国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第20部分：铅含量的测定》编制说明

（送审稿）

标准编制组

2026年10月

目 录

一、工作简况 1
1.1 任务来源 1
1.1.1 项目计划批准文件名称及文件号、项目名称、计划号及修订周期 1
1.1.2 项目编制组单位组成及变化调整情况 1
1.2 立项目的和意义 2
1.3 主要参加单位和工作成员及其所作的工作 3
1.3.1 标准编制组组成单位及其任务分工 3
1.3.2 标准编制组各单位的技术基础 3
1.3.3 标准编制组成员及其职责 8
1.4 主要工作过程 9
1.4.1 预研阶段 9
1.4.2 立项阶段 10
1.4.3 起草阶段 10
1.4.4 征求意见阶段 11
1.4.5 审查阶段 13
1.4.6 报批阶段 13
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 14
2.1 编制原则 14
2.1.1 规范性原则 14
2.1.2 先进性原则 14
2.1.3 适用性原则 14
2.1.4 合规性原则 14
2.2 标准主要技术内容的确定依据 14
2.2.1 标准测定范围的确定 14
2.2.2 主要试验步骤的确定 15
2.3 标准修订前后技术内容的对比 15
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 16

3.1 项目的必要性阐述 16
3.2 项目的可行性阐述 17
3.3 试验验证分析 18
3.3.1 称样量的选择 19
3.3.2 溶样酸用量的考察 19
3.3.3 共存元素干扰情况的考察 21
3.3.4 方法检出限和定量限的考察 29
3.3.5 方法精密度试验 30
3.3.6 方法正确度试验 31
3.3.7 方法的重复性和再现性评估 33
3.4 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 36
3.4.1 先进性、创新性 36
3.4.2 经济效益 36
3.4.3 社会效益 36
3.4.4 生态效益 36
四、与国际标准和国外先进标准技术内容的对比 36
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 37
六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系 37
七、重大分歧意见的处理经过和依据 37
八、涉及专利的有关说明 38
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 38
十、公平竞争审查 38
十一、其他应当说明的事项 38
附录 A：各验证单位的精密度试验原始数据 39

国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第20部分：锆含量的测定》编制说明

（送审稿）

一、工作简况

1.1 任务来源

1.1.1 项目计划批准文件名称及文件号、项目名称、计划号及修订周期

2025年8月6日国家标准化管理委员会发布了《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），正式下达了国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第20部分：锆含量的测定》的修订计划。该项目由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口，由国标（北京）检验认证有限公司牵头修订。项目计划号为20253820-T-610，项目周期为16个月。

1.1.2 项目编制组单位组成及变化调整情况

根据国标委发[2025]43号文件精神，该项目的标准编制组由国标（北京）检验认证有限公司、中铝洛阳铜加工有限公司、北矿检测技术股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、广东省科学院工业分析检测中心组成。为了保证标准的科学性和适用性以及修订过程按计划推进，在标准任务落实时吸纳了西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、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等铜及铜合金生产及应用单位；为了提升标准修订的规范性，增加了有色金属技术经济研究院有限责任公司；同时由于原编制组中包含的第三方检测机构较多，经协商，北矿检测技术股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司三家单位退出本标准的修订。

调整变化后最终标准编制组单位为：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。

1.2 立项目的和意义

铜及铜合金作为一种重要的基础原材料，其化学组成是划分牌号种类进而决定其下游应用的重要依据之一。研究表明，铜及铜合金中化学元素的种类及含量对其微观组织和性能有着至关重要的影响。其中，锆元素（Zr）的添加可以起到细化晶粒的作用，有效提高铜合金的机械强度和韧性，改善热疲劳性和热腐蚀性，增强铜合金在高温及复杂、极端环境下的服役性能。

根据 GB/T 5231-2022《加工铜及铜合金牌号和化学成分》等产品标准的规定，目前国内含锆的铜合金主要集中在锆无氧铜系、锆铜系、铬铜系和镍铜系等品种。其中，锆无氧铜主要用于制造电子真空器件、精密导线、电缆等高端部件，锆铜主要用于制造电阻焊电极、断路器开关等电子元器件，镍铜主要用于制造电阻元件、热电偶材料和补偿导线等，铬铜主要用于制造轴承、齿轮、电气接触器、导电嘴等产品或部件。国家发展改革委 2023 年 12 月发布的新版《产业结构调整指导目录（2024 年本）》“二十八 信息产业”中明确鼓励“覆铜板材料、电子铜箔、引线框架”等电子元器件生产用封装和装联材料产业的发展；工业和信息化部 2023 年 12 月发布的新版《重点新材料首批次应用示范指导目录（2024 年版）》包含了“引线框架铜合金带材”和“特种发动机用铜合金”，其中涉及铬铜合金 TCr0.3-0.15-0.03（C18140）和 TCr1-0.15（C18150）。由此可见，研发和生产高性能的含锆铜合金对于推动我国相关高精尖产业的高质量发展具有重要意义，而准确检测铜合金中 Zr 等化学成分的含量，对于把控产品质量、促进产品提质升级具有十分重要的支撑作用。

GB/T 5121.20-2008 采用经典化学分析方法，即二甲酚橙分光光度法测定铜合金中 0.10%~0.70%的 Zr 含量，具有操作简便、准确性高等优点，特别适合于方法比对验证、仲裁检验以及标准物质/标准样品定值分析等活动。然而，该标准距今已发布实施十余年，已无法完全满足当前铜合金及其下游产业对 Zr 元素定量分析的需求，主要表现在测定范围没有完全覆盖全部的含锆铜合金产品，如 TCr0.3-0.15-0.03（C18140）、TCr1-0.15（C18150）等，因此，亟需对该标准进行修订，以完善铜及铜合金化学分析方法的标准体系，增强国家标准 GB/T 5121 系列对铜合金相关产品标准配套作用及对铜合金产业高质量发展的支撑作用。

1.3 主要参加单位和工作成员及其所作的工作

1.3.1 标准编制组组成单位及其任务分工

本文件起草单位有：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。

其中，国标（北京）检验认证有限公司作为本标准修订的主编单位，主要负责试验方案设计、样品收集和分发、试验研究、数据统计、标准编制及在标准编制过程中的组织和协调等工作；有色金属技术经济研究院有限责任公司主要负责对标准修订过程的科学性和规范性以及修订进度的把控进行指导；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、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为本标准修订的一验单位，主要负责对试验方案中的条件实验进行验证，提供精密度和准确度试验数据，并对标准文本提出意见和建议；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为本标准修订的二验单位，主要负责提供精密度试验数据，并对标准文本提出意见和意见；中铝洛阳铜加工有限公司和西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司还负责为本标准修订提供试验样品。各单位分工明确，相互协同，共同推进本标准修订工作按期高质量完成。

1.3.2 标准编制组各单位的技术基础

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有限公司，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。截至目前，公司及其前身共起草国际、国家和行业标准 1000 余项，在高纯金属及其合金分析方法标准制修订方面具有丰富经验。

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。

西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司是中国有色集团成员单位，国内唯一的铍材研究和生产基地，国家高新技术企业、国家 863 计划成果产业化示范基地、铍及铍合金产品制造业“单项冠军”企业，建有稀有金属铍材行业重点实验室，中国铍产业技术创新战略联盟理事长单位。公司主要从事铍及铍铝合金的研究开发和生产，形成了一套集生产、加工、检验、铍毒防护于一体的科研生产装备体系。具备生产各用途、各级别铍材的能力，为国家许多大科学项目提供了大量金属铍配套材料。主导产品金属铍、铍铝合金、锑铍芯块、铍片等主要用于国防军工、航空航天、核工业等高新技术领域。

有色金属技术经济研究院有限责任公司隶属于中国有色金属工业协会，是北京市高新技术企业。有色技经院同时对外又称“中国有色金属工业信息中心”和“中国有色金属工业标准计量质量研究所”，是中国有色金属行业专职从事产业发展战略研究与规划、市场信息服务与咨询、标准质量研究与专利查新、行业期刊出版发行的综合性科技服务机构。有色技经院多年来为国内外有色金属生产商、贸易商、消费用户及其他机构提供全方位、多渠道的信息服务，为政府制定政策和企业经营决策提供支撑；负责组织我国有色金属国家标准、行业标准、军用标准项目的计划、制修订与复审，提供标准化、质量、计量服务与咨询；承担 ISO/TC26 铜及铜合金、ISO/TC79/SC5 镁及镁合金、

ISO/TC79/SC12 铝土矿、ISO/TC298 稀土、ISO/TC333 锂等 5 个技术委员会秘书处工作；开展专利代理、查新检索；出版国内外公开发行的《中国有色金属》《世界有色金属》《中国金属通报》三个国家一级刊物；承担中国有色金属工业协会硅业、镁业、锂业、钴业、锡业、锑业、稀散金属、铝用炭素、工业炉和金银等十个分会秘书处以及中国有色金属学会新能源材料发展工作委员会秘书处的工作；从事有色金属及其它产品的购销贸易和代理销售服务，在原辅材料采购、产品销售和物流领域为客户提供增值服务；从事证券、期货投资管理及投资咨询业务,已经取得私募股权投资基金管理人资格,在新能源材料产业和有色金属行业企业并购领域从事股权投资业务。

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校准培训、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。

深圳市中金岭南有色金属有限责任公司拥有国家级技术中心，设立了“博士后科研工作站”、“院士工作站”。公司为国家高新技术企业，拥有享受国务院特殊津贴的专家共 19 人。多年来，公司共获得省部级以上科技奖励超 100 项，其中国家级奖励 13 项：科技进步一等奖二项、二等奖七项、三等奖三项，技术发明二等奖一项。目前，持有自行研究开发所获得的专利近两百项，其中有效发明专利 100 多项。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、电子探针、光电直读光谱、原子荧光、原子吸收、分光光度计、高频红外碳硫分析仪等多套设备。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，主导或参与制定过近百项国家标准和行业标准。

中国有色桂林矿产地质研究院有限公司现为中国有色矿业集团有限公司全资子公司。总资产为 7.2 亿元，净资产 4.84 亿元；现有在册正式职工 391 人，其中：工程师

132 人，高级工程师 67 人，教授级高级工程师 36 人。下设矿产地质研究所、资源环境综合利用研究所、有色金属矿产地质测试中心和“国家特种矿物材料工程技术研究中心”等 10 余家研究开发机构。建院以来共提交科研成果 2900 多项，获国家级科技成果奖 20 余项，其中：特等奖 1 项，一等奖 1 项，二等奖 6 项。省部级以上科技成果奖 320 多项，其中二等奖以上 90 余项。是国际标准化组织电子探针分析技术委员会（ISO/TC202/SC2）主席单位，并承担 SC2 秘书处工作；是全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）和全国稀土标准化技术委员会（SAC/TC229）成员单位。标准研究团队配备 15 人的专业化技术人员，具有丰富的有色金属、地质、稀土等分析方法研究工作基础和标准化研究工作经验，近 5 年来主持完成 3 项国际标准制修订工作，主持或参与完成 48 项国家标准、66 项行业标准的制修订工作，在研国家及行业标准 18 项，为本项目的完成提供坚实的标准制定工作基础。

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，主要仪器有包括 GC-MS、ICP-MS 等大型仪器在内的仪器 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。

金川集团股份有限公司是甘肃省人民政府控股的特大型采、选、冶、化、深加工联合企业。主要生产镍、铜、钴、贵金属及先进有色金属材料和化工产品，广泛应用于石油化工、新能源、电池制造等领域。公司在国内 20 余个省（市、区）及海外 30 余个国家开展业务，形成了镍钴、铜贵、电池材料、有色金属新材料等七大产业板块。镍产量居世界第二，钴产量世界第四，铜产量国内第三，铂族金属产量亚洲第一，行业影响力显著。公司拥有镍钴共伴生资源开发与综合利用全国重点实验室、国家镍钴新材料工程技术研究中心、院士专家工作站、博士后工作站等创新平台，在有色金属分析检测领域技术实力雄厚，先后荣获国家科技进步特等奖、中国工业大奖等国家级荣誉。

昆明冶金研究院有限公司前身为重工业部有色局西南分局试验所，始建于 1953 年，1992 年更名为昆明冶金研究院，2000 年作为全国首批转制科研院所进入云南冶金集团股份有限公司，2018 年底进入中国铜业有限公司，2023 年授牌“中铝集团昆明有色金

属研究院”，2025 年授牌“中国铜业矿山研究院”，是中铝集团四大专业研究院之一。所在地位于云南省昆明市圆通北路 86 号。昆明冶研院现拥有国家级平台 4 个，省级平台 10 个，是中铝集团铜铅锌领域新技术、新工艺、新材料的重大、关键和前沿技术的研发基地，基础研究及原创性技术成果的孵化与转化基地。主要研究领域包括地质、采矿、选矿、冶金、材料、资源综合利用及检验检测等，为中铝集团覆盖铜铅锌领域全产业链提供核心科技创新力量。建院 70 多年来，共承担国家 973、863 计划、省部级重点项目等 1200 余项；拥有国土资源部地质岩矿测试甲级资质等各类资质 20 项；获国家奖（国家级新产品、国家科学大会奖、国家发明奖、国家星火奖）20 项，省部级科技成果奖励 190 余项；授权发明专利 220 件，其中，海外发明专利 9 件；已主导或参与制修订国际标准 3 项，国家及行业标准等 200 余项。

紫金铜业有限公司为紫金矿业集团核心铜冶炼基地，坐落福建龙岩上杭蛟洋循环经济园区，总投资近百亿元，在省、市、县各级各部门的关心指导与大力支持下，公司高度重视技术科研创新和标准研制工作，构建绿色冶金、智能冶炼、精密检测、全流程标准化完整体系。现已拥有铜绿色冶金及伴生资源综合利用重点实验室、企业技术中心、院士专家工作站、技能大师工作室等多个省部级技术科研平台，2010 年至今共获得国家级、省级、市级、协会奖励共 20 余项。近五年获得国家科学技术进步奖二等奖 1 项，福建省科学技术奖 2 项，有色金属工业科学技术奖 1 项，中国黄金协会科学技术二等奖 1 项；累计申请专利 276 项，获授权 186 项，其中发明专利 30 项。中心化验室配备了多台高端精密分析仪器，拥有 ICP-AES、ICP-MS、X 射线荧光光谱仪、直读光谱仪、测汞仪、原子吸收光谱仪、高频红外碳硫分析仪、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分析能力，参与百余项国家标准和行业标准修制订。

长沙矿冶研究院有限责任公司拥有 CMA、CNAS、PTP 等资质，配备 10000 余平方米实验室和 100 余台套大型精密仪器，主导或参与制修订标准 100 余项。作为工信部、湖南省工信厅等 20 余个国家级、省部级平台的重要组成，荣获国家高新技术企业、湖南省专精特新中小企业等荣誉，并担任中国矿冶检测机构联盟副理事长单位等职务。长矿检测具备 CMA、CNAS、PTP 等资质，拥有 10000 余平方米实验室与 100 余台套大型精密仪器设备，主导或参与制修订标准 100 余项。作为第三方检验检测机构，长矿检测工信部工业（黑色矿冶产品）产品质量控制等 20 多个国家级、省部级科技创新平台的重要组成部分，为中国矿冶检测机构联盟副理事长单位、湖南省精密仪器测试学会秘

书处单位等，先后获国家高新技术企业、湖南省专精特新中小企业等荣誉。

1.3.3 标准编制组成员及其职责

本文件起草单位有：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。

编制组各成员的主要工作职责见表 1-1。

表 1-1 标准编制组成员及职责

序号	姓名	单位	工作分工
1	谢艳艳	国标（北京）检验认证有限公司	负责试验方案的制定，开展条件试验及精密度试验，试验样品收集和分发，标准文件和编制说明等文件编写。
2	肖娜娜	国标（北京）检验认证有限公司	负责开展条件试验及精密度试验，样品收集和分发，试验数据处理。
3	陈雄飞	国标（北京）检验认证有限公司	负责试验方案的制定和审核，编制组单位的组织协调，试验样品收集，标准文件和编制说明等文件的编写和修改。
4	李绍文	中铝洛阳铜加工有限公司	负责试验样品的制备，开展条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出意见和建议。
5	殷艺丹	西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司	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意见和建议。
6	韩知为	有色金属技术经济研究院有限责任公司	负责对标准修订工作的规范性进行指导，协助主编单位开展标准修订的组织和协调。
7	刘标	广东省科学院工业分析检测中心	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意见和建议。
8	叶榴红	深圳市中金岭南有色金属有限责任公司	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意见和建议。
9	李群华	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	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意见和建议。
10	赵艳	国标（北京）检验认证有限公司	负责试验数据处理及标准文本和编制说明等材料的修改。
11	吴帅锦	有色金属技术经济研究院有限责任公司	负责对标准修订工作的规范性进行指导，协助主编单位对标准修订进度进行把控。
12	吕康佳	中铝洛阳铜加工有限公司	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意见和建议。
13	李晖	西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司	负责试验样品的制备，开展条件试验及精密度试验验证，对标准文件和编制说明提出意见和建议。
14	张翠匀	广东省科学院工业分析检测中心	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意见和建议。

序号	姓名	单位	工作分工
15	周柳鹏	深圳市中金岭南有色金属有限责任公司	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意见和建议。
16	唐荣盛	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	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意见和建议。
17	李敏	铜陵有色金属集团控股有限公司	负责精密度试验，提供验证数据，对标准文件和编制说明提出意见和建议。
18	温帆	金川集团股份有限公司	负责精密度试验，提供验证数据，对标准文件和编制说明提出意见和建议。
19	杨扉妃	昆明冶金研究院有限公司	负责精密度试验，提供验证数据，对标准文件和编制说明提出意见和建议。
20.	田谷丰	紫金铜业有限公司	负责精密度试验，提供验证数据，对标准文件和编制说明提出意见和建议。
21	许彬	长沙矿冶院检测技术有限责任公司	负责精密度试验，提供验证数据，对标准文件和编制说明提出意见和建议。

1.4 主要工作过程

1.4.1 预研阶段

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，对电子铜箔、引线框架等高性能铜合金材料的研发及产业化的需求日益迫切，新的铜合金牌号不断涌现，传统铜合金产品也在不断提质升级。为了满足铜及铜合金日益增长的研发、生产、应用和贸易需求，国内陆续制定和发布了一系列与铜相关的新的产品标准，同时对现行产品标准进行修订更新。

主编单位充分围绕铜产业发展和市场需求，查阅了 GB/T 5231-2022《加工铜及铜合金牌号和化学成分》等铜及铜合金产品标准，发现目前国内含锆的铜合金主要集中在锆无氧铜系、锆铜系、铬铜系和镍铜系等品种。其中，锆铜系合金中锆（Zr）的最低含量规定为0.05%（牌号TZr0.1）;铬铜系合金中Zr的最低含量规定为0.02%（牌号TCr1-0.15），而 TCr0.3-0.15-0.03、TCr0.3-0.1-0.02-0.03、TCr0.3-0.1-0.02、TCr1-0.18 等牌号的铬铜合金中 Zr 的最低含量均小于 0.1%。由此可见，现行的分析方法标准 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》（测定范围 0.10%~0.70%）已无法完全满足行业的使用需求，亟需修订。

主编单位基于上述调研结果，结合二甲酚橙分光光度法的原理和特性，确定将 Zr 的测定范围下限由“0.10%”延伸至“0.010%”，以覆盖全部的含锆铜合金产品，增强标准的适用性。主编单位针对修订后的测定范围开展了初步试验研究，包括称样量、溶样酸用量、共存元素干扰等考察，形成了标准修订稿草案。

1.4.2 立项阶段

2024 年 4 月，全国有色金属标准化技术委员会在湖南省长沙市召开了有色金属标准项目论证会暨标准制修订工作会议。会上主编单位国标（北京）检验认证有限公司提出了国家标准 GB/T 5121.20《铜及铜合金化学分析方法 第 20 部分：锆含量的测定》的修订申请，并提交了项目建议书、立项报告和标准草案等材料，经全体委员论证同意立项。会后全国有色金属标准化技术委员会重金属分标委秘书处组织全体委员网络投票，投票通过后报送给工业和信息化部科技司。

2025 年 8 月 16 日，国家标准化管理委员会发布了《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），正式下达了国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第 20 部分：锆含量的测定》的修订计划。该项目由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口，由国标（北京）检验认证有限公司牵头修订。项目计划号为 20253820-T-610，项目周期为 16 个月。

1.4.3 起草阶段

1.4.3.1 第一次工作会议（任务落实会）

2025 年 11 月 10 日~13 日，全国有色金属标准化技术委员会在浙江省杭州市召开了“2025 年度全国有色金属标准化技术委员会及各分技术委员会年会”。来自有色金属技术经济研究院有限责任公司、中铝洛阳铜加工有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、浙江海亮股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司等 100 余家单位的 200 余名代表参加了会议。会上对国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第 20 部分：锆含量的测定》修订项目进行了任务落实。主编单位国标（北京）检验认证有限公司对该项目的研究背景、修订内容等情况进行了简要介绍，通过现场征集确定了由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等 11 家参与该标准修订。会上还初步确定了样品提供单位、修订进度安排等事项。

1.4.3.2 样品收集及试验研究

2025 年 12 月~2026 年 1 月，根据任务落实会纪要和试验方案，主编单位委托中铝洛阳铜加工有限公司和西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司制备了 3 个不同 Zr 含量

水平的铜合金样品，同时自主采购了 1 种含 Zr 的铜合金 CRM，用于开展方法精密度和正确度评估（见表 1-2）。

表 1-2 本标准收集的试验样品的基本信息

序号	样品编号	锆的大致含量 %	样品类型
1	1#	0.01X	实际产品
2	2#	0.063	标准样品
3	3#	0.2X	实际产品
4	4#	0.6X	实际产品
注：1#样品后续经过试验研究改为模拟样品。			

2026 年 2 月~2026 年 6 月，主编单位开展了大量的试验研究工作，针对测定范围拓展部分，考察了称样量及溶样酸用量、共存元素干扰等，通过空白试验考察并计算了方法的检出限和定量限，利用所制备和采购的实际铜合金样品，开展了方法的精密度试验和正确度试验。在考察共存元素干扰的试验过程中，研究结果表明当样品中 P 与 Zr 的含量比大于 0.2 时，P 对 Zr 的测定结果有明显干扰，且无有效手段消除，而制备的 1# 样品中 P 与 Zr 的含量比大于 0.2，因此不适合用作本方法的试验样品。主编单位经过内部慎重讨论，确定采用模拟样品代替。

主编单位根据试验结果，撰写试验报告、标准编制说明、标准讨论稿。

1.4.3.3 试验验证

2026 年 7 月~2026 年 8 月，主编单位将试验报告和标准讨论稿随同试验样品发送给编制组内的 10 家参编单位，即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、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，随即开展验证试验。

2026 年 8 月中旬，主编单位对各参编单位返回的验证数据进行了汇总和统计，评估了方法的精密度（重复性和再现性），并根据各验证单位提出的合理性意见和建议，优化了试验步骤，完善了相关文件内容。最终形成了《标准征求意见稿Ⅰ》。

1.4.4 征求意见阶段

2026 年 8 月~2026 年 9 月，编制组通过发函、挂网公开和会议讨论等形式对 GB/T 5121.20《铜及铜合金化学分析方法 第 20 部分：锆含量的测定》标准征求意见稿进行

意见征询。

1.4.4.1 第二次工作会议（标准预审会）

2026 年 8 月 25 日~27 日，全国有色金属标准化技术委员会在江西省南昌市召开了有色金属标准工作会议。来自有色金属技术经济研究院有限责任公司、中铝洛阳铜加工有限公司、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、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司等 20 余家单位的 50 余名代表参加了会议。会上对国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第 20 部分：锆含量的测定》进行了预审。主编单位国标（北京）检验认证有限公司对标准试验及验证情况进行了详细介绍，与会代表对《标准征求意见稿I》和《征求意见稿编制说明》进行了细致认真地讨论，并提出修改意见和建议，主要如下：

1）建议采用合适的技术依据，如 GB/T 27417-2017 来判断共存元素对 Zr 测定结果的影响程度；

2）建议采用氢氟酸进一步溶解残渣，并采用三氯化铝掩蔽氟离子的干扰；

3）建议删除标准文本“2 规范性引用文件”中 GB/T 17433《冶金产品化学分析基础术语》；

4）标准文本 8.4.2 的步骤描述略有歧义，建议按照 2008 版的步骤描述编写。

会后编制组充分讨论了标准预审会上专家提出的意见和建议，依据 GB/T 27417-2017 规定的回收率合理偏差范围来判断共存元素，特别是 P 元素对 Zr 测定结果的影响程度，将“样品中 P 与 Zr 的含量比应不大于 0.2”更改为“样品中 P 与 Zr 的含量比应不大于 0.3”。主编单位修改完善了标准文本报告和编制说明，形成了《标准征求意见稿II》。

1.4.4.2 标准发函征求意见

2026 年 9 月，编制组面向国内铜及铜合金的主要生产厂商、用户、科研院所和第三方检测机构广泛征求意见，共发送单位 25 个，其中生产厂商和用户 10 个，所占比例 40%，科研院所 5 个，所占比例 20%，第三方检测机构 10 个，所占比例 40%。回函的单位数 25 个，回函并有建议或意见的单位数 6 个。编制组根据征求意见稿的回函情况，针对各单位反馈的意见或建议，经过认真研究和讨论，形成采纳结论及具体修改意见，编写了《标准征求意见稿意见汇总处理表》，修改完善了标准文本报告和编制说明，并于 2026 年 10 月 10 日形成了《标准送审稿》。

1.4.4.3 标准公平竞争审查

编制组对本标准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《公平竞争审查表》。

1.4.5 审查阶段

1.4.5.1 技术专家审查

2026 年 10 月 15 日~17 日，全国有色金属标准化技术委员会在浙江省杭州市召开了有色金属标准工作会议。来自 XXX、XXX 等 XX 家单位的 XX 名代表参加了会议。会上对国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第 20 部分：锆含量的测定》进行了审定。主编单位国标（北京）检验认证有限公司对第二次工作会议（标准预审会）后对试验方法和标准文本的修改情况进行了简要介绍，与会代表对《标准送审稿》和《送审稿编制说明》进行了细致认真地讨论，并提出修改意见和建议，形成了标准审定会的会议纪要。

会后主编单位按照专家提出的意见和建议进行了修改，完善了《标准送审稿》和《送审稿编制说明》。

1.4.5.2 委员审查

2026 年 XX 月 XX 日，全国有色金属标准化技术委员会在 XX 省 XX 市召开了全体委员工作会议。全国有色金属标准化技术委员会重金属分技术委员会（SAC/TC243/SC2）全体委员共计 XX 名，实际参与投票工作 XX 名。会上对国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第 20 部分：锆含量的测定》的标准制修订程序、征求意见过程以及技术内容确定等方面进行了仔细审查。经认真讨论，与会 XX 名委员全体投票通过，同意该标准通过审查，无修改意见，表决通过率为 100%。

1.4.5.3 委员电子投票

20XX 年 XX 月 XX 日至 XX 月 XX 日，由全国有色金属标准化技术委员会重金属分技术委员会（SAC/TC243/SC2）在全国专业标准化技术委员会工作平台上发起了国家标准《铜及铜合金化学分析方法 第 20 部分：锆含量的测定》的委员投票。该分技术委员会共有委员 XX 人，参与投票 XX 人，其中 XX 人投赞成票，不赞成票为 XX，弃权票为 XX，投票赞成率为 XX%。

1.4.6 报批阶段

20XX 年 XX 月，主编单位对标准文本和编制说明进行了检查和完善，形成了《标

准报批稿》，报送至全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）秘书处，由秘书处上报至国家标准化管理委员会审批和发布。

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

2.1 编制原则

2.1.1 规范性原则

本标准严格按照国家标准制修订程序进行，标准格式按照 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 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》等文件的要求编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行试验数据的统计及计算。

2.1.2 先进性原则

本标准是对 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》的修订。在修订过程中充分考虑了当前铜及铜合金产品研发、生产、应用及检测等各个环节的实际需求，在标准分析范围的全面性、技术可靠性、精密度数据充分性等方面体现了化学成分分析的技术水平，具有先进性、前瞻性和引领性。

2.1.3 适用性原则

本标准在修订过程中充分调研了铜及铜合金相关产品标准以及铜产业对产品中锆含量检测的实际需求，扩展了测定范围，完善试验条件和试验步骤，更新了精密度数据，规范了标准文本结构和文字描述，既满足了相关行业日常分析检测的需求，又最大程度地体现了铜及铜合金化学成分分析的技术水平，提升了标准的适用性。

2.1.4 合规性原则

本标准在修订过程中充分考虑了国家法律、安全、卫生、环保法规的要求，符合相关规定，保证标准内容及修订程序依法合规。

2.2 标准主要技术内容的确定依据

2.2.1 标准测定范围的确定

本标准规定了二甲酚橙分光光度法测定铜及铜合金中锆含量的方法。本标准适用于铜及铜合金（磷与锆的质量分数之比不大于 0.2）中锆含量的测定。测定范围（质量分数，下同）：0.010%~0.70%。

关于锆含量测定范围的确定，主编单位针对近些年来我国铜及铜合金产业的发展现状和检测需求，查阅了大量的产品标准，主要有 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》、GB/T 13819-2013《铜及铜合金铸件》、GB/T 2040-2017《铜及铜合金板材》、GB/T 2059-2017《铜及铜合金带材》、GB/T 34497-2023《端子连接器用铜及铜合金带箔材》等。

根据 GB/T 5231-2022《加工铜及铜合金牌号和化学成分》的规定，目前国内含锆的铜合金主要集中在锆无氧铜系、锆铜系、铬铜系和镍铜系等品种。其中，锆无氧铜主要用于制造电子真空器件、精密导线、电缆等高端部件，涉及 TUZr0.15（T10600），规定的 Zr 含量为 0.11%~0.21%；锆铜主要用于制造电阻焊电极、断路器开关等电子元器件，涉及 TZr0.15（C15000）、TZr0.1（C15100）、TZr0.2（T15200）、TZr0.4（T15400），规定 Zr 的最低含量为 0.05%，最高含量为 0.50%；镍铜主要用于制造电阻元件、热电偶材料和补偿导线等，涉及 TNi0.6-0.2（T18010），规定的 Zr 含量为 0.12%~0.27%；铬铜主要用于制造轴承、齿轮、电气接触器、导电嘴等产品或部件，涉及 TCr0.3-0.15-0.03（C18140）、TCr0.3-0.1-0.02-0.03（C18141）、TCr0.3-0.1-0.02（C18143）、TCr1-0.15（C18150）、TCr1-0.18（C18160）、TCr0.6-0.4-0.05（C18170），规定 Zr 的最低含量为 0.02%，最高含量为 0.6%。

根据上述调研结果，将 Zr 的测定范围由“0.10%~0.70%”调整为“0.010%~0.70%”，能够覆盖现行产品标准中包含的及行业内广泛应用的含 Zr 铜及铜合金产品。

2.2.2 主要试验步骤的确定

根据 Zr 含量测定范围的变化，调整相应的试验步骤，包括称样量、加入的过氧化氢体积、分取试液体积等，保证在样品溶解完全的同时，确保分析方法有足够的灵敏度并处于合理的线性范围。具体试验研究见第三章。

2.3 标准修订前后技术内容的对比

本次是对 GB/T 5121.20 的第二次修订。本次修订是在充分调研铜及铜合金相关产品标准及实际检测需求的基础上，调整了 Zr 含量的测定范围，优化了试验步骤，更新了精密度数据，以满足当前相关行业对铜及铜合金中锆含量的定量分析需求，增强标准的适用性和可操作性。同时增加了“规范性引用文件”、“术语和定义”、“试验报告”、“附录 A（资料性） 精密度试验原始数据”等章节，删除了“质量保障和控制”章节。

除结构调整和编辑性改动外，本标准与 2008 年版的主要技术内容变化对比见表 2-1。

表 2-1 新旧标准的主要技术内容变化对比

序号	项目	新标准	旧标准	修改依据	标准水平对比
1	测定范围	0.010%~0.70%	0.10%~0.70%	依据铜及铜合金产品标准	测定范围扩展，适用性更广，领先旧标准
2	称样量（试料量）	1) 0.010%~0.10% ：0.50 g； 2) ＞0.10%~0.35%：0.30 g； 3) ＞0.35%~0.70%：0.10 g	1) 0.10%~0.35% ：0.300 g； 2) ＞0.35%~0.55%：0.200 g； 3) ＞0.55%~0.70%：0.100 g	根据 Zr 元素测定范围	测定范围扩展，低含量称样量增加，保证检测灵敏度，领先旧标准
3	溶样时加入的过氧化氢体积	10 mL	5 mL~10 mL	根据试验研究结果	明确试剂加入量，简便操作，领先旧标准
4	分取试液体积	1) 0.010%~0.050%：20.00 mL； 2) ＞0.050%~0.10%：10.00 mL; 3) ＞0.10%~0.70%：5.00 mL	0.10%~0.70%： 5.00 mL	根据 Zr 元素测定范围及工作曲线系列标准溶液浓度范围	测定范围扩展，保证检测灵敏度，领先旧标准
5	重复性限和再现性限	包含 4 个水平	包含 3 个水平	根据 Zr 测定范围	经比较，相近 Zr 含量水平下，新旧标准的精密度水平相当
6	附录	增加了精密度试验原始数据	无附录	依据标准编写规范要求	列出 11 家实验室精密度试验结果，表明重复性限和再现性限的数据来源，提高标准的科学性，领先旧标准

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

3.1 项目的必要性阐述

含锆铜合金作为一类重要的铜合金品种，被广泛用于制造电子真空器件、精密导线、电缆、电阻、热电偶等电子电器领域的高端部件。国家发展改革委 2023 年 12 月发布的

新版《产业结构调整指导目录（2024 年本）》“二十八 信息产业”中明确鼓励“覆铜板材料、电子铜箔、引线框架”等电子元器件生产用封装和装联材料产业的发展；工业和信息化部 2023 年 12 月发布的新版《重点新材料首批次应用示范指导目录（2024 年版）》包含了“引线框架铜合金带材”和“特种发动机用铜合金”，其中涉及到铬铜合金 TCr0.3-0.15-0.03（C18140）和 TCr1-0.15（C18150）。由此可见，研发和生产高性能的含锆铜合金对于推动我国相关高精尖产业的高质量发展具有重要意义，而准确检测铜合金中 Zr 等化学成分的含量，对于把控产品质量、促进产品提质升级具有十分重要的支撑作用。

目前国内检测铜合金中 Zr 含量的分析方法标准主要有 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》、GB/T 5121.27-2008《铜及铜合金化学分析方法 第 27 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法》和 YS/T 482-2022《铜及铜合金分析方法 火花放电原子发射光谱法》。其中，GB/T 5121.20-2008 采用经典化学分析方法，即二甲酚橙分光光度法测定铜合金中 0.10%~0.70%的 Zr 含量，具有操作简便、准确性高等优点，特别适合于方法比对验证、仲裁检验以及标准物质/标准样品定值分析等活动。然而，该标准距今已发布实施十余年，已无法完全满足当前铜合金及其下游产业对 Zr 元素定量分析的需求，主要表现在测定范围没有完全覆盖全部的含锆铜合金产品，如 TCr0.3-0.15-0.03（C18140）、TCr1-0.15（C18150）等，个别分析步骤需要根据当前检测技术水平进行修改或优化，标准文本的结构和部分文字表述不符合最新 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》的要求。因此，亟需对该标准进行修订，以完善铜及铜合金化学分析方法的标准体系，增强国家标准 GB/T 5121 系列对铜合金相关产品标准配套作用及对铜合金产业高质量发展的支撑作用。

3.2 项目的可行性阐述

二甲酚橙分光光度法是测定各种材料中微量和痕量锆含量的经典化学分析方法，具有灵敏度高、准确度好，操作简便、分析速度快等优点。现行 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》发布实施近二十年来，运行情况良好，表明该标准具有较高的科学性。本次修订是在现有标准的工作基础上，将测定范围下限由“0.10%”下延至“0.010%”，并主要开展下延部分的条件试验及精密度和正确度试验研究。从已发布的国内外相关分析方法标准上来看，如 GB/T 20975.19-2020《铝

及铝合金化学分析方法 第19部分：锆含量的测定》采用二甲酚橙分光光度法测定铝及铝合金中0.010%~1.00%的Zr含量，日本JIS H 1074:2020《铜及铜合金中锆含量测定方法》采用水化酸铁沉淀分离-二甲酚橙分光光度法测定铜及铜合金中0.04%~0.08%的Zr含量。由此可见，本次修订在技术上是可行的。

主编单位国标（北京）检验认证有限公司是我国有色金属领域综合实力最强的第三方检测机构之一，也是我国有色金属行业测试评价技术开发的骨干单位和分析测试标准的主要起草单位之一，在有色金属分析方法标准制修订方面具有雄厚的技术基础和工作经验。主编单位在标准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，并结合铜及铜合金产品标准和行业实际需求，初步确定了方法的测定范围、关键试验步骤和预期技术指标。在后续试验研究过程中，主编单位能够利用现有的实验条件，开展包括最佳试验条件优化、共存元素干扰影响、方法正确度（标准样品对照和加标回收试验）和精密度（多个含量水平试验和不同实验室间的验证）等方面的系统研究。

除主编单位外，编制组还纳入了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等在铜及铜合金的生产、应用、检验及标准化研究方面具有丰富经验和技术实力的单位，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，确保本标准具有较高的适用性和可靠性。此外，全国有色金属标准化技术委员会的组织协调和指导，也为本标准的顺利修订提供了有力的保障，使项目在技术路线、试验方案、数据处理、标准文件编制等方面能够严格遵循标准化工作的规范和要求。

综上，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，本标准的修订工作具备充分的可行性。

3.3 试验验证分析

本标准修订过程中主编单位和各参编单位实验室名称及编号见表3-1。

表 3-1 实验室名称及编号

实验室编号	实验室名称	工作职责
①	国标（北京）检验认证有限公司	主编单位
②	中铝洛阳铜加工有限公司	一验单位
③	西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司	一验单位
④	广东省科学院工业分析检测中心	一验单位
⑤	深圳市中金岭南有色金属有限责任公司	一验单位
⑥	中国有色桂林矿产地质研究院有限公司	一验单位
⑦	铜陵有色金属集团控股有限公司	二验单位
⑧	金川集团股份有限公司	二验单位
⑨	昆明冶金研究院有限公司	二验单位
⑩	紫金铜业有限公司	二验单位
⑪	长沙矿冶院检测技术有限责任公司	二验单位

3.3.1 称样量的选择

本标准的测定范围由“0.10%~0.70%”更改为“0.010%~0.70%”，拓展了方法的测定下限。为了保证测试方法有足够的灵敏度并处于合理的线性范围，对于测定范围拓展的部分（0.010%~0.10%），选择称样量为 0.50 g（精确至 0.0001 g）；同时为了简便试验操作，将标准中测定范围“0.35%~0.70%”下的称样量统一为 0.10 g。不同 Zr 测定范围下的称样量及分取试液体积见表 3-2。

表 3-2 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

3.3.2 溶样酸用量的考察

针对本次修订中测定范围扩展的部分，考察原标准所采用的溶样试剂及其用量是否适用。以 2#样品为研究对象，分别称取 0.50 g 样品于一组 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸，分次加入 5 mL 或 10 mL 过氧化氢，按照既定的试验步骤进行操作，考察样品溶解效果。对盐酸和过氧化氢未溶解完全的样品，再加入适量的氢氟酸，结果见表 3-3。

表 3-3 2#样品溶解试验结果

序号	加入酸种类及用量	2#样品	
		试验现象	测定结果 %
1	10 mL 盐酸+5 mL 过氧化氢	样品溶解不完全	—
2	10 mL 盐酸+10 mL 过氧化氢	样品溶解后，静置有少量黑色残渣	0.062
3	10 mL 盐酸+10 mL 过氧化氢+2 mL 氢氟酸	黑色残渣仍有剩余	0
4	10 mL 盐酸+10 mL 过氧化氢+4 mL 氢氟酸	黑色残渣溶解完全，赶酸至溶液体积约 5mL	0

对上述溶解完全的样品（有少量黑色残渣的样品用干滤纸过滤）进行初步测试，2#样品用 10 mL 盐酸+10 mL 过氧化氢溶解，过滤残渣后，测试值 0.062%。2#样品用盐酸+过氧化氢+氢氟酸溶解的样品无吸光度值，加氢氟酸的样品，Zr^{4+}与 F^-生成稳定无色络合物 ZrF_6^{2-}，锆失去与二甲酚橙显色的能力，导致吸光度急剧下降，结果严重偏低甚至无显色。对 2#样品中未溶解完全的黑色残渣检测确认为硅成分，由于 2#样品为有证标准样品，硅的标准值为 0.09%±0.02%，接近含锆铜合金中 Si 可能含量的最大值（≤0.1%），试验结果表明，即使不将黑色残渣溶解完全，对锆的显色和测定结果没有影响，因此，本方法无需采用氢氟酸溶解残渣，样品溶液过滤后可进行后续测试。

5 家一验单位对溶样酸用量进行了试验验证，所得试验现象和结论与主编单位基本一致，结果见表 3-4。

表 3-4 验证单位对溶样酸用量的试验考察结果

试剂加入量	②		③		④		⑤		⑥	
	现象	结果/%	现象	结果/%	现象	结果/%	现象	结果/%	现象	结果/%
10 mL 盐酸+5 mL 过氧化氢	溶解不完全	-	溶解不完全	-	样品溶解不完全	—	溶解不完全	-	溶解不完全	-
10 mL 盐酸+10 mL 过氧化氢	溶解不完全，静置有少量黑色残渣	0.063	定容静置后底部有少量黑色残渣	0.062	样品溶解后，静置有少量黑色残渣	0.063	溶解不完全，静置有少量黑色残渣	0.061	溶解不完全，静置有少量黑色残渣	0.064
10 mL 盐酸+10 mL 过氧化氢+2 mL 氢氟酸	黑色残渣仍有剩余	0	黑色残渣溶解	0	黑色残渣仍有剩余	0	黑色残渣仍有剩余	0	黑色残渣仍有剩余	0
10 mL 盐酸+10 mL 过氧化氢+4 mL 氢氟酸	黑色残渣溶解完全，赶酸至溶液体积约 5 mL	0	溶解完全	0	黑色残渣溶解完全，赶酸至溶液体积约 5 mL	0	黑色残渣溶解完全，赶酸至溶液体积约 5 mL	0	黑色残渣溶解完全，赶酸至溶液体积约 5 mL	0

3.3.3 共存元素干扰情况的考察

3.3.3.1 基体元素干扰试验

以 0.20 μg/mL、0.60 μg/mL、1.20 μg/mL 的锆标准溶液为研究对象，分别加入不同量的 Cu 元素（方法修订后测试溶液中基体浓度最高为 2 mg/mL），各试液分取两份于 50 mL 容量瓶中，于其中一份加入 5 mL Na_2EDTA 溶液（10 g/L）作参比，按照选定的试验条件测试其吸光度，考察基体元素对锆吸光度和测得值的影响，结果见表 3-5 所示。

二甲酚橙为弱酸指示剂，酸度过高，二甲酚橙质子化加剧，抑制 Zr^{4+}与二甲酚橙络合，吸光度偏低，颜色变浅（黄→淡橙），灵敏度显著下降，因此试验中要严控基体代入的酸量，建议基体配制步骤：称取氯化铜（$CuCl_2·2H_2O$）溶于水中，搅拌溶解后，移入容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，测试其 pH 在 3~4，不影响测试。

表 3-5 基体元素对 Zr 测试结果的影响

基体元素	加入量 μg/mL	0.20 μg/mL		0.60 μg/mL		1.20 μg/mL	
		吸光度 Abs	测得值 μg/mL	吸光度 Abs	测得值 μg/mL	吸光度 Abs	测得值 μg/mL
Cu	0	0.089	0.207	0.254	0.596	0.508	1.190
	100	0.086	0.201	0.254	0.594	0.502	1.178
	300	0.088	0.206	0.258	0.604	0.504	1.182
	1000	0.084	0.198	0.254	0.595	0.495	1.162
	2000	0.077	0.181	0.241	0.566	0.492	1.153

从上表结果可以看出，100 μg/mL 和 300 μg/mL 的铜基体对吸光度影响较小，可忽略；1000 μg/mL 和 2000 μg/mL 的铜基体会引起吸光度的略微下降，然而依据 GB/T 27417-2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》对方法回收率合理偏差范围的规定，吸光度的下降程度对最终测定结果的影响在合理的偏差范围内，可以忽略。

5 家一验单位对基体元素干扰情况进行了试验验证，所得试验现象和结论与主编单位基本一致，结果见表 3-6。

表 3-6 验证单位对基体元素干扰情况的试验考察结果

Cu 基体加入量 μg/mL	②			③			④		
	0.20 μg/mL 测得值	0.60 μg/mL 测得值	1.20 μg/mL 测得值	0.20 μg/mL 测得值	0.60 μg/mL 测得值	1.20 μg/mL 测得值	0.20 μg/mL 测得值	0.60 μg/mL 测得值	1.20 μg/mL 测得值
0	0.202	0.598	1.194	0.203	0.606	1.186	0.199	0.600	1.198
100	0.202	0.598	1.194	0.201	0.598	1.179	0.197	0.598	1.194
300	0.206	0.604	1.202	0.199	0.601	1.187	0.195	0.594	1.183
1000	0.194	0.594	1.190	0.194	0.592	1.127	0.188	0.587	1.125
2000	0.190	0.594	1.190	0.182	0.560	1.118	0.175	0.578	1.112

Cu 基体加入量 μg/mL	⑤			⑥					
	0.20 μg/mL 测得值	0.60 μg/mL 测得值	1.20 μg/mL 测得值	0.20 μg/mL 测得值	0.60 μg/mL 测得值	1.20 μg/mL 测得值	/	/	/
0	0.193	0.592	1.188	0.204	0.588	1.187	/	/	/
100	0.188	0.588	1.177	0.201	0.590	1.179	/	/	/
300	0.193	0.588	1.181	0.201	0.599	1.173	/	/	/
1000	0.184	0.581	1.168	0.197	0.588	1.164	/	/	/
2000	0.171	0.555	1.127	0.185	0.571	1.149	/	/	/

3.3.3.2 其他共存元素干扰试验

根据产品标准 GB/T 5231-2022《加工铜及铜合金牌号和化学成分》的规定，合金中除了基体元素 Cu 外，还可能共存着 Ni、Al、Sn、Cr、Si、Fe、P 等微量或痕量元素，大致含量范围见表 3-7 所示。

表 3-7 含锆铜合金样品中杂质元素的大致含量

元素	Ni	Al	Sn	Cr	Si	Fe	P
最大含量/%	＜0.7	＜0.1	＜0.2	＜1.5	＜0.1	＜0.1	＜0.1

3.3.3.2.1 单个共存元素干扰试验

以 0.20 μg/mL、0.60 μg/mL、1.20 μg/mL 的锆标准溶液为研究对象，按照选定的试验条件测试其吸光度，分别考察单个共存元素的干扰情况，结果见表 3-8 所示。

在二甲酚橙光度法测试锆含量的实验中，溶液酸度过大，会干扰指示剂显色。杂质干扰试验，依然要严控杂质代入的酸量，建议加入的杂质元素溶液做低酸度处理，测试加入的杂质溶液 pH 在 3~4，其不影响测试。其中 Sn 元素在较低的酸度中，很容易发生水解，在考察 Sn 元素的干扰时，可以在加入高氯酸步骤后，再添加 Sn 元素溶液。

表 3-8 单个共存杂质元素对 Zr 测试结果的影响

共存元素及其加入量 μg/mL	0.20 μg/mL		较理论值降低比例 %	0.60 μg/mL		较理论值降低比例 %	1.20 μg/mL		较理论值降低比例 %
	吸光度 Abs	测得值 μg/mL		吸光度 Abs	测得值 μg/mL		吸光度 Abs	测得值 μg/mL	
0	0.101	0.200	0	0.257	0.597	-0.5	0.528	1.167	-2.8
Ni 14	0.102	0.202	1.0	0.255	0.592	-1.3	0.538	1.188	-1.0
Al 2	0.103	0.204	2.0	0.254	0.591	-1.5	0.525	1.159	-3.4
Sn 4	0.106	0.210	5.0	0.255	0.593	-1.2	0.534	1.180	-1.7
Cr 30	0.104	0.206	3.0	0.254	0.590	-1.7	0.526	1.162	-3.2
Si 2	0.101	0.200	0	0.258	0.600	0	0.527	1.165	-2.9
Fe 2	0.099	0.196	-2.0	0.255	0.592	-1.3	0.524	1.158	-3.5

共存元素及其加入量 μg/mL	0.20 μg/mL		较理论值降低比例 %	0.60 μg/mL		较理论值降低比例 %	1.20 μg/mL		较理论值降低比例 %
	吸光度 Abs	测得值 μg/mL		吸光度 Abs	测得值 μg/mL		吸光度 Abs	测得值 μg/mL	
P 2	0.058	0.115	-42.5	0.125	0.291	-51.5	0.274	0.606	-49.5

从上表结果可以看出，Ni、Al、Sn、Cr、Si、Fe 对 Zr 测定结果的干扰影响较小，而 P 的干扰严重，三个浓度水平下的回收率均超出 GB/T 27417-2017 规定的合理偏差范围，可能的原因是：磷酸根与 Zr^{4+}生成稳定 Zr-P 难溶络合物，从而抑制 Zr 与二甲酚橙络合显色，导致吸光度偏低。

5 家一验单位对单个共存元素干扰情况进行了试验验证，所得试验现象和结论与主编单位基本一致，结果见表 3-9。

表 3-9 验证单位对单个共存元素干扰情况的试验考察结果

共存元素及其加入量 μg/mL	②					
	0.20 μg/mL		0.60 μg/mL		1.20 μg/mL	
	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %
0	0.202	0.98	0.606	0.98	1.186	-1.14
Ni 14	0.211	6.86	0.594	-0.98	1.194	-0.49
Al 2	0.194	-2.94	0.598	-0.33	1.182	-1.47
Sn 4	0.190	-4.90	0.598	-0.33	1.182	-1.47
Cr 30	0.202	0.98	0.610	1.63	1.186	-1.14
Si 2	0.214	6.86	0.602	0.33	1.190	-0.82
Fe 2	0.194	-2.94	0.598	-0.33	1.202	0.16
P 2	0.088	-55.88	0.445	-25.82	0.657	-45.26
共存元素及其加入量 μg/mL	③					
	0.20 μg/mL		0.60 μg/mL		1.20 μg/mL	
	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %
0	0.201	0.6	0.601	0.16	1.200	0
Ni 14	0.194	-3.1	0.579	-3.5	1.166	-2.8
Al 2	0.196	-1.9	0.581	-3.1	1.146	-4.5
Sn 4	0.194	-3.1	0.591	-1.5	1.154	-3.9
Cr 30	0.199	-0.6	0.576	-4.0	1.151	-4.1
Si 2	0.200	0	0.596	-0.6	1.189	-0.92
Fe 2	0.199	-0.6	0.571	-3.1	1.141	-4.9
P 2	0.104	-48.1	0.276	-54.0	0.554	-53.9
共存元素及	④					

其加入量 μg/mL	0.20 μg/mL		0.60 μg/mL		1.20 μg/mL	
	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %
0	0.199	-0.5	0.600	0	1.201	0.1
Ni 14	0.202	1.0	0.605	0.8	1.192	-0.7
Al 2	0.206	3.0	0.603	0.5	1.185	-1.3
Sn 4	0.208	4.0	0.604	0.7	1.194	-0.5
Cr 30	0.204	2.0	0.609	1.5	1.190	-0.8
Si 2	0.199	-0.5	0.605	0.8	1.196	-0.3
Fe 2	0.193	-3.5	0.609	1.5	1.198	-0.2
P 2	0.095	-52.5	0.323	-46.2	0.622	-48.2
共存元素及其加入量 μg/mL	⑤					
	0.20 μg/mL		0.60 μg/mL		1.20 μg/mL	
	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %
0	0.202	1.0	0.592	-1.3	1.192	-0.67
Ni 14	0.204	2.0	0.581	-3.2	1.201	0.08
Al 2	0.204	2.0	0.599	-0.2	1.186	-1.2
Sn 4	0.209	4.5	0.588	-2.0	1.186	-1.2
Cr 30	0.211	5.5	0.592	-1.3	1.161	-3.3
Si 2	0.202	1.0	0.585	-2.5	1.192	-0.7
Fe 2	0.204	2.0	0.583	-2.8	1.188	-1.0
P 2	0.133	-33.5	0.323	-46.2	0..883	-26.4
共存元素及其加入量 μg/mL	⑥					
	0.20 μg/mL		0.60 μg/mL		1.20 μg/mL	
	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %
0	0.201	0.5	0.591	-1.5	1.171	-2.4
Ni 14	0.199	-0.5	0.594	-1.0	1.182	-1.5
Al 2	0.205	2.5	0.591	-1.5	1.155	-3.7
Sn 4	0.210	5.0	0.591	-1.5	1.189	-0.9
Cr 30	0.203	1.5	0.586	-2.3	1.159	-3.4
Si 2	0.205	2.5	0.601	0.2	1.171	-2.4
Fe 2	0.199	-0.5	0.586	-2.3	1.164	-3.0
P 2	0.109	-45.5	0.282	-53	0.592	-50.7

3.3.3.2.2 共存元素综合干扰试验

以 0.20 μg/mL、0.60 μg/mL、1.20 μg/mL 的锆标准溶液为研究对象，加入各共存元素在合金中可能的最大量，按照选定的试验条件测试其吸光度，考察共存元素的综合干

扰情况，结果见表 3-10 所示。

表 3-10 共存元素对 Zr 测试结果的综合干扰情况

共存元素及加入量 μg/mL	0.20 μg/mL		0.60 μg/mL		1.20 μg/mL	
	吸光度 Abs	测得值 μg/mL	吸光度 Abs	测得值 μg/mL	吸光度 Abs	测得值 μg/mL
0	0.089	0.207	0.259	0.604	0.482	1.201
Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.086	0.201	0.253	0.591	0.488	1.217
Cu 1000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.082	0.190	0.254	0.594	0.484	1.205
Cu 2000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.084	0.196	0.250	0.583	0.476	1.186
Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2	0.046	0.108	0.122	0.286	0.239	0.595
Cu 1000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2	0.044	0.102	0.129	0.301	0.262	0.654
Cu 2000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2	0.043	0.101	0.125	0.293	0.263	0.655

从上表结果可以看出，Ni、Al、Sn、Cr、Si、Fe 对 Zr 测定结果的综合干扰影响较小，但是当 P 存在时综合干扰严重，这表明 P 元素对 Zr 测定结果的干扰十分显著。

5 家一验单位对共存元素综合干扰情况进行了试验验证，所得试验现象和结论与主编单位基本一致，结果见表 3-11。

表 3-11 验证单位对共存元素综合干扰情况的试验考察结果

共存元素及加入量 μg/mL	②			③			④		
	0.20 μg/mL 测得值	0.60 μg/mL 测得值	1.20 μg/mL 测得值	0.20 μg/mL 测得值	0.60 μg/mL 测得值	1.20 μg/mL 测得值	0.20 μg/mL 测得值	0.60 μg/mL 测得值	1.20 μg/mL 测得值
0	0.206	0.610	1.194	0.196	0.596	1.180	0.199	0.600	1.194
Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.202	0.594	1.202	0.196	0.590	1.202	0.195	0.596	1.192
Cu 1000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.194	0.594	1.182	0.191	0.592	1.169	0.191	0.594	1.187
Cu 2000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.190	0.618	1.190	0.193	0.573	1.158	0.191	0.598	1.190
Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2	0.096	0.441	0.673	0.093	0.251	0.631	0.124	0.290	0.596
Cu 1000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2	0.096	0.386	0.645	0.098	0.289	0.599	0.120	0.295	0.638
Cu 2000，Ni 14、Al 2、	0.080	0.359	0.610	0.098	0.277	0.624	0.117	0.295	0.631

Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2									
共存元素及加入量 μg/mL	⑤			⑥					
	0.20 μg/mL 测得值	**0.60 μg/mL 测得值**	**1.20 μg/mL 测得值**	**0.20 μg/mL 测得值**	**0.60 μg/mL 测得值**	**1.20 μg/mL 测得值**	/	/	/
0	0.197	0.598	1.194	0.208	0.597	1.203	/	/	/
Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.193	0.592	1.207	0.195	0.591	1.211	/	/	/
Cu 1000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.186	0.592	1.198	0.195	0.582	1.206	/	/	/
Cu 2000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2	0.193	0.586	1.179	0.195	0.573	1.184	/	/	/
Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2	0.113	0.318	0.663	0.111	0.290	0.610	/	/	/
Cu 1000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2	0.109	0.329	0.719	0.102	0.305	0.664	/	/	/
Cu 2000，Ni 14、Al 2、Sn 4、Cr 30、Si 2、Fe 2、P 2	0.104	0.311	0.702	0.097	0.292	0.666	/	/	/

3.3.3.2.3 磷元素对锆测定的干扰试验

由于上述试验表明 P 元素对 Zr 测定结果存在显著干扰，因此详细考察 P 对 Zr 测定的干扰程度。以 0.20 μg/mL、0.60 μg/mL、1.20 μg/mL 的锆标准溶液为研究对象，加入不同比例的磷含量，按照选定的试验条件测试其吸光度，考察不同 P/Zr 含量（质量浓度）比例的干扰情况，结果见表 3-12 所示。

表 3-12 不同 P/Zr 比例对 Zr 测试结果的影响

P/Zr 比例	**0.20 μg/mL**		**较理论值降低比例 %**	**0.60 μg/mL**		**较理论值降低比例 %**	**1.20 μg/mL**		**较理论值降低比例 %**
	吸光度 Abs	**测得值 μg/mL**		**吸光度 Abs**	**测得值 μg/mL**		**吸光度 Abs**	**测得值 μg/mL**	
0.1	0.083	0.198	-1.0	0.259	0.602	0.3	0.493	1.190	-0.8
0.15	0.087	0.207	3.5	0.252	0.587	-2.2	0.495	1.195	-0.4
0.2	0.085	0.202	1.0	0.256	0.597	-0.5	0.499	1.205	0.4
0.25	0.081	0.194	-3.0	0.251	0.583	-2.8	0.486	1.175	-2.1
0.3	0.081	0.193	-3.5	0.247	0.575	-4.2	0.479	1.156	-3.7
0.35	0.083	0.197	-1.5	0.244	0.567	-5.5	0.470	1.136	-5.3
0.4	0.082	0.195	-2.5	0.238	0.555	-7.5	0.459	1.109	-7.6
0.5	0.078	0.186	-7.0	0.237	0.553	-7.8	0.440	1.063	-11.4
0.6	0.076	0.182	-9.0	0.229	0.534	-11.0	0.435	1.042	-13.2

P/Zr 比例	0.20 μg/mL		较理论值降低比例 %	0.60 μg/mL		较理论值降低比例 %	1.20 μg/mL		较理论值降低比例 %
	吸光度 Abs	测得值 μg/mL		吸光度 Abs	测得值 μg/mL		吸光度 Abs	测得值 μg/mL	
0.7	0.074	0.177	-11.5	0.227	0.529	-11.8	0.389	0.932	-22.3

从上表结果可以看出，3 个浓度水平的锆标准溶液中锆的测定值随磷含量的增加整体呈现下降趋势。对于 Zr 含量为 0.20 μg/mL，当 P/Zr 浓度比达到 0.4 时，测定值较理论值的相对偏差为 2.5%，回收率为 97.5%；对于 Zr 含量为 0.60 μg/mL，当 P/Zr 浓度比达到 0.3 时，测定值较理论值的相对偏差为 4.2%，回收率为 95.8%；对于 Zr 含量为 1.20 μg/mL，当 P/Zr 浓度比达到 0.3 时，测定值较理论值的相对偏差为 3.7%，回收率为 96.3%。上述 3 个浓度水平，当 P/Zr 比例进一步增加时，测定值较理论值的相对偏差进一步增大，回收率均降至 95%以下，依据 GB/T 27417-2017 设定回收率合理偏差范围为 95%~105%，暂设定样品中 P 与 Zr 的含量比应不大于 0.3。

5 家一验单位按照主编单位设计的试验方案对 P 元素的干扰程度进行了试验验证，试验现象和测定值变化趋势与主编单位基本一致（见表 3-13），且 3 个锆浓度水平下，当 P/Zr 浓度比不大于 0.3 时，锆的回收率均不低于 95%。综合各单位的试验结果，为保证本方法的准确性，设定样品中 P 与 Zr 的含量比应不大于 0.3，否则不适用于本方法测定。

主编单位探索通过在 Zr-P 的混合体系中添加苦杏仁酸，稳定锆、掩蔽磷的干扰，效果不佳；或通过添加钼酸铵/钒酸铵试剂，迫使磷酸根与钼酸铵、钒酸铵快速生成黄色钼钒磷酸杂多酸络合物，但是实验中锆离子与钼酸铵也会生成部分沉淀，使测试值偏低；或在含 Zr、P 铜合金的消解过程中，添加适量高氯酸，探索通过高温赶酸，降低磷酸根的影响，但是实验中磷酸根失水形成焦磷酸根等形式的化合物，依然稳定存在于混合溶液中，无法消除干扰。

表 3-13 验证单位对 P 元素干扰程度的试验考察结果

P/Zr 比例	②					
	0.20 μg/mL		0.60 μg/mL		1.20 μg/mL	
	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %	测得值 μg/mL	较理论值降低比例 %
0.1	0.202	0.98	0.606	0.98	1.190	-0.81
0.15	0.214	-0.98	0.598	-0.32	1.194	-0.49
0.2	0.202	0.98	0.598	-0.32	1.202	0.16

0.25	0.194	-2.94	0.290	-1.63	1.167	-2.78
0.3	0.190	-4.90	0.594	-0.98	1.155	-3.76
0.35	0.186	-6.86	0.571	-4.90	1.147	-4.41
0.4	0.194	-4.90	0.555	-7.52	1.108	-7.68
0.5	0.182	-8.82	0.555	-7.52	1.096	-8.66
0.6	0.175	-12.75	0.543	-9.48	1.049	-12.58
0.7	0.171	-14.71	0.527	-12.09	1.006	-16.18
P/Zr 比例	③					
	0.20 μg/mL		**0.60 μg/mL**		**1.20 μg/mL**	
	测得值 μg/mL	**较理论值降低比例 %**	**测得值 μg/mL**	**较理论值降低比例 %**	**测得值 μg/mL**	**较理论值降低比例 %**
0.1	0.198	-0.9	0.607	1.1	1.197	-0.3
0.15	0.196	-2.1	0.590	-1.6	1.202	0.2
0.2	0.203	1.6	0.600	0.0	1.212	1.0
0.25	0.196	-2.1	0.588	-2.0	1.180	-1.7
0.3	0.191	-4.6	0.579	-3.6	1.163	-3.1
0.35	0.191	-4.6	0.572	-4.7	1.141	-4.9
0.4	0.186	-7.1	0.558	-7.1	1.114	-7.2
0.5	0.181	-9.6	0.555	-7.5	1.068	-11.0
0.6	0.173	-13.4	0.536	-10.6	1.056	-12.0
0.7	0.168	-15.9	0.532	-11.4	0.944	-21.3
P/Zr 比例	④					
	0.20 μg/mL		**0.60 μg/mL**		**1.20 μg/mL**	
	测得值 μg/mL	**较理论值降低比例 %**	**测得值 μg/mL**	**较理论值降低比例 %**	**测得值 μg/mL**	**较理论值降低比例 %**
0.1	0.199	-0.5	0.605	0.8	1.194	-0.5
0.15	0.204	2.0	0.603	0.5	1.192	-0.7
0.2	0.206	3.0	0.600	0	1.192	-0.7
0.25	0.193	-3.5	0.605	0.8	1.174	-2.2
0.3	0.193	-3.5	0.591	-1.5	1.163	-3.1
0.35	0.195	-2.5	0.585	-2.5	1.130	-5.8
0.4	0.197	-1.5	0.572	-4.7	1.105	-7.9
0.5	0.173	-13.5	0.569	-5.2	1.063	-11.4
0.6	0.168	-16.0	0.532	-11.3	1.062	-11.5
0.7	0.164	-18.0	0.539	-10.2	0.950	-20.8
P/Zr 比例	⑤					
	0.20 μg/mL		**0.60 μg/mL**		**1.20 μg/mL**	
	测得值 μg/mL	**较理论值降低比例 %**	**测得值 μg/mL**	**较理论值降低比例 %**	**测得值 μg/mL**	**较理论值降低比例 %**

0.1	0.199	-0.5	0.598	-0.33	1.194	-0.5
0.15	0.203	1.5	0.590	-1.67	1.201	0.08
0.2	0.195	-2.5	0.594	-1.0	1.201	0.08
0.25	0.193	-3.5	0.587	-2.2	1.198	-0.17
0.3	0.195	-2.5	0.579	-3.5	1.170	-2.5
0.35	0.195	-2.5	0.570	-5.0	1.138	-5.2
0.4	0.193	-3.5	0.547	-8.8	1.106	-7.8
0.5	0.180	-10.0	0.536	-10.7	1.056	-12.0
0.6	0.167	-16.5	0.525	-12.5	1.030	-14.2
0.7	0.154	-23.0	0.516	-14.0	0.952	-20.7
P/Zr 比例	⑥					
	0.20 μg/mL		**0.60 μg/mL**		**1.20 μg/mL**	
	测得值 μg/mL	**较理论值降低比例 %**	**测得值 μg/mL**	**较理论值降低比例 %**	**测得值 μg/mL**	**较理论值降低比例 %**
0.1	0.202	1.0	0.602	0.3	1.192	-0.7
0.15	0.204	2.0	0.584	-2.7	1.192	-0.7
0.2	0.197	-1.5	0.595	-0.8	1.199	-0.1
0.25	0.197	-1.5	0.58	-3.3	1.173	-2.2
0.3	0.195	-2.5	0.575	-4.2	1.158	-3.5
0.35	0.197	-1.5	0.558	-7.0	1.131	-5.8
0.4	0.190	-5.0	0.553	-7.8	1.107	-7.8
0.5	0.185	-7.5	0.547	-8.8	1.056	-12.0
0.6	0.176	-12.0	0.533	-11.2	1.044	-13.0
0.7	0.174	-13.0	0.529	-11.8	0.941	-21.6

3.3.4 方法检出限和定量限的考察

按既定的试验步骤，配制工作曲线系列标准溶液，测定系列标准溶液中 Zr 的吸光度，绘制工作曲线，见图 3-1 和表 3-14。

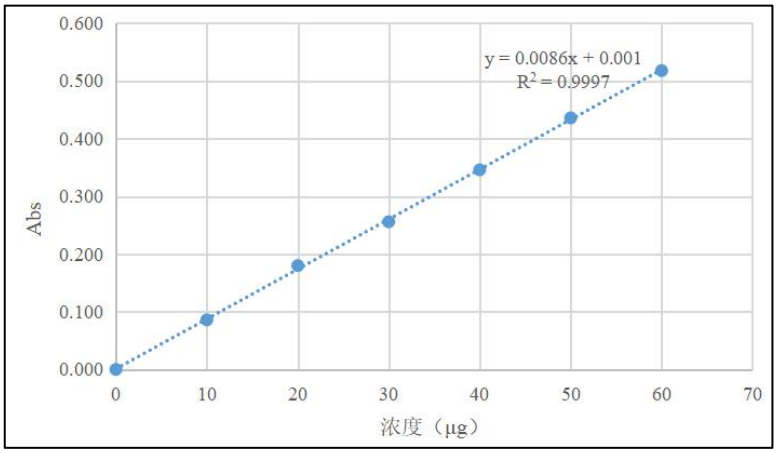

图 3-1 锆含量测定的工作曲线图

表 3-14 工作曲线相关信息

检出量（μg）	0	10	20	30	40	50	60
吸光度（Abs）	0.000	0.086	0.180	0.256	0.346	0.436	0.518
曲线方程及相关系数	y=0.0086x+0.001，R^2=0.9997						

独立测定 11 次样品空白，计算吸光度测量结果的标准偏差，以 3 倍标准偏差所对应的浓度或检出量作为该测量方法的检出限，以 10 倍标准偏差所对应的浓度或检出量作为该测量方法的定量限，结果见表 3-15 所示。

表 3-15 检出限和定量限考察结果

11 次空白试验吸光度的测试结果	平均值	*s*	3*s*	10*s*	检出限 μg	定量限 %
0.002，0.007，0.004，0.000，0.006，0.001，0.001，0.000，0.002，0.006，0.004	0.003	0.003	0.009	0.030	0.93	0.003

上表结果表明，工作曲线的线性相关系数大于 0.999，线性相关性良好，该方法的定量限（0.003%）低于本标准设定的测定范围下限（0.010%），能够满足定量分析的要求。

5 家一验单位均开展了方法检出限和定量限的考察，结果见表 3-16。

表 3-16 验证单位对方法检出限和定量限的试验考察结果

实验室编号	吸光度测定值	吸光度的标准偏差	检出限 μg	定量限 %
②	0.003，0.006，0.001，0.006，0.000，0.002，0.001，0.001，0.002，0.001，0.004	0.002	1.22	0.004
③	0.001，0.003，0.007，0.000，0.007，0.002，0.006，0.001，0.004，0.007，0.003	0.003	0.88	0.003
④	0.001，0.003，0.002，0.001，0.004，0.000，0.002，0.001，0.001，0.005，0.000	0.002	0.66	0.002
⑤	0.005，0.004，0.001，0.002，0.004，0.002，0.003，0.003，0.000，0.001，0.006	0.002	0.41	0.001
⑥	0.0038，0.0012，0.0037，0.0015，0.0049，0.0044，0.0015，0.0014，0.0035，0.0006，0.0005	0.002	0.58	0.002

从上表结果可以看出，各验证单位的检出限为 0.41 μg~1.22 μg，定量限为 0.001%~0.004%，均小于本方法设定的测定范围下限，能够满足定量分析的要求。

3.3.5 方法精密度试验

3.3.5.1 主编单位的精密度试验

选取四个不同 Zr 含量水平的样品，分别为 1#（Zr 质量分数 0.01X%）、2#（Zr 质量分数 0.06X%）、3#（Zr 质量分数 0.2X%）、4#（Zr 质量分数 0.6X%）开展方法的精密度试验。按照选定的试验步骤对每个样品独立测试 9 次，结果见表 3-17 所示。

其中 1#样品为模拟样品，制备方法为：准确称取 0.5000 g 纯铜（w_{Cu}≥99.99%，w_P＜0.002%）于 100 mL 烧杯中，加入 50 μg Zr（可加入锆标准溶液），按照的既定的试验步骤进行样品溶解和测试。

表 3-17 主编单位的精密度试验结果

No.	测定结果/%											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	平均值	SD	RSD
1#	0.009	0.010	0.011	0.009	0.010	0.009	0.010	0.009	0.010	0.010	0.00071	7.4
2#	0.062	0.061	0.062	0.063	0.062	0.061	0.061	0.062	0.062	0.062	0.00067	1.1
3#	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.22	0.21	0.21	0.0050	2.4
4#	0.64	0.62	0.64	0.62	0.63	0.63	0.63	0.62	0.62	0.63	0.0084	1.4

从上表结果可以看出，4 个样品精密度试验结果的 RSD 为 1.1%~7.4%。

3.3.5.2 各验证单位的精密度试验

10 家验证单位按照既定的试验步骤开展精密度试验，即每家验证单位在各自重复性条件下分别对 1#、2#、3#、4#样品独立测定 9 次。各验证单位的精密度试验数据详见附录 A（见表 A-1）。

3.3.6 方法正确度试验

选取 1#、2#和 3#样品开展方法的正确度试验。

3.3.6.1 标准样品比对

2#样品为有证标准样品（CRM），证书给出的标准值及其不确定度为 0.063%±0.008%，结合表 3-17 的精密度试验结果，采用一致性检验中的 En 值判断测量结果的差异值是否在可接受的合理范围内，即当$|E\text{n}|$≤1 时，判定比对结果满意；当$|E\text{n}|$>1 时，判定比对结果不满意，En 值计算公式如下：

$$E_n = \frac{X_{\text{测量值}} - X_{\text{标准值}}}{\sqrt{U_{\text{测试}}^2 + U_{\text{标准样品}}^2}}$$

在本次试验中，CRM 的不确定度远大于实验室内部测试的不确定度，为简化计算，假定 $U_{\text{测试}}$=0，则$|E\text{n}|$=0.125<1，实验室测试结果与 CRM 标准值在统计学上具有良好的一致性，结果可接受。

5 家一验单位均采用相同试验步骤对同一种样品（2#样品）进行测试，En 值判断结果均为可接受，即测定值与标准值之间无显著性差异（见表 3-19），表明本方法正确度良好。

表 3-19 验证单位的标准样品比对测试结果

实验室编号	测试平均值 %	*E*n 值	比对结果
②	0.063	0	一致性良好
③	0.062	0.125	一致性良好
④	0.063	0	一致性良好
⑤	0.061	0.25	一致性良好
⑥	0.063	0	一致性良好

3.3.6.2 加标回收试验

采用 1#和 3#样品，分别按其本底值的 0.5 倍、1 倍和 2 倍加入一定含量的 Zr，按照既定的试验步骤进行测定，计算 Zr 的回收率，结果见表 3-20 所示。

表 3-20 1#-和 3#样品的加标回收试验结果

样品编号	样品中锆量 μg	加入锆量 μg	测得锆量 μg	加标回收率 %
1#	0	50	49	98.0
	0	100	99	99.0
	0	200	202	101.0
3#	630	300	945	105.0
	210	200	419	104.5
	210	400	605	98.8

从上表结果可以看出，加标回收率为 98.0~105.0%。

5 家一验单位按照主编单位的试验方案开展了加标回收试验，加标回收率为 95.6%~105.0%（见表 3-21），表明本方法正确度良好，满足对铜及铜合金中 Zr 含量定量分析的要求。

表 3-21 验证单位的加标回收试验结果

No.	本底值 μg	加入量 μg	回收率/%				
			②	③	④	⑤	⑥
1#	0	50	100.6	95.6	98.8	98.0	97.0
	0	100	98.2	101.2	100.2	100.0	98.5
	0	200	102.9	98.5	100.6	100.5	104.0
3#	630	300	98.5	99.0	100.8	104.7	103.3
	210	200	99.1	101.5	100.6	104.0	105.0

No.	本底值 μg	加入量 μg	回收率/%				
			②	③	④	⑤	⑥
	210	400	102.5	100.3	99.6	99.5	97.5

3.3.7 方法的重复性和再现性评估

根据 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》的要求，先后采用科克伦（*Cochran*）法和格拉布斯（*Grubbs*）法对各实验室的精密度试验结果进行离群值检验然后对剔除离群值后的每个样品水平的测试数据进行统计，计算方法的重复性限和再现性限。

3.3.7.1 科克伦（*Cochran*）检验

对于每个样品水平，将各实验室精密度测试结果的平均值重新组成一组新的数据组，视为单次测定值，采用 *Cochran* 法对每个水平的测试数据进行等精度检验，将一个数据组中的最大方差与该数据组的方差和进行比较，按照下式计算统计量 $C_{\max}$：

$$C_{\max} = s_{\max}^2 \Big/ \sum_{i=1}^{m} s_i^2$$

根据所取显著性水平α、数据组数 m 和重复测定次数 n，查得 *Cochran* 临界值 $C(\alpha, m, n)$。当统计量 $C_{\max}$ 小于显著性水平α=0.05 下的临界值，则判定为正常值；当 $C_{\max}$ 大于显著性水平α=0.05 下的临界值，且小于显著性水平α=0.01 下的临界值时，则判定为岐离值，此时该测量值若非技术错误导致，则仍可计入后续统计；当 $C_{\max}$ 大于显著性水平α=0.01 下的临界值时，则判定为离群值，应当剔除，结果见表 3-22。

表 3-22 *Cochran* 检验结果

样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
数据组数	11	11	11	11
$s_{\max}$ /%	0.00087	0.0015	0.0083	0.018
$s^2{}_{\max}$ /%	0.0000010	0.0000020	0.000069	0.00033
$\sum_{i=1}^{m} s_i^2$ /%	0.0000037	0.0000090	0.00043	0.0011
$C_{\max} = s_{\max}^2 \Big/ \sum_{i=1}^{m} s_i^2$	0.2703	0.2223	0.1605	0.3000
$C(\alpha, m, n)$	$C(0.05, 11, 9)$=0.2364 $C(0.01, 11, 9)$=0.2740	$C(0.05, 11, 9)$=0.2364 $C(0.01, 11, 9)$=0.2740	$C(0.05, 11, 9)$=0.2364 $C(0.01, 11, 9)$=0.2740	$C(0.05, 11, 9)$=0.2364 $C(0.01, 11, 9)$=0.2740
崎离值（Y/N）	Y	N	N	N

样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
离群值（Y/N）	N	N	N	Y

从上表结果可以看出，对于水平 1，⑥号实验室的测定结果为歧离值，由于水平 1 为模拟样品，各实验室精密度水平相当，为了避免该水平的重复性限和再现性限过小导致方法适用性降低，⑥号实验室的测定结果仍计入后续统计；对于水平 4，⑧号实验室的测定结果为离群值，应当删除。

对于水平 4，删除离群值后的数据组再次进行 *Cochran* 检验，结果见表 3-23。

表 3-23 水平 4 第二次 *Cochran* 检验结果

样品水平	数据组数	$s_{\max}$ %	$s^2{}_{\max}$ %	$\sum_{i=1}^{m} s_i^2$ %	$C_{\max}$	判定结果
水平 4	10	0.016	0.00025	0.00074	0.3378	离群值
注：临界值 $C(0.05, 10, 9)=0.2541$，$C(0.01, 10, 9)=0.2945$。						

从上表结果看出，⑥实验室的测定结果为离群值，应当剔除。对剔除离群值后的数据组再次进行 *Cochran* 检验，结果见表 3-24。

表 3-24 水平 4 第三次 *Cochran* 检验结果

样品水平	数据组数	$s_{\max}$ %	$s^2{}_{\max}$ %	$\sum_{i=1}^{m} s_i^2$ %	$C_{\max}$	判定结果
水平 4	9	0.0084	0.000071	0.00049	0.1449	无离群值
注：临界值 $C(0.05, 9, 9)=0.2768$，$C(0.01, 9, 9)=0.3207$。						

从上表结果看出，对于水平 4，当剔除⑥和⑧实验室的测定结果后，剩余数据组已无歧离值和离群值。

3.3.7.2 格拉布斯（*Grubbs*）检验

采用 *Grubbs* 法对 *Cochran* 检验剔除离群值后的数据组进行检验和判定。对于每个样品水平，按照下列公式计算该组数据中最大值和最小值的 *Grubbs* 统计量：

$$G_{\mathrm{n}} = \frac{x_{\max} - \bar{x}}{s}$$

$$G_{1} = \frac{\bar{x} - x_{\min}}{s}$$

当统计量 G_{n} 或 G_1 小于显著性水平α=0.05 下的临界值时，则判定为正确值；当 G_{n} 或 G_1 大于显著性水平α=0.05 下的临界值，且小于显著性水平α=0.01 下的临界值时，则

判定为岐离值，此时该测量值若非技术错误导致，则仍可计入后续统计；当 G_n 或 G_1 大于显著性水平α=0.01 下的临界值时，则判定为离群值，应当剔除或结合分析方法的精密度做进一步技术分析。各样品水平 *Grubbs* 统计结果见表 3-25。

表 3-25 *Grubbs* 检验结果

样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
数据组数	11	11	11	9
总平均值/%	0.010	0.062	0.21	0.62
均值的标准差/%	0.00045	0.0017	0.0063	0.012
最大均值/%	0.011	0.064	0.22	0.64
最小均值/%	0.009	0.058	0.20	0.60
G_n	2.236	1.029	1.581	1.789
G_1	2.236	2.545	1.581	1.789
$\lambda(\alpha, n)$	λ(0.05,11)=2.355 λ(0.01,11)=2.564	λ(0.05,11)=2.355 λ(0.01,11)=2.564	λ(0.05,11)=2.355 λ(0.01,11)=2.564	λ(0.05,9)=2.215 λ(0.01,9)=2.387
崎离值（Y/N）	N	Y	N	N
离群值（Y/N）	N	N	N	N

从上表结果看出，对于水平 2，⑦实验室的测定结果为岐离值，但仍计入后续统计；其他水平均无岐离值和离群值。

3.3.7.3 重复性限和再现性限的计算

基于上述离群值检验后的数据计算方法的重复性限（r）和再现性限（R），结果见表 3-26。

表 3-26 方法的重复性限和再现性限计算结果

样品水平	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
有效数据组	11	11	11	9
总平均值$\bar{x}$/%	0.010	0.062	0.21	0.62
重复性方差 s_r^2/%	0.00000034	0.00000082	0.000039	0.000055
实验室间方差 s_L^2/%	0.00000012	0.0000027	0.000037	0.00013
再现性方差 s_R^2/%	0.00000046	0.0000035	0.000076	0.00019
重复性标准偏差 s_r/%	0.00059	0.00090	0.0062	0.0075
再现性标准偏差 s_R/%	0.00068	0.0019	0.0087	0.014
重复性限 r/%	0.0017	0.0026	0.018	0.021
重复性限 R/%	0.0019	0.0053	0.025	0.040
注：r=2.83S_r，R=2.83S_R。				

综上，4 个 Zr 含量水平下的方法重复性限和再现性限汇总见表 3-27 所示。

表 3-27 本方法的重复性限（*r*）和再现性限（*R*）

w_{Zr}/%	0.010	0.062	0.21	0.62
r/%	0.002	0.003	0.02	0.03
R/%	0.002	0.006	0.03	0.04

3.4 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

3.4.1 先进性、创新性

本标准在修订过程中充分考虑了当前铜及铜合金产品研发、生产、应用及检测等各个环节的实际需求，扩展了标准的测定范围，通过大量试验研究和多家实验室验证，探明了共存元素干扰情况，更新了精密度数据。因此，本标准在分析范围的全面性、技术可靠性、精密度数据充分性等方面体现了化学成分分析的技术水平，具有先进性、创新性和引领性。

3.4.2 经济效益

本标准的修订及后续发布实施将为国内铜及铜合金生产企业开展产品质量控制、工艺升级等工作，以及为研发单位开展新型铜合金材料提供统一的分析检测的技术规范，对于生产企业的提质升级和研发机构的科技创新起到重要的支撑作用，有助于提升铜及铜合金产业的整体水平，提高生产效率和市场竞争力，产生巨大的经济效益。

3.4.3 社会效益

本标准的修订将进一步优化我国铜及铜合金化学分析方法的标准体系，增强国家标准 GB/T 5121 系列的适用性、规范性和协调性，更好地配套支撑铜及铜合金相关产品标准和技术规范的实施应用；同时本标准的修订将进一步有助于增加不同实验室间检测结果的一致性和可比性，对于减少供应商和客户之间因分析差异造成的贸易纠纷、促进我国铜产业的高质量发展起到重要的支撑推动作用。

3.4.4 生态效益

本标准的修订及后续发布实施将有助于推动国内铜产业的提质升级，助力铜及铜合金生产企业采用更加高效、环保的生产工艺，同时支撑上游研发机构开发出高附加值、可持续的铜合金绿色产品，促进新型铜合金产品在航空航天、电子信息、新能源等战新产业推广应用。

四、与国际标准和国外先进标准技术内容的对比

经查询，目前现行的铜及铜合金化学分析方法 ISO 标准主要涉及 As、Bi、Cd、Cr、

Cu、Fe、Ni、P、Pb、S、Sb 等元素，然而没有包含 Zr 含量的测定。美国 ASTM 标准主要涉及 Al、Ag、Cu、Fe、Ni、O、Pb、Sn、Zn 等元素，没有包含 Zr 含量的测定。欧盟 EN 标准 EN 15063-2:2007《铜及铜合金-主要成分及杂质含量-波长色散 X 荧光光谱法-第 2 部分：常规方法》和 EN 15079-2015《铜及铜合金 火花放电发射光谱法分析》分别采用波长色散 X 荧光光谱（XRF）法和火花放电直读光谱（Spark-OES）法测定铜及铜合金中的 Zr 元素。日本 JIS H 1292:2018《铜合金-X 射线荧光光谱法分析》采用 XRF 法测定铜及铜合金中 0.01%~0.2%的 Zr 含量；JIS H 1074:2020《铜及铜合金中锆含量测定方法》分别采用水化酸铁沉淀分离-二甲酚橙分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法测定铜及铜合金中 0.04%~0.08%和 0.01%~0.20%的 Zr 含量。综上所述，本标准与 JIS H 1074:2020 相比，元素含量测定范围更宽，标准的适用性更广，且无需采用水化酸铁沉淀分离，可操作性更强，分析效率更高，达到了国际先进水平。

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

目前 ISO 标准没有包含 Zr 含量的测定。其他国外标准，如美国 ASTM、欧盟 EN 等，均没有包含二甲酚橙分光光度法测定铜及铜合金中锆含量的分析方法标准；日本 JIS H 1074:2020《铜及铜合金中锆含量测定方法》采用水化酸铁沉淀分离-二甲酚橙分光光度法测定铜及铜合金中 0.02%~0.04%的 Zr 含量。本标准通过自主研发和不断优化，形成了更符合我国国情、覆盖范围更广、操作性更强的分析方法标准，填补了国内经典化学分析法测定铜及铜合金中锆含量的标准空白。因此，本标准不涉及以国际标准为基础的起草情况，也不涉及采用国际标准和国外标准的情况。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准的技术内容与现行的相关法律、法规没有冲突。本标准是 GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》系列国家标准的一部分，该系列标准已被强制性国家标准 GB 24459-2009《铍铜合金防爆工具》所引用，成为该产品标准配套的化学成分分析方法标准，有力支撑了标准的实施应用。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

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

1）建议本标准继续作为推荐性国家标准发布。

2）建议在标准实施前应保证标准文本在铜及铜合金相关研发、生产和应用单位及第三方检测机构中有充足的供应，这是保证新标准贯彻实施的基础。制定切实可行的贯彻措施，针对标准使用的不同对象，有侧重地开展标准的宣贯培训，加强示范推广。

3）建议对新标准实施情况进行跟踪调查，及时发现标准实施过程中的问题，并不断修改完善，提高标准的科学性、合理性、协调性和可操作性。

4）建议本标准批准发布6个月后实施。在新标准实施之日起废止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》。

十、公平竞争审查

本标准修订过程中，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20部分：锆含量的测定》编制组

2026年10月

附录 A：各验证单位的精密度试验原始数据

表 A.1 各验证单位的精密度试验原始数据表

实验室编号	样品编号	w_{Zr}/%								
		测定次数 *n*								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
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
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

实验室编号	样品编号	w_{Zr}/%								
		测定次数 *n*								
		1	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**
	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