

钒铝、钼铝中间合金化学分析方法  
第14部分：痕量杂质元素含量的测定  
电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of vanadium-aluminium and  
molybdenum-aluminium master alloys—  
Part 14: Determination of trace impurities content—  
Inductively coupled plasma mass spectrometry

(讨论稿)

(在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上)

20××-××-××发布

20××-××-××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。

本文件是YS/T 1075《钒铝、钼铝中间合金化学分析方法》的第14部分。YS/T 1075已经发布了以下部分：

- 第1部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第2部分：钼量的测定 钼酸铅重量法；
- 第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第5部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第6部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第7部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第8部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第9部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第10部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第12部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第13部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- 第14部分：痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、西部超导材料科技股份有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、昆明冶金研究院、广西分析测试研究中心、立中四通轻合金集团股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司。

本文件主要起草人：

## 引 言

钒铝、钼铝中间合金是生产高性能钛合金的重要中间合金，其作用包括改善合金化条件、提高合金成分均匀度、克服偏析和不熔（难熔）金属夹杂以及减少金属烧损率。随着航空航天用等高端钛合金的发展，对钒铝、钼铝中间合金的主元素波动范围和杂质元素上限含量都提出了更为严苛的要求。YS/T 1075 旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的钒铝、钼铝中间合金化学分析方法标准，拟由十四部分组成。

- 第 1 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 2 部分：钼量的测定 钼酸铅重量法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第 7 部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第 8 部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 10 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第 12 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。
- 第 14 部分：痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件完善了钒铝、钼铝中间合金的生产产业链，对提升钒铝、钼铝中间合金在钛合金生产过程中的应用水平提供了有力支撑。

# 钒铝、钼铝中间合金化学分析方法

## 第 14 部分：痕量杂质元素含量的测定

### 电感耦合等离子体质谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

本文件规定了钒铝、钼铝中间合金中痕量杂质元素含量的测定方法。

本文件适用于钒铝中间合金中砷、硼、镉、铬、铜、汞、镁、锰、钼、铌、镍、磷、铅、锡、钽、钨、钇和锆含量的测定。测定范围：0.0001%~0.010%。

本文件适用于钼铝中间合金中砷、硼、铬、铜、汞、镁、锰、铌、镍、磷、铅、锡、钽、钨、钇和锆含量的测定。测定范围：0.0001%~0.010%。

#### 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试料用硝酸和氢氟酸溶解，以铟和钪为内标进行校正，用电感耦合等离子体质谱仪直接测定，按工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

#### 5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）。

5.3 氢氟酸（ $\rho=1.13\text{ g/mL}$ ）。

## YS/T 1075.14—20××

5.4 砷、硼、镉、铬、铜、汞、镁、锰、钼、铌、镍、磷、铅、锡、钽、钨、钇和锆标准贮存溶液：按 GB/T 602 配置或使用有证标准溶液，质量浓度为 1000  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.5 混合标准溶液 A：分别移取 1.00 mL 砷、硼、镉、铬、铜、汞、镁、锰、钼、铌、镍、磷、铅、锡、钽、钨、钇和锆标准贮存溶液（5.4）于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 2 mL 硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含砷、硼、镉、铬、铜、汞、镁、锰、钼、铌、镍、磷、铅、锡、钽、钨、钇和锆各 10  $\mu\text{g}$ 。

5.6 混合标准溶液 B：移取 10.00 mL 混合标准溶液 A（5.5）于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 2 mL 硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含砷、硼、镉、铬、铜、汞、镁、锰、钼、铌、镍、磷、铅、锡、钽、钨、钇和锆各 1  $\mu\text{g}$ 。

5.7 铟和铪内标贮存溶液：按 GB/T 602 配置或使用有证标准溶液，质量浓度为 1000  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.8 铟和铪内标溶液：分别移取 1.00 mL 铟和铪内标贮存溶液（5.7）于 1000 mL 塑料容量瓶内，补加 2 mL 硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含铟和铪各 1  $\mu\text{g}$ 。

5.9 高纯氩气（体积分数不低于 99.99%）。

## 6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于 0.8 amu  $\pm$  0.1 amu；配备耐氢氟酸进样系统。

6.2 待测元素和对应内标元素测定质量数见表 1。

表 1 待测元素和对应内标元素测定质量数

待测元素	内标元素	待测元素	内标元素	待测元素	内标元素
<sup>75</sup> As	<sup>45</sup> Sc	<sup>24</sup> Mg	<sup>45</sup> Sc	<sup>208</sup> Pb	<sup>169</sup> Tm
<sup>11</sup> B	<sup>45</sup> Sc	<sup>55</sup> Mn	<sup>45</sup> Sc	<sup>118</sup> Sn	<sup>169</sup> Tm
<sup>111</sup> Cd	<sup>169</sup> Tm	<sup>98</sup> Mo	<sup>45</sup> Sc	<sup>181</sup> Ta	<sup>169</sup> Tm
<sup>52</sup> Cr	<sup>45</sup> Sc	<sup>93</sup> Nb	<sup>45</sup> Sc	<sup>184</sup> W	<sup>169</sup> Tm
<sup>63</sup> Cu	<sup>45</sup> Sc	<sup>60</sup> Ni	<sup>45</sup> Sc	<sup>89</sup> Y	<sup>45</sup> Sc
<sup>202</sup> Hg	<sup>169</sup> Tm	<sup>31</sup> P	<sup>45</sup> Sc	<sup>90</sup> Zr	<sup>45</sup> Sc

## 7 样品

样品粒度应小于 500  $\mu\text{m}$ 。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取 0.10 g 样品（7），精确至 0.0001 g。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 8.4 测定

8.4.1 将试料(8.1)置于150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入2 mL 硝酸(5.2),2 mL 氢氟酸(5.3),低温加热至试料溶解完全,冷却。移入100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

8.4.2 按仪器工作条件,于电感耦合等离子体质谱仪上采用在线加入钪和铈内标溶液(5.8)的方式,测量试液(8.4.1)中各待测元素的计数,减去随同试料空白试验溶液(8.3)的计数,从工作曲线上计算出各待测元素的质量浓度。

#### 8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液B(5.6)于一系列100 mL 塑料容量瓶中,补加2 mL 硝酸(5.2),用水稀释至刻度,混匀。

8.5.2 采用电感耦合等离子体质谱仪在线加入钪和铈内标溶液(5.8)的方法依次进行测定,以被测元素的计数为纵坐标,被测元素的质量浓度为横坐标,绘制工作曲线。

### 9 试验数据处理

各待测元素含量以质量分数  $w_x$  计,按公式(1)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho_x$ ——试液中待测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升 (ng/mL);

$\rho_0$ ——空白试验溶液中待测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升 (ng/mL);

$V$ ——分析试液的体积,单位毫升 (mL);

$m$ ——试料质量,单位为克 (g)。

计算结果保留到小数点后四位,按 GB/T 8170 的规定修约。

### 10 精密度

#### 10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表2给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 重复性限

$w_x/\%$	0.0001	0.0010	0.0050	0.0100
As				
B				
Cd				
Cr				

表 2 重复性限 (续)

$w_x/\%$	0.0001	0.0010	0.0050	0.0100
Cu				
Hg				
Mg				
Mn				
Mo				
Nb				
Ni				
P				
Pb				
Sn				
Ta				
W				
Y				
Zr				

## 10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 ( $R$ )，超过再现性限 ( $R$ ) 的情况不超过 5%，再现性限 ( $R$ ) 按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_x/\%$	0.0001	0.0010	0.0050	0.0100
As				
B				
Cd				
Cr				
Cu				
Hg				
Mg				
Mn				
Mo				
Nb				
Ni				



表 3 再现性限 (续)

wx/%	0.0001	0.0010	0.0050	0.0100
P				
Pb				
Sn				
Ta				
W				
Y				
Zr				

## 11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容:

- 试验对象;
- 本文件编号;
- 结果;
- 与基本分析步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

