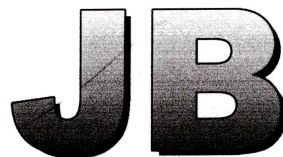


ICS 25.160.20

J 33

备案号: 61195—2018



中华人民共和国机械行业标准

JB/T 7520.3—2017

代替 JB/T 7520.3—1994

铜基钎料化学分析方法 第 3 部分: 磷量测定

**Methods for chemical analysis of copper base brazing filler metals—Part 3:
Determination of phosphorus 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

中 华 人 民 共 和 国
机械行业标准
铜基钎料化学分析方法 第3部分：
磷量测定

JB/T 7520.3—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 • 15 千字

2018 年 4 月第 1 版第 1 次印刷

定价：12.00 元

*

书号：15111 • 14855

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

版权专有 侵权必究

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 试验溶液的制备、显色 3

 7.5 吸光度测量 3

 7.6 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 4

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3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 7520.3—1994《磷铜钎料化学分析方法 钒钼酸光度法测定磷量》，与JB/T 7520.3—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”；
- 范围中扩大磷量测试范围至3.00%~8.50%（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、杭州华光焊接新材料股份有限公司、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、龙伟民、金季梅、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 7520.3—1994。

铜基钎料化学分析方法

第 3 部分：磷量测定

1 范围

JB/T 7520 的本部分规定了铜基钎料中磷量测定的总则、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 3.00%~8.50%磷含量的测定。

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

试样经酸溶解后，加高锰酸钾将磷氧化为正磷酸，用过氧化氢分解过量的高锰酸钾，加入钒酸铵，煮沸，使过氧化氢分解，再加入钼酸铵形成黄色磷钒钼杂多酸，借此进行光度测定。

5 试剂

5.1 高锰酸钾，优级纯。

5.2 钒酸铵，优级纯。

5.3 钼酸铵，优级纯。

5.4 磷酸二氢钾，优级纯。

5.5 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%）。

5.6 硝酸（ $\rho=1.42\text{g/mL}$ ），优级纯。

5.7 氢氟酸（ $\rho=1.13\text{g/mL}$ ），优级纯。

5.8 硼酸，优级纯。

5.9 过氧化氢（300 g/L）。

5.10 硝酸（2+3）。

5.11 硝酸（1+5）。

5.12 硝酸（2+1）。

5.13 硝酸（1+1）。

5.14 过氧化氢（1+9）。

5.15 混合酸：于 1 000 mL 硝酸（5.12）中加入 25 mL 氢氟酸（5.7），贮存于塑料瓶中。

5.16 硼酸溶液（40 g/L）。

5.17 高锰酸钾溶液（10 g/L）。

5.18 钒酸铵溶液（2.5 g/L）：称取 2.5 g 钒酸铵溶于 500 mL 热水中，冷却，在不断搅拌下缓缓加入 20 mL 硝酸（5.13），以水稀释至 1 000 mL。

5.19 钼酸铵溶液（100 g/L）：称取 100 g 钼酸铵溶于 800 mL 约 50℃ 的水中，冷却，用水稀释至 1 000 mL，混匀，用致密滤纸过滤于塑料瓶中保存。

5.20 磷标准溶液：称取 0.878 8 g 于干燥器中放置过夜的磷酸二氢钾（基准试剂）溶于 200 mL 水中，加入 10 mL 硝酸（5.11），移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.20 mg 磷。

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 0.5 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纯铜（5.5）随同试料做空白试验。

7.3 试料的处理

7.3.1 不含锡的试样

将试料（7.1）置于 125 mL 锥形瓶中，加入 25 mL 硝酸（5.10），加热溶解，煮沸 2 min~3 min，冷却，移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

7.3.2 含锡的试样

将试样（7.1）置于 100 mL 聚乙烯杯中，加入 10 mL 混合酸（5.15），室温下溶解，冷却，加入 10 mL 硼酸溶液（5.16），放置 5 min，移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。不要长时间放置。

7.4 试验溶液的制备、显色

准确吸取 10 mL 溶液 (7.3.1 或 7.3.2) 两份, 置于 100 mL 两用瓶中, 加入 20 mL 硝酸 (5.11), 加热煮沸 1 min, 加入 2 mL 高锰酸钾溶液 (5.17), 继续煮沸 30 s~40 s, 取下, 加入 1 mL 过氧化氢 (5.14), 混匀, 溶液澄清后加入 10 mL 钒酸铵溶液 (5.18), 加热煮沸至溶液由褐色转变为透明蓝色 (约需 1.5 min~2 min, 表明过氧化氢分解完全), 冷却。

以水稀释溶液 (7.4), 使其体积为 80 mL 左右, 于其中一份溶液中加入 10 mL 钼酸铵溶液 (5.19), 以水稀释至刻度, 混匀, 放置 20 min, 此溶液为显色液。

另一份溶液以水稀释至刻度, 混匀, 此溶液为试样空白液。

7.5 吸光度测量

7.5.1 概述

仪器波长设定在 410 nm~420 nm 处, 用 1 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) 和磷含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

7.5.2 试液的测定

将部分样品溶液移入 1 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~420 nm 处测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的磷的质量。

7.6 校准工作曲线的绘制

准确吸取 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 磷标准溶液 (5.20) 置于一组 100 mL 两用瓶中, 补加水至 10 mL, 以下按 7.4、7.5 操作。以零浓度显色液为参比液, 于分光光度计波长 410 nm~420 nm 处测量其吸光度, 以磷的质量为横坐标、吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

8 试验数据处理

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

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

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的磷含量, 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)。

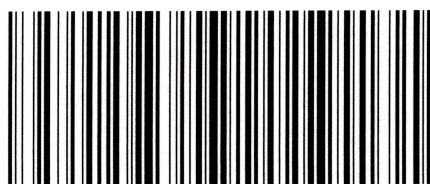
计算结果精确至小数点后第二位。

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

磷含量 (质量分数) %	允许差 (质量分数) %
3.00~8.50	0.15



JB/T 7520.3-2017

版权专有 侵权必究

*

书号: 15111 · 14855

定价: 12.00 元