YS

|  |  |
| --- | --- |
| **中华人民共和国工业和信息化部**  | 发布 |

202×-××-××实施

202×-××-××发布

自熔合金粉末固-液相线

温度区间的测定方法

Self-fluxing alloy powders一Determination of

Solidus - Liquidus temperature range

（草案）

YS/T 533－XXXX

代替YS/T 533-2006

中华人民共和国有色金属行业标准

ICS 77.160

CCS H 16

 DAITI

前 言

1. 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。

本文件代替YS/T 533-2006 《自熔合金粉末固-液相线温度区间的测定方法》，与YS/T 533-2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 增加了测试设备差示扫描量热仪DSC（见第1章）；
2. 增加了规范性引用文件（见第2章）；
3. 增加了固相线温度和液相线温度定义（见第3章）；
4. 删除了“差热分析”定义（见2006年版1.3）
5. 更改了方法原理（见第4章，2006年版第2章）；
6. 增加了仪器试验设备差示扫描量热仪（见第5.2）；
7. 增加了仪器校准（见第7章）；
8. 更改了称样量要求，推荐称样量由一般不超过200mg修改为5mg-50mg（见8.3，2006年版的3章）；
9. 更改了试样制备和要求以及试验要求，两部分一同汇总至试验步骤（见第8章，2006年版的第3章和第5章）；
10. 更改了试验数据处理（见第9章，2006年版的第6章）；
11. 更改了试验报告（见第10章，2006年版的第7章）。
12. 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。
13. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。
14. 本文件起草单位：
15. 本文件主要起草人： 。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1986年首次发布为GB/T 6526-1986，2006年第二次修订为YS/T 533-2006；

——本次为第三次修订。

自熔合金粉末固-液相线温度区间的测定方法

1 范围

本文件规定了自熔合金粉末固-液相线温度区间的测定方法。

本文件适用于使用差热分析仪（DTA）或差示扫描量热仪（DSC）测定自熔合金粉末固-液相线温度区间的试验，试验温度不超过1500℃。

2 规范性引用文件

1. 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。
2. GB/T 6425 热分析术语

3 术语和定义

1. GB/T 6425界定的术语和定义适用于本文件
2. 3.1
3. 自熔合金  **self-fluxing alloy**
4. 含硼、硅元素，且熔点低、自脱氧，与基材浸润性好的合金。
5. 3.2
6. 固-液相线温度区间 **solidus - liquidus temperature range**
7. 合金保持固液两相共存的一定温度区间，表示为：*T*es~*T*el。
8. 3.3
9. 固相线温度 **solidus temperature**
10. 熔化过程中第一个峰的外推起始点温度*T*es。
11. 注：单位为℃。开始熔化温度*Ti*又称为固相线温度*T*es。
12. 3.4
13. 液相线温度 **liquidus temperature**
14. 熔化过程中最后一个峰的外推终止点温度*T*el。
15. 注：单位为℃。熔化终止温度*Tf*又称为液相线温度*T*el。

4 方法原理

差热分析仪（DTA）或差示扫描量热仪（DSC）能在自熔合金粉末发生固-液相转变过程中，获取试样的热效应信息。采用DTA或DSC对试样进行加热，对整个熔化过程进行动态扫描，测定自熔合金粉末熔化过程的热分析曲线，根据曲线外推起始点温度和外推终止点温度来确定固-液相线的温度区间。

5 仪器设备

5.1 差热分析仪

在程序控温和惰性气氛下，测量试样和参比物温度差的仪器。温度曲线的读数精度不得低于±2℃；选择适宜灵敏度的仪器，使试样熔化过程中产生熔化峰，能记录于记录仪的10%-90%分度范围内。

5.2 差示扫描量热仪

在程序控温和惰性气氛下，测量输给试样和参比物热流速率或加热功率差的仪器。温度曲线的读数精度不低于±2℃。选择适宜灵敏度的仪器，使试样熔化过程中产生熔化峰，能记录于记录仪的10%-90%分度范围内。

6 试样

非经特殊申明，试样应采用来样时的原始状态进行测量。如果试样有吸潮现象，可以采用120℃、保温2小时预烧处理。

7 校准

7.1 应对热分析仪器，按照设备操作规程校准仪器温度指示值；

7.2 校准时选用的仪器灵敏度、加热速率、环境气氛、气体流速等条件应与试验时对应条件一致。

8 试验步骤

8.1 打开热分析仪器，预热0.5小时以上。吹扫气采用99.99%以上纯度的惰性气体，气体流量不大于50ml/min。

8.2 选择在整个试验温度范围内不与参比物或试样发生相变反应的坩埚，坩埚应洁净无污染，必要时可高温焙烧。

8.3 称取适量粉末放于坩埚中，推荐试样称取量5mg-50mg。将装好试样的坩埚和装有参比物坩埚（或空坩埚），分别至于热分析仪器支架相应位置，盖上炉体。

8.4 在仪器试验程序软件上输入试样称取量、温度程序设置等相关信息，运行程序加热试样。推荐升温速率范围4 ℃/min ~ 10 ℃/min，加热过程需保证试样的熔化峰DTA（DSC)曲线完全出现。

注：测试过程中发现基线不平，推荐先测试空白基线、再采用基线+修正模式测试样品热分析曲线。空白测试条件与试样测试条件一致。

8.5 测试应至少进行两次，每次的试验条件保持一致。

9 试验数据处理

9.1 根据得到的DTA曲线（DSC曲线），确定第一个熔化峰的外推起始温度Tes，外推基线与熔化转变开始曲线最大斜率处切线的交点即为固相线温度。

9.2 根据得到的DTA曲线（DSC曲线），确定最后一个熔化峰的外推终止温度Tel，外推基线与熔化转变结束曲线最大斜率处切线的交点即为液相线温度。

9.3 多峰存在的情况下，应根据材料的实际相变和熔化情况判断熔化峰，再根据熔化峰确定固相线温度和液相线温度。

9.4 取测试结果的平均值作为最终测试结果，温度数值修约到整数位。



图1 物质熔化热分析示意图

图中：

*T*es——外推起始温度（固相线温度），单位为摄氏度（℃）；

*T*el——外推终止温度（液相线温度），单位为摄氏度（℃）；

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

—本文件编号。

—试验日期。

—试样名称、成分、重量。

—试验条件

a) 仪器型号；

b) 气氛种类、流量；

c) 参比物名称

d) 坩埚类型；

e) 升温速率 (℃/min)；

— 试验结果

a) 固相线温度；

b) 液相线温度；
— 注明本文件未作规定的可能影响试验结果的其他因素。