

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 14409—2022

钎料熔化温度范围试验方法

Test methods of melting temperature range for brazing filler metal and solder

(报批稿)

— XX — XX 发布

XXXX — XX — XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

目 次

前 言.....	I
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 原理.....	2
5 固相线温度的测定.....	2
5.1 仪器设备.....	2
5.2 试样制备.....	2
5.3 标定.....	2
5.4 试验步骤.....	3
5.5 固相线温度曲线的分析.....	3
6 液相线温度的测定 ¹⁾	4
6.1 仪器设备.....	4
6.2 标定.....	4
6.3 试验步骤.....	4
6.4 液相线温度曲线的分析.....	5
7 试验数据处理.....	5
8 试验报告.....	5
附录 A 标准物质及其熔化温度(资料性).....	7
图 1 固相线温度曲线.....	4
图 2 液相线温度分析曲线.....	5
表 A.1 标准物质及其熔化温度.....	7

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件由全国焊接标准化技术委员会（SAC/TC55）归口。

本文件起草单位：中车株洲电机有限公司、杭州华光焊接新材料股份有限公司、哈尔滨焊接研究院有限公司、哈尔滨工业大学、深圳市汉尔信电子科技有限公司、郑州机械研究所有限公司、绍兴市天龙锡材有限公司、浙江亚通焊材有限公司、浙江银轮机械股份有限公司、常熟市华银焊料有限公司。

本文件主要起草人：杨振中、陈融、吕晓春、何鹏、马鑫、龙伟民、孙晓梅、苏金花、戴国水、刘平、麦小波、顾立勇。

本文件为首次发布。

钎料熔化温度范围试验方法

1 范围

本文件规定了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、试验数据处理和试验报告等。

本文件适用于硬钎料和软钎料熔化温度范围的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 16839.1	热电偶 第1部分：电动势规范和允差	
GB/T 33148	钎焊术语	

3 术语和定义

GB/T 33148和GB/T 6425界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

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间隔。

注：单位为摄氏度（℃）。

3.2

固相线温度 solidus temperature

钎料开始熔化的温度。

注：单位为摄氏度（℃）。

3.3

液相线温度 liquidus temperature

钎料开始凝固的温度。

注：单位为摄氏度（℃）。

4 原理

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

最大加热速率不低于 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 具有足够的精度和调整机构, 使试样熔化时输入到试样和参比物间的能量差产生的熔化峰, 能自动记录在记录图纸的 $10\%\sim 90\%$ 分度范围内。温度曲线的读数精度为: 低于 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时为 $-0.5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$; $300\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时为 $-1\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1\text{ }^{\circ}\text{C}$; 高于 $700\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时为 $-2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.1.2 差热分析仪

最大加热速率不低于 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 具有足够的精度和调整机构, 使试样熔化时试样与参比物温差产生的熔化峰, 能自动记录在记录图纸的 $10\%\sim 90\%$ 分度范围内。温度曲线的读数精度为: 低于 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时不低于 $-0.5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$; $300\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时为 $-1\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1\text{ }^{\circ}\text{C}$; 高于 $700\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时为 $-2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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、熔融氧化铝和熔融石英等材质制成, 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 试样制备

5.2.1 试样应具有代表性。

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

5.2.3 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。

5.2.4 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。

5.2.5 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 标定

5.3.1 在标定的温度范围, 选择标定物质(参见表 A.1)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、气体流量和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表 A.1 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 接通热分析仪器电源，仪器预热时间不少于 20 min。

5.4.2 用分析天平称取质量为 2 mg~50 mg 的试样置于相应的试样皿中。

5.4.3 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。

5.4.4 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。

5.4.5 在整个试验过程中，试样的环境气氛应保持一致。若为大气环境，则规定为等压自发对流状态；若采用惰性气体保护气氛，保护气体的流量应不大于 50 mL/min（在 1 个标准大气压下）。

5.4.6 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和坩埚，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 根据钎料种类的不同，可得到图 1 所示的三种典型的热分析曲线。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 图 1a) 为快速熔化的热分析曲线，低温侧基准线与熔化峰值温度低温侧直线的交叉点 T_1 可确定为固相线温度。

5.5.3 图 1b) 为缓慢熔化的热分析曲线，开始偏离基准线的温度 T_2 可确定为固相线温度。

5.5.4 图 1c) 为缓慢熔化且开始偏离基准线的温度点不明确的情况。首先测量低温侧开始偏离点到高温侧返回基准点之间直线与实际温度曲线所构成的多边形的面积 S_a ，然后在熔化开始区域取面积 S_b (相当于面积 $S_a \times 1\%$)，相对应的温度点 T_3 可确定为固相线温度。

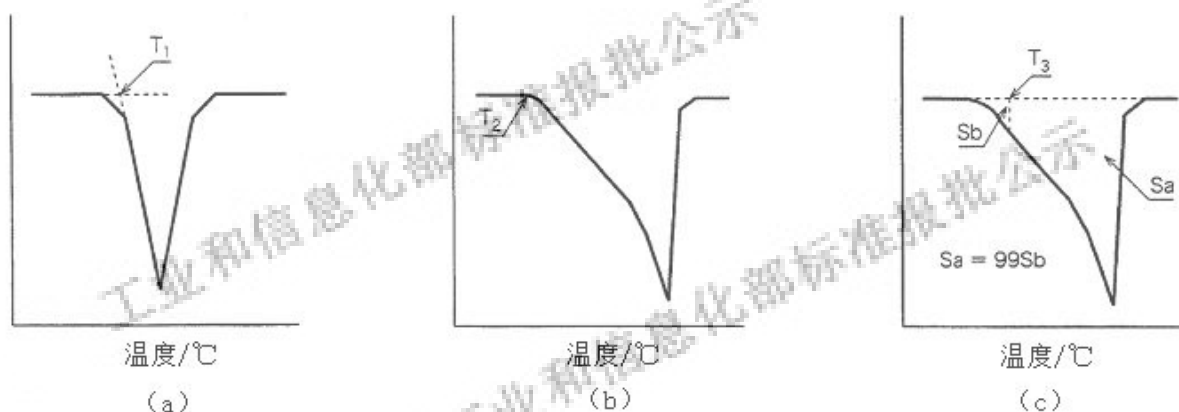


图1 固相线温度曲线

6 液相线温度的测定¹⁾

6.1 仪器设备

6.1.1 电炉

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 16839.1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。

6.1.4 记录仪

可记录冷却曲线，控制精度不低于0.1 °C。

6.1.5 试样皿

同5.1.4中规定的试样皿。

6.1.6 样品

选取均匀且具有代表性的试样。

6.2 标定

按5.3规定进行仪器标定。

6.3 试验步骤

6.3.1 称取质量500 g以上试样，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，在电炉中加热熔化。

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

6.3.3 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 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$,切断电炉电源,记录和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

6.4.1 根据钎料种类的不同,可得到图2所示的三种冷却曲线。

6.4.2 图2a)所示冷却曲线(时间—温度曲线)的转折点 T_1 可确定为液相线温度。

6.4.3 图2b)所示的平台对应温度 T_2 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。

6.4.4 图2c)所示冷却过程中出现过冷的情况下,温度平台延长线与冷却曲线的交叉点 T_3 可确定为液相线温度。

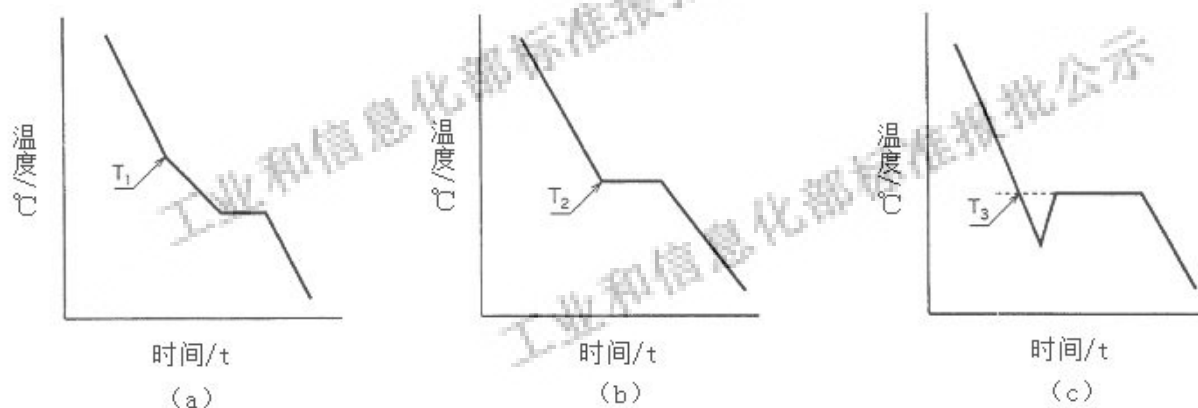


图2 液相线温度分析曲线

7 试验数据处理

按照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) 试样的名称和化学成分;
- b) 试样的(加工和热处理)状态;
- c) 试样的尺寸(或形状和粒度)和质量;
- d) 试样的填装和安置情况;
- e) 测量分析方法和使用的仪器型号和名称;
- 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、流量和湿度等 (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) 与试验委托者之间的协定；
- l) 本文件编号；
- m) 试验人员及日期。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录 A
(资料性)

标准物质及其熔化温度

标准物质及其熔化温度见表 A.1。

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
镨	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。
注 3: 熔化温度采用 ITS-90 国际温标规定的定点温度。