

国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第 1 部分 铜含量的测定》编制说明

(预审稿)

中铝洛阳铜加工有限公司

2026 年 06 月

国家标准《铜及铜合金化学分析方法

第1部分 铜含量的测定》编制说明

（预审稿）

一、工作简况

1.1 任务来源

根据国家标准化委员会下达《国家标准委关于下达 2025 年第七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〔2025〕43 号），计划修订国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第1部分：铜含量的测定》（项目计划号：20253825-T-610）。中铝洛阳铜加工有限公司为第一起草单位，瓯锺科技温州有限公司、浙江海亮股份有限公司、北矿检测技术有限公司、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、浙江冶金产品质量检验站有限公司、深圳双易达检测技术有限公司、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）、铜陵有色金属集团控股有限公司、新疆有色金属研究所有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、昆明冶金研究院有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、紫金铜业有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、有研亿金新材料有限公司、防城港东途矿产检测公司 17 家单位参与起草。计划完成期限：2026 年 8 月。

1.2 立项目的和意义

铜元素是铜及铜合金材料中的主合金元素，其含量直接决定了材料的性能。在 GB/T 5231-2022《加工铜及铜合金牌号和化学成分》、GB/T 1176-2013《铸造铜及铜合金》等相关产品标准中，均对铜含量或者铜加所列元素含量进行了规定，该元素的含量是衡量产品是否合格的关键参数，需要在产品的研发、生产、贸易等活动中予以准确定量分析。

GB/T 5121.1-2008《铜及铜合金化学分析方法 第1部分：铜含量的测定》发布实施于 2008 年，本标准规定了铜及铜合金（包括碲铜）中 50.00%~99.98%铜含量的电解测定方法，是国内铜及铜合金领域应用最广泛的铜含量检测方法之一。但随着时间的推移，本方法标准从内容、结构、时效性、适用性等方面存在着一些问题，且与国内其他标准检测对象和范围由存在重复的情况，部分条款已无法满足当前产品检测的需要，也不符合当前国家标准化体系优化的需要。

本标准分别修改采用了 ISO 1554: 1976、ISO 1553: 1976 两个国际标准，但是 ISO 1553: 1976 目前已经废止。本标准中三个方法均为电解法，不适用于铋黄铜等材料的分析。碘量法作为黄铜及其他铜合金、铜-钢复合金属材料中铜含量最常用的检测方法，相对电解重量法有着流程短、精度好、易掌握等优点，但本标准中内容未进行涵盖。为优化标准体系，建议并入 GB/T 33948.1-2017 内容，增加碘量法，以扩展本标准的适用范围。本标准的铜含量测定方法均为电解重量法，该方法测出的铜含量实际为铜银含量，但标准中未加以说明，在实际使用中存在一定的误导。本标准不适用于硒、铋为主成分的铜合金的测定，如铋黄铜中铋会对铜检测结果有正干扰。此外，该分析方法标准已发布实施 10 余年，在标准文本格式和部分文字表述上不符合 GB/T 1.1-2020 的最新要求。

综上，亟需对该标准进行修订，以提高该标准的适用性和规范性，更有力地配套支撑 GB/T 5231-2022 等相关产品标准，推动标准体系优化。因此，十分有必要对现行 GB/T 5121.1-2008 进行修订，补充开展相关试验研究，重新进行方法精密度和正确度评估，以增强该标准的适用性、规范性和科学性。

该标准的制定符合《2024 年全国标准化工作要点》35. 持续优化国家标准和行业标准体

系，在有色金属、塑料、土方机械、金属切削机床、风电设备等重点领域开展标准体系优化升级试点，围绕产业领域发展需求，加大力度整合一批、修订一批、制定一批、废止一批标准。53. 结合共建“一带一路”国家在产业、贸易、科技和工程建设等领域合作需求，加快中国标准外文版编译，加大中国标准海外应用和互认力度。本标准符合《国家标准化发展纲要》

（二十三）强化贸易便利化标准支撑：促进内外贸质量标准、检验检疫、认证认可等相衔接，推进同线同标同质；（二十八）强化标准实施应用：完善认证认可、检验检测、政府采购、招投标等活动中应用先进标准机制，推进以标准为依据开展宏观调控、产业推进、行业管理、市场准入和质量监管。

1.3 主要参加单位和工作成员所作的工作

（1）项目编制组

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、样品提供、资料汇总分析及执笔，瓯锬科技温州有限公司、浙江海亮股份有限公司提供碘量法的试验方案。瓯锬科技温州有限公司、北矿检测技术有限公司、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、浙江冶金产品质量检验站有限公司、深圳双易达检测技术有限公司为第一验证单位，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）、铜陵有色金属集团控股有限公司、新疆有色金属研究所有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、昆明冶金研究院有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、紫金铜业有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、有研亿金新材料有限公司、防城港东途矿产检测公司为第二验证单位。各单位分工明确，通力合作，共同完成标准的修订工作。

（2）编制单位技术基础

中铝洛阳铜加工有限公司是综合性有色金属加工企业，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、轨道交通等领域。拥有国家级企业技术中心、国家实验室认证认可监督管理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。公司先后从德国、美国、法国、日本、英国、意大利等十二个国家引进了 100 多台(套)先进的无损探伤和理化检测设备，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、技术能力和标准编写能力。铜及铜合金管材生产技术成熟，产品质量稳定、性能满足用户使用要求，有较好的技术基础和能力。

广东省科学院工业分析检测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。

北矿检测技术股份有限公司是矿冶科技集团有限公司的二级控股子公司。公司主要从事有色金属矿产资源检验检测、检测技术及仪器研发与服务，承担国际国内仲裁检验检测、国际标准及国家和行业标准研制、分析检测技术和仪器研发等工作。公司同时为国家重有色金

属质量监督检验中心、国家进出口商品检验有色金属认可实验室、中国有色金属工业重金属质检中心、科技成果检测鉴定国家级检测机构，在国内有色金属分析领域具有权威地位，在国际上享有一定声誉。公司是国家高新技术企业、中关村高新技术企业、科技型中小企业、国家专精特新“小巨人”企业、北京市专精特新“小巨人”企业、创建世界一流专精特新示范企业。公司拥有 4 个国家级平台和 1 个北京市重点实验室，发布国家和行业标准 500 余项、牵头和参与制定国际标准 10 余项。

铜陵有色金属集团控股有限公司下属检测研究中心于 2006 年 11 月通过“中国合格评定国家认可委员会（CNAS）”的考核评定，为国家认可实验室及 CMA 省级认定实验室，所出具的检测数据得到国际上相关组织和机构认可。近年来，负责和参加起草的国际、国家及行业标准有 200 余项。起草的国家标准曾获得全国有色金属标准化技术委员会、中国有色金属工业科学技术奖等，具有主要仪器有包括 GC-MS、ICP-MS 等大型仪器在内仪器 300 多台。标准起草人员多次参与有色国家及行业标准的起草、验证等工作，具有丰富的方法研究经验。

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与国家有色金属质量监督检验中心。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。

浙江省冶金产品质量检验站有限公司是具有独立法人资格的第三方公正检测机构，浙江省政府第一批授权成立的省级质检机构，浙江省冶金（有色）行业产品质量检测的专业检验机构，浙江省高级人民法院对外委托司法鉴定机构。公司拥有一支具有丰富经验的专业技术人员队伍，检测人员具有较高的专业知识、技术能力和评判能力。公司以高标准进行实验室建设，装备了具有国际、国内先进水平的仪器设备，公司配置了直读光谱仪（德国）、离子发射光谱仪（美国）、原子吸收光谱仪（美国）、氧氮氢分析仪（德国）、扫描电子显微镜（德国）、金相显微镜（德国）、金属材料疲劳、松弛、老化、持久、高低温试验机等检测设备。公司长期承担各类冶金有色产品理化检验，积累了丰富的检测经验和数据。同时公司还承担各级政府行政管理部门下达的产品质量定期监督检验、日常监督检验、市场抽查检验、产品质量仲裁检验等任务。公司重视标准化工作，多次负责和参与国家和行业标准编制，负责编制了 GB/T 33817-2017、GB/T 8891-2013 等标准；参与编制了 GB/T 5231-2022、GB/T 37569-2019、YS/T 650-2020、YS/T 1352-2020、GB/T 26303.1-2010、YS/T 759-2011 等多项标准。

洛阳船舶材料研究所（中国船舶集团有限公司第七二五研究所），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。

大冶有色设计研究院有限公司始建于 1960 年，是中国有色集团“1+4”战略重要技术支撑单位，现为国家级高新技术企业，湖北省专精特新中小企业。公司业务形成覆盖矿山、冶金、环保、建筑、智能化、检测检验、地勘测绘七大领域的全产业链技术服务体系，拥有国

家认可实验室、国际 标准研制创新示范基地、湖北省研究生教育创新基地等研发和创新平台，并依托中色大冶国家认定企业技术中心、博士后科研工作站、国家级工程实践教育中心、湖北省有色金属资源开发与综合利用工程技术研究中心、湖北省有色金属冶金与循环利用重点实验室等技术创新平台，长期从事国际、国家、行业标准的起草与验证工作，近年来多项标准荣获中国有色金属工业科学技术奖一、二、三等奖，和全国有色金属标准化技术委员会技术标准二、三等奖。

表 1 标准编制组成员及职责

序号	姓名	单位	工作分工
1.	岳好锋	中铝洛阳铜加工有限公司	主起草单位人员，负责标准的工作指导、编写、标准文本和试验方案的确定、条件试验及精密度试验，各起草单位的组织协调、样品的收集及分发、标准文件和编制说明编写。
2.	瓮溢华	中铝洛阳铜加工有限公司	主起草单位人员，标准文本和试验方案的确定、条件试验及精密度试验、标准文件编写。
3.	刘光辉	中铝洛阳铜加工有限公司	主起草单位人员，负责样品的设计、制备与收集，对标准文件和编制说明提出修改建议。
4.	李新强	中铝洛阳铜加工有限公司	主起草单位人员，负责碘量法条件试验及精密度试验，试验数据的汇总处理。
5.	陈汉文	瓯锬科技温州有限公司	一验单位人员，负责铜钢复合材样品的设计、制备与收集，碘量法铜钢复合材试验方案的确定及精密度试验。
6.	韦青媛	瓯锬科技温州有限公司	一验单位人员，负责数据收集处理，对标准文件和编制说明提出修改建议
7.	程蕾	北矿检测技术股份有限公司	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出修改建议
8.	袁敏	北矿检测技术股份有限公司	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出修改建议
9.	韩聪美	北矿检测技术股份有限公司	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出修改建议
10.	赵霞	国标（北京）检验认证有限公司	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出修改建议
11.	田佳	国标（北京）检验认证有限公司	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出修改建议
12.	许洁瑜	广东省科学院工业分析检测中心	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出修改建议
13.	黎丽蓉	广东省科学院工业分析检测中心	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出修改建议
14.	刘标	广东省科学院工业分析检测中心	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出修改建议
15.	俞耿华	浙江省冶金产品质量检验站有限公司	一验单位人员，负责条件试验及精密度试验

			验证,对标准文件和编制说明提出修改建议
16.	华杰		一验单位人员,负责条件试验及精密度试验验证,对标准文件和编制说明提出修改建议
17.	王爽	深圳双易达检测技术有限公司	一验单位人员,负责条件试验及精密度试验验证,对标准文件和编制说明提出修改建议
18.	覃锶		一验单位人员,负责条件试验及精密度试验验证,对标准文件和编制说明提出修改建议
19.	张毅	洛阳船舶材料研究所(中国船舶集团有限公司第七二五研究所)	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
20.	刘攀	洛阳船舶材料研究所(中国船舶集团有限公司第七二五研究所)	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
21.	高丹	铜陵有色金属集团控股有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
22.	张柯	铜陵有色金属集团控股有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
23.	王永生	新疆有色金属研究所有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
24.	管文平	新疆有色金属研究所有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
25.	王凯	山东中金岭南铜业有限责任公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
26.	牟树河	山东中金岭南铜业有限责任公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
27.	王劲榕	昆明冶金研究院有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
28.	王保茹	昆明冶金研究院有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
29.	陆诗雨	中国检验认证集团广西有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
30.	周龙鹏	中国检验认证集团广西有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
31.	葛素志	紫金铜业有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议

			度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
32.	李文英	紫金铜业有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
33.	冯加豪	大冶有色设计研究院有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
34.	张竹柳	大冶有色设计研究院有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
35.	万小勇	有研亿金新材料有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
36.	田志童	有研亿金新材料有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
37.	韦亮平	防城港市东途矿产检测有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
38.	韦庆球	防城港市东途矿产检测有限公司	二验单位人员,负责方法一和方法四的精密度试验和数据收集处理,对标准文件和编制说明提出修改建议
39.			
40.			

1.4 主要工作过程

1.4.1 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铜含量检测的相关标准。通过信息收集发现除本标准外,国外对于铜及铜合金中铜的化学分析方法还有以下标准:国际标准 ISO 1554: 1976、ISO 1553: 1976,以上两项已被原标准修改采用,其中 ISO 1553: 1976 已经废止;欧盟标准 EN 16117 系列,均为电解重量法,测定范围分别为 <99.85%和>99.80%;日本标准 JIS H 1051:2022,均采用电解重量法,测定范围分别为>90.00%。国内有 YS/T 483-2022 其测定范围为 40.0%~99.50%; GB/T 33948.1-2017 测定范围分别为 4.0%~25%,其应用对象为铜钢复合材料;YS/T 910-2013 测定范围为 50.00%~97.00%,其应用对象黄铜。上述标准属于国际或国外标准,应用于国内尚有一些困难,或在适应性方面有所欠缺。因此,为了完善铜及铜合金中铜的测定方法,保证标准在国际上的先进性,该标准的修订是十分必要且急需的。

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。

1.4.2 标准立项

根据 2022 年 2 月国家标准化管理委员会下达的《关于开展推荐性国家标准复审工作的通知（国标委发[2022]10 号）》的要求,2022 年 5 月，全国有色标准化技术委员会通过网络会议召开了项目论证会，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 1 部分：铜含量的测定》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。

2025 年 8 月，国家标准化管理委员会发布了《国家标准委关于下达 2025 年第七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【2025】43 号），下达修订《铜及铜合金化学分析方法 第 1 部分 铜含量的测定》国家标准的任务计划，计划号为 20253825-T-610，项目完成时限为 2026 年 8 月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

1.4.3 起草阶段

（1）第一次会议

2025 年 11 月 10 日~11 月 13 日在浙江杭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 1 部分 铜含量的测定》的起草工作，瓯锬科技温州有限公司、浙江海亮股份有限公司参与主起草；北矿检测技术有限公司、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、浙江冶金产品质量检验站有限公司、深圳双易达检测技术有限公司、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）、铜陵有色金属集团控股有限公司、新疆有色金属研究所有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、昆明冶金研究院有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、紫金铜业有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、有研亿金新材料有限公司、防城港东途矿产检测公司为第二验证单位协助起草，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。

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，包括干扰试验、加标回收及精密度试验等，最终形成了《标准草案》。

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铜含量样品，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	铜的含量水平，%	备注
1	HMn58-2HC3	样屑	56.32	锰黄铜实际产品，方法一、方法四验证
2	H68/GSBH62012-1996		67.82	黄铜标准样品，方法一、方法四验证
3	QA19-4/6 /YSS080-2015		77.54	铝青铜标准样品，方法一、方法四验证
4	B10-2		87.82	铁白铜实际产品，方法一、方法四验证
5	CuNiSi6/YSS 081-2015		98.00	镍硅青铜标准样品，方法一验证

				证
6	C14500		99.55	碲铜实际产品, 方法二验证
7	TuMn/BY1902		99.58	纯铜标准样品, 方法三、方法四验证
8	TP2-2#/GSB04-1430-2001		99.95	磷脱氧铜标准样品, 方法三验证
9	QCr0.5		99.03	铬青铜实际产品, 方法四验证
10	CuSn17		80.32	锡青铜实际产品, 方法四验证
11	C18000		96.69	铬青铜实际产品, 方法四验证
12	CuSb1.7		61.52	铈青铜实际产品, 方法四验证

2025 年 8 月~2026 年 2 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。试验内容主要包含最佳试验条件、干扰元素的消除、以及方法相关精密度和准确度验证。最终形成《征求意见稿 1 稿》和编制说明。

(2) 第二次会议

1.4.4 征求意见阶段

1.4.5 审查阶段

A. 技术专家审查

B. 委员审查

C. 委员电子投票

1.4.6 报批阶段

二、编制原则、主要内容及其确定依据、修订前后技术内容的对比

1、编制原则

(1) 本标准按照 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、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;

(2) 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铜含量的测定方法;

(3) 本标准是在标准 GB/T 5121.1-2008《铜及铜合金化学分析方法 第 1 部分: 铜含量的测定》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。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铜含量的检测要求, 更好地确保标准的先进性, 促进我国检测技术的进步。

(4) 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。

2、标准主要技术内容的确定依据

本标准规定了铜及铜合金中铜含量的测定方法。

本文件适用于铜及铜合金中铜含量的测定，直接电解-原子吸收光谱法测定范围：50.00%~99.00%，高锰酸钾氧化碲-电解-原子吸收光谱法适用于铜碲合金中铜含量的测定，测定范围：>98%~99.9%，恒电流电解法测定范围：>99.00%~99.98%，碘量法适用于铜合金及铜-钢复合金属中铜含量的测定，碘量法测定范围：铜钢复合材料4.00%~25.00%，铜合金50.00%~99.50%。含量为50.00%~99.50%时，以直接电解-原子吸收光谱法作为仲裁方法。当试样中含有银时，直接电解-原子吸收光谱法、高锰酸钾氧化碲-电解-原子吸收光谱法以及恒电流电解法的测定结果以铜银含量作为铜量报出。恒电流电解法不适用于硒、铋为主成分的铜及铜合金的测定；高锰酸钾氧化碲-电解-原子吸收光谱法不适用于铋为主成分的铜合金的测定。直接电解-原子吸收光谱法不适合碲含量高于0.15%，砷含量高于0.80%、硒含量高于0.0050%、铋含量高于0.025%的铜及铜合金。

随着铜及铜合金材料的不断推陈出新，对各元素的检测范围、准确度、精密度等要求越来越高。为实现铜元素的检测方法能够涵盖国内现有铜及铜合金材料，同时具备准确、可靠、操作性强等特点，因此对 GB/T 5121.1 进行修订。本文件的修订扩展了方法的检测范围，提高了铜及铜合金检测标准与产品标准适配性，进一步增强了检测方法的操作规范性，推进了铜及铜合金化学分析标准体系的健全完善。

3、本标准与 GB/T 5121.1-2008 标准的比较

本部分代替GB/T 5121.1-2008《铜及铜合金化学分析方法 第1部分：铜含量的测定》，与GB/T 5121.1-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了“本部分方法三修改采用ISO 1553：1976《纯铜（≥99.90%）铜量的测定电解法》”的描述（见2008年版的前言）；
- b) 范围中增加了本文件不适用于几种情况的描述（见第1章）；
- c) 增加了规范性引用文件（见第2章）；
- d) 试样由“厚度不大于1 mm的碎屑”修改为“按照YS/T 668将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑”（见4.4，5.4、6.4.1，2008年版1.5、2.5、3.5.1）；
- e) 将“方法一 直接电解-原子吸收光谱法”名称修改为“直接电解法”（见第4章，2008年版的第1章）；
- f) 将“方法二 高锰酸钾氧化碲-电解-原子吸收光谱法”名称修改为“高锰酸钾氧化碲-电解法”（见第5章，2008年版的第2章）；
- g) 将“方法三 电解-分光光度法”名称修改为“恒电流电解法”（见第6章，2008年版的第3章）；
- h) 方法三中残留铜量的测定方法增加了原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法（见6.5.3.8.2）；
- i) 增加了方法四 碘量法（见第7章）；
- j) 删除了“质量保证和控制”（见2008年版的1.9、2.9、3.9）；
- k) 增加了“试验报告”（见第8章）；
- l) 删除了附录 C、附录 D（见 2008 年版的附录 C、附录 D）。

三、试验验证分析、综述报告、技术经济论证、预期达到的经济效益、社会效益和生态效益

1、试验验证分析和综述报告

（一）项目的必要性阐述

铜元素是铜及铜合金材料中的主合金元素，其含量直接决定了材料的性能。在 GB/T 5231-2022《加工铜及铜合金牌号和化学成分》、GB/T 1176-2013《铸造铜及铜合金》等相关产品标准中，均对铜含量或者铜加所列元素含量进行了规定，该元素的含量是衡量产品是否

合格的关键参数，需要在产品的研发、生产、贸易等活动中予以准确定量分析。

GB/T 5121.1-2008《铜及铜合金化学分析方法 第1部分：铜含量的测定》发布实施于2008年，本标准规定了铜及铜合金（包括碲铜）中50.00%~99.98%铜含量的电解测定方法，是国内铜及铜合金领域应用最广泛的铜含量检测方法之一。但随着时间的推移，本方法标准从内容、结构、时效性、适用性等方面存在着一些问题，且与国内其他标准检测对象和范围由存在重复的情况，部分条款已无法满足当前产品检测的需要，也不符合当前国家标准化体系优化的需要。

本标准分别修改采用了ISO 1554: 1976、ISO 1553: 1976两个国际标准，但是ISO 1553: 1976目前已经废止。本标准中三个方法均为电解法，不适用于铍黄铜等材料的分析。碘量法作为黄铜及其他铜合金、铜-钢复合金属材料中铜含量最常用的检测方法，相对电解重量法有着流程短、精度好、易掌握等优点，但本标准中内容未进行涵盖。为优化标准体系，建议并入GB/T 33948.1-2017内容，增加碘量法，以扩展本标准的适用范围。本标准的铜含量测定方法均为电解重量法，该方法测出的铜含量实际为铜银含量，但标准中未加以说明，在实际使用中存在一定的误导。本标准不适用于硒、铋为主成分的铜合金的测定，如铍黄铜中铋会对铜检测结果有正干扰。此外，该分析方法标准已发布实施10余年，在标准文本格式和部分文字表述上不符合GB/T 1.1-2020的最新要求。

综上，亟需对该标准进行修订，以提高该标准的适用性和规范性，更有力地配套支撑GB/T 5231-2022等相关产品标准，推动标准体系优化。因此，十分有必要对现行GB/T 5121.1-2008进行修订，补充开展相关试验研究，重新进行方法精密度和正确度评估，以增强该标准的适用性、规范性和科学性。

（二）项目的可行性阐述

本项目分别采用电解重量法和碘量法测定铜及铜合金、铜-钢复合材料中的铜含量，这两种方法在国内外均有成熟的应用基础和技术积累。电解重量法作为经典的常量分析方法，具有准确度高、精密度好的特点，其原理是通过电解将溶液中的铜离子在阴极上沉积，称量沉积铜的质量来计算铜含量，该方法在GB/T 5121.1-2008中已有长期应用，技术成熟可靠，操作人员易于掌握。碘量法则是基于氧化还原反应，利用硫代硫酸钠标准溶液滴定碘，从而间接测定铜含量，该方法操作简便、分析速度快，尤其适用铜合金及铜-钢复合材料中铜的测定，在YS/T 910-2013、GB/T 33948.1-2017等国内标准以及众多国际标准中均有广泛应用，相关的试剂配制、滴定条件控制等技术细节已有完善的文献支持和实践经验。

起草单位中铝洛阳铜加工有限公司作为国内铜加工行业的领军企业，拥有先进的实验室设备和一支经验丰富的专业技术团队，在铜及铜合金的化学分析领域具有深厚的技术沉淀。编制组在立项前已进行了充分的预研工作，对国内外相关标准方法进行了系统梳理和对比分析，并结合生产实际需求，初步确定了方法的测定范围、关键步骤和预期技术指标。在后续的试验研究过程中，编制组能够利用现有的实验条件，如电子天平、恒电流电解仪等，开展包括最佳试验条件优化、干扰元素影响及消除方法、方法准确度（采用标准样品对照、加标回收率试验）和精密度（进行多梯度试验和不同实验室间的验证）等方面的系统研究。

此外，参与本标准制定的还有瓯锆科技温州有限公司、浙江海亮股份有限公司等多家国内知名的铜加工企业和北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司等权威的第三方检测机构。这些单位在铜及铜合金的生产、检验方面拥有丰富的实践经验和完善的检测能力，能够为本标准的验证工作提供多样化的样品来源和数据支持，确保标准方法在不同实验室、不同操作条件下的适用性和可靠性。全国有色金属标准化技术委员会的组织协调和指导，也为标准的顺利制定提供了有力的保障，使得项目在技术路线、试验方案、数据处理等方面能够严格遵循标准化工作的规范和要求。因此，从技术方法的成熟度、研发团队的能力、实验条件的保障以及协作单位的支持等多方面来看，本项目的修订工作具备充分的可行性。

（三）试验验证分析

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。

1 方法一 直接电解法

1.1 共存元素的影响试验

经查阅 GB/T 5231-2022 等产品标准，在铜含量不小于 50.00% 的铜合金材料中的共存元素见表 3-1。

表 3-1 共存元素及元素含量

共存元素	在试料中可能的最大含量/%	在试料中可能得最大含量/mg
Te	0.70	14
As	0.80	16
Se	0.005	0.1
Bi	3.5	70

1.1.1 碲元素干扰试验

在黄铜 H68 中加入不同量的 Te，结果见表 3-2：

表 3-2 碲的干扰试验结果

牌号	Te 元素加入量/mg	铜标准值/%	铜的 测定值/%
H68	0.50	67.82	67.802 67.826
H68	1.00	67.82	67.845 67.911
H68	3.00	67.82	67.861 67.903
H68	5.00	67.82	67.886 67.935

由表 3-2 可以得到，加入 5 mg 以上 Te 时，铜的测定值与标准值偏差有超过 0.10% 结果，3.00 mgTe 相当于试样中含 0.15%Te 等元素存在时对结果测定不影响。

一验单位北矿检测、国标（北京）检验、广东省科学院、浙江省冶金质检站、深圳双易达检测对该试验条件进行了验证，得到的试验现象和结论与起草单位一致，见表 3-3、3-4、3-5、3-6 和 3-7。

表 3-3 碲的干扰试验结果（北矿检测）

牌号	Te 元素加入量/mg	铜标准值/%	铜的 测定值/%
H68	0.50	67.82	67.804 67.819
H68	1.00	67.82	67.829 67.848
H68	3.00	67.82	67.863 67.852
H68	5.00	67.82	67.891 67.923

由表 3-3 知，加入 5 mg 以上 Te 时，部分碲和铜一起在铂阴极上沉积，颜色明显变化，铜的测定结果偏高。加入 3.00 mg 碲，相当于试样中含碲 0.15%，对结果影响忽略不计。与起草单位结论一致

表 3-4 碲的干扰试验结果（国标北京检验）

牌号	Te 元素加入量/mg	铜标准值/%	铜的 测定值/%
----	-------------	--------	-------------

H68	0.50	67.82	67.820 67.818
H68	1.00	67.82	67.845 67.838
H68	3.00	67.82	67.849 67.854
H68	5.00	67.82	67.867 67.874

表 3-5 碲的干扰试验结果（广东省科学院）

牌号	Te 元素加入量/mg	铜标准值/%	铜的 测定值/%
H68	0.50	67.82	67.842 67.829
H68	1.00	67.82	67.844 67.830
H68	3.00	67.82	67.856 67.862
H68	5.00	67.82	67.946 67.901

表 3-6 碲的干扰试验结果（浙江冶金质检站）

牌号	Te 元素加入量/mg	铜标准值/%	铜的 测定值/%
H68	0.50	67.82	67.808, 67.821
H68	1.00	67.82	67.841, 67.855
H68	3.00	67.82	67.859, 67.863
H68	5.00	67.82	67.876, 67.892

表 3-7 碲的干扰试验结果（深圳双易达检测）

牌号	Te 元素加入量/mg	铜标准值/%	铜的测定值/%
H68	0.50	67.82	67.811 67.824
H68	1.00	67.82	67.837 67.846
H68	3.00	67.82	67.852 67.858
H68	5.00	67.82	67.875 67.881

1.1.2 砷、硒元素干扰试验

在电解铜（铜含量 99.99%）中分别加入 16 mg 砷、0.1 mg 硒进行实验，试验结果见表 3-8：

表 3-8 砷、硒的干扰试验结果

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的 测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	As	16	1999.8	2000.8	100.05
			1999.8	1998.4	99.93
电解铜（4N）	Se	0.1	1999.8	1999.7	99.99
			1999.8	1999.7	99.99

由表 3-8 可以得到，加入 16 mg 砷、0.1 mg 硒元素，铜的回收率在 99.93%~100.05 之间，相当于试样中最高含量 0.80%As、0.0050%Se 存在时对结果测定不影响。

表 3-9 砷、硒的干扰试验结果（北矿检测）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的 测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	As	16	1999.8	1999.3	99.97

			1999.8	2000.4	100.03
电解铜（4N）	Se	0.1	1999.8	1999.8	100.00
			1999.8	1999.5	99.98

由表 3-9 知，加入 16 mg 砷、0.1 mg 硒元素,铜的回收率在 99.97%~100.03%之间，相当于试样中最高含量 0.80%As、0.0050%Se 存在时，对结果测定不影响。

表 3-10 砷、硒的干扰试验结果（国标北京检验）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	As	16	1999.8	1999.4	99.98
			1999.8	1999.8	100.00
电解铜（4N）	Se	0.1	1999.8	1999.5	99.98
			1999.8	1999.7	99.99

由表 3-10 知，加入 16 mg 砷、0.1 mg 硒元素,铜的回收率在 99.98%~100.00 之间，相当于试样中最高含量 0.80%As、0.0050%Se 存在时，对结果测定不影响。与起草单位结论一致。

表 3-11 砷、硒的干扰试验结果（广东省科学院）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	As	16	1999.8	1999.0	99.96
			1999.8	1999.7	99.99
电解铜（4N）	Se	0.1	1999.8	1999.7	99.99
			1999.8	1999.8	100.00

表 3-12 砷、硒的干扰试验结果（浙江省冶金质检站）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	As	16	1999.8	1999.5	99.98
			1999.8	1999.0	99.96
电解铜（4N）	Se	0.1	1999.8	1999.3	99.97
			1999.8	2000.6	100.04

表 3-13 砷、硒的干扰试验结果（深圳双易达检测）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	As	16	1999.8	1999.3	99.97
			1999.8	1999.6	99.99
电解铜（4N）	Se	0.1	1999.8	1999.7	99.99
			1999.8	1999.5	99.98

1.1.3 铋元素干扰试验

在 2 g 电解铜（4N）中分别加入 0.5 mg 铋、1.0 mg 铋及 2.0 mg 铋进行试验，结果见表 3-14：

表 3-14 铋的干扰试验结果

牌号	共存元素	各元素加入	铜理论值/mg	铜的	回收率/%
----	------	-------	---------	----	-------

		量/mg		测定量/mg	
电解铜（4N）	Bi	0.5	1999.8	2000.1	100.02
			1999.8	2000.2	100.02
		1.0	1999.8	2002.0	100.11
			1999.8	1999.2	99.97
		2.0	1999.8	2002.4	100.13
			1999.8	2002.8	100.15
备注：	铜合金中铋元素含量高低对电解重量法有显著影响，导致铂阴极发黑，将铂阴极沉积物溶解后使用 ICP-AES 法测定铋含量，扣减电极上沉积的铋后的铜含量检测结果仍然偏高。本试验旨在找出方法一铋含量的最大容许值。				

由表 3-14 可以得到，0.5 mgBi 相当于 0.025% 时对结果测定不影响。

表 3-15 铋的干扰试验结果（北矿检测）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	Bi	0.5	1999.8	1999.4	99.98
			1999.8	1999.6	99.99
		1.0	1999.8	2000.4	100.03
			1999.8	2000.2	100.02
		2.0	1999.8	2001.6	100.09
			1999.8	2000.4	100.08
备注：	铜合金中铋元素含量高低对电解重量法有显著影响，导致铂阴极发黑，将铂阴极沉积物溶解后使用 ICP-AES 法测定铋含量，扣减电极上沉积的铋后的铜含量检测结果仍然偏高。本试验旨在找出方法一铋含量的最大容许值。				

由表 3-15 可知，0.5 mgBi 相当于 0.025% 时，对结果影响不大，加入大于 1mgBi 时，结果系统偏高。

表 3-16 铋的干扰试验结果（国标北京检验）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	Bi	0.5	1999.8	1999.8	100.00
			1999.8	1999.4	99.98
		1.0	1999.8	2000.4	100.03
			1999.8	2000.3	100.03
		2.0	1999.8	2001.1	100.07
			1999.8	2000.9	100.06
备注：	铜合金中铋元素含量高低对电解重量法有显著影响，导致铂阴极发黑，将铂阴极沉积物溶解后使用 ICP-AES 法测定铋含量，扣减电极上沉积的铋后的铜含量检测结果仍然偏高。本试验旨在找出方法一铋含量的最大容许值。				

由表 3-16 可知，0.5 mgBi 相当于 0.025% 时，对结果影响不大，加入大于 1 mgBi 时，结

果系统偏高。与起草单位结论一致。

表 3-17 铋的干扰试验结果（广东省科学院）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	Bi	0.5	1999.8	1999.7	99.99
			1999.8	1999.5	99.98
		1.0	1999.8	2000.1	100.01
			1999.8	2000.0	100.01
		2.0	1999.8	2001.5	100.08
			1999.8	2001.8	100.10
备注：	铜合金中铋元素含量高低对电解重量法有显著影响，导致铂阴极发黑，将铂阴极沉积物溶解后使用 ICP-AES 法测定铋含量，扣减电极上沉积的铋后的铜含量检测结果仍然偏高。本试验旨在找出方法一铋含量的最大容许值。				

表 3-18 铋的干扰试验结果（浙江省冶金质检站）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	Bi	0.5	1999.8	1999.5	99.98
			1999.8	2000.1	100.02
		1.0	1999.8	2000.8	100.05
			1999.8	2001.1	100.07
		2.0	1999.8	2001.9	100.11
			1999.8	2001.3	100.08
备注：	铜合金中铋元素含量高低对电解重量法有显著影响，导致铂阴极发黑，将铂阴极沉积物溶解后使用 ICP-AES 法测定铋含量，扣减电极上沉积的铋后的铜含量检测结果仍然偏高。本试验旨在找出方法一铋含量的最大容许值。				

表 3-19 铋的干扰试验结果（深圳双易达）

牌号	共存元素	各元素加入量/mg	铜理论值/mg	铜的测定量/mg	回收率/%
电解铜（4N）	Bi	0.5	1999.8	1999.5	99.98
			1999.8	1999.9	100.01
		1.0	1999.8	2000.7	100.05
			1999.8	1999.9	100.01
		2.0	1999.8	2000.9	100.06
			1999.8	2000.6	100.04
备注：	铜合金中铋元素含量高低对电解重量法有显著影响，导致铂阴极发黑，将铂阴极沉积物溶解后使用 ICP-AES 法测定铋含量，扣减电极上沉积的铋后的铜含量检测结果仍然偏高。本试验旨在				

找出方法一铋含量的最大容许值。

1.2 准确度试验

采用 3 个有证标准样品进行准确度验证，结果如表 3-20 所示。

表 3-20 准确度试验结果

实验室	标准样品名称及编号	标准值/%	测定值
中铝洛铜	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.823
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.54	77.720
	CuNiSi6 YSS 081-2015	98.00	98.005
北矿检测	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.783
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.54	77.475
	CuNiSi6 YSS 081-2015	98.00	97.964
国标（北京）检验	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.814
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.54	77.493
	CuNiSi6 YSS 081-2015	98.00	98.012
广东省科学院	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.846
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.54	77.510
	CuNiSi6 YSS 081-2015	98.00	97.972
浙江省冶金质检站	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.825
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.72	77.552
	CuNiSi6 YSS 081-2015	98.00	98.006
深圳双易达检测	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.823
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.54	77.448
	CuNiSi6 YSS 081-2015	98.00	97.977

表 3-20 结果显示，有证标准样品 H68、和 QA19-4/6 和 CuNiSi6 的测定结果与标准值吻合较好，且多次平行测定结果稳定。表明本方法准确度良好，能满足铜合金中铜含量的检测要求。

1.3 精密度试验

将 5 个铜合金样品按照本方法在重复性条件下平行测定 7 次，结果见表 4-1 表~4-16 所示。

表 4-1 中铝洛阳铜加工有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.368 56.333 56.293 56.294 56.267 56.337 56.355	56.321	0.036	0.064
H68	67.843 67.783 67.887 67.786 67.837 67.759 67.867	67.823	0.048	0.070
QA19-4/6	77.679 77.752 77.695 77.750 77.788	77.720	0.043	0.056

	77.692 77.681			
B10-2	87.791 87.902 87.804 87.816 87.786 87.869 87.809	87.825	0.043	0.049
CuNiSi6	98.082 98.033 97.984 97.974 97.988 97.982 97.992	98.005	0.039	0.040
TP2-2#	99.951 99.935 99.946 99.962 99.957 99.955 99.969	99.954	0.011	0.011
备注	TP2-2#为有证标准样品（GSB04-1430-2001 标准值为 99.95%）			

由表 4-1 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.011%~0.070%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的精密度试验结果见表 4-2。

表 4-2 北矿检测技术有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.293 56.298 56.326 56.334 56.28 56.317 56.329	56.311	0.021	0.037
H68	67.783 67.829 67.796 67.825 67.831 67.840 67.826	67.804	0.030	0.045
QA19-4/6	77.475 77.502 77.496 77.483 77.509 77.487 77.492	77.484	0.012	0.016
B10-2	87.763 87.795 87.751 87.757 87.788 87.794 87.803	87.783	0.028	0.032
CuNiSi6	97.964 97.985 98.023 98.012 98.031 97.982 98.004	97.984	0.028	0.029
TP2-2#	99.872 99.972 99.842 99.846 99.895 99.934 99.911	99.896	0.047	0.047
备注	TP2-2#为有证标准样品（GSB04-1430-2001 标准值为 99.95%）			

由表 4-2 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.012%~0.030%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位国标（北京）检验认证有限公司的精密度试验结果见表 4-3。

表 4-3 国标（北京）检验认证有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.245 56.278 56.302 56.317 56.266 56.295 56.307	56.287	0.026	0.046
H68	67.825 67.844 67.814 67.852 67.837 67.802 67.864	67.834	0.022	0.032
QA19-4/6	77.499 77.504 77.526 77.516 77.557 77.534 77.483	77.517	0.025	0.032
B10-2	87.817 87.793 87.751 87.788 87.774 87.767 87.806	87.785	0.023	0.026
CuNiSi6	98.015 98.042 97.983 98.002 98.034 97.964 97.996	98.005	0.028	0.029
TP2-2#	99.951 99.946 99.956 99.938 99.967 99.935 99.957	99.950	0.012	0.012
备注	TP2-2#为有证标准样品（GSB04-1430-2001 标准值为 99.95%）			

由表 4-3 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.012%~0.046%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一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 4-4。

表 4-4 广东省科学院工业分析检测中心精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.302 56.322 56.299 56.320 56.339 56.306 56.328	56.317	0.015	0.026
H68	67.836 67.832 67.820 67.811 67.825 67.839 67.816	67.826	0.010	0.016
QA19-4/6	77.510 77.521 77.495 77.511 77.508 77.487 77.499	77.504	0.011	0.015
B10-2	87.765 87.779 87.785 87.800 87.794 87.783 87.796	87.786	0.012	0.014
CuNiSi6	97.992 98.008 97.985 97.992 98.027 98.007 98.014	98.005	0.013	0.013
TP2-2#	99.951 99.949 99.950 99.956 99.948 99.952 99.956	99.952	0.0032	0.0032
备注	TP2-2#为有证标准样品（GSB04-1430-2001 标准值为 99.95%）			

由表 4-4 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0032%~0.026%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的精密度试验结果见表 4-5。

表 4-5 浙江冶金产品质量检验站有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.312 56.347 56.351 56.317 56.274, 56.301 56.298	56.314	0.027	0.048
H68	67.819 67.779 67.832 67.874 67.837 67.842 67.792	67.825	0.032	0.047
QA19-4/6	77.531 77.524 77.551 77.573 77.542 77.538 77.608	77.552	0.029	0.037
B10-2	87.828 87.823 87.764 87.766 87.765, 87.756 87.808	87.787	0.031	0.035
CuNiSi6	98.021 98.015 97.997 97.998 97.958 97.994 98.059	98.006	0.031	0.032
TP2-2#	99.952, 99.952, 99.950, 99.964, 99.938, 99.941, 99.944	99.949	0.011	0.011
备注	TP2-2#为有证标准样品（GSB04-1430-2001 标准值为 99.95%）			

由表 4-5 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0xx%~0.0xx%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的精密度试验结果见表 4-6。

表 4-6 深圳双易达检测技术有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.314 56.304 56.323 56.308 56.322 56.325 56.336	56.319	0.011	0.019
H68	67.823 67.810 67.819 67.816 67.834 67.841 67.827	67.824	0.011	0.016
QA19-4/6	77.448 77.463 77.445 77.452 77.504 77.437 77.486	77.462	0.025	0.031
B10-2	87.749 87.784 87.793 87.801 87.807 87.811 87.763	87.787	0.024	0.026
CuNiSi6	97.977 97.994 97.965 97.983 98.028 98.012 97.959	97.988	0.025	0.025
TP2-2#	99.957 99.943 99.952 99.964 99.967 99.949 99.958	99.956	0.0084	0.0084
备注	TP2-2#为有证标准样品（GSB04-1430-2001 标准值为 99.95%）			

由表 4-6 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0084%~0.031%之间，方法精密度能满足检测需求。

第二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 4-7。

表 4-7 七二五所（洛阳船舶材料研究所）精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.343 56.345 56.293 56.325 56.318 56.358 56.332	56.331	0.021	0.038
H68	67.855 67.810 67.870 67.803 67.889 67.810 67.814	67.836	0.035	0.051
QA19-4/6	77.536 77.592 77.648 77.643 77.533 77.575 77.605	77.590	0.046	0.060
B10-2	87.700 87.764 87.701 87.751 87.760 87.736 87.705	87.731	0.029	0.033
CuNiSi6	98.035 97.994 97.954 98.017 98.028 97.997 97.940	97.995	0.036	0.037

由表 4-7 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.025%~0.060%之间，方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位铜陵有色金属集团控股有限公司的精密度试验结果见表 4-8。

表 4-8 铜陵有色金属集团控股有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.24 56.41 56.44 56.28 56.34 56.23 56.29	56.319	0.082	0.145
H68	67.90 67.96 67.66 67.56 67.78 67.90 67.79	67.793	0.143	0.211
QA19-4/6	77.38 77.36 77.43 77.49 77.43 77.41 77.53	77.433	0.060	0.077
B10-2	87.82 87.92 87.61 87.83 87.80 87.78 87.79	87.793	0.093	0.106
CuNiSi6	98.00 98.09 98.08 97.89 97.94 97.89 97.89	97.969	0.089	0.091

由表 4-8 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位新疆有色金属研究所有限公司的精密度试验结果见表 4-9。

表 4-9 新疆有色金属研究所有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.345 56.338 56.312 56.318 56.271 56.289 56.354	56.318	0.030	0.054

H68	67.825 67.793 67.865 67.765 67.837 67.812 67.873	67.824	0.038	0.057
QA19-4/6	77.548 77.514 77.496 77.535 77.527 77.492 77.541	77.522	0.022	0.028
B10-2	87.891 87.752 87.804 87.876 87.811 87.834 87.819	87.827	0.047	0.053
CuNiSi6	97.961 97.943 97.974 98.004 98.048 97.998 98.052	97.997	0.042	0.043

由表 4-9 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，方法精密度能满足检测需求。

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 4-10。

表 4-10 山东中金岭南铜业有限责任公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.321 56.352 56.308 56.253 56.279 56.221 56.284	56.288	0.044	0.077
H68	67.842 67.848 67.833 67.804 67.782 67.854 67.812	67.825	0.026	0.039
QA19-4/6	77.561 77.582 77.600 77.488 77.559 77.552 77.524	77.552	0.037	0.048
B10-2	87.757 87.729 87.687 87.780 87.648 87.692 87.702	87.714	0.045	0.051
CuNiSi6	97.981 98.007 98.044 98.022 97.941 97.989 98.060	98.006	0.040	0.041

由表 4-10 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位昆明冶金研究院有限公司的精密度试验结果见表 4-11。

表 4-11 昆明冶金研究院有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.412 56.382 56.354 56.378 56.345 56.384 56.391	56.378	0.023	0.040
H68	67.902 67.882 67.823 67.912 67.779 67.865 67.880	67.863	0.047	0.069
QA19-4/6	77.756 77.802 77.745 77.823 77.786 77.814 77.768	77.785	0.030	0.038
B10-2	87.902 87.912 87.885 87.825 87.871 87.815 87.877	87.870	0.037	0.042
CuNiSi6	98.075 98.025 98.055 97.995 98.041 98.045 98.038	98.039	0.025	0.025

第二验证单位中国检验认证集团广西有限公司的精密度试验结果见表 4-12。

表 4-12 中国检验认证集团广西有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %					平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.34	56.29	56.33	56.35	56.33	56.33	0.0195	0.035
			56.34	56.32				
H68	67.80	67.89	67.90	67.89	67.88	67.87	0.0344	0.051
			67.87	67.89				
QA19-4/6	77.52	77.37	77.46	77.56	77.50	77.50	0.0664	0.086
			77.52	77.56				
B10-2	87.70	87.76	87.78	87.79	87.77	87.76	0.0298	0.034
			87.78	87.76				
CuNiSi6	98.03	97.88	98.07	98.08	97.90	98.01	0.0820	0.084
			98.05	98.04				

由表 4-12 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位紫金铜业有限公司的精密度试验结果见表 4-13。

表 4-13 紫金铜业有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %					平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.328	56.330	56.318	56.319	56.286	56.314	0.018	0.031
			56.327	56.287				
H68	67.836	67.840	67.829	67.817	67.837	67.828	0.010	0.013
			67.819	67.821				
QA19-4/6	77.501	77.489	77.442	77.456	77.467	77.468	0.019	0.024
			77.465	77.459				
B10-2	87.810	87.759	87.766	87.770	87.801	87.779	0.018	0.021
			87.781	87.766				
CuNiSi6	98.008	97.968	98.011	97.992	97.976	97.991	0.022	0.022
			98.022	97.962				

第二验证单位大冶有色设计研究院有限公司的精密度试验结果见表 4-14。

表 4-14 大冶有色设计研究院精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %					平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.276	56.312	56.335	56.326	56.298	56.316	0.023	0.040
			56.340	56.328				
H68	67.802	67.816	67.821	67.821	67.901	67.820	0.038	0.057
			67.786	67.792				

QA19-4/6	77.502 77.564 77.562 77.524 77.533 77.561 77.528	77.539	0.024	0.031
B10-2	87.689 87.678 87.725 87.691 87.723 87.767 87.887	87.737	0.073	0.083
CuNiSi6	97.986 97.872 97.997 98.026 98.042 97.894 98.011	97.975	0.066	0.067

由表 4-14 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.031%~0.083%之间，方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位有研亿金新材料有限公司的精密度试验结果见表 4-15。

第二验证单位防城港东途矿产检测公司的精密度试验结果见表 4-16。

表 4-16 防城港东途矿产检测公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.288 56.289 56.288 56.317 56.327 56.308 56.328	56.307	0.018	0.033
H68	67.812 67.846 67.825 67.836 67.824 67.796 67.829	67.824	0.016	0.024
QA19-4/6	77.472 77.462 77.438 77.582 77.431 77.423 77.488	77.471	0.054	0.070
B10-2	87.708 87.704 87.706 87.720 87.681 87.704 87.654	87.697	0.022	0.025
CuNiSi6	97.925 97.947 97.946 97.929 97.951 97.980 97.017	97.956	0.032	0.033

由表 4-16 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差均小于 0.10%，方法精密度能满足检测需求。

1.4 方法比对

1.4.1 原子吸收光谱法测定残铜试验拟合曲线

电解后溶液中残留铜量的测定，采用火焰原子吸收光谱法（FAAS），在波长 324.78 nm 处建立标准曲线，结果如表 4-17 及图 3-1 所示。

表 4-17 铜标准溶液浓度与吸光度数据

铜的质量浓度 μg/mL	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
吸光度/Abs	0	0.053	0.107	0.162	0.217	0.273
线性方程	y=0.1093x+0.0012			相关系数 R ²		0.9999

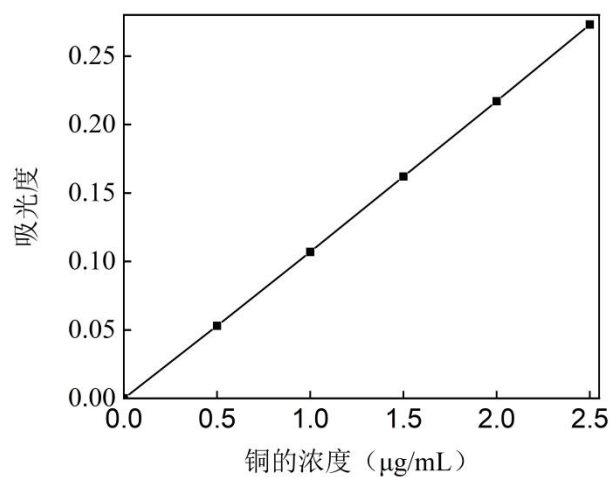


图 3-1 工作曲线图

一验单位北矿检测、国标（北京）检验、广东省科学院、浙江省冶金质检站、深圳双易达检测对该试验条件进行了验证，见表 4-18~表 4-22、图 3-2~图 3-6。

电解后溶液中残留铜量的测定，采用普析火焰原子吸收光谱仪（FAAS），在波长 324.78 nm 处建立标准曲线，结果如表 4-18 及图 3-2 所示。

表 4-18 工作曲线的线性回归方程及相关系数（北矿检测）

铜的质量浓度 μg/mL	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
吸光度/Abs	0	0.047	0.099	0.151	0.206	0.264
线性方程	$y=0.1059x-0.0047$			相关系数 R^2		0.9990

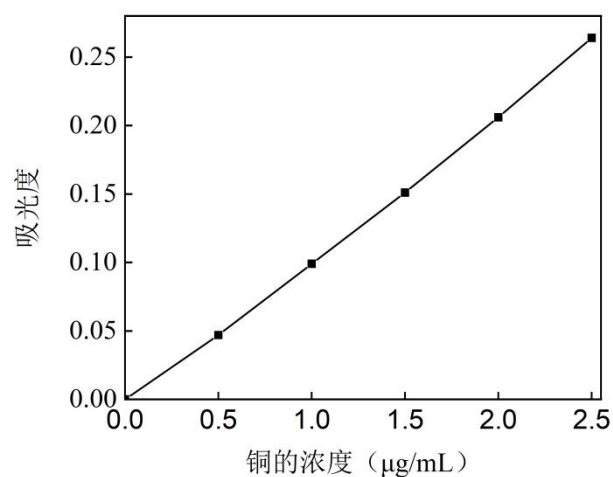


图 3-2 工作曲线图（北矿检测）

表 4-19 工作曲线的线性回归方程及相关系数（国标北京检验）

铜的质量浓度 μg/mL	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
吸光度/Abs						
线性方程				相关系数 R ²		

图 3-3 工作曲线图（国标北京检验）

表 4-20 工作曲线的线性回归方程及相关系数（广东省科学院）

铜的质量浓度 μg/mL	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
吸光度/Abs	0	0.062	0.126	0.189	0.249	0.307
线性方程	y=0.1234x+0.0013			相关系数 R ²		0.9997

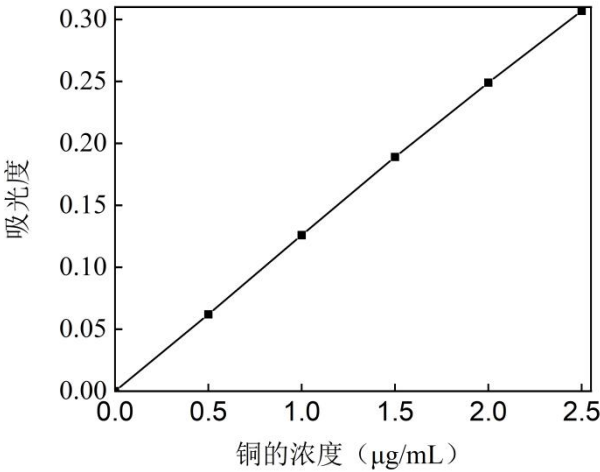


图 3-4 工作曲线图（广东省科学院）

表 4-21 工作曲线的线性回归方程及相关系数（浙江省冶金质检站）

铜的质量浓度 μg/mL	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
吸光度/Abs	0	0.065	0.128	0.187	0.247	0.308
线性方程	y=0.1226x+0.0026			相关系数 R ²		0.9997

图 3-5 工作曲线图（浙江省冶金质检站）

表 4-22 工作曲线的线性回归方程及相关系数（深圳双易达检测）

铜的质量浓度 μg/mL	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
吸光度/Abs	0	0.055	0.108	0.162	0.219	0.277
线性方程	y=0.1103x-0.0011			相关系数 R ²		0.9997

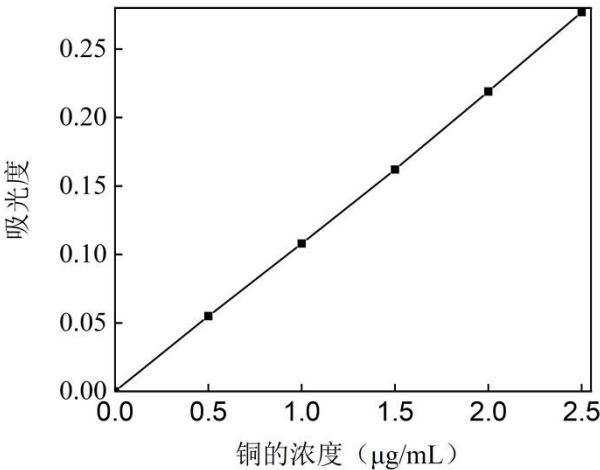


图 3-6 工作曲线图（深圳双易达检测）

1.4.2 结果比对

1.4.2.1 中铝洛阳铜加工有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 H68 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-23 所示。

表 4-23 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0049	0.0028	0.0035	0.0088	0.0075	0.0024	0.0072
ICP-AES	0.0049	0.0029	0.0034	0.0089	0.0074	0.0025	0.0072

由表 4-23 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。

1.4.2.2 北矿检测技术有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 H68 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-24 所示。

表 4-24 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0098	0.0064	0.0075	0.0129	0.0106	0.0039	0.0165
ICP-AES	0.0101	0.0065	0.0073	0.0126	0.0106	0.0042	0.0167

由表 4-24 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。

1.4.2.3 国标（北京）检验认证有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 xxx 试样电解后残留铜溶

液进行测定，结果如表 4-25 所示。

表 4-25 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0068	0.0104	0.0087	0.0135	0.0074	0.0186	0.0203
ICP-AES	0.0067	0.0100	0.0085	0.0132	0.0076	0.0187	0.0201

由表 4-25 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。与起草单位结论一致。

1.4.2.4 广东省科学院工业分析检测中心试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 xxx 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-26 所示。

表 4-26=22 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0167	0.0078	0.0118	0.0205	0.0098	0.0128	0.0119
ICP-AES	0.0164	0.0082	0.0114	0.0207	0.0096	0.0128	0.0120

由表 4-26 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法测定电解后的残液铜结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。验证结果与起草单位一致。

1.4.2.5 浙江冶金产品质量检验站有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 xxx 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-27 所示。

表 4-27 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0097	0.0066	0.0040	0.0051	0.0055	0.0105	0.0066
ICP-AES	0.0098	0.0067	0.0039	0.0049	0.0055	0.0104	0.0067

由表 4-27 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。

1.4.2.6 深圳双易达检测技术有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 H68 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-28 所示。

表 4-28 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0115	0.0089	0.0104	0.0113	0.0067	0.0086	0.0108
ICP-AES	0.0112	0.0091	0.0102	0.0113	0.0059	0.0088	0.0108

由表 4-28 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。

1.5 结论

本试验采用直接电解法-原子吸收光谱法测定铜及铜合金中铜含量，并验证了电感耦合等离子体发射光谱法替代原子吸收光谱法测定残留铜的可行性。实验证明，该方法精密度较好，准确度较高，能满足铜及铜合金样品中对铜含量的分析要求。方法比对证实，ICP-AES 法与原子吸收光谱法测定结果一致，可作为残留铜测定的有效补充。

2. 方法二 高锰酸钾氧化碲-电解-原子吸收光谱法（测定范围>98%~99.9%）

2.1 精密度试验

将碲铜 C14500 试样按照本方法在重复性条件下平行测定 7 次，结果见表 4-29。

表 4-29 方法二精密度试验数据

实验室	样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
中铝洛铜	C14500	99.520 99.581 99.577 99.527 99.511 99.595 99.541	99.550	0.0335	0.0337
北矿检测	C14500	99.491 99.508 99.563 99.527 99.539 99.546 99.536	99.514	0.032	0.032
国标（北京）检验	C14500	99.556 99.563 99.542 99.578 99.571 99.582 99.548	99.563	0.015	0.015
广东省科学院	C14500	99.526 99.540 99.529 99.536 99.550 99.538 99.548	99.538	0.009	0.009
浙江省冶金质检站	C14500	95.516 95.555 95.527 95.523 95.515 95.529 95.539	99.529	0.014	0.015
深圳双易达检测	C14500	99.535 99.522 99.564 99.538 99.544 99.572 99.553	99.547	0.0174	0.017

由表 4-29 结果可知，用本方法对碲铜 C14500 试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.017%~0.0xx%之间，方法精密度能满足检测需求。

2.2 电解残铜检测方法比对试验

2.2.1 原子吸收光谱法拟合曲线

电解后溶液中残留铜量的测定，采用原子吸收光谱法在波长 324.7 nm 处建立原子吸收标准曲线，结果如表 4-30 及图 3-7 所示。

表 4-30 铜标准溶液浓度与吸光度数据

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.5	1	1.5	2	2.5
吸光度/Abs	0	0.049	0.093	0.144	0.191	0.237
线性方程	$y=0.095x+0.0003$			相关系数 R^2		0.9998

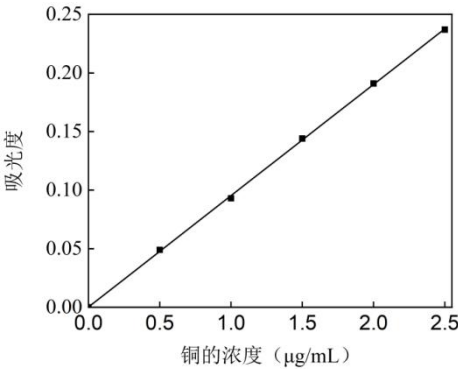


图 3-7 工作曲线图

一验单位北矿检测、国标（北京）检验、广东省科学院、浙江省冶金质检站、深圳双易达检测对该试验条件进行了验证，见表 4-31~表 4-35、图 3-8~图 3-12。

表 4-31 工作曲线的线性回归方程及相关系数（北矿检测）

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.5	1	1.5	2	2.5
吸光度/Abs	0	0.053	0.101	0.157	0.204	0.258
线性方程	$y=0.1032x-0.0004$			相关系数 R^2		$R^2=0.9996$

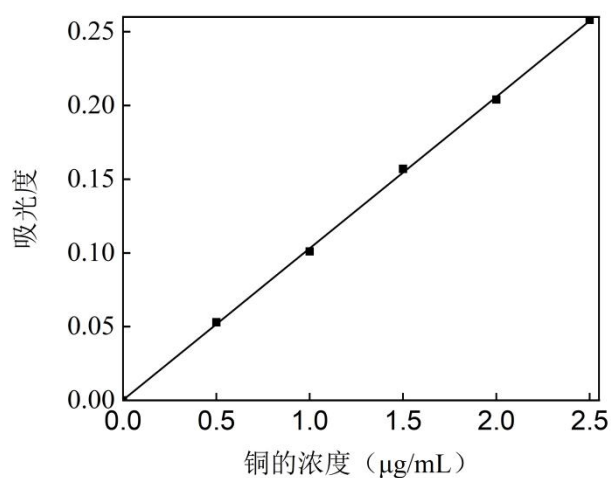


图 3-8 工作曲线图（北矿检测）

表 4-32 工作曲线的线性回归方程及相关系数（国标北京检验）

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.5	1	1.5	2	2.5
吸光度/Abs						
线性方程				相关系数 R^2		

图 3-9 工作曲线图（国标北京检验）

表 4-33 工作曲线的线性回归方程及相关系数（广东省科学院）

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.5	1	1.5	2	2.5
吸光度/Abs	0	0.067	0.125	0.205	0.268	0.332
线性方程	$y=0.1339x-0.0012$			相关系数 R^2		0.9988

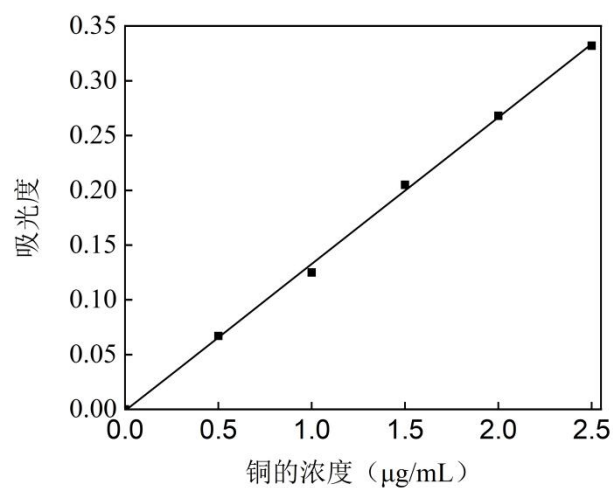


图 3-10 工作曲线图（广东省科学院）

表 4-34 工作曲线的线性回归方程及相关系数（浙江省冶金质检站）

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.5	1	1.5	2	2.5
吸光度/Abs	0	0.065	0.128	0.187	0.247	0.308
线性方程	$y=0.1226x+0.0026$			相关系数 R^2		0.9997

图 3-11 工作曲线图（浙江省冶金质检站）

表 4-35 工作曲线的线性回归方程及相关系数（深圳双易达检测）

含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.5	1	1.5	2	2.5
吸光度/Abs	0	0.052	0.102	0.158	0.211	0.259
线性方程	$y=0.1045x-0.0002$			相关系数 R^2		0.9997

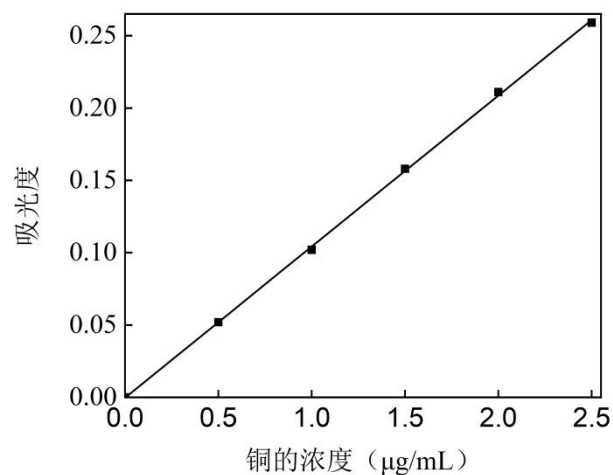


图 3-12 工作曲线图（深圳双易达检测）

2.2.2 ICP-AES 法和 FAAS 法测定电解后残铜结果比对

2.2.2.1 中铝洛阳铜加工有限公司试验结果

采用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-AES）与火焰原子吸收光谱法（FAAS）分别测定试样 C14500 电解后残铜溶液中铜含量，结果如表 4-36 所示。

表 4-36 FAAS 法与 ICP-AES 法测定残铜结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0141	0.0370	0.0314	0.00853	0.00528	0.0165	0.0170
ICP-AES	0.0139	0.0378	0.0320	0.00856	0.00526	0.0164	0.0179

表 4-36 结果表明，ICP-AES 法与 FAAS 方法铜含量检测数据一致，可选择使用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-AES）代替原子吸收光谱法测定电解完溶液残铜。

2.2.2.2 北矿检测技术有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 C14500 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-37 所示。

表 4-37 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0054	0.0049	0.0105	0.0116	0.0099	0.0257	0.0142
ICP-AES	0.0052	0.0054	0.0109	0.0111	0.0104	0.0251	0.0149

由表 4-37 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。

2.2.2.3 国标（北京）检验认证有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 xxx 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-38 所示。

表 4-38 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0095	0.0142	0.0201	0.0243	0.0082	0.0224	0.0154
ICP-AES	0.0092	0.0138	0.0197	0.0242	0.0085	0.0218	0.0158

由表 4-38 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜含量。与起草单位结论一致。

2.2.2.4 广东省科学院工业分析检测中心试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 xxx 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-39 所示。

表 4-39 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0166	0.0120	0.0411	0.0192	0.0159	0.0204	0.0148
ICP-AES	0.0160	0.0124	0.0408	0.00189	0.0160	0.0209	0.0145

由表 4-39 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。

2.2.2.5 浙江冶金产品质量检验站有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 C14500 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-40 所示。

表 4-40 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0169	0.0142	0.0211	0.0138	0.0195	0.0172	0.0103
ICP-AES	0.0173	0.0139	0.0207	0.0140	0.0199	0.0170	0.0105

由表 4-40 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。

2.2.2.6 深圳双易达检测技术有限公司试验结果

采用火焰原子吸收光谱法与电感耦合等离子体发射光谱法对 H68 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-41 所示。

表 4-41 FAAS 法与 ICP-AES 法测定结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
FAAS	0.0141	0.0370	0.0314	0.00853	0.00528	0.0165	0.0170
ICP-AES	0.0139	0.0378	0.0320	0.00856	0.00526	0.0164	0.0179

由表 4-41 结果可知，ICP-AES 和 FAAS 法的检测结果一致性较好，可选用电感耦合等离子体发射光谱法代替原子吸收光谱法测定残留铜。

2.3 结论

本试验采用高锰酸钾氧化碲-电解-原子吸收光谱法测定铜及铜合金中铜含量，并验证了电感耦合等离子体发射光谱法替代火焰原子吸收光谱法测定残留铜的可行性。实验证明，该方法精密度较好，准确度较高，能满足铜及铜合金样品中对铜含量的分析要求。方法比对证实，ICP-AES 法与原子吸收光谱法测定结果一致，可作为残留铜测定的有效补充。

3. 方法三 恒电流电解法（测定范围：>99.00%~99.98%。）

3.1 精密度试验原始数据

对 2 个不同铜含量的铜及铜合金试样在重复性条件下平行测定 7 次，结果见表 4-42。

表 4-42 中铝洛阳铜加工有限公司精密度数据

样品编号	测定结果/%					平均值/ %	标准 偏差/%	RSD/ %
TuMn	99.564	99.572	99.575	99.579	99.569	99.571	0.0053	0.0050
			99.570	99.565				
TP2-2#	99.947	99.948	99.951	99.948	99.943	99.947	0.0030	0.0030
			99.943	99.949				
备注	TuMn 为有证标准样品（BY1902 标准值为 99.58%），TP2-2#为有证标准样品（GSB04-1430-2001 标准值为 99.95%）。							

表 4-42 结果表明，本方法精密度优异，相对标准偏差较小，能满足铜含量>99.00%~99.98%铜合金样品的检测需求。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的精密度试验结果见表 4-43。

表 4-43 北矿检测技术有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
TuMn	99.564 99.560 99.542 99.557 99.549 99.569 99.558	99.561	0.0042	0.0042
TP2-2#	99.916 99.913 99.897 99.914 99.936 99.931 99.929	99.922	0.0092	0.0092

由表 4-43 结果可知，用本方法对 2 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0042%~0.0092%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位国标（北京）检验认证有限公司的精密度试验结果见表 4-44。

表 4-44 国标（北京）检验认证有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
TuMn	99.582 99.571 99.590 99.573 99.586 99.577 99.582	99.580	0.0069	0.0069
TP2-2#	99.957 99.953 99.947 99.944 99.958 99.950 99.960	99.953	0.0060	0.0060

由表 4-44 结果可知，用本方法对 2 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0xx%~0.0xx%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一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 4-45。

表 4-45 广东省科学院工业分析检测中心精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
TuMn	99.577 99.588 99.590 99.573 99.586 99.566 99.572	99.579	0.0092	0.0092
TP2-2#	99.950 99.952 99.948 99.958 99.955 99.945 99.956	99.952	0.0046	0.0046

由表 4-45 结果可知，用本方法对 2 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0046%~0.0092%之间，能满足铜含量 99.00%~99.98%铜合金样品的检测需求。验证结果与起草单位一致。

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的精密度试验结果见表 4-46。

表 4-46 浙江冶金产品质量检验站有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
TuMn	99.582 99.581 99.581 99.580 99.583 99.584 99.574	99.581	0.0325	0.003
TP2-2#	99.948 99.945 99.948 99.951 99.943 99.949 99.945	99.947	0.0277	0.003

由表 4-46 结果可知，用本方法对 2 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0xx%~0.0xx%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的精密度试验结果见表 4-47。

表 4-47 深圳双易达检测技术有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
TuMn	99.584 99.574 99.578 99.576 99.581 99.575 99.582	99.579	0.0039	0.0038
TP2-2#	99.941 99.945 99.943 99.945 99.948 99.950 99.948	99.946	0.0032	0.0032

由表 4-47 结果可知，用本方法对 2 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0032%~0.0038%之间，方法精密度能满足检测需求。

3.2 电解残铜检测方法比对试验

3.2.1 原子吸收光谱法拟合曲线

电解后溶液中残留铜量的测定，采用原子吸收光谱法在波长 324.7 nm 处建立原子吸收标准曲线，结果如表 4-48 及图 3-13 所示。

表 4-48 浓度与吸光度数据

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
吸光度/Abs	0	0.085	0.165	0.240	0.330	0.405
线性方程				相关系数 R^2		

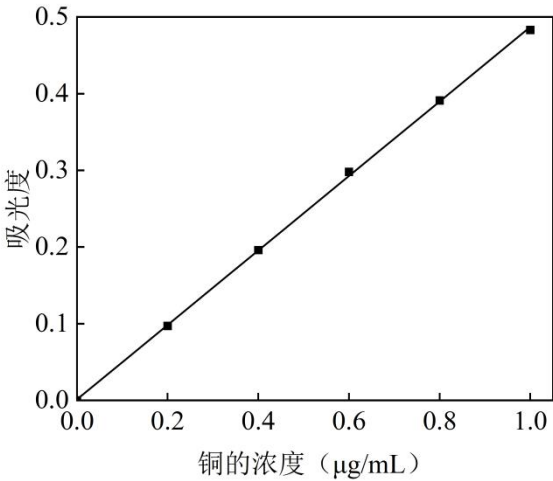


图 3-13 不同浓度铜含量的光谱标准曲线图

由图 3-13 可知拟合所得标准曲线方程为 $y=0.0081x+0.0017$ ，相关系数 $R^2=0.9995$ ，线性关系良好，满足测定要求。

一验单位北矿检测、国标（北京）检验、广东省科学院、浙江省冶金质检站、深圳双易达检测对该试验条件进行了验证，见表 4-49~表 4-53、图 3-14~图 3-18。

表 4-49 工作曲线的线性回归方程及相关系数（北矿检测）

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
吸光度/Abs	0	0.101	0.199	0.304	0.395	0.497

线性方程	$y=0.4974x+0.0003$	相关系数 R^2	0.9997
------	--------------------	------------	--------

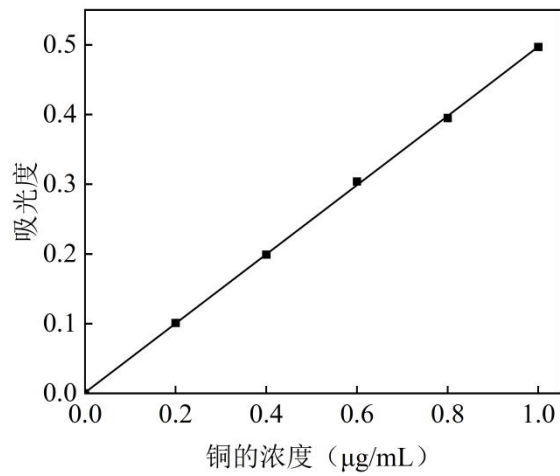


图 3-14 工作曲线图（北矿检测）

表 4-50 工作曲线的线性回归方程及相关系数（国标北京检验）

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
吸光度/Abs						
线性方程				相关系数 R^2		

图 3-15 工作曲线图（国标北京检验）

表 4-51 工作曲线的线性回归方程及相关系数（广东省科学院）

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
吸光度/Abs	0	0.098	0.198	0.298	0.393	0.498
线性方程	$y=0.0099x-0.0007$			相关系数 R^2		0.9999

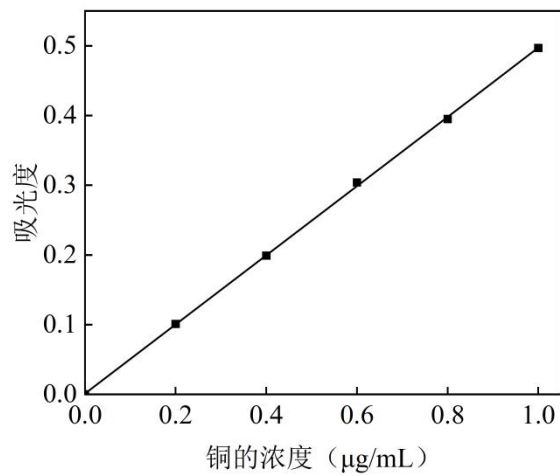


图 3-16 工作曲线图（广东省科学院）

表 4-52 工作曲线的线性回归方程及相关系数（浙江省冶金质检站）

铜含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
吸光度/Abs	0	0.101	0.201	0.299	0.394	0.487
线性方程	$y=0.4874x+0.0033$			相关系数 R^2		0.9997

图 3-17 工作曲线图（浙江省冶金质检站）

表 4-53 工作曲线的线性回归方程及相关系数（深圳双易达检测）

含量/ $\mu\text{g/mL}$	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
吸光度/Abs	0	0.097	0.196	0.298	0.391	0.483
线性方程	$y=0.4856x+0.0014$			相关系数 R^2		0.9997

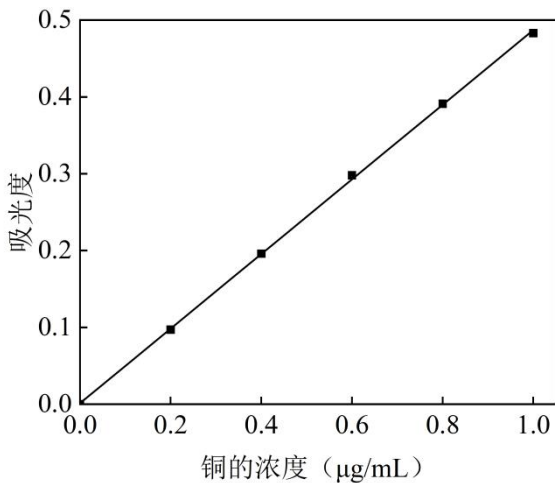


图 3-18 工作曲线图（深圳双易达检测）

3.2.2 结果比对

3.2.2.1 中铝洛阳铜业检测技术有限公司试验结果

采用分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法分别测定样品电解后残留铜量，结果见表 4-52。

表 4-54 分光光度法与 ICP-AES 法测定残铜含量结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%
分光光度法	0.0020	0.0022	0.0032	0.0036	0.0044	0.0050
FAAS 法	0.0020	0.0023	0.0033	0.0037	0.0044	0.0050
ICP-AES 法	0.0019	0.0021	0.0032	0.0036	0.0044	0.0051

表 4-54 结果表明，三种方法测定结果一致，可选择使用 ICP-AES、FAAS 法替代分光光度法用于电解后残留铜的测定。

3.2.2.2 北矿检测技术有限公司试验结果

采用分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法分别对 xxx 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-55 所示。

表 4-55 分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法测定残铜含量结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%
分光光度法	0.0105	0.0114	0.0034	0.0057	0.0109	0.0026
FAAS 法	0.0103	0.0114	0.0039	0.0061	0.0110	0.0026
ICP-AES 法	0.0105	0.0119	0.0036	0.0055	0.0109	0.0025

由表 4-55 结果可知，三种方法检测结果一致性较好，可选择使用 ICP-AES、FAAS 法替代分光光度法用于电解后残留铜的测定。

3.2.2.3 国标（北京）检验认证有限公司试验结果

采用分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法分别对 xxx 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-56 所示。

表 4-56 分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法测定残铜含量结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
分光光度法	0.0068	0.0135	0.0098	0.0234	0.0074	0.0116	0.0185
FAAS 法	0.0067	0.0132	0.0097	0.0235	0.0075	0.0113	0.0181
ICP-AES 法	0.0065	0.0132	0.0100	0.0232	0.0074	0.0114	0.0182

由表 4-56 结果可知，三种方法检测结果一致性较好，可选择使用 ICP-AES、FAAS 法替代分光光度法用于电解后残留铜的测定。

3.2.2.4 广东省科学院工业分析检测中心试验结果

采用分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法分别对 TuMn 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-57 所示。

表 4-57 分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法测定残铜含量结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%
分光光度法	0.0148	0.0125	0.0089	0.0166	0.0103	0.0096
FAAS 法	0.0144	0.0122	0.0093	0.0160	0.0108	0.0098
ICP-AES 法	0.0147	0.0119	0.0090	0.0157	0.0110	0.0095

由表 4-57 结果可知，三种方法检测结果一致性较好，可选择使用 ICP-AES、FAAS 法替代分光光度法用于电解后残留铜的测定。验证结果与起草单位一致。

3.2.2.5 浙江冶金产品质量检验站有限公司试验结果

采用分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法分别对 xxx 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-58 所示。

表 4-58 分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法测定残铜含量结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%	样品 7/%
分光光度法	0.0102	0.0096	0.0103	0.0061	0.0078	0.0084	0.0043
FAAS 法	0.0104	0.0097	0.0102	0.0060	0.0074	0.0087	0.0039
ICP-AES 法	0.0101	0.0099	0.0106	0.0064	0.0079	0.0082	0.0038

由表 4-58 结果可知，三种方法检测结果一致性较好，可选择使用 ICP-AES、FAAS 法替代分光光度法用于电解后残留铜的测定。

3.2.2.6 深圳双易达检测技术有限公司试验结果

采用分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法分别对 xxx 试样电解后残留铜溶液进行测定，结果如表 4-59 所示。

表 4-59 分光光度法与 FAAS 法、ICP-AES 法测定残铜含量结果对比

方法	样品 1/%	样品 2/%	样品 3/%	样品 4/%	样品 5/%	样品 6/%
分光光度法	0.0073	0.0102	0.0053	0.0033	0.0082	0.0067

FAAS 法	0.0075	0.0108	0.0052	0.0030	0.0085	0.0068
ICP-AES 法	0.0075	0.0103	0.0056	0.0034	0.0081	0.0064

由表 4-59 结果可知，三种方法检测结果一致性较好，可选择使用 ICP-AES、FAAS 法替代分光光度法用于电解后残留铜的测定。

3.3 结论

本试验采用恒电流电解法测定铜及铜合金中铜含量，并验证了电感耦合等离子体发射光谱法和火焰原子吸收光谱法替代分光光度法测定残留铜的可行性。实验证明，该方法精密密度较好，准确度较高，能满足铜及铜合金样品中对铜含量的分析要求。方法比对证实，ICP-AES 法、原子吸收光谱法与分光光度法测定结果一致，可作为残留铜测定的有效补充。

4. 方法四 碘量法

4.1 样品溶解试验

4.1.1 锡为主成分的铜合金溶解试验

主成分为锡的铜合金试样，单独使用硝酸溶样会生成偏锡酸沉淀造成溶液浑浊，造成检测结果偏低，加入适量氢氟酸溶样在蒸发过程中也容易生成偏锡酸沉淀，故选取盐酸加过氧化氢溶解试样。选用锡含量约 17% 的 CuSn17 试样，固定加入 3mL 过氧化氢，分别加入不同量的盐酸，进行试验，结果见表 5-1。

表 5-1 盐酸加入量试验结果

实验室	锡青铜试样铜含量/%	盐酸加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%	备注
中铝洛铜	80.32	1	试样溶解不完	---	氨水中和生成氢氧化锡沉淀，加入乙酸后沉淀未消失，加入氟化氢铵后沉淀溶解完全，不影响检测结果。
		3	试样溶解完全	80.37	
		5	试样溶解完全	80.32	
北矿检测	80.32	1	试样溶解不完全	---	氨水中和生成氢氧化锡沉淀，加入乙酸后沉淀未消失，加入氟化氢铵后沉淀溶解完全，不影响检测结果。
		3	试样溶解完全	80.30	
		5	试样溶解完全	80.35	
国标（北京）检验	80.32	1	试样溶解不完全	---	氨水中和生成氢氧化锡沉淀，加入乙酸后沉淀未消失，加入氟化氢铵后沉淀溶解完全，不影响检测结果。
		3	试样溶解完全	80.40	
		5	试样溶解完全	80.45	
广东省科学院	80.32	1	试样溶解不完全	---	氨水中和生成氢氧化锡沉淀，加入乙酸后沉淀未消失，加入氟化氢铵后沉淀溶解完全，不影响检测结果。
		3	试样溶解完全	80.39	
		5	试样溶解完全	80.38	
浙江省冶金	80.32	1	试样溶解不完，剩	---	氨水中和生成氢氧化

质检站			余较多		锡沉淀，加入乙酸后沉淀未消失，加入氟化氢铵后沉淀溶解完全，不影响检测结果。
		3	试样溶解完全	80.37	
		5	试样溶解完全	80.34	
深圳双易达检测	80.32	1	试样溶解不完	---	氨水中和生成氢氧化锡沉淀，加入乙酸后沉淀未消失，加入氟化氢铵后沉淀溶解完全，不影响检测结果。
		3	试样溶解完全	80.36	
		5	试样溶解完全	80.37	
备注		80.32%为电解重量法方法一检测结果。			

表 5-1 试验表明,盐酸加入量为 3 mL 时,溶液清澈透明,试验现象及结果正常,为保证反应完全盐酸加入量选择 5 mL 为宜。

4.1.2 铬为主成分铜合金溶解试验

针对以当铬元素为主要成分合金的溶样需求,将 C18000 铬含量为 0.42%铜含量为 96.69%的铜合金进行溶样试验。分别加入 5 mL 硝酸(1+1)和不同量的高氯酸进行试验,结果见表 5-2。

表 5-2 溶样试验

实验室	C18000 标样铜含量/%	高氯酸加入量/mL	试验现象
中铝洛铜	96.69	0	试样溶解不完,剩余较多
		1	试样溶解完全
		3	试样溶解完全
北矿检测	96.69	0	底部有黑渣,试样溶解不完全
		1	溶液清亮
		3	溶液清亮
国标(北京)检验	96.69	0	底部有黑渣,试样溶解不完全
		1	溶液清亮
		3	溶液清亮
广东省科学院	96.69	0	底部有黑渣
		1	溶液清亮
		3	溶液清亮
浙江省冶金质检站	96.69	0	溶液发浑,底部有黑渣
		1	溶液清亮透明
		3	溶液清亮透明
深圳双易达检测	96.69	0	底部有黑渣,试样溶解不完全
		1	溶液清亮
		3	溶液清亮

由表 5-2 可知,高氯酸加入量为 1 mL 时,溶液清澈透明,试验现象正常,为保证较高

含量铬时反应完全高氯酸加入量选择 3 mL 为宜。

4.2 试剂加入量试验

4.2.1 冰乙酸加入量试验

为确定冰乙酸的适宜加入量，选用 H68 黄铜标样，按本方法进行至用氨水中和至刚出现氢氧化铜蓝色沉淀时，分别加入不同量的冰乙酸酸化后试验。

表 5-3 冰乙酸加入量

实验室	H68 标样铜含量/%	冰乙酸加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
中铝洛铜	67.82	1	沉淀完全溶解	67.70
		3	沉淀完全溶解	67.82
		5	沉淀完全溶解	67.87
北矿检测	67.82	1	沉淀完全溶解	67.78
		3	沉淀完全溶解	67.85
		5	沉淀完全溶解	67.89
国标（北京）检验	67.82	1	沉淀完全溶解	67.88
		3	沉淀完全溶解	67.85
		5	沉淀完全溶解	67.87
广东省科学院	67.82	1	沉淀完全溶解	67.89
		3	沉淀完全溶解	67.88
		5	沉淀完全溶解	67.76
浙江省冶金质检站	67.82	1	沉淀完全溶解	67.70
		3	沉淀完全溶解	67.88
		5	沉淀完全溶解	67.85
深圳双易达检测	67.82	1	沉淀完全溶解	67.83
		3	沉淀完全溶解	67.86
		5	沉淀完全溶解	67.82

由表 5-3 可知，冰乙酸加入量为 1 mL 时，能满足酸度要求，为保证反应完全冰乙酸加入量选择 3 mL 为宜。

4.2.2 氟化氢铵加入量试验

按照产品中最大的铁量，移取 25 mg Fe 加到 H68 标样中，按本方法进行试验，中和沉淀加入 3mL 冰乙酸，分别加入不同量的氟化氢铵进行试验，结果见表 5-4。

表 5-4 氟化氢铵加入量

实验室	H68 标样铜含量/%	氟化氢铵加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
中铝洛铜	67.82	0.5	溶液黄色未完全褪去	68.05
		1	溶液由黄变蓝色	67.80
		2	溶液由黄变蓝色	67.83
北矿检测	67.82	0.5	溶液呈黄色，终点回头	68.05
		1	溶液呈蓝色	67.85
		2	溶液呈蓝色	67.77
国标（北京）	67.82	0.5	溶液呈黄色，终点回头	68.20

检验		1	溶液呈蓝色	67.85
		2	溶液呈蓝色	67.85
广东省科学院	67.82	0.5	溶液呈黄色，终点回头	67.88
		1	溶液呈蓝色	67.78
		2	溶液呈蓝色	67.79
浙江省冶金质检站	67.82	0.5	溶液黄色未完全褪去	68.12
		1	溶液由黄变蓝色	67.85
		2	溶液由黄变蓝色	67.80
深圳双易达检测	67.82	0.5	溶液呈黄色，终点回头	68.14
		1	溶液呈蓝色	67.86
		2	溶液呈蓝色	67.81

表 5-4 结果可知，加入 1 mL 氟化氢铵时，铁离子已经掩蔽完全，不干扰测定，本方法选择加入 1 mL 氟化氢铵。

4.2.3 碘化钾加入量试验

取纯铜 TuMn (BY1902)标样，按照试验方法要求，分别加入不同剂量的碘化钾溶液进行独立试验，试验结果见表 5-5。

表 5-5 不同剂量的碘化钾时试验结果

实验室	TuMn 标样铜含量/%	碘化钾加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
中铝洛铜	99.58	5	正常	95.32
		10	正常	95.47
		15	正常	95.52
北矿检测	99.58	5	正常	99.53
		10	正常	99.50
		15	正常	99.45
国标（北京）检验	99.58	5	正常	99.62
		10	正常	99.57
		15	正常	99.60
广东省科学院	99.58	5	正常	99.62
		10	正常	99.54
		15	正常	99.61
浙江省冶金质检站	99.58	5	正常	95.48
		10	正常	95.50
		15	正常	95.45
深圳双易达检测	99.58	5	正常	99.51
		10	正常	99.49
		15	正常	99.44

表 5-5 结果表明，5 mL 的碘化钾取用量已经基本能满足本标准中铜量的检测需要，为保证反应完全碘化钾溶液加入量选择 10 mL 为宜。

4.3 共存元素的影响试验

经查阅相关铜合金产品标准，在铜及铜合金材料发生氧化还原反应可能影响检测结果的元素见表 5-6，计算其在试料中的可能最大含量。

表 5-6 共存元素可能的最大含量

共存元素	在试料中/mg
Sb	6.0
As	0.6
Se	3.3

准确称取 0.400 g 黄铜 H68 标样置于 250 mL 高型烧杯中，按表 3-20 分别加入各元素，按本方法测定铜含量，结果见表 5-7。

表 5-7 各元素对铜测定的影响

实验室	H68 标样铜含量/%	共存元素	各元素加入量/mg	测的铜含量/%
中铝洛铜	67.82	As	5	67.79
		Sb	10	67.85
		Se	5	67.90
北矿检测	67.82	As	5	67.85
		Sb	10	67.80
		Se	5	67.86
国标（北京） 检验	67.82	As	5	67.85
		Sb	10	67.88
		Se	5	67.83
广东省科学院	67.82	As	5	67.80
		Sb	10	67.79
		Se	5	67.81
浙江省冶金 质检站	67.82	As	5	67.82
		Sb	10	67.80
		Se	5	67.88
深圳双易达 检测	67.82	As	5	67.83
		Sb	10	67.80
		Se	5	67.85

由表 5-7 可以得到，5 mgAs、Se 相当于 1.25%，10 mgSb 相当于 2.5%等元素存在时对结果测定不影响。

考虑 As 和 Sb 元素加标 As 和 Sb 元素和实际铜合金试验可能会有差异，选用 CuSb1.7（Sb: 1.83%）试样按本方法采用硝酸（1+1）加入不同量的氢溴酸进行试验，结果见表 5-8。

表 5-8 干扰元素砷和锑对铜测定的影响

实验室	CuSb1.7 样品 铜含量/%	序号	氢溴酸加入量/mL	测定结果/%
中铝洛铜	61.52	0	0	60.62、60.71、61.21
		1	3	61.55

		2	5	61.59
		3	7	61.51
北矿检测	61.52	0	0	61.12
		1	3	61.59
		2	5	61.56
		3	7	61.63
国标（北京） 检验	61.52	0	0	60.82、61.29
		1	3	61.55
		2	5	61.56
		3	7	61.57
广东省科学 院	61.52	0	0	60.73、61.34、61.12
		1	3	61.58
		2	5	61.56
		3	7	61.55
浙江省冶金 质检站	61.52	0	0	61.26、60.61
		1	3	61.50
		2	5	61.50
		3	7	61.55
深圳双易达 检测	61.52	0	0	60.53、61.39
		1	3	61.48
		2	5	61.52
		3	7	61.57

由表 5-8 可以得到, 锑为主成分对检测结果有较大影响, 3 mL 氢溴酸的加入对锑 (含砷) 干扰消除起到较好的作用, 为保证反应完全氢溴酸溶液加入量选择 5 mL 为宜。

4.4 铜合金检测准确度试验

采用 3 个有证标准样品进行准确度验证, 结果如表 5-9 所示。

表 5-9 准确度试验数据

实验室	标准样品名称及编号	标准值/%	测定值
中铝洛铜	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.82
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.72	77.71
	TuMn BY1902	99.58	99.57
北矿检测	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.85
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.72	77.46
	TuMn BY1902	99.58	99.50
国标（北京）检验	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.85
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.54	77.56
	TuMn BY1902	99.58	99.60
广东省科学院	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.87
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.72	77.61
	TuMn BY1902	99.58	99.52
浙江省冶金质检站	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.84
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.72	77.52
	TuMn BY1902	99.58	99.55

深圳双易达检测	H68 GSBH62012-1996	67.82	67.86
	QA19-4/6 YSS080-2015	77.54	77.48
	TuMn BY1902	99.58	99.52

表 5-9 结果显示,有证标准样品 H68、QA19-4/6 和 TuMn 的测定结果与标准值吻合较好,表明本方法准确度良好,能满足铜合金中铜含量的检测要求。

4.5 铜合金检测精密度试验

对 5 个不同铜含量的铜及铜合金试样在重复性条件下平行测定 7 次,结果见表 5-10。

表 5-10 精密度数据

样品编号	测定结果/ %	平均值/ %	标准偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2 HC3	56.187 56.243 56.305 56.283 56.196 56.322 56.226	56.252	0.053	0.094
H68	67.746 67.891 67.887 67.843 67.741 67.790 67.845	67.820	0.062	0.092
QA19-4/6	77.812 77.697 77.695 77.704 77.651 77.683 77.760	77.715	0.054	0.069
B10-2	87.855 87.792 87.817 87.824 87.765 87.837 87.727	87.802	0.044	0.051
QCr0.5	99.095 98.942 99.055 99.008 98.970 99.094 99.079	99.035	0.0612	0.063
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品; 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

表 5-10 结果表明,用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验,相对标准偏差均小于 0.2%,方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的精密度试验结果见表 5-11。

表 5-11 北矿检测技术有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值/ %	标准偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2 HC3	56.33 56.31 56.32 56.36 56.39 56.38 56.41	56.37	0.056	0.100
H68	67.88 67.80 67.74 67.85 67.86 67.78 67.89	67.89	0.007	0.010
QA19-4/6	77.41 77.46 77.32 77.48 77.43 77.40 77.47	77.44	0.042	0.055
B10-2	87.80 87.88 87.78 87.85 87.84 87.90 87.86	87.83	0.042	0.048
QCr0.5	99.27 99.33 99.29 99.22 99.21 99.25 99.20	99.24	0.049	0.050
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品; 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-11 结果可知,用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验,相对标

准偏差在 0.010%~0.100%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位国标（北京）检验认证有限公司的精密密度试验结果见表 5-12。

表 5-12 国标（北京）检验认证有限公司精密密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2 HC3	56.251 56.153 56.222 56.304 56.273 56.193 56.224	56.231	0.051	0.090
H68	67.802 67.903 67.864 67.793 67.801 67.832 67.891	67.841	0.046	0.067
QA19-4/6	77.563 77.432 77.561 77.493 77.500 77.522 77.485	77.508	0.046	0.060
B10-2	87.853 87.902 87.892 87.793 87.921 87.862 87.822	87.864	0.046	0.052
QCr0.5	99.201 99.052 99.153 99.093 99.192 99.123 99.254	99.153	0.070	0.070
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-12 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密密度试验，相对标准偏差在 0.052%~0.090%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位广东省科学院工业分析检测中心的精密密度试验结果见表 5-13。

表 5-13 广东省科学院工业分析检测中心精密密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值/ %	标准偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2 HC3	56.281 56.314 56.265 56.273 56.282 56.260 56.302	56.282	0.01948	0.034
H68	67.892 67.885 67.765 67.823 67.854 67.723 67.801	67.820	0.06241	0.092
QA19-4/6	77.634 77.585 77.623 77.654 77.632 77.660 77.591	77.626	0.02873	0.038
B10-2	87.763 87.742 87.731 87.78 87.805 87.793 87.711	87.761	0.03377	0.038
QCr0.5	99.061 99.045 98.843 98.992 99.072 99.071 98.945	99.004	0.08523	0.087
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-13 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密密度试验，相对标准偏差在 0.034%~0.092%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的精密密度试验结果见表 5-14。

表 5-14 浙江冶金产品质量检验站有限公司精密密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2 HC3	56.190 56.152 56.211 56.269 56.213, 56.174 56.226	56.205	0.038	0.068
H68	67.774 67.806 67.902 67.832 67.854, 67.821 67.855	67.835	0.041	0.060
QA19-4/6	77.507 77.569 77.501 77.471 77.511, 77.524 77.528	77.516	0.030	0.039
B10-2	87.738 87.756 87.789 87.767 87.839, 87.760 87.797	87.778	0.033	0.038
QCr0.5	99.065 99.019 99.079 99.042 98.948, 99.041 99.055	99.036	0.043	0.043
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品; 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-14 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行精密度试验，相对标准偏差在 0.0xx%~0.0xx%之间，方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的精密度试验结果见表 5-15。

表 5-15 深圳双易达检测技术有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值/ %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2 HC3	56.104 56.171 56.256 56.124 56.284 56.143 56.252	56.191	0.072	0.129
H68	67.851 67.825 67.857 67.802 67.876 67.823 67.889	67.846	0.031	0.046
QA19-4/6	77.464 77.432 77.526 77.483 77.451 77.568 77.523	77.492	0.048	0.062
B10-2	87.760 87.711 87.826 87.745 87.844 87.773 87.694	87.765	0.055	0.063
QCr0.5	99.119 99.031 99.127 98.925 98.973 98.956 99.041	99.025	0.079	0.079
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品; 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-15 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验，相对标准偏差均小于 0.2%，方法精密度能满足检测需求。

第二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 5-16。

表 5-16 中国船舶重工集团公司第七二五研究所精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
------	---------	------------	------------	-----------

HMn58-2 HC3	56.361 56.302 56.335 56.371 56.221 56.362 56.369	56.332	0.0542	0.096
H68	67.903 67.895 67.807 67.883 67.815 67.894 67.851	67.864	0.0399	0.059
QA19-4/6	77.546 77.542 77.505 77.586 77.588 77.602 77.627	77.571	0.0417	0.054
B10-2	87.775 87.766 87.791 87.798 87.706 87.745 87.760	87.763	0.0309	0.035
QCr0.5	98.989 99.004 98.941 98.936 99.002 98.977 98.923	98.967	0.0335	0.037
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-16 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验，相对标准偏差均小于 0.2%，方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位铜陵有色金属集团控股有限公司的精密度试验结果见表 5-17。

表 5-17 铜陵有色金属集团控股有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
HMn58-2HC3	56.324、56.357、56.272、56.340、56.370、 56.364、56.389	56.345	0.038	0.068
H68	67.746、67.779、67.838、67.862、67.874、 67.749、67.878	67.818	0.059	0.086
QA19-4/6	77.408、77.439、77.394、77.578、77.472、 77.474、77.448	77.459	0.060	0.078
B10-2	87.743、87.704、87.822、87.864、87.797、 87.822、87.864	87.802	0.060	0.068
QCr0.5	98.916、99.017、98.968、98.984、99.029、 98.985、98.973	98.982	0.037	0.037
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-17 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验，相对标准偏差均小于 0.2%，方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位新疆有色金属研究所有限公司的精密度试验结果见表 5-18。

表 5-18 新疆有色金属研究所有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值/ %	标准 偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.187 56.260 56.314 56.278 56.224 56.187 56.169	56.231	0.054	0.096
H68	67.765 67.873 67.909 67.819 67.837 67.765 67.783	67.821	0.056	0.082
QA19-4/6	77.590 77.782 77.662 77.710 77.734 77.806 77.590	77.696	0.087	0.112
B10-2	87.776 87.680 87.896 87.800 87.704 87.828 87.848	87.776	0.079	0.090
QCr0.5	98.998 98.974 99.094 99.166 99.070 99.022 98.998	99.046	0.068	0.069
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-18 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验，相对标准偏差均小于 0.2%，方法精密度能满足检测需求。

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 5-19。

表 5-19 山东中金岭南铜业有限责任公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.312 56.373 56.290 56.396 56.319 56.329 56.251	56.324	0.049	0.087
H68	67.802 67.859 67.723 67.814 67.834 67.852 67.729	67.802	0.056	0.082
QA19-4/6	77.452 77.441 77.560 77.636 77.423 77.508 77.484	77.501	0.075	0.097
B10-2	87.733 87.694 87.841 87.678 87.717 87.782 87.809	87.751	0.061	0.070
QCr0.5	99.031 99.030 99.071 99.019 99.139 99.140 99.038	99.067	0.052	0.053
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-19 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验，相对标准偏差均小于 0.2%，方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位昆明冶金研究院有限公司的精密度试验结果见表 5-20。

5-20 昆明冶金研究院有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/ %	RSD/ %
------	---------	------------	-------------	-----------

HMn58-2 HC3	56.199 56.240 56.332 56.156 56.182 56.310 56.436	56.265	0.100	0.17
H68	67.908 67.970 67.803 67.925 67.870 67.842 67.944	67.895	0.059	0.087
QA19-4/6	77.670 77.584 77.534 77.737 77.504 77.659 77.638	77.618	0.082	0.11
B10-2	87.870 87.750 87.845 87.902 87.873 87.790 87.898	87.847	0.057	0.065
QCr0.5	99.130 99.143 99.042 99.213 99.205 99.167 99.157	99.151	0.057	0.057
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

第二验证单位中国检验认证集团广西有限公司的精密密度试验结果见表 5-21。

表 5-21 中国检验认证集团广西有限公司精密密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.26 56.30 56.29 56.29 56.29 56.28 56.25	56.28	0.017	0.031
H68	67.77 67.90 67.87 67.79 67.80 67.78 67.87	67.83	0.051	0.075
QA19-4/6	77.61 77.63 77.58 77.62 77.60 77.62 77.68	77.62	0.029	0.037
B10-2	87.74 87.74 87.72 87.72 87.75 87.79 87.82	87.75	0.035	0.040
QCr0.5	98.90 98.88 98.92 98.89 98.91 98.94 98.89	98.90	0.020	0.021
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-21 结果可知，用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验，相对标准偏差均小于 0.1%，方法精密密度能满足检测需求。

第二验证单位紫金铜业有限公司的精密密度试验结果见表 5-22。

表 5-22 紫金铜业有限公司精密密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准 偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.204 56.243 56.302 56.365 56.285 56.174 56.424	56.28	0.089	0.158
H68	67.920 67.774 67.811 67.883 67.722 67.890 67.743	67.82	0.073	0.108

QA19-4/6	77.522 77.434 77.462 77.480 77.520 77.493 77.472	77.48	0.030	0.039
B10-2	87.892 87.754 87.830 87.724 87.860 87.723 87.831	87.80	0.064	0.073
QCr0.5	98.980 99.021 99.113 99.082 99.080 98.964 99.042	99.04	0.051	0.052
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

第二验证单位大冶有色设计研究院有限公司的精密度试验结果见表 5-23。

表 5-23 大冶有色设计研究院有限公司的精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值/ %	标准 偏差/ %	RSD/ %
HMn58-3 HC3	56.220 56.231 56.309 56.273 56.184 56.302 56.252	56.253	0.045	0.08
H68	67.731 67.838 67.808 67.881 67.802 67.703 67.834	67.800	0.062	0.09
QA19-4/6	77.712 77.737 77.662 77.692 77.656 77.691 77.762	77.701	0.038	0.05
B10-2	87.880 87.772 87.843 87.791 87.754 87.851 87.782	87.810	0.047	0.05
QCr0.5	98.931 98.942 99.004 98.899 98.922 98.924 98.949	98.939	0.033	0.03
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

第二验证单位有研亿金新材料有限公司的精密度试验结果见表 5-24。

表 5-24 有研亿金新材料有限公司的精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值/ %	标准 偏差/ %	RSD/ %
HMn58-2 HC3	56.321 56.369 56.242 56.274 56.369 56.401 56.242	56.317	0.060	0.107
H68	67.871 67.713 67.760 67.840 67.681 67.760 67.713	67.762	0.065	0.096
QA19-4/6	77.531 77.362 77.637 77.573 77.743 77.489 77.637	77.567	0.114	0.146
B10-2	87.805 87.699 87.805 87.911 87.741 87.868 87.953	87.826	0.084	0.096
QCr0.5	99.032 98.926 99.138 98.969 99.096 99.180 98.926	99.038	0.095	0.096
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品； 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

结果表明,用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验,相对标准偏差均小于 0.2%,方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位防城港东途矿产检测公司的精密度试验结果见表 5-25。

表 5-25 防城港东途矿产检测公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/ %	平均值 / %	标准偏差/%	RSD/ %
HMn58-2HC3	56.254 56.307 56.376 56.311 56.297 56.377 56.297	56.317	0.045	0.079
H68	67.872 67.803 67.807 67.878 67.864 67.789 67.886	67.843	0.041	0.061
QA19-4/6	77.625 77.394 77.587 77.401 77.610 77.523 77.650	77.541	0.106	0.136
B10-2	87.795 87.802 87.749 87.742 87.718 87.762 87.831	87.771	0.040	0.045
QCr0.5	98.886 98.905 98.909 99.032 98.921 99.059 99.137	98.978	0.097	0.098
备 注	1.H68 和 QA19-4/6 为有证标准样品; 2.QCr0.5 要按照 1.4.2.2 铬为主成分铜合金进行标定和试验。			

由表 5-25 结果可知,用本方法对 5 个不同铜含量铜合金试样进行重复性试验,相对标准偏差均小于 0.2%,方法精密度能满足检测需求。

4.6 铜钢复合金属铜含量测定

4.6.1 铜钢复合金属样品溶解试验

称取编号为 737-14 的铜钢复合带试样 2.0g,分别加入不同量的王水进行试验,结果见表 5-26。

表 5-26 王水加入量试验结果

样品编号	王水加入量/mL	试验现象	备注
737-14	25	试样溶解完全	---
	30	试样溶解完全	---
	35	试样溶解完全	---

表 5-26 试验表明,王水加入量为 25mL 时,溶液清澈透明,试验现象及结果正常,为保证反应完全王水加入量选择 30 mL 为宜。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的王水加入量试验结果见表 5-27。

表 5-27 北矿检测技术有限公司王水加入量试验结果

样品编号	王水加入量/mL	试验现象	备注
737-14	25		
	30		
	35		

第一验证单位国标（北京）检验认证有限公司的王水加入量试验结果见表 5-28。

表 5-28 国标（北京）检验认证有限公司王水加入量试验结果

样品编号	王水加入量/mL	试验现象	备注
737-14	25	试样溶解，溶液清亮	---
	30	试样溶解，溶液清亮	---
	35	试样溶解，溶液清亮	---

表 5-28 试验表明，王水加入量 25mL-35mL 时，试样溶解完全，试验现象正常，为保证反应完全王水加入量选择 30 mL。

第一验证单位广东省科学院工业分析检测中心的王水加入量试验结果见表 5-29。

表 5-29 广东省科学院工业分析检测中心王水加入量试验结果

样品编号	王水加入量/mL	试验现象	备注
737-14	25	试样溶解完全	---
	30	试样溶解完全	---
	35	试样溶解完全	---

表 5-29 试验表明，王水加入量为 25mL 时，溶液清澈透明，试验现象及结果正常，为保证反应完全王水加入量选择 30 mL 为宜。与起草方结论一致。

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的王水加入量试验结果见表 5-30。

表 5-30 浙江冶金产品质量检验站有限公司王水加入量试验结果

样品编号	王水加入量/mL	试验现象	备注
737-14	25	试样溶解，溶液清亮	---
	30	试样溶解，溶液清亮	---
	35	试样溶解，溶液清亮	---

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的王水加入量试验结果见表 5-31。

表 5-31 深圳双易达检测技术有限公司王水加入量试验结果

样品编号	王水加入量/mL	试验现象	备注
737-14	25	试样溶解，溶液清亮	---
	30	试样溶解，溶液清亮	---
	35	试样溶解，溶液清亮	---

3.6.2 试剂加入量试验

3.6.2.1 高氯酸加入量试验

为确定高氯酸的适宜加入量,选用不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) 和纯铜(4N)合成样铜钢 1 试样,用 30mL 王水溶解完全后,定容至 200mL,分别分取 20.00mL 至 250mL 高型烧杯,加入不同量的高氯酸发烟 2-3min 后,按 1.4.2.4.2~1.4.2.4.4 进行试验。

表 5-32 高氯酸加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	高氯酸加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
30.54	3	发烟后溶液清亮	30.52
	5	发烟后溶液清亮	30.56
	7	发烟后溶液清亮	30.59
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成,精确到 0.0001g,铜含量根据实际称样量计算。		

由表 13 可知,高氯酸加入量为 3mL 时,发烟后溶液清澈透亮,为保证反应完全高氯酸加入量选择 5 mL 为宜。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的高氯酸加入量试验结果见表 5-33。

表 5-33 北矿检测技术有限公司高氯酸加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	高氯酸加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
30.54	3		
	5		
	7		
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成,精确到 0.0001g,铜含量根据实际称样量计算。		

第一验证单位国标(北京)检验认证有限公司的高氯酸加入量试验结果见表 5-34。

表 5-34 国标(北京)检验认证有限公司高氯酸加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	高氯酸加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
30.54	3	发烟后溶液清亮	30.52
30.57	5	发烟后溶液清亮	30.60
30.54	7	发烟后溶液清亮	30.50
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成,精确到 0.0001g,铜含量根据实际称样量计算。		

第一验证单位广东省科学院工业分析检测中心的高氯酸加入量试验结果见表 5-35。

表 5-35 广东省科学院工业分析检测中心高氯酸加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	高氯酸加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
30.50	3	发烟后溶液清亮	30.49
	5	发烟后溶液清亮	30.51

	7	发烟后溶液清亮	30.45
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

由表 5-35 可知, 高氯酸加入量为 3mL 时, 发烟后溶液清澈透亮, 为保证反应完全高氯酸加入量选择 5 mL 为宜, 与起草方结论一致。

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的王水加入量试验结果见表 5-36。

表 5-36 浙江冶金产品质量检验站有限公司高氯酸加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	高氯酸加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
30.54	3	发烟后溶液清亮	30.56
	5	发烟后溶液清亮	30.59
	7	发烟后溶液清亮	30.50
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的王水加入量试验结果见表 5-37。

表 5-37 深圳双易达检测技术有限公司高氯酸加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	高氯酸加入量/mL	试验现象	测的铜含量/%
30.55	3	发烟后溶液清亮	30.58
30.55	5	发烟后溶液清亮	30.61
30.54	7	发烟后溶液清亮	30.47
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

由表 5-37 知, 高氯酸加入量为 3mL-7mL 发烟后, 现象及结果正常, 为保证反应完全高氯酸加入量选择 5 mL。

3.6.2.2 过氧化氢加入量试验

将 3.2.1 定容至 200mL 的溶液, 分别分取 20.00mL 至 250mL 高型烧杯, 加入 5mL 高氯酸发烟 2-3min 后, 冷却后加入不同量的过氧化氢, 按 1.4.2.4.2~1.4.2.4.4 进行试验。

表 5-38 过氧化氢加入量

铜钢 1 铜含量/%	过氧化氢加入量/mL	标准值/%	测定值/%
30.54	1	30.54	30.56
	3	30.54	30.60
	5	30.54	30.64
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

由表 5-38 可知, 过氧化氢加入量为 1 mL 时, 发烟后溶液清澈透明, 为保证反应完全过氧化氢加入量选择 2 mL 为宜。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的过氧化氢加入量试验结果见表 5-39。

表 5-39 北矿检测技术有限公司过氧化氢加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	过氧化氢加入量/mL	标准值/%	测定值/%
30.54	1	30.54	
	3	30.54	
	5	30.54	
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

第一验证单位国标 (北京) 检验认证有限公司的过氧化氢加入量试验结果见表 5-40。

表 5-40 国标 (北京) 检验认证有限公司过氧化氢加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	过氧化氢加入量/mL	标准值/%	测定值/%
30.54	1	30.54	
	3	30.54	
	5	30.54	
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

第一验证单位广东省科学院工业分析检测中心的过氧化氢加入量试验结果见表 5-40。

表 5-41 广东省科学院工业分析检测中心过氧化氢加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	过氧化氢加入量/mL	标准值/%	测定值/%
30.50	1	30.50	30.46
	3	30.50	30.52
	5	30.50	30.48
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

由表 5-41 可知, 过氧化氢加入量为 1mL 时, 发烟后溶液清澈透明, 为保证反应完全过氧化氢加入量选择 2 mL 为宜, 与起草方结论一致。

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的过氧化氢加入量试验结果见表 5-42。

表 5-42 浙江冶金产品质量检验站有限公司过氧化氢加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	过氧化氢加入量/mL	标准值/%	测定值/%
30.55	1	30.53	30.50
	3	30.53	30.58
	5	30.53	30.55
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的过氧化氢加入量试验结果见表 5-43。

表 5-43 深圳双易达检测技术有限公司过氧化氢加入量试验结果

铜钢 1 铜含量/%	过氧化氢加入	标准值/%	测定值/%
------------	--------	-------	-------

	量/mL		
30.55	1	30.55	30.61
	3	30.55	30.56
	5	30.55	30.52
备注	铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成, 精确到 0.0001g, 铜含量根据实际称样量计算。		

由表 5-43 知, 过氧化氢加入量 1mL-5mL 时, 现象及结果正常, 过氧化氢加入量方法选择 2 mL。

3.6.3 调节酸度及掩蔽干扰用试剂选择试验

将 3.2.1 定容至 200mL 的溶液, 分别分取 20.00mL 至 250mL 高型烧杯, 滴加氨水(7.2.10)中和至铁沉淀完全(溶液呈黏稠状), 分别采用氟化氢铵饱和溶液、乙酸+氟化氢铵饱和溶液调节体系酸度和掩蔽铁离子等干扰, 按 1.4.2.4.3~1.4.2.4.4 进行试验, 结果见表 5-44。

表 5-44 调节酸度及掩蔽用试剂选择试验

铜钢 1 铜含量/%	调节酸度及掩蔽用试剂	试验现象
30.54	滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失, 并过量 2mL	溶液清亮
	滴加乙酸至沉淀溶解完全, 滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失, 并过量 2mL	溶液清亮透明

由表 5-44 可知, 氟化氢铵酸性较弱, 不能将生成的沉淀溶解完全, 溶液清澈透明, 先滴加乙酸溶解沉淀, 再使用氟化氢铵后现象正常。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的调节酸度及掩蔽用试剂选择试验结果见表 5-45。

表 5-45 北矿检测技术有限公司调节酸度及掩蔽用试剂选择试验

铜钢 1 铜含量/%	调节酸度及掩蔽用试剂	试验现象
30.54	滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失, 并过量 2mL	
	滴加乙酸至沉淀溶解完全, 滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失, 并过量 2mL	

第一验证单位国标(北京)检验认证有限公司的调节酸度及掩蔽用试剂选择试验结果见表 5-46。

表 5-46 国标(北京)检验认证有限公司调节酸度及掩蔽用试剂选择试验

铜钢 1 铜含量/%	调节酸度及掩蔽用试剂	试验现象
30.54	滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失, 并过量 2mL	溶液清亮
	滴加乙酸至沉淀溶解完全, 滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失, 并过量 2mL	溶液清亮透明

第一验证单位广东省科学院工业分析检测中心的调节酸度及掩蔽用试剂选择试验结果见表 5-47。

表 5-47 广东省科学院工业分析检测中心调节酸度及掩蔽用试剂选择试验

铜钢 1 铜含量/%	调节酸度及掩蔽用试剂	试验现象
------------	------------	------

30.50	滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失，并过量 2mL	溶液中有沉淀未溶解
	滴加乙酸至沉淀溶解完全，滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失，并过量 2mL	溶液清亮透明

由表 5-47 可知，氟化氢铵酸性较弱，不能将生成的沉淀溶解完全，溶液清澈透明，先滴加乙酸溶解沉淀，再使用氟化氢铵后现象正常，与起草方结论一致。

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的调节酸度及掩蔽用试剂选择试验结果见表 5-48。

表 5-48 浙江冶金产品质量检验站有限公司调节酸度及掩蔽用试剂选择试验

铜钢 1 铜含量/%	调节酸度及掩蔽用试剂	试验现象
30.54	滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失，并过量 2mL	溶液清亮
	滴加乙酸至沉淀溶解完全，滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失，并过量 2mL	溶液清亮透明

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的调节酸度及掩蔽用试剂选择试验结果见表 5-49。

表 5-49 深圳双易达检测技术有限公司调节酸度及掩蔽用试剂选择试验

铜钢 1 铜含量/%	调节酸度及掩蔽用试剂	试验现象
30.55	滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失，并过量 2mL	溶液清亮
	滴加乙酸至沉淀溶解完全，滴加氟化氢铵饱和溶液至红色消失，并过量 2mL	溶液清亮透明

3.6.4 铜钢复合材料铜含量测定准确度试验

利用不锈钢标样和纯铜（4N）合成铜钢 1、铜钢 2 两个试样进行方法准确度试验，结果见表 5-50。

表 5-50 方法正确度试验

样品编号	不锈钢称样量 (g)	纯铜称样量 (g)	标准值/%	测定值/%
铜钢 1	1.4001	0.6000	30.54	
	1.4001	0.6000	30.54	
铜钢 2	1.9003	0.1001	5.74	
	1.9002	0.1001	5.74	
铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成; 铜钢 2: 1.90g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.100g 纯铜 (4N) 合成; 精确到 0.0001g, 铜含量标准值根据实际称样量计算。				

表 5-50 结果显示，不锈钢有证标准样品和纯铜（4N）的合成样测定结果与标准值吻合较好，表明本方法准确度良好，能满足铜钢复合材料中铜含量的检测要求。证明本方法有较好的准确度。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的方法正确度试验结果见表 5-51。

表 5-51 北矿检测技术有限公司方法正确度试验结果

样品编号	不锈钢称样量 (g)	纯铜称样量 (g)	标准值/%	测定值/%
铜钢 1	1.4001	0.6000	30.54	
	1.4001	0.6000	30.54	
铜钢 2	1.9003	0.1001	5.74	
	1.9002	0.1001	5.74	
铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成; 铜钢 2: 1.90g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.100g 纯铜 (4N) 合成; 精确到 0.0001g, 铜含量标准值根据实际称样量计算。				

第一验证单位国标 (北京) 检验认证有限公司的方法正确度试验结果见表 5-52。

表 5-28 国标 (北京) 检验认证有限公司方法正确度试验结果

样品编号	不锈钢称样量 (g)	纯铜称样量 (g)	标准值/%	测定值/%
铜钢 1	1.4003	0.6002	30.54	30.52
	1.4005	0.6005	30.55	30.59
铜钢 2	1.9002	0.1007	5.77	5.79
	1.9004	0.1005	5.76	5.72
铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成; 铜钢 2: 1.90g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.100g 纯铜 (4N) 合成; 精确到 0.0001g, 铜含量标准值根据实际称样量计算。				

第一验证单位广东省科学院工业分析检测中心的方法正确度试验结果见表 5-53。

表 5-53 广东省科学院工业分析检测中心方法正确度试验结果

样品编号	不锈钢称样量 (g)	纯铜称样量 (g)	标准值/%	测定值/%
铜钢 1	1.4094	0.6036	30.53	30.49
	1.4083	0.6023	30.50	30.51
铜钢 2	1.9009	0.1025	5.85	5.90
	1.9042	0.1013	5.79	5.82
铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成; 铜钢 2: 1.90g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.100g 纯铜 (4N) 合成; 精确到 0.0001g, 铜含量标准值根据实际称样量计算。				

表 5-53 结果显示, 不锈钢有证标准样品和纯铜 (4N) 的合成样测定结果与标准值吻合较好, 表明本方法准确度良好, 能满足铜钢复合材料中铜含量的检测要求。证明本方法有较好的准确度。

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的方法正确度试验结果见表 5-54。

表 5-54 浙江冶金产品质量检验站有限公司方法正确度试验结果

样品编号	不锈钢称样量 (g)	纯铜称样量 (g)	标准值/%	测定值/%
铜钢 1	1.4015	0.6008	30.55	30.54
	1.4002	0.6006	30.56	30.60
铜钢 2	1.9005	0.1006	5.76	5.74
	1.9022	0.1014	5.80	5.83
铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成; 铜钢 2: 1.90g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.100g 纯铜 (4N) 合成; 精确到 0.0001g, 铜含量标准值根据实际称样量计算。				

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的方法正确度试验结果见表 5-55。

表 5-55 深圳双易达检测技术有限公司方法正确度试验结果

样品编号	不锈钢称样量 (g)	纯铜称样量 (g)	标准值/%	测定值/%
铜钢 1	1.4006	0.6005	30.55	30.58
	1.4002	0.6008	30.55	30.52
铜钢 2	1.9010	0.1007	5.77	5.73
	1.9003	0.1005	5.76	5.69
铜钢 1: 1.40g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.600g 纯铜 (4N) 合成; 铜钢 2: 1.90g 不锈钢 1Cr18Ni9Ti (GBW (E) 010199, Cu: 0.775%) +0.100g 纯铜 (4N) 合成; 精确到 0.0001g, 铜含量标准值根据实际称样量计算。				

表 5-55 结果显示, 不锈钢有证标准样品和纯铜 (4N) 的合成样测定结果与标准值吻合较好, 表明本方法准确度良好, 能满足铜钢复合材料中铜含量的检测要求。证明本方法有较好的准确度。

3.6.5 铜钢复合材料铜含量测定精密度试验

对 3 个不同铜含量的铜钢复合带试样在重复性条件下平行测定 7 次, 结果见表 5-56。

表 5-56 精密度试验数据

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
616-8 (参考值: 5.4%)	5.449 5.473 5.486 5.425 5.383 5.476 5.528	5.460	0.047	0.85
737-14 (参考值: 15.4%)	15.375 15.309 15.384 15.482 15.386 15.383 15.411	15.399	0.054	0.35
73-30 (参考值: 33.5%)	33.632 33.565 33.528 33.482 33.619 33.664 33.702	33.599	0.078	0.23
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

表 5-56 结果表明,用本方法对 3 个不同铜含量铜钢复合材试样进行重复性试验,相对标准偏差在 0.23%~0.86%,方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位北矿检测技术有限公司的精密度试验结果见表 5-57。

表 5-57 北矿检测技术有限公司的精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
616-8 (参考值: 5.4%)				
737-14 (参考值: 15.4%)				
73-30 (参考值: 33.5%)				
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

第一验证单位国标(北京)检验认证有限公司的精密度试验结果见表 5-58。

表 5-58 国标(北京)检验认证有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
616-8 (参考值: 5.4%)	5.312 5.354 5.402 5.323 5.325 5.413 5.334	5.352	0.041	0.76
737-14 (参考值: 15.4%)	15.452 15.501 15.546 15.603 15.481 15.460 15.491	15.505	0.054	0.35
73-30 (参考值: 33.5%)	33.592 33.630 33.563 33.621 33.487 33.456 33.515	33.552	0.068	0.21
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

第一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 5-59。

表 5-59 广东省科学院工业分析检测中心精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
616-8 (参考值: 5.4%)	5.421 5.453 5.464 5.504 5.392 5.443 5.494	5.453	0.03926	0.72
737-14 (参考值: 15.4%)	15.532 15.543 15.524 15.498 15.475 15.480 15.494	15.507	0.02649	0.17
73-30 (参考值: 33.5%)	33.605 33.542 33.574 33.580 33.631 33.603 33.545	33.583	0.03267	0.10
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

第一验证单位浙江冶金产品质量检验站有限公司的精密度试验结果见表 5-60。

表 5-60 浙江冶金产品质量检验站有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %
616-8 (参考值: 5.4%)	5.493 5.527 5.457 5.464 5.453 5.502 5.402	5.471	0.041	0.75
737-14 (参考值: 15.4%)	15.112 15.188 15.163 15.228 15.106 15.288 15.16	15.178	0.064	0.42
73-30 (参考值: 33.5%)	34.132 34.171 34.126 34.217 34.271 34.23 34.134	34.183	0.057	0.17
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

表 5-60 结果表明, 用本方法对 3 个不同铜含量铜钢复合材试样进行重复性试验, 相对标准偏差在 0.17%~0.75%, 方法精密度能满足检测需求。

第一验证单位深圳双易达检测技术有限公司的精密度试验结果见表 5-61。

表 5-61 深圳双易达检测技术有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %
616-8 (参考值: 5.4%)	5.511 5.474 5.445 5.528 5.488 5.549 5.413	5.487	0.047	0.86
737-14 (参考值: 15.4%)	15.439 15.622 15.518 15.555 15.442 15.610 15.484	15.524	0.075	0.48
73-30 (参考值: 33.5%)	33.686 33.512 33.643 33.558 33.534 33.567 33.672	33.596	0.070	0.21
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

表 5-61 结果表明, 用本方法对 3 个铜含量不同铜钢复合材试样进行重复性试验, 相对标准偏差在 0.21%~0.86%, 方法精密度能满足检测需求。

第二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 5-62。

表 5-62 中国船舶重工集团公司第七二五研究所精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %
616-8 (参考值: 5.4%)	5.380 5.371 5.358 5.392 5.439 5.384 5.372	5.382	0.0261	0.48
737-14 (参考值: 15.4%)	15.336 15.411 15.345 15.402 15.428 15.385 15.370	15.382	0.0341	0.22
73-30 (参考值: 33.5%)	33.287 33.471 33.366 33.432 33.561 33.354 33.528	33.428	0.0990	0.30

备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管
----	-----------------------

第二验证单位铜陵有色金属集团控股有限公司的精密度试验结果见表 5-63。

表 5-63 铜陵有色金属集团控股有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
616-8 (参考值: 5.4%)	5.293、5.442、5.382、5.333、5.414、5.240、 5.280	5.341	0.075	1.399
737-14 (参考值: 15.4%)	14.947、14.878、14.956、14.934、14.893、 15.106、14.953	14.952	0.074	0.496
73-30 (参考值: 33.5%)	33.852、33.936、34.000、33.838、34.032、 34.035、33.833	33.932	0.091	0.269
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

该方法精密度较好, 相对标准偏差在 0.496%~1.399%之间, 能够满足铜钢复合材料中铜元素测定的要求。

二验证单位新疆有色金属研究所有限公司的精密度试验结果见表 5-64。

表 5-64 新疆有色金属研究所有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
616-8 (参考值: 5.4%)	5.467 5.476 5.462 5.476 5.468 5.459 5.463	5.467	0.007	0.125
737-14 (参考值: 15.4%)	15.415 15.403 15.419 15.425 15.415 15.412 15.422	15.416	0.007	0.047
73-30 (参考值: 33.5%)	33.629 33.601 33.622 33.651 33.622 33.629 33.666	33.631	0.021	0.063
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

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 5-65。

表 5-65 山东中金岭南铜业有限责任公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
616-8 (参考值: 5.4%)	5.295 5.339 5.327 5.348 5.396 5.354 5.373	5.347	0.032	0.61
737-14 (参考值: 15.4%)	15.383 15.412 15.359 15.422 19.295 15.404 15.414	15.379	0.045	0.29
73-30 (参考值: 33.5%)	33.913 33.709 33.857 33.802 33.745 33.786 33.723	33.791	0.074	0.22
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

第二验证单位昆明冶金研究院有限公司的精密度试验结果见表 5-66。

表 5-66 昆明冶金研究院有限公司的精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %
616-8 (参考值: 5.4%)	5.215 5.252 5.295 5.288 5.295 5.206 5.230	5.254	0.039	0.73
737-14 (参考值: 15.4%)	15.391 15.356 15.310 15.412 15.413 15.336 15.365	15.369	0.039	0.25
73-30 (参考值: 33.5%)	33.414 33.567 33.488 33.502 33.518 33.476 33.495	33.494	0.046	0.14
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

第二验证单位中国检验认证集团广西有限公司的精密度试验结果见表 5-67。

表 5-67 中国检验认证集团广西有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %
616-8 (参考值: 5.4%)				
737-14 (参考值: 15.4%)				
73-30 (参考值: 33.5%)				
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

第二验证单位紫金铜业有限公司的精密度试验结果见表 5-68。

表 5-68 紫金铜业有限公司精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %
616-8 (参考值: 5.4%)	5.491 5.474 5.445 5.528 5.488 5.549 5.413	5.484	0.0463	0.845
737-14 (参考值: 15.4%)	15.439 15.359 15.418 15.445 15.442 15.370 15.384	15.408	0.0365	0.237
73-30 (参考值: 33.5%)	33.886 33.912 33.843 33.858 33.834 33.867 33.872	33.867	0.0263	0.0777
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

第二验证单位大冶有色的精密度试验结果见表 5-69。

表 5-69 大冶有色精密度试验结果

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %

616-8 (参考值: 5.4%)	5.363 5.441 5.482 5.363 5.401 5.413 5.389	5.407	0.043	0.79
737-14 (参考值: 15.4%)	15.688 15.672 15.531 15.577 15.609 15.553 15.571	15.600	0.060	0.38
73-30 (参考值: 33.5%)	33.701 33.687 33.742 33.653 33.671 33.714 33.751	33.703	0.036	0.11
备注	铜含量≤10%建议用 10mL 微量滴定管			

第二验证单位有研亿金新材料有限公司的精密度试验结果见表 5-70。

表 5-70 有研亿金新材料有限公司精密度试验数据

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %
616-8 (参考值: 5.4%)	5.397 5.423 5.340 5.467 5.424 5.499 5.465	5.431	0.053	0.97
737-14 (参考值: 15.4%)	15.502 15.451 15.398 15.502 15.358 15.395 15.476	15.440	0.057	0.37
73-30 (参考值: 33.5%)	33.726 33.851 33.855 33.909 33.694 33.871 33.757	33.809	0.082	0.24

表 5-70 结果表明, 用本方法对 3 个不同铜含量铜钢复合材试样进行重复性试验, 相对标准偏差在 0.24~0.97 方法精密度能满足检测需求。

第二验证单位防城港东途矿产检测公司的精密度试验结果见表 5-71。

表 5-71 防城港东途矿产检测公司精密度试验数据

样品编号	测定结果/%	平均值/%	标准 偏差/%	RSD/ %
616-8 (参考值: 5.4%)	5.307 5.360 5.414 5.437 5.391 5.332 5.369	5.373	0.045	0.842
737-14 (参考值: 15.4%)	15.483 15.564 15.771 15.561 15.408 15.424 15.507	15.531	0.122	0.785
73-30 (参考值: 33.5%)	33.739 33.760 33.681 33.757 33.736 33.787 33.622	33.726	0.056	0.167

(四) 精密度数据的统计分析及重复性限、再现性限的计算

(五) 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

5.1 先进性、创新性

该标准的制定, 对铜及铜合金产品的生产、研发和贸易有重要的指导意义, 也使 GB/T 5121 系列标准更加完善, 增强其实用性和适用范围, 发挥国家标准在国内和国际市场上作用, 提高我国检测标准水平, 具有良好的社会效益。对推动我国铜及铜合金材料的研发、生产和贸易等活动有着重要意义。

5.2 经济效益

新标准的制定和发布将推动铜及铜合金产业的发展, 提升产品的质量和竞争力。通过完善铜含量的测定方法, 企业可以更加准确地控制产品中的铜含量, 从而生产出符合市场需求

的高品质铜及铜合金产品。这将有助于提高企业的生产效率和经济效益，增强其在国内外市场的竞争力。

5.3 社会效益

该项目的实施还将促进有色金属标准化体系的优化升级，使 GB/T 5121 系列标准更加完善，提升我国在国际标准化领域的影响力和话语权。通过与国际国外同类型标准相比，本项目结项后有望达到国际先进水平，这将有助于提升我国的国际形象和地位，推动我国经济的高质量发展。

5.4 生态效益

新标准的实施将有助于推动含铜及铜合金的应用和推广。通过准确测定铜及铜合金中的铜含量，企业可以更好地控制材料的成分和性能，从而生产出更加环保、可持续的铜合金产品。这将有助于减少环境污染和资源浪费，推动绿色发展和可持续发展。

四、与国际标准和国外先进标准技术内容的对比

在铜及铜合金铜含量检测领域，除本标准外，目前国外还有：《EN 16117-1-2012 铜和铜合金 铜含量的测定 第2部分：铜含量低于 99.80%的材料中铜的电解测定》、《EN 16117-2-2012 铜和铜合金 铜含量的测定 第2部分：铜含量高于 99.80%的材料中铜的电解测定》、《JIS H1051-2022 铜和铜合金中铜的测定方法》以及《ASTM E478-08 Standard Test Methods for Chemical Analysis of Copper Alloys》，以及被本文件修改采用的《ISO 1554: 1976 Unalloyed copper containing not less than 99.90 % of copper — Determination of copper content — Electrolytic method》，但这些方法在干扰元素的消除、检测范围、检测效率及方法多样性方面均有所不足。

具体而言，EN 16117、ASTM、JIS H1051 标准虽对铜含量的电解测定进行了分级，但对于复杂基体中常见的干扰元素（如砷、碲、硒等）的消除措施未作详细规定，而本标准针对砷含量较高的试样明确了高锰酸钾的添加步骤，有效解决了其对测定的干扰问题。电解方法操作流程相对繁琐，检测效率有待提升，且本标准在修订过程中，在保证准确度的前提下，创新性地并入了碘量法，丰富了检测手段，使得标准的适用范围更广，能更好地应对不同类型铜及铜合金材料的检测挑战，尤其对于铍黄铜等特殊材料，碘量法展现出更好的适应性。通过与这些国际和国外先进标准的对比可见，本标准在技术内容上既借鉴了国际经验，又结合国内实际需求进行了创新和完善，在干扰控制、检测范围拓展、方法多样性及操作规范性等方面均体现了显著的技术优势。

五、以国际标准为基础的起草情况以及是否合规采用国际国外标准、未采用国际标准的原因

本标准修改采用了 ISO 1554: 1976，该国际标准规定了铜合金中铜含量的电解测定方法。本标准在修订过程中，充分借鉴了 ISO 1554: 1976 中关于电解条件控制、电极处理、称量等核心技术要点，确保了电解重量法的准确度和可靠性。同时，考虑到国内铜及铜合金产品种类丰富、成分复杂的特点，本标准在 ISO 1554: 1976 的基础上进行了扩展和优化。例如，针对 ISO 1554: 1976 流程较长的缺点，本标准通过引入碘量法，进一步提升了检测效率，尤其适用于中低含量铜的快速测定，弥补了国际标准方法单一的不足。此外，对于 ISO 1554: 1976 中未明确规定的干扰元素处理，本标准结合国内材料特点，增加了对干扰元素的消除措施，使方法的适用性更强。

关于未采用其他国际标准的原因，主要是由于部分国际标准如 ISO 1553: 1976 已明确废止，其技术内容已不适应当前检测需求。因此，本标准在合规采用 ISO 1554: 1976 核心

技术的基础上,通过自主创新和优化,形成了更符合我国国情、覆盖范围更广、操作性更强的检测方法,未采用其他国际标准是基于对标准实用性、先进性及国内产业实际需求的综合考量。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

目前,该标准与正在实施的 GB/T 5121 系列标准中的其他 28 个部分配套使用,本部分测定的元素为铜,与其他各部分均无重复和冲突。该系列标准目前尚无其他部分正在制定中,因此本标准与现有标准、制定中标准没有矛盾。

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。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

暂无。

八、涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利问题。

九、实施国家标准的要求以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

该标准的修订,对铜及铜合金产品的生产、研发和贸易有重要的指导意义,也使 GB/T 5121 系列标准更加完善,增强其实用性和适用范围,发挥国家标准在国内和国际市场上作用,提高我国检测标准水平,具有良好的社会效益。对推动我国铜及铜合金材料的研发、生产和贸易等活动有着重要意义。

本标准建议作为推荐性国家标准发布。

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。

本标准第二次修订,可以替代现行标准 GB/T 5121.1-2008《铜及铜合金化学分析方法 第 1 部分 铜含量的测定》。建议本标准自发布之日起代替 GB/T 5121.1-2008《铜及铜合金化学分析方法 第 1 部分 铜含量的测定》,标准发布后 6 个月实施。

十、公平竞争审查

本标准研制过程中,开展了公平竞争审查,经对照,没有发现限制或者变相限制市场准入和退出,没有限制商品要素的自由流动、不影响生产经营成本以及生产经营行为。同时填写了《公平竞争审查》。

十一、其他应当说明的事项。

无。

《铜及铜合金化学分析方法 第 1 部分 铜含量的测定》编制组
2026 年 6 月 29 日