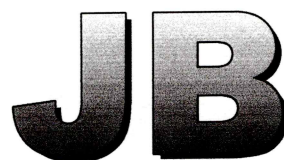


ICS 25.160.20

J 33

备案号: 61197—2018



中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7520.5—2017

代替 JB/T 7520.5—1994

铜基钎料化学分析方法 第 5 部分: 锡量测定

Methods for chemical analysis of copper base brazing filler metals — Part 5:
Determination of tin 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 原理 1

5 试剂 1

6 仪器设备 2

7 试验步骤 3

 7.1 试料 3

 7.2 空白试验 3

 7.3 试料的处理 3

8 试验数据处理 3

9 允许差 3

图 1 锡还原装置 2

表 1 允许差 3

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5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 7520.5—1994《磷铜钎料化学分析方法 次磷酸盐还原容量法测定锡量》，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”；
- 范围中扩大锡量测试范围至0.50%~13.00%（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；
- 增加了测定次数和空白试验的描述；
- 修改了计算式中量的表示；
- 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、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、杭州华光焊接新材料股份有限公司。

本部分主要起草人：杨晶秋、蒋士芹、龙伟民、顾小龙、顾立勇、金李梅、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 7520.5—1994。

铜基钎料化学分析方法 第5部分：锡量测定

1 范围

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

本部分适用于铜基钎料中质量分数为 0.50%~13.00%锡含量的测定。

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 原理

试样用盐酸和过氧化氢溶解，以氯化高汞作催化剂在隔绝空气条件下加入次磷酸钠将 Sn [4] 还原为 Sn [2]，用碘酸钾标准滴定溶液滴定。

5 试剂

5.1 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 纯锡（锡的质量分数不小于 99.99%）。

5.3 碘酸钾，优级纯。

5.4 氢氧化钠，优级纯。

5.5 氯化高汞，优级纯。

5.6 次磷酸钠，优级纯。

5.7 碳酸氢钠，优级纯。

5.8 硫氰酸铵，优级纯。

5.9 碘化钾，优级纯。

- 5.10 淀粉，优级纯。
- 5.11 过氧化氢（300 g/L）。
- 5.12 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL），优级纯。
- 5.13 盐酸（1+1）。
- 5.14 氯化高汞溶液：称取 1.000 0 g 氯化高汞，溶解于 600 mL 水中，加入 700 mL 盐酸（5.12），混匀。
- 5.15 次磷酸钠溶液（500 g/L）。
- 5.16 碳酸氢钠饱和溶液。
- 5.17 硫氰酸铵溶液（250 g/L）。
- 5.18 碘化钾溶液（100 g/L）。
- 5.19 淀粉溶液（10 g/L），用时配制。
- 5.20 锡标准溶液：称取 0.200 0 g 纯锡（5.2）置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸（5.12），不加热，溶解完全后，移入 100 mL 量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 的锡。

注：允许使用有证系列国家标准物质（溶液）。

5.21 碘酸钾标准滴定溶液：

- a) 配制：称取 1.180 0 g 碘酸钾（5.3）及 0.500 0 g 氢氧化钠（5.4）溶解于 200 mL 水中，再加入 8.000 0 g 碘化钾（5.9），移入 1 000 mL 量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
- b) 标定：称取 0.400 0 g 纯铜（5.1）三份，分别置于 500 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 盐酸（5.13）和 5 mL 过氧化氢（5.11），微热溶解完全，煮沸除去多余的过氧化氢。分别加入 25.00 mL 锡标准溶液（5.20），以下按 7.3.2 和 7.3.3 进行操作。

按公式（1）计算碘酸钾标准滴定溶液的浓度。

$$c = \frac{m \times 10^3}{V \times 59.34} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c ——标定后碘酸钾标准滴定溶液（5.21）的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- m ——锡标准溶液的质量，单位为克（g）
- V ——标定含锡标准溶液所消耗碘酸钾标准滴定溶液（5.21）的平均体积（若极差超过 0.10 mL，应重新标定），单位为毫升（mL）；
- 59.34——锡（1/2 Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

6 仪器设备

6.1 锡还原装置如图 1 所示。

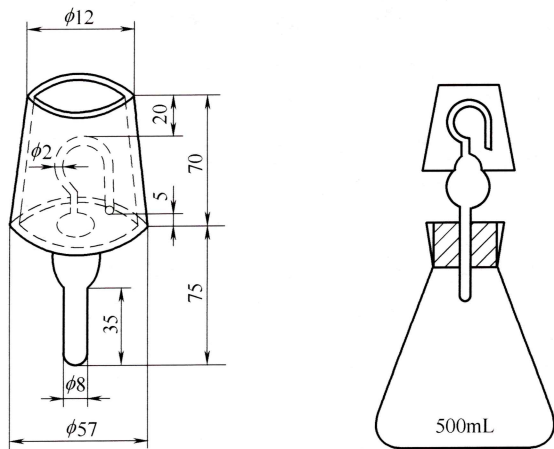


图1 锡还原装置

6.2 分析天平：可精确至 0.1 mg。

7 试验步骤

7.1 试料

称取 0.5 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。

7.2 空白试验

称取与试料量相同的金属铜（5.1），随同试料做空白试验。

7.3 试料的处理

7.3.1 将试料（7.1）置于 500 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 盐酸（5.13）及 5 mL 过氧化氢（5.11），微热溶解完全，煮沸至无细小气泡出现。

7.3.2 加入 65 mL 氯化高汞溶液（5.14）及 10 mL 次磷酸钠溶液（5.15），装上锡还原装置，并向其中注入碳酸氢钠饱和溶液（5.16），加热至沸，并保持微沸 5 min 后取下，向锡还原装置中补加碳酸氢钠饱和溶液（5.16），待溶液稍冷后，置于冰水中冷却至 10℃ 以下。

7.3.3 取下锡还原装置，迅速加入 10 mL 硫氰酸铵溶液（5.17）、5 mL 碘化钾溶液（5.18）及 10 mL 淀粉溶液（5.19），立即用碘酸钾标准滴定溶液（5.21）滴定至溶液呈蓝色并保持 10 s 不褪色即为终点。

8 试验数据处理

锡含量（质量分数）以 $\omega(\text{Sn})$ 计，数值以 % 表示，按公式（2）计算。

$$\omega(\text{Sn}) = \frac{cV_1 \times 59.34}{m_0 \times 10^3} \times 100 \quad \text{..... (2)}$$

式中：

c ——标定后碘酸钾标准滴定溶液（5.21）的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——滴定时消耗碘酸钾标准滴定溶液（5.21）的体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果精确至小数点后第二位。

9 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

锡含量（质量分数） %	允许差（质量分数） %
0.50~5.00	0.10
5.00~9.00	0.15
9.00~13.00	0.20

中 华 人 民 共 和 国
机械行业标准
铜基钎料化学分析方法 第5部分：
锡量测定

JB/T 7520.5—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 • 0.5 印张 • 11 千字

2018 年 4 月第 1 版第 1 次印刷

定价：12.00 元

*

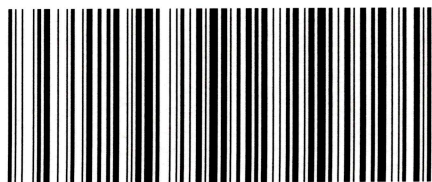
书号：15111 • 14857

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 7520.5—2017

版权专有 侵权必究