

HB

**中华人民共和国航空航天工业部
航空工业标准**

HB 6623. 1—92

**钛合金 β 转变温度测定方法
差热分析法**

1992—10—04 发布

1992—12—01 实施

中华人民共和国航空航天工业部 批准

中华人民共和国航空航天工业部航空工业标准

钛合金 β 转变温度测定方法 差热分析法

HB 6623. 1—92

1 主题内容与适用范围

本标准规定了采用差热分析法(DTA)测定钛合金 β 转变温度的试样、试验设备、试验条件、试验步骤及 β 转变温度判定等要求。

本标准适用于在日常生产和科研工作中,采用差热分析法测定各种类型钛合金的 β 转变温度。按照本方法测定的 β 转变温度的精确度是 $\pm 8^{\circ}\text{C}$ 。

2 定义

2.1 β 转变温度

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。

2.2 差热分析

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 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。差热分析是热分析中灵敏度较高的一种测试方法。

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 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 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 α 型合金, $\alpha \rightarrow \beta$ 转变在一温度范围内完成,热效应峰较宽,不如前者锋锐,如图 2 所示。对于 $\alpha + \beta$ 型及亚稳定 β 型钛合金,因为 $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ 转变是一个持续过程,在 DTA 曲线上,相变完成表现为基线迁移,如图 3、图 4 所示,故分析判定难度加大。

4 样品要求

4.1 样品重量为 100~150mg。

4.2 从每批棒材、锻坯、板材及线材上切取两个(份)样品,其重量相近而尺寸和形状随选用的差热分析仪样品室规格及材料规格而定。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 试验设备

所采用的差热分析仪应满足下列基本要求:

- 5.1 测试温度范围在 20~1500℃之间,精度达士2℃。
- 5.2 加热或冷却可程序控制。加热速度应能满足 6.1.2 要求。
- 5.3 可充保护气氛或抽真空,所用氩气的纯度应不低于 99.99%。
- 5.4 可记录 $\Delta T \sim T$ 曲线及 $d(\Delta T)/dT \sim T$ 导数曲线。

6 试验条件和步骤

6.1 试验条件

- 6.1.1 试验参比样品用粉末状 Al_2O_3 。
- 6.1.2 升温速度为 10~40℃/min,一般情况下采用 20℃/min,当热效应较弱时,可采用 40℃/min。
- 6.1.3 保护气氛(氩气)流量 45ml/min。

6.2 试验步骤

- 6.2.1 测试样品前,应先在两个样品坩埚内放入等量的 Al_2O_3 粉末,测定仪器基线,基线形状如图 5 所示,才可开始正式样品的测定。
- 6.2.2 仪器应定期用标样以选定的升温和速度测定标样熔点,进行温度标定。选用熔点与被测样品的 β 转变温度接近的标样。

例如:纯金理论熔点为 1063℃,差热仪实测熔点为 1058.2℃,见图 6,故差热仪实际温度修正值 $\Delta T_1 = +4.8^\circ C$ 。

- 6.2.3 按差热仪使用说明书进行操作。
- 6.2.4 每个样品测试两次,以第二次结果为准。

7 β 转变温度的判定

- 7.1 钛合金 β 转变温度按 DTA 曲线中 $d(\Delta T)/dT \sim T$ 导数曲线峰值所对应的温度判定。
- 7.2 当 $d(\Delta T)/dT \sim T$ 导数曲线钝化时,可由 $\Delta T \sim T$ 曲线转折段的中间点共同判定转变温度,参见图 3。
- 7.3 在最终确定 T_β 点时,应计入该仪器的实际温度修正值(ΔT_1),($T_\beta =$ 峰值温度 + ΔT_1)。
- 7.4 每批次检验两个样品,当其测试结果相差不超过士8℃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。