

ICS 77.040.99

H21

**YS**

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-20XX

---

钛合金 $\beta$ 转变温度测定方法  
热分析方法

**Method for  $\beta$  transus temperature determination of Titanium alloys -**

**Thermal analysis**

(讨论稿)

201X-XX-XX 发布

201X-XX-XX实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本标准起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、国合通用测试评价认证股份公司等

本标准主要起草人：

# 钛合金 $\beta$ 转变温度测定方法 热分析方法

## 1 范围

本标准规定了采用差示扫描量热法（DSC）或差热分析（DTA）测定钛合金 $\beta$ 转变温度的方法。

本标准适用于测定钛合金 $\beta$ 转变温度，温度范围为室温~1500℃。按照本方法测定的 $\beta$ 转变温度的精确度是 $\pm 5^\circ\text{C}$ 。

## 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 6425-2008 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

JJG 936 示差扫描热量计检定规程

## 3 定义

### 3.1

**$\beta$ 转变温度**  $\beta$ transus temperature

钛合金在加热过程中全部转变为 $\beta$ 相组织的最低温度，用  $T_\beta$ 表示。

### 3.2

**差热分析（DTA）** differential thermal analysis

将待测样品与另一参比样品在完全相同的条件下加热（或冷却）根据两者温差与温度或时间的变化关系(DTA曲线)，对物质状态进行判定的一种分析技术。

### 3.3

**差示扫描量热法(DSC)** differential scanning calorimetry

在程序控温和一定气氛下，测量输给试样和空白试样之间的热流速率差（热功率差）与温度或时间关系的技术。

### 3.4

**差热分析曲线（DTA曲线）** differential thermal analysis curve (DTA curve)

由差热分析仪测得的曲线。曲线的纵坐标是试样和空白试样之间的温度差（ $\Delta T$ ），按习惯向上表示放热效应（exothermic effect），向下表示吸热效应（endothermic effect）。

[GB/T 6425-2008，定义 3.2.8]

### 3.5

**差示扫描量热曲线（DSC曲线）** differential scanning calorimetry curve (DSC curve)

由差示扫描量热仪测得的输给试样和空白试样之间的热流速率差（热功率差）与温度或时间的关系曲线图示。曲线的纵坐标为热流速率差，单位为  $\text{mW}$  或  $\text{mJ}\cdot\text{s}^{-1}$ ；横坐标为温度或时间。

注：改写 GB/T 6425-2008，定义 3.2.10。

### 3.6

#### 基线 baseline

无试样存在时产生的信号测量轨迹；当有试样存在时，系指试样无（相）转变或反应发生时，热分析曲线近似为零的区段。

##### a) 仪器基线 instrument baseline

仅有相同质量和材料的空坩埚测得的热分析曲线。

##### b) 试样基线 specimen baseline

仪器装载有试样和空白试样，在反应或转变区外测得的热分析曲线。

注：改写 GB/T 6425-2008，定义 3.5.3.1。

## 4 原理

物质在升温或降温过程中，如果发生了物理或化学变化，有热量的释放或吸收，就会改变原来的升、降温进程，从而在温度记录图线上有异常反映，称之为热效应。热分析就是通过热效应来研究物质内部物理、化学过程的试验技术。差示扫描量热法和差热分析是热分析中灵敏度较高的两种测试方法。

钛及钛合金具有  $\alpha \rightarrow \beta$  的同素异构转变，在加热或冷却过程中发生相变前，待测样品与参比样品之间不出现温差，即： $\Delta T = 0$ ，此时 DSC 或 DTA 曲线为一条不变的水平线。若发生相变，由于热效应，将使待测样品的变温速度高于或低于参比样品的变温，从而在 DSC 或 DTA 曲线上出现一个明显的热效应峰。

对于纯钛， $\alpha \rightarrow \beta$  在恒温下完成转变，故热效应明显，峰值突出，如图 1 所示，因而测试灵敏度高。

对于  $\alpha$  型合金， $\alpha \rightarrow \beta$  转变在一定温度范围内完成，热效应峰较宽，不如前者锋锐，如图 2 所示。

对于  $\alpha + \beta$  型钛合金， $\alpha \rightarrow \beta$  转变在一定温度范围内完成，热效应峰较宽，如图 3 所示。热加工态的 TC4 合金，第一次加热后，相变温度明显较高，第二、三次加热后，相变温度趋于一致，且与金相法差异较小，约  $8^\circ\text{C}$ ，如图 4 所示。

对于亚稳定  $\beta$  型钛合金，因为  $\alpha + \beta \rightarrow \beta$  转变是一个持续过程，在 DSC 或 DTA 曲线上，相变完成表现为基线的迁移，如图 5 所示，分析判定难度加大。对于此类型钛合金，应增加时效前处理，使得亚稳  $\beta$  相析出一定量的  $\alpha$  相后，再进行热分析测试，此时的热效应较为明显，更易从曲线上标定出转变温度，如图 6。

## 5 样品

### 5.1 样品制备

5.1.1 建议将试样加工成圆片状，直径大小接近于坩埚的直径，厚度在 1mm 左右，重量为 50~150mg。

5.1.2 对于片状试样的制备和加工，应使用线切割等机加工手段。为减少由于加工所带来的热影响时，可采用慢速线切割方式。加工后的表面应光滑、洁净，不应有机械损伤。制备的试样表面能最大程度地与坩埚底部接触。

5.1.3 从每批棒材、锻坯、板材及线材上切取两个（份）样品，其尺寸规格及重量相近。为确保测温的准确性，减少热滞，试样底面与样品室坩埚底部应贴合。

### 5.2 样品时效处理

5.2.1 对于亚稳定  $\beta$  型钛合金，在评定其相转变温度时，试验前应对试样进行时效处理。推荐

的时效制度为  $650^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ ，保温 1h 随炉冷却至  $550^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ ，保温 1h，随后随炉冷。

5.2.2 样品的时效处理应在半精车或磨削前进行，时效前和测试前应用酒精对试样进行除油并干燥。

## 6 试验设备

### 6.1 差示扫描量热仪或差热分析仪

#### 6.1.1 仪器配备

仪器由炉体、温度传感器、差动传感器、温度控制器、气体流量控制器、制冷装置及数据采集系统等组成。

#### 6.1.2 炉体

炉体能够以恒定的速率加热或冷却试样和空白试样，并保持两者恒温。

#### 6.1.3 温度传感器

温度传感器的分辨率不低于  $0.01^{\circ}\text{C}$ 。

#### 6.1.4 差动传感器

对于差示扫描量热仪，至少能检测到试样和空白试样之间  $100\text{ mW}$  的热流速率差；对于差热仪，至少能检测到试样和空白试样之间  $3^{\circ}\text{C}$  的温差。

#### 6.1.5 温度控制器

$10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  速率变化的精度为  $0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，恒温段的精度为  $0.1^{\circ}\text{C}$ 。

#### 6.1.6 数据采集系统

记录和显示以温度或时间为 X 轴，热流信号或温差信号为 Y 轴的差示扫描量热曲线或差热曲线。

### 6.2 天平

万分之一天平，精确至  $0.1\text{mg}$ 。

### 6.3 坩埚

在测试的温度范围内，坩埚不应与试样发生反应。建议使用氧化铝坩埚，必要时配备封装或密封坩埚的工具。

### 6.4 吹扫气体

氩气或氮气，气体纯度  $\geq 99.99\%$ （体积分数）。

## 7 校准

7.1 热分析仪应按照 JJG 936 检定规程中的方法进行校准，选择至少两种熔融温度处于或接近待测试样相变温度范围的标准物质。校准的试验步骤与试样的保持一致。

7.2 对仪器温度的示值误差进行检验，第 1 次、第 2 次仪器测得的标准物质熔融温度的平均值与标准物质标准值之差不大于  $3^{\circ}\text{C}$ 。

7.3 对仪器温度的重复性进行检验，第 1 次、第 2 次仪器测得的标准物质熔融温度之差不大于  $1^{\circ}\text{C}$ 。

## 8 试验条件和步骤

### 8.1 基线（空白）的测量

8.1.1 称取两套质量一致的“坩埚加盖子”，尽可能地保持质量匹配。当进行多次重复性测试

时，应使用质量相近（±5%）和类型相同的坩埚。

8.1.2 将两套空白的“坩埚加盖子”放入设备中，使用干燥的氩气或氮气以 10mL/min~50mL/min 速率吹扫炉腔。

8.1.3 以 20℃/min 速率升温至预期相变温度以上至少 50℃。可使用其他加热或冷却速率，但应在报告中注明。

8.1.4 基线测量结束后，将温度降至室温。

## 8.2 待测试样的测量

8.2.1 称取 60mg±10mg 的试样，精确至 0.1mg，将其放入试样坩埚内，放入设备中，使用干燥的氩气以 10mL/min~50mL/min 速率吹扫炉腔。

注：在放置试样的过程中，不要碰到试样坩埚以外的部位，如支架或空白坩埚，以免影响结果。

8.2.2 重复 8.1.3~8.1.4 的步骤。

8.2.3 在 DSC 或 DTA 曲线上标注出特征温度点：β相转变温度  $T_{\beta}$ 。

8.2.4 每个试样测试两次，以第二次结果为准。尤其对于热加工状态，第二、三次数据一致性好，且比第一次降低约 20℃，与金相法数据吻合度较高。

8.2.5 每批次检验两个试样，当其测试结果相差不超过±5℃时，数据有效，取其平均值为最终数据。若超过上述值，则需重复检查和测定。

8.2.6 β相转变温度  $T_{\beta}$ 值按照 GB/T 8170 进行修约，保留到整数位。

## 9 β转变温度的标定

9.1 采用 DSC 测试的β转变温度曲线为热流差与温度的关系曲线，采用 DTA 测试的为温度差（ΔT）与温度（T）的关系曲线。对这两种关系曲线求导，得到一阶导数曲线。

9.2 对于纯钛（见图 1）和 α型钛合金（见图 2），β转变峰明显，为尖锐的吸热峰。对测试曲线求导，得到一阶导数曲线（如图的 DDSC），一阶导数曲线上出现的第二个峰值点所对应的温度为  $T_{\beta}$ 。

9.3 对于 α+β型钛合金，β转变峰不明显，为钝化的吸热峰，见图 3。对相变曲线求导，得到一阶导数曲线（DDSC），一阶导数曲线上出现的第二个峰值点所对应的温度为  $T_{\beta}$ 。

9.4 对于β型钛合金，时效处理前的β转变峰不明显，表现为基线的迁移，根据测试曲线转折段中间点来判断转变温度  $T_{\beta}$ 时，误差较大，见图 5。经过时效处理后测试曲线热效应明显，对其进行一阶微分，得到的一阶导数曲线，曲线上出现的第二个峰值点为所对应的转变温度  $T_{\beta}$ ，见图 6。

9.5 对于近β型钛合金，β转变峰为两个连续的吸热峰，见图 7。对相变曲线求导，得到一阶导数曲线（DDSC），以第二个吸热峰一阶导数曲线上出现的第二个峰值点所对应的温度为  $T_{\beta}$ 。

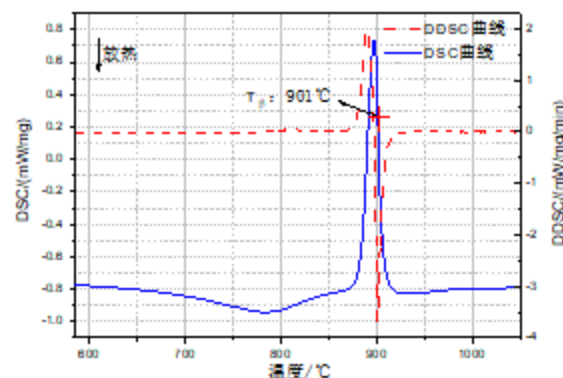


图 1 TA1 的 DSC 曲线 (DDSC 曲线为一阶导数曲线)

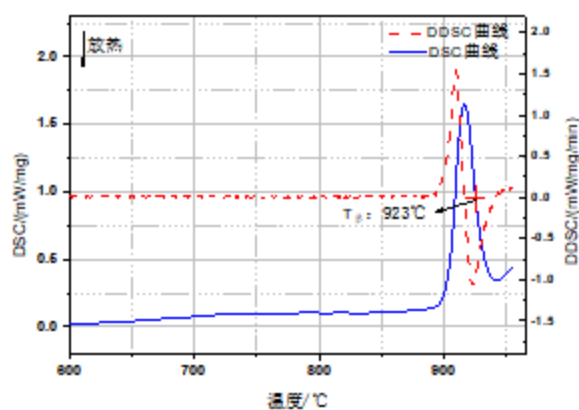


图 2 TA4 的 DSC 曲线 (DDSC 曲线为一阶导数曲线)

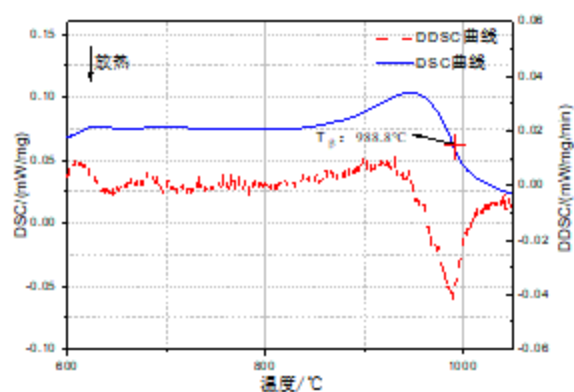


图 3 TC4 的 DSC 曲线 (DDSC 曲线为一阶导数曲线)

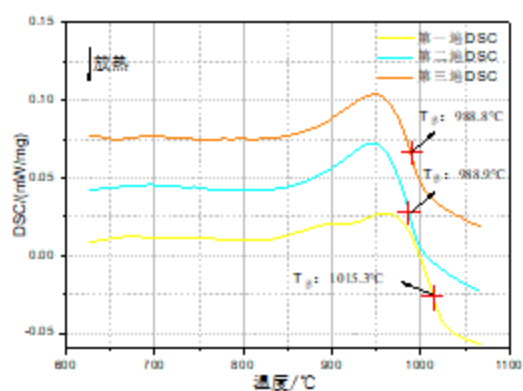


图 4 不同加热次数后 TC4 的 DSC 曲线 (DDSC 曲线为一阶导数曲线)

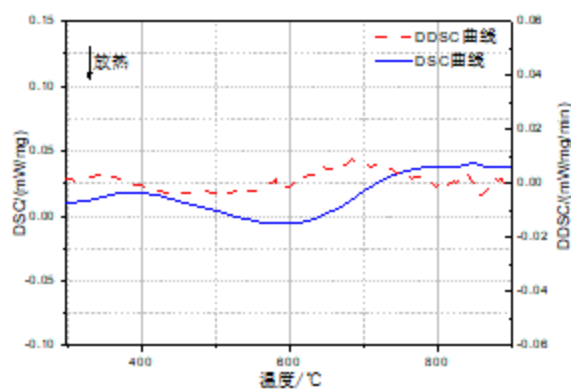


图5 TB3 时效处理前的 DSC 曲线 (DDSC 曲线为一阶导数曲线)

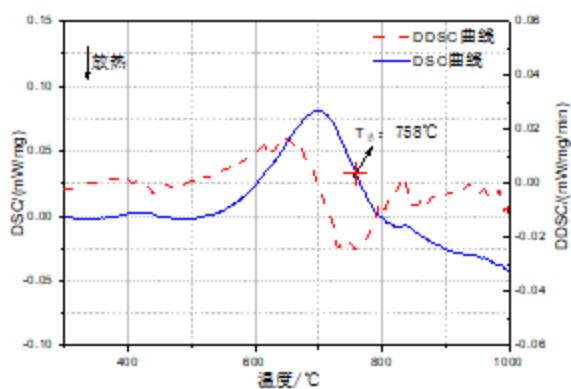


图6 TB3 时效处理后的 DSC 曲线 (DDSC 曲线为一阶导数曲线)

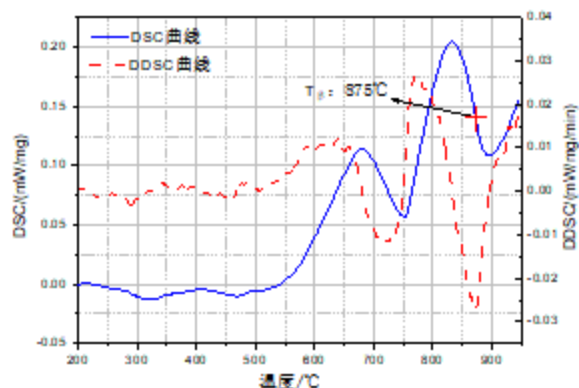


图7 Tc18 的 DSC 曲线 (DDSC 曲线为一阶导数曲线)

## 10 试验报告

试验报告应主要包含以下内容:

- 试样的相关信息 (如材料的名称、牌号、形状规格、状态、标识等);
- 坩埚的类型;
- 吹扫气的成分和流量;
- 测试仪器的名称和类型;
- 注明试验条件, 如加热速率;
- 转变温度  $T_p$  值;



- g) 本标准的编号；
- h) 试验日期。