

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

编

制

说

明

(讨论稿)

《钒铝、钼铝中间合金化学分析方法》编制组

2022 年 3 月

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

编制说明

一、 工作简况

1.1 任务来源

根据《关于印发 2020 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》【工信厅科函（2020）263 号】，由西安汉唐分析检测有限公司负责起草《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》行业标准。项目计划编号为 2020-1557T-YS，项目周期为 24 个月，计划完成年限为 2022 年，归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1.2 主要参加单位和工作成员及其所做的工作

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：。

西安汉唐分析检测有限公司作为标准起草负责单位，在工作前期，对钒铝、钼铝中间合金的检测需求和现阶段国内外检测方法现状进行了充分的调研和梳理，并制定了系统的研究方案。在标准制定过程中，完成了试验样品的搜集和分发；完成了分析方法的研究工作；撰写了标准文件、研究报告和编制说明；完成了数据分析统计工作；广泛征求了国内同行试验室及相关企业的意见。

国标(北京)检验认证有限公司为第一验证单位，在标准制定过程中对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行了验证。同时，提供了试验样品的精密度数据，对标准文件、研究报告和编制说明提出了相应的修改建议。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）测试评价有限公司为第二验证单位，在标准制定过程中对试验样品进行了测试，提供了精密度数据，并对标准文件提出了修改建议。

1.3 主要工作过程

西安汉唐分析检测有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

1.3.1 起草阶段

(1) 2021 年 4 月，接到【工信厅科函（2020）263 号】文件通知。

(2) 2021 年 4 月，在贵阳有色金属标准工作会议上，形成《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》标准任务落实会会议纪要，确定了由国标(北京)检验认证有限公司为第一验证单位，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、金堆城铝业股份有限公司、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)测试评价有限公司为第二验证单位。

(3) 2021年5月, 组建《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》起草小组: 撰写开题报告, 落实课题组长及课题成员的任务, 确定标准编审原则。

(4) 2022年1月, 完成相应分析方法样品的收集和相关研究工作, 形成讨论稿、研究报告、征求意见表等, 交国标(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、金堆城铝业股份有限公司、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, 并连同验证样品一起分别寄往各验证单位。

(5) 2022年3月, 陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见, 对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理, 对讨论稿进行修改, 完善试验报告, 撰写编制说明。

二、 标准化文件编制原则

2.1 符合性: 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》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分: 试验方法标准》、GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行了编写。

2.2 合理性: 反映当前国内各生产企业的技术水平, 宜于应用, 经济上合理, 兼顾现有资源的合理配置。

2.3 先进性: 本文件涉及的内容, 技术水平不低于当前国内先进水平。

三、 标准主要内容的确定依据

本文件为首次制定, 是在充分调研了生产实际水平后完成的。起草单位和第一验证单位就测定同位素、内标元素、检出限和检测下限进行了研究。

3.1 试样溶解方法的选择

钒铝、钼铝中间合金可用硝酸-氢氟酸或硝酸-盐酸进行溶解。本实验对这两种溶样方式进行了优化选择。其中, 盐酸介质会对待测元素 As 的测定产生质谱干扰, 需要应用反应加氧模式来消除干扰, 但会大大降低 As 的灵敏度, 故本实验优先选择硝酸-氢氟酸溶解样品。但考虑到氢氟酸介质可能影响稀土元素 Y 的测定, 实验对三种不同酸介质的 50 ng/mL Y 标准溶液进行检测, 实验结果见表 1。由表中数据可见, 氢氟酸介质并不会影响低含量稀土元素 Y 的测定, 故本实验选择硝酸-氢氟酸对样品进行溶解。

图 1 氢氟酸对 Y 元素测定影响

溶液介质	2% HNO ₃	2% HNO ₃ +1% HF	2% HNO ₃ +2% HF
测定浓度 ng/mL	50.79	50.78	50.81

3.2 测定同位素选择

按照被测元素同位素丰度高和无干扰的原则进行待测元素同位素选择, 各元素测定同位素如表 2 所示。

表 2 待测元素同位素

元素	同位素 amu	天然丰度 %	检测模式
As	75	100.00	标准模式
B	11	80.10	标准模式
Cd	111	12.80	标准模式
Cr	52	83.79	标准模式
Cu	63	69.17	标准模式
Hg	202	29.86	标准模式
Mg	24	78.99	标准模式
Mn	55	100.00	标准模式
Mo	98	24.13	标准模式
Nb	93	100.00	标准模式
Ni	60	26.22	标准模式
P	31	100.00	标准模式
Pb	208	100.00	标准模式
Sc	45	/	标注模式
Sn	118	24.20	标准模式
Ta	181	99.98	标准模式
Tm	169	/	标准模式
W	184	30.64	标准模式
Y	89	100.00	标准模式
Zr	90	51.45	标准模式

3.3 内标元素选择

质谱法中的基体效应是指在对样品进行测定过程中，因为基体浓度大而形成了非谱线干扰，会促使待测元素信号强度增强或降低。目前应用最多的解决方法是在实验过程中，使用一种或多种内标来修正基体影响，从而保证实验结果的准确性和稳定性。因为钒铝、钼铝中间合金待测元素的质量数跨度比较大，从 11 到 208，故本实验选择了质量数有明显差异的两种内标： ^{45}Sc 和 ^{169}Tm ，并根据“质量数相近”原则来选择内标元素，具体的内标选择见表 3。

表 3 内标元素

内标元素	^{45}Sc	^{169}Tm
待测元素	As, B, Cr, Cu, Mg, Mn, Mo, Nb, Ni, P, Y, Zr	Cd, Hg, Pb, Sn, Ta, W

3.4 检出限和检测下限

实验对 11 份全流程空白溶液进行测定，计算标准偏差，以 3 倍标准偏差作为检出限，10 倍标准偏差作为检测下限，各元素检出限和检测下限统计结果见表 4。由表中数据可见，各元素的检出限和检测下限均可满足方法测定范围的要求。

表 4 检出限和检测下限

元素	空白测定平均值 ng/mL	标准偏差 ng/mL	检出限 ng/mL	检测下限 ng/mL
As	0.02	0.01	0.03	0.1
B	0.06	0.03	0.09	0.3
Cd	0.06	0.06	0.18	0.6
Cr	0.12	0.04	0.12	0.4
Cu	0.04	0.01	0.03	0.1
Hg	0.12	0.03	0.09	0.3
Mg	0.10	0.05	0.15	0.5
Mn	0.10	0.05	0.15	0.5
Mo	0.01	0.05	0.15	0.5
Nb	0.02	0.07	0.21	0.7
Ni	0.10	0.01	0.03	0.1
P	0.03	0.01	0.03	0.1
Pb	0.05	0.04	0.12	0.4
Sn	0.10	0.05	0.15	0.5
Ta	0.11	0.01	0.03	0.1
W	0.10	0.05	0.15	0.5
Y	0.03	0.01	0.03	0.1
Zr	0.04	0.01	0.03	0.1

3.5 精密度和准确度试验

3.5.1 精密度

按照实验方法，对收集到的钒铝中间合金 1#样品、钼铝中间合金 1#样品进行精密度实验，连续测定 7 次各杂质元素含量，结果见表 5 和表 6（/表示未检出）。

由于所收集到的钒铝、钼铝中间合金样品中杂质元素含量较低，实验进行加标合成样品。即在称完样品后直接在相应烧杯中加入 1 μg 、5 μg 、7 μg 混合标液，合成样品 2#、3#和 4#。按相同的检测方法对合成样品进行精密度实验。测定结果见表 7 和表 8。需要特殊说明的是，钒铝 3#、4#合成样品中钼元素含量素超过 0.010%；钒铝、钼铝 4#合成样品中有部分元素超过 0.010%，对于超过检测范围的元素不进行检测，并用-标示。

表 5 钒铝样品 1#精密度实验

元素	测定值 %	平均值 %	SD %	RSD %
As	0.00032, 0.00030, 0.00032, 0.00032, 0.00031, 0.00032, 0.00031	0.00031	7.87E-06	2.50
B	0.0020, 0.0019, 0.0019, 0.0019, 0.0021, 0.0020, 0.0019	0.0020	7.87E-05	4.02
Cd	/	/		
Cr	0.0049, 0.0005, 0.0049, 0.0050, 0.0049, 0.0050, 0.0049	0.0049	5.34E-05	1.08
Cu	0.00018, 0.00017, 0.00018, 0.00019, 0.00018, 0.00018, 0.00018	0.00018	5.77E-06	3.21
Hg	/	/		
Mg	/	/		
Mn	0.0014, 0.0015, 0.0015, 0.0014, 0.0014, 0.0016, 0.0014	0.0015	7.86E-05	5.40
Mo	0.0080, 0.0078, 0.0078, 0.0079, 0.0078, 0.0078, 0.0079	0.0079	7.86E-05	1.00
Nb	0.00013, 0.00012, 0.00013, 0.00012, 0.00013, 0.00013, 0.00012	0.00013	5.34E-06	4.25
Ni	0.0023, 0.0023, 0.0023, 0.0024, 0.0024, 0.0025, 0.0024	0.0024	7.55E-05	3.19
P	0.0011, 0.0011, 0.0012, 0.0012, 0.0011, 0.0013, 0.0012	0.0012	7.55E-05	6.45
Pb	/	/		
Sn	0.00012, 0.0001, 0.00011, 0.0001, 0.0001, 0.0001, 0.00012	0.00011	9.51E-06	8.88
Ta	0.00014, 0.00013, 0.00013, 0.00014, 0.00014, 0.00015, 0.00013	0.00014	7.55E-06	5.51
W	0.0012, 0.0013, 0.0013, 0.0013, 0.0012, 0.0012, 0.0013	0.0013	5.16E-05	4.08
Y	/	/	/	/
Zr	/	/	/	/

表 6 钼铝样品 1#精密度实验

元素	测定值 %	平均值 %	SD %	RSD %
As	/	/	/	/
B	0.00038, 0.00037, 0.00038, 0.00038, 0.00039, 0.00038, 0.00037	0.00038	6.90E-06	1.82
Cr	0.0013, 0.0011, 0.0012, 0.0012, 0.0011, 0.0011, 0.0011	0.0012	7.86E-05	6.80
Cu	0.00023, 0.00024, 0.00024, 0.00023, 0.00023, 0.00024, 0.00023	0.00023	5.34E-06	2.28
Hg	/	/	/	/
Mg	0.0017, 0.0018, 0.0017, 0.0017, 0.0018, 0.0016, 0.0018	0.0017	7.55E-05	4.37
Mn	0.0027, 0.0027, 0.0028, 0.0027, 0.0028, 0.0027, 0.0027	0.0027	4.87E-05	1.79
Nb	0.00027, 0.00028, 0.00027, 0.00027, 0.00028, 0.00027, 0.00027	0.00027	4.87E-06	1.79
Ni	0.0028, 0.0027, 0.0028, 0.0028, 0.0028, 0.0028, 0.0028	0.0028	3.77E-05	1.36
P	/	/	/	/

表 6 钼铝样品 1#精密度实验 (续)

元素	测定值 %	平均值 %	SD %	RSD %
Pb	/	/	/	/
Sn	0.0003, 0.00029, 0.00029, 0.00028, 0.00029, 0.00029, 0.0003	0.00029	6.90E-06	2.37
Ta	0.00011, 0.00011, 0.00012, 0.00012, 0.00012, 0.00011, 0.00011	0.00011	5.34E-06	4.68
W	0.0013, 0.0013, 0.0012, 0.0012, 0.0013, 0.0012, 0.0013	0.0013	5.34E-05	4.25
Y	/	/	/	/
Zr	/	/	/	/

表 7 钒铝合成样品精密度实验

样品	元素	测定值 %	平均值 %	SD %	RSD %
2#	As	0.0012, 0.0013, 0.0013, 0.0014, 0.0013, 0.0013, 0.0013	0.0013	5.77E-05	4.44
	B	0.0032, 0.0031, 0.0032, 0.0031, 0.0029, 0.0028, 0.0028	0.0030	0.000177	5.88
	Cd	0.0010, 0.0011, 0.0011, 0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0010	0.0010	5.35E-05	5.13
	Cr	0.0059, 0.0059, 0.0057, 0.0060, 0.0059, 0.0058, 0.0059	0.0059	9.51E-05	1.62
	Cu	0.0011, 0.0011, 0.0013, 0.0012, 0.0011, 0.0013, 0.0011	0.0012	9.51E-05	8.12
	Hg	0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0009, 0.0010, 0.0009, 0.0010	0.0009	6.90E-05	7.00
	Mg	0.0010, 0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0009, 0.0010, 0.0010	0.0010	5.77E-05	5.77
	Mn	0.0026, 0.0025, 0.0024, 0.0026, 0.0024, 0.0023, 0.0024	0.0025	0.000113	4.61
	Mo	0.0089, 0.0090, 0.0090, 0.0089, 0.0091, 0.0090, 0.0090	0.0090	6.90E-05	0.77
	Nb	0.0010, 0.0011, 0.0009, 0.0001, 0.0009, 0.0011, 0.0010	0.0011	8.16E-05	8.16
	Ni	0.0036, 0.0034, 0.0036, 0.0034, 0.0035, 0.0034, 0.0034	0.0035	9.51E-05	2.74
	P	0.0021, 0.0023, 0.0023, 0.002, 0.0021, 0.0022, 0.0021	0.0022	0.000113	5.26
	Pb	0.0011, 0.0009, 0.0010, 0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0010	0.0010	6.90E-05	6.80
	Sn	0.0012, 0.0011, 0.0010, 0.0010, 0.0012, 0.0010, 0.0010	0.0011	9.51E-05	8.88
	Ta	0.0010, 0.0012, 0.0010, 0.0011, 0.0011, 0.0010, 0.0010	0.0011	7.87E-05	7.44
	W	0.0022, 0.0023, 0.0024, 0.0022, 0.0023, 0.0022, 0.0022	0.0023	7.87E-05	3.49
Y	0.0011, 0.0010, 0.0011, 0.0009, 0.0010, 0.0010, 0.0009	0.0010	8.16E-05	8.16	
Zr	0.0011, 0.0009, 0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0011, 0.0011	0.0010	7.87E-05	7.54	
3#	As	0.0053, 0.0051, 0.0053, 0.0054, 0.0051, 0.0053, 0.0053	0.0053	0.000113	2.16
	B	0.0070, 0.0071, 0.0073, 0.0072, 0.0069, 0.0070, 0.0071	0.0070	0.000135	1.91
	Cd	0.0054, 0.0052, 0.0051, 0.0052, 0.0053, 0.0052, 0.0052	0.0052	9.51E-05	1.82

表7 钒铝合成样品精密度实验 (续)

3#	Cr	0.0099, 0.0097, 0.0098, 0.0099, 0.010, 0.0099, 0.0099	0.0099	9.51E-05	0.97
	Cu	0.0051, 0.0053, 0.0051, 0.0052, 0.0051, 0.0048, 0.0051	0.0051	0.000153	3.00
	Hg	0.0051, 0.0052, 0.0051, 0.0051, 0.0049, 0.0051, 0.0051	0.0051	9E-05	1.77
	Mg	0.0051, 0.0051, 0.0051, 0.0051, 0.0047, 0.0052, 0.0049	0.0050	0.000170	3.40
	Mn	0.0065, 0.0063, 0.0066, 0.0065, 0.0065, 0.0067, 0.0065	0.0065	0.000121	1.87
	Mo	-	-	-	-
	Nb	0.0052, 0.0051, 0.0052, 0.0053, 0.0052, 0.0051, 0.0051	0.0052	7.56E-05	1.46
	Ni	0.0073, 0.0073, 0.0077, 0.0078, 0.0075, 0.0074, 0.0073	0.0075	0.000206	2.76
	P	0.0061, 0.0066, 0.0062, 0.0064, 0.0062, 0.006, 0.0062	0.0062	0.000199	3.18
	Pb	0.0052, 0.0047, 0.0049, 0.0052, 0.0049, 0.0049, 0.0050	0.0049	0.000180	3.62
	Sn	0.0051, 0.0054, 0.0052, 0.0051, 0.0048, 0.0051, 0.0051	0.0051	0.000177	3.48
	Ta	0.0054, 0.0052, 0.0051, 0.0051, 0.0053, 0.0051, 0.0048	0.0051	0.000190	3.70
	W	0.0066, 0.0065, 0.0065, 0.0064, 0.0062, 0.0061, 0.0067	0.0064	0.000214	3.33
	Y	0.0047, 0.0051, 0.0051, 0.0046, 0.0051, 0.0051, 0.0047	0.0049	0.000234	4.76
Zr	0.0051, 0.0052, 0.0047, 0.0048, 0.0051, 0.0051, 0.0050	0.0050	0.000183	3.65	
4#	As	0.0068, 0.0077, 0.0078, 0.0077, 0.0079, 0.0084, 0.0079	0.0077	0.000479	6.19
	B	-	-	-	-
	Cd	0.0069, 0.0078, 0.0074, 0.0072, 0.0075, 0.007, 0.0075	0.0073	0.000315	4.30
	Cr	-	-	-	-
	Cu	0.0075, 0.0073, 0.0073, 0.0077, 0.0078, 0.0075, 0.0074	0.0075	0.000191	2.559
	Hg	0.0069, 0.0068, 0.0067, 0.0068, 0.0067, 0.0079, 0.0064	0.0069	0.000474	6.89
	Mg	0.0077, 0.0074, 0.0077, 0.0074, 0.0078, 0.0071, 0.0068	0.00749	0.000363	4.89
	Mn	0.0087, 0.0082, 0.0084, 0.0097, 0.0083, 0.0087, 0.0087	0.0087	0.000499	5.76
	Mo	-	-	-	-
	Nb	0.0074, 0.0077, 0.0074, 0.0077, 0.0077, 0.0077, 0.0067	0.0075	0.000368	4.93
	Ni	-	-	-	-
	P	-	-	-	-
	Pb	0.0073, 0.0072, 0.0075, 0.007, 0.0073, 0.0075, 0.0072	0.0073	0.000177	2.43
	Sn	0.0076, 0.0074, 0.0077, 0.008, 0.0077, 0.0073, 0.0069	0.0075	0.000353	4.70
	Ta	0.0069, 0.0062, 0.0067, 0.0068, 0.0077, 0.0069, 0.0073	0.0069	0.000472	6.81
W	-	-	-	-	
Y	0.0077, 0.0068, 0.0077, 0.0069, 0.0074, 0.0077, 0.0074	0.0074	0.000382	5.18	
Zr	0.0077, 0.0078, 0.0075, 0.0074, 0.0068, 0.0072, 0.0075	0.0074	0.000334	4.50	

表 8 钼铝合成样品精密度实验

样品	元素	测定值 %	平均值 %	SD %	RSD %
2#	As	0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0009, 0.0010, 0.0010, 0.0010	0.0010	5.77E-05	5.77
	B	0.0014, 0.0014, 0.0016, 0.0013, 0.0014, 0.0014, 0.0014	0.0014	9.00E-05	6.36
	Cr	0.0023, 0.0026, 0.0023, 0.0021, 0.0022, 0.0023, 0.0023	0.0023	0.000153	6.64
	Cu	0.0012, 0.0011, 0.0012, 0.0014, 0.0012, 0.0012, 0.0012	0.0012	9E-05	7.41
	Hg	0.0009, 0.0010, 0.0009, 0.0011, 0.0012, 0.0010, 0.0011	0.0010	9.84E-05	9.47
	Mg	0.0027, 0.0025, 0.0027, 0.0028, 0.0029, 0.0027, 0.0027	0.0027	0.000121	4.48
	Mn	0.0037, 0.0039, 0.0037, 0.0035, 0.0036, 0.0037, 0.0037	0.0037	0.000121	3.30
	Nb	0.0013, 0.0015, 0.0013, 0.0011, 0.0013, 0.0012, 0.0013	0.0013	0.000121	9.45
	Ni	0.0038, 0.004, 0.0038, 0.0036, 0.0037, 0.0038, 0.0038	0.0038	0.000121	3.20
	P	0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0011, 0.0011, 0.0012, 0.0011	0.0011	6.90E-05	6.36
	Pb	0.0010, 0.0012, 0.0011, 0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0010	0.0010	7.87E-05	7.44
	Sn	0.0013, 0.0012, 0.0014, 0.0012, 0.0012, 0.0012, 0.0014	0.0013	9.51E-05	7.48
	Ta	0.0012, 0.0010, 0.0011, 0.0011, 0.0010, 0.0011, 0.0010	0.0011	7.56E-05	7.06
	W	0.0023, 0.0021, 0.0022, 0.0023, 0.0023, 0.0026, 0.0023	0.0023	0.000153	6.64
Y	0.0011, 0.0011, 0.0010, 0.0010, 0.0010, 0.0011, 0.0010	0.0010	5.35E-05	5.13	
Zr	0.0010, 0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0011, 0.0010, 0.0011	0.0010	5.35E-05	5.13	
3#	As	0.0049, 0.0050, 0.0047, 0.0049, 0.0052, 0.0049, 0.0049	0.0049	0.00015	3.04
	B	0.0053, 0.0055, 0.0053, 0.0052, 0.0053, 0.0053, 0.0053	0.0053	9.00E-05	1.69
	Cr	0.0062, 0.0060, 0.0063, 0.0062, 0.0064, 0.0062, 0.0062	0.0062	0.000121	1.96
	Cu	0.0052, 0.0051, 0.0051, 0.0053, 0.0052, 0.0052, 0.0050	0.0052	9.76E-05	1.89
	Hg	0.0051, 0.0053, 0.0052, 0.0052, 0.0052, 0.0053, 0.0052	0.0052	6.90E-05	1.32
	Mg	0.0068, 0.0065, 0.0069, 0.0068, 0.0068, 0.0068, 0.0067	0.0068	0.000127	1.88
	Mn	0.0077, 0.0074, 0.0077, 0.0078, 0.0077, 0.0077, 0.0077	0.0077	0.000125	1.63
	Nb	0.0056, 0.0052, 0.0053, 0.0054, 0.0053, 0.0053, 0.0053	0.0053	0.000127	2.38
	Ni	0.0078, 0.0077, 0.0078, 0.0077, 0.0079, 0.0084, 0.0079	0.0079	0.000241	3.06
	P	0.0052, 0.0052, 0.0051, 0.0053, 0.0055, 0.0053, 0.0052	0.0053	0.000127	2.42
	Pb	0.0047, 0.0049, 0.0051, 0.0049, 0.0053, 0.0047, 0.0050	0.0049	0.000215	4.34
	Sn	0.0053, 0.0052, 0.0055, 0.0050, 0.0053, 0.0055, 0.0052	0.0053	0.000177	3.35
	Ta	0.0051, 0.0050, 0.0052, 0.0050, 0.0052, 0.0053, 0.0051	0.0051	0.000111	2.17
	W	0.0062, 0.0064, 0.0062, 0.0065, 0.0060, 0.0062, 0.0062	0.0062	0.000162	2.59
Y	0.0052, 0.0053, 0.0050, 0.0053, 0.0051, 0.0051, 0.0050	0.0051	0.000127	2.47	

表 8 钼铝合成样品精密度实验

样品	元素	测定值 %	平均值 %	SD %	RSD %
3#	Zr	0.0047, 0.0049, 0.0052, 0.0049, 0.0049, 0.0053, 0.0053	0.0050	0.000236	4.69
4#	As	0.0072, 0.0075, 0.0073, 0.0077, 0.0067, 0.0078, 0.0069	0.0073	0.000404	5.54
	B	0.0075, 0.0073, 0.0073, 0.0077, 0.0078, 0.0075, 0.0074	0.0075	0.000191	2.55
	Cr	0.0083, 0.0082, 0.0085, 0.0080, 0.0085, 0.0083, 0.0083	0.0083	0.000173	2.09
	Cu	0.0071, 0.0072, 0.0073, 0.0080, 0.0073, 0.0071, 0.0074	0.0073	0.000310	4.22
	Hg	0.0077, 0.0068, 0.0075, 0.0074, 0.0074, 0.0077, 0.0074	0.0074	0.000302	4.08
	Mg	-	-	-	-
	Mn	-	-	-	-
	Nb	0.0074, 0.0068, 0.0072, 0.0075, 0.0073, 0.0072, 0.0075	0.0073	0.000243	3.34
	Ni	-	-	-	-
	P	0.0072, 0.0075, 0.0070, 0.0073, 0.0077, 0.0077, 0.0068	0.0073	0.000344	4.70
	Pb	0.0062, 0.0067, 0.0068, 0.0077, 0.0069, 0.0062, 0.0069	0.0068	0.000509	7.52
	Sn	0.0073, 0.0080, 0.0073, 0.0071, 0.0077, 0.0068, 0.0064	0.0072	0.000535	7.39
	Ta	0.0082, 0.0074, 0.0077, 0.0073, 0.0077, 0.0075, 0.0073	0.0076	0.000318	4.20
	W	0.0077, 0.0084, 0.0084, 0.0077, 0.0080, 0.0085, 0.0079	0.0081	0.000344	4.25
Y	0.0075, 0.0070, 0.0073, 0.0077, 0.0074, 0.0077, 0.0074	0.0074	0.000243	3.27	
Zr	0.0072, 0.0075, 0.0070, 0.0075, 0.0072, 0.0075, 0.0073	0.0073	0.000195	2.67	

3.5.2 准确度分析

通过合成样品实验，同时可计算出加标回收率，结果见表 9 和表 10。从表中数据可看出，各元素的加标回收率均在 92.7%~109.2%之间，说明方法准确。

表 9 钒铝加标回收率 (%)

元素	样品中各元素含量 µg	2#样品 (加 1 µg)		3#样品 (加 5 µg)		4#样品 (加 7 µg)	
		测得值 µg	回收率 %	测得值 µg	回收率 %	测得值 µg	回收率 %
As	0.31	1.30	9.88	5.30	9.97	7.74	10.61
B	2.00	3.00	10.02	7.01	10.02	-	-
Cd	0.00	1.02	10.21	5.21	10.41	7.33	10.47
Cr	4.92	5.92	10.01	9.92	10.00	-	-
Cu	0.18	1.18	9.96	5.12	9.88	7.50	10.45
Hg	0.00	0.93	9.27	5.10	10.19	6.89	9.84
Mg	0.00	0.99	9.86	4.99	9.98	7.41	10.59

表9 钒铝加标回收率 (%)

元素	样品中各元素含量 μg	2#样品 (加 1 μg)		3#样品 (加 5 μg)		4#样品 (加 7 μg)	
		测得值 μg	回收率 %	测得值 μg	回收率 %	测得值 μg	回收率 %
Mn	1.52	2.54	10.18	6.51	9.98	8.67	10.20
Mo	7.94	9.01	10.08	-	-	-	-
Nb	0.13	1.13	9.95	5.19	10.11	7.47	10.48
Ni	2.42	3.49	10.69	7.51	10.18	-	-
P	1.21	2.22	10.10	6.23	10.04	-	-
Pb	0.00	0.98	9.77	4.87	9.73	7.29	10.41
Sn	0.11	1.12	10.13	5.12	10.02	7.51	10.57
Ta	0.14	1.14	10.06	5.14	10.00	6.93	9.70
W	1.31	2.32	10.14	6.43	10.24	-	-
Y	0.00	0.97	9.65	4.88	9.76	7.37	10.53
Zr	0.00	1.02	10.20	4.96	9.91	7.41	10.59

表10 钼铝加标回收率 (%)

元素	样品中各元素含量 μg	2#样品 (加入 1 μg)		3#样品 (加入 5 μg)		4#样品 (加入 7 μg)	
		测得值 μg	回收率 %	测得值 μg	回收率 %	测得值 μg	测得值 μg
As	0.00	1.05	10.48	4.88	9.75	7.30	10.43
B	0.38	1.39	10.09	5.27	9.77	7.50	10.16
Cr	1.20	2.27	10.61	6.17	9.92	8.30	10.12
Cu	0.23	1.22	9.96	5.20	9.95	7.34	10.16
Hg	0.00	1.04	10.39	5.23	10.46	7.41	10.59
Mg	1.67	2.69	10.23	6.75	10.17	-	-
Mn	2.71	3.72	10.11	7.69	9.96	-	-
Nb	0.27	1.26	9.94	5.32	10.10	7.27	10.00
Ni	2.83	3.82	9.90	7.86	10.07	-	-
P	0.00	1.09	10.92	5.32	10.64	7.31	10.45
Pb	0.00	1.02	10.22	4.89	9.98	6.77	9.67
Sn	0.29	1.26	9.62	5.28	9.98	7.23	9.92
Ta	0.11	1.10	9.88	5.10	9.98	7.59	10.67
W	1.31	2.34	10.31	6.23	9.84	8.09	9.74
Y	0.00	1.02	10.16	5.11	10.22	7.43	10.61
Zr	0.00	1.04	10.37	4.99	9.97	7.31	10.45

3.6 主要试验（或验证）的分析、综述报告

3.6.1 实验室间数据比对结果汇总

在完成相关条件试验后，各参编单位按照 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》中关于精密度的要求，对4个钒铝、钼铝中间合金中的杂质元素含量进行了平行测定，实验结果见表11。在汇总数据后，西安汉唐分析检测有限公司按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》，对10家参编单位的试验验证数据进行统计计算，重复性限和再现性限分别见表12和表13。

表 11 实验室间数据比对

试验单位		水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
汉唐	平均值/%				
	RSD/%				
国标	平均值/%				
	RSD/%				
广东	平均值/%				
	RSD/%				
超导	平均值/%				
	RSD/%				
钢研	平均值/%				
	RSD/%				
金堆城	平均值/%				
	RSD/%				
昆明	平均值/%				
	RSD/%				
广西	平均值/%				
	RSD/%				
立中	平均值/%				
	RSD/%				
青岛	平均值/%				
	RSD/%				

3.6.2 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12给出的平均值范围内，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 ）情况不超过5%。重复性限（ r ）按表12数据采用线性内插法或外延法求得。

表 12 重复性限

$w_x/\%$				
$r/\%$				

3.6.3 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 13 给出的平均值范围内，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) 情况不超过 5%。再现性限 (R) 按表 13 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 13 再现性限

$w_x/\%$				
$R/\%$				

四、 标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

五、 预期达到的社会效益等情况

5.1 标准的必要性

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。

钒铝、钼铝中间合金中的微量杂质元素是影响产品质量的重要控制指标，随着航空航天用等高端钛合金的发展，对钒铝、钼铝中间合金杂质元素含量提出了更为严苛的要求。因此，制订钒铝、钼铝中间合金中杂质元素含量的测定方法标准，是保证钒铝、钼铝中间合金产品质量的关键，对推动钛合金生产规模化、简单化起到非常关键的作用。

5.2 标准的预期作用

标准充分考虑了我国钒铝、钼铝中间合金生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平。根据实际需求进行了大量相关实验，最终形成了本标准文件。本标准操作简便、快速，分析结果准确、可靠，代表了我国在钒铝、钼铝中间合金检测领域的最高水平。本标准颁布执行后，有利于生产采用统一的分析方法开展产品质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

六、 采用国际标准和国外先进标准的情况

6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

6.4 标准水平分析

本标准的建立提升了检测效率，有利于生产单位生产效率的提高，标准总体达到了国内先进水平。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为行业标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了钒铝、钼铝中间合金中杂质元素的测定，有利用整个行业分析水平的提升，为钛合金大规模生产中使用中间合金提供了质量保证。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

十一、废止现行有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其它标准的建议。

十二、其他应予说明的事项

无。

《钒铝、钼铝中间合金化学分析方法》编写组
2022年3月