

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7520.6—2017
代替 JB/T 7520.6—1994

铜基钎料化学分析方法 第 6 部分: 镍量测定

**Methods for chemical analysis of copper base brazing filler metals—Part 6:
Determination of nickel content**

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件..... 1

3 总则 1

4 方法一：丁二酮肟光度法..... 1

 4.1 原理..... 1

 4.2 试剂..... 1

 4.3 仪器设备..... 2

 4.4 试验步骤..... 2

 4.5 试验数据处理..... 3

 4.6 允许差..... 3

5 方法二：电感耦合等离子体原子发射光谱法..... 3

 5.1 原理..... 3

 5.2 试剂及材料..... 3

 5.3 仪器设备..... 4

 5.4 试验步骤..... 4

 5.5 试验数据处理..... 6

 5.6 精密度..... 6

 5.7 质量保证和控制..... 6

表 1 允许差..... 3

表 2 试料量及稀释体积..... 4

表 3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定条件（推荐） 5

表 4 重复性限..... 6

表 5 再现性限..... 6

前 言

JB/T 7520《铜基钎料化学分析方法》分为六个部分：

- 第1部分：铜量测定；
- 第2部分：银量测定；
- 第3部分：磷量测定；
- 第4部分：铈量测定；
- 第5部分：锡量测定；
- 第6部分：镍量测定。

本部分为 JB/T 7520 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 JB/T 7520.6—1994《磷铜钎料化学分析方法 丁二酮肟光度法测定镍量》，与 JB/T 7520.5—1994 相比主要技术变化如下：

- 修改了本部分名称；
- 将原标准中“磷铜钎料”改为“铜基钎料”；
- 范围中扩大镍量测试范围至 0.000 1%~11.00%（质量分数）；
- 增加了规范性引用文件；
- 增加了总则；
- 增加了仪器；
- 修改了溶液浓度的表示方法；
- 修改了称取试料量的表示；
- 修改了计算式中量的表示；
- 增加了方法二：电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 增加了数据修约的表述。

本部分由中国机械工业联合会提出。

本部分由全国焊接标准化技术委员会（SAC/TC 55）归口。

本部分起草单位：机械科学研究院哈尔滨焊接研究所、杭州华光焊接新材料股份有限公司、郑州机械研究所、浙江亚通焊材有限公司、常熟市华银焊料有限公司。

本部分主要起草人：蒋士芹、杨晶秋、金李梅、龙伟民、顾小龙、顾立勇、吕晓春、苏金花。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- JB/T 7520.6—1994。

铜基钎料化学分析方法 第6部分：镍量测定

1 范围

JB/T 7520 的本部分规定了铜基钎料中镍量测定的总则、原理、试剂、仪器设备、试样、试验步骤、试验数据处理、允许差等内容。

本部分方法一适用于铜基钎料中质量分数为 0.20%~0.80%镍含量的测定；方法二适用于铜基钎料中质量分数为 0.000 1%~11.00%镍含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原理

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法

3 总则

3.1 除非另有说明，在分析中仅使用确认的分析纯试剂；所用水为蒸馏水、去离子水或相当纯度的水，且应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内，其性能应达到检定要求的技术参数指标；玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 规定的 A 级，具体使用方法应符合 GB/T 12810 的要求。

4 方法一：丁二酮肟光度法

4.1 原理

试样经盐酸和过氧化氢溶解后，加入碘酸钾将大量铜分离，用柠檬酸盐掩蔽锡等干扰元素，在氧化剂存在下，加入丁二酮肟，与镍离子生成红褐色络合物，借此进行光度测定。

4.2 试剂

4.2.1 纯铜（铜的质量分数不小于 99.99%、待测元素的质量分数不大于 0.000 05%）。

4.2.2 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ），优级纯。

4.2.3 过氧化氢〔市售 30%（质量分数）〕。

4.2.4 碘化钾溶液（300 g/L）。

4.2.5 柠檬酸铵溶液（500 g/L）。

4.2.6 镍标准溶液：称取 0.100 0 g 纯镍（其质量分数不小于 99.99%）于 150 mL 烧杯中，分别加入 5 mL 硝酸（1+1），加热溶解、煮沸除去氮的氧化物，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至

刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 镍。

注：允许使用有证系列国家标准物质（溶液）。

4.2.7 丁二酮肟溶液（1 g/L）：称取 1 g 丁二酮肟溶于 1 000 mL 氨水（1+1）中。

4.3 仪器设备

4.3.1 分析天平：可精确至 0.1 mg。

4.3.2 分光光度计。

4.4 试验步骤

4.4.1 试料

称取 0.1 g 试料（粉末或屑样），精确至 0.1 mg。

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.4.2 空白试验

称取与试料量相同的纯铜（4.2.1）随同试料做空白试验。

4.4.3 试料的处理

将试料（4.4.1）置于 100 mL 两用瓶中，加入 3 mL 盐酸（4.2.2）及 2 mL 过氧化氢（4.2.3），待试样溶解后，煮沸 30 min 使过量的过氧化氢分解，冷却，加水至 60 mL 左右，加入 10 mL 碘化钾溶液（4.2.4），以水稀释至刻度，混匀，用中速滤纸干过滤。

4.4.4 试验溶液的制备、显色

准确吸取 10 mL 溶液（4.4.3）置于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 柠檬酸铵溶液（4.2.5）、10 mL 水、10 mL 丁二酮肟溶液（4.2.7），以水稀释至刻度，放置 15 min。

4.4.5 吸光度测量

4.4.5.1 概述

仪器波长设定在 530 nm 处，用 3 cm 吸收皿进行测定。当设备具有计算机系统控制功能时，工作曲线的建立、校标（漂移校正、标准化、重新校准）和镍含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

4.4.5.2 试液的测定

将部分样品溶液移入 3 cm 吸收皿中，以随同试料空白液为参比，于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的镍的质量。

4.4.6 校准工作曲线的绘制

称取 0.1 g 纯铜（4.2.1）六份，精确至 0.1 mg。分别置于两用瓶中，加入 3 mL 盐酸（4.2.2）及 2 mL 过氧化氢（4.2.3），待试样溶解后，煮沸 30 min 使过量的过氧化氢分解，冷却。依次准确加入 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL 镍标准溶液（4.2.6），加水至 60 mL 左右，加入 10 mL 碘化钾溶液（4.2.4），以水稀释至刻度，混匀。用中速滤纸干过滤。

以下按 4.4.4 操作。以 0 mL 显色液为参比液，于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度，以镍量的质量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.5 试验数据处理

镍含量（质量分数）以 $\omega(\text{Ni})$ 计，数值以%表示，按公式（1）计算。

$$\omega(\text{Ni}) = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-3}}{m_0 V_1} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的镍含量，单位为毫克（mg）；

V_0 ——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；

V_1 ——分取试样的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果精确至小数点后第二位。

4.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。用标准试样校验时，分析结果与标准试样的标准值之差，应不大于表1所列允许差的二分之一。

表1 允许差

镍含量（质量分数） %	允许差（质量分数） %
0.20~0.80	0.05

5 方法二：电感耦合等离子体原子发射光谱法

5.1 原理

试样用硝酸、硝酸和盐酸混合酸、硫酸分解。在酸性介质中，使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于对应的波长处测量镍的质量分数。当镍含量不大于0.001%（质量分数）时，电解除铜分离富集。

5.2 试剂及材料

5.2.1 纯铜（铜的质量分数不小于99.99%，待测元素的质量分数不大于0.000 05%）。

5.2.2 碳酸铵，优级纯。

5.2.3 氨水（ $\rho=0.91 \text{ g/mL}$ ），优级纯。

5.2.4 硝酸（ $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ ），优级纯。

5.2.5 硝酸（1+1）。

5.2.6 硝酸（1+5）。

5.2.7 硝酸（1+100）。

5.2.8 盐酸（ $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ ），优级纯。

5.2.9 盐酸（1+1）。

5.2.10 盐酸（1+120）。

5.2.11 混合酸：1单位体积盐酸（5.2.8）、3单位体积硝酸（5.2.4）、4单位体积水。

5.2.12 硫酸（ $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ ），优级纯。

5.2.13 硫酸（1+1）。

5.2.14 硝酸锰（1+10）。

5.2.15 氢氧化钠溶液（100 g/L）。

5.2.16 硝酸铅溶液（10 g/L）。

5.2.17 酚酞乙醇溶液 (10 g/L)。

5.2.18 镍标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 纯镍（其质量分数不小于 99.99%）于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸（5.2.5），加热溶解、煮沸除去氮的氧化物，冷却，移入一组 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此组溶液 1 mL 中分别含 1 mg 镍。

注：允许使用有证系列国家标准物质（溶液）。

5.2.19 镍标准溶液 A：将镍标准贮存溶液（5.2.18）稀释为每毫升中含 10 μg 镍，并与镍标准贮存溶液保持一致的酸度。

5.2.20 镍标准溶液 B：将镍标准贮存溶液（5.2.18）稀释为每毫升中含 100 μg 镍，并与镍标准贮存溶液保持一致的酸度。

5.2.21 氩气（体积分数 $\geq 99.99\%$ ）。

5.3 仪器设备

5.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：

——分光室具有抽真空或驱气功能；

——200 nm 处光谱分辨力应小于 0.01 nm。

5.3.2 具有自动搅拌装置的恒电流电解器，附有网状铂阴极、螺旋状铂阳极。

5.4 试验步骤

5.4.1 试料

按表 2 称取试料，精确至 0.1 mg。

表2 试料量及稀释体积

质量分数 %	试料量 g	稀释体积 mL
>0.0001~0.001	5.0	50
>0.001~0.10	1.0	100
>0.10~7.00	0.1	100
>7.00~11.00	0.1	200

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4.3 试料溶液的制备

5.4.3.1 镍元素质量分数为 0.001%~11%：

——不含银的试样：将试料（5.4.1）置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL~15 mL 混合酸（5.2.11），盖上表面皿，加热至试料完全溶解，用水洗涤表面皿及杯壁，冷却。按表 2 移入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

——含银不含锡的试样：将试料（5.4.1）置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL~15 mL 硝酸（5.2.5），盖上表面皿，加热至试料完全溶解，用水洗涤表面皿及杯壁，冷却。按表 2 移入容量瓶中，用水稀释刻度，混匀。

——含银、锡的试样：将试料（5.4.1）置于 150 mL 烧杯中，加入 5 mL 硝酸（5.2.5）、10 mL 硫酸（5.2.13），盖上表面皿，加热至试料完全溶解，用水洗涤表面皿及杯壁，冷却。按表 2 移入

容量瓶中，用水稀释刻度，混匀。

5.4.3.2 镍质量分数不大于 0.001%:

- 将试料（5.4.1）置于 250 mL 高型烧杯中，加入 40 mL 硝酸（5.2.5），盖上表面皿，加热至试料完全溶解，煮沸除尽氮的氧化物。用水洗涤表面皿及杯壁。
- 加入 3 mL 硝酸铅溶液（5.2.16）、1 mL 硝酸锰（5.2.14）、1 滴盐酸（5.2.10），用水稀释至 130 mL 左右。
- 用两块半圆表面皿盖上，在搅拌下（搅拌棒必须密封无孔）用 $4\text{A}/\text{dm}^2$ 电解除铜。待溶液褪色后，在不切断电流的情况下，提起电极并用水冲洗。
- 将溶液于低温电炉上加热，蒸发至体积为 25 mL 以下，冷却。按表 2 移入相应容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.4.4 工作曲线溶液的配制

5.4.4.1 工作曲线 I ——待测镍质量分数不大于 0.001%

加入 0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液 A（5.2.19）于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 10 mL 混合酸（5.2.11），用水稀释至刻度，混匀。

5.4.4.2 工作曲线 II ——待测镍质量分数为 0.001%~0.1%

称取 1.000 0 g 纯铜（5.2.1）于一组 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 混合酸（5.2.11），盖上表面皿，加热至完全溶解，煮沸除去氮的氧化物，用水洗涤表面皿及杯壁，冷却，移入一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液 A（5.2.19），5.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液 B（5.2.20），用水稀释至刻度，混匀。根据所测元素质量分数的范围，从工作曲线中选择适当的 3 个点~4 个点进行分析。

5.4.4.3 工作曲线 III ——待测镍质量分数为 >0.05%~11%

加入 0 mL、5.00 mL、10.00 mL 镍标准溶液 A（5.2.19）和 0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL 镍标准贮存溶液（5.2.18）于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 10 mL 混合酸（5.2.11）[对于含银不含锡的试样配置工作曲线时改为加入 10 mL 硝酸（5.2.5）；对于含银、锡的试样配置工作曲线时改为加入 5 mL 硝酸（5.2.5）、10 mL 硫酸（5.2.13）]，用水稀释至刻度，混匀。根据所测元素质量分数的范围，从工作曲线中选择适当的 3 个点或 4 个点进行分析。

5.4.5 测定

5.4.5.1 仪器测定条件（推荐）见表 3；仪器工作气体为氩气（5.2.21）。

表3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定条件（推荐）

项目	功率 W	辅助气流量 L/min	雾化压力 bf/in^2	泵速 r/min	积分时间 s
测定条件	1 150	0.5	25	100	5~30
注：1 $\text{bf}/\text{in}^2=6\,894.76\text{ Pa}$ 。					

5.4.5.2 分析线（推荐）:

- 镍质量分数不大于 3%时，选择镍波长为 231.60 nm；
- 镍质量分数大于 3%时，选择镍波长为 341.47 nm。

5.4.5.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪选定的波长处，测量按质量分数高低选择的工作曲线（5.4.4）的光谱强度，当工作曲线线性 $r\geq 0.999$ 时，进行试料溶液（5.4.3）的测定，检查镍元素谱线的背景并在适当的位置进行背景校正，镍的质量浓度由计算机自动给出。

5.5 试验数据处理

按公式（2）计算测定元素的质量分数 $\omega(\text{Ni})$ ，数值以%表示。

$$\omega(\text{Ni}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ_1 ——试样溶液的镍质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——空白溶液的镍质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试液总体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试料的质量，单位为克（ g ）。

计算结果精确至小数点后第二位。若测定元素的质量分数小于 0.10%，精确至小数点后第三位；测定元素的质量分数小于 0.010%时，精确至小数点后第四位；测定元素的质量分数小于 0.001 0%时，精确至小数点后第五位。

5.6 精密度

5.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果，其平均值对应的重复性限 r 按表 4 数据采用线性内插法计算。两个测试结果差值的绝对值应不超过重复性限 r ，超过重复性限 r 的概率不得超过 5%。

表4 重复性限

质量分数 %	0.000 05	0.000 10	0.001 0	0.005 0	0.050	0.100
重复性限 r %	0.000 04	0.000 04	0.000 2	0.000 5	0.004	0.012
质量分数 %	1.00	5.00	10.00			
重复性限 r %	0.07	0.15	0.20			
注：重复性限 r 为 $2.83S_r$ ， S_r 为重复性标准偏差。						

5.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果，其平均值对应的再现性限 R 按表 5 数据采用线性内插法计算。两个测试结果差值的绝对值不应超过再现性限 R ，超过再现性限 R 的概率不得超过 5%。

表5 再现性限

质量分数 %	0.000 05	0.000 10	0.001 0	0.005 0	0.050	0.100
再现性限 R %	0.000 05	0.000 06	0.000 3	0.000 8	0.006	0.015
质量分数 %	1.00	5.00	10.00			
再现性限 R %	0.08	0.20	0.30			
注：再现性限 R 为 $2.83S_R$ ， S_R 为再现性标准偏差。						

5.7 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品（当前两者没有时，也可用控制标样替代），每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国
机械行业标准
铜基钎料化学分析方法 第 6 部分：
镍量测定

JB/T 7520.6—2017

*

机械工业出版社出版发行
北京市百万庄大街 22 号
邮政编码：100037

*

210mm×297mm • 0.75 印张 • 17 千字
2018 年 4 月第 1 版第 1 次印刷
定价：15.00 元

*

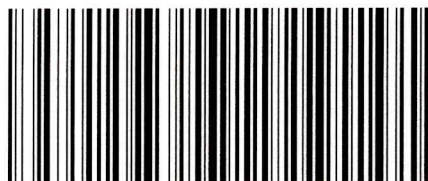
书号：15111 • 14858

网址：<http://www.cmpbook.com>

编辑部电话：(010) 88379399

直销中心电话：(010) 88379399

封面无防伪标均为盗版



JB/T 7520.6—2017

版权专有 侵权必究