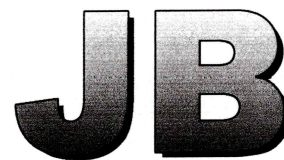


ICS 25.160.20

J 33

备案号: 61196—2018



中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7520.4—2017

代替 JB/T 7520.4—1994

铜基钎料化学分析方法 第4部分：铋量测定

**Methods for chemical analysis of copper base brazing filler metals —
Part 4: Determination of stibonium 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 2

 7.1 试料 2

 7.2 空白试验 2

 7.3 试料的处理 2

 7.4 吸光度测量 2

 7.5 校准工作曲线的绘制 3

8 试验数据处理 3

9 允许差 3

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4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 7520.4—1994《磷铜钎料化学分析方法 碘化钾光度法测定铈量》，与JB/T 7520.4—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”；
- 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、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：杨晶秋、蒋士芹、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 7520.4—1994。

铜基钎料化学分析方法 第4部分：铈量测定

1 范围

JB/T 7520 的本部分规定了铜基钎料中铈量测定的总则、原理、试剂、仪器设备、试验步骤、试验结果处理、允许差。

本部分适用于铜基钎料中质量分数为 1.50%~2.50% 铈含量的测定。

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

试样经混合酸溶解后，加入硫脲掩蔽大量铜，在酸性溶液中加入碘化钾，铈 [Ⅲ] 与碘 [Ⅰ] 生成黄色络合物 (SbI_3)，借此进行光度测定。

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 纯铈（铈的质量分数不小于 99.99%）。

5.3 酒石酸，优级纯。

5.4 尿素，优级纯。

5.5 硫脲，优级纯。

5.6 碘化钾，优级纯。

5.7 抗坏血酸，优级纯。

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

5.9 混合酸：称取 20 g 酒石酸（5.3）溶于 30 mL 水中，加入 50 mL 硝酸（5.8）用水稀释至 100 mL。

5.10 硫酸（ $\rho=1.84$ g/mL），优级纯。

5.11 硫酸（1+1）。

5.12 硫酸（1+3）。

5.13 硫脲溶液（100 g/L）。

5.14 碘化钾溶液：称取 112 g 碘化钾（5.6）与 20 g 抗坏血酸（5.7）溶于适量水中，以水稀释至 1 000 mL，贮存于棕色瓶中。

5.15 铈标准溶液：称取 0.100 0 g 纯铈（5.2）置于 150 mL 锥形瓶中，加入 25 mL 硫酸（5.10），加热溶解后，冷却，加水至 100 mL，混匀，冷却，移入 500 mL 量瓶中，用硫酸（5.12）稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.20 mg 铈。

5.16 铈标准溶液：吸取 25.00 mL 铈标准溶液（5.15）置于 100 mL 量瓶中，用硫酸（5.12）稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 铈。

注：允许使用有证系列国家标准物质（溶液）。

6 仪器设备

6.1 分析天平：可精确至 0.1 mg。

6.2 分光光度计。

7 试验步骤

7.1 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。

7.2 空白试验

称取与试料量相同的纯铜（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 100 mL 两用瓶中，加入 10 mL 混合酸（5.9），加热溶解，待试样溶解完全后，用水冲洗瓶壁，煮沸约 30 min，稍冷，加入少许尿素（5.4），使氮的氧化物分解，冷却，以水稀释至刻度，混匀。

7.3.2 准确吸取 10 mL 溶液于 50 mL 量瓶中，加入 5 mL 硫脲溶液（5.13）、9 mL 硫酸（5.11），混匀。流水冷却，加入 25 mL 碘化钾溶液（5.14），以水稀释至刻度，混匀。

7.4 吸光度测量

7.4.1 概述

仪器波长设定在 410 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）和铈含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

7.4.2 试液的测定

将部分样品溶液（7.3.2）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 410 nm

处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铈的质量。

7.5 校准工作曲线的绘制

吸取 10.00 mL 试剂空白液(7.2)六份，分别置于 50 mL 量瓶中，依次加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铈标准溶液 (5.16)，加入 5 mL 硫脲溶液 (5.13) 及 9 mL 硫酸 (5.11) 冷却，加入 25 mL 碘化钾溶液 (5.14)，以水稀释至刻度，混匀。将部分标准显色液移于 3 cm 吸收皿中，以零浓度显色液为参比液，于分光光度计波长 410 nm 处测量其吸光度，以铈的质量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制铈的工作曲线。

8 试验数据处理

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

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

式中：
 m_1 ——从工作曲线上查得的铈含量，单位为毫克（mg）；
 V_0 ——试料溶液的总体积，单位为毫升（mL）；
 m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；
 V_1 ——分取试料溶液的体积，单位为毫升（mL）。
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

铈含量（质量分数） %	允许差（质量分数） %
1.50~2.50	0.10

中 华 人 民 共 和 国
机械行业标准
铜基钎料化学分析方法
第 4 部分：铈量测定
JB/T 7520.4—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

*

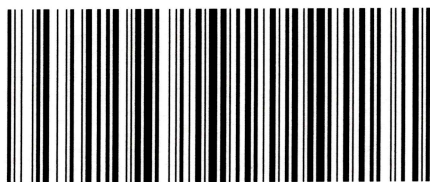
书号：15111 • 14856

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 7520.4—2017

版权专有 侵权必究