



“十二五”国家重点图书

材料科学研究与工程技术系列(应用型院校用书)

材料基础实验教程

Materials foundation experimental tutorial

主 编 徐家文
副主编 王永东
王振玲



YZLI0890114179

院士专家著书 体现先进性 前瞻性 反映材料领域的研究成果

学科融合贯通 注重交叉性 学术性 立足材料科学的人才培养

内容丰富翔实 追求研究性 实用性 促进材料工程的创新发展

哈尔滨工业大学出版社

“十二五”国家重点图书

材料科学研究与工程技术系列
(应用型院校用书)

材料基础实验教程

主 编 徐家文
副主编 王永东 王振玲
参 编 刘爱莲 王淑花 郑光海
主 审 王振廷



哈尔滨工业大学出版社

内 容 简 介

本书是根据材料成型及控制工程专业和金属材料工程专业的实验教学要求编写,内容包括实验基础知识和材料科学基础、材料测试分析方法、材料力学性能、金属材料热处理、金属腐蚀与防护、材料成型方法(铸造和焊接)、计算机在材料科学中的应用等,涉及诸多专业基础课和专业课的内容。本书既有实验基础知识,基础实验,又有综合性、设计性实验。全书由 64 个实验组成,每个实验都包括实验目的、基本原理、主要仪器设备、实验步骤与方法、基本要求、思考题等内容,选用本书时可根据自己的实际教学情况加以取舍。

本书既是高等院校材料类专业及其相关专业的本科生和专科生实验教材,又是科研人员、教师和技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

材料基础实验教程/徐家文主编. —哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,2011.1

材料科学研究与工程技术系列
(应用型院校用书)

ISBN 978 - 7 - 5603 - 3092 - 1

I. ①材… II. ①徐… III. ①工程材料-实验-教材
IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 187422 号

策划编辑 张秀华 杨桦

责任编辑 张秀华 刘威

出版发行 哈尔滨工业大学出版社

社 址 哈尔滨市南岗区复华四道街 10 号 邮编 150006

传 真 0451 - 86414749

网 址 <http://hitpress.hit.edu.cn>

印 刷 哈尔滨市工大节能印刷厂

开 本 787mm × 1092mm 1/16 印张 14.5 字数 332 千字

版 次 2011 年 1 月第 1 版 2011 年 1 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978 - 7 - 5603 - 3092 - 1

定 价 24.80 元

(如因印装质量问题影响阅读,我社负责调换)

前 言

材料科学与工程学科的发展表明,试验在材料研究与应用过程中有重要作用,也是材料学科专业有别于其他学科和专业的重要特点。从事材料的生产与研究工作,要求具有扎实的基础理论知识,同时又能够理论联系实际,具备多方面的实验研究能力。实验教学是理论联系实际、提高创新能力的重要环节,它对培养学生的实验技能、创新能力和综合能力有着不可替代的作用。因此,普通高等院校培养材料科学与工程方面的人才必须高度重视实验和实践教学。

本书结合国内多所院校材料成型及控制工程和金属材料工程专业教学实际编写而成,使实验教学与专业课程教学紧密联系,同时又具有相对的独立性和针对性,旨在培养学生的实验动手能力、专业实践技能和实验设计与创新能力。第1章介绍测量与误差、实验方案设计、实验数据处理等实验基础知识;第2章至第9章介绍材料科学基础、材料分析测试方法、材料力学性能、金属材料热处理、金属腐蚀与防护、铸造和焊接等方面的60余个实验。每个实验都包括实验目的、基本原理、仪器及材料、实验过程和方法、实验基本要求和思考题等内容。教材在实验项目上重点选择专业基础课和专业主干课的实验,内容编排上注意与理论课紧密结合,但不刻意重复一些理论课中已有的内容,主要考虑实验教学应具有的系统性和实践的独特性。

本书主体部分各章下面以节来划分,避免因各校实验名称的差异而造成使用时的混乱,使教材具有更大的灵活性和适应性。同时,书中有一定比例的综合性和设计性实验,但鉴于各院校不同实际情况及组织教学过程的不同,所以书中没有特意指明,使用过程中可根据实际情况进行选择。随着学科专业内容的不断扩张,大学课程的学时愈发显得紧张,要在一学期内进行书中全部或大部分实验是不切实际的,编者认为分学期、分阶段进行比较合适,而且有些实验在具体实施过程中其内容可能还要进行取舍。

众多教师为本书出版做出了贡献,由于篇幅限制这里不能一一介绍,只将主要参与编写的人员列出。本书的第1章由刘爱莲编写,第2章、第5章和第8章的8.1~8.7节由王永东编写,第3章、第7章、第9章由王振玲编写,第6章由王淑花编写,第8章的8.8~8.11节由郑光海编写。徐家文编写了本书的第4章并负责全书的统稿和修改工作,王振廷审阅了本书并提出宝贵意见。此外,本书编写过程中得到多所院校教师的帮助并提供了许多有价值的参考资料,在此表示衷心感谢!同时也对本书参考和引用文献资料的作者表示诚挚的谢意!

由于编者学术水平所限,因此在章节安排、内容取舍以及文字编排中难免有不妥之处,恳请读者和各位专家同行不吝指正。

编 者
2010年3月

目 录

第1章 实验技术基础知识	1
1.1 测量及误差	1
1.2 测量数据的记录及处理	6
1.3 实验方案的设计	12
1.4 正交实验设计	17
1.5 有交互作用的正交实验	23
1.6 正交实验的方差分析	27
1.7 实验报告的撰写	31
思考题	32
第2章 材料科学基础实验	34
2.1 二元合金相图测绘	34
2.2 铁磁性材料居里点测试	36
2.3 铁碳合金平衡组织的观察	39
2.4 金属塑性变形与再结晶	42
2.5 铸铁的显微组织观察与分析	45
2.6 有色金属的显微组织分析	47
2.7 粉末特性及模压成形	50
2.8 溶胶-凝胶法制备纳米粉体	52
第3章 金属材料测试分析方法实验	54
3.1 金相试样制备及显微镜使用	54
3.2 金相定量分析	59
3.3 MX2600FE 型扫描电子显微镜构造及图像分析	61
3.4 透射电子显微镜结构及选区电子衍射分析	64
3.5 金属晶体 X 射线衍射及图谱分析	67
3.6 碳钢化学成分测定	71
3.7 形状记忆合金形变回复率的测定	74
第4章 材料力学性能实验	77
4.1 金属拉伸试验及断口分析	77
4.2 金属薄板拉伸	80
4.3 金属室温压缩变形	82

4.4	金属硬度实验	84
4.5	显微维氏硬度	88
4.6	金属韧脆转变温度测定	91
4.7	金属断裂韧度 K_{IC} 的测量	94
4.8	金属疲劳试验	98
4.9	金属的摩擦磨损	102
4.10	失效断口宏观分析	104
第5章	金属材料热处理实验	107
5.1	钢的奥氏体晶粒度测量	107
5.2	钢的淬透性测量	109
5.3	碳钢退火、正火后的组织观察与分析	112
5.4	碳钢淬火、回火后的组织观察与分析	115
5.5	高速钢热处理后的组织观察与分析	118
5.6	球墨铸铁热处理	121
5.7	渗碳层组织观察与分析	123
5.8	高频感应加热表面淬火	125
5.9	铝合金固溶及时效处理	128
5.10	观察与分析常见热处理缺陷组织	130
第6章	金属腐蚀与防护实验	132
6.1	临界点蚀电位的测定	132
6.2	阳极极化曲线的测定	133
6.3	电刷镀实验	137
6.4	钢的化学镀镍	139
6.5	钢的常温磷化	141
6.6	钢板热浸镀铝	144
第7章	铸造实验	148
7.1	原砂性能综合实验	148
7.2	型砂常温性能测试	150
7.3	铸件凝固过程温度场测试	154
7.4	液态金属流动性测试	156
7.5	铝硅合金的细化和变质处理	158
7.6	金属铸锭组织	161
7.7	铸造残余应力的测定	163
7.8	感应炉熔炼制备球墨铸铁	165

第 8 章 焊接实验	168
8.1 焊接接头组织观察与分析	168
8.2 焊接接头扩散氢含量测定	171
8.3 手工电弧焊焊条制作	174
8.4 不锈钢焊接接头的晶间腐蚀	178
8.5 钎料对母材的润湿性	181
8.6 焊接电弧的静特性	184
8.7 焊接电源的外特性	186
8.8 斜 Y 型坡口焊接裂纹试验	190
8.9 钨极氩弧焊	192
8.10 电阻点焊工艺	196
8.11 磁粉探伤	199
第 9 章 计算机在材料科学中的应用	202
9.1 金属液充型过程数值模拟	202
9.2 Jade 5.0 软件在金属晶体 X 射线衍射谱标定中的应用	206
9.3 Origin 软件在实验数据处理中的应用	211
9.4 渗碳气氛计算机控制过程	215
参考文献	220

量纲符号	量的名称	量纲	导出量	国际制	量纲	量纲	基本量
L	长度	L	速度	T	M	J	质量
M	质量	M	力	L	T	M	时间
T	时间	T	力	L	T	M	质量
L	长度	L	速度	T	M	J	质量
M	质量	M	力	L	T	M	时间
T	时间	T	力	L	T	M	质量
L	长度	L	速度	T	M	J	质量

第1章 实验技术基础知识

1.1 测量及误差

试验中有大量的测量工作,测量既包括对许多物理量的测量,也包括对测量数据的处理。这些过程都与误差理论有着密切的关系,如果处理不当就会影响测量结果的精确性,使试验成为徒劳无效的工作,因此必须掌握测量和误差的基础知识。

一、量和测量

量是指现象、物体或物质可定性区别和定量确定的一种属性。而量值用来定量地表达被测对象相应属性的大小。测量就是把被测对象中的某种信息,如强度、韧性、尺寸、位移等检测并加以度量的实验操作,也就是以确定被测对象属性的具体数值为目的进行的操作。测量的结果用量值表示,量值一般是测量数值和计量单位的乘积,也就是测量结果包括测量数据和所用单位两个部分。

1. 基本量和导出量

科学技术领域中存在许多的量,它们彼此之间往往存在规律性的联系。因此,可以选择几个量作为基本量,其他量作为基本量的导出量,并将基本量看做相互独立的量,而导出量则直接或间接地与基本量存在函数关系。国际单位制(SI)中规定长度、质量、时间、电流、温度、物质的量、发光强度7个量为基本量,分别用 L 、 M 、 T 、 I 、 θ 、 N 、 J 表示。

将一个导出量用若干个基本量幂的乘积表示出来的表达式,称为该量的量纲式,简称量纲。按照国家标准,物理量 Q 的量纲记为 $\dim Q$,国际上沿用的习惯记为 $[Q]$ 。例如,导出量中速度($v = ds/dt$)的量纲: $\dim v = LT^{-1}$;加速度($a = dv/dt$)的量纲: $\dim(a) = LT^{-2}$;力($F = ma$)的量纲: $\dim(F) = LMT^{-2}$;压强($p = F/S$)的量纲: $\dim(p) = MT^{-2}L^{-1}$ 。

量纲是科学技术中一个重要问题,它可以定性地表示出导出量与基本量之间的关系,可以有效地进行单位换算,可以用它来检查物理公式的正确与否及推知某些物理规律。例如,根据“在任何一个量与量之间的关系中,等号两侧的量纲也相同,两项相加时每项量纲也要相等”的量纲法则,可以检验物理公式的正确性。

2. 法定计量单位

现实中许多量之间存在着规律性的联系,可先规定基本量的单位,其他量的单位可由它们与基本量之间的关系式导出来,这样制定的一套单位构成一定的单位制。我国的法定计量单位是由以国际单位制(SI)为基础并选用少数其他单位制的计量单位组成,强制各行业、各组织都必须遵照执行。国际单位制(SI)中基本量的单位称为基本单位,其各单位名称及单位符号列于表 1.1 中。

表 1.1 国际单位制(SI) 中的基本量的量纲及单位

基本量	长度	质量	时间	电流	温度	物质的量	发光强度
量纲符号	L	M	T	I	θ	N	J
单位符号	m	kg	s	A	K	mol	Cd
单位名称	米	千克	秒	安	开	摩尔	坎

国际单位制中的弧度和球面度是无量纲的量,它们未列入基本单位和导出单位,称为辅助单位。辅助单位既可作为基本单位使用,又可作为导出单位使用。在选定了基本单位和辅助单位之后,按导出量与基本量之间的关系,由基本单位和辅助单位以相乘或相除的形式所构成的单位称为导出单位。

3. 测量方法

测量方法是指在实施测量中所涉及的一套理论运用和实际操作,其中包括测量原理和获得测量结果的方式。按照是否直接测定被测量,测量分为直接测量法和间接测量法。一般基本量的测量都属于直接测量,例如,用游标卡尺测量圆柱直径、用量筒测量液体容积、用物理天平称材料的质量、用秒表测量单摆周期,等等。仪表上所标明的刻度或从显示装置上直接读取的值,都是直接测量的量值。实际实验中,能够直接测量的量是少数,大多数是依据直接测量的数据,通过一定函数关系的计算来得到所需的结果。例如,通过测量长度来计算矩形面积,通过测量电流强度、电压来计算电功率,通过测量单摆长度和周期计算重力加速度,等等,这些都属于间接测量法。

按照测试的手段,测量方法可分为机械方法、光学方法和电学方法。随着微电子技术和计算机技术的发展,对电量的测量技术已达到用机械方法和一般光学方法测量时很难达到的水平,在动态和静态测量中得到了广泛的应用。这里的“动态”和“静态”是指被测量是否随时间变化。静态测量过程中,被测量值恒定或随时间变化很缓慢;而动态测量过程中,被测量值随时间产生比较快的变化,因此动态测量中,要确定被测量就必须测量其瞬时值及其随温度的变化规律。

在测量过程中,按传感器是否与被测物体作机械接触,可分为接触测量和非接触测量。传感器是能按一定规律将被测量转换成同种或别种量值输出的器件。传感器从被测对象中接收能量信息,把某种或多种信息从被测系统中检拾出来,在整个测试系统中占有首要地位。热电偶是常用的温度传感器,它能直接将被测对象输入的能量(热)转换为电能而不需外加能源,属于典型的热电型传感器。而那些需要借助辅助能源将输入的机械量转换成电参数输出的传感器称为参量型传感器。

二、测量误差

各种各样的测量误差始终存在于一切科学实验和测量过程中,因此误差具有必然性和普遍性。随着人们试验技巧、控制技术和专门知识的提高和丰富,误差可以被控制得越来越小。一个完整的测量结果表达式应该包含误差部分,没有标明误差的测试结果有时会成为没有用处的数据,因为数据的质量通常是按它们的误差与最终使用的要求相比较进行评价的。

1. 误差产生的原因

测量值与被测量真值之间的差异称为测量误差,简称误差。研究事物的客观规律总是在一定的环境和仪器条件下进行,由于测试条件(环境、温度、湿度)的变化以及仪器精度的不同,使观测数据总有一定的变异性或波动性,所以测量值并不是被测量在一定条件下客观存在的、实际具有的量值,而是被测量真实量值的近似值。

测量误差主要来源于五个方面:①作为标准度量的器具,如刻度尺、天平砝码、温度计等不可能绝对准确,产生测量装置误差;②测量方法不完善,如使用了近似的数学模型,用直线代替曲线,产生测量方法误差;③测量前未能将测量器具和被测对象调整到正确位置和状态,产生调整误差;④观测者的瞄准和读数习惯、分辨视力等主观因素产生的观测误差;⑤测量过程中环境状态的变化、材料组分的非均一性以及试样内部细微差别等,产生环境误差。

2. 误差的表示方法

(1) 绝对误差。如果把无误差的理论结果定义为真值,则测量结果 x_i 与真值 μ_0 之间的偏差称为绝对误差 Δx_i ,即

$$\Delta x_i = x_i - \mu_0$$

绝对误差具有与被测量相同的单位,其值可为正亦可为负。虽然真值是在一定条件下客观存在的量值,但由于测量误差的普遍存在,一般情况下被测量的真值无法得到。这种情况下,通常用偏差来衡量测量结果的准确度。偏差与误差在概念上是不同的,它表示测量结果与算术平均值 $\bar{x}$ 之间的差值,即

$$d_i = x_i - \bar{x}$$

与绝对误差公式相比,偏差是用算术平均值 $\bar{x}$ 代替真值 μ_0 。

(2) 相对误差。相对误差是绝对误差与真值的比值,即

$$E_r = \frac{x_i - \mu_0}{\mu_0}$$

相对误差常用百分数(%)、千分数(‰)或百万分数表示,它是无量纲数,描述的是比值的大小,而不是误差本身的绝对大小。

(3) 范围误差。范围误差是指一组测量数据中最大数据与最小数据的差,在统计中常用极差来反映数据分布的变异范围和数据的离散程度,又称为全距或极差。其公式表达为

$$R = x_{\max} - x_{\min}$$

式中, R 为测量值分布区间范围; $x_{\max}$ 为最大测量值; $x_{\min}$ 为最小测量值。

极差的优点是计算简单,含义直观,运用方便,在数据统计处理中有相当广泛的应用。但它未能利用全部测量值的信息,不能细致地反映测量值彼此相符合的程度。

(4) 引用误差。引用误差是绝对误差与计量器具标称范围内的最高值或量程的百分比。量程是指测量装置测量范围的上限与下限之差。例如,标称范围为 $-60 \sim 100^\circ\text{C}$ 的温度计,其量程为 160°C ,如果用该温度计测量温度时的示值为 10.0°C ,而实际温度为 9.2°C ,这时温度计的引用误差为 $(10.0^\circ\text{C} - 9.2^\circ\text{C})/160^\circ\text{C} = 0.5\%$ 。

引用误差只用于表示计量器具的特性,其用相对误差的形式表示测量装置所具有的测量准确程度。测量装置应保证在规定的使用条件下其引用误差不超过某个规定值,这个规定值称为仪表的允许误差。

3. 误差分类

(1) 系统误差。系统误差是指在一定试验条件下,出现某些保持恒定或按一定规律变化的因素而使多次测定平均值与真值偏离的误差。系统误差的来源是多方面的,可来自仪器和试剂,也可来自操作不当或个人的主观因素(例如读取刻度的习惯)及测量方法的不完善。

系统误差最重要的特点是单向性或规律性。引起误差的因素在一定条件下是恒定的,误差的符号偏向同一方向或有规律变化,因此可按照它的作用规律对它进行校正或设法消除,增加测定次数不能使系统误差减小。系统误差决定测量结果的准确程度,因此要研究系统误差产生的原因,发现、减小或消除系统误差,使测量结果更加趋于正确和可靠。

(2) 随机误差。随机误差是由于各种因素的偶然微弱变动而引起的单次测定值对平均值的偏离。在相同的条件下,多次重复测量被测量时,随机误差大小和方向都以不可预知的方式变化。但是,如果用统计学方法,将大量的实验数据整理成直方图的形式,可以研究随机误差的分布特征。可以设想,如果测定次数非常多,测定值的间隔再细分,直方图将逐渐趋于正态分布的曲线。这种正态分布清楚地反映出偶然误差的规律性,可以分析出各种大小偏差的概率。

测量过程中系统误差很小和不存在过失的情况时,多次测量结果的随机误差具有以下几个性质:① 测量值落在算术平均值附近次数多,即单峰性;② 绝对值相等的正负误差出现的概率相同,即对称性;③ 误差的绝对值不会超过一定的限度,即有界性;④ 误差的算术平均值随测量次数的增加而减小,即具有抵偿性。由随机误差的性质可知,多次测量时试验误差的代数和将会很小,甚至相互抵消,所以可以通过增加测定次数的办法在某种程度上减少随机误差。

(3) 粗大误差。明显超出在规定条件下预期误差范围的误差,称为粗大误差或精大误差。粗大误差使测量值明显偏离被测量的真值,是一种显然与事实不符的误差。一般是因分析人员的粗心或疏忽而造成的,没有一定规律可循,只要分析人员加强工作责任心,这种误差是完全可以避免的。所以在作误差分析时,要估计的误差通常只有系统误差和随机误差两类。

含有粗大误差的测定值会明显地歪曲客观现象,因此含有粗大误差的测定值称为异常值。要采用的测定结果不应该包含粗大误差,即所有的异常值都应当剔除。但是,在材料试验中舍弃异常值时必须谨慎,除依据随机误差理论作判据外,还要对被测对象本身做深入考察,确认是否有可能是很重要的极端数据。例如,对淬火钢进行硬度测试时,如果发现一些点明显低于应具有的硬度,就应该考虑热处理工艺参数的合理性及热处理炉控温准确性等问题。因为若热处理过程中加热温度达不到奥氏体化的临界温度以上,基体中将存在一部分未溶的铁素体,导致试样局部硬度较低。

4. 误差的相互转化

不同性质的误差在一定条件下可以相互转化,即系统误差和随机误差在某种情况下是能相互转化的。例如,尺子的分度误差是随机误差,但以后将它作为基准尺以检定成批尺子时,该分度误差使得成批测量结果始终长一些或短一些,此时就成为系统误差。这类系统误差常称为系统性随机误差或前次随机误差。又如,刻度盘某一分度线具有一个恒定系统误差,但所有分度线的误差却有大有小,有正有负,对整个度盘的分度线的误差来说

具有随机性质。如果用度盘的固定位置测量定角,则误差恒定,可以当做已定系统误差;如果用度盘的各个不同位置测量该角,则误差时大时小,即随机化了。

在实际测量中,人们常利用误差相互转化这个特点,来减小实验结果的误差。例如,当实验条件稳定且系统误差可掌握时,就尽量保持在相同条件下作实验,以便修正系统误差;当系统误差未能掌握时,就可采用随机化测量使系统误差随机化,以便得到抵偿部分系统误差的结果。将系统误差随机化后归并到随机误差之中后,能够减少多次测量的算术平均值的误差。

三、系统误差的判断与消除

系统误差具有单向性和规律性,而随机误差具有不可预料性,所以误差检验与消除主要考虑系统误差。但只有发现测量结果中存在系统误差才有可能想办法消除或减少。目前还没有适用于发现各种误差的普遍方法,只有根据具体测量过程和对测量仪器全面仔细的分析,才能最终确定有无误差。

1. 系统误差的判断

对某一物理量进行多次测量,得数据列为 $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$, 算出算术平均值 $\bar{x}$ 及偏差 d_i 。将测得的数据按递增的顺序依次排列, 然后进行如下分析: ① 如果偏差的符号在连续几个测量中均为负或正, 则测量中含有线性系统误差; ② 如果发现偏差值的符号有规律地交替变换, 则测量中有周期性系统误差; ③ 当某一条件存在和不存在时, 测量数据偏差由基本上保持相同的符号状态(正或负)变为相反的符号状态(负或正), 则该测量过程中含有与条件变化有关的固定系统误差。

此外, 还可以按照测量的先后顺序排列数据, 如果数据列的前一半偏差之和与后一半偏差之和的差值显著不为零, 则该测量结果中含有线性误差。当然也可以比较条件改变前后偏差之和的差值, 如果差值显著不为零, 则测量中含有随条件改变的固定系统误差。

2. 系统误差的减小和消除

在实际测量中, 可以判断出系统误差是否存在, 但不容易完全消除系统误差, 只能采用一些办法降低到测量误差允许的范围, 或者系统误差对测量结果的影响小到可以忽略。一般如果能保证系统误差不超过总误差最后一位有效数字的 $1/2$ 单位, 则不至于影响测量结果的准确性。

消除和减少系统误差, 可以采取以下措施: ① 采用近似性较好又比较切合实际的理论公式, 尽可能满足理论公式所要求的实验条件; ② 选用能满足测量误差要求的实验仪器装置, 严格保证仪器设备所要求的测量条件; ③ 用标准件校准仪器, 作出校准曲线, 分析误差规律, 找出修正公式或修正值; ④ 采用交换法、抵消法、补偿法、对称测量法、半周期偶数次测量法等特殊方法进行测量; ⑤ 正确使用仪器, 如电子仪器要通电预热, 使用前调零点, 测量值尽量落到 $2/3$ 满量程范围内。

四、测量精密度、准确度和不确定度

试验中经常涉及测量精度的问题, 测量精度泛指测量结果的可信程度, 但不是规范的术语。描述测量结果可信程度的规范性术语有精密度、准确度和不确定度等。工程上有时也用精确度描述可信程度, 精确度包含精密度和准确度两者的含义, 测量精确度高表示测

试结果精密又准确。

1. 测量精密度

测量精密度是指在一定条件下进行多次测定时,所得测定结果之间相互接近的程度,即反映测量结果中随机误差大小的程度。精密度的概念与重复测量时单次结果的变动性有关,测量过程显示分散性小就说明是精密的,反之亦然。在材料实验中,使用重复性和再现性表示不同情况下分析结果的精密度。重复性表示同一分析人员在同一条件下所得分析结果的精密度;再现性表示不同分析人员或不同实验室之间在各自条件下所得分析结果的精密度。

2. 测量准确度

测量准确度是测量结果中所有系统误差与随机误差的综合,表示测量结果与真值的一致程度。准确度与精密度是两个完全不同的概念。精密度是保证准确度的先决条件,精密度低说明所测结果本身就不可靠,自然失去了衡量准确度的前提。但是,如果存在较大的系统误差,精密度高不一定准确度也高。

在单次测量时,每次测量都会显示出某种不准确的程度,即它总要偏离真值。由于随机误差与系统误差相叠加的缘故,总会发生上述偏离真值的情况。实际上,一个即使没有系统误差的测量系统也不可能产生准确的单次测量值,因为随机误差为零的几率是零。

3. 测量不确定度

测量不确定度是用来描述由于误差存在而导致被测量值不能准确测定的程度,或者说表征被测量真值所在某个量值范围。国际计量局建议用不确定度取代误差来表示实验结果,用以评定实验测量结果的质量。不确定度根据其性质可以分为 A 类分量和 B 类分量。A 类分量可根据测量结果用统计方法计算数值;B 类分量是根据经验或其他信息来估算的。各类不确定度的计算见本章 1.2 节。

1.2 测量数据的记录及处理

试验条件总会受某些因素的变化影响,从而使观测值的数据具有一定的变异性 and 波动性,所以应当经过消除系统误差、剔除异常数据以后,才能进一步对数据加以整理,用一定的方式将它们表达出来。

一、测量数据的记录

实验总是要获得和处理有关的数据和信息,在实验之前要设计出实验原始记录的表格。实验记录表中包含所有实验数据和所有中间及最后的计算结果,它记录着最完全的实验结果,在测量数据的记录、整理和计算过程中,一定要遵循有效数字及其运算规则。

1. 有效数字

实验数据是用一定位数的数字来表示,这些数字都是有效数字,其末尾数往往是估计出来的,具有一定的误差。记录实验数据时一般要在末尾保留一位可疑数字,例如用万分之一分析天平称量,将试样质量记为 20.681 g 或 20.681 00 g 都不对,应记为 20.681 0 g;再用洛氏硬度计测量材料的硬度,将硬度读为 60HRC 就不对,正确的应该是 60.0HRC。由于有效数字的位数取决于测量仪器的精度,只有数据中的最后一位是可疑数字,所以有效

数字位数不能多写也不能少写,否则数据不真实也不可靠,或损失了实验精度。例如,试样的质量记为0.4 g和记为0.400 0 g,两者之间的相对误差将相差1 000倍,这说明有效数字意义重大。

在确定有效数字时应当注意:①数据中小数点不影响有效数字的位数,如30 mm,0.030 m这两个数精度相同,它们的有效数字位数都为2,所以可以用科学计数法表示较大或较小的数,而不影响有效数字的位数;②数字0是否为有效数字,取决于它在数据中的位置,例如20.50是四位有效数字,而0.020 5是三位有效数字,后者中的“0”只起到定位作用;③为明确有效数字的位数,有时必须采用科学计数法,例如将5 400记为 5.4×10^3 ,表示两位有效数字;④计算中涉及的一些常数,可以根据实际需要取有效数字。

2. 有效数字的运算规则

通过测量值计算获得的结果,其有效数字与相对误差最大的原始数据相同。实际中有有效数字运算时可以参照以下基本规则:①有效数字的加减法运算,其最终的位数以精度较低的有效数字位数决定;②几个数相乘除时,计算结果的有效数字与各值中有效数字最少的一个相同,也可再多保留一位;③乘方与开方运算的有效数字与其原数相同或多保留一位;④对数运算取对数运算前原数的有效位数。

3. 数字修约的规则

在数据运算时,一般要先修约后运算,就是以有效位数最少者为准截去其他数据多余的尾数或多保留一位,不能不加思索地把数据所有的位数都参与运算。以前常用“四舍五入”法修约数字,这种方法在数学上存在一些问题,因为在大量数据运算中,可疑位是1,2,3,⋯,9的概率是相同的,所以1,2,3,4舍去的负误差可与9,8,7,6作为10进入前一位产生的正误差抵消,唯独由5产生的正误差无法抵消,显然采用“四舍五入”修约数字会造成正误差的累积。

为了解决上述问题,人们提出了“四舍六入五成双”的数字修约方法。用这种方法把数据修约成 n 位有效数字时,数据第 $n+1$ 位小于5则舍,大于5则入;等于5时,如果第 n 位数字为偶数则舍,为奇数则入,保证 n 位数字为双。依据这种修约规则,将2.345 50和2.346 50截去尾数成四位有效数字时均为2.346。

二、测量数据的标准偏差

1. 算术平均值

在实际工作中,测试人员都在同一条件多次平行测量被测量,以求得算术平均值。在获得一组测定值中,算术平均值是出现概率最大的测定值,是最可信赖值和最佳值。因此常用算术平均值来表示测定结果,算术平均值的计算公式为

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1.1)$$

测量值较少时(如少于20次),为了说明分析结果的精密度,通常以单次测量偏差绝对值的平均值即平均偏差 $\bar{d}$ 表示其精密度,计算公式为

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}| \quad (1.2)$$

若没有系统误差,当测量次数无数多时,所得平均值可认为是真值 μ_0 ,此时单次测量

的平均偏差用 δ 表示。

2. 标准偏差的计算

用统计学方法处理分析数据时,广泛采用标准偏差来衡量数据的分散程度和精确度。当测量次数无限多且没有系统误差时,标准偏差的数学表达式为

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu_0)^2}{n}} \quad (1.3)$$

计算标准偏差时,对单次测量偏差加以平方,不仅是为了防止单次测量偏差累加时正负抵消,更重要的是使大偏差能够更显著地反映出来,更好地说明数据的分散程度和精确度。统计学上已经证明,当测量次数非常多时,标准偏差与平均偏差的关系为 $\delta = 0.8\sigma$ 。

在材料试验中,对同一量的测定次数有限,获得的测量值数据不多时,标准偏差计算式为

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1.4)$$

式中, $n-1$ 为自由度 f , 通常指独立变量的个数。对于一组 n 个测量数据的样本,其偏差的自由度 f 为 $n-1$ 。式中引入 $n-1$ 的目的主要是为了校正有限次测量中,以 $\bar{x}$ 代替 μ_0 引起的误差。很明显,当测量次数非常多时,测量次数 n 与自由度 f 的区别很小, $s \rightarrow \sigma$ 。

根据式(1.4)计算标准偏差,需要先求出平均值 $\bar{x}$,再求出偏差 $(x_i - \bar{x})$ 及 $\sum (x_i - \bar{x})^2$,然后计算标准偏差。这种方法比较麻烦,而且在计算 $\bar{x}$ 时,由于最后一位数字的取舍可能带来误差,因此通常将公式进行变换,最终标准偏差的计算式为

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i)^2 - (\sum_{i=1}^n x_i)^2/n}{n-1}} \quad (1.5)$$

3. 平均值标准偏差的计算

在一组等精度测量中,平均值的标准偏差的计算式为

$$s_{\bar{x}} = \frac{s}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} \quad (1.6)$$

平均值的标准偏差与测定次数的 $\sqrt{n}$ (平方根) 成反比。随着测定次数 n 的增加,平均值的标准偏差减小,但是当 $n > 10$ 时,随测定次数增加而减小得很慢,这时再进一步增加测定次数,工作量增加,但对减小平均值测定误差已无多大作用。

4. 变异系数(RSD)

标准偏差是一个非常重要的统计量,但它只考虑绝对误差的大小,一般测量值大的物理量,绝对误差就较大。为了了解更多的总体信息,有必要考虑相对标准偏差的大小。定义标准偏差与测量量的算术平均值之比为单次测量结果的相对标准偏差(RSD),又称变异系数或离散系数。

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1.7)$$

变异系数作为统计量能够较好地代表测量的相对精度,我国国标要求测试报告除提供算术平均值和标准偏差之外,还应有变异系数。

三、异常数据的剔除

在试验中多次重复测定时,有时会发现一组测定值中某个数据比其他数据明显偏大或偏小,这种明显偏离的测定值称为异常数据。这些异常数据可能是随机误差的极度表现,也可能是由粗大误差造成的,还有可能是模型中固有的变异性。不管哪种情况,都应对异常数据进行统计检验,从统计上判断是保留还是剔除。

1. 3σ 准则

3σ 准则是在测量次数充分多的前提下判别粗大误差最简单的规则。如果在一组数据中发现某测量值的偏差大于 3σ ,即

$$|x_i - \bar{x}| > 3\sigma$$

则可认为它含有粗大误差。由于偏差大于 3σ 的测量值出现的概率约为 0.26%,属于有限次数实验中不可能发生的小概率事件,出现了应该剔除。

3σ 准则过于保守,在测量次数较少时会使粗大误差出现的次数少,所以通常当 $n > 100$ 时采用该方法。使用 3σ 准则时,允许一次将偏差大于 3σ 的所有数据删除,然后再将剩余各个数据重新计算 σ ,继续判断是否还有超差数据。

2. 格拉布斯准则

将多次独立测量数列 $x_i (i = 1, 2, 3, \dots, n)$ 按大小顺序排队,将其中的最大值 $x_{(1)}$ 和最小值 $x_{(n)}$ 列为怀疑对象,定义统计量

$$G_{(1)} = \frac{|x_{(1)} - \bar{x}|}{\sigma}$$

$$G_{(n)} = \frac{|x_{(n)} - \bar{x}|}{\sigma}$$

从表 1.2 中可查得格拉布斯判据的临界值 $G_0(n, \alpha)$,若 $G_{(1)} > G_{(n)}$,则 $G_{(1)}$ 将与 $G_0(n, \alpha)$ 比较,如果 $G_{(1)} \geq G_0(n, \alpha)$,则涉及的数据 $x_{(1)}$ 应剔除。然后重新计算 $\bar{x}$ 和 σ ,再判断剩余数据中是否还有超差数据,直至剔除所有超差数据。格拉布斯判据 $G_0(n, \alpha)$ 中字符 n 为测量次数, α 为显著性水平(一般取 5%),表示统计量 $G_{(1)}$ 被判为异常值而实际却不是的概率。

表 1.2 $G_0(n, \alpha)$ 值表

n	α		n	α		n	α	
	0.01	0.05		0.01	0.05		0.01	0.05
3	1.15	1.15	9	2.32	2.11	15	2.70	2.41
4	1.49	1.46	10	2.41	2.18	16	2.74	2.44
5	1.75	1.67	11	2.48	2.24	17	2.78	2.47
6	1.94	1.82	12	2.55	2.29	18	2.82	2.50
7	2.10	1.94	13	2.61	2.33	19	2.85	2.53
8	2.22	2.03	14	2.66	2.37	20	2.88	2.56

3. t 检验准则

数学统计学证明,当测量次数较少(少于 100)时,随机变量服从 t 分布,可以用 t 检验准则来判别粗大误差。设对某物理量多次测量,得到数据列 $x_i (i = 1, 2, 3, \dots, n)$, 若认为其中测量值 x_j 为可疑数据,将它剔除后计算其余测量值的算术平均值 $\bar{x}$ 和标准偏差 σ 。根据测量次数 n 和选取的显著性水平 α ,由 t 分布表 1.3 查得 t 检验系数 $K(n, \alpha)$,如果

$$\frac{|x_j - \bar{x}|}{\sigma} > k(n, \alpha)$$

则认为测量值 x_j 含有粗大误差,需要将其剔除。然后用相同的方法对剩余的测量值进行判别,直至这些测量值中不再含有异常数据。

格拉布斯准则与 t 检验准则都有严格的概率定义,对测量次数较少的数据给出较严格的结果,处理效果较好,推荐在一般的试验中使用。在具体计算时,对检验方法判别式中的 σ 值,常用估计值 s 来代替。

表 1.3 $k(n, \alpha)$ 值表

n	α		n	α		n	α	
	0.01	0.05		0.01	0.05		0.01	0.05
4	4.97	11.46	10	2.43	3.51	16	2.22	3.08
5	3.56	6.53	11	2.37	3.41	17	2.20	3.04
6	3.04	5.04	12	2.33	3.31	18	2.18	3.01
7	2.78	4.36	13	2.29	3.23	19	2.17	3.00
8	2.62	3.96	14	2.26	3.17	20	2.16	2.95
9	2.51	3.71	15	2.24	3.12	21	2.15	2.93

四、测量结果的表达方法

测量数据经过误差分析和数据处理之后,便涉及如何用适当的方式表达测量结果的问题,一个完整的测量结果至少应该包含测量值和误差两个部分。测量值为多次测量的算术平均值,而误差部分的表示情况比较复杂,它决定了测量结果的表达方式。以前有用极限误差 $\delta_{\max}$ 来表达测量结果,但 $\delta_{\max}$ 不是严格意义上的误差,而是误差的临界值,无法说明测量的精确度,已逐渐不被采用。后来人们结合置信度,将区间估计原理和不确定度用于测量结果的表达,下面介绍两种方法。

1. 用区间估计表示测量结果

设 n 次测量组成数据列 $x_1, x_2, \dots, x_n$, 分别计算其算术平均值 $\bar{x}$ 和平均值标准偏差 s_x , 按照概率统计理论,如果测量值 x 服从正态分布,则 $(\bar{x} - \mu)/s_x$ 服从自由度为 $n - 1$ 的 t 分布,若设其在 $[-t_\beta, t_\beta]$ 区间的概率为 β ,或者说区间 $[\bar{x} - t_\beta s_x, \bar{x} + t_\beta s_x]$ 包容真值的概率为 β ,则测量结果可表达为

$$x_0 = \bar{x} \pm t_\beta s_x \quad (1.8)$$

所选用的置信率 β 因行业而异,通常物理学中采用 0.683,工程上采用 0.95。式(1.8)中 t_β 的数值可根据置信率 β 和自由度 f 从表 1.4 中查到。