铜及铜合金化学分析方法

第8部分 氧、氮、氢含量的测定

编制说明

（送审稿）

国家标准《铜及铜合金化学分析方法

第8部分 氧、氮、氢含量的测定》起草小组

2023年9月

国家标准《铜及铜合金化学分析方法

 第8部分 氧、氮、氢含量的测定》

（送审稿）编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据国家标准化管理委员会下达《国家标准化管理委员会关于下达2022年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发【2022】22号），计划修订国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第8部分 氧、氮、氢含量的测定》（项目计划号：20220713-T-610）。中铝洛阳铜加工有限公司为第一起草单位，中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）、金川集团股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所、广东省工业分析检测中心、国标(北京）检验认证有限公司、绍兴市质量技术监督检测院、云南铜业股份有限公司、中铝材料应用研究院有限公司苏州分公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、聊城市产品质量监督检验所、中色正锐（山东）铜业有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、山东品冠检测技术服务有限公司14家单位参与起草。计划完成期限：2023年11月。

（二）立项目的和意义

GB/T 5121.8-2008《铜及铜合金化学分析方法 第8部分：氧含量的测定》发布实施于2008年，该方法规定了惰性气体熔融-红外吸收法测定铜及铜合金中0.00030%～0.11%的氧含量。但随着时代的发展，该方法标准已难以满足目前日新月异的铜合金材料要求。

首先是该标准中氧含量的检测范围不能满足现阶段铜及铜合金产品检测需要。如在ASTM标准中C15715、C15720、C15760等牌号对氧含量的要求为0.12%～0.59%，阳极铜中氧含量上限为0.25%，而该标准氧含量的检测上限仅为0.11%，无法满足上述铜及铜合金材料中氧含量的测定。

其次是该标准中未采用助熔剂，不适用于含有难熔组分的铜合金。近年来，铬青铜、钛青铜、氧化铝弥散铜等产品对氧含量均有检测需求，但上述几种铜合金均有难熔组分，按照标准方法分析时不添加助熔剂，会导致样品熔融不完全，氧含量明显偏低。对于上述几种材料，该标准适用性不强。

最后，该标准无法满足铜及铜合金中氮、氢元素的分析。铜及铜合金中氮、氢元素对金属材料的性能影响较大。铜及铜合金中氮元素过高且在热条件下，会导致“蓝脆”现象，降低金属塑性，使其宏观组织产生疏松，甚至产生气泡；铜及铜合金中氢元素易向缺陷附近扩散和聚集，引发氢致延迟断裂。因此氮、氢是高纯铜以及高纯铜靶材等产品中必须控制的元素。在近年来，随着惰性气体熔融-红外吸收法/热导法在检测领域的发展已经氧氮氢分析仪在行业内的普及，该方法已逐渐成为了钢铁、钛合金、金属铬等金属材料中氧、氮、氢含量的主要分析手段，在相关领域也纷纷制定了相应的检测方法标准。如在钛合金、锆合金以及金属铬材料中，已制定了氧氮联测或氧氮氢方法的国家标准，而在铜合金领域，在国内外该方法一直未见相关标准。

拟修订GB/T 5121.8-2008《铜及铜合金化学分析方法 第8部分：氧含量的测定》，将扩展惰性气体熔融-红外吸收法/热导法的应用范围，扩大了铜及铜合金中氧含量的分析范围，同时把目前仅针对氧元素的分析扩展到氧氮氢三个元素，使本标准具有更广泛的适用性，填补国内外方法空白。本次修订有利于促进产品质量的控制和提升，推动氮、氢元素对铜及铜合金影响的科学研究工作。

1. 主要参加单位和工作成员及其所做的工作

1.本标准起草单位及其分工

标准制定计划任务正式下达后，中铝洛阳铜加工有限公司立即成立了标准编制组，并落实起草任务，确定标准的主要起草人，拟定该标准的工作推进计划。具体分工为：中铝洛阳铜加工有限公司总负责，负责试验方案确定、市场和铜加工行业信息收集、样品牌号、规格及样品提供的分工、资料汇总分析及执笔；中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）负责方法二 惰性气体熔融-红外吸收法或热导法测定氢含量试验方案确定及执笔，同时与金川集团股份有限公司一同作为为第一验证单位。山东中金岭南铜业有限责任公司对一些实验条件进行补充验证，中国有色金属工业标准计量质量研究所、广东省工业分析检测中心、国标(北京）检验认证有限公司、绍兴市质量技术监督检测院、云南铜业股份有限公司、中铝材料应用研究院有限公司苏州分公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、聊城市产品质量监督检验所、中色正锐（山东）铜业有限公司、山东品冠检测技术服务有限公司等单位负责部分样品提供和作为第二验证单位。各单位分工明确，通力合作，共同完成标准的修定工作。

中铝洛阳铜加工有限公司是国家“一五”期间兴建的156项重点工程之一，是国内具有影响力的综合性铜加工企业，拥有铜及铜合金高精度电子带、大管大棒、弥散强化无氧铜、宽厚板等多条生产线，产品涉及铜及铜合金板、带、箔、管、棒、型材，广泛应用于电子信息通讯、新能源、汽车、海洋工程、轨道交通、国防、J工、核电等领域。产品广泛应用于电子信息、新能源汽车、海洋工程、轨道交通、电力装备等新兴领域，为神州系列飞船、大推力火箭、区域电子对抗、舰艇等国家重大战略工程提供了关键材料保障。公司拥有国家级企业技术中心、中国合格评定国家认可委员会认可的实验室、中国有色金属工业重金属加工材质检站、河南省铜镁材料和加工技术工程研究中心、中铝集团高性能铜板带加工技术重点实验室、有色行业铜及铜合金材料与加工工程技术研究中心。先后从德国、美国、法国、日本、英国、意大利等十二个国家引进了80台(套)先进的设备和检测仪器，为有色金属产品的研制和生产打下了坚实的基础。公司拥有一支高素质的科研技术研发队伍，具备丰富的生产技术经验和技术能力。制/修订国家/行业标准186项，承担863计划、国家重大专项、JG项目等国家重大科研及固定资产投资项目49项；获省部级以上科技成果奖励112项。

中国船舶集团有限公司第七二五研究所（ 洛阳船舶材料研究所）始建于1961年，是我国专业从事船舶材料研制和工程应用研究的军工科研事业单位。拥有海洋腐蚀与防护国防科技重点实验室等8个国家级创新平台、4个海洋环境试验站、4个国家级检测试验中心、25个省部级创新平台。七二五所检测中心是工信部、国家认监委、国家认可委、中国船级社等机构授权或认证认可的国家级检测实验室，现有技术人员200余名，工程师职称以上人员占比70%，本科以上学历人员占比79%，在材料常规理化测试、腐蚀与防护性能评价、环境适应性评价、工程装备的失效分析、安全寿命评估等领域拥有多名学科带头人，是材料学科硕士、博士培养点。中心建有实验场所3万余m2，实验海域75亩，测试设备1000 余台套，设备资产总额约3亿元，通过CNAS\CMA认证认可标准950余项，试验/校准项目600项，长期从事金属材料及非金属材料的检测、评价与海洋环境试验技术开发、应用与标准化工作，致力于为客户提供“测试-评价-问题解决”一揽子方案。

金川集团股份有限公司是全球知名的大型有色冶金和化工联合企业，是中国最大的镍钴铂族金属生产企业、全球第二大钴生产企业和第三大镍生产企业。公司有国家镍钴新材料工程技术研究中心等两个国家级技术中心和国家镍钴金属材料加工技术重点实验室。公司的研究成果获国家科技进步特等奖、一等奖、二等奖各1项，以及国家工业领域的最高奖-中国工业大奖1项。公司申请专利 900多项，授权专利800多项，制修订国家、行业标准150多项，主持制定国际标准1项，参与制定国际标准3项，研制国家、行业标准样品10多种。

金川集团股份有限公司下属子公司兰州金川科技园有限公司甘肃精普检测科技有限公司现拥有GDMS 1台、ICP-MS 1台、ICP-OES 8台、火花直读光谱仪1台、直流电弧直读光谱仪1台、原子荧光光谱仪2台、C、H、O、N、S气体分析仪4台，具有完备的铜及铜合金标样检测实力。至2017 年以来，检测国标（北京）检验认证有限公司是中国权威的第三方检验认证服务机构，隶属于中国有研科技集团，管理并运营着国家有色金属及电子材料分析测试中心（1983年由原国家科委批准建立）与国家有色金属质量监督检验中心（1985年由国家质量技术监督局批准建立）。中心于1992年通过计量认证(CMA)，2001年通过中国合格评定国家认可委员会（CNAS）认可，是我国金属及电子材料的权威检测机构，同时是我国有色金属行业分析测试标准的主要起草单位之一。公司建立了以分析化学、材料力学与表面性能、显微组织结构、无损检测为核心的分析测试服务平台，拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，具备了对产品开展多参数、多尺度、高精度、全成分范围检验评价的能力。拥有辉光放电质谱仪、电感耦合等离子体质谱仪、电感耦合等离子体光谱仪、超高压电子显微镜、大景深激光共聚焦显微镜、波长色散X射线荧光光谱仪等国内外先进仪器，仪器设备在国内实验室处于领先水平。在高纯金属的检测标准制修订中本单位积累了丰富的经验，负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准300余项；国家标准物质/标准样品120余个。公司负责起草或参加起草的与高纯金属有关的标准19项。

 中国有色金属工业标准计量质量研究所是我国有色金属标准化归口单位，业务工作隶属国家质量监督检验总局和国家工业和信息化部。负责我国有色金属及稀土国家标准、行业标准及国家军用标准的项目计划、制修订和复审工作，对企业执行的各类标准提供水平认证及企业标准的备案工作；负责有色金属标准样品的鉴定，定点研制单位等认可工作；负责组织制修订有色金属计量管理、技术规范，负责组织有色行业内计量检定人员的培训、发证和换证工作，组织有色企业完善计量检测体系的确认工作；承办全国优秀质量管理小组评选工作，组织开展有色金属产品用户满意度工程活动；研究所是国家科技部认定的国家一级科技查新咨询单位，可通过DIALOG、STN及互联网联机检索国外上百个各种专业数据库，国内可联机检索中国科技信息研究所、国防科技信息中心、机械部信息中心、中国化工信息中心等联机检索系统，作为国家一级查新单位，主要负责全国有色工业系统及相关行业的科研项目查新咨询工作，涉及与全国有色金属工业相关的各专业领域；另外研究所也是国家知识产权局认定的有色金属行业专利代理机构，是国防专利局指定的国防专利代理机构。

广东省科学院工业分析检测中心始建于1971年，先后隶属于广州有色金属研究院、广东省工业技术研究院，2015年12月经广东省机构编制委员会批准为广东省科学院属下的独立法人事业单位。中心是国家市场监督管理总局批准的资质认定实验室（CMA）、中国合格评定国家认可委员会批准的检测和校准实验室（CNAS）、运营管理着中国有色工业华南质量检验检测中心、国家矿物及再生金属材料质量检验检测中心、广东省质量监督有色金属产品检验站、广东省质量监督电子产品检验检测中心。本中心是广东省科技成果鉴定检验监督机构、广东省金属材料综合利用检测与评价中心、工业（有色金属及再生有色金属）产品质量控制和技术评价实验室、CQC认证及方圆认证签约实验室。中心主要从事金属材料、矿物材料、建筑材料、电子电器、新能源电池、化工产品、固体废物、汽车材料、再生资源及金属材料综合利用的检测、咨询、评价及分析测试技术研究和计量校准等服务。同时本中心还开展行业标准制定和技术方法研究及企业科研及标准培训、实验室资质申请及运营咨询、工厂认证检查和产品认证服务。

绍兴市质量技术监督检测院，位于绍兴国家级检测试验科研基地内，占地90多亩、建筑面积9.6万平方米，是集检测、校准、测试、培训于一体的综合性技术机构。检测院目前拥有国家有色金属加工产品质量检验中心（浙江）、国家环保设备质量检验中心（浙江）、国家纺织化学品质量检验中心（浙江）（筹）三个国家中心。此外，本院还拥有5个浙江省级检验中心（纺织品与染化料产品质量检验中心、制冷配件设备质量检验中心、环保设备质量检验中心、有色金属及其加工产品质量检验中心、纺织机械产品质量检验中心）。检测能力覆盖环保设备、金属材料、纺织与染化料、化工、通用机电设备、制冷配件、建设工程材料、消防工程、智能化工程、橡塑制品、家用电器、电线电缆、轻工产品、黄金珠宝、空气与水环境、食品相关产品等十九大类2000多个产品，并通过国家实验室认可和国家级、省级资质认定。从2013年开始参与全国有色金属标准化技术委员会工作以来，为主或参与国家/行业标准制修订20多项，其中近10项标准水平达到国际先进水平、4项获有色标委会年度技术标准优秀奖。

山东中金岭南铜业有限责任公司地处山东东营，前身为山东方圆有色金属集团，现为深圳市中金岭南有色金属股份有限公司控股的大型铜冶炼加工企业。公公司先后承担国家科技支撑计划、863科技攻关计划、国家火炬计划、国家国际合作重大专项等科研项目10余项，引进海外高层次科技创新人才5名，取得专利及专有技术50项，其中发明专利17项、实用新型专利33项。连续多年入围中国有色金属工业50强、山东省百强、中国500强企业。先后获得国家循环经济标准化示范基地、中国生态绿色科技典范企业、山东省省长质量奖等荣誉称号。公司拥有完全自主知识产权的世界领先的冶金工艺——“两步炼铜新工艺”，建成了全球首条“两步炼铜新工艺年处理150万吨多金属矿项目”示范生产线。先后荣获中国有色金属工业科学技术一等奖和山东省科技进步一等奖，该示范项目被列入国家科技支撑计划，是国务院督导的十七项重大科技项目之一。中心实验室配备了目前世界上最为高端的诸多精密分析仪器，拥有ICP-AES、ICP-MS、X射线荧光光谱仪、电镜扫描、光电直读光谱、氧氮氢分析仪、原子荧光、高频红外碳硫分析仪、离子色谱、分光光度计等多套设备。具有优良的科研传统和较强的研究能力，开发的分析方法上百种，参与过多项国家标准和行业标准。

上海有色金属工业技术监测中心有限公司(简称“上海监测”)成立于2013年，隶属于中国有研集团国合通用测试评价认证股份公司。上海监测运行管理着“中国有色金属工业华东产品质量监督检验中心”和“中国有色金属工业无损检测中心”两个具有国家资质认定的检验检测机构。主营业务涉及第三方检测服务(含质量、能源、计量、环保技术检测；金属材料、电子材料理化检测；无损检测；贵金属及珠宝玉石检测等)、设备检定、检测培训等方面。上海监测通过了ISO/IEC 17025实验室国家认可(CNAS)、中国计量认证(CMA)、国家航空航天和国防合同方授信项目（NADCAP），是国家海关总署指定的进出口商品检验鉴定机构，是中国有色金属工业系统无损检测技术工作委员会的主任委员单位。公司拥有雄厚的技术力量，先进齐全的仪器装备，是华东地区权威的第三方材料测试评价机构。上海监测积极面向市场，服务社会，向两千多家研究单位和企业提供了大量准确可靠的分析数据，并承担了大量国家质量监管和技术开发任务，为我国有色金属工业发展和科技进步作出了积极贡献。

中铝材料应用研究院有限公司是中铝集团在北京未来科技城规划建设的15家重要骨干中央企业高层次人才创新创业单位之一，是中关村高新技术企业；设立有“中国铝业公司-北京科技大学联合工程研究中心”产学研合作平台；建立有院士专家工作站，已签约4位国家特聘海外专家，5位知名大学兼职教授，每年定期在研究院实地指导项目；长期与英国布鲁内尔大学、挪威科技大学、丹麦科技大学以及国内的中南大学、东北大学、大连理工大学、南京理工大学等行业内一流高等学府、院校保持密切联络，在学术交流、人才联合、科研项目开展等方面开展广泛、开放的合作，共同促进有色金属科研事业的发展。中铝材料院设立有航空航天材料所，轻量化材料所、熔铸技术所、应用技术所、仿真技术所，专注于铝、镁、钛等合金材料领域的研发和技术服务工作，能够完成应用研究的全链条的材料研究工作，部分检测设备具备材料研究领域最高水平的分析测试能力。

 云南铜业股份有限公司以铜金属的地质勘探、采矿选矿、冶炼加工、科技研发、进出口贸易为主的有色金属企业。公司拥有19个系列、180余种产品，其中黄金的产量全国第九，白银产量全国第一，高纯阴极铜占据国内市场的12%。公司的"铁峰牌"阴极铜在上海和伦敦的金属交易所注册交易，"铁峰牌"金锭在上海黄金交易所上市，"铁峰牌"银锭在英国伦敦金银市场协会注册交易。

中色正锐（山东）铜业有限公司成立于2022年11月，隶属于中国有色矿业集团有限公司，是由中色奥博特铜铝业有限公司剥离优质资产出资设立的铜加工企业，主业定位为铜及铜合金材料深加工，是中国有色矿业集团材料加工板块的重要构成。公司占地面积一千余亩，年铜材加工能力4.25万吨，集科研、开发、生产、销售于一体，是山东省最大、国内知名、行业先进的高性能、高精度铜合金板带和压延铜箔生产基地。公司主要生产装备均达到世界先进水平，产品涵盖了几十个门类、数百个规格，产品广泛应用于电力电器、电子通讯、汽车家电、交通运输等行业，总体装备水平国际领先；检测分析设备覆盖生产、研发，围绕产品成分、性能检测及生产过程介质分析，引进了扫描电镜、光谱分析仪、旋转涡流探伤仪等先进的检测设备。公司拥有海外引进高层次专家1名，博士研究生3人，硕士研究生15人；高级职称17人，中级职称37人，高级技师9人，高级技工117人。组建了一支以海外引进高层次专家为核心研发团队，为科技创新提供了强有力的人才支撑。

聊城市产品质量监督检验所是1985年由原聊城地区行政公署批准成立的综合检验检测机构。现已形成化工产品、金属材料、轻工产品、装饰材料、日用消费品、纺织产品、机电设备、食品及食品相关产品、农药（农产品）、饲料、建材、轴承等多类产品的检验检测能力。拥有2个国家级质检中心，分别是国家铜铝冶炼及加工产品质量监督检验中心、国家轴承产品质量监督检验中心；拥有6个省级质检中心，1个省级标准化试点（聊城“一站式”质量基础技术服务标准化试点）。还设有聊城市农药（农产品）监督检验中心等市级质检中心和聊城市重点实验室。设有扫描电镜室、金属化学分析室、力学实验室等多个专业化实验室。配备了电感耦合等离子体质谱仪、热场发射扫描电镜等64 台（套）高端检验检测设备。共通过检测参数441项，检验能力基本覆盖铜铝重要产品及关键项目（参数）的全部检验能力，覆盖率为85.63%。主持国家质检总局项目《自动加载轴承疲劳寿命试验机研究》1项。山东省质监系统科技项目2项。参与制定国家标准、行业标准14项，其中《铜及铜合金 室温拉伸试验方法》获得2016年度有色金属标准一等奖。主起草行业标准1项《铜中含氧量的显微镜偏光检验方法》。主持制定《输送流体用无缝钢管》等六项团体标准。出版《机械制造与自动化应用研究》等4本著作。发表论文4篇。发明实用新型专利6项、发明专利1项。

 山东品冠检测技术服务有限公司成立于2018年5月，注册资金2000万元，公司总部坐落于山东省聊城经济技术开发区，地处冀、鲁、豫三省交界之地，地理位置优越，交通便利，物流发达，公司占地面积达2000多平方米，是一家多元化，综合性的第三方检测机构。公司实验室是通过中国计量认证（CMA）资质认定的综合实验室，包括光谱室、色谱室、化工检测室、金属材料检测室等。实验室内配备有各类国际先进检测仪器，包括离子色谱仪、原子荧光光度计、原子吸收分光光度计、可见分光光度计、直读光谱仪计等二百余台设备。公司业务覆盖了检验检测、项目服务、检定校准、体系认证四大领域，其中检验检测包括环境检测、金属材料检测、土壤、化肥、化工产品检测。项目服务包括项目立项、环评、安评、环境应急预案、环保验收、环保设备、排污许可证办理、培训咨询服务。检定校准包括长度、力学、电学、热工、理化等检测设备的计量和校准。参与制定多项国家标准、行业标准的起草工作。

2. 本标准起草人员及其工作职责

整个标准起草过程中各参编单位给予了大力的支持帮助。由中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）、金川集团股份有限公司等几家单位进行实验方案确定、样品收集和提供、开展验证试验以及标准审核等工作。

标准主要起草人以及分工见下表1

表1 工作成员及所做工作

|  |  |
| --- | --- |
| **联系人姓名** |  **分工** |
| 李绍文、刘攀、张砚博 | 标准文本和试验方案的确定、各起草单位的组织协调、样品的收集及分发、条件试验及精密度试验验证、试验数据的汇总处理、标准文件和编制说明编写。 |
| 胡家彦、任民、张毅、徐艳燕、赵芙蓉 | 对标准文件和编制说明提出修改建议、条件试验及精密度试验验证。 |
| 韩知为 | 对标准修订方案、标准文件和编制说明提出指导。 |
| 员阿鹏、刘光辉、岳好峰、徐晨曦 | 提供样品、试样制备、对标准文件和编制说明提出修改建议、精密度试验。 |
| 王士东、陈倩倩、王长华、刘若彤、陈雄飞、朱云、顾博、袁丽丽、冯丹、张惠琳、庄艾春、罗铁础、郭丽丽、唐玉秋、张克、程列鑫、余锡孟、孔洪涛 | 对标准文件和编制说明提出修改建议、精密度试验。 |

（四）主要工作过程

1.预研阶段

在标准起草修订过程中，标准编制组成员查阅了国内外有关铜及铜合金中氧氮氢含量检测的相关标准。通过信息收集发现除本标准外，国外还有：ASTM E2575-19《 铜和铜合金中氧含量测定的标准试验方法》（氧含量测定范围0.00035%～0.090%）、JIS H1067-2002《铜中氧含量的测定方法》（氧含量测定范围0.0001%～0.050%）、KS D 1969-2007《铜中氧含量测定方法》（氧含量测定范围0.0001%～0.050%）等方法规定了铜及铜合金中氧含量的分析方法，但在检测范围方面均无法满足氧含量上限为0.60%的铜及铜合金。同时经过检索，目前国内外还没有针对铜及铜合金中氮和氢含量的分析方法。

起草单位经过全面调研，确定了含量范围和初步方案，经过为大量的试验和生产实际应用，确定方案准确度高，精密度好，于是向全国有色金属标准化技术委员会提交了立项建议书。

2.立项阶段

2021年10月，全国有色标准化技术委员会在常州召开了项目论证会，会上中铝洛阳铜加工有限公司向全国有色标准化技术委员会重金属分标委全体委员会提交了《铜及铜合金化学分析方法 第8部分 氧、氮、氢含量的测定》项目建议书、草案及立项报告等材料，经全体委员论证同意立项。随后由秘书处组织全体委员网络投票，投票通过后转报给工业和信息化部科技司，并挂网向社会公开征求意见。

2022年7月，国家标准化管理委员会发布了《国家标准化管理委员会关于下达2022年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》，下达修订《铜及铜合金化学分析方法 第8部分 氧、氮、氢含量的测定》国家标准的任务计划，计划号为20220713-T-610，项目完成时限为2023年11月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

3.起草阶段

3.1任务落实

中铝洛阳铜加工有限公司接到任务后立即组织技术人员成立了标准编制组，制定了该标准的研究内容、技术路线、任务分工和进度安排。在拟制定分析方法开展了多方调研、资料收集后进行试验工作，包括加热功率、加标回收及精密度试验等，最终形成了《标准草案》。

2022年9月14日～9月16日在扬州由全国有色金属标准化技术委员会组织的第一次工作会议上，对该标准的修订进行了分工和任务落实，会上确定了由中铝洛阳铜加工有限公司牵头负责《铜及铜合金化学分析方法 第8部分 氧、氮、氢含量的测定》的起草工作，由中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）、金川集团股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所、广东省工业分析检测中心、国标(北京）检验认证有限公司、绍兴市质量技术监督检测院、云南铜业股份有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、聊城市产品质量监督检验所、中色正锐（山东）铜业有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、山东品冠检测技术服务有限公司协助起草，明确了所采用的方法，同时确定了样品提供单位、试验验证单位、进度安排等事项。

3.2样品收集及试验研究

中铝洛阳铜加工有限公司根据国内外市场上铜及铜合金生产和应用情况，开展试验样品的选材、收集、和制备工作，充分考虑到试验样品的代表性。共收集制备了铜及铜合金中不同梯度的氧、氮、氢样品共计10批。其中铜中氧样品5批、铜中氮2批、铜中氢2批、同时含氮、氢1批，由于在0.0X%含量段未能找到铜中氮样品，该样品采用氮标准值为0.237%的钢铁标样与不含氮的纯铜合成为氮的理论值为0.0474%的合成样。以上样品作为本标准统一的试验样品，相关信息见表2所示。

表2 本标准试验样品的基本信息

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 试样编号 | 样品状态 | 氧的含量水平，% | 氮的含量水平，% | 氢的含量水平，% |
| 1 | 铜中氧-1# | 铜棒 | 0.0006 | / | / |
| 2 | 铜中氧-2# | 铜厚带 | 0.0015 | / | / |
| 3 | 铜中氧-3# | 铜厚带 | 0.0042 | / | / |
| 4 | 铜中氧-4# | 铜棒 | 0.020 | / | / |
| 5 | 铜中氧-5# | 块状 | 0.35 | / | / |
| 6 | 铜中氮氢-6# | 铜厚带 | / | 0.0020 | 0.0006 |
| 7 | 铜中氮-8# | 铜屑 | / | 0.0003 | / |
| 8 | 铜中氮-9# | 合成样 | / | 0.047 | / |
| 9 | 铜中氢-10# | 块状 | / | / | 0.0004 |
| 10 | 铜中氢-11# | 铜管 | / | / | 0.00015 |

2022年12月～2023年8月编制组开展大量试验研究工作，形成了标准文本和编制说明。试验内容主要包含分析功率、空白试验及检测下限的确定以及方法相关精密度和准确度验证。

3.3 标准预审

2023年7月，全国有色金属标准化技术委员会重金属分标委在浙江省宁波市召开标准预审会，根据会议上各专家提出的意见以及在社会中征集的意见，对标准进行了进一步的修改和完善，于2023年8月形成了形成了征求意见2稿及编制说明。

经汇总，会上各位专家及验证单位主要提出如下意见：

1. 对字体、格式、表述等内容提出了修改意见；
2. 在前言中的技术变化的相关描述进行提炼和优化；
3. 系列标准应增加引言内容；
4. 对于试验中观察到含锌试样会因产生大量粉尘堵塞气路这一现象在文件中进行描述；
5. 在仪器校准前增加预分析操作章节；
6. 仪器分析条件统一放在附录中描述，并制成表格；
7. 增加助熔剂的纯度要求的描述；
8. 删除氢含量测定方法中对检测结果接受规则的描述；
9. 为防止二次修约，删除计算结果按照GB/T 8170修约的描述。

 根据以上意见，按要求对标准进行了修改。

4. 征求意见阶段

本标准分别于2023年7月和8月通过发函、征求意见资料在中国有色金属标准质量信息网（www.cnsmq.com）上挂网等方式，向社会公开征求意见。回函并有建议或意见的单位13个，回函无意见的单位9个，没有回函的单位0个；括生产单位16个，第三方检测机构2个，大学和科研院所4家，基本覆盖该领域相关的主要单位。编制组根据会议专家意见和回函意见情况，结合参编单位反馈的意见，对标准草案进行初步的修改和完善，于2023年9月形成了标准《送审稿》及《编制说明》。

1. 审查阶段
2. 报批阶段

二、标准的制定原则、主要内容与依据

（一） 规范性原则。

本标准根据《中华人民共和国标准化法》要求，该标准制订的程序和格式严格按照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《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》和《有色金属冶炼产品、加工产品、化学分析方法国家标准、行业标准编写示例》的要求编写。

（二） 可靠性原则。

标准规定的检测方法在同一实验室检测结果具有长期稳定性，不同实验室之间的检测结果具有一致性，能有效地规范铜及铜合金中氧、氮、氢含量方法。

（三） 适用性原则。

本部分是在标准GB/T 5121.8-2008《铜及铜合金化学分析方法 第8部分：氧含量的测定》的基础上进行修订而成。同时充分考虑了生产企业、使用单位及相关个方面的意见和建议。根据国内铜及铜合金生产和下游客户的具体情况，突出标准的实用性。对试验设备及试验条件提出了明确要求，完善试验条件及试验步骤、检测范围，能普遍满足国内对铜及铜合金中氧、氮、氢含量的检测要求，更好地确保标准的先进性，促进我国检测技术的进步。。

（四） 协调一致性原则。

本标准在制订过程中，充分考虑铜及铜合金产品标准的相关内容要求，保证了标准的协调性与一致性。

三、标准主要技术内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）标准修定的内容及修订原因说明

本部分是在标准GB/T 5121.8-2008《铜及铜合金化学分析方法 第8部分：氧含量的测定》的基础上进行修订而成。本文件与GB/T 5121.8-2008相比，主要变化如下：

1. 本部分文件名称修改为《铜及铜合金化学分析方法 第8部分：氧、氮、氢含量的测定》，使文件名称与内容相对应；
2. 根据标准编写规则要求，增加了“引言”部分；
3. 根据标准编写规则要求，增加了“规范性引用文件”；
4. 由于氧氮联合测定在技术上已经比较成熟，国内应用也较为普遍，因此增加了惰性气体熔融-热导法测定氮含量的方法，可同时或单独测定氧、氮含量，氮的测定范围为“0.0001%～0.050%”

5.为使本标准适用于高氧含量铜合金的测定，将本标准的氧含量的测定范围修改为“0.00030%～0.60%”；

6.增加了单独测定氮时的制样要求，允许使用屑状样检测氮含量；

7.由于不同仪器厂家所用的石墨坩埚规格、形状均有所不同，即使没有示意图也完全不影响使用，石墨套坩埚示意图存在意义不大。同时由于目前市场氧氮氢分析仪器结构均为一体化，无需自行组装，通过阅读仪器使用说明书就能正常操作，仪器示意图存在的意义也不大。因此删除了石墨套坩埚示意图和仪器示意图；

8.为了满足高含量氧的测定，降低样品称样量下限，同时结合仪器的使用情况，将测定氧含量的试样量由“0.30g～1.00g”修改为“0.10g～2.00g”；

9.修改了方法一中对空白试验的描述，使空白试验的操作描述更加详细规范，操作性更强；

9.将“仪器的准备”修改为“仪器校准”，并修改的相应的描述，使仪器校准的操作描述更加详细规范，操作性更强；为了在仪器校准前得到样品待测元素的预计值，在“仪器校准”章节之前增加了“预分析”章节；

10.根据标准编写规则要求，删除了章节“质量保证和控制”，增加了章节“试验报告”；

11.为了满足铜及铜合金中氢元素的测定，增加了惰性气体熔融-红外吸收法或热导法测定氢含量的方法及其仪器分析条件，氢的测定范围为0.00005%～0.0010%；

12.根据标准编写规则要求，在附录中增加了精密度试验原始数据。

（二）验证试验

编制组编制了试验方案，明确样品的要求、试验方法及步骤，对方法的准确度和精密度进行分析评价。其中方法一的试验方案、组织验证由中铝洛阳铜加工有限公司负责，方法二由中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）负责。

1. 方法一 惰性气体熔融-红外吸收法/热导法测定氧、氮含量的验证

1.1 铜及铜合金中氮分析功率试验

通常加热功率越高，越有利于试样中氧、氮的释放。但温度太高，易损坏电极，造成石墨挥发，因此在保证气体充分释放的情况下选择合适的分析功率。GB/T 5121.8-2008中推荐分析功率为4.5kw，为了便于氧、氮的同时测定，拟将本标准方法一的分析功率设定为4.5kw。为此对铜及铜合金中氮的分析功率进行了验证，结果如表2所示。

表2 铜及铜合金中氮分析功率试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析功率/kW | 2.0 | 2.5 | 3.0 | 3.5 | 4.0 | 4.5 | 5.0 |
| 氮含量检测结果/% | 0.000090 | 0.000091 | 0.0017 | 0.0019 | 0.0019 | 0.0019 | 0.0020 |

从表2结果可知，分析功率在3.5kW～5.0kW时检测结果稳定，但由于GB/T 5121.8-2008中推荐测氧的分析功率为4.5kW。为了便于氧、氮元素联测操作的便捷性，推荐分析功率为4.5kW更为合理。

由一验单位中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）对铜及铜合金中氮的分析功率进行了验证，结果如表3所示。

表3 分析功率试验验证结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析功率/kW | 2.0 | 2.5 | 3.0 | 3.5 | 4.0 | 4.5 | 5.0 |
| 铜中氮6#-氮含量/（μg/g） | 0.9 | 2.2 | 12.1 | 20.5 | 21.4 | 22.3 | 22.2 |

由表3试验结果可知，4.50kW时氮释放完全，结果稳定，便于氧、氮元素的同时测定，标准推荐的4.50kW分析功率是适宜的。结论与起草单位一致。

1.2 空白试验、检出限、检测下限的确定

铜及铜合金中氧、氮的空白值的来源主要有载气的纯度、石墨坩埚的质量、助熔剂镍篮的质量等。对石墨坩埚及镍篮分别进行测定，按试验选择的最佳测定条件连续分别测定石墨坩埚和镍囊各7次，计算其标准偏差SD，以3倍的SD所对应的浓度为检出限，以10倍的SD所对应的浓度为检出限，结果见表4。

表4 空白试验、检出限、检测下限的确定

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 测定值（%） | 平均值（%） | 标准偏差SD（%） | 检出限3倍SD（%） | 检测下限10倍SD（%） |
| 石墨坩埚-氧 | 0.00003，-0.00001，-0.00003，0.00004，0.00003，0.00003，0.00001 | 0.000014 | 0.000026 | 0.000078 | 0.00026 |
| 石墨坩埚-氮 | 0.000006，-0.000003，0.000010，0.000009，0.000005，0.000002，0.000007 | 0.000005 | 0.000004 | 0.000012 | 0.00004 |
| 镍篮-氧 | 0.00025,0.00031，0.00023,0.00027，0.00031，0.00025，0.00026 | 0.00027 | 0.000031 | 0.000093 | 0.00031 |
| 镍篮-氮 | 0.000011，0.000008，0.0000060.000010，0.000005，0.0000040.000003 | 0.000007 | 0.000003 | 0.000009 | 0.00003 |

从表4中结果看出，在试验选择的条件下，石墨坩埚及镍篮的空白值低且稳定，能满足本标准方法中设定检测下限的要求。

由一验单位中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）对铜及铜合金中氧、氮的空白试验、检出限、检测下限进行了验证，结果如表5所示。

表5 空白试验、检出限、检测下限的验证

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 测定值/（μg/g） | 平均值/（μg/g） | SD/（μg/g） | 检出限/（μg/g） | 检测下限/（μg/g） |
| 石墨坩埚-氧 | -0.02 | -0.10 | 0.11 | -0.05 | 0.08 | -0.03 | -0.02 | 0.00  | 0.07  | 0.22  | 0.70 |
| 石墨坩埚-氮 | -1.01 | -1.01 | -1.00 | -0.97 | -0.99 | -1.30 | -0.96 | -1.04  | 0.12  | 0.35  | 1.2 |
| 镍篮-氧 | -0.30 | 0.18 | 0.07 | 0.26 | -0.01 | 0.46 | -0.26 | 0.06  | 0.27  | 0.82  | 2.74 |
| 镍篮-氮 | 0.055 | 0.044 | -0.031 | 0.055 | -0.037 | -0.033 | -0.123 | -0.010 | 0.066 | 0.20  | 0.66 |

经验证，在试验选择的条件下，石墨坩埚及镍篮的空白值低且稳定，能满足方法中检测下限的要求。结论与起草单位一致。

1.3 加标回收试验

由于没有氧含量大于0.1%的标准样品和铜中氮标准样品，为了验证本方法的准确度，在一个含氧铜合金试样(氧含量：0.362%)中分别加入铜中氧标样LECO 501-147（氧标准值：0.0236%）和GSB04-2403-4-2008（氧标准值：0.0135%）；在另一个含氮铜合金试样（氮含量：0.0019%）中加入钢铁标样JSS 605-11（氮标准值：0.0192%）和钢铁标样（氮标准值：0.0092%）。按照本方法步骤进行测定，计算回收率，结果见表7。

表7 加标回收试验

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 称样量/g | 试料含氧量/mg | 加入氧量/mg | 理论氧含量/mg | 测得量/mg | 回收率/% |
| 铜中氧5# | 0.1714 | 0.620 | 0.237 | 0.857 | 0.867 | 101.17 |
| 0.1441 | 0.522 | 0.133 | 0.655 | 0.651 | 99.39 |
| 样品编号 | 称样量/g | 试料含氮量/mg | 加入氮量/mg | 理论氮含量/mg | 测得量/mg | 回收率/% |
| 铜中氮6# | 0.8594 | 0.0163 | 0.0207 | 0.0370 | 0.0364 | 98.38 |
| 0.8949 | 0.0170 | 0.0426 | 0.0596 | 0.0605 | 103.19 |

由表7结果可知，氧、氮加标回收率分别为99.39%、101.17%和98.38和103.19%，说明本方法应用于铜及铜合金中高氧含量及氮含量正确度好。

由金川集团股份有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司按照拟定的分析步骤对2个样品中氧、氮含量进行了三组各2次加标回收试验测定，结果见表8、表9。

表8 氧、氮、氢含量加标回收试验验证（金川集团股份有限公司）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 称样量/g | 试料含氧/mg | 加入氧量/mg | 理论氧含/mg | 测得量/mg | 回收率/% |
| 铜中氧3# | 0.8696 | 0.0048 | 0.0015 | 0.0063 | 0.0062 | 98.41 |
| 0.8530 | 0.0048 | 0.0030 | 0.0078 | 0.0079 | 100.90 |
| 样品编号 | 称样量/g | 试料含氮量/mg | 加入氮量/mg | 理论氮含量/mg | 测得量/mg | 回收率/% |
| 铜中氮6# | 0.7322 | 0.0023 | 0.0014 | 0.0037 | 0.0035 | 94.59 |
| 0.4779 | 0.0023 | 0.0028 | 0.0061 | 0.0062 | 101.64 |

表9 氧、氮、氢含量加标回收试验验证（山东中金岭南铜业有限责任公司）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 称样量/g | 试料含氧量/mg | 加入氧量/mg | 理论氧含量/mg | 测得量/mg | 回收率/% |
| 铜中氧5# | 0.1087 | 0.402 | 0.257 | 0.659 | 0.659 | 100.00 |
| 0.1169 | 0.432 | 0.122 | 0.554 | 0.556 | 100.36 |
| 样品编号 | 称样量/g | 试料含氮量/mg | 加入氮量/mg | 理论氮含量/mg | 测得量/mg | 回收率/% |
| 铜中氮6# | 0.8956 | 0.0179 | 0.264 | 0.2819 | 0.2749 | 97.52 |
| 1.1308 | 0.1493 | 0.141 | 0.2903 | 0.2933 | 101.03 |

由表8、表9结果可知，氧加标回收率分别为98.41%-100.90%之间，氮加标回收率在94.59-101.64%之间，说明本方法应用于铜及铜合金中氧、氮含量的测定准确度好。

1.4 精密度实验

为验证方法的精密度，按照选定的实验方法对5个铜中氧样品和3个铜中氮样品在重复性条件下分别进行7次独立测试由于未发现氮含量0.0X%的铜合金材料，铜中氮9#样品是在1.000g不含氮的纯铜中加入0.200g钢铁标准样品（氮标准值：0.237%，标样编号：GSB03-2677-2011）制成的合成样，其氮理论值为0.0474% 。测定结果见表10所示。

表10 精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00057，0.00062，0.00057,0.00057，0.00061，0.00062，0.00063 | 0.00060 | 0.000027 | 4.57 |
| 铜中氧2# | 0.00160，0.00151，0.00156，0.00152，0.00158，0.00148，0.00145 | 0.00153 | 0.000054 | 3.55 |
| 铜中氧3# | 0.00414，0.00406，0.00402，0.00412，0.00434，0.00410 ，0.00411 | 0.00413 | 0.00010 | 2.47 |
| 铜中氧4# | 0.0196，0.0206，0.0207，0.0199，0.0201，0.0204，0.0199 | 0.0201 | 0.00041 | 2.02 |
| 铜中氧5# | 0.371，0.364，0.360,0.360，0.362，0.357,0.357 | 0.362 | 0.0049 | 1.34 |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00192,0.00188,0.00191,0.00181,0.00194，0.00194，0.00202 | 0.00192 | 0.00064 | 3.34 |
| 铜中氮8# | 0.000338，0.000305，0.000289，0.000341，0.000348，0.000279，0.000385 | 0.000326 | 0.000037 | 11.43 |
| 铜中氮9# | 0.0479，0.0476，0.0468，0.0479，0.0476，0.0476,0.0470 | 0.0475 | 0.00043 | 0.90 |

从表10中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在1.34%～4.57%之间，铜中氮的测定RSD在3.34%～11.43%之间，该方法精密度良好。

第一验证单位中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）的精密度试验结果见表11。

表11 中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所）精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00061 0.00063 0.00061 0.00070 0.00066 0.00060 0.00074 | 0.000650 | 0.000053 | 8.14 |
| 铜中氧2# | 0.00165 0.00169 0.00170 0.00161 0.00164 0.00178 0.00173 | 0.00169 | 0.000058 | 3.44 |
| 铜中氧3# | 0.00411 0.00410 0.00422 0.00440 0.00451 0.00430 0.00440 | 0.00429 | 0.00016 | 3.64 |
| 铜中氧4# | 0.0191 0.0190 0.0195 0.0185 0.0186 0.0184 0.0183 | 0.0188 | 0.00044 | 2.34 |
| 铜中氧5# | 0.371 0.367 0.353 0.353 0.382 0.361 0.376 | 0.366 | 0.011 | 3.04 |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00198 0.00220 0.00201 0.00249 0.00195 0.00211 0.00223 | 0.00214 | 0.00019 | 8.8% |
| 铜中氮8# | 0.000283 0.000241 0.000316 0.000250 0.000261 0.000310 0.000258  | 0.000274 | 0.000030  | 10.77  |
| 铜中氮9# | 0.0475 0.0478 0.0481 0.0484 0.0482 0.0480 0.0468  | 0.0478  | 0.000538  | 1.12  |

从表11中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在2.34%～8.14%之间，铜中氮的测定RSD在1.12%～10.77%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第一验证单位金川集团股份有限公司的精密度试验结果见表12。

表12 金川集团股份有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00066 0.00071 0.00060 0.00083 0.00086 0.00085 0.00068  | 0.00074  | 0.000104  | 14.05  |
| 铜中氧2# | 0.00102 0.00119 0.00123 0.00138 0.00137 0.00140 0.00141  | 0.00129  | 0.000146  | 11.33  |
| 铜中氧3# | 0.00471 0.00475 0.00483 0.00489 0.00473 0.00462 0.00478  | 0.00476  | 0.00009  | 1.83  |
| 铜中氧4# | 0.0212 0.0214 0.0211 0.0211 0.0212 0.0211 0.0209 | 0.0211  | 0.00015  | 0.72  |
| 铜中氧5# | 0.350 0.351 0.354 0.355 0.353 0.350 0.356  | 0.353  | 0.002  | 0.69  |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00218 0.00232 0.00229 0.00229 0.00222 0.00232 0.00216 | 0.00225  | 0.000067  | 2.96  |
| 铜中氮8# | 0.00034 0.00031 0.00026 0.00034 0.00036 0.00032 0.00046 | 0.000341 | 0.000061 | 17.93 |
| 铜中氮9# | 0.185 0.186 0.188 0.187 0.186 0.188 0.189 | 0.187 | 0.0014 | 0.76 |

从表12中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在0.69%～14.05%之间，铜中氮的测定RSD在0.76%～17.93%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位国标（北京）检验认证有限公司的精密度试验结果见表13。

表13 国标（北京）检验认证有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00055 0.00057 0.00060 0.00056 0.00063 0.00059 0.00062  | 0.00059  | 0.000030  | 5.14  |
| 铜中氧2# | 0.00142 0.00155 0.00149 0.00151 0.00149 0.00144 0.00142  | 0.00147  | 0.000049  | 3.34  |
| 铜中氧3# | 0.00421 0.00421 0.00434 0.00431 0.00433 0.00436 0.00428  | 0.00429  | 0.00006  | 1.42  |
| 铜中氧4# | 0.0196 0.0197 0.0198 0.0208 0.0196 0.0199 0.0198 | 0.0199  | 0.00042  | 2.10  |
| 铜中氧5# | 0.355 0.356 0.351 0.357 0.360 0.355 0.352  | 0.355  | 0.0030  | 0.85  |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00187 0.00191 0.00194 0.00191 0.00189 0.00195 0.00192  | 0.00191  | 0.000028  | 1.44  |
| 铜中氮8# | 0.00036 0.00032 0.00032 0.00033 0.00032 0.00033 0.00034  | 0.00033  | 0.000015  | 4.42  |
| 铜中氮9# | 0.0474 0.0465 0.0467 0.0473 0.0466 0.0461 0.0475  | 0.0469  | 0.00053  | 1.13  |

从表13中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在0.85%～5.14%之间，铜中氮的测定RSD在1.13%～4.42%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位广东省科学院工业分析检测中心的精密度试验结果见表14。

表14 广东省科学院工业分析检测中心精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00061 0.00057 0.00066 0.00056 0.00065 0.00063 0.00059  | 0.00061  | 0.000039  | 6.35  |
| 铜中氧2# | 0.00161 0.00159 0.00136 0.00140 0.00148 0.00140 0.00153  | 0.00148  | 0.000099  | 6.68  |
| 铜中氧3# | 0.00406 0.00409 0.00406 0.00407 0.00409 0.00405 0.00404  | 0.00407  | 0.00002  | 0.47  |
| 铜中氧4# | 0.0200 0.0196 0.0200 0.0205 0.0203 0.0198 0.0203  | 0.0201  | 0.00031  | 1.57  |
| 铜中氧5# | 0.352 0.349 0.351 0.351 0.345 0.352 0.348  | 0.350  | 0.0026  | 0.73  |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00224 0.00218 0.00189 0.00204 0.00204 0.00190 0.00206  | 0.00205  | 0.000130  | 6.34  |
| 铜中氮8# | 0.000324 0.000411 0.000380 0.000390 0.000426 0.000400 0.000443  | 0.00040  | 0.000038  | 9.68  |
| 铜中氮9# | 0.0486 0.0489 0.0497 0.0489 0.0482 0.0481 0.0484 | 0.0487  | 0.00055  | 1.12  |

从表14中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在0.73%～6.68%之间，铜中氮的测定RSD在1.12%～9.68%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位云南铜业股份有限公司的精密度试验结果见表15。因设备无氮检测器，该验证单位未进行铜中氮的精密度试验。

表15 云南铜业股份有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00066 0.00071 0.00058 0.00059 0.00064 0.00061 0.00063  | 0.00063  | 0.000045  | 7.05  |
| 铜中氧2# | 0.00144 0.00156 0.00149 0.00160 0.00152 0.00153 0.00158  | 0.00153  | 0.000055  | 3.59  |
| 铜中氧3# | 0.00435 0.00423 0.00419 0.00435 0.00415 0.00422 0.00411  | 0.00423  | 0.00009  | 2.19  |
| 铜中氧4# | 0.0205 0.0209 0.0202 0.0207 0.0198 0.0196 0.0199 | 0.0202  | 0.00049  | 2.42  |
| 铜中氧5# | 0.353 0.350 0.357 0.355 0.361 0.364 0.358  | 0.357  | 0.0047  | 1.33  |

从表15中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在1.33%～7.05%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位聊城市产品质量监督检验所的精密度试验结果见表16。

表16 聊城市产品质量监督检验所精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00064 0.00068 0.00055 0.00072 0.00068 0.00067 0.00058 | 0.00065  | 0.000061  | 9.37  |
| 铜中氧2# | 0.00145 0.00156 0.00138 0.00143 0.00152 0.00155 0.00143 | 0.00147  | 0.000069  | 4.68  |
| 铜中氧3# | 0.00416 0.00434 0.00427 0.00416 0.00420 0.00420 0.00418  | 0.00422  | 0.00007  | 1.57  |
| 铜中氧4# | 0.0200 0.0213 0.0199 0.0211 0.0203 0.0200 0.0209  | 0.0205  | 0.00059  | 2.86  |
| 铜中氧5# | 0.363 0.366 0.360 0.359 0.362 0.353 0.365  | 0.361  | 0.0044  | 1.21  |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00195 0.00211 0.00198 0.00196 0.00191 0.00196 0.00206 | 0.00199  | 0.000070  | 3.51  |
| 铜中氮8# | 0.000370 0.000325 0.000311 0.000249 0.000258 0.000279 0.000330  | 0.000303  | 0.000043  | 14.30  |
| 铜中氮9# | 0.0483 0.0477 0.0480 0.0479 0.0481 0.0471 0.0473  | 0.0478  | 0.00043  | 0.91  |

从表16中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在1.21%～9.37%之间，铜中氮的测定RSD在0.91%～14.30%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位山东中金岭南铜业有限责任公司的精密度试验结果见表17。

表17 山东中金岭南铜业有限责任公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00054 0.00052 0.00053 0.00053 0.00054 0.00057 0.00052  | 0.00054  | 0.000017  | 3.21  |
| 铜中氧2# | 0.00146 0.00141 0.00148 0.00144 0.00138 0.00159 0.00150  | 0.00147  | 0.000068  | 4.66  |
| 铜中氧3# | 0.00429 0.00416 0.00410 0.00442 0.00438 0.00424 0.00412  | 0.00424  | 0.00013  | 2.96  |
| 铜中氧4# | 0.0206 0.0209 0.0196 0.0196 0.0192 0.0195 0.0185 | 0.0197  | 0.00082  | 4.14  |
| 铜中氧5# | 0.368 0.393 0.380 0.371 0.373 0.351 0.357  | 0.370  | 0.0140  | 3.77  |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00202 0.00210 0.00213 0.00190 0.00189 0.00191 0.00204  | 0.00200  | 0.000099  | 4.97  |
| 铜中氮8# | 0.000340 0.000348 0.000299 0.000331 0.000288 0.000282 0.000320  | 0.000315  | 0.000026  | 8.25  |
| 铜中氮9# | 0.0434 0.0441 0.0437 0.0467 0.0437 0.0446 0.0451 | 0.0445  | 0.00114  | 2.57  |

从表17中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在2.96%～4.66%之间，铜中氮的测定RSD在2.57%～8.25%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位上海有色金属工业技术监测中心有限公司的精密度试验结果见表18。

表18 上海有色金属工业技术监测中心有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00059 0.00059 0.00060 0.00061 0.00058 0.00061 0.00060  | 0.00060  | 0.000011  | 1.86  |
| 铜中氧2# | 0.00161 0.00159 0.00157 0.00157 0.00160 0.00146 0.00152  | 0.00156  | 0.000053  | 3.39  |
| 铜中氧3# | 0.00410 0.00411 0.00422 0.00413 0.00419 0.00411 0.00417  | 0.00415  | 0.00005  | 1.12  |
| 铜中氧4# | 0.0219 0.0217 0.0217 0.0209 0.0209 0.0211 0.0207 | 0.0213  | 0.00048  | 2.27  |
| 铜中氧5# | 0.345 0.347 0.347 0.341 0.351 0.351 0.353 | 0.348  | 0.0041  | 1.19  |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00201 0.00202 0.00198 0.00199 0.00201 0.00186 0.00192  | 0.00197  | 0.000059  | 2.99  |
| 铜中氮8# | 0.000327 0.000311 0.000347 0.000307 0.000311 0.000315 0.000310  | 0.000318  | 0.000014  | 4.47  |
| 铜中氮9# | 0.0481 0.0482 0.0479 0.0483 0.0485 0.0478 0.0477  | 0.0481  | 0.00029  | 0.60  |

从表18中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在1.12%～3.39%之间，铜中氮的测定RSD在0.60%～4.47%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位中铝材料应用研究院有限公司的精密度试验结果见表19。

表19 中铝材料应用研究院有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氧1# | 0.00051 0.00053 0.00052 0.00054 0.00053 0.00055 0.00056  | 0.00053  | 0.000017  | 3.22  |
| 铜中氧2# | 0.00132 0.00136 0.00138 0.00164 0.00132 0.00144 0.00136  | 0.00140  | 0.000112  | 8.00  |
| 铜中氧3# | 0.00415 0.00415 0.00419 0.00414 0.00421 0.00420 0.00420  | 0.00418  | 0.00003  | 0.70  |
| 铜中氧4# | 0.0216 0.0216 0.0216 0.0216 0.0214 0.0213 0.0215 | 0.0216  | 0.00008  | 0.39  |
| 铜中氧5# | 0.358 0.358 0.351 0.349 0.357 0.348 0.347 | 0.353  | 0.0049  | 1.40  |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氮6# | 0.00178 0.00171 0.00161 0.00174 0.00184 0.00175 0.00180  | 0.00175  | 0.000074  | 4.23  |
| 铜中氮8# | 0.00031 0.00028 0.00025 0.00036 0.00030 0.00036 0.00026  | 0.00030 | 0.000044  | 14.61  |
| 铜中氮9# | 0.0477 0.0469 0.0470 0.0482 0.0463 0.0483 0.0451  | 0.0471  | 0.00113  | 2.41  |

从表19中结果可以看出，铜中氧的测定RSD在0.39%～8.00%之间，铜中氮的测定RSD在2.41%～14.61%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

2. 方法二 惰性气体熔融-红外吸收法或热导法测定氢含量的验证

2.1 铜及铜合金中氢分析功率试验

不同分析功率下的试验结果列于表20。其中，分析功率大于3.5 kW时。熔体偏黑、中心塌陷，呈过烧形貌。根据上述试验数据和现象，标准推荐的分析功率是适宜的。

表20 铜及铜合金中氢分析功率试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析功率/kW | 1.0 | 1.5 | 1.75 | 2.0 | 2.25 | 2.5 | 2.75 | 3.0 | 3.25 | 3.5 | 3.75 | 4.0 | 4.5 |
| 铜中氢H1#—氢含量/（μg/g） | 1.1 | 1.3 | 2.8 | 3.3 | 3.4 | 3.5 | 3.5 | 3.3 | 3.3 | 3.2 | 3.0 | 3.1 | 3.1 |

由中铝洛阳铜加工有限公司对铜及铜合金中氢的分析功率进行了验证，结果如表21所示。

表21 分析功率试验验证结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 分析功率/kW | 1.0 | 1.5 | 1.75 | 2.0 | 2.25 | 2.5 | 2.75 | 3.0 | 3.25 | 3.5 | 3.75 | 4.0 | 4.5 |
| 铜中氢含量/（μg/g） | 1.9 | 3.0 | 4.9 | 5.4 | 5.8 | 5.7 | 5.9 | 5.9 | 5.7 | 5.8 | 5.8 | 5.9 | 5.6 |
| 熔体现象 | 表面光滑，成型较好 | 中间有凹陷，形状不规则 |

试验表明当功率在2.75kW及以上时分析结果稳定，氢释放完全，功率在3.5kW及以上时，试样熔体中央凹陷，出现过烧现象，与起草单位结论一致。

2.2 样品量试验

固定样品量和锡片（助熔剂）的质量比为2﹕1，在0.5～3.0 g范围内，按0.25 g增幅开展样品量的优化试验，试验结果见图1；进一步绘制试样中氢的净信号强度与样品量的散点图，按高低质量段进行线性拟合（通过零点），见图2。由图1和图2，标准推荐的试料量是适宜的。



图 1 不同样品量的测定结果



图2 样品量和净信号强度的拟合曲线（通过零点）

由中铝洛阳铜加工有限公司负责对样品量试验进行验证。固定样品量和锡助熔剂的质量比为2﹕1，在0.5g～2.5 g范围内，按0.25 g增幅开展样品量的优化试验，试验结果见表22。

表22 试样称样量验证试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样量/g | 0.50  | 0.75  | 1.00  | 1.25  | 1.50  | 1.75  | 2.00  | 2.25  | 2.5  |
| 测定氢含量/（μg/g） | 5.8  | 5.7 | 5.8  | 5.9  | 5.6  | 5.8  | 5.8  | 5.7  | 5.9  |

由表22结果可知，在0.5g～2.5 g范围内，氢含量检测结果差异较小，考虑到待测样的含量范围以及助熔剂的用量，标准推荐的试料量是合理的。与起草单位结论一致。

2.3 助熔剂用量试验

固定样品量为(2.0±0.2)g，不同助熔剂下的试验结果列于表23。由表22可知，助熔剂为1g即助熔剂与试料重量比为2:1时氢的释放更完全，标准推荐的锡片用量是合适的。

表22 锡助熔剂用量试验

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 锡助熔剂/g | 0.00  | 0.25  | 0.50  | 0.75  | 1.00  | 1.25  | 1.50  | 1.75  | 2.00  | 2.25  | 2.50  | 3.00  |
| 铜中氢H1#—氢含量/（μg/g） | 2.9  | 3.7 | 3.5  | 3.6  | 3.9  | 3.8  | 3.7  | 3.7  | 3.7  | 3.6 | 3.4 | 3.3 |

由中铝洛阳铜加工有限公司对助熔剂用量进行了验证，结果如表23所示。固定样品量为(1.0±0.1)g，不同助熔剂下的试验结果列于表23

表23 锡助熔剂用量试验验证

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 锡助熔剂/g | 0.00  | 0.25  | 0.50  | 0.75  | 1.00  | 1.25  | 1.50  | 1.75  | 2.00  |
| 铜中氢含量/（μg/g） | 4.9  | 4.6 | 5.9  | 5.4 | 5.7  | 5.9  | 5.6  | 5.9  | 5.9  |

由表23可知，助熔剂为0.5g即助熔剂与试料重量比为2:1时氢的释放完全，为减少熔铸剂的消耗，降低试剂空白的引入，标准推荐的锡助熔剂用量是合适的。与起草单位结论一致。

2.4 检出限和定量限的确定试验

设定样品量为2.0 g，进行空白试验（*n*=10），空白值分别为0.024、-0.016、-0.039、-0.008、0.012、0.037、0.000、-0.052、-0.052、0.052 μg/g，平均值为-0.004 μg/g，标准偏差为0.036 μg/g。按3倍和10倍空白标准偏差计算方法检出限和定量限，其值分别为0.11 μg/g和0.36 μg/g。上述检出限和定量限可满足标准规定的测定范围要求。

由中铝洛阳铜加工有限公司负责验证检出限和定量限的确定试验。按试验选择的最佳测定条件连续分别测定加入0.5g锡助熔剂的石墨坩埚各7次，设定样品量为1.0000g，计算其标准偏差（SD），以3倍的SD所对应的浓度为检出限，10倍的SD所对应的浓度为定量限，结果见表24。

 表24 铜中氢空白试验验证

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 名称 | H测定值（%） | 标准偏差SD（%） | 检出限3倍SD（%） | 定量限10倍SD（%） |
| 石墨坩埚+锡助熔剂 | 0.000008，0.000010，0.000007，0.0000012，0.000005，0.000008，0.000007 | 0.000002 | 0.000006 | 0.00002 |

由表24可知，经计算检出限和定量限可满足标准规定的测定范围要求，与起草单位结论一致。

2.5 精密度试验

为验证方法的精密度，按照选定的实验方法对3个铜中氢样品在重复性条件下分别进行7次独立测试 。测定结果见表25所示。

表25 精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.000142 0.000192 0.000127 0.000164 0.000126 0.000136 0.000157  | 0.000149  | 0.000024  | 15.89  |
| 铜中氢10# | 0.000385 0.000360 0.000426 0.000353 0.000374 0.000324 0.000343  | 0.000366  | 0.000033  | 9.00  |
| 铜中氢6# | 0.000546 0.000612 0.000620 0.000609 0.000581 0.000513 0.000620  | 0.000586  | 0.000042  | 7.13  |

从表25中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在7.13%～15.89%之间，该方法精密度良好，能满足使用要求。

第一验证单位中铝洛阳铜加工有限公司的精密度试验结果见表26。

表26 中铝洛阳铜加工有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.000169 0.000222 0.000191 0.000185 0.000196 0.000214 0.000203  | 0.000197  | 0.000018  | 9.06  |
| 铜中氢10# | 0.000395 0.000358 0.000390 0.000417 0.000406 0.000397 0.000370  | 0.000390  | 0.000020  | 5.21  |
| 铜中氢6# | 0.000626 0.000663 0.000653 0.000659 0.000686 0.000606 0.000600  | 0.000642  | 0.000032  | 4.97  |

从表26中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在7.13%～15.89%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位金川集团股份有限公司的精密度试验结果见表27。

表27 金川集团股份有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.00014 0.00013 0.00019 0.00012 0.00015 0.00017 0.00016  | 0.000151  | 0.000024  | 15.92  |
| 铜中氢10# | 0.00033 0.00033 0.00033 0.00034 0.00030 0.00042 0.00026  | 0.000330  | 0.000048  | 14.64  |
| 铜中氢6# | 0.00045 0.00040 0.00054 0.00036 0.00046 0.00036 0.00048  | 0.000436  | 0.000066  | 15.22  |

从表27中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在14.64%～15.92%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位国标（北京）检验认证有限公司的精密度试验结果见表28。

表28 国标（北京）检验认证有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.000172 0.000187 0.000165 0.000188 0.000185 0.000192 0.000192  | 0.000183 | 0.000010 | 5.70 |
| 铜中氢10# | 0.000399 0.000362 0.000407 0.000398 0.000385 0.000389 0.000370  | 0.000387 | 0.000016 | 4.20 |
| 铜中氢6# | 0.000525 0.000559 0.000601 0.000587 0.000577 0.000565 0.000548  | 0.000566 | 0.000025 | 4.47 |

从表28中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在4.20%～5.70%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位广东省工业分析检测中心的精密度试验结果见表29。

表29 广东省工业分析检测中心精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.000215 0.000218 0.000143 0.000206 0.000172 0.000137 0.000152 | 0.000178  | 0.000035  | 19.74  |
| 铜中氢10# | 0.000380 0.000382 0.000375 0.000401 0.000384 0.000392 0.000406 | 0.000389  | 0.000011  | 2.96  |
| 铜中氢6# | 0.000640 0.000538 0.000604 0.000575 0.000574 0.000633 0.000571  | 0.000591  | 0.000037  | 6.22  |

从表29中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在2.96%～19.74%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位聊城市产品质量监督检验所的精密度试验结果见表30。

表30 聊城市产品质量监督检验所精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.000167 0.000149 0.000132 0.000185 0.000152 0.000175 0.000181 | 0.000163  | 0.000019  | 11.87  |
| 铜中氢10# | 0.000369 0.000377 0.000397 0.000376 0.000341 0.000380 0.000403 | 0.000378  | 0.000020  | 5.35  |
| 铜中氢6# | 0.000611 0.000638 0.000573 0.000560 0.000654 0.000663 0.000610  | 0.000616  | 0.000039  | 6.35  |

从表30中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在5.35%～11.87%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位山东中金岭南铜业有限责任公司的精密度试验结果见表31。

表31 山东中金岭南铜业有限责任公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.000157 0.000156 0.000146 0.000161 0.000181 0.000190 0.000160  | 0.000164  | 0.000015  | 9.37  |
| 铜中氢10# | 0.000446 0.000454 0.000401 0.000439 0.000417 0.000482 0.000460  | 0.000443  | 0.000027  | 6.11  |
| 铜中氢6# | 0.000631 0.000696 0.000633 0.000686 0.000650 0.000641 0.000628  | 0.000652  | 0.000028  | 4.24  |

从表31中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在4.24%～9.37%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位上海有色金属工业技术监测中心有限公司的精密度试验结果见表32。

表32 上海有色金属工业技术监测中心有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.000174 0.000167 0.000159 0.000192 0.000189 0.000172 0.000199  | 0.000179  | 0.000015  | 8.19  |
| 铜中氢10# | 0.000383 0.000372 0.000361 0.000359 0.000387 0.000392 0.000388  | 0.000377  | 0.000013  | 3.56  |
| 铜中氢6# | 0.000581 0.000579 0.000581 0.000592 0.000590 0.000583 0.000591  | 0.000585  | 0.000005  | 0.94  |

从表32中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在0.94%～8.19%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

第二验证单位中铝材料应用研究院有限公司的精密度试验结果见表33。

表33 中铝材料应用研究院有限公司精密度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 铜中氢11# | 0.000143 0.000148 0.000151 0.000183 0.000180 0.000143 0.000145  | 0.000156  | 0.000018  | 11.25  |
| 铜中氢10# | 0.000373 0.000384 0.000388 0.000431 0.000431 0.000363 0.000380  | 0.000393  | 0.000027  | 6.94  |
| 铜中氢6# | 0.000596 0.000588 0.000642 0.000569 0.000581 0.000571 0.000624  | 0.000596  | 0.000028  | 4.62  |

从表33中结果可以看出，铜中氢的测定RSD在4.62%～11.25%之间，该方法精密度良好，与起草单位结论一致。

2.6 准确度度试验

由于没有铜中氢标准样品，为了验证本方法的准确度，采用以下两种方式进行加标回收试验。

2.6.1 方式一

在一个含氢铜合金试样(氢含量：0.00039%)中通过加入氯化铵标准溶液的方式加入定量的氢，按照本方法步骤进行测定，计算回收率。

氯化铵标准溶液制备方法：称取0.5349g预先在100℃下烘干过的氯化铵基准物质，加入水使其完全溶解并定容至100mL，混匀，此为氯化铵标准溶液1，其中含氢0.40mg/mL。用移取5.0mL氯化铵标准溶液1于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此为氯化铵标准溶液2，其中含氢0.02mg/mL。用移液枪移取0.20mL氯化铵标准溶液2于镍囊中，于70℃下烘干。将镍囊加入试样中进行分析，相当于在试样中加入0.0040mg氢。

2.6.2 方式二

在上述723#含氢铜合金试样(氢含量：0.000567%)中通过加入邻苯二甲酸氢钾标准溶液的方式加入定量的氢，按照本方法步骤进行测定，计算回收率。

邻苯二甲酸氢钾标准溶液制备方法：准确称取1.0105 g邻苯二甲酸氢钾基准物质于烧杯中，加入50 mL高纯水，微热至完全溶解，冷却后转移至100 mL容量瓶中，用高纯水（电阻率≥18 MΩ·cm）定容。该溶液中邻苯二甲酸氢钾的质量浓度为10.105 g/L。注：邻苯二甲酸氢钾基准物质（C8H5O4K，国防科技工业应用化学一级计量站）：GBW(E) 130194，纯度为99.95%~100.05%。分子量204.221，氢含量2.468%。该溶液中邻苯二甲酸氢钾的质量浓度为10.152 g/L，氢质量浓度为0.251 g/L。

将锡囊放置在内坩埚中以避免加热时受到加热板污染。向锡囊中定量注入10μL、20μ邻苯二甲酸氢钾标准溶液，用加热板经110℃烘干1 h，将锡囊加入试样中进行分析。

表34 铜中氢的加标回收率（方式二：加入邻苯二甲酸氢钾）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验编号 | 称样量/g | 试料含氢量/mg | 加入氢量/mg | 测得总量/μg | 回收量/μg | 回收率/% |
| 1 | 2.1482  | 0.0122  | 0.0025 | 0.0144 | 0.0022 | 88.0 |
| 2 | 2.0908  | 0.0118 | 0.0050  | 0.0172 | 0.0053 | 106.3 |
| 3 | 2.2309  | 0.0126 | 0.0050  | 0.0172 | 0.0045 | 90.6 |

表34结果表明加标回收率为88.0%～106.3%之间，方法准确度满足使用要求。

由中铝洛阳铜加工有限公司采用方式一对铜及铜合金中氢的加标回收率进行了验证，结果如表35所示。

表35 铜中氢的加标回收率（方式一：加入氯化铵）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试验编号 | 称样量/g | 试料含氢量/mg | 加入氢量/mg | 理论氢含量/mg | 测得量/mg | 回收率/% |
| 1 | 1.0270 | 0.0040 | 0.0040 | 0.0080 | 0.0081 | 101.25 |
| 2 | 0.9544 | 0.0037 | 0.0040 | 0.0077 | 0.0074 | 96.10 |
| 3 | 0.8938 | 0.0035 | 0.0040 | 0.0075 | 0.0081 | 108.00 |

表35结果表明加标回收率为96.10%～108.00%之间，方法准确度满足使用要求，与起草单位结论一致。

（三）精密度数据的统计分析及重复性限、再现性限的计算

按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》，对各验证单位提供的数据进行汇总统计，通过柯克伦检验和格拉布斯检验判断歧离值和离群值，经技术分析手予以剔除，个别予以保留。将经剔除异常值后的数据进行计算，得到了氧、氮、氢元素在不同含量的重复性限和再现性限。 各家实验室按表36进行编号。

表36 各家实验室编号

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室 | 编号 |
| 中铝洛阳铜加工有限公司 | 1 |
| 中国船舶重工集团公司第七二五研究所（洛阳船舶材料研究所） | 2 |
| 国标(北京）检验认证有限公司 | 3 |
| 广东省工业分析检测中心 | 4 |
| 云南铜业股份有限公司 | 5 |
| 聊城市产品质量监督检验所 | 6 |
| 山东中金岭南铜业有限责任公司 | 7 |
| 山东中金岭南铜业有限责任公司 | 8 |
| 上海有色金属工业技术监测中心有限公司 | 9 |
| 中铝材料应用研究院有限公司 | 10 |

1. 实验室间柯克伦检验

1.1铜中氧的柯克伦检验

对各家实验室共计5个水平铜中氧含量的重复性检测数据分别计算其标准偏差，其中试验组数p=10，测量次数n=7，结果见表37。如果检验统计量C小于或等于5%临界值，则接受被检验项目为正确值；如果检验统计量大于5%临界值，但小于或等于1%临界值，则称被检验的项目称为歧离值，且用单星号（\*）标出；如果检验统计量大于1%临界值，则被检验项目称为统计离群值，且用双星号（\*\*）标出。

表37 铜中氧柯克伦检验

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1 | 0.0000273  | 0.0000543  | 0.0001021  | 0.0004071  | 0.00486  |
| 2 | 0.0000529  | 0.0000580  | 0.0001560\*  | 0.0004386  | 0.01114  |
| 3 | 0.0001042\*\*  | 0.0001457 \* | 0.0000869  | 0.0001512  | 0.00243  |
| 4 | 0.0000302  | 0.0000493  | 0.0000609  | 0.0004180  | 0.00302  |
| 5 | 0.0000387  | 0.0000989  | 0.0000190  | 0.0003147  | 0.00256  |
| 6 | 0.0000445  | 0.0000549  | 0.0000925  | 0.0004889  | 0.00474  |
| 7 | 0.0000605  | 0.0000690  | 0.0000663  | 0.0005859  | 0.00438  |
| 8 | 0.0000172  | 0.0000683  | 0.0001257\*  | 0.0008165\*  | 0.01397 \* |
| 9 | 0.0000111  | 0.0000529  | 0.0000464  | 0.0004821  | 0.00414  |
| 10 | 0.0000172  | 0.0001122  | 0.0000293  | 0.0000837  | 0.00493  |
| 统计量C | 0.468242549 | 0.314142767 | 0.31155932 | 0.311062724 | 0.436183791 |
| 临界值(0.05) | 0.2823 | 0.2823 | 0.2823 | 0.2823 | 0.2823 |
| 临界值(0.01) | 0.3308 | 0.3308 | 0.3308 | 0.3308 | 0.3308 |
| 检验结果 | 3#实验室离群值 | 3#实验室歧离值 | 2#实验室歧离值 | 8#实验室歧离值 | 8#实验室离群值 |

注：8#实验室水平3数据经二次柯克伦检验为歧离值。

经过对5个水平铜中氧含量重复性检测数据进行柯克伦检验，水平1出现1个离群值，水平2、4、5分别出现一个歧离值，水平3出现2个歧离值。经过分析，8#实验室水平3数据为二次柯克伦检验结果，且与临界值相差较小，予以保留。其他异常值均予以剔除。

1.2铜中氮的柯克伦检验

对各家实验室共计3个水平铜中氮含量的重复性检测数据分别计算其标准偏差，其中试验组数p=9，测量次数n=7，结果见表38。如果检验统计量C小于或等于5%临界值，则接受被检验项目为正确值；如果检验统计量大于5%临界值，但小于或等于1%临界值，则称被检验的项目称为歧离值，且用单星号（\*）标出；如果检验统计量大于1%临界值，则被检验项目称为统计离群值，且用双星号（\*\*）标出。

表38 铜中氮柯克伦检验

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 1 | 2 | 3 |
| 1 | 0.0000373  | 0.0000640  | 0.0004259  |
| 2 | 0.0000295  | 0.0001887\*\*  | 0.0005376  |
| 3 | 0.0000612  | 0.0000668  | 0.0014142\*  |
| 4 | 0.0000146  | 0.0000275  | 0.0005314  |
| 5 | 0.0000384  | 0.0001300\*  | 0.0005460  |
| 7 | 0.0000434  | 0.0000698  | 0.0004348  |
| 8 | 0.0000260  | 0.0000992  | 0.0011441  |
| 9 | 0.0000142  | 0.0000589  | 0.0002870  |
| 10 | 0.0000442  | 0.0000739  | 0.0011324  |
| 统计量C | 0.301877239 | 0.41672703 | 0.338191481 |
| 临界值(0.05，9,7) | 0.3067 | 0.3067 | 0.3067 |
| 临界值(0.01,9,7) | 0.3592 | 0.3592 | 0.3592 |
| 检验结果 | 无异常值 | 2#离群值 | 3#歧离值 |

注：5#实验室水平2数据经二次柯克伦检验为歧离值。

经过对3个水平铜中氮含量重复性检测数据进行柯克伦检验，水平1无异常值，水平2、3分别出现一个歧离值，水平2出现1个离群值。经过分析，5#实验室水平2数据为二次柯克伦检验结果，且与临界值相差较小，予以保留。其他异常值均予以剔除。

1.3铜中氢的柯克伦检验

对各家实验室共计3个水平铜中氢含量的重复性检测数据分别计算其标准偏差，其中试验组数p=9，测量次数n=7，结果见表39。如果检验统计量C小于或等于5%临界值，则接受被检验项目为正确值；如果检验统计量大于5%临界值，但小于或等于1%临界值，则称被检验的项目称为歧离值，且用单星号（\*）标出；如果检验统计量大于1%临界值，则被检验项目称为统计离群值，且用双星号（\*\*）标出。

表39 铜中氢柯克伦检验

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 1 | 2 | 3 |
| 1 | 0.0000179  | 0.0000203  | 0.0000319  |
| 2 | 0.0000237  | 0.0000330  | 0.0000418  |
| 3 | 0.0000241  | 0.0000483\*\* | 0.0000663\*\*  |
| 4 | 0.0000104  | 0.0000163  | 0.0000253  |
| 5 | 0.0000350\*  | 0.0000115  | 0.0000367  |
| 7 | 0.0000193  | 0.0000202  | 0.0000391  |
| 8 | 0.0000154  | 0.0000271  | 0.0000277  |
| 9 | 0.0000146  | 0.0000135  | 0.0000055  |
| 10 | 0.0000176  | 0.0000273  | 0.0000275  |
| 统计量C | 0.312242008 | 0.370667353 | 0.359404082 |
| 临界值(0.05，9,7) | 0.3067 | 0.3067 | 0.3067 |
| 临界值(0.01,9,7) | 0.3592 | 0.3592 | 0.3592 |
| 检验结果 | 5#岐离值 | 3#离群值 | 3#离群值 |

经过对3个水平铜中氢含量重复性检测数据进行柯克伦检验，水平2、3分别出现一个离群值，水平1出现1个离群值。经过分析，上述异常值均予以剔除。

1. 实验室间格拉布斯检验

2.1铜中氧的格拉布斯检验

对各家实验室共计5个水平铜中氧含量的重复性检测数据分别计算其单元内平均值，其中不包含已剔除的数据，对进行格拉布斯检验，结果见表40。

表40 铜中氧格拉布斯检验

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1 | 0.000599  | 0.001529  | 0.004127  | 0.02017  | 0.3616  |
| 2 | 0.000650  | 0.001686  |  | 0.01877  |  |
| 3 |  |  | 0.004759\*\*  | 0.02114  | 0.3527  |
| 4 | 0.000589  | 0.001474  | 0.004291  | 0.01989  | 0.3551  |
| 5 | 0.000610  | 0.001481  | 0.004066  | 0.02007  | 0.3497  |
| 6 | 0.000631  | 0.001531  | 0.004229  | 0.02023  | 0.3569  |
| 7 | 0.000646  | 0.001474  | 0.004216  | 0.02050  | 0.3611  |
| 8 | 0.000536  | 0.001466  | 0.004244  |  |  |
| 9 | 0.000597  | 0.001560  | 0.004147  | 0.02127  | 0.3479  |
| 10 | 0.000534  | 0.001403  | 0.004177  | 0.02155  | 0.3526  |
| 总平均值，% | 0.000599 | 0.001512 | 0.004251 | 0.0204 | 0.3547 |
| 高端G值 | 1.208269241 | 2.177676482 | 2.511460864 | 1.357092895 | 1.387072283 |
| 低端G值 | 1.539950994 | 1.364176647 | 0.914606811 | 1.923531669 | 1.366969786 |
| 临界值（0.05） | 2.290  | 2.290  | 2.290  | 2.290  | 2.290  |
| 临界值（0.01） | 2.482 | 2.482 | 2.482 | 2.482 | 2.482 |
| 高端检验结果 | 无异常值 | 无异常值 | 离群值 | 无异常值 | 无异常值 |
| 低端检验结果 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |

经过对5个水平铜中氧含量单元内平均值进行格拉布斯检验，水平3高端数据为离群值，经技术分析后均予以剔除。

2.2铜中氮的格拉布斯检验

对各家实验室共计3个水平铜中氮含量的重复性检测数据分别计算其单元内平均值，其中不包含已剔除的数据，对进行格拉布斯检验，结果见表41。

表41 铜中氮格拉布斯检验

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 1 | 2 | 3 |
| 1 | 0.0003264  | 0.001917  | 0.04749  |
| 2 | 0.0002741  |  | 0.04783  |
| 3 | 0.0003414  | 0.002254  |  |
| 4 | 0.0003314  | 0.001913  | 0.04687  |
| 5 | 0.0003963  | 0.002050  | 0.04869  |
| 7 | 0.0003031  | 0.001990  | 0.04777  |
| 8 | 0.0003154  | 0.001999  | 0.04447\*  |
| 9 | 0.0003183  | 0.001970  | 0.04807  |
| 10 | 0.0003029  | 0.001747  | 0.04707  |
| 总平均值，% | 0.0003233 | 0.00198 | 0.04728 |
| 高端G值 | 2.168734631 | 1.915140914 | 1.109408671 |
| 低端G值 | 1.461667724 | 1.628568733 | 2.210949195 |
| 临界值（0.05） | 2.387  | 2.126  | 2.126  |
| 临界值（0.01） | 2.215 | 2.274 | 2.274 |
| 高端检验结果 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |
| 低端检验结果 | 无异常值 | 无异常值 | 8#岐离值 |

经过对3个水平铜中氮含量单元内平均值进行格拉布斯检验，水平3低端数据为离群值，经技术分析后均予以剔除。

2.3铜中氢的格拉布斯检验

对各家实验室共计3个水平铜中氢含量的重复性检测数据分别计算其单元内平均值，其中不包含已剔除的数据，对进行格拉布斯检验，结果见表42。

表42 铜中氢格拉布斯检验

|  |  |
| --- | --- |
| 实验室i | 水平j |
| 1 | 2 | 3 |
| 1 | 0.0001971  | 0.0003904  | 0.0006419  |
| 2 | 0.0001491  | 0.0003664  | 0.0005859  |
| 3 | 0.0001514  |  |  |
| 4 | 0.0001830  | 0.0003871  | 0.0005660  |
| 5 |  | 0.0003886  | 0.0005907  |
| 7 | 0.0001630  | 0.0003776  | 0.0006156  |
| 8 | 0.0001644  | 0.0004427\*\*  | 0.0006521  |
| 9 | 0.0001789  | 0.0003774  | 0.0005853  |
| 10 | 0.0001561  | 0.0003929  | 0.0005959  |
| 总平均值，% | 0.0001679  | 0.0003904  | 0.0006042  |
| 高端G值 | 1.726272234 | 2.285824206 | 1.603279838 |
| 低端G值 | 1.111435548 | 1.048944186 | 1.278607303 |
| 临界值（0.05） | 2.387  | 2.020  | 2.126  |
| 临界值（0.01） | 2.215 | 2.139 | 2.274 |
| 高端检验结果 | 无异常值 | 离群值 | 无异常值 |
| 低端检验结果 | 无异常值 | 无异常值 | 无异常值 |

经过对3个水平铜中氢含量单元内平均值进行格拉布斯检验，水平2高端数据为离群值，经技术分析后均予以剔除。

1. 重复性限、再现性限的计算

3.1 重复性

1. 在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表43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43数据采用线性内插法或外延法求得。

表43 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧的质量分数/% | 0.00060  | 0.00151 | 0.00419 | 0.0204 | 0.355 |
| 重复性限（*r*）/% | 0.00010  | 0.00020  | 0.00021  | 0.0011  | 0.011  |
| 氮的质量分数/% | 0.00032  | 0.00199 | 0.0478 | --- | --- |
| 重复性限（*r*）/% | 0.00011  | 0.00023  | 0.0020  | --- | --- |
| 氢的质量分数/% | 0.00017 | 0.00038 | 0.00061 | --- | --- |
| 重复性限*r*/% | 0.00006  | 0.00006  | 0.00009  | --- | --- |
| 注：重复性限（*r*）为2.83Sr，Sr为重复性标准偏差。 |

3.2 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44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44数据采用线性内插法或外延法求得。

表44 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 氧的质量分数/% | 0.00060  | 0.00151 | 0.00419 | 0.0204 | 0.355 |
| 再现性限（*R*）/% | 0.00019  | 0.00034  | 0.00037  | 0.0028  | 0.021  |
| 氮的质量分数/% | 0.00032  | 0.00199 | 0.0478 | --- | --- |
| 再现性限（*R*）/% | 0.00018  | 0.00052  | 0.0031  | --- | --- |
| 氢的质量分数/% | 0.00017 | 0.00038 | 0.00061 | --- | --- |
| 再现性限*R*/% | 0.00010  | 0.00011  | 0.00015  | --- | --- |
| 注：再现性限（*R*）为2.83SR，SR为再现性标准偏差。 |

四、标准中涉及专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性阐述

铜及铜合金中氧、氮、氢元素对金属材料的性能影响较大。氧在铜中主要以Cu2O形式存在于晶界处。在氢气氛中加热时，氢在高温下渗入晶界，与Cu2O发生反应，产生大量水蒸气，使铜产生破裂，出现所谓的'氢脆现象'，失去真空致密性。因此，含氧量是无氧铜等材料最重要的性能指标之一，必须对它进行严格控制。铜合金中氮元素过高且在热条件下，会导致“蓝脆”现象，降低金属塑性，使其宏观组织产生疏松，甚至产生气泡；铜及铜合金中氢元素易向缺陷附近扩散和聚集，引发氢致延迟断裂。因此，氧、氮、氢是无氧铜、高纯铜以及高纯铜靶材等产品中必须控制的元素。

目前国内外铜中氧氮氢含量测定方法标准有较多不足之处急需弥补，例如氧含量测定上限偏低，无法满足一些高氧铜合金的检测需求，同时铜及铜合金中氮、氢元素的测定在国内外仍处于空白状态，氮、氢元素的检测往往无据可依，这种情况对铜及铜合金中气体元素的研究和工艺控制十分不利。鉴于此，对GB/T 5121.8-2008进行修订，扩展氧含量的检测范围，增加氮、氢元素的检测方法是十分有必要的。

（二）项目可行性

在近年来，随着惰性气体熔融-红外吸收法/热导法在检测领域的发展已经氧氮氢分析仪在行业内的普及，该方法已逐渐成为了钢铁、钛合金、金属铬等金属材料中氧、氮、氢含量的主要分析手段，在相关领域也纷纷制定了相应的检测方法标准。如在钛合金、锆合金以及金属铬材料中，已制定了氧氮联测或氧氮氢方法的国家标准。目前除了已经应用于铜及铜合金氧含量的测定，惰性气体熔融-红外吸收法/热导法也同样适用于氮、氢元素的测定。经过前期的试验表明，该方法精密准确，操作简便，分析速度快，可以实现氧氮氢元素的单独或者联合测定，适合在行业内推广。总体而言，本项目拟扩展惰性气体熔融-红外吸收法/热导法的应用范围，扩大铜及铜合金中氧含量的分析范围，同时把目前仅针对氧元素的分析扩展到氧氮氢三个元素，该方案是合理可行的。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后预期产生的经济效益和社会效益

根据我国铜及铜合金的生产企业和用户对铜及铜合金氧氮氢元素检测的要求情况，经过大量试验验证，对原标准进行了修订和完善。本标准的修订，把操作步骤和方法原理相近的气体元素分析方法合并编制，符合国家标准体系优化的要求。同时结合实际，扩展元素分析范围和元素种类，使得本标准内容更加丰富、结构更加完善、条理更加清晰，方法具有更强的普遍性、广泛性、适用性和科学性。本标准新增的铜及铜合金中氮氢元素的检测方法，填补长期以来国内外方法空白。本次修订有利于促进产品质量的控制和提升，推动氮、氢元素对铜及铜合金影响的科学研究工作，促进铜及铜合金材料的工艺改进和质量提升，助力我国铜行业的发展。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

本标准未采用国际或国外先进标准

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准符合现行法律、法规的要求，并与其他同类国家标准、国家J用标准、行业标准无冲突、重叠和不协调之处。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

暂无。

九、作为强制性国家标准的建议

 本标准建议作为推荐性行业标准发布。

十、贯彻标准的要求和措施建议

为使标准能更好地发挥作用，提高铜及铜合金生产企业的控制水平，建议针对本标准制订切实可行的贯彻措施，做好宣传培训工作，使各相关单位充分掌握标准中所规定的检测方法，并加强示范推广，让标准在铜及铜合金的生产和使用过程中得以广泛应用。同时，对标准执行情况进行跟踪调查，及时发现标准执行中的问题，不断修改完善，提升标准水平，提高标准的科学性、合理性、协调性和可操作性。

十一、废止现行有关标准的建议

 本标准为第三次修订，可以替代现行有关标准GB/T 5121.8-2008《铜及铜合化学分析方法 第8部分 氧含量的测定》。建议本标准自发布之日起代替《铜及铜合化学分析方法 第8部分 氧含量的测定》GB/T 5121.8-2008。

十二、其它应予说明的事项

无。