

YS/T 539.10-202X

ICS 77.160

CCS H 16

中华人民共和国工业和信息化部　发布

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

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

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder一

Part 10: Determination of trace impurity elements content一

Inductively coupled plasma mass spectrometry

(征求意见稿)

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》的规则起草。

本文件是YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》的第10部分。YS/T 539已经发布了以下部分：

——第1部分：硼含量的测定 酸碱滴定法；

——第2部分：钨含量的测定 辛可宁称量法；

——第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第4部分：铬含量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；

——第5部分：铜含量的测定 硫代硫酸钠碘量法；

——第6部分：铁含量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；

——第7部分：磷含量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；

——第8部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法；

——第9部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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。

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：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、安捷伦科技（中国）有限公司。

本文件主要起草人： XXX、XXX、XXX、XXX。

引 言

镍基合金粉具有优异的高温强度、抗氧化性和抗腐蚀性、优异的蠕变与疲劳抗力以及良好的组织稳定性和使用可靠性，是航空、航天发动机高温部件的关键材料，又是舰船、能源、石油化工等工业领域不可缺少的重要材料。YS/T 539《镍基合金粉的化学分析方法》系列标准于1988年首次颁布实施并经过两次修订完善，对材料的质量控制和性能提升具有重要作用，拟由10个部分构成：

——第1部分：硼含量的测定 酸碱滴定法；

——第2部分：钨含量的测定 辛可宁称量法；

——第3部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；

——第4部分：铬含量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；

——第5部分：铜含量的测定 硫代硫酸钠碘量法；

——第6部分：铁含量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；

——第7部分：磷含量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；

——第8部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法；

——第9部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——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。

电感耦合等离子体质谱仪具有多元素同时测定，检出限低等优点，在有色金属分析检测领域应用广泛。本文件的制定重点考虑了镍基合金粉产品中痕量杂质元素含量的测试需求，具有先进性、可操作性和广泛的适用性，有助于镍基合金粉产品质量的提升。

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

1. 范围

本文件描述了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、铅和铋含量的方法。

本文件适用于镍基合金粉中硼、镁、锌、镓、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅和铋含量的测定，测定范围见表1。

表1 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. 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 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

1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

试料用硝酸、盐酸和氢氟酸溶解，于电感耦合等离子体质谱仪上直接测定。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定的影响，按工作曲线法计算各待测元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

1. 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上的试剂。

* 1. 水，GB/T 6682，一级。
  2. 盐酸（*ρ*=1.18 g/mL）。
  3. 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。
  4. 氢氟酸（*ρ*=1.16 g/mL）。
  5. 标准贮存溶液：硼、镁、锌、镓、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅、铋、锂、钪、铑、铯采用有效期内有证书的单元素标准贮存溶液，质量浓度为100 μg/mL。
  6. 混合标准溶液A：分别移取2.00 mL硼、镁、锌、镓、砷、硒、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅、铋标准贮存溶液（5.5）于100 mL容量瓶中，加入3 mL盐酸（5.2）和1 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含硼、镁、锌、镓、砷、硒、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅、铋各2 µg。
  7. 混合标准溶液B：移取5.00 mL混合标准溶液A（5.6）于100 mL容量瓶中，加入3 mL盐酸（5.2）和1 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含硼、镁、锌、镓、砷、硒、镉、锡、锑、碲、铂、金、铊、铅、铋各100 ng。
  8. 银标准溶液A：移取2.00 mL银标准贮存溶液（5.5）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含银2 µg。
  9. 银标准溶液B：移取5.00 mL银标准溶液A（5.8）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含银100 ng。
  10. 混合内标溶液A：分别移取1.00 mL锂、钪、铑、铯标准贮存溶液（5.5）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锂、钪、铑、铯各1 µg。
  11. 混合内标溶液B：分别移取0.20 mL锂、钪、铑、铯标准贮存溶液（5.5）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锂、钪、铑、铯各200 ng。

1. 仪器设备
2. 四极杆电感耦合等离子体质谱仪：以氩气为载气，配备耐氢氟酸进样系统和碰撞/反应池系统，在碰撞/反应模式下消除存在的质谱干扰（常见质谱干扰见附录A）。各元素推荐的同位素质量数见表2。

表2 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 |

1. 电感耦合等离子体串联质谱仪（ICP-MS/MS）：以氩气为载气，配备耐氢氟酸进样系统，一级质量分析器（Q1）和二级质量分析器（Q2）分别位于碰撞/反应池前后。推荐的测定条件见表3。

表3 ICP-MS/MS推荐的测定条件

| 元素 | Q1质量数 | Q2质量数 | 碰撞/反应气 | 元素 | Q1质量数 | Q2质量数 | 碰撞/反应气 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 | — | — | — | — |

1. 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。
2. 样品

样品为粉末状。

1. 试验步骤
2. 试料

称取0.10 g样品，精确至0.0001 g。

1. 平行试验

平行做两份试验。

1. 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

1. 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于100 mL塑料烧杯中，加入3 mL盐酸（5.2）、1 mL硝酸（5.3）和1 mL氢氟酸（5.4），低温加热至完全溶解（若此法不易溶解，可置于高压消解罐中微波辅助消解），冷却。移入100 mL塑料容量瓶中，加入1.00 mL混合内标溶液A（5.10），用水稀释至刻度，混匀。内标元素也可通过在线引入混合内标溶液B（5.11）的方式加入。

8.4.2 在选定的仪器工作条件下，依次测定空白试液（见8.3）及分析试液（8.4.1），按工作曲线法计算并输出空白试液及分析试液中待测元素的质量浓度。

1. 工作曲线的绘制

8.5.1 工作曲线Ⅰ：当待测元素质量分数小于0.0001%时，于6个100 mL塑料容量瓶中均加入3 mL盐酸（5.2）和1 mL硝酸（5.3），依次加入0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL混合标准溶液B（5.7），用去离子水冲洗容量瓶口后再依次加入0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL银标准溶液B（5.9），混合内标溶液（5.10或5.11）的加入方式与8.4.1保持一致，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 工作曲线Ⅱ：当待测元素质量分数不小于0.0001%时，于6个100 mL塑料容量瓶中均加入3 mL盐酸（5.2）和1 mL硝酸（5.3），依次加入0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL混合标准溶液A（5.6），用去离子水冲洗容量瓶口后再依次加入0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL银标准溶液A（5.8），混合内标溶液（5.10或5.11）的加入方式与8.4.1保持一致，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 在选定的仪器条件下，由低浓度到高浓度依次测定系列标准溶液（8.5.1或8.5.2）。工作曲线的浓度梯度可根据分析试液中待测元素的质量浓度进行调整，至少包括5个标准点。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。工作曲线线性相关系数应不小于0.999。

1. 试验数据处理

待测元素含量以质量分数*wx*计，按式（1）计算：

……………………………………（1）

式中：

*ρx*——分析试液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*ρ*0——空白试液中待测元素的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留2位有效数字；当质量分数小于0.0010%时，计算结果保留1位有效数字。数值修约按照GB/T 8170规定执行。

1. 精密度
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4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4数据采用线性内插法求得。实验室间试验结果得到的统计数据见附录B。

表4 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 |

1. 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5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5数据采用线性内插法求得。

表5 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 |

1. 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观测到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

镍基合金粉常见质谱干扰

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。表A.1给出了采用电感耦合等离子体质谱法测定镍基合金粉中痕量杂质元素含量时常见的质谱干扰。

表A.1 常见质谱干扰

| 同位素 | 干扰 | 同位素 | 干扰 |
| --- | --- | --- | --- |
| 24Mg | 48Ti2+ | 111Cd | 95Mo16O+、93Nb18O+ |
| 66Zn | 50Ti16O+、50Cr16O+ | 125Te | 93Nb16O16O+ |
| 71Ga | 53Cr18O+、35Cl36Ar+、53Cr18O+ | 128Te | 92Mo36Ar+、96Mo16O16O+ |
| 75As | 59Co16O+、58Ni17O+、35Cl40Ar+ | 195Pt | 179Hf16O+ |
| 78Se | 62Ni16O+、60Ni18O+、38Ar40Ar+ | 198Pt | 182W16O+ |
| 80Se | 64Ni16O+、40Ar40Ar+ | 197Au | 181Ta16O+、180Hf17O+ |
| 107Ag | 91Zr16O+ |  |  |

附 录 B

（资料性）

从实验室间试验结果得到的统计数据

精密度数据是在2025年由7家实验室对不同水平镍基合金粉样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平杂质元素含量在重复性条件下独立测定7次。数据统计结果见表B.1。

表B.1 实验室间数据统计结果

| 元素 | 水平 | 结果可接  受的实验  室个数 | 可接受  的数据  个数 | 平均值  % | 重复性标准差（*Sr*）  % | 再现性标准差（*SR*）  % | 重复性限（*r*）  % | 再现性限（*R*）  % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| B | 1 | 7 | 49 | 0.00044 | 0.000028 | 0.000051 | 0.00008 | 0.00014 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00337 | 0.000116 | 0.000185 | 0.00033 | 0.00052 |
| 3 | 6 | 42 | 0.0102 | 0.000379 | 0.000498 | 0.0011 | 0.0014 |
| Mg | 1 | 7 | 49 | 0.00090 | 0.000039 | 0.000076 | 0.00011 | 0.00021 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00091 | 0.000044 | 0.000087 | 0.00013 | 0.00025 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00408 | 0.000122 | 0.000163 | 0.00035 | 0.00046 |
| 4 | 7 | 49 | 0.00815 | 0.000212 | 0.000287 | 0.00060 | 0.00081 |
| Zn | 1 | 7 | 49 | 0.00082 | 0.000035 | 0.000063 | 0.00010 | 0.00018 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00417 | 0.000130 | 0.000227 | 0.00037 | 0.00064 |
| Ga | 1 | 7 | 49 | 0.00011 | 0.000010 | 0.000012 | 0.00003 | 0.00003 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00169 | 0.000056 | 0.000084 | 0.00016 | 0.00024 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00512 | 0.000136 | 0.000162 | 0.00039 | 0.00046 |
| 4 | 7 | 49 | 0.00808 | 0.000189 | 0.000215 | 0.00054 | 0.00061 |
| As | 1 | 7 | 49 | 0.00019 | 0.000019 | 0.000030 | 0.00006 | 0.00008 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00044 | 0.000017 | 0.000063 | 0.00005 | 0.00018 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00094 | 0.000039 | 0.000066 | 0.00011 | 0.00019 |
| 4 | 7 | 49 | 0.00426 | 0.000117 | 0.000172 | 0.00033 | 0.00049 |
| Se | 1 | 7 | 49 | 0.00019 | 0.000016 | 0.000029 | 0.00005 | 0.00008 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00070 | 0.000029 | 0.000055 | 0.00008 | 0.00016 |
| Ag | 1 | 7 | 49 | 0.000054 | 0.000004 | 0.000012 | 0.000012 | 0.000035 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00011 | 0.000011 | 0.000016 | 0.00003 | 0.00004 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00036 | 0.000022 | 0.000063 | 0.00006 | 0.00018 |
| 4 | 7 | 49 | 0.00082 | 0.000036 | 0.000044 | 0.00010 | 0.00012 |
| Cd | 1 | 7 | 49 | 0.000027 | 0.000002 | 0.000005 | 0.000006 | 0.000013 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00011 | 0.000010 | 0.000017 | 0.00003 | 0.00005 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00080 | 0.000041 | 0.000053 | 0.00011 | 0.00015 |
| Sn | 1 | 7 | 49 | 0.00031 | 0.000016 | 0.000037 | 0.00005 | 0.00011 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00079 | 0.000026 | 0.000034 | 0.00007 | 0.00010 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00436 | 0.000111 | 0.000113 | 0.00031 | 0.00032 |
| 4 | 7 | 49 | 0.00833 | 0.000141 | 0.000149 | 0.00040 | 0.00042 |
| Sb | 1 | 7 | 49 | 0.000062 | 0.000004 | 0.000005 | 0.000010 | 0.000015 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00019 | 0.000016 | 0.000020 | 0.00004 | 0.00006 |
| 3 | 6 | 42 | 0.00081 | 0.000026 | 0.000047 | 0.00007 | 0.00013 |
| 4 | 7 | 49 | 0.00409 | 0.000128 | 0.000139 | 0.00036 | 0.00039 |
| 5 | 7 | 49 | 0.00815 | 0.000171 | 0.000184 | 0.00048 | 0.00052 |
| Te | 1 | 7 | 49 | 0.000054 | 0.000003 | 0.000008 | 0.000009 | 0.000022 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00011 | 0.000011 | 0.000014 | 0.00003 | 0.00004 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00043 | 0.000020 | 0.000051 | 0.00006 | 0.00014 |
| 4 | 7 | 49 | 0.00080 | 0.000033 | 0.000039 | 0.00009 | 0.00011 |
| Pt | 1 | 7 | 49 | 0.00010 | 0.000009 | 0.000010 | 0.00003 | 0.00003 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00041 | 0.000025 | 0.000052 | 0.00007 | 0.00015 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00407 | 0.000147 | 0.000157 | 0.00042 | 0.00045 |
| Au | 1 | 7 | 49 | 0.00010 | 0.000009 | 0.000012 | 0.00003 | 0.00003 |
| 2 | 6 | 42 | 0.00080 | 0.000032 | 0.000047 | 0.00009 | 0.00013 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00414 | 0.000144 | 0.000242 | 0.00041 | 0.00069 |
| Tl | 1 | 7 | 49 | 0.000052 | 0.000003 | 0.000004 | 0.000009 | 0.000012 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00011 | 0.000011 | 0.000013 | 0.00003 | 0.00004 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00080 | 0.000036 | 0.000048 | 0.00010 | 0.00014 |
| Pb | 1 | 6 | 42 | 0.000020 | 0.000002 | 0.000003 | 0.000005 | 0.000009 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00035 | 0.000017 | 0.000035 | 0.00005 | 0.00010 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00090 | 0.000035 | 0.000075 | 0.00010 | 0.00021 |
| 4 | 7 | 49 | 0.00403 | 0.000125 | 0.000146 | 0.00035 | 0.00041 |
| 5 | 7 | 49 | 0.00807 | 0.000174 | 0.000166 | 0.00049 | 0.00047 |
| Bi | 1 | 7 | 49 | 0.000050 | 0.000003 | 0.000004 | 0.000008 | 0.000010 |
| 2 | 7 | 49 | 0.00010 | 0.000010 | 0.000012 | 0.00003 | 0.00003 |
| 3 | 7 | 49 | 0.00081 | 0.000038 | 0.000053 | 0.00011 | 0.00015 |