

团体标准

T/HNNMIA XXXXX—2020

钛基钎料熔化温度范围试验方法

Test methods of melting temperature evaluation for titanium base brazing filler metals

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-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 术语和定义.....	3
4 原理.....	3
5 固相线温度的测定.....	4
5.1 仪器设备.....	4
5.2 样品.....	4
5.3 仪器校准.....	4
5.4 试验步骤.....	4
5.5 固相线温度曲线的分析.....	5
6 液相线温度的测定.....	5
6.1 仪器设备.....	5
6.2 仪器校准.....	6
6.3 试验步骤.....	6
6.4 液相线温度曲线的分析.....	6
7 试验数据处理.....	6
8 试验报告.....	7
附录 A（资料性附录）标准物质及其熔化温度.....	8

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为规范性附录。

本标准由河南省有色金属行业协会提出。

本标准由河南省有色金属行业协会归口。

本标准起草单位：郑州机械研究所有限公司、中机智能装备创新研究院（宁波）有限公司、中石化江钻石油机械有限公司、广东工业大学、株洲钻石切削刀具股份有限公司、郑州轻工业大学、哈尔滨工业大学。

本标准主要起草人：龙伟民、钟素娟、刘强、裴夤崧、孙华为、刘建秀、宋晓国、沈元勋、张凤林、吕长江、刘全明、郭艳红。

本标准为首次发布。

钛基钎料熔化温度范围试验方法

1 范围

本标准规定了钛基钎料熔化温度范围试验方法的原理、固相线温度测定、液相线温度测定、试验数据处理、试验报告等。

本标准适用于钛基钎料熔化温度范围的测定。

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 686 化学试剂丙酮
- GB/T 4989 热电偶用补偿导线
- GB/T 6425 热分析术语
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 16839 热电偶
- GB/T 33148 钎焊术语

3 术语和定义

GB/T 33148、GB/T 6425界定的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1 熔化温度范围 Melting temperature range

固相线温度和液相线温度之间的范围，单位为℃。

3.2 固相线温度 Solidus temperature

钎料开始熔化的温度，单位为℃。

3.3 液相线温度 Liquidus temperature

钎料开始凝固的温度，单位为℃。

4 原理

钛基钎料熔化温度范围以固相线温度和液相线温度来表示。采用差示扫描量热法（DSC）或差热分析法（DTA）测定钛基钎料固相线温度。差示扫描量热法（DSC）和差热分析法（DTA）能在程序控制温度下，检测出试样在此过程中与参比物的温差和内能的变化情况。液相线温度依据熔化钎料的冷却曲线进行测定。

5 固相线温度的测定

5.1 仪器设备

5.1.1 差示扫描量热仪 (Differential Scanning Calorimeter)

温度测量范围为-150~1550 °C，温度灵敏度为0.001 K，天平灵敏度为0.1 μg (全量程范围内)，天平漂移< 5 μg/hour，最大样品量35000 mg (包含坩埚)，TGA测量范围25000 mg。

5.1.2 差热分析仪 (Differential Thermal Analyzer)

温度测量范围为-150~1550 °C，温度灵敏度为0.001 K，天平灵敏度为0.1 μg (全量程范围内)，天平漂移< 5 μg/hour，最大样品量35000 mg (包含坩埚)，TGA测量范围25000 mg。

5.1.3 分析天平

最大称量大于50 mg，精度不低于0.1 mg。

5.1.4 试样皿

由高导热金属、硼硅酸盐玻璃、熔融氧化钨等材质制成，尺寸参照DSC/DTA测试用标准试样皿，要求其(或坩埚)在整个试验温度范围内不发生任何相态变化，不与参比物或试样发生任何反应。

5.2 样品

5.2.1 对于粉状或粒状的样品，取样前应混合均匀；取样时应避免将样品洒在试样皿边缘或底部。

5.2.2 对于块状或片状的样品，可使用干净的工具或线切割等机加工手段进行制备，制备的样品表面应最大程度地与试样皿底部接触。样品表面应光滑、洁净，不应有机械损伤。

5.2.3 用分析天平称取质量为5 mg~50 mg 的试样置于相应的试样皿中。

5.2.4 由于测试的样品质量是毫克级的，样品成分不均匀或取样位置不同会对结果产生影响。建议多次测量取平均值。

5.2.5 在不影响试验的前提下，可采用振动填装、成型、挤压等方式提高试样与试样皿之间的热传导能力。

5.2.6 未经申明，试样将以收到时的状态进行测量，而不作任何预处理。

5.2.7 若要求分析前对试样进行机械或热方面的处理，则应在报告中注明相应的处理方式、过程及条件；对于某些热处理，还应记录处理前后的质量损失情况。

5.2.8 试样不应被稀释。在仪器灵敏度和基线稳定性允许的情况下，建议采用较少量的试样进行试验。

5.3 仪器校准

5.3.1 在标定的温度范围，选择附录A 中的标定物质对仪器的温度指示值进行校准。

5.3.2 标定时所选用的仪器灵敏度、加热速率、环境气氛、气体流量、曲线记录速度等条件应与试验时对应的条件相一致。

5.3.3 根据待测温度值，选择熔化温度与之相近的两种以上的标定物质，在相同试验条件下进行标定。

5.3.4 在某标定物质定点温度下，仪器温度指示的修正值由附录A 中对应熔化温度与标定曲线熔化峰的外推始点温度的差值确定。

5.3.5 仪器标定周期按试验设备的要求进行。

5.4 试验步骤

5.4.1 同5.2.3规定的称取样品。

5.4.2 根据试样情况，选用 α -Al₂O₃ 或铂片作为参比物时，为确保参比物的“热中性”特征，首次使用的参比物，应在不低于1000 °C温度下进行2 h 焙烧处理。

5.4.3 将盛有试样和参比物的坩埚，分别置于洁净支架上的相应位置，并详细记录试样的填装情况。

5.4.4 在整个试验过程中，试样的环境气氛应保持一致。使用氮气或氩气或惰性气体保护气氛，保护气体的流量应不大于50 mL/min（在1个标准大气压下）。

5.4.5 接通热分析仪器电源，仪器预热时间不少于20 min。

5.4.6 加热速率在1 °C/min~10 °C/min 范围内选择一个恒定的升温速率进行测量。采用快速加热的方式，将试样先加热到低于开始熔化温度约50°C时作少许停留，然后再以恒定的速率加热试样，最高加热温度应大于熔化峰值温度30 °C左右。

5.4.7 试验结束后，重新称重试样，记录其质量变化情况。

5.4.8 每种试样至少测量2次，每次测量应使用相同的样品支持器、坩埚，尽可能地重现相同的测量条件。

5.5 固相线温度曲线的分析

5.5.1 图1 所示为钛基钎料的典型热分析曲线。图1 中横坐标表示温度，纵坐标表示参比物与样品间的温度差或与之相对应的微伏值。对于DSC 曲线，横坐标单位为°C，纵坐标表示热流量或热流速率，单位为mW（mJ/s）；对于DTA 曲线，横坐标单位为°C，纵坐标表示热流量，单位为°C。

5.5.2 固相线温度由熔化过程中第一个峰的外推始点温度 T_e 给出（见图1），即 $T_1=T_e$ ，单位为°C。

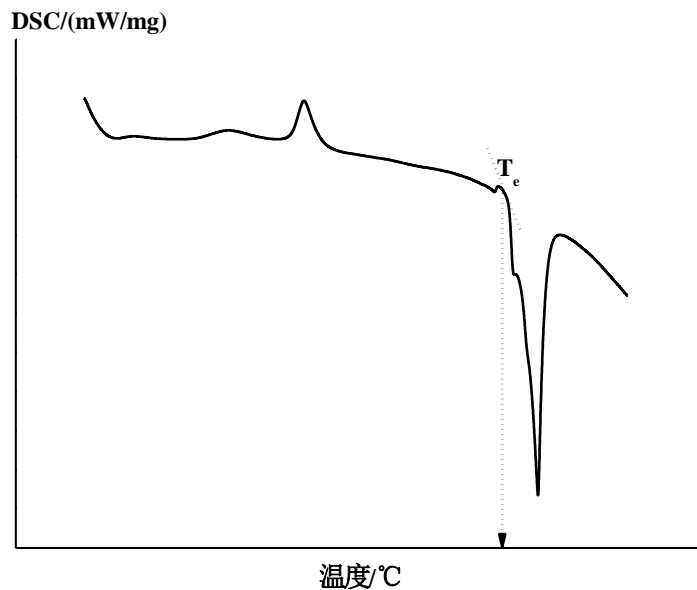


图1 固相线温度分析曲线

6 液相线温度的测定¹⁾

6.1 仪器设备

6.1.1 电阻炉

可加热至钎料熔化温度150 °C以上，绝热性能良好。

6.1.2 热电偶

采用的热电偶及其补偿导线应符合GB/T 16839和GB/T 4989中的规定。

6.1.3 测量仪

要求计测间隔可在1 s 以下。

1) 本方法中液相线温度依据熔化温度冷却曲线测定，或由供需双方协商确定采用其他测试方法。

6.1.4 记录仪

可记录冷却曲线，控制精度不低于0.1℃。

6.1.5 试样皿

同5.1.4中规定的试样皿。

6.1.6 样品

同5.2.1和5.2.2规定的样品。

6.2 仪器校准

按5.3条规定进行仪器校准。

6.3 试验步骤

6.3.1 称取质量5 mg~50 mg试样，采用符合GB/T 686 规定的丙酮对试样进行清洗。

6.3.2 将试样放入试样皿，在电阻炉中加热熔化。

6.3.3 将热电偶（6.1.2）的测温部分应放置在熔融钎料的中央部位。采用冰点作为基准测温点，按照GB/T 4989 中规定采用电子冷却式及补偿式基准测温点。

6.3.4 将试样在试样皿内完全熔化后升温20℃~40℃，切断电炉电源，记录、测绘冷却过程中的温度曲线。每种试样至少测量2次，每次测量应尽可能的重现相同的测量条件。

6.4 液相线温度曲线的分析

图2所示峰值平台对应温度 T_f 可确定为液相线温度。如果有2个或2个以上的转折点或平台出现，最初出现的转折点或平台为液相线温度对应点。

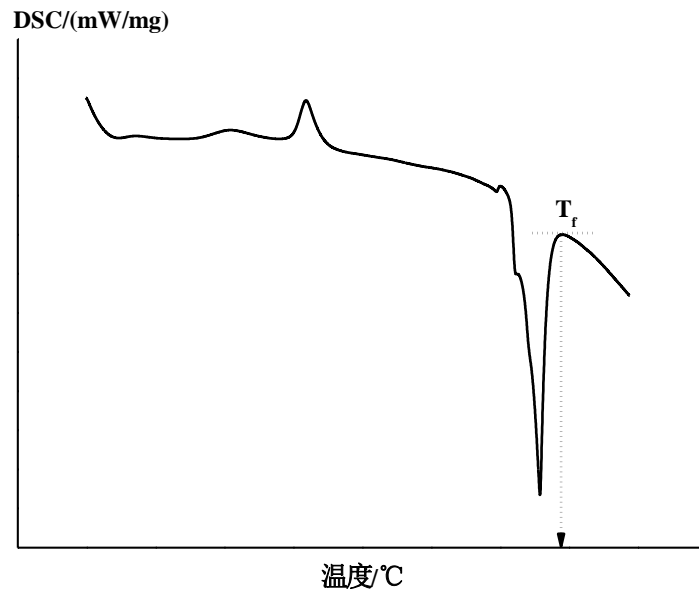


图2 液相线温度分析曲线

7 试验数据处理

参照GB/T 8170中规定，对热分析得到的数值修约到一位小数。

8 试验报告

测试报告应包括下列内容：

- a) 试样的名称、试样的编号、化学成分；
- b) 试样的(加工、热处理)状态；
- c) 试样的尺寸(或形状、粒度)、质量；
- d) 试样的填装、安置情况；
- e) 测量分析方法和使用的仪器型号、名称；
- f) 加热速率($^{\circ}\text{C}/\text{min}$) (液相线温度不用记录)；
- g) 气氛种类、成分、纯度、气压、流量、湿度等 (液相线温度不用记录)；
- h) 试样皿的材质；
- i) 注明在制样、装机、测量及数据处理等各个阶段出现的各种异常情况；
- j) 试验结果；
- k) 本标准编号；
- l) 报告审核人、签发人和试验人员及来样、检测和报告发放日期；
- m) 送样人联系方式；
- n) 试验检测设备质量控制说明。

附录 A
(资料性附录)
标准物质及其熔化温度

表A.1 标准物质及其熔化温度

标定物质	ITS-90 定点类型	熔化温度, °C
汞	固定点	38.8344
水	第二类参考点 (冰点)	0.00
二苯醚	第二类参考点 (三相点)	26.87
苯甲酸	第二类参考点 (三相点)	122.37
铟	固定点	156.5985
锡	固定点	231.928
铋	第二类参考点	271.442
镉	第二类参考点	321.108
铅	第二类参考点	327.502
锌	固定点	419.527
铈	第二类参考点	630.755
铅	第二类参考点	327.502
锌	固定点	419.527
铈	第二类参考点	630.755
铝	固定点	660.323
银	固定点	961.78
金	固定点	1064.18
铜	固定点	1084.62
镍	第二类参考点	1455
钴	第二类参考点	1495
钯	第二类参考点	1554
铂	第二类参考点	1769
铯	第二类参考点	1963
铷	第二类参考点	2447

注1: 某些物质具有不同的结晶形态 (例如锡), 诸标定物质在其熔化之后应废弃, 不再使用。
注2: 某些物质 (例如镉), 在其熔化温度下具有较高的蒸汽压, 对人体和仪器设备有害, 应予注意。
注3: 熔化温度采用ITS-90 国际温标规定的定点温度。