

ICS 77.040.99

H21

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX-202X

钛合金 β 相转变温度测定
热分析法

Method for β phase transus temperature determination of Titanium

alloys - Thermal analysis

(审定稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

钛合金 β 相转变温度测定 热分析法

1 范围

本文件规定了采用差示扫描量热法（DSC）测定钛合金 β 相转变温度的方法。

本文件适用于测定钛合金 β 相转变温度，温度范围为室温~1200℃。按照本方法测定的 β 相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 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

JJG 936 示差扫描热量计检定规程

3 定义

GB/T 6425 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

β 相转变温度 β phase transus temperature

钛合金在加热过程中全部转变为 β 相组织的最低温度，用 T_β 表示。

4 原理

在程序控制温度下，钛合金中的 α 相向 β 相转变时，必然会伴随着热量的变化。采用热分析法能将此热效应记录在曲线上，从而测定出钛合金的 β 相转变温度。

5 样品

5.1 样品制备

5.1.1 将试样加工成圆片状，直径大小接近于坩埚的内径，厚度在 1mm 左右，重量为 50~100mg。

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，减少热滞后，试样底面与样品坩埚底部应贴合。

5.2 样品时效处理

对于β型钛合金，在评定其相转变温度时，应先对料坯进行时效处理。

5.2.1 料坯尺寸可以为方形（10mm×10mm×10mm）或圆柱形（Φ10mm×10mm）。

5.2.2 时效处理制度为 650℃±10℃，保温 1h 随炉冷至 550℃±10℃，保温 1h，随后随炉冷却。

5.2.2 时效处理后采用线切割等方式，切取距离表面或边缘至少 2mm 处的热分析试样用于测试。

6 试验设备

6.1 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℃。

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 100mW 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℃ 的温差。

6.1.5 温度控制器

10℃/min 速率变化的精度为 0.1℃/min，恒温段的精度为 0.1℃。

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 材料

6.2.1 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。

6.2.2 吹扫气体

氩气，气体纯度≥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℃。

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℃。

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（±1%）和类型相同的坩埚。

8.1.2 将两套空白的“坩埚加盖子”放入仪器支架上，对设备进行抽真空，然后使用干燥的氩气以 10mL/min~50mL/min 速率吹扫炉腔。重复操作 2 次，排空炉腔内的氧气以减少试样的氧化。

8.1.3 应全程采用 20°C/min 速率将试样从室温升高至预期相变温度以上至少 50°C。可使用其他加热速率，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 50mg~100mg 的试样，精确至 0.1mg，将其放入试样坩埚内，重复 8.1.2~8.1.4 的步骤。在放置试样的过程中，不要碰到支架，以免影响结果。

8.2.3 对于α型钛合金来说，只需进行一次升温试验，以第一次试验结果为准。

8.2.4 对于α+β型钛合金来说，不同状态的测试次数不同，具体情况如下：

8.2.4.1 状态为铸造态的，应进行一次升温试验，以第一次试验结果为准。

8.2.4.2 状态为热加工态或退火态的，应进行两次升温。第一次测试结束后，取出试样进行打磨处理，使用不低于 400 号砂纸去除试样正反两面的氧化层，然后将试样浸入无水乙醇清洗。试样清洁后放入第一次使用的坩埚内，重复 8.1.2~8.1.4。应舍掉第一次试验结果，以第二次试验结果为准。

8.2.5 对于β型钛合金来说，试样进行时效处理后只需一次升温测试，以该试验结果为准。

8.2.6 在 DSC 曲线上标注出特征温度点：β相转变温度 T_{β} 。

9 β转变温度的标定

9.1 采用 DSC 测试的β相转变温度曲线为热流差与温度的关系曲线，对曲线求导，得到一阶导数曲线，一阶导数曲线上对应转变结束段出现的峰值温度点为 T_{β} 。

9.2 对于纯钛（见图 1）和 α 型钛合金（见图 2），β相转变峰明显，为尖锐的吸热峰，第一次加热曲线的 T_{β} 为合金的相转变温度。

9.3 对于 α+β 型钛合金，β相转变峰不明显，为钝化的吸热峰。

9.3.1 对于铸造态合金，第一次加热曲线的 T_{β} 为合金的相转变温度，如图 3 所示。

9.3.2 对于热加工态和退火态合金，第二次加热曲线的 T_{β} 为合金的相转变温度，如图 4 所示。

9.4 对于β型钛合金，时效处理前的β相转变峰不明显，表现为基线的迁移，根据测试曲线的一阶导数峰值点来判断转变温度 T_{β} 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，导数曲线上的峰值点为所对应的转变温度 T_{β} ，见图 6。

9.5 对于近β型钛合金，β相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），在第二个吸热峰标定相变温度点 T_{β} 。

9.6 每批次检验两个试样，当其最终结果相差不超过±5°C时，测试数据有效，取其平均值为最终报告的数据。若超过上述值，则需重复检查和测定。

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

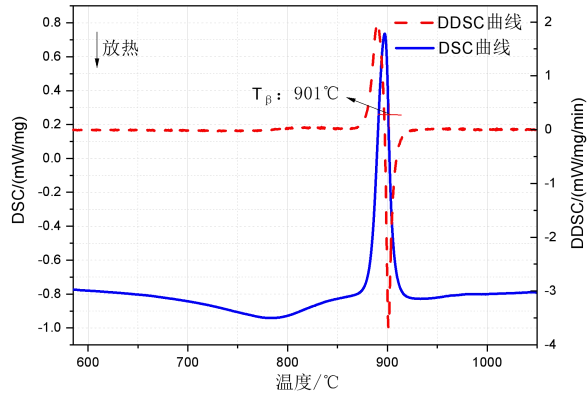


图 1 TA1 的第一次升温热分析曲线

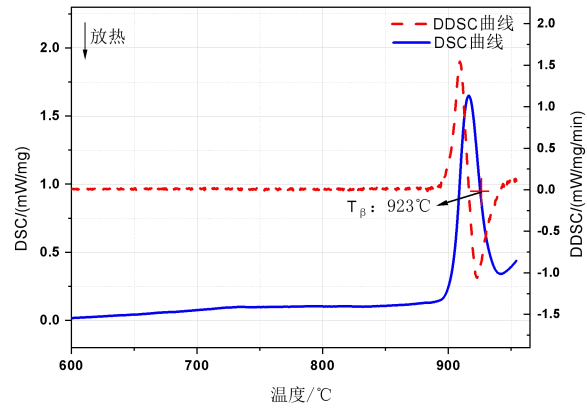


图 2 TA4 的第一次升温热分析曲线

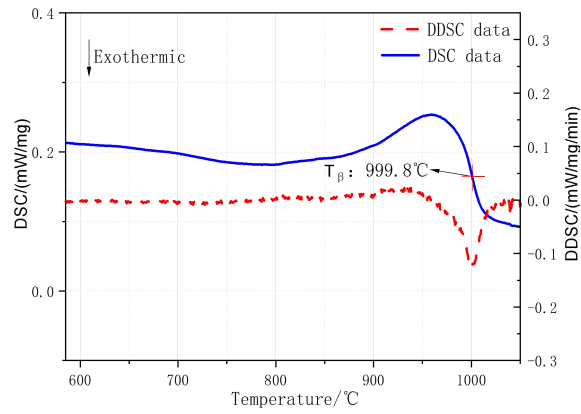


图 3 TC4 铸造态的第一次升温热分析曲线

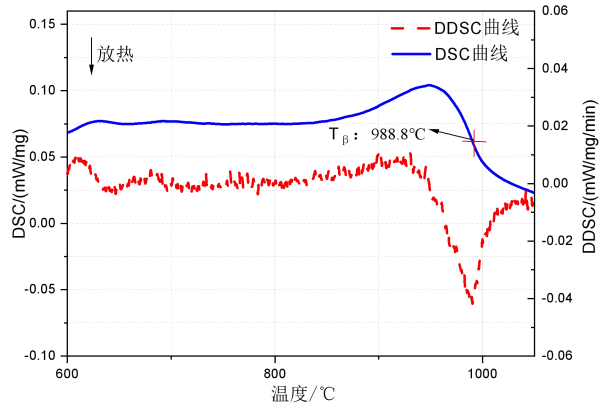


图4 TC4 热加工态的第二次升温热分析曲线

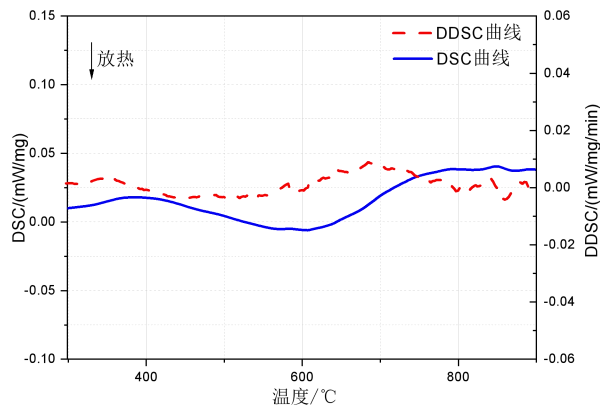


图5 TB3 时效处理前的第一次升温热分析曲线

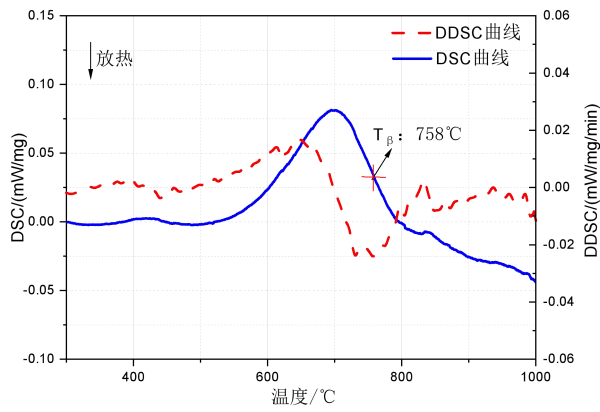


图6 TB3 时效处理后的第一次升温热分析曲线

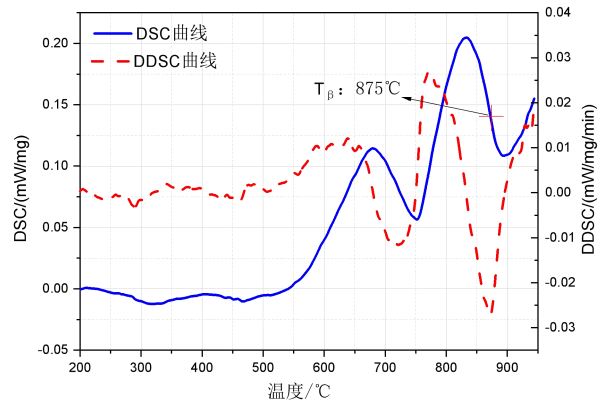


图 7 TC18 的第一次升温热分析曲线

10 试验报告

试验报告应主要包含以下内容:

- a) 试样的相关信息 (如材料的名称、牌号、形状规格、状态、标识等);
- b) 测试仪器的名称和型号;
- c) 注明试验条件, 如加热速率;
- d) β 相转变温度 T_{β} 值;
- e) 本文件的编号;
- f) 试验日期。