

## 中国船舶工业行业协会团体标准

T/CANSI 88—2022

---

### 船用铜及铜合金中铜含量的测定 电解加电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of copper content in marine copper and copper alloys-  
Electrolytic and inductively coupled plasma atomic emission spectrometric  
method

2022-11-22 发布

2022-11-22 实施

---

中国船舶工业行业协会 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》给出的规则起草。

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。

本文件由中国船舶工业行业协会标准化分会归口。

本文件起草单位：上海外高桥造船有限公司、中国船舶集团有限公司综合技术经济研究院。

本文件主要起草人：鲁勇敏、龚超、冯国寅、唐露蓉、张容、王靖瑶。



# 船用铜及铜合金中铜含量的测定

## 电解加电感耦合等离子体发射光谱法

### 1 范围

本文件规定了船用铜及铜合金材料中铜含量测定的原理、试剂、仪器、试验步骤、试验结果计算、精密度、试验报告等。

本文件适用于船用铜及铜合金材料中铜元素含量的测定，测定范围为50.00%~99.99%。

### 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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

试料用硝酸溶解后，用双氧水还原氮的氧化物，调节恒电位电解仪的电流密度为8.0 A/dm<sup>2</sup>进行电解，使铜在铂阴极上析出，阴极烘干后称重，电解液中残留的铜量用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定后，测得铜的总量。

### 5 试剂

5.1 所有试剂和水，除非另有规定，应使用分析纯及以上级别的化学试剂和新制备的符合GB/T 6682—2008规定的二级及以上水。

5.2 混合酸：28 单位体积冰乙酸（ $\rho=1.05$  g/mL）、22 单位体积硝酸（ $\rho=1.40$  g/mL）、50 单位体积磷酸（ $\rho=1.69$  g/mL），混合，冷却。

5.3 硝酸（1+1）：1 单位体积硝酸（ $\rho=1.40$  g/mL）和 1 单位体积水混合，冷却。

5.4 氢氟酸， $\rho=1.13$  g/mL。

5.5 过氧化氢（1+4）：1 单位体积过氧化氢（ $\rho=1.11$  g/mL）和 4 单位体积水混合，冷却。

5.6 氯化铵溶液，0.02 g/L。

T/CANSI 88—2022

- 5.7 硝酸铅溶液，6 g/L。
- 5.8 无水乙醇， $\rho=0.7893$  g/mL。
- 5.9 丙酮， $\rho=0.7899$  g/mL。
- 5.10 铜标准溶液，1.000 mg/L，市售。

## 6 仪器

- 6.1 恒电位电解仪：带有自动搅拌和加热功能。
- 6.2 恒温烘箱。
- 6.3 铂阴极：用直径约 0.2 mm 的铂丝，编织成每平方厘米约 360~400 孔的铂网，再制成高约 50 mm，直径为 40 mm~50 mm 的网状圆筒形，并用宽为 1 mm 的铂铱或铂铑合金片沿圆柱体的圆周将圆柱体上下两端焊接加固，另一边则焊成一总长为 130 mm~150 mm、直径约为 1.5 mm 的铂合金丝，以此作为电极柄，同时也起到加固铂网的作用。
- 6.4 铂阳极：用直径约为 1.5 mm 的铂合金丝制成，螺旋形阳极的螺旋部分高约 50 mm，螺旋直径为 40 mm~50 mm，环圈宽约 15 mm，电极的总高度为 130 mm~150 mm。
- 6.5 电感耦合等离子体发射光谱仪（以下简称 ICP-OES）。
- 6.6 电子天平，精度为 0.0001 g。
- 6.7 250 mL 聚四氟乙烯烧杯，带对剖的表面皿。
- 6.8 实验室常规器皿：使用硝酸（5.3）浸泡 24 小时后再进行洗涤，以满足实验用器皿的清洁要求。

## 7 试验步骤

### 7.1 试样

- 7.1.1 厚度为不大于 1 mm 的碎屑。
- 7.1.2 取试样约 12 g，置于 250 mL 烧杯中，倒入混合酸（5.2）至浸没试样，摇晃 5 s 将表面氧化层洗去后立即倒去酸溶液，反复用水冲洗试样至洗净，再用无水乙醇（5.8）洗涤两次，将清洗后的试样置于大表面皿上，铺开，用吹风机吹干后置于干燥器中备用。

### 7.2 试料

称取 5 g 试样，精确至 0.1 mg。

### 7.3 测定次数

独立进行二次测定，取其平均值。

### 7.4 测定

- 7.4.1 将试料置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 40 mL 硝酸（5.3），盖上聚四氟乙烯表面皿，待反应接近结束，加热至试料完全溶解。

注：如果试料中含有硅，需要在溶解时滴加氢氟酸（5.4），使溶液澄清。

- 7.4.2 加入 10 mL 过氧化氢 (5.5)，5 mL 硝酸铅溶液 (5.7)，用氯化铵溶液 (5.6) 洗涤表面皿和杯壁并稀释至体积约为 150 mL。
- 7.4.3 将铂阳极和精确称量过的铂阴极安装在恒电位电解仪上，使网浸没在溶液中，用两半片聚四氟乙烯表面皿盖上烧杯。
- 7.4.4 在搅拌下进行电解（电流密度  $8.0 \text{ A/dm}^2$ ）。电解 30 min 后，用水洗涤表面皿、杯壁和电极杆，继续电解 10 min。若新浸没的电极部分无铜析出，表示已电解完全。
- 7.4.5 不切断电源，慢慢地提升电极，立即用 30 mL 水淋洗电极，迅速取下铂阴极，并依次浸入无水乙醇 (5.8) 和丙酮 (5.9) 中，立即放入  $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  的恒温烘箱中干燥 5 min，取出置于干燥器中，冷却至室温后称重。
- 7.4.6 将电解析出铜后的溶液和洗涤电极的水低温蒸发至总体积约为 20 mL，冷却合并溶液并移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀定容，随即将溶液转移至聚四氟乙烯烧杯中。
- 7.4.7 移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 铜标准溶液 (5.10)，于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 40 mL 硝酸 (5.3) 和 5 mL 硝酸铅溶液 (5.7)，用氯化铵溶液 (5.6) 稀释至刻度，混匀。
- 7.4.8 使用 ICP-OES，在波长 324.7 nm 处，按质量分数高低选择工作曲线的光谱强度测定铜标准溶液，当工作曲线线性  $r \geq 0.999$  时，对电解后的试样溶液进行测定，检查铜元素谱线的背景并在适当的位置进行背景校正，由计算机自动给出电解后试样溶液中铜的含量。

## 7.5 空白试验

随同试料按 7.4 的步骤做空白试验，空白试验与测试平行进行。

## 8 试验结果计算

按公式 (1) 计算铜的质量分数 ( $w$ )，数值以 % 表示：

$$w = [(m_1 - m_2) / m_0 + (\rho V \times 10^{-3}) / m_0] \times 100 \quad \dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——铂阴极与沉积铜的总质量，单位为克 (g)；

$m_2$ ——铂阴极的质量，单位为克 (g)；

$\rho$ ——ICP-OES 自动给出电解后试样溶液中铜的含量，单位为毫克每升 (mg/L)；

$V$ ——电解后定容的试样溶液体积，单位为升 (L)；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克 (g)。

所得结果表示至小数点后二位。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象（铜含量 72.25%）相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 0.1%，以大于这两个测定值的算术平均值的 0.1% 的情况不超过 5% 为前提。

## 9.2 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象（铜含量72.25%）相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的0.2%，以大于这两个测定值的算术平均值的0.2%的情况不超过5%为前提。

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 试验对象；
  - 环境温湿度；
  - 本文件编号；
  - 使用的仪器型号；
  - 使用的分析线；
  - 检测中发现的异常；
  - 试验日期；
  - 试验结果。
-