ICS 77.120.30
CCS H 13

中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.20-202X
代替 GB/T 5121.20-2008

铜及铜合金化学分析方法 第20部分：锆含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 20: Determination of zirconium content

（送审稿）

202X-XX-XX 发布　　202X-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》的第20部分。GB/T 5121已经发布了以下部分：

——第1部分：铜含量的测定；
——第2部分：磷含量的测定；
——第3部分：铅含量的测定；
——第4部分：碳、硫含量的测定；
——第5部分：镍含量的测定；
——第6部分：铋含量的测定；
——第7部分：砷含量的测定；
——第8部分：氧、氮、氢含量的测定；
——第9部分：铁含量的测定；
——第10部分：锡含量的测定；
——第11部分：锌含量的测定；
——第12部分：锑含量的测定；
——第13部分：铝含量的测定；
——第14部分：锰含量的测定；
——第15部分：钴含量的测定；
——第16部分：铬含量的测定；
——第17部分：铍含量的测定；
——第18部分：镁含量的测定；
——第19部分：银含量的测定；
——第20部分：锆含量的测定；
——第21部分：钛含量的测定；
——第22部分：镉含量的测定；
——第23部分：硅含量的测定；
——第24部分：硒、碲含量的测定；
——第25部分：硼含量的测定；
——第26部分：汞含量的测定；
——第27部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法；
——第28部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铅和铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
——第29部分：三氧化二铝含量的测定。

本文件代替GB/T 5121.20-2008《铜及铜合金化学分析方法 第20部分：锆含量的测定》，与GB/T 5121.20-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）更改了测定范围，由“0.10%~0.70%”更改为“0.010%~0.70%”，增加了对样品中磷含量的限定（见第1章，2008年版的第1章）；

b）更改了称样量（见7.1，2008年版的6.1）；

c）更改了溶解样品时加入的过氧化氢的体积（见7.4.1，2008年版的6.4.1）；

d）更改了分取试液体积（见7.4.2，2008年版的6.4.2）；

e）更改了重复性限和再现性限（见9.1和9.2，2008年版的8.1和8.2）；

f）增加了“精密度试验原始数据”（见附录A）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、中铝洛阳铜加工有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、广东省科学院工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、金川集团股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、紫金铜业有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司。

本文件主要起草人：谢艳艳、肖娜娜、陈雄飞、李绍文、殷艺丹、韩知为、刘标、叶榴红、李群华、赵艳、吴帅锦、吕康佳、李晖、张翠匀、周柳鹏、唐荣盛、李敏、温帆、杨扉妃、田谷丰、许彬。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1996 年首次发布为 GB/T 5121.20-1996，2008 年为第一次修订；

——本次为第二次修订。

引　言

铜及铜合金由于具有优良的导电、导热、耐蚀、易于加工等性能，广泛应用于机械、电子、电气、化工、交通、能源、建筑、信息通讯等领域，是世界各国均高度重视的战略物资和发展现代工业的重要基础材料和功能材料。GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》是铜及铜合金材料化学成分测定方法的系列标准，在铜及铜合金材料的生产研发、经济贸易、质量提升等多个方面发挥了重要作用。

GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》分为29个部分：

——第1部分：铜含量的测定。目的是给出采用直接电解法测定铜及铜合金中铜含量、高锰酸钾氧化碲-电解法测定碲铜中铜含量、恒电流电解法测定铜中铜含量以及碘量法测定铜及铜合金和铜-钢复合金属中铜含量的具体要求。

——第2部分：磷含量的测定。目的是给出采用磷钼杂多酸-结晶紫分光光度法、钼蓝分光光度法、钒钼黄分光光度法、钒钼酸盐光度法测定铜及铜合金中磷含量的具体要求。

——第3部分：铅含量的测定。目的是给出采用石墨炉原子吸收光谱法测定铜中铅含量、火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中铅含量以及Na_2EDTA滴定法测定铜合金中铅含量的具体要求。

——第4部分：碳、硫含量的测定。目的是给出采用高频红外吸收法及燃烧-碘量法测定铜及铜合金中碳、硫含量，采用燃烧滴定法测定铜及铜合金中硫含量的具体要求。

——第5部分：镍含量的测定。目的是给出采用石墨炉原子吸收光谱法测定铜中镍含量、火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中镍含量、Na_2EDTA滴定法和丁二酮肟重量法测定铜合金中镍含量的具体要求。

——第6部分：铋含量的测定。目的是给出采用氢化物发生-无色散原子荧光光谱法测定铜中铋含量、火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中铋含量、Na_2EDTA滴定法测定铜合金中铋含量的具体要求。

——第7部分：砷含量的测定。目的是给出采用氢化物发生-无色散原子荧光光谱法测定铜中砷含量、钼蓝分光光度法和光度法测定铜及铜合金中砷含量的具体要求。

——第8部分：氧、氮、氢含量的测定。目的是给出采用惰性气体熔融-红外吸收法/热导法测定铜及铜合金中氧、氮含量，采用惰性气体熔融-红外吸收法或热导法测定铜及铜合金中氢含量的具体要求。

——第9部分：铁含量的测定。目的是给出采用塞曼效应电热原子吸收光谱法测定铜中铁含量、1,10-二氮杂菲分光光度法和重铬酸钾滴定法测定铜及铜合金中铁含量、Na_2EDTA 滴定法测定铜合金中铁含量的具体要求。

——第10部分：锡含量的测定。目的是给出采用石墨炉原子吸收光谱法测定铜中锡含量、苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚分光光度法和碘酸钾滴定法测定铜合金中锡含量的具体要求。

——第11部分：锌含量的测定。目的是给出采用火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中的锌含量、4-甲基-2-戊酮萃取分离-Na_2EDTA滴定法测定铜合金及铜-钢复合金属中的锌含量的具体要求。

——第12部分：锑含量的测定。目的是给出采用氢化物发生-无色散原子荧光光谱法测定铜中的锑含量，采用结晶紫分光光度法、罗丹明B光度法和火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中锑含量的具体要求。

——第13部分：铝含量的测定。目的是给出采用铬天青S分光光度法测定铜及铜合金中铝含量、碱分离-Na_2EDTA滴定法测定铜合金中铝含量的具体要求。

——第14部分：锰含量的测定。目的是给出采用石墨炉原子吸收光谱法测定铜中锰含量、高碘酸钾分光光度法测定铜及铜合金中锰含量、硫酸亚铁铵滴定法测定铜合金中锰含量的具体要求。

——第15部分：钴含量的测定。目的是给出采用塞曼效应电热原子吸收光谱法测定铜中钴含量、火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中钴含量的具体要求。

——第 16 部分：铬含量的测定。目的是给出采用塞曼效应电热原子吸收光谱法测定铜中铬含量、火焰原子吸收光谱法和滴定法测定铜及铜合金中铬含量的具体要求。

——第 17 部分：铍含量的测定。目的是给出采用羊毛铬菁 R 分光光度法和氟化钠滴定法测定铜合金中铍含量的具体要求。

——第 18 部分：镁含量的测定。目的是给出采用火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中镁含量的具体要求。

——第 19 部分：银含量的测定。目的是给出采用火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中银含量的具体要求。

——第 20 部分：锆含量的测定。目的是给出采用二甲酚橙分光光度法测定铜及铜合金中锆含量的具体要求。

——第 21 部分：钛含量的测定。目的是给出采用过氧化氢分光光度法测定铜及铜合金中钛含量的具体要求。

——第 22 部分：镉含量的测定。目的是给出采用石墨炉原子吸收光谱法测定铜中镉含量、火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中镉含量的具体要求。

——第 23 部分：硅含量的测定。目的是给出采用萃取-钼蓝分光光度法测定铜中硅含量、钼蓝分光光度法测定铜及铜合金中硅含量、重量法测定铜合金中硅含量的具体要求。

——第 24 部分：硒、碲含量的测定。目的是给出采用氢化物发生-原子荧光光谱法测定铜中硒、碲含量，火焰原子吸收光谱法测定铜及铜合金中碲含量的具体要求。

——第 25 部分：硼含量的测定。目的是给出采用姜黄素分光光度法测定铜及铜合金中硼含量的具体要求。

——第 26 部分：汞含量的测定。目的是给出采用测汞仪法测定铜及铜合金中汞含量的具体要求。

——第 27 部分：多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的是给出采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜及铜合金中磷、银、铋、锑、砷等 29 种元素含量的具体要求。

——第 28 部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铅和铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。目的是给出采用电感耦合等离子体质谱法测定铜及铜合金中铬、铁、锰、钴、镍等 15 种元素含量的具体要求。

——第 29 部分：三氧化二铝含量的测定。目的是给出采用乙二胺四乙酸二钠络合-乙酸锌滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定弥散强化铜中氧化铝含量的具体要求。

近些年来，随着我国航空航天、半导体集成电路、新能源等高新技术领域，特别是新一代信息产业的快速发展，含锆的铜及铜合金材料不断推陈出新，因此对相应的分析方法标准的检测范围、精密度和正确度提出了更高的要求。本文件是在充分调研当前国内外铜及铜合金相关产品标准及检测需求的基础上进行修订的，扩展了方法的测定范围，优化了试验步骤，完善了标准格式和内容，增强了标准的规范性、适用性和可操作性。本文件的修订，有助于进一步规范国内铜及铜合金中锆含量的测试方法，对于提高各实验室间检测数据的可靠性和可比性，减少供应商和客户之间因分析差异造成的贸易纠纷，推动铜及铜合金相关产业的创新发展具有十分重要的支撑作用。

铜及铜合金化学分析方法
第 20 部分：锆含量的测定

警示——使用本部分的人员应有正规的实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了二甲酚橙分光光度法测定铜及铜合金（磷与锆的质量分数之比不大于 0.3）中锆含量的分析方法。

本文件适用于铜及铜合金（磷与锆的质量分数之比不大于 0.3）中锆含量的测定。测定范围：0.010%~0.70%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

YS/T 668 铜及铜合金理化检测取样方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料以盐酸、过氧化氢溶解，用高氯酸调整酸度，以二甲酚橙为显色剂，以试料溶液中加入乙二胺四乙酸二钠掩蔽锆后的溶液为参比，于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度，根据工作曲线查得锆的质量分数。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.3 过氧化氢（ρ=1.10 g/mL）。

5.4 高氯酸溶液[c（$HClO_4$）≈6.5 mol/L]：移取 278 mL 高氯酸（ρ=1.67 g/mL），用水稀释至 500 mL，混匀。

5.5 Na_2EDTA 溶液（10 g/L）：称取 10 g 乙二胺四乙酸二钠（Na_2EDTA）溶于 400 mL 温水中，冷却至室温，用水稀释至 1000 mL，混匀。

5.6 二甲酚橙溶液（1 g/L）：储存于棕色瓶中。

5.7 锆标准贮存溶液（1 mg/mL）：称取 0.1000 g 金属锆（ω_{Zr}≥99.99%）置于铂皿中，加入 10 mL

硫酸（1+1）、1 mL 氢氟酸（ ρ=1.14 g/mL），加热至完全溶解，继续加热蒸发至开始冒少量的三氧化硫烟，取下，冷却至室温。沿着皿壁吹洗少量水，摇匀，并重新加热蒸发至开始冒少量的三氧化硫烟，取下，冷却至室温。缓缓吹洗约 25 mL 水，摇匀。待溶液冷却至室温后，移入 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锆。或使用相同介质和浓度的市售有证标准溶液。

5.8 锆标准溶液（20 μg/mL）：移取 10.00 mL 锆标准贮存溶液（5.7）于 500 mL 容量瓶中，加入 30 mL 盐酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 锆。

6 仪器设备

分光光度计。

7 样品

按照 YS/T 668 的规定将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取样品（6），精确至 0.0001 g。

表 1 试料量和分取试液体积

锆的质量分数 %	试料量 g	分取试液体积 mL
0.010～0.050	0.50	20.00
＞0.050～0.10	0.50	10.00
＞0.10～0.35	0.30	5.00
＞0.35～0.70	0.10	5.00

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（5.2），盖上表面皿，在室温下分次加入 10 mL 过氧化氢（5.3）。待试料溶解完全后，移至电炉上缓缓加热，蒸发至溶液体积约 5 mL，取下，稍冷。用水洗涤表面皿及杯壁使溶液体积约 25 mL，加入 3 mL 盐酸（5.2），继续加热煮沸 2 min~3 min，取下，冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀（如有少量沉淀物用干滤纸过滤）。

8.4.2 按表 1 分取两份试液（8.4.1）分别置于 50 mL 容量瓶中，于其中一份加入 5 mL Na_2EDTA 溶液（5.5）。然后两份试液均加入 5 mL 高氯酸溶液（5.4），混匀，加入 2.5 mL 二甲酚橙溶液（5.6），混匀，用水稀释至刻度，混匀。静置 30 min。

8.4.3 移取部分试液（8.4.2）于1 cm比色皿中，以加入Na_2EDTA的溶液作参比，于分光光度计波长540 nm处测量其吸光度，减去随同试料的空白试液的吸光度，从工作曲线上查得相应的锆的质量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 锆标准溶液（5.8），分别置于一组 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 高氯酸溶液（5.4），混匀，加入 2.5 mL 二甲酚橙溶液（5.6），混匀，用水稀释至刻度，混匀。静置 30 min。

8.5.2 移取部分试液（8.5.1）于 1 cm 比色皿中，以“零”浓度标准溶液为参比，于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。以锆的质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

9 试验数据处理

锆含量以锆的质量分数 w_{Zr} 计，按公式（1）计算：

$$w_{Zr}=\frac{m_1\cdot V_0\times10^{-6}}{m_0\cdot V_1}\times100\% \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

m_1——自工作曲线上查得试液中锆的质量，单位为微克（μg）；

V_0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m_0——试料的质量，单位为克（g）；

V_1——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 2 给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过 5%。重复性限（r）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 2 重复性限（r）

w_{Zr}/%	0.010	0.063	0.21	0.64
r/%	0.002	0.003	0.02	0.03

10.2 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 3 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）的情况不超过 5 %。再现性限（R）按表 3 数据采用线性内差法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 3 再现性限（R）

w_{Zr}/%	0.010	0.063	0.21	0.64
R/%	0.002	0.006	0.03	0.04

11 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

——样品；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与试验步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附录A
（资料性）
精密度试验原始数据

精密度数据是2026年由11家实验室对4个不同锆含量水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锆含量在重复性条件下独立测定9次。测定的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	w_{Zr}/%								
		测定次数 n								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	1	0.009	0.010	0.011	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010
	2	0.062	0.061	0.062	0.063	0.062	0.061	0.061	0.062	0.062
	3	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.22	0.21
	4	0.64	0.62	0.64	0.62	0.63	0.63	0.63	0.62	0.62
2	1	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010
	2	0.063	0.062	0.061	0.061	0.063	0.064	0.063	0.063	0.063
	3	0.22	0.22	0.21	0.21	0.22	0.21	0.21	0.21	0.22
	4	0.63	0.62	0.63	0.62	0.64	0.64	0.63	0.63	0.62
3	1	0.010	0.011	0.012	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010
	2	0.063	0.061	0.062	0.063	0.062	0.061	0.062	0.061	0.062
	3	0.20	0.21	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21
	4	0.62	0.63	0.64	0.62	0.62	0.63	0.62	0.62	0.62
4	1	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010
	2	0.065	0.063	0.063	0.063	0.062	0.062	0.061	0.063	0.064
	3	0.21	0.22	0.21	0.22	0.22	0.21	0.22	0.22	0.22
	4	0.63	0.63	0.63	0.63	0.63	0.63	0.63	0.62	0.63
5	1	0.009	0.010	0.010	0.011	0.009	0.010	0.010	0.010	0.009
	2	0.062	0.060	0.061	0.061	0.060	0.062	0.061	0.060	0.060
	3	0.20	0.21	0.22	0.21	0.21	0.20	0.21	0.21	0.22
	4	0.62	0.63	0.62	0.62	0.61	0.62	0.61	0.63	0.63
6	1(*)	0.010	0.011	0.010	0.009	0.011	0.010	0.009	0.009	0.011
	2	0.063	0.062	0.062	0.063	0.063	0.064	0.062	0.063	0.063
	3	0.21	0.21	0.21	0.21	0.20	0.21	0.21	0.21	0.22
	4(**)	0.63	0.63	0.61	0.61	0.59	0.62	0.61	0.59	0.63
7	1	0.009	0.009	0.009	0.010	0.009	0.009	0.010	0.009	0.010
	2(*)	0.057	0.058	0.057	0.059	0.058	0.057	0.057	0.058	0.059
	3	0.21	0.20	0.20	0.20	0.21	0.19	0.19	0.20	0.21
	4	0.60	0.61	0.60	0.62	0.60	0.60	0.60	0.60	0.61

表 A.1 精密度试验原始数据（续）

8	1	0.010	0.010	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011
	2	0.065	0.063	0.065	0.064	0.062	0.066	0.065	0.062	0.063
	3	0.20	0.20	0.19	0.20	0.18	0.20	0.21	0.20	0.20
	4(**)	0.59	0.57	0.59	0.58	0.59	0.56	0.55	0.61	0.58
9	1	0.010	0.010	0.010	0.010	0.011	0.010	0.010	0.010	0.010
	2	0.064	0.063	0.064	0.064	0.064	0.063	0.063	0.064	0.063
	3	0.21	0.20	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21
	4	0.62	0.62	0.62	0.62	0.62	0.63	0.62	0.62	0.63
10	1	0.011	0.010	0.010	0.011	0.010	0.011	0.010	0.011	0.010
	2	0.063	0.062	0.062	0.064	0.064	0.062	0.063	0.064	0.063
	3	0.21	0.22	0.22	0.23	0.22	0.23	0.22	0.21	0.22
	4	0.63	0.64	0.63	0.63	0.64	0.65	0.64	0.64	0.65
11	1	0.009	0.010	0.011	0.011	0.009	0.010	0.010	0.011	0.010
	2	0.061	0.061	0.062	0.063	0.061	0.062	0.062	0.061	0.062
	3	0.20	0.20	0.20	0.21	0.21	0.20	0.21	0.22	0.20
	4	0.61	0.61	0.62	0.63	0.63	0.62	0.63	0.62	0.64
注：带(*)标记的数据组为岐离值数据组；带(**)标记的数据组为离群值数据组。										