

文章编号:1673-9981(2017)02-0123-05

用卤素水分测定仪测定钎剂水分含量的可行性研究*

胡泽宇,李世婕,朱火清,黄永达,刘宏江

广东省焊接技术研究所(广东省中乌研究院),广东 广州 510650

摘 要:用卤素水分测定仪在不同温度下测定钎剂产品中的水分含量,并与烘箱法进行对比。实验表明,在升温程序为标准,关机模式为1 mg/50s,干燥温度为110,115,120 °C的条件下,用卤素水分测定仪测定3个钎剂样品水分的精密度和烘箱法(110 °C, 4h)没有显著差异。但在准确度方面,1号样品在干燥温度115,120 °C,2,3号样品在120 °C的条件下,与烘箱法没有显著差异。在干燥温度为120 °C时,用卤素水分测定仪法测定钎剂产品水分含量的精密度和准确度与烘箱法一致,可以代替烘箱法,从而实现对钎剂水分的在线跟踪和智能化检测。

关键词:卤素水分测定仪;烘箱;钎剂;水分含量

中图分类号:TG425.2

文献标识码:A

目前,测量物质水分含量最传统的方法是烘箱法^[1]。烘箱法的特点是:以电阻丝发热管为热源,无筛选地通过加热蒸发包含水分在内的可挥发组分,实施测量。其热源热量以过流方式均匀分布于整个烘箱,烘箱各处的温度波动不大,可同时测量几十个样品^[1];但检测时间长(至少7 h),不能实现在线检测,工作效率低;称量、烘干和计算工序不能实现一体化,对检测人员的综合技能和熟练程度要求较高^[2]。

氟铝酸钾钎剂在空气中具有一定的吸潮性,在熔点560 °C以下的挥发性物质只有水。由于广州市一年四季的湿度差别较大,导致钎剂的水分含量波动较大。为了有效控制其水分含量、稳定产品质量,必须准确检测其水分含量。

随着科技的发展,一种新型快速水分检测仪器——卤素水分测定仪面世,它集称量、加热、计算和显示单元为一体,可与计算机、打印机相联,实现自动智能化检测。其检测时间较短(5~30 min),可实现在线跟踪检测。但是,一台卤素水分测定仪每次

只能检测一个样品,如果要同时检测几十个样品,工作效率反而不如烘箱法^[3]。

本文以钎剂作为样品,分别用烘箱法和卤素水分测定仪法检测其水分含量,并将两者检测结果的精密度和准确度进行对比分析^[4],以确定卤素水分测定仪能否替代烘箱进行检测,从而实现检测方法的转型升级。

1 实验部分

1.1 试样与仪器

试样:自产氟铝酸钾钎剂。

仪器:瑞士METTLER TOLEDO HE83 卤素水分测定仪;广州上工热工设备有限公司生产的FA101实验室防腐烘箱;德国SARTORIUS AG BT224 分析电子天平,以及配套的称量瓶和干燥器。

1.2 实验方法

卤素水分测定仪和烘箱法的检测原理一样,都

收稿日期:2017-03-25

* 基金项目:广州市科技计划项目(201704030113)

作者简介:胡泽宇(1986-),男,广东海丰人,助理工程师,本科。

是通过加热进行无筛选的水分含量测定,区别在于两者的加热方式不同,卤素水分测定仪的热源为环形卤素灯,环形卤素灯升温迅速,可缩短检测时间。

钎剂的水分与空气的湿度密切相关,选择一年中三种典型空气湿度下生产的钎剂为3个待测样品:1号样品为干燥季节生产的钎剂,2号样品为一般季节生产的钎剂,3号样品为潮湿季节生产的钎剂。然后用烘箱法和卤素水分测定仪法分别对3个样品重复测定5次。

1.2.1 烘箱法

首先,将空称量瓶在110℃下烘1h,恒重,取出放在干燥器中冷却0.5h,称重,记为 m_1 。然后,称4g左右钎剂样品置于空称量瓶中,记为 m_2 。将装有样品的称量瓶放入温度为110℃的烘箱中,打开瓶盖,烘4h,取出放在干燥器中冷却0.5h,称重,记为 m_3 。

$$\text{钎剂样品水分含量: } w = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad (1)$$

1.2.2 卤素水分测定仪法

影响卤素水分测定仪测量的因素有:干燥温度、干燥速度、干燥时间、样品面积、样品水分范围和样品量等^[5]。当样品量、样品面积、干燥速度、干燥时间一定时,样品的水分含量就只和干燥温度相关,干燥温度可根据样品的特性设定。在卤素水分测定仪的操作规范中,干燥速度对应升温程序,干燥时间对应关机模式。因此,通过设定卤素水分测定仪的干燥温度、升温程序和关机模式,来检测样品的水分含量。

其检测流程为:先测定样品质量,然后由内置的卤素干燥装置和水分蒸发器快速加热样品,在干燥过程中,连续测定样品质量并显示失去的水分,干燥结束后,直接显示水分含量,即为最终检测结果^[6]。

卤素水分测定仪的干燥温度和样品的水分含量密切相关,样品的水分含量越低,设定的干燥温度就越低;水分含量越高,设定的干燥温度就越高。这与卤素水分测定仪的检测时间短有关。

根据本试验钎剂样品的特性,确定分析测试流程为:先开机预热15min,进行天平校准;然后选择升温程序为标准、关机模式为1mg/50s,分别设定干燥温度为110,115,120℃,将4g样品均匀分散置于托盘中,开始测量。测量结束后,屏幕显示测量结果。

2 实验结果与讨论

2.1 两种方法的温度曲线

在相同室温和样品质量的条件下,分别用烘箱法和卤素水分测定仪法测定钎剂样品的水分,记录两种方法的温度变化曲线,结果如图1所示。

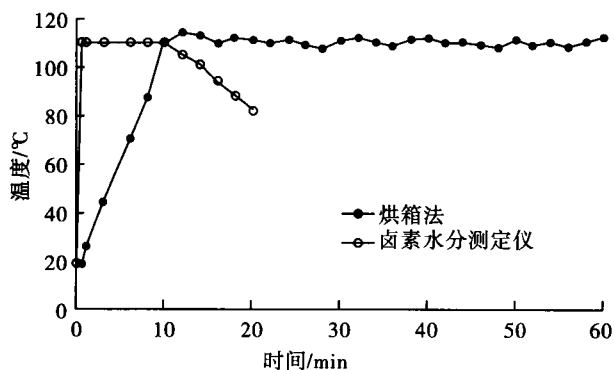


图1 烘箱法和卤素水分测定仪法的温度曲线

Fig.1 The temperature curve of oven drying method and halogen moisture detector

由图1可知,卤素水分测定仪的升温速率很快,在30s内就从20℃升至设定温度110℃,且升到设定温度后,几乎没有明显的温度波动;而用烘箱从20℃升至设定温度110℃,至少需10min,升至设定温度后,还需几分钟才能稳定,最后温度在(110±2)℃范围内波动。

用卤素水分测定仪测量钎剂的水分时,样品表面吸收了部分红外线,通过分子传导,使样品全部受热,从而实现快速加热。环形卤素灯的特殊结构设计,可使样品加热均匀、温度波动不显著。

2.2 两种方法的水分含量检测

分别用烘箱和卤素水分测定仪(干燥温度110,115,120℃),对1,2,3号钎剂样品的水分进行测定,并计算标准偏差和平均值,结果列于表1~3。

2.3 两种方法检测效果的分析

用F检验法分析烘箱法和卤素水分测定仪法两种方法的精密度是否存在显著差异;若精密度不存在显著差异,再用t检验法分析两种方法的准确度是否存在显著差异,以确定卤素水分测定仪法是否可替代烘箱法,以及替代的条件。

表 1 1 号钎剂样品的测定结果
Table 1 The results of flux sample 1

测定方法	温度/℃	测定结果 $w/\%$	平均值 $w/\%$	标准偏差 S
烘箱法	110	0.45,0.45,0.44,0.43,0.46	0.45	0.010050
	110	0.40,0.38,0.36,0.36,0.41	0.38	0.022804
卤素水分测定仪法	115	0.41,0.46,0.42,0.45,0.41	0.43	0.023452
	120	0.46,0.44,0.49,0.43,0.48	0.46	0.024597

表 2 2 号钎剂样品的测定结果
Table 2 The results of flux sample 2

测定方法	温度/℃	测定结果 $w/\%$	平均值 $w/\%$	标准偏差 S
烘箱法	110	2.18,2.13,2.20,2.10,2.15	2.15	0.039623
	110	2.03,1.93,1.98,2.02,1.88	1.97	0.063008
卤素水分测定仪法	115	2.07,2.03,1.99,2.11,2.02	2.04	0.046690
	120	2.25,2.20,2.15,2.15,2.10	2.17	0.057009

表 3 3 号钎剂样品的测定结果
Table 3 The results of flux sample 3

测定方法	温度/℃	测定结果 $w/\%$	平均值 $w/\%$	标准偏差 S
烘箱法	110	7.03,7.03,7.08,7.10,7.12	7.07	0.040866
	110	6.54,6.81,6.66,6.70,6.67	6.68	0.096592
卤素水分测定仪法	115	6.85,6.74,6.67,6.81,6.69	6.75	0.076942
	120	7.20,7.02,7.07,7.17,7.11	7.11	0.073007

2.3.1 F 检验验中的方差和 F 值,结果列于表 4.
根据表 1~3 的标准偏差和平均值,计算 F 检

表 4 F 检验法结果
Table 4 Results of F -test

样品编号	烘箱法(110℃)	卤素水分测定仪法		F	查表 $F_{0.05}(4,4)$
	S_1^2	温度/℃	S_2^2		
1	0.000101	110	0.000520	5.15	6.39
		115	0.000550	5.45	
		120	0.000605	5.99	
2	0.001570	110	0.003970	2.53	6.39
		115	0.002180	1.39	
		120	0.003250	2.07	
3	0.001670	110	0.009330	5.59	6.39
		115	0.005920	3.54	
		120	0.005330	3.19	

由表 4 可知,3 个样品的 F 值都比查表所得 $F_{0.05}(4,4)$ 小,表明卤素水分测定仪法(110,115,120 °C)与烘箱法(110 °C,4h)在精密度方面没有显著性差异。

2.3.2 t 检验

两种方法在精密度方面没有显著性差异,需进行 t 检验.根据表 1~3 的数据,计算 t 检验中的方差和 t 值,结果列于表 5.

表 5 t 检验法结果
Table 5 Results of t -test

样品编号	烘箱法(110°C) S_1^2	卤素水分测定仪法		t	查表 $t_{0.05,8}$
		温度/°C	S_2^2		
1	0.000101	110	0.000520	5.743	2.306
		115	0.000550	1.402	
		120	0.000605	1.094	
2	0.001570	110	0.003970	5.528	2.306
		115	0.002180	3.944	
		120	0.003250	0.580	
3	0.001670	110	0.009330	8.443	2.306
		115	0.005920	8.213	
		120	0.005330	1.122	

由表 5 可知,采用卤素水分测定仪法测试时,1 号样品在 110 °C,以及 2,3 号样品在 110,115 °C 的条件下,其 t 值都比查表所得 $t_{0.05,8}$ 大,说明两种方法产生显著性差异.即采用卤素水分测定仪法时,1 号样品在 115,120 °C,以及 2,3 号样品在 120 °C 条件下测试,不会与烘箱法产生显著性差异.说明在此条件下,卤素水分测定仪法可以代替烘箱法,测定钎剂中水分的含量。

采用卤素水分测定仪法测定氟铝酸钾钎剂样品的水分,若对 3 个样品都取干燥温度为 120 °C,其精密度和准确度都和烘箱法没有显著差异,卤素水分测定仪法可以代替烘箱法。

3 结 论

(1)在升温程序为标准,关机模式为 1 mg/50s,干燥温度为 110,115,120 °C 的条件下,用卤素水分测定仪测定 3 个钎剂样品水分的精密度都和烘箱法(110°C,4h)没有显著差异.但在准确度方面,1 号样品在干燥温度 115,120 °C,2,3 号样品在 120 °C 的条件下,与烘箱法没有显著差异.从建立钎剂检测标准统一性的角度出发,对 3 个钎剂样品都取干

燥温度为 120 °C,其精密度和准确度都和烘箱法没有显著差异。

(2)对本单位生产的钎剂产品,在样品量 4 g 左右、样品均布在托盘、升温程序为标准、关机模式为 1 mg/50s、干燥温度为 120 °C 的条件下,可用卤素水分测定仪代替烘箱法,测定钎剂的水分.这样不仅实现了在线跟踪和智能化检测,而且还实现了检测方法的转型升级,可更好地为钎剂生产和品质控制服务。

参考文献:

- [1] 苏伟.对烘干法水分分析原理的研究[J].中国计量,2009(12):67-70.
- [2] 徐振方,孟艳花,吴才章.基于微波+卤素的智能快速水分测定仪[J].仪表技术与传感器,2011(1):27-29.
- [3] 曹艳峰,陆丁伟,周章华.烘箱法和卤素水分测定仪方法比较[J].山西建筑,2013,39(21):134-135.
- [4] 王继燕,王炼翊,韩文业.不同方法检测氯含氢分析数据的差异显著性检验[J].轻工科技,2009,25(5):20-21.
- [5] 涂玉娟,黄攀攀.卤素快速水分测定仪对污泥含水率测定的适用性[J].净水技术,2016(6):67-70.
- [6] 吴姝怡,梁毅.国外卤素水分测定仪的最新动态观察与探讨[J].现代制造,2011(11):45-48.

Feasibility study on determination of water content of flux by halogen moisture analyzer

HU Zeyu, LI Shijie, ZHU Huoqing, HUANG Yongda, LIU Hongjiang

Guangdong Welding Institute (China-Ukraine E. O. Paton Institute of Welding), Guangzhou 510650, China

Abstract: The moisture content of the flux product was measured at different temperatures using a halogen moisture analyzer and compared with the oven method. The experimental results show that the precision of the three flux samples is determined by the halogen moisture analyzer under the condition that the heating rate is 1 mg / 50s and the drying temperature is 110 °C, 115 °C and 120 °C. There was no significant difference with the oven method (110 °C, 4h). However, in terms of accuracy, no. 1 samples at the drying temperature of 115 °C, 120 °C, no. 2 and 3 samples at 120 °C, and the oven method was no significant difference. At 120 °C, the moisture content of the flux product is consistent with that of the oven method. The method can be used to replace the oven method, so as to realize the on-line tracking and intelligence of the flux detection.

Key words: halogen moisture detector; oven drying method; brazing flux; moisture content