镍基合金粉化学分析方法

第10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

（征求意见稿）

国标（北京）检验认证有限公司

2025年6月

一、工作简况

1、任务来源

2024年12月，工业和信息化部办公厅关于印发2024年第六批行业标准制修订计划的通知（工信厅科函〔2024〕503号），其中行业标准《镍基合金粉化学分析方法 第 10 部分：痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》计划编号2024-2121T-YS，周期12个月，完成年限2025年。

1. 项目的目的和意义

镍基合金粉是市场上广泛应用的一种合金粉末，分高硬度与低硬度两个种类。高硬度耐磨防腐，低硬度修复再加工。镍基合金粉具有耐腐蚀、抗氧化性、耐热、耐磨损等特点，并具有良好的冲击韧性，熔点低，固液相温度区间宽，对多种基体和WC颗粒具有较强的润湿能力，主要用于零件的耐磨、防腐、防锈等。通过真空熔炼、脱气、精炼、雾化、筛分等工艺获得的镍基合金粉是3D打印的重要材料。其中高温镍基合金粉末因添加特定含量的化学组分并改善生产工艺，大大调高了材料在高温环境下的表现，主要用于粉末冶金、高温喷涂、增材制造，进而用于航空发动机、大型民用发动机、工业燃气涡轮机、核反应堆、潜艇、火力发电厂和石油化工设备等众多领域。

根据YS/T 1268-2018 《选区激光熔化用镍基合金粉末》、GB/T 14992-2005《高温合金和金属间化合物高温材料的分类和牌号》、GB/T 41337-2022《粉末床熔融增材制造镍基合金》、GB/T 43484-2023《增材制造 激光粉末床熔融用高温合金粉末》等产品标准的要求，镍基合金粉化学成分检测不仅涉及Al、B、Si、Cr、Mn、Fe、Co、Cu、Mo、W等含量较高的杂质元素，还涉及Se、Ag、Sn、Sb、Tl、Pb、Bi等痕量杂质元素进行测定。另一方面，经调研目前镍基合金粉的生产单位和使用单位对Zn、Mg、As、Ga、Au、Pt等痕量杂质元素的测定的需求也日益增加，万航模锻有限责任公司、江苏隆达超合金航材股份有限公司等生产企业内部执行的标准中，痕量杂质元素已经成为评价产品是否合格的重要参数指标。

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》修订版本于2024年10月颁布，2025年5月正式实施，目前共9个部分，包括Fe、Cr、Nb、Mo、Al、Ti、Co、Mg、B、Mn、Cu、Zr、V、W等元素的测定，但未涉及痕量杂质元素的检测。YS/T 539.10《镍基合金粉化学分析方法 第 10 部分：痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》旨在建立镍基合金粉中痕量杂质元素的ICP-MS的测定方法，拓宽《镍基合金粉化学分析方法》系列标准的使用范围，满足生产和使用单位的检测需求，为镍基合金粉末行业发展提供必要的技术支撑。

3、项目编制组单位及变化情况

编制组成员包括国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司、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、中铝材料应用研究院有限公司。2025年4月验证单位增加安捷伦科技（中国）有限公司。

4、主要参加单位和工作成员及其所做的工作

4.1主要参加单位情况

国标（北京）检验认证有限公司为标准起草单位，在YS/T 539-2009《镍基合金粉化学分析方法》行业标准复审修订工作共提出了新增制定痕量杂质元素含量分析方法的计划。2024年计划下达后，国标（北京）检验认证有限公司联络相关单位组成标准编制组，筹备镍基合金粉的公共样品；完成分析方法的研究并形成试验报告及《讨论稿》；组织验证单位完成验证报告并汇总精密度数据，完成数理统计工作。

国合通用（青岛）测试评价有限公司为标准共同起草单位。计划下达后，积极联络镍基合金粉的生产单位筹备样品；对4169、3625、3635、4097等牌号的镍基合金粉进行了初检及均匀性检验；完善《讨论稿》，提出增加元素种类及调整部分检测元素测定范围等建议；对试验报告条件实验进行确认；提供精密度数据。

此外起草单位还要负责意见征集、在标准工作会议上进行答辩，并协助标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作。

有研亿金新材料有限公司为方法一验，负责逐条验证《试验报告》的条件试验，对方法的可行性进行论证并给出结论；提供样品精密度数据；协助起草单位完成标准报批稿的校核工作。

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、中铝材料应用研究院有限公司、安捷伦科技（中国）有限公司等4家单位为方法二验，按试验步骤完成公共样品的测定并提供精密度数据，对于试验中发现的问题及时反馈给起草单位。

4.2主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 主要起草人及工作职责

| 起草人 | 工作职责 |
| --- | --- |
| 国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 负责方法的起草，各阶段标准文本、编制说明的编写。协助完成ICP-MS的相关试验。与验证单位联系及数据统计。 |
| 有研亿金新材料有限公司 | 负责方法一验工作，对ICP-MS的条件实验进行了验证，并完成精密度数据。负责提供标准验证用纯钽样品。 |
| 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、中铝材料应用研究院有限公司、安捷伦科技（中国）有限公司 | 负责二验，提供精密度数据。 |

5、主要工作过程

5.1 起草阶段

（1）任务落实

2024年12月，工业和信息化部正式批复本项目，项目计划编号为2024-2121T-YS。按照粉末冶金分标委会的安排，国标（北京）检验认证有限公司联络镍基合金粉的相关检测单位和生产单位，并与意向参与本项目的单位进行了充分沟通。2025年1月，确定编制组成员包括国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司、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、中铝材料应用研究院有限公司，并报粉末冶金分标委会通过。

（2）样品收集及试验研究

本项目共征集不同牌号、组成的镍基合金粉10个，分别来自北京钢研高纳科技股份有限公司、常州钢研增材制造、西安赛福斯、国标（北京）检验认证有限公司。通过均匀性检验和初步测定最终选择了7个作为本次精密度数据的公共样品。样品合金组分变化多样，具有代表性。

2025年1月~2023年3月，起草单位实验人员对样品溶解、质谱干扰及同位素选择、基体效应、酸度影响、工作曲线及检出限等进行条件实验，确定了采用ICP-MS测定镍基合金粉中硼、镁、锌、镓、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅和铋含量的实验方案。并按照实验方案对7个镍基合金粉的精密度数据进行测定。2024年3月底，撰写完成YS/T 539.10《镍基合金粉化学分析方法 第 10 部分：痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（讨论稿）和《试验报告》。

2025年4月17日~8日，有色标委会在云南省昆明市召开标准工作会议。来自有色金属技术经济研究院、北矿新材料科技有限公司、西北有色金属研究院、安泰天龙钨钼科技有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、钢研纳克检测技术股份有限公司、中铝材料应用研究院有限公司等单位的20多位专家进行了讨论，并提出宝贵意见。

（3）验证单位验证

2025年4月初，起草单位将样品和实验报告寄给各验证单位进行数据的验证工作。2025年6月初，各验证单位陆续完成验证工作并返回验证报告。验证单位提出的意见表2。

表2 验证单位提出的意见及反馈

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 编号 | 意见内容 | 处理意见 |
| 1 | 增加在线加入内标方式 | 采纳，并增加混合内标溶液B在线引入 |
| 2 | 标准模式改为无，氨气改为氨氦混合气 | 采纳 |
| 3 | 氩气给出了纯度，氨气、氧气等是否也需要给出纯度 | 文件涉及的气体种类较多，且不同厂家气体要求也不完全一样，考虑到氩气为载气为通用，删除该条 |
| 4 | 表3中B的Q1设置为11 | 采纳 |

起草单位综合各验证单位反馈意见对《讨论稿》进行修改完善，形成YS/T 539.10《镍基合金粉化学分析方法 第 10 部分：痕量杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿）。

起草单位工作人员对各单位精密度数据进行了整理汇总，并对数据进行柯克伦检验和格拉布斯检验剔除离群值，在此基础上给出了方法的重复性限和再现性限。

5.2 征求意见阶段

2025年6月18日~19日，有色标委会在新疆石河子召开预审会。

5.3 审定阶段

5.4 报批阶段

二、标准编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则：

（一）规范性原则：本标准是根据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》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的；并按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》进行数理统计分析。

（二）先进性：标准采用电感耦合等离子体质谱法测定镍基合金粉中硼、镁、锌、镓、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅和铋含量。本标准的制定过程充分的考虑了不同牌号镍基合金粉组分对痕量杂质元素的测定干扰，通过采用不同的测定模式消除质谱干扰，从而获得了很低的方法检出限。

（三）适用性：本标准以满足我国镍基合金粉产品实际检测需求为原则，宜于应用。标准对添加Fe、Cr、Co、Mo、W、Ta、Nb、Ti、Al、Hf等组分的镍基合金粉均适用。能够满足当前各种镍基合金粉中痕量杂质元素的检测需求，对生产企业的技术进步产生积极的促进作用。

（四）合规性：充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

三、标准主要内容的确定依据

本标准是YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》的第 10 部分，本部分是首次制定。制定过程中主要对以下几个方面进行了确认：

1. 元素种类及测定范围

编制组首先对YS/T 1268-2018 《选区激光熔化用镍基合金粉末》、GB/T 14992-2005《高温合金和金属间化合物高温材料的分类和牌号》、GB/T 41337-2022《粉末床熔融增材制造镍基合金》、GB/T 43484-2023《增材制造 激光粉末床熔融用高温合金粉末》等镍基合金粉相关产品标准中化学成分要求进行了梳理。另一方面，国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司对日常委托的镍基合金粉检测订单中涉及的痕量杂质元素也进行了汇总，充分了解客户的检测需求。最终明确了测定元素的种类及各元素的测定范围见表3。

表3 元素测定范围

| 元素 | 质量分数% | 元素 | 质量分数% |
| --- | --- | --- | --- |
| B | 0.0001～0.010 | Sn | 0.00005～0.010 |
| Mg | 0.0001～0.010 | Sb | 0.00005～0.010 |
| Zn |  0.0001～0.0050 | Te |  0.00005～0.0010 |
| Ga | 0.0001～0.010 | Pt | 0.0001～0.0050 |
| As |  0.0001～0.0050 | Au | 0.0001～0.0050 |
| Se |  0.0001～0.0010 | Tl |  0.00001～0.0010 |
| Ag |  0.00005～0.0010 | Pb | 0.00001～0.010 |
| Cd |  0.00001～0.0010 | Bi |  0.00001～0.0010 |

1. 样品的溶解方法

镍基合金粉是以镍为主要元素，并含有一定量的铁、铬、钴、钨、钼、钛、铌等元素的合金粉末。根据ASTM E 2823-17、GJB 8781.16等标准，镍合金可采用盐酸、硝酸、氢氟酸混酸溶样。试验对NiFeCr、NiCrCoW、NiCrCoMoTi等合金粉末进行溶解，0.10 g样品加入3 mL盐酸、1 mL硝酸、1 mL氢氟酸置于电热板上低温加热可溶解至澄清。溶解缓慢的样品可将样品置于微波消解罐中，微波辅助消解至溶液澄清。冷却后，移入100 mL塑料容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。

验证情况：国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司无异议。

1. 质谱干扰情况

镍基合金粉溶解后溶液中将存在大量的Ni、Fe、Cr、Co、W、Mo等金属离子及Cl、O等非金属离子，此外氩气等离子体还会引入大量的Ar+离子。上述离子产生的双电荷及多原子离子是待测元素面临的主要质谱干扰，详见表4。

表4 镍基合金粉常见质谱干扰

| **元素** | **同位素质量数** | **丰度/%** | **潜在的质谱干扰** |
| --- | --- | --- | --- |
| Mg | 24 | 79.0 | 48Ti2+ |
| Zn | 66 | 27.9 | 50Ti16O+、50Cr16O+ |
| Ga | 71 | 39.9  | 53Cr18O+、35Cl36Ar+、53Cr18O+ |
| As | 75 | 100  | 59Co16O+、58Ni17O+、35Cl40Ar+ |
| Se | 78 | 23.8 | 62Ni16O+、60Ni18O+、38Ar40Ar+ |
| 80 | 49.6 | 64Ni16O+、40Ar40Ar+ |
| Ag | 107 | 51.8  | 95Mo12C+、93Nb14N+ |
| Cd | 111 | 12.8  | 95Mo16O+、93Nb18O+ |
| Te | 125 | 7.1 | 93Nb16O16O+ |
| 128 | 31.7 | 92Mo36Ar+、96Mo16O16O+ |
| Pt | 195 | 33.8 | 179Hf16O+ |
| 198 | 7.2 | 182W16O+、181Ta17O+、180Hf18O+ |
| Au | 197 | 100  | 181Ta16O+、180Hf16O+ |

国标（北京）检验认证有限公司实验室采用三重四极杆电感耦合等离子体质谱（电感耦合等离子体串联质谱ICP-MS/MS）对测定条件进行了优化，通过选择合适的Q1和Q2的质量数，并在氢气、氧气或氨气等不同模式下测定目标离子，将质谱干扰降至最低。方法推荐的同位素质量数、测定模式见表5。

表5 ICP-MS/MS推荐的同位素质量数、测定模式和内标元素

| 元素 | Q1质量数 | Q2质量数 | 测定模式 | 元素 | Q1质量数 | Q2质量数 | 测定模式 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| B | 11 | 11 | — | Pt | 195 | 229 | 氨氦混合气 |
| Mg | 24 | 24 | 氨氦混合气 | 198 | 249 | 氨氦混合气 |
| Zn | 66 | 66 | 氨氦混合气 | Au | 197 | 231 | 氨氦混合气 |
| Ga | 71 | 71 | 氨氦混合气 | Tl | 205 | 205 | — |
| As | 75 | 91 | 氧气 | Pb | 208 | 208 | — |
| Se | 78 | 78 | 氢气 | Bi | 209 | 209 | — |
| 80 | 80 | 氢气 | Li | 7 | 7 | — |
| Ag | 107 | 107 | — | Sc | 45 | 45 | — |
| Cd | 111 | 111 | 氧气 | 45 | 61 | 氧气 |
| Sn | 118 | 118 | — | 45 | 130 | 氨氦混合气 |
| Sb | 121 | 121 | — | Rh | 103 | 103 | 全部 |
| Te | 125 | 125 | 氢气 | Cs | 133 | 133 | 全部 |
| 128 | 128 | 氢气 | — | — | — | — |

鉴于镍基合金粉种类多样，当合金组分对待测元素无质谱干扰时，也可采用单四极杆质谱进行测定。同时，验证单位反馈单四级杆质谱通过合适的碰撞/反应气体，优化条件后对于干扰元素也能够实现准确定量分析。因此，标准也给出单四极杆质谱测定时推荐的同位素质量数，见表6。其它类型的电感耦合等离子体质谱仪可按仪器厂商推荐并经实验室确认的条件测定。

表6 推荐的同位素质量数

| 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 |
| --- | --- | --- | --- |
| B | 11 | Te | 125 / 128 |
| Mg | 24 | Pt | 195 |
| Zn | 66 | Au | 197 |
| Ga | 71 | Tl | 205 |
| As | 75 | Pb | 208 |
| Se | 78 / 80 | Bi | 209 |
| Ag | 107 | Li | 7 |
| Cd | 111 | Sc | 45 |
| Sn | 118 | Rh | 103 |
| Sb | 121 | Cs | 133 |

验证情况：国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司无异议。

1. 基体效应与内标校正

对测定过程中的基体效应及内标校正效果进行了确认。基体浓度分别为0.2 mg/mL、0.5 mg/mL、1.0 mg/mL时，分别测定40 ng/mL各杂质元素，结果表明基体对杂质元素信号具有抑制作用（详见表7）。

1 mg/mL的基体浓度下，加入Li、Sc、Rh、Cs混合内标，内标校正后40 ng/mL的杂质元素回收率97%~104%，说明内标校正法能够获得准确结果。因此本方法配制系列标准溶液不进行基体匹配。

由于镍基合金粉成分变化多样，如公共样品中的镍铝合金含有痕量的Li、CMSX-4镍合金粉含有痕量的Sc，因此虽然推荐Li、Sc、Rh、Cs为内标，但测定过程中如遇到添加上述组分的产品，可以根据实际情况进行调整，选择质量数与待测元素接近且在ICP-MS上无明显信号响应的元素为内标即可。

表7 基体效应及内标校正结果

| 元素 | 基体浓度/mg/mL | 内标 | 测定值/ng/mL | 回收率/% |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 0.2 | 0.5 | 1.0 |
| B | 44100.1 | 40667.6 | 35333.6 | Li / Sc | 39.4 / 41.1  | 98.5 / 102.8  |
| Mg | 70991 | 64450.4 | 58495.1 | Sc / Rh | 40.3 / 40.1  | 100.7 / 100.3  |
| Zn | 57340.2 | 49540 | 43980.7 | Sc / Rh | 39.2 / 41.0  | 98.0 / 102.5  |
| Ga | 383363.3 | 368554.1 | 327556.6 | Sc / Rh | 40.5 / 39.0  | 101.2 / 97.5  |
| As | 121833.2 | 114687.3 | 98343.4 | Sc / Rh | 41.0 / 39.4  | 102.5 / 98.5  |
| Se | 22825.6 | 20709.6 | 18838.1 | Sc / Rh | 39.1 / 41.0  | 97.8 / 102.5  |
| Ag | 510780 | 479732.1 | 440559.8 | Sc / Rh | 38.9 / 40.4  | 97.2 / 101.0  |
| Cd | 46311.5 | 44081.2 | 39391.2 | Rh / Cs | 41.3/ 40.2  | 103.2 / 100.5  |
| Sn | 300986.5 | 287458.8 | 266638.6 | Cs | 40.5  | 101.3  |
| Sb | 469500.6 | 447643.8 | 411307.7 | Cs | 41.3  | 103.3  |
| Te | 62734.9 | 60974 | 56347.3 | Cs | 39.0  | 97.5  |
| Au | 401191.5 | 393756.1 | 351074.8 | Cs | 39.6  | 99.0  |
| Pt | 20808.3 | 20029.6 | 18358.4 | Cs | 41.4  | 103.5  |
| Tl | 652525.1 | 658596.2 | 616886.1 | Cs | 40.6  | 101.5  |
| Pb | 564528.7 | 564119 | 528420.5 | Cs | 41.6  | 104.0  |
| Bi | 914926.6 | 894829.8 | 832244.7 | Cs | 40.8  | 102.0  |

验证情况：国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司与起草单位结论一致。

1. 酸度影响

确认了酸度对测定的影响。Se、Te、Ag、Cd、Tl、Bi 5 ng/mL，其余元素50 ng/mL，王水体积分数分别为1%、2%、3%、4%、5%，氢氟酸体积分数分别为0.2%、0.5%和1.0%，测定待测元素，见表8。确认了酸度对测定结果无明显影响。因此标准溶液加入3 mL盐酸和1 mL硝酸。

表8 酸度对测定的影响

| 元素 | 1%王水 | 2%王水 | 3%王水 | 4%王水+1%HF | 5%王水 | 4%王水+0.2%HF | 4%王水+0.5%HF |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| B | 49.72 | 50.21 | 51.72 | 51.64 | 53.26 | 51.22 | 51.22 |
| Mg | 51.51 | 51.52 | 51.79 | 51.81 | 51.64 | 52.31 | 52.31 |
| Zn | 51.14 | 51.91 | 51.75 | 50.48 | 50.18 | 51.66 | 51.66 |
| Ga | 51.57 | 51.11 | 51.49 | 51.14 | 51.18 | 51.12 | 51.12 |
| As | 52.38 | 51.41 | 50.61 | 50.93 | 50.18 | 49.77 | 49.77 |
| Sn | 51.51 | 50.89 | 50.12 | 50.84 | 51.22 | 50.96 | 50.96 |
| Sb | 51.23 | 50.49 | 50.88 | 50.36 | 50.59 | 51.01 | 51.01 |
| Pt | 51.46 | 50.64 | 50.63 | 50.05 | 50.14 | 51.16 | 51.16 |
| Pt | 51.44 | 50.71 | 50.73 | 50.55 | 50.55 | 51.10 | 51.10 |
| Au | 50.19 | 50.00 | 49.97 | 49.32 | 49.84 | 50.26 | 50.26 |
| Pb | 50.03 | 49.38 | 49.82 | 49.73 | 49.94 | 50.23 | 50.23 |
| Se | 5.46 | 5.16 | 5.16 | 4.97 | 4.96 | 5.16 | 5.15 |
| Se | 5.37 | 5.17 | 5.16 | 4.97 | 4.93 | 5.18 | 5.18 |
| Ag | 4.96 | 4.94 | 5.03 | 4.99 | 5.01 | 4.99 | 4.99 |
| Cd | 5.17 | 5.06 | 5.07 | 5.00 | 5.05 | 5.11 | 5.11 |
| Te | 5.33 | 5.19 | 4.96 | 4.99 | 4.94 | 5.14 | 5.14 |
| Te | 5.40 | 5.22 | 5.07 | 4.93 | 4.98 | 5.09 | 5.09 |
| Tl | 5.04 | 5.00 | 5.03 | 4.94 | 4.94 | 5.06 | 5.06 |
| Bi | 5.12 | 5.07 | 5.11 | 4.96 | 5.13 | 5.10 | 5.10 |

验证情况：国合通用（青岛）测试评价有限公司、有研亿金新材料有限公司与起草单位结论一致。

1. 工作曲线及检出限

按照实验方法配制系列标准溶液，并以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制工作曲线。以3倍空白标准偏差对应浓度计算方法检出限，以10倍标准偏差对应浓度计算方法测定下限，结果见表9。方法测定下限能够满足定量分析范围下限的要求。

表9 线性方程及方法检出限

| **元素** | **校准曲线** | **相关系数** | **检出限****/ng/mL** | **测定下限****/ng/mL** |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|
| B | Y=0.0066\*X +0.0009 | 0.9992 | 0.15  | 0.51  |
| Mg | Y=0.0064\*X +0.0012 | 1.0000 | 0.19  | 0.61  |
| Zn | Y=0.0054\*X +0.0005 | 0.9993 | 0.14  | 0.44  |
| Ga | Y=0.0326\*X +0.0003 | 0.9999 | 0.01  | 0.03  |
| As | Y=0.0126\*X +0.0003 | 0.9999 | 0.02  | 0.05  |
| Se | Y=0.0035\*X +0.0002 | 0.9999 | 0.02  | 0.06  |
| Ag | Y=0.0522\*X +0.0002 | 1.0000 | 0.01  | 0.03  |
| Cd | Y=0.0114\*X +0.0001 | 0.9999 | 0.01  | 0.02 |
| Sn | Y=0.0309\*X +0.0002 | 1.0000 | 0.02  | 0.07  |
| Sb | Y=0.0449\*X +0.0001 | 0.9993 | 0.02  | 0.05  |
| Te | Y=0.0092\*X +0.0001 | 0.9998 | 0.03  | 0.10  |
| Pt | Y=0.0022\*X +0.0001 | 1.0000 | 0.03  | 0.09  |
| Au | Y=0.0434\*X +0.0002 | 1.0000 | 0.06  | 0.17  |
| Tl | Y=0.0755\*X +0.0002 | 0.9998 | 0.03  | 0.08  |
| Pb | Y=0.1687\*X +0.0034 | 0.9998 | 0.02  | 0.05  |
| Bi | Y=0.0966\*X +0.0001 | 0.9996 | 0.01  | 0.03  |

1. 精密度数据的确定

本标准基于7个镍基合金粉样品的测定数据计算重复性限和再现性限。样品包括镍铝合金粉、4169镍基合金粉、3536镍基合金粉、4099镍基合金粉、CMSX-4镍基合金粉、4095镍基合金粉、4096镍基合金粉等，合金组分包括Fe、Cr、Co、Mo、W、Ta、Nb、Ti、Al、Hf等，对于检测镍基合金粉中常见的质谱干扰均有涉及。

精密度数据是在2025年由7家试验室进行共同试验确定的。实验室代码见表10。每个实验室对每个水平的杂质含量均独立测定7次。起草单位对各试验室提供的重复测定数据进行了汇总，形成了各水平各试验室的平均值及标准差汇总表，见表11。

表10 实验室代码

| 代码 | 实验室名称 | 代码 | 实验室名称 | 代码 | 实验室名称 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 国标（北京）检验认证有限公司 | 2 | 中铝材料应用研究院有限公司 | 3 | 安捷伦科技（中国）有限公司 |
| 4 | 西部超导材料科技股份有限公司 | 5 | 国合通用（青岛）测试评价有限公司 | 6 | 钢研纳克检测技术股份有限公司 |
| 7 | 有研亿金新材料有限公司 |  |  |  |  |

表11 7家实验室重复测定的平均值及标准差

| 元素 | 水平 | 平均值 / % | 标准差 / % |
| --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| B | 1 | 0.00044  | 0.00045  | 0.00040  | 0.00045  | 0.00041  | 0.00053  | 0.00042  | 0.000041  | 0.000005  | 0.000025  | 0.000021  | 0.000030  | 0.000037  | 0.000023  |
| 2 | 0.00255  | 0.00258  | 0.00272  | 0.00228  | 0.00251  | 0.00252  | 0.00211  | 0.000112  | 0.000143  | 0.000121  | 0.000100  | 0.000071  | 0.000129  | 0.000110  |
| 3 | 0.00418  | 0.00419  | 0.00418  | 0.00441  | 0.00429  | 0.00435  | 0.00429  | 0.000107  | 0.000106  | 0.000147  | 0.000089  | 0.000117  | 0.000147  | 0.000101  |
| 4 | 0.0100  | 0.0110  | 0.0107  | 0.0105  | 0.0098  | 0.0104  | 0.0099  | 0.000351  | 0.001047\*\*  | 0.000735\*  | 0.000298  | 0.000192  | 0.000220  | 0.000161  |
| Mg | 1 | 0.00091  | 0.00090  | 0.00088  | 0.00103  | 0.00085  | 0.00082  | 0.00091  | 0.000059  | 0.000014  | 0.000045  | 0.000041  | 0.000038  | 0.000030  | 0.000030  |
| 2 | 0.00090  | 0.00090  | 0.00093  | 0.00107  | 0.00086  | 0.00087  | 0.00085  | 0.000061  | 0.000023  | 0.000048  | 0.000027  | 0.000050  | 0.000055  | 0.000031  |
| 3 | 0.00403  | 0.00401  | 0.00418  | 0.00431  | 0.00406  | 0.00401  | 0.00398  | 0.000096  | 0.000099  | 0.000129  | 0.000051  | 0.000115  | 0.000189  | 0.000131  |
| 4 | 0.00827  | 0.00802  | 0.00833  | 0.00839  | 0.00811  | 0.00777  | 0.00816  | 0.000172  | 0.000128  | 0.000424\*  | 0.000089  | 0.000075  | 0.000196  | 0.000195  |
| Zn | 1 | 0.00080  | 0.00080  | 0.00086  | 0.00074  | 0.00085  | 0.00076  | 0.00089  | 0.000047  | 0.000020  | 0.000042  | 0.000011  | 0.000048  | 0.000029  | 0.000029  |
| 2 | 0.00421  | 0.00405  | 0.00419  | 0.00453  | 0.00409  | 0.00391  | 0.00422  | 0.000135  | 0.000194  | 0.000126  | 0.000101  | 0.000075  | 0.000105  | 0.000141  |
| Ga | 1 | 0.00011  | 0.00011  | 0.00011  | 0.00009  | 0.00012  | 0.00011  | 0.00011  | 0.000011  | 0.000013  | 0.000008  | 0.000006  | 0.000008  | 0.000010  | 0.000011  |
| 2 | 0.00170  | 0.00172  | 0.00174  | 0.00177  | 0.00159  | 0.00161  | 0.00171  | 0.000034  | 0.000033  | 0.000098  | 0.000051  | 0.000054  | 0.000048  | 0.000045  |
| 3 | 0.00510  | 0.00509  | 0.00518  | 0.00533  | 0.00510  | 0.00504  | 0.00502  | 0.000145  | 0.000169  | 0.000099  | 0.000130  | 0.000104  | 0.000183  | 0.000095  |
| 4 | 0.00800  | 0.00810  | 0.00813  | 0.00830  | 0.00812  | 0.00789  | 0.00806  | 0.000219  | 0.000118  | 0.000327  | 0.000082  | 0.000091  | 0.000182  | 0.000185  |
| As | 1 | 0.00018  | 0.00018  | 0.00020  | 0.00023  | 0.00016  | 0.00017  | 0.00020  | 0.000025  | 0.000016  | 0.000017  | 0.000026  | 0.000013  | 0.000018  | 0.000018  |
| 2 | 0.00045  | 0.00045  | 0.00036  | 0.00054  | 0.00045  | 0.00047  | 0.00037  | 0.000013  | 0.000018  | 0.000021  | 0.000025  | 0.000011  | 0.000007  | 0.000015  |
| 3 | 0.00095  | 0.00094  | 0.00097  | 0.00096  | 0.00098  | 0.00082  | 0.00097  | 0.000075  | 0.000024  | 0.000021  | 0.000038  | 0.000039  | 0.000026  | 0.000015  |
| 4 | 0.00434  | 0.00431  | 0.00445  | 0.00410  | 0.00426  | 0.00408  | 0.00427  | 0.000136  | 0.000144  | 0.000102  | 0.000115  | 0.000084  | 0.000136  | 0.000092  |
| Se | 1 | 0.00021  | 0.00021  | 0.00018  | 0.00016  | 0.00021  | 0.00016  | 0.00021  | 0.000021  | 0.000022  | 0.000015  | 0.000008  | 0.000012  | 0.000013  | 0.000017  |
| 3 | 0.00071  | 0.00069  | 0.00064  | 0.00077  | 0.00075  | 0.00066  | 0.00067  | 0.000026  | 0.000017  | 0.000032  | 0.000040  | 0.000032  | 0.000025  | 0.000023  |
| Ag | 1 | 0.00006  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00008  | 0.00005  | 0.000003  | 0.000002  | 0.000005  | 0.000003  | 0.000003  | 0.000008  | 0.000003  |
| 2 | 0.00011  | 0.00011  | 0.00010  | 0.00010  | 0.00011  | 0.00013  | 0.00012  | 0.000005  | 0.000011  | 0.000015  | 0.000002  | 0.000008  | 0.000017  | 0.000010  |
| 3 | 0.00039  | 0.00040  | 0.00038  | 0.00023  | 0.00038  | 0.00039  | 0.00036  | 0.000024  | 0.000024  | 0.000009  | 0.000011  | 0.000021  | 0.000018  | 0.000035  |
| 4 | 0.00082  | 0.00080  | 0.00085  | 0.00080  | 0.00077  | 0.00085  | 0.00083  | 0.000059  | 0.000019  | 0.000036  | 0.000017  | 0.000034  | 0.000036  | 0.000035  |
| Cd | 1 | 0.00003  | 0.00003  | 0.00003  | 0.00002  | 0.00003  | 0.00002  | 0.00004  | 0.000003  | 0.000001  | 0.000001  | 0.000002  | 0.000002  | 0.000002  | 0.000003  |
| 2 | 0.00010  | 0.00010  | 0.00014  | 0.00012  | 0.00012  | 0.00010  | 0.00012  | 0.000012  | 0.000005  | 0.000005  | 0.000016  | 0.000011  | 0.000004  | 0.000011  |
| 3 | 0.00080  | 0.00079  | 0.00077  | 0.00082  | 0.00074  | 0.00080  | 0.00086  | 0.000051  | 0.000021  | 0.000038  | 0.000038  | 0.000043  | 0.000051  | 0.000035  |
| Sn | 1 | 0.00033  | 0.00031  | 0.00033  | 0.00037  | 0.00030  | 0.00028  | 0.00028  | 0.000011  | 0.000022  | 0.000016  | 0.000013  | 0.000021  | 0.000016  | 0.000013  |
| 2 | 0.00081  | 0.00080  | 0.00077  | 0.00081  | 0.00076  | 0.00077  | 0.00083  | 0.000031  | 0.000013  | 0.000032  | 0.000015  | 0.000029  | 0.000028  | 0.000024  |
| 3 | 0.00443  | 0.00437  | 0.00435  | 0.00434  | 0.00433  | 0.00431  | 0.00442  | 0.000106  | 0.000112  | 0.000169  | 0.000067  | 0.000048  | 0.000141  | 0.000088  |
| 4 | 0.00843  | 0.00833  | 0.00829  | 0.00821  | 0.00833  | 0.00840  | 0.00835  | 0.000185  | 0.000066  | 0.000181  | 0.000075  | 0.000085  | 0.000139  | 0.000190  |
| Sb | 1 | 0.00006  | 0.00006  | 0.00006  | 0.00006  | 0.00007  | 0.00006  | 0.00007  | 0.000002  | 0.000001  | 0.000001  | 0.000005  | 0.000005  | 0.000005  | 0.000003  |
| 2 | 0.00019  | 0.00020  | 0.00020  | 0.00017  | 0.00016  | 0.00019  | 0.00019  | 0.000011  | 0.000016  | 0.000026  | 0.000009  | 0.000010  | 0.000018  | 0.000011  |
| 3 | 0.00083  | 0.00084  | 0.00085  | 0.00083  | 0.00076  | 0.00082  | 0.00076  | 0.000026  | 0.000013  | 0.000025  | 0.000020  | 0.000025  | 0.000063\*\*  | 0.000040  |
| 4 | 0.00409  | 0.00403  | 0.00420  | 0.00418  | 0.00405  | 0.00409  | 0.00401  | 0.000113  | 0.000129  | 0.000201  | 0.000086  | 0.000062  | 0.000108  | 0.000148  |
| 5 | 0.00816  | 0.00808  | 0.00812  | 0.00833  | 0.00819  | 0.00805  | 0.00809  | 0.000223  | 0.000080  | 0.000194  | 0.000066  | 0.000098  | 0.000261  | 0.000173  |
| Te | 1 | 0.00006  | 0.00006  | 0.00007  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00006  | 0.000003  | 0.000001  | 0.000005  | 0.000003  | 0.000003  | 0.000002  | 0.000004  |
| 2 | 0.00011  | 0.00010  | 0.00012  | 0.00012  | 0.00010  | 0.00010  | 0.00011  | 0.000017  | 0.000004  | 0.000010  | 0.000005  | 0.000010  | 0.000012  | 0.000013  |
| 3 | 0.00045  | 0.00045  | 0.00033  | 0.00047  | 0.00046  | 0.00041  | 0.00046  | 0.000014  | 0.000014  | 0.000026  | 0.000015  | 0.000018  | 0.000013  | 0.000032  |
| 4 | 0.00079  | 0.00080  | 0.00077  | 0.00083  | 0.00077  | 0.00081  | 0.00081  | 0.000044  | 0.000020  | 0.000028  | 0.000017  | 0.000037  | 0.000024  | 0.000045  |
| Pt | 1 | 0.00010  | 0.00010  | 0.00010  | 0.00010  | 0.00010  | 0.00009  | 0.00011  | 0.000011  | 0.000002  | 0.000005  | 0.000003  | 0.000009  | 0.000010  | 0.000015\*  |
| 2 | 0.00040  | 0.00040  | 0.00040  | 0.00049  | 0.00039  | 0.00035  | 0.00045  | 0.000028  | 0.000016  | 0.000019  | 0.000026  | 0.000025  | 0.000021  | 0.000035  |
| 3 | 0.00405  | 0.00403  | 0.00403  | 0.00403  | 0.00422  | 0.00412  | 0.00399  | 0.000217  | 0.000121  | 0.000226  | 0.000092  | 0.000080  | 0.000090  | 0.000124  |
| Au | 1 | 0.00010  | 0.00010  | 0.00009  | 0.00010  | 0.00010  | 0.00009  | 0.00011  | 0.000010  | 0.000005  | 0.000006  | 0.000010  | 0.000010  | 0.000007  | 0.000013  |
| 2 | 0.00081  | 0.00080  | 0.00080  | 0.00086  | 0.00076  | 0.00075  | 0.00081  | 0.000050  | 0.000022  | 0.000096\*\*  | 0.000034  | 0.000025  | 0.000030  | 0.000019  |
| 3 | 0.00404  | 0.00403  | 0.00399  | 0.00456  | 0.00423  | 0.00405  | 0.00406  | 0.000142  | 0.000114  | 0.000228  | 0.000152  | 0.000096  | 0.000093  | 0.000141  |
| Tl | 1 | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00006  | 0.00005  | 0.00005  | 0.000003  | 0.000002  | 0.000004  | 0.000003  | 0.000003  | 0.000004  | 0.000003  |
| 2 | 0.00011  | 0.00010  | 0.00012  | 0.00011  | 0.00011  | 0.00010  | 0.00011  | 0.000010  | 0.000004  | 0.000019\*  | 0.000005  | 0.000008  | 0.000011  | 0.000013  |
| 3 | 0.00081  | 0.00079  | 0.00078  | 0.00082  | 0.00083  | 0.00073  | 0.00082  | 0.000050  | 0.000025  | 0.000028  | 0.000011  | 0.000044  | 0.000039  | 0.000041  |
| Pb | 1 | 0.00002  | 0.00002  | 0.00002  | 0.00003  | 0.00002  | 0.00002  | 0.00004  | 0.000002  | 0.000002  | 0.000001  | 0.000001  | 0.000002  | 0.000003  | 0.000005\*  |
| 2 | 0.00036  | 0.00037  | 0.00036  | 0.00033  | 0.00037  | 0.00035  | 0.00028  | 0.000021  | 0.000021  | 0.000011  | 0.000008  | 0.000018  | 0.000011  | 0.000021  |
| 3 | 0.00092  | 0.00090  | 0.00088  | 0.00095  | 0.00100  | 0.00079  | 0.00085  | 0.000043  | 0.000016  | 0.000025  | 0.000008  | 0.000046  | 0.000026  | 0.000053  |
| 4 | 0.00408  | 0.00402  | 0.00404  | 0.00399  | 0.00417  | 0.00402  | 0.00388  | 0.000127  | 0.000131  | 0.000195  | 0.000075  | 0.000122  | 0.000091  | 0.000096  |
| 5 | 0.00813  | 0.00808  | 0.00805  | 0.00806  | 0.00809  | 0.00805  | 0.00801  | 0.000211  | 0.000130  | 0.000180  | 0.000121  | 0.000177  | 0.000207  | 0.000173  |
| Bi | 1 | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.00005  | 0.000002  | 0.000002  | 0.000004  | 0.000003  | 0.000003  | 0.000003  | 0.000002  |
| 2 | 0.00010  | 0.00010  | 0.00010  | 0.00010  | 0.00011  | 0.00009  | 0.00009  | 0.000014  | 0.000005  | 0.000015  | 0.000004  | 0.000008  | 0.000011  | 0.000008  |
| 3 | 0.00081  | 0.00080  | 0.00082  | 0.00086  | 0.00080  | 0.00073  | 0.00083  | 0.000051  | 0.000024  | 0.000036  | 0.000018  | 0.000029  | 0.000045  | 0.000049  |

按照精密度数据统计要求，起草单位对标准差进行了柯克伦检验并对平均值进行了格拉布斯检验。需要特别说明的是，进行柯克伦检验时，为了避免数据分布为近似正态的假定没有充分满足，而导致过度拒绝的情况发生，仅进行一次柯克伦检验，不重复进行（见GB/T 6379.2-2004 的7.3.3）；且当试验室内变异系数满足表12（见GB/T 27417-2017）要求时，柯克伦检验检验产生的离群值不舍弃，按歧离值保留并参与统计。试验中共检测到4个离群值（表11中以\*\*标识）和4个歧离值（表11中以\*标识）。

从实验室间试验结果得到的各杂质元素统计分析后结果见标准文本附录B中表B.1。对表B.1中数据进行检查，发现随着m的增大，计算的r和R也在增加，即精密度是依赖水平m的，因此可以建立它们之间的某种关系。按照GBT 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》推荐的方法，发现线性拟合较为合理，得到方程式见表13。按照方程式分别计算各杂质元素质量分数分别为0.00001%、0.00010%、0.0005%、0.0010%、0.0040%、0.0080%、0.010%的*r*和*R*，比较后发现相同水平的精密度极其接近，综合评定取其平均值给出方法的重复性限和再现性限，分别见表14、表15。

表12 试验室内变异系数

|  |  |
| --- | --- |
| 被测组分含量 | 试验室内变异系数/% |
| 100 µg/kg （即0.00001%） | 15 |
| 1 mg/kg（即0.0001%） | 11 |
| 10 mg/kg（即0.0010%） | 7.5 |
| 100 mg/kg（即0.010） | 5.3 |

表13 重复性限*r*和再现性限*R*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数*w*/% | 重复性限*r* | 再现性限*R* |
| B | 0.0001～0.010 | *r* = 0.1011 *m* + 0.000045 | *R* = 0.1226 *m* + 0.000163 |
| Mg | 0.0001～0.010 | *r* = 0.0662 *m* + 0.000066 | *R* = 0.0808 *m* + 0.000148 |
| Zn | 0.0001～0.0050 | *r* = 0.0803 *m* + 0.000033 | *R* = 0.1380 *m* + 0.000066 |
| Ga | 0.0001～0.010 | *r* = 0.0526 *m* + 0.000089  | *R* = 0.0737 *m* + 0.000098 |
| As | 0.0001～0.0050 | *r* = 0.0590 *m* + 0.000081 | *R* = 0.0724 *m* + 0.000177  |
| Se | 0.0001～0.0010 | *r* = 0.0707 *m* + 0.000032  | *R* = 0.1424 *m* + 0.000056  |
| Ag | 0.00005～0.0010 | *r* = 0.1165 *m* + 0.000014 | *R* = 0.2095 *m* + 0.000029  |
| Cd | 0.00001～0.0010 | *r* = 0.1262 *m* + 0.000014 | *R* = 0.1492 *m* + 0.000031 |
| Sn | 0.00005～0.010 | *r* = 0.0639 *m* + 0.000037  | *R* = 0.0841 *m* + 0.000130 |
| Sb | 0.00005～0.010 | *r* = 0.0792 *m* + 0.000022 | *R* = 0.1019 *m* + 0.000077  |
| Te | 0.00005～0.0010 | *r* = 0.1255 *m* + 0.000023 | *R* = 0.2034 *m* + 0.000024  |
| Pt | 0.0001～0.0050 | *r* = 0.0788 *m* + 0.000080 | *R* = 0.0919 *m* + 0.000126 |
| Au | 0.0001～0.0050 | *r* = 0.0763 *m* + 0.000093 | *R* = 0.1451 *m* + 0.000085 |
| Tl | 0.00001～0.0010 | *r* = 0.1785 *m* + 0.000011  | *R* = 0.3792 *m* + 0.000010 |
| Pb | 0.00001～0.010 | *r* = 0.0851 *m* + 0.000014 | *R* = 0.1098 *m* + 0.000041 |
| Bi | 0.00001～0.0010 | *r* = 0.1112 *m* + 0.000017 | *R* = 0.1622 *m* + 0.000018 |

表14 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wx*/% | 0.00001 | 0.00010  | 0.0005 | 0.0010  | 0.0040  | 0.0080  | 0.010  |
| *r*/% | 0.00002  | 0.00005  | 0.0001  | 0.0002  | 0.0004  | 0.0006  | 0.001  |

表15 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wx*/% | 0.00001 | 0.00010  | 0.0005 | 0.0010  | 0.0040  | 0.0080  | 0.010  |
| *R*/% | 0.00003  | 0.00009  | 0.0002  | 0.0003  | 0.0005  | 0.0009  | 0.002  |

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利和知识产权问题。

五、预期达到的社会效益

（一）项目的必要性

镍基合金粉尤其是镍基高温合金粉目前应用广泛，在《战略性新兴产业分类》中镍基合金粉末属于“金属增材制造专用材料”，是前沿新材料。建立镍基合金粉化学分析方法符合《“十四五”原材料工业发展规划》、《“十四五”推动高质量发展的国家标准体系建设规划》等文件的要求。

根据YS/T 1268-2018 《选区激光熔化用镍基合金粉末》、GB/T 41337-2022《粉末床熔融增材制造镍基合金》等产品标准中化学成分规定以及产品生产和使用单位的实际检测需求，镍基合金粉化学成分检测不仅涉及Al、B、Si、Cr、Mn、Fe、Co、Cu、Mo、W等含量较高的杂质元素，还涉及Se、Ag、Sn、Sb、Tl、Pb、Bi等痕量杂质元素进行测定。

另一方面，检测单位通过对客户送检的镍基合金粉检测项目统计发现，Se、Ag、Sn、Sb、Tl、Au、Pt、Pb、Bi等痕量杂质元素含量已经成为客户日益关心产品参数。在万航模锻有限责任公司、江苏隆达超合金航材股份有限公司等生产企业内部执行的标准中，微痕量杂质元素已经成为评价产品是否合格的重要指标。现行YS/T 539-2024《镍基合金粉化学分析方法》于2024年发布实施9个部分，涉及B、W、Si、Cr、Cu、Fe等元素含量的测定，除P和O测定下限分别为0.0005%和0.0010%外，所涉及元素测定下限最低为0.010%，未涉及痕量杂质元素的检测。因此，亟需建立镍基合金粉中痕量杂质元素定量分析的方法，以满足生产和贸易的需要。

（二）项目的可行性

国外镍基合金分析方法有测定合金组分含量或较高杂质元素含量的ISO 7530（Al、B）、ISO 7529（Cr）、ISO 11435（Mo）、ISO 22033（Nb）、ISO/TS 18223（Ni）、ISO 9388（P）、ISO 7530-8（Si）、ISO 23166（Ta）、ISO 11433（Ti）以及ASTM E 2594-2009。ISO 11437采用电热原子吸收光谱法测定0.0001%~0.0010%的Pb，ASTM E 2823-2017采用ICP-MS测定痕量Sb、Bi、Ga、Pb、Ag、Sn、Tl含量。

我国镍基合金相关的产品标准主要有GB/T 14992-2005《高温合金和金属间化合物高温材料的分类和牌号》、YS/T 1268-2018 《选区激光熔化用镍基合金粉末》、GB/T 38815-2020《等离子旋转电极雾化高温合金粉末》、GB/T 41337-2022《粉末床熔融增材制造镍基合金》、GB/T 43484-2023《增材制造 激光粉末床熔融用高温合金粉末》。

我国相关的分析方法标准有GB/T 8647《镍化学分析方法》、GB/T 42513《镍合金化学分析方法》及YS/T 539-2024《镍基合金粉化学分析方法》。GB/T 8647.11-2019《镍化学分析方法 第11部分：镁、铝、锰、钴、铜、锌、镉、锡、锑、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》与本方法同采用ICP-MS测定杂质元素含量，该方法适用于纯镍中杂质元素的测定，而镍基合金粉成分复杂，样品的溶解、质谱干扰情况以及下限要求等均与纯镍不同，因此该方法并不适用于镍基合金粉的测定。本部分是YS/T 539的第10部分，是对YS/T 539系列标准的补充与完善。

电感耦合等离子体质谱具有多元素同时测定、检出限低等优点，用于痕量杂质元素的测定快速、准确，能够更好的满足生产和贸易的需求。国标（北京）检验认证有限公司作为第三方检验机构，长期接受客户送检的镍基合金、镍基高温合金等样品，是YS/T 539-2009《镍基合金粉化学分析方法》负责起草单位。项目申报单位承担“航空发动机及燃气轮机重大专项”基础研究项目，以该项目为依托，项目组成员对镍基合金痕量杂质元素的分析检测方法进行了深入研究，试验表明，采用电感耦合等离子体质谱测定镍基合金粉中硼、镁、锌、镓、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅和铋含量的测定在技术上是完全可行的。

1. 标准预期的经济效益

镍基合金粉广泛应用于航空、航天等高端领域。我国镍基合金粉的主要生产企业有万泽实业股份有限公司、安徽中体新材料科技有限公司、江苏威拉里新材料科技有限公司、德阳太和表面技术有限公司、北京兴荣源科技有限公司等。采用ICP-MS能快速、准确测定硼、镁、锌、镓、砷、硒、银等元素含量。生产企业可据此及时调整生产工艺，减少因杂质含量超标导致的产品不合格率，降低废品损失，提高生产效率，同时提升产品质量，增强市场竞争力，增加销售收入。

标准颁布实施后可规范检测方法，避免企业因采用不同方法导致的结果差异。ICP-MS可同时测定多种元素，相比传统单一元素检测方法，能大大降低实验室运营成本。对于第三方检测机构，统一的标准有助于提高检测效率，实现规模经济，提升经济效益。

另一方面，标准的统一有利于完善镍基合金粉生产产业链，加强上下游企业之间的沟通与合作。上游企业可依据标准为下游企业提供更符合要求的原材料，减少因原材料质量问题产生的纠纷和成本增加。下游企业可更放心地使用原材料，专注于产品研发与生产，推动整个产业的发展，从而为产业链上的企业创造更多经济效益。

1. 标准预期的生态效益

本标准采用ICP-MS对镍基合金粉中痕量杂质元素含量进行测定，与分光光度法、原子吸收光谱法等传统化学分析方法相比具有多元素同时测定，操作简单等特点。方法仅使用少量硝酸、盐酸、氢氟酸即可完成样品处理，充分的考虑了操作人员的健康和环境的承受力，减少了对环境的污染风险，促进清洁生产。

本标准的颁布实施有助于提升资源利用效率。痕量杂质元素含量是划分产品牌号等级的重要依据，企业可根据分析检测报告合理规划生产流程，分类使用不同等级的镍基合金粉产品，提高镍基合金粉的资源利用率，有助于资源的可持续利用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

本标准未采用（包括等同采用、修改采用及非等效采用）国际标准或国外先进标准。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准的关系

本标准是YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》的第10部分，领域内没有强制性国家标准。相关的标准有推荐性国家标准GB/T 42513《镍合金化学分析方法》，该标准目前颁布7个部分，采用滴定法、光度法、火焰原子吸收光谱法等测定Cr、V、Si、Al等元素。本标准与GB/T 42513《镍合金化学分析方法》已颁布部分无交叉。

本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

八、重大分歧意见的处理和依据

无重大分歧。

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议本标准为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准采用电感耦合等离子体质谱仪测定镍基合金粉中硼、镁、锌、镓、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅和铋含量的测定。该设备目前在各高校院所、企事业单位均具有较高的市场占有率。建议镍基合金粉的生产和使用单位及各检测机构积极组织本标准的学习与宣贯，并向企业、公司和科研院校（所）推荐本标准。标准使用过程中出现疑问，标准的起草单位有义务进行必要的解释，可通过网络会议、讲座等形式进行标准内容的讲解。建议发布即实施。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准为首次制定，不涉及相关标准的废止。

十二、其它应予说明的事项

无。