

# 团 体 标 准

T/HNNMIA 9—2018

---

## 钛基钎料

Titanium base brazing filler metals

2018-XX-XX 发布

2018-XX-XX 实施

---

河南省有色金属行业协会发布



# 目 次

前 言 .....	II
1 范围 .....	3
2 规范性引用文件 .....	3
3 型号 .....	3
3.1 型号编制方法 .....	3
3.2 型号示例 .....	4
4 技术要求 .....	4
4.1 产品形态 .....	4
4.2 化学成分 .....	4
4.3 尺寸公差 .....	4
4.4 外观质量 .....	5
5 试验方法 .....	5
5.1 钎料取样方法 .....	5
5.2 钎料化学成分分析 .....	5
5.3 钎料熔化温度测定 .....	5
5.4 粉状钎料粒度测定 .....	5
6 检验规则 .....	5
6.1 炉号划分 .....	5
6.2 验收 .....	5
6.3 复验 .....	6
7 包装、标记和质量证明 .....	6
7.1 包装 .....	6
7.2 标志 .....	6
7.3 质量证明 .....	6
附录 A （规范性附录） 钛量的测定-氧化还原滴定法 .....	7
附录 B （规范性附录） 锆量的测定-苦杏仁酸重量法 .....	9

## 前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本标准中附录A、附录B为规范性附录。

本标准由河南省有色金属行业协会提出并归口。

本标准起草单位：郑州机械研究所有限公司、哈尔滨工业大学、河南科技大学、河南黄河旋风股份有限公司、富耐克超硬材料股份有限公司、河南四方达超硬材料股份有限公司。

本标准主要起草人：龙伟民、裴贲崧、马佳、宋克兴、何鹏、方海江、丁天然、王裕昌、范林、程亚芳、纠永涛、路全彬。

本标准为2018年XX月XX日首次发布。

# 钛基钎料

## 1 范围

本标准规定了钛基钎料的型号、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、质量证明等要求。本标准适用于硬钎焊方法所使用的钛基钎料。

## 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 5314 粉末冶金用粉末取样方法
- GB/T 31981 钛及钛合金化学成分分析取制样方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和测定
- GB/T 1480 金属粉末粒度组成的测定 干筛分法
- GB/T 8180 钛及钛合金加工产品的包装标志运输及贮存
- GB/T 10046 银钎料
- GB/T 5121 铜及铜合金化学分析方法
- GB/T 4698 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 12806 实验室用玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12808 实验室用玻璃仪器 单标线吸量管
- GB/T 12810 实验室用玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法
- YS/T 533 自熔合粉末固-液相线温度区间的测定方法

## 3 型号

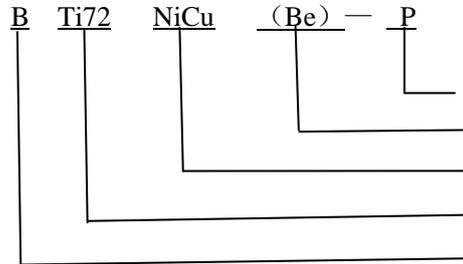
### 3.1 型号编制方法

钛基钎料型号分类参照银钎料国标 GB/T 10046 由三部分组成：

- a) 第一部分用“B”表示硬钎料；
- b) 第二部分由主要合金组分的化学元素符号组成。其中，第一个化学元素符号 Ti 表示钎料的基本组分，Ti 元素后标出其质量分数中间值按 GB/T 8170 规定修约后的整数；
- c) 其他元素符号按其质量分数顺序排列，当几种元素具有相同的质量分数时，按其原子序数顺序排列；
- d) 公称质量分数小于 1% 的元素在型号中不必标出，如某元素是钎料的关键组分一定要标出时，应将其化学元素符号用括号括起来予以标出；
- e) 第三部分通过符号对钛基钎料形态进行标识，其中符号“P”表示粉状，符号“R”表示带状。
- f) 其中第二部分与第三部分应由“—”隔开。

### 3.2 型号示例

以一种含钛71.0~73.0%，铜12.0~14.0%、镍13.0~15.0%、铍0.1~0.3%的粉状钛基钎料为例，完整标记如下。



## 4 技术要求

### 4.1 产品形态

钛基钎料产品形态包括粉状、带（箔）状，具体产品形态由供需双方协商确定。

### 4.2 化学成分

钎料化学成分应符合表1的规定。化学分析所得数值保留位数与表1中要求一致，数值修约规则按GB/T 8170的规定进行。

表1 钛基钎料

型 号	化学成分（质量分数）/%					熔化温度范围	
	Ti	Zr	Cu	Ni	Be	固相线，℃	液相线，℃
BTi48ZrBe	47.0~49.0	47.0~49.0	—	—	3.5~4.5	890	900
BTi25CuZr	24.0~26.0	24.0~26.0	49.0~51.0	—	—	780	815
BTi54NiCu	53.0~55.0	—	17.5~19.5	26.5~28.5	—	910	920
BTi65CuNi	64.0~66.0	—	20.0~22.0	13.0~15.0	—	907	927
BTi72NiCu	71.0~73.0	—	13.0~15.0	13.0~15.0	—	900	940
BTi73NiCu (Be)	71.8~73.8	—	12.0~14.0	13.0~15.0	0.1~0.3	940	960
BTi43ZrNiBe	42.0~44.0	42.0~44.0	—	11.0~13.0	1.5~2.5	795	816
BTi35ZrCuNi	34.0~36.0	34.0~36.0	14.0~16.0	14.0~16.0	—	770	820
BTi38ZrCuNi	36.5~38.5	36.5~38.5	14.0~16.0	9.0~11.0	—	805	815
BTi51ZrCuNi	50.0~52.0	26.0~28.0	14.0~16.0	6.0~8.0	—	829	858
BTi57CuNiZr	56.0~58.0	10.0~12.0	19.0~21.0	11.0~13.0	—	816	820
BTi53CuNiZrBe	51.5~53.5	11.0~13.0	21.0~23.0	11.0~13.0	1.0~2.0	748	857

注：表中所有钎料型号最大杂质含量（质量分数/%）：Al 0.05、Cd 0.01、Pb 0.025、S 0.02、Se 0.005。其他每个未定义元素的最大含量为0.050。

### 4.3 尺寸公差

4.3.1 粉状钎料为粒度小于200目（74 $\mu$  m），复检时筛上物应小于6%，其他规格可由供需双方协商确定。

4.3.2 箔带状钎料的规格及允许偏差见表2，其他规格由供需双方协商确定。

表2 带状钎料的公称宽度及公差

单位为毫米

公称厚度	宽度公差	
	公称宽度 $\leq$ 20	公称宽度 $>$ 20
$\leq$ 0.1	+0.2	+0.3
	0	0
$>$ 0.1	+0.3	+0.4
	0	0

#### 4.4 外观质量

4.4.1 粉状钎料外观应呈金属光泽，不应有其他夹杂物和油污。

4.4.2 箔带状钎料表面应清洁、光亮、致密，表面不应附有影响钎焊的污染物。

### 5 试验方法

#### 5.1 钎料取样方法

粉状钎料取样方法按照粉末冶金用粉末的取样方法GB/T 5314的规定进行，带状钎料取样方法按照钛及钛合金化学成分分析取制样方法GB/T 31981的规定进行。

#### 5.2 钎料化学成分分析

钛基钎料中钛元素的化学分析方法应按附录A进行，锆元素的化学分析方法应按附录B进行，铜元素和镍元素分析方法应按银钎料GB/T 10046的检测方法进行，铍元素的分析方法应按铜及铜合金化学分析方法GB/T 5121的规定进行，其他元素的化学分析可采用任何适宜的化学分析方法。仲裁试验时，按供需双方确认的化学分析方法进行。

#### 5.3 钎料熔化温度测定

钛基钎料固-液相线测定方法按照自熔合粉末固-液相线温度区间的测定方法YS/T 533的规定进行。

#### 5.4 粉状钎料粒度测定

粉状钎料的粒度测定按GB/T 1480的规定进行。

### 6 检验规则

成品钎料由制造商质量检验部门按炉号检验。

#### 6.1 炉号划分

钎料应按炉号提交验收。炉号是指同一炉熔炼中得到的材料。

#### 6.2 验收

钎料制造商应书面提供钎料的化学成分、粒度、规格尺寸等主要性能参数，并声明“当按照本标准试验时，提供的钎料满足该标准要求”。

### 6.3 复验

任何一项检验不合格时，该项检验应加倍复验。对于钎料成分化学分析，仅复验那些不满足要求的元素。加倍复验结果应符合该项检验的规定。

如复验结果仍不合格，则该炉钎料不能作为符合本标准的成品交货。

## 7 包装、标记和质量证明

### 7.1 包装

7.1.1 粉状钎料应采用独立形式的内包装，以防止钎料的污染和损伤。

7.1.2 粉状钎料应采用隔绝空气接触的外包装，以防止钎料的氧化吸气。

7.1.3 带状钎料包装参照钛及钛合金加工产品的包装标志运输及贮存GB/T 8180的规定执行。

### 7.2 标志

每件钎料的最小单元包装上应清楚地标示以下信息：

- a) 标准号、产品型号；
- b) 制造商名称及商标；
- c) 钎料规格、净重；
- d) 炉（批）号、生产日期；
- e) 健康和安全警告（按照国家规范的要求）。

### 7.3 质量证明

钎料制造商对每炉钎料出具化学成分、尺寸、外观等质量证明。当用户提出要求时，制造商应提供检验结果的副本。

附录 A  
(规范性附录)  
钛量的测定-氧化还原滴定法

### A.1 范围

本方法适用于钛基钎料中钛含量的测定。测定的范围（质量分数）：2.00%~80.00%。

### A.2 方法提要

钛基钎料溶解于盐酸中，在过氧化氢氧化作用下形成沉淀，过滤，灼烧成二氧化钛，经焦硫酸钾熔融后，以硫酸浸出后，加盐酸溶解成盐类，加入碳酸氢钠和铝片让钛还原，加入氢氟酸后用硫酸高铁铵滴定溶液至中性，硫酸高铁铵滴定溶液相当于二氧化钛的质量浓度，通过换算计算出试验料中的钛含量。

### A.3 试剂

A.3.1 盐酸： $\rho$  1.19g/mL。

A.3.2 盐酸：（1+1）。

A.3.3 盐酸：（5+95）。

A.3.4 硫酸：（1+1）。

A.3.5 氢氟酸： $\rho$  1.19g/mL。

A.3.6 焦硫酸钾。

A.3.7 硫氰酸铵：400g/L。

A.3.8 过氧化氢： $\rho$  1.10g/mL。

A.3.9 硫酸高铁铵标准溶液：0.05mol/L。称取 24g 硫酸高铁铵于烧杯中，加 50mL 水，慢慢加入 50mL 硫酸（A.3.4）加热溶解，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.3.10 铝片：纯度>99%。

A.3.11 碳酸氢钠。

A.3.12 中性红指示剂：8g/L。

### A.4 装置

带保护盖的锥形瓶。

### A.5 分析步骤

#### A.5.1 试料

称取 0.5000g 试样，精确到 1mg。

#### A.5.2 测定

A.5.2.1 将试样（A.5.1）置于 500mL 烧杯中，加入 20mL 盐酸（A.3.2），低温加热至完全溶解。

A.5.2.2 在溶液中滴加过氧化氢（A.3.11）3~5 滴，加热至沸腾，搅拌到有沉淀析出，放在热水浴（80~90℃）中保温 0.5h。

A.5.2.3 沉淀静置 24h，用慢速滤纸过滤，用盐酸（A.3.3）洗涤沉淀 8~10 次。将沉淀连同滤纸放入恒重的陶瓷坩埚中，烘干，灰化，放入约 200℃高温炉中，加热至 1000℃灼烧 2h。

A.5.2.4 于陶瓷坩埚中加入 4g 焦硫酸钾（A.3.6），放入高温炉内，于 700℃加热至得到清亮的熔融物。取出冷却，放入 300mL 烧杯中，加 50mL 水，加热浸取熔块。

A.5.2.5 将溶液移入 100mL 容量瓶中，冷却后加 10mL 硫酸（A.3.4），加热蒸发至冒硫酸烟，冷却后加盐酸（A.3.2）100mL，加热溶解，冷却将溶液移至 150mL 带保护盖锥形中，加水至刻度。

A.5.2.6 加入碳酸氢钠 2g（A.3.11）和铝片 2g（A.3.10），随即用保护塞盖紧锥形瓶，待铝片完全溶解后，煮沸 2~3min，迅速冷却至室温。

A.5.2.7 打开保护盖加入 10mL 氢氟酸（A.3.5），5 滴中性红指示剂（A.3.12），立即用硫酸高铁铵标准溶液滴定至蓝紫色终点，记录滴定消耗滴定液  $V_1$ 。

A.5.2.8 随同试样做空白试验，记录空白样消耗滴定液  $V_2$ 。

## A.6 分析结果的表述

钛含量以（Ti）计，数值以%表示，根据（A.1）计算：

$$\omega(\text{Ti}) = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 0.5993}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

$V_1$ —测定时加入硫酸高铁铵的体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$ —空白样测定时加入硫酸高铁铵的体积，单位为（mL）；

$c$ —硫酸高铁铵标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$ —试样的质量，单位为克（g）；

0.5993—二氧化钛换算成钛的系数。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约规则按 GB/T 8170 中的规定进行。

## A.7 允许差

实验室间分析结果的差值不大于 0.20%。

附录 B  
(规范性附录)  
锆量的测定-苦杏仁酸重量法

### B.1 范围

本方法适用于钛基钎料中锆含量的测定。测定的范围（质量分数）：0.50%~50.00%。

### B.2 方法提要

在盐酸介质中，锆与苦杏仁酸生成白色的苦杏仁酸锆沉淀，过滤，灼烧成二氧化锆，称重，经焦硫酸钾熔融后，以过氧化氢分光光度法测定其中夹杂的二氧化钛量，扣除此值后，计算出试验料中的锆含量。

### B.3 试剂

B.3.1 盐酸： $\rho$  1.19g/mL。

B.3.2 盐酸：(2+98)。

B.3.3 盐酸：(5+95)。

B.3.4 硫酸：(1+1)。

B.3.5 硝酸： $\rho$  1.42g/mL。

B.3.6 焦硫酸钾。

B.3.7 苦杏仁酸溶液：150g/L（过滤后使用）。

B.3.8 过氧化氢： $\rho$  1.10g/mL。

B.3.9 二氧化钛标准溶液：1.00mg/mL。称取 0.5995g 钛基钎料，置于 250mL 烧杯中，加 40mL 硫酸(B.3.4)，加热溶解完全后，滴加硝酸(B.3.5)至溶液紫红色消失为止。继续加热至冒硫酸烟，冷却。移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

B.3.10 苦杏仁酸洗液：于 500mL 盐酸(B.3.2)中，加 50mL 苦杏仁酸溶液(B.3.7)。

### B.4 装置

分光光度计。

### B.5 分析步骤

#### B.5.1 试料

称取 1.0g 试样，精确到 1mg。

#### B.5.2 测定

B.5.2.1 将试样(B.5.1)置于 300mL 烧杯中，加入 30mL 盐酸(B.3.1)，低温加热溶解。溶解完全后加 50mL 水，用快速滤纸将溶液过滤至 500mL 烧杯中，用盐酸(B.3.3)洗涤烧杯及滤纸 8 次。

B.5.2.2 将滤液（总体积约 200mL）加热至沸腾，在搅拌下加 200mL 入苦杏仁酸溶液(B.3.7)，继续搅拌到有沉淀析出，放在热水浴（80~90℃）中保温 1h~2h。

B.5.2.3 沉淀静置 24h，用慢速滤纸过滤，用苦杏仁酸洗涤液(B.3.10)洗涤沉淀 8~10 次。将沉淀连

同滤纸放入恒重的陶瓷坩埚中，烘干，灰化，放入约 200℃高温炉中，加热至 1000℃灼烧 2h。去除陶瓷坩埚，稍冷后置于干燥器中，冷至室温，称量得  $m_1$ 。

B. 5. 2. 4 于陶瓷坩埚中加入 4g 焦硫酸钾 (B.3.6)，放入高温炉内，于 700℃加热至得到清亮的熔融物。取出冷却，放入 300mL 烧杯中，加 50mL 水，加热浸取熔块。

B. 5. 2. 5 将溶液移入 100mL 容量瓶中，冷却后加 10mL 硫酸 (B.3.4)，2 滴过氧化氢 (B.3.8)，用水稀释至刻度，摇匀。移取部分溶液于 2cm 吸收池，以参比溶液 (B.5.2.6) 为参比，420nm 波长处测吸光度。从工作曲线上查得杂质二氧化钛的质量  $m_2$ 。

B. 5. 2. 6 参比溶液：与工作曲线参比溶液相同。

### B. 5. 3 二氧化钛工作曲线绘制

于数个 100mL 容量瓶中，分别加入 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 二氧化钛标准溶液(B.3.9)。加入 10mL 硫酸 (B.3.4)，加水至约 50~60mL，加 2 滴过氧化氢 (B.3.8)，以水稀释至刻度，摇匀。以不添加二氧化钛标准溶液的一份为参比液，用 2cm 吸收池，于 420nm 波长处测量吸光度，绘制成工作曲线。

### B. 6 分析结果的表述

锆含量以 (Zr) 计，数值以%表示，根据 (B.1) 计算：

$$\omega (\text{Zr}) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.7403}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

$m_1$ —二氧化锆和二氧化钛的质量，单位为克 (g)；

$m_2$ —二氧化钛的质量，单位为克 (g)；

0.7403—二氧化锆换算成锆的系数；

$m$ —试样的质量，单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位，数值修约规则按 GB/T 8170 中的规定进行。

### B. 7 允许差

实验室间分析结果的差值不大于 0.20%。

