在不断搅拌下加入 30 mL 近沸的草酸溶液 (A.2.10)，用盐酸 (A.2.5)、氨水 (A.2.6) 和精密 pH 试纸 (A.2.13) 调节 pH 为 2.0；或滴加 2 滴甲酚红溶液 (A.2.11)，用氨水 (A.2.6) 调至溶液呈桔黄色 (pH 2.0)。于 80 °C~90 °C 保温 40 min，冷却至室温，放置 2 h。

A.5.4.2.4 用慢速定量滤纸过滤，草酸洗液 (A.2.12) 洗涤烧杯 3~4 次，用小块滤纸擦拭搅拌棒及烧杯，将沉淀全部转移至滤纸上，洗涤沉淀 8~10 次。

A.5.4.3 灼烧、恒重

A.5.4.3.1 将沉淀连同滤纸放入 950 °C 灼烧至质量恒定的坩埚 (A.3.3) 中，低温加热，将沉淀和滤纸灰化。将坩埚和沉淀于 950 °C 高温炉中灼烧 1 h。将坩埚及烧成的稀土氧化物置于干燥器中，冷却至室温，称其质量。

A.5.4.3.2 重复 A.5.4.3.1 操作，直至坩埚连同烧成的稀土氧化物质量恒定。

A.6 试验数据处理

稀土总量以稀土金属（RE）质量分数 ω （RE）计，按式（A.1）计算：

$$\omega(RE) = \frac{[(m_2 - m_3) - (m_4 - m_5)]V}{V_0 m_1} \times \sum(k_i) \times 100\% \quad (A.1)$$

式中：

m_2 ——稀土氧化物与坩埚的质量，单位为克（g）；

m_3 ——空坩埚的质量，单位为克（g）；

m_4 ——随同试料空白与坩埚的质量，单位为克（g）；

m_5 ——随同试料空白的空坩埚的质量，单位为克（g）；

V ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

m_1 ——试料的质量，单位为克（g）；

k_i ——各稀土元素单质与其氧化物的换算系数，见表 A.1。

所得结果保留至小数点后两位，数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

表 A.1 换算系数

元素	k	元素	k
铽	0.8502	镝	0.8713

附录 B

(资料性)

钽合金靶材中稀土杂质的测定样品前处理及分析试液的制备 电感耦合等离子体发射光谱法

B.1 试剂

B.1.1 硝酸(1+1)。

B.1.2 盐酸(1+1)。

B.1.3 过氧化氢(30%)。

B.1.4 钽基体溶液:称取 29.4048 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化钽 [$w(\text{Tb}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$] 于 500 mL 烧杯中,加入 75 mL 硝酸(B.1.1),低温加热并滴加过氧化氢(B.1.3)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 50 mg 钽。

B.1.5 铝基体溶液:准确称取 1.0000 g 金属铝箔 [$w(\text{Al}) \geq 99.9\%$] (预先用稀盐酸浸泡,经无水乙醇清洗,用红外灯烘干)于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(B.1.2),滴加 2 mL 硝酸(B.1.1),低温溶解,冷却至室温,溶液移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 铝。

B.1.6 铜基体溶液:准确称取 1.0000 g 金属铜 ($w(\text{Cu}) \geq 99.9\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(B.1.1),低温加热至完全溶解,冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 铜。

B.1.7 镍基体溶液:准确称取 1.0000 g 金属镍 ($w(\text{Ni}) \geq 99.9\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(B.1.1),低温加热至完全溶解,冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 镍。

B.2 样品

样品应制备成碎屑状/颗粒状。

B.3 试验步骤

B.3.1 试料

称取 0.50 g 样品(B.2),精确至 0.0001 g。

B.3.2 平行试验

平行做两份试验。

B.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

B.3.4 测定

B.3.4.1 试料的溶解

将试料（B.3.1）置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓慢加入 10 mL 硝酸(B.1.1)，低温加热至试料完全溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，混匀。待测。

B.3.4.2 标准系列溶液基体的配制

表 B.1 铌合金基体匹配的配制

	各元素质量浓度/（ $\mu\text{g/mL}$ ）			
	铌铜合金	铌镍合金	铌铝合金	铌铜铝合金
基体元素	铌 4250/铜 750	铌 4250/镍 750	铌 4250/铝 750	铌 4250/铜 375/铝 375

附录 C

(资料性)

钨合金靶材中稀土杂质的测定样品前处理及分析试液的制备 电感耦合等离子体发射光谱法

C.1 试剂

C.1.1 硝酸(1+1)。

C.1.2 盐酸(1+1)。

C.1.3 钨基体溶液：称取 28.6928 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化钨 [$w(\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$] 于 500 mL 烧杯中，加入 75 mL 硝酸 (C.1.1)，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 50 mg 钨。

C.1.4 铝基体溶液：准确称取 1.0000 g 金属铝箔 [$w(\text{Al}) \geq 99.9\%$] (预先用稀盐酸浸泡，经无水乙醇清洗，用红外灯烘干) 于 200 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸 (C.1.2)，滴加 2 mL 硝酸 (C.1.1)，低温溶解，冷却至室温，溶液移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 铝。

C.1.5 铜基体溶液：准确称取 1.0000 g 金属铜 ($w(\text{Cu}) \geq 99.9\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸 (C.1.1)，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 铜。

C.1.6 镍基体溶液：准确称取 1.0000 g 金属镍 ($w(\text{Ni}) \geq 99.9\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸 (C.1.1)，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 镍。

C.2 样品

样品应制备成碎屑状/颗粒状。

C.3 试验步骤

C.3.1 试料

称取 0.20 g 样品 (C.2)，精确至 0.0001 g。

C.3.2 平行试验

平行做两份试验。

C.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

C.3.4 测定

C.3.4.1 试料的溶解

将试料（C.3.1）置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓慢加入 10 mL 硝酸(C.1.1)，低温加热至试料完全溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，混匀。待测。

C.3.4.2 标准系列溶液基体的配制

表 C.1 镉合金基体匹配的配制

	各元素质量浓度/（ $\mu\text{g/mL}$ ）			
	镉铜合金	镉镍合金	镉铝合金	镉铜铝合金
基体元素	镉 1700/铜 300	镉 1700/镍 300	镉 1700/铝 300	镉 1700/铜 150/铝 150

附录 D

(资料性)

铋/锕合金靶材中铝、铜、镍含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

D.1 方法原理

试料经硝酸溶解，在稀硝酸介质中加入钴（Co）作为内标元素，使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪进行测定。以待测元素与内标元素的光谱强度比进行定量，按工作曲线计算铝、铜、镍的质量分数。

D.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。优先使用有证标准溶液。

D.2.1 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

D.2.2 盐酸 ($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

D.2.3 硝酸 (1+1)。

D.2.4 盐酸 (1+1)。

D.2.5 铝标准贮存溶液：准确称取 0.2000 g 金属铝箔 [$w(\text{Al}) \geq 99.9\%$] (预先用稀盐酸浸泡，经无水乙醇清洗，用红外灯烘干) 于 200 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸 (D.2.4)，滴加 2 mL 硝酸 (D.2.3)，低温溶解，冷却至室温，溶液移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

D.2.6 铜标准贮存溶液：准确称取 0.2000 g 金属铜 ($w(\text{Cu}) \geq 99.9\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸 (D.2.3)，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

D.2.7 镍标准贮存溶液：准确称取 0.2000 g 金属镍 ($w(\text{Ni}) \geq 99.9\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸 (D.2.3)，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

D.2.8 钴内标贮存溶液：准确称取 0.2000 g 金属钴 ($w(\text{Co}) \geq 99.9\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸 (D.2.3)，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

D.2.9 钴内标工作溶液 (100 $\mu\text{g/mL}$)：移取 10.00 mL 钴内标贮存溶液 (D.2.8) 于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (D.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。

D.2.10 混合标准溶液：分别移取铝标准贮存溶液 (D.2.5)，铜标准贮存溶液 (D.2.6)，镍标准贮存溶液 (D.2.7) 各 10.00 mL 移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸 (D.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液为混合标准溶液，1 mL 含铝、铜、镍各 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

D.3 仪器设备

D.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，符合 JJG768 中检定规程和技术指标。

D.4 样品

样品应制备成碎屑状/颗粒状。

D.5 试验步骤

D.5.1 试料

称取 0.20 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。

D.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

D.5.4 测定

D.5.4.1 试料的溶解

D.5.4.1.1 将试料（D.5.1）置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓慢加入 10 mL 硝酸（D.2.3），低温加热至试料完全溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，混匀。

D.5.4.1.2 分取 5.00 mL 上述溶液（D.5.4.1.1）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（D.2.1），准确加入 10.00 mL 钴内标工作溶液（D.5.9），用水稀释至刻度，混匀，待测。

D.5.4.2 系列标准溶液的配制

移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 混合标准溶液（D.2.10）于一组 100 mL 容量瓶中，各加入 5 mL 硝酸（D.2.1），准确加入 10.00 mL 钴内标工作溶液（D.2.9），用水稀释至刻度，混匀，待测。

D.5.4.3 工作曲线的绘制与测定

D.5.4.3.1 推荐分析谱线波长

表 D.1 推荐分析谱线波长

元素	分析谱线波长 nm	内标谱线波长 nm
铝	237.312、257.509	237.862
铜	224.700、324.754	237.862
镍	216.555、231.604	237.862

D.5.4.3.2 工作曲线的绘制

在仪器最佳工作条件下，将系列标准溶液（D. 5. 4. 2）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。以待测元素与强度为纵坐标，系列标准溶液质量浓度为横坐标绘制工作曲线，线性相关系数应 ≥ 0.9995 。

D. 5. 4. 3. 3 空白试液的测定

在工作曲线（D. 5. 4. 3. 2）符合测定的要求后，将空白试验（D. 5. 3）用溶液用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液中待测元素的质量浓度。

D. 5. 4. 3. 4 分析试液的测定

在工作曲线（D. 5. 4. 3. 2）符合测定的要求后，将分析试液用溶液（D. 5. 4. 1. 2）用选定的分析谱线进行氩等离子体光谱测定。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出分析试液中待测元素的质量浓度。

D. 6 试验数据处理

D. 6. 1 被测元素的计算

被测元素的质量分数 w_x ，按式（D. 1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_2 - \rho_1) v_2 v_1 * 10^{-6}}{mv_3} \times 100\% \quad (D. 1)$$

式中：

ρ_2 ——试液中被测元素质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_1 ——空白试液中被测元素质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V_1 ——试液第一次定容体积， mL ；

V_2 ——试液第二次定容体积， mL ；

V_3 ——分取试液体积， mL ；

m ——试料质量， g 。

取平均值作为测定结果，数值修约按 GB/T 8170 执行。

附录 E

(资料性)

铽/镱合金靶材中非稀土杂质的测定样品前处理及分析试液的制备 电感耦合等离子体发射光谱法

E.1 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。优先使用有证标准溶液。

E.1.1 硝酸(1+1)。

E.1.2 盐酸(1+1)。

E.1.3 过氧化氢(30%)。

E.1.4 铽基体溶液：称取 29.4048 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铽 [$w(\text{Tb}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$] 于 500 mL 烧杯中，加入 75 mL 硝酸 (E.1.1)，低温加热并滴加过氧化氢 (E.1.3) 至溶解完全，冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 mg 铽。

E.1.5 镱基体溶液：称取 28.6928 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镱 [$w(\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$] 于 500 mL 烧杯中，加入 75 mL 硝酸 (E.1.1)，低温加热至溶解完全，冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 mg 镱。

E.1.6 铝基体溶液：准确称取 1.0000 g 金属铝箔 [$w(\text{Al}) \geq 99.9\%$] (预先用稀盐酸浸泡，经无水乙醇清洗，用红外灯烘干) 于 200 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸 (E.1.2)，滴加 2 mL 硝酸 (E.1.1)，低温溶解，冷却至室温，溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 铝。

E.1.7 铜基体溶液：准确称取 1.0000 g 金属铜 ($w(\text{Cu}) \geq 99.9\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸 (E.1.1)，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 铜。

E.1.8 镍基体溶液：准确称取 1.0000 g 金属镍 ($w(\text{Ni}) \geq 99.9\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸 (E.1.1)，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 镍。

E.2 样品

样品应制备成碎屑状/颗粒状。

E.3 试验步骤

E.3.1 试料

称取 0.50 g 样品 (E.2)，精确至 0.0001 g。

E.3.2 平行试验

平行做两份试验。

E.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

E.3.4 测定

E.3.4.1 分析试液的制备

E.3.4.1.1 将试料（E.3.1）置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓慢加入 10 mL 硝酸(E.1.1)，低温加热至试料完全溶解，冷却至室温，移入 50 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，摇匀。待测。

E.3.4.1.1 被测元素质量分数>0.0050%时，移取 10.00 mL（E.3.4.1.1）溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

E.3.4.2 标准系列溶液基体的配制

表 E.1 铋合金基体匹配的配制

	各元素质量浓度/（μg/mL）			
	铋铜合金	铋镍合金	铋铝合金	铋铜铝合金
基体元素	铋 850/铜 150	铋 850/镍 150	铋 850/铝 75	铋 850/铜 75/铝 75

表 E.2 镉合金基体匹配的配制

	各元素质量浓度/（μg/mL）			
	镉铜合金	镉镍合金	镉铝合金	镉铜铝合金
基体元素	镉 850/铜 150	镉 850/镍 150	镉 850/铝 150	镉 850/铜 75/铝 75

附录 F

(资料性)

铽/镱合金靶材中钙含量样品的前处理及分析试液的制备 电感耦合等离子体发射光谱法

F.1 试剂

F.1.1 硝酸(1+1)。

F.1.2 盐酸(1+1)。

F.1.3 过氧化氢(30%)。

F.1.4 铽基体溶液:称取 29.4048 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化铽 [$w(\text{Tb}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$, $w(\text{CaO}) < 0.0005\%$], 置于 500 mL 烧杯中, 加入 100 mL 水, 缓慢加入 75 mL 硝酸(F.1.1), 滴加过氧化氢(F.1.3)助溶。低温加热至溶解完全, 并赶尽气泡, 取下冷却至室温。溶液移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 铽。

F.1.5 镱基体溶液:称取 28.6928 g 经 900 °C 灼烧 1 h 的氧化镱 [$w(\text{Dy}_2\text{O}_3/\text{REO}) \geq 99.99\%$, $w(\text{REO}) \geq 99.5\%$, $w(\text{CaO}) < 0.0005\%$], 置于 500 mL 烧杯中, 加入 100 mL 水, 缓慢加入 75 mL 硝酸(F.1.1), 低温加热至溶解完全, 取下冷却至室温。溶液移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 50 mg 镱。

F.1.6 铝基体溶液:准确称取 1.0000 g 金属铝箔 [$w(\text{Al}) \geq 99.9\%$, $w(\text{Ca}) < 0.0005\%$] (预先用稀盐酸浸泡, 经无水乙醇清洗, 用红外灯烘干), 置于 200 mL 烧杯中, 加入 20 mL 盐酸(F.1.2), 滴加 2 mL 硝酸(F.1.1), 低温溶解, 冷却至室温, 溶液移入 200 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 铝。

F.1.7 铜基体溶液:准确称取 1.0000 g 金属铜 ($w(\text{Cu}) \geq 99.9\%$, $w(\text{Ca}) < 0.0005\%$), 置于 200 mL 烧杯中, 加入 20 mL 硝酸(F.1.1), 低温加热至完全溶解, 冷却至室温, 移入 200 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 铜。

F.1.8 镍基体溶液:准确称取 1.0000 g 金属镍 ($w(\text{Ni}) \geq 99.9\%$, $w(\text{Ca}) < 0.0005\%$), 置于 200 mL 烧杯中, 加入 20 mL 硝酸(F.1.1), 低温加热至完全溶解, 冷却至室温, 移入 200 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 镍。

F.2 样品

样品应制备成碎屑状/颗粒状。

F.3 试验步骤

F.3.1 试料

称取 0.50 g 样品(F.2), 精确至 0.0001 g。

F.3.2 平行试验

平行做两份试验。

F.3.3 空白试验

随同试料做空白试验。

F.3.4 分析试液的制备

F.3.4.1 将试料（F.3.1）置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓慢加入 15 mL 硝酸（F.1.1），低温加热至试料完全溶解，取下冷却至室温，移入 50 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度，混匀。

F.3.4.2 分取分析试液（F.3.4.1）10.00 mL 于容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，待测。

F.3.5 系列标准溶液基体匹配的配制

表 F.1 铽合金基体匹配的配制

	各元素质量浓度/（ $\mu\text{g/mL}$ ）			
	铽铜合金	铽镍合金	铽铝合金	铽铜铝合金
基体元素	铽 4250/铜 750	铽 4250/镍 750	铽 4250/铝 750	铽 4250/铜 375/铝 375

表 F.2 镝合金基体匹配的配制

	各元素质量浓度/（ $\mu\text{g/mL}$ ）			
	镝铜合金	镝镍合金	镝铝合金	镝铜铝合金
基体元素	镝 4250/铜 750	镝 4250/镍 750	镝 4250/铝 750	镝 4250/铜 375/铝 375