

933630

金属物理性能分析实验

哈尔滨工业大学 宋学孟 主编

机械工业出版社

G113.22
091

87

金属物理性能分析实验

哈尔滨工业大学 宋学孟 主编



机械工业出版社

内 容 简 介

本书以金属材料为研究对象,从实验的基本原理、测量仪器、必要的测量条件及具体的操作步骤等方面对常用的热分析、磁分析、电阻分析、膨胀分析、弹性和内耗分析等方法以及物理性能分析测量中的误差和实验结果处理的基本知识进行了系统的介绍。

本书为大学本科金属材料及热处理专业金属物理性能分析课的实验教材,亦可供从事金属材料研究和生产的工程技术人员参考。

金属物理性能分析实验

哈尔滨工业大学 宋学孟 主编

责任编辑:常燕宾 责任校对:张 佳
责任印制:卢子祥 版式设计:冉晓华

机械工业出版社出版(北京阜成门外百万庄南街一号)
(北京市书刊出版业营业许可证出字第117号)

机械工业出版社京丰印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行·新华书店经售

开本 $787 \times 1092^{1/16}$ ·印张 $1^{3/4}$ ·字数 109 千字
1991年10月北京第一版·1991年10月北京第一次印刷
印数 0,001—2,000·定价:1.35 元

ISBN 7-111-02829-5/TG 617(课)

前 言

本教材是根据1986年合肥“物理性能”研讨会所确定的编写提纲编写的。全书共分两部分：引论部分介绍关于物理性能分析中的实验误差，记录规则与实验结果的表示方法等内容。实验部分包括热分析、电阻分析、磁分析、膨胀分析和弹性及内耗分析等共十五个实验。在这些实验中，结合对材料和热处理问题的研究，选择了一些较典型而又比较常用的测量方法和仪器作了介绍，其中包括近年来发展起来的新的测量仪器及方法。考虑到各校仪器、设备和要求不尽相同，可选作其中部分实验，因此，个别实验中的部分内容稍有重复。

本教材中的实验五和实验六由哈尔滨工业大学常慰祖编写；实验十由上海工业大学朱雅年编写；实验二和实验十四由华南理工大学林福曾编写；实验十五由大连理工大学陈骝骥编写；实验十二由华中理工大学张同俊编写；实验九由北京工业大学李惠娥编写；实验七由哈尔滨工业大学吴危杭编写，其余部分由哈尔滨工业大学宋学孟编写。全书由宋学孟主编，陈骝骥副教授主审，并经专业教学指导委员会金属物理性能分析实验教材审稿会审议。

由于编者经验所限，不足之处在所难免，衷心希望读者批评指正。

编 者

1990年3月

目 录

一、引论.....	1
(一) 物理性能分析测量中的误差.....	1
(二) 实验数据的记录与计算.....	6
(三) 实验结果的表示方法.....	7
二、实验	9
实验一 热分析法测量钢在加热和冷却过程中的转变温度	9
实验二 用示差扫描量热计DSC研究碳钢回火过程的转变	13
实验三 用双电桥测量电阻研究淬火的回火	18
实验四 用电位差计测量电阻研究合金不均匀固溶体的形成	22
实验五 用伏一安计确定形状记忆合金的马氏体转变温度	25
实验六 用感应式热磁仪测定钢的C—曲线	27
实验七 用冲击磁性仪测量钢中残余奥氏体量	30
实验八 用热磁仪研究钢的过冷奥氏体等温转变的动力学	35
实验九 用磁秤研究不同热处理工艺对高速钢中残余奥氏体量的影响	37
实验十 冲击法测量软磁材料的磁化曲线和磁滞回线	40
实验十一 用简易膨胀仪测量钢在加热和冷却过程中的组织转变温度	43
实验十二 膨胀法测量过冷奥氏体的CCT曲线	46
实验十三 内耗法确定碳在 α -Fe中的扩散激活能	50
实验十四 弯曲共振法测定金属及合金的弹性模量	53
实验十五 各种方法综合测试钢的等温转变曲线	56
附录.....	66
附录一 热分析仪	66
附录二 膨胀仪	67
附录三 常用钢的临界点	68
附录四 具有第I类型奥氏体等温转变曲线的钢及其转变特性	69

一、引 论

(一) 物理性能分析测量中的误差

1. 研究实验误差的意义

用物理性能分析方法研究金属的时候,例如,研究金属及合金固态相变过程,研究合金的成分或者热处理工艺对物理性能的影响等问题,都要采用一定的实验方法、一定的仪器和仪表,对所需要的参数进行测量,然后根据测量所得到的数据进行分析,从而得出结论。

值得注意的是,用各种仪器和仪表测量得到的数据都不是绝对准确的,而是近似的。由于所用的测量方法不同,测得的数据的可靠性也就不一样,可靠性的高低取决于测量方法误差的大小,实验的误差愈小,实验数据的可靠性就愈高。只有根据足够准确可靠的数据进行分析,得出的结论才是科学的和正确的,否则便会得出不确切、甚至错误的结论。因此,研究实验误差,了解消除实验误差的方法,根据实验误差的知识,严密地设计实验方案,严格地掌握实验操作方法,力求提高实验数据的可靠性是极为重要的。实际上,实验误差问题在科学实验的工作中是经常会遇到的,而对物理性能分析方法来说,则更需要慎重地考虑。

在研究工作中,用物理性能分析方法测得的数据都是近似数。例如:温度、长度的刻度。也就是说,这些数和客观数量之间存在着一定的偏差,这个偏差通常称为误差。如用 Δ 表示误差, a 表示测量值(近似值), A 表示客观量的真值,那么三者的关系为:

$$\Delta = A - a \quad (1)$$

这里, a 可能大于 A ,也可能小于 A 。例如,实际温度为 1000°C ,而测量温度可能在 $(1000 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的范围内, $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 标志着仪表测量的误差范围。误差的范围愈大,说明测量的精确度愈低,测量的精确度要依据误差的大小做为评定标准。因此,只有掌握了产生误差的规律搞清误差产生的原因及消除的途径,才能够有效地提高实验的精确度。

研究实验误差的目的归纳起来有三个:①了解它产生的原因及规律,从而实验前先规定一个误差限度,并对误差进行估计(估算),从而合理地选择实验方案及方法;②告诉我们应该对那些实验环节特别谨慎小心,才能消除或减少测量误差;③利用误差的知识对实验结果的可靠性做出恰当的评价。

2. 实验误差的来源及消除的途径

前边谈到,测量值总会存在一定的误差。由于误差产生的特点及性质不同,可分为三种,即系统误差、偶然误差和过失误差。

(1) 系统误差 系统误差是有一定规律的,是可以测量的。它的特点是偏于一个方向,在测量过程中可能是正值也可能为负值,可以通过校正及修正的办法消除。

系统误差产生的原因及消除的办法如下:

1) 测量工具及仪表未经校正或没校好,便会引起系统误差。例如,电流计的指针或镜式电流计光点开始使用前不指零,用这种仪表读出来的数,就要偏大或偏小一个数量。这种

情况出现时，只要实验者严格遵守仪器、仪表的使用规则，实验前进行认真地校正，就可以避免。

2) 测量条件改变引起的系统误差。例如，在精密测量试样的长度时，由于在不同的日子或季节里，实验室内的温度不同，测量仪器本身将由于温度的变化而产生膨胀或收缩，再用这样的仪器测量试样的长度便会产生系统误差。对于这样的系统误差，消除的办法有两种，一是进行测量的实验室保持恒温；二是计算出仪器膨胀的尺寸，然后对测得的结果进行修正。

3) 测量方法不精确引起的误差，例如，在研究金属内部组织转变时需要测量电阻 R 。测量 R 通常较简单的方法是利用单电桥测量。而用这种方法所测得的 R ，实际上并不是试样的真正电阻值 R_0 ，其中包括有联接测量线路的导线电阻 R_{01} 及各接触点的接触电阻 R_c ，所以

$$R = R_0 + R_{01} + R_c \quad (2)$$

由于 $R_c + R_{01}$ 总是正值，所以 R 比 R_0 多出一个数量，当 R_0 很小时（一般研究金属时， R_0 总是很小的）， $R_c + R_{01}$ 的实际影响就很大。很显然，用单电桥测量就会导致测量结果不准，为了消除 R_c 及 R_{01} 的影响，需要采用双电桥或电位差计法进行测量。

4) 测量技术不高引起的误差。实验者在实验过程中违反操作规程，例如，在读水银温度计、毫伏计，毫安计的指示数量时，实验者的视线应当垂直于刻度。如不垂直于刻度，每次均偏于一个方向，读数便会有误差。对于这种情况，只要实验人员遵照仪器的使用规则，读数，误差就可以避免。

从以上的分析可以看出，系统误差产生的原因很多，但只要严加注意，并采取适当的措施，这种误差是可以被消除的。

严格地说，系统误差中还有一部分叫做剩余误差，它很难被消除。

例如，标准水银温度计本身也有一定误差，当用它来校对其它的温度计时，它的误差不可避免地要在被校对的温度计上保留下来。不过在研究误差时，通常把剩余误差划归偶然误差中，所以系统误差仍可认为是能够被消除的误差。应当指出，在用物理性能分析方法研究热处理条件对组织变化的影响时，主要目的是确定组织的变化规律，而系统误差对组织变化的规律性没有影响。

(2) 偶然误差 偶然误差属于不可测量的误差，它的特点是对一个事物在相同的条件下测量，每次测量结果都不一样，或正、或负，或大、或小，经多次反复测量，其结果服从正态分布规律。这种误差是经常存在的，一般测量时可以设法使其减少，但消除它则很困难。

产生偶然误差最基本的原因有两个：第一，用具体仪器测量时，所测得的数据是通过人的眼睛读出来的，人眼在估计读数时往往有一定的偏差，同时还由于实验条件的波动也必然产生偶然误差；第二，由于在实际测量时的测量次数不可能很多，所以使得偶然误差无法消除，而被保留下来。因此，偶然误差在测量中是经常存在的，问题在于要采取适当的措施把它控制在可以被允许的范围之内。

偶然误差和测量次数之间有个最基本的关系，多次测量时，测得值的偶然误差所出现的几率符合正态分布规律，测得值中 $\pm \Delta_{max}$ 出现的次数为最少，而且是机会均等，愈靠近真值（即误差为零）几率也愈大。因此，取其多次测量的平均值时，偏大及偏小的值就相互补偿了，所以多次测量的平均值，可以认为等于真值。实际上，用物理性能分析方法测量，要想对每个值重复测量很多次是不可能的，也很不经济一般测量几次多至十几次，取它们的平均值来表示客观数量也就够了。所以几次的平均值和真值之间必然存在着一定的误差。

正是由于这种误差的存在不可避免,所以研究它,掌握它产生的原因及其影响因素,并积极减少它,使测得的数据有足够的可靠性,就显得十分重要了。

1) 选用的实验方案不妥会使偶然误差增大。所谓实验方案,是指测量哪一个物理参数及用什么方法测量它作为研究金属内部变化的依据。假如要研究奥氏体等温分解的动力学问题,解决这个问题可以用磁性分析法,也可以用膨胀分析法。如果这些方法的实验条件都是具备的,选择的主要根据就是实验误差。研究奥氏体等温分解最常用的就是磁性分析方法,因为奥氏体具有顺磁性,而其分解产物,不论是珠光体还是贝氏体都是强铁磁性的组织。因此,当过冷奥氏体分解的时候,必然伴随着强烈的磁性变化。在一定的条件下,奥氏体分解的数量和饱和磁化强度成正比。因此,只要知道饱和磁化强度

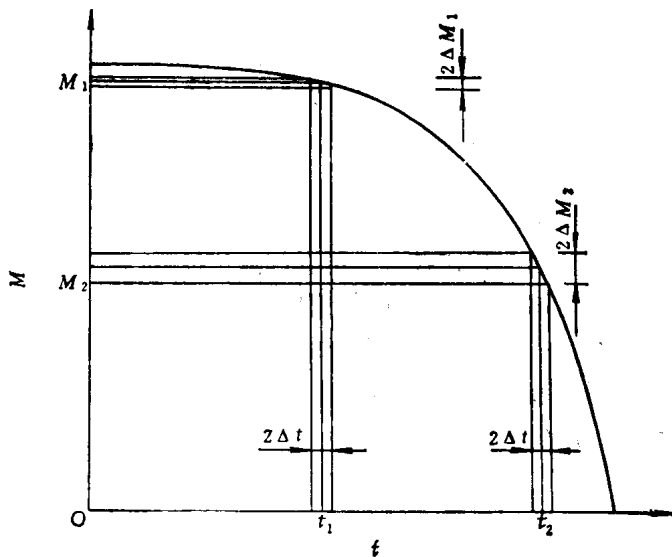


图1 磁化强度和温度的关系

的变化就可推出奥氏体分解的百分数。但另一方面还要考虑这些转变产物的磁强度和温度关系,如图1。图中曲线是铁的磁强度和温度的关系曲线。现选择 t_1 为奥氏体转变成贝氏体的温度, t_2 为奥氏体转变成珠光体的温度。 Δt 为等温温度的波动范围,其大小取决于温度控制的精度。可以看到,当奥氏体转变为贝氏体时,由温度波动 $\pm \Delta t$,将导致 M_1 的变化为 ΔM_1 ,而奥氏体转变为珠光体, M_2 的变化为 ΔM_2 。由于曲线在低、中温温度区间变化不明显,所以 ΔM_1 就很小,而曲线在高温区变化很显著, ΔM_2 的变化就很大。以上是从绝对误差的角度进行比较的,不难看出,不同温度区间进行磁性测量造成的相对误差区别更大。因为,在温度 t_1 下的 M_1 较大, ΔM_1 较小,而温度 t_2 下的 M_2 较小, ΔM_2 较大,所以 $\frac{\Delta M_2}{M_2}$ 比起 $\frac{\Delta M_1}{M_1}$

来要大得多。因此,用磁性分析方法研究中、低温转变是合适的,研究高温区转变则应选用膨胀法。上述表明,选择合理的实验方案对减小实验误差是极为重要的。

2) 测量仪器的精度不高,会使偶然误差增大。各种物理参数值都是要靠仪器和仪表来显示,其读数的精度首先应取决于仪表的精度。人的眼睛对长度的分辨能力一般为0.2mm,而仪表的精度与表盘的刻度有关。例如,有的毫伏表表盘1mm刻度表示为1mV,有的则表示0.1mV。可以设想,从人眼的分辨力来看,使用量程大,刻度粗的毫伏表读数的误差有0.2mV,用量程小,精度高的毫伏表读数的误差为0.02mV。相比之下,前者误差要比后者大一个数量级,当然后者读数的精确度要高。

为了提高读数的精度,可采用两种办法:一种是尽可能地选用小量程、高精度的仪表;另一种是量程不变,把表盘精刻,用放大镜放大后再读数。后一种方法,在测量长度时常常用到。例如,显微硬度计、维氏硬度计的印痕就是用这种方法测量。但是,用物理方法测量时的指针或者光点常常是移动的,用这种方法测量就很困难,而多用前一种办法。

为了选用小量程、高精度的仪表来读数，经常采用示差测量法。例如示差热分析法、示差膨胀分析法、示差电阻分析法、示差热电性分析法、示差热磁分析法等。示差法是将金属内部组织结构变化之前所测量参数的变化值，用外加条件加以补偿，而在仪表上只读金属内部变化之后的参数变化中未能被补偿的部分。因而它不是测量参数的全部，仅是未被补偿的差值，故称示差法。

3) 测量条件控制得不精确会增大测量误差。测量条件是指加热的温度、等温温度、电源电压等等，在实验工作中常会用到这些条件。例如，研究等温转变必须使温度保持在一定的情况下，才能测量物理参数同时间的关系。控制温度的方法不同，产生的误差区别就很大。控制等温温度最常见的有两种方法：一种是用自耦变压器，靠改变电压的高低来调整温度，较为有经验的人用这种方法可以把温度控制在 $\pm 5^\circ\text{C}$ 的范围内；另一种方法是用特制的恒温器进行等温停留，这种方法可以把温度控制在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 之内。如果用磁性分析来研究过冷奥氏体等温分解的动力学，温度增加 Δt ，必将导致测量的磁化强度增加 ΔM ，特别在高温时， Δt 增大时，则显著地增大 ΔM 。所以对测量条件的控制必须给予极大的注意，应使测量条件尽量地稳定，产生的误差就会减少。

4) 实验中测量次数少会使误差增大，前边在讨论偶然误差时曾经指出，当无限多次重复测量时，其测得值的极限平均值就可视为真值。当然，在个别情况下，一次测量的结果也可能就等于真值，但这是极其偶然的。因此应当用多次测量的平均值做为分析的依据。测量次数的多少视其研究的问题及要求而定。一般原则是，对影响因素较少，测量的数值又较稳定的情况，测量次数可以少些。测量数值很分散，就需要增加测量次数。但也应当看到，增加测量次数来减小测量误差的效果是递减的，测量次数太多时，还会给测量带来麻烦，而实际效果则并不很明显。另外，需要注意，增加测量次数对消除系统误差没有作用。

以上所述都是影响实验误差的各种因素，它和实验人员在实验方法方面的理论修养有关。实验人员的经验及技术操作水平属于影响实验误差的主观因素，也是影响实验误差的一个重要方面。

5) 实验人员的技术操作水平不高会使误差增大。实验过程中，仪器的控制及试验条件的调整都是由实验人员去完成。实验操作水平的高低直接影响读数误差的大小。例如，一个有经验的技术人员读刻度可估计到 0.1mm ，没有经验的人只能估计到 0.5mm 。又如，用自耦变压器控制温度，有经验的实验人员可调到 $\pm 5^\circ\text{C}$ ，而没有经验的人可能使温度在 $\pm 10^\circ\text{C}$ 或更大范围内波动。所以为了减少误差，还必须提高实验人员的操作水平，加强实验基本技能的训练。

(3) 过失误差 过失误差是由于观测人员的过失或者仪器仪表失灵而造成的。因此，如果测定人员仔细认真，并注意仪器和设备的定期保养，是完全可以避免的。

3. 实验方法的最大可能误差

实验误差有两种表示方法。用误差的绝对值表示叫绝对误差。例如，加热温度的误差为 $\pm 5^\circ\text{C}$ ，电阻的误差为 $\pm 0.01\Omega$ ，就是绝对误差。根据绝对误差的大小，在测量值数量近似的情况下，能表示测量精度的水平。但在测量值相差较大时，只根据这种误差，就很难对实验测量的精确度作出恰当的评价。例如，测量 1cm 的长度时，产生的误差为 $\pm 0.1\text{cm}$ ，测量 100cm 时的误差也是 $\pm 0.1\text{cm}$ 。这两种测量的绝对误差是相同的，但在第一种情况下，误差是测量结果的 $\pm 1/10 = \pm 10\%$ ，而第二种情况则只占 $\pm 1/1000 = \pm 0.1\%$ ，显然，第二种情

况测量的精度应当比第一种情况高得多。由此可见,实验精度的高低主要取决于误差与测量结果的比值,这个比值通常称为相对误差。相对误差一般用百分数表示。这种误差按照惯例取两位数字表示,不准确位的数字可取0或5。例如算出数值 $\pm 1.3\%$,可取为 $\pm 1.5\%$,如算出的数值为 $\pm 1.1\%$,便可取为 $\pm 1.0\%$ 。

相对误差可以用 $\frac{\Delta y}{y}$ 来表示。在直接测量时, Δy 是仪器的最大绝对误差, y 是测量结果。所以直接测量的最大可能相对误差就等于 $\frac{\Delta y}{y} \times 100\%$ 。例如,用冲击磁性法测量残余奥氏体时,从灯尺上测得读数为70小格,而读数误差 ± 0.1 小格,这时读数的相对误差,则为 $\frac{\Delta y}{y} \times 100\% = \frac{0.1}{70} \times 100\%$ 。以上讨论的是简单直接测量的相对误差。在物理性能分析中,常常是从几个直接测量值中求得所需要的物理参数值,这样的值叫复合量。例如,求电阻率 ρ 时,需要测量的是电阻 R ,试样的断面积 S 和长度 L ,再由公式 $\rho = R \frac{S}{L}$ 求得 ρ 值,这里 ρ 即是复合量。求复合量的最大可能相对误差比直接测量值的相对误差要复杂一些。

前边谈到,相对误差可由 $\frac{\Delta y}{y}$ 表示,当 Δy 相对 y 值来说很小的时候,便可以近似地认为

$$\frac{\Delta y}{y} = \frac{dy}{y} \quad (3)$$

从高等数学可知

$$\frac{dy}{y} = d \ln y \quad (4)$$

如果 y 是 x 的函数

$$\frac{dy}{y} = d \ln f(x) \quad (5)$$

上式的结果可以这样理解,即相对误差可以用研究变量自然对数的微分表示。

当 y 是一个复合量时,式(4)可写为

$$\frac{dy}{y} = d \ln f(x, w, z \dots) \quad (6)$$

这样,只要我们能导出自变量和函数的关系式来,取其自然对数的微分,然后再把所得到的微分式中的各项微分号换为 Δ (最大可能绝对误差),这时方程的左侧 $\frac{\Delta y}{y}$ 即相对误差,而方程的右侧便是各直接测值的相对误差之和。因为我们要求复合量的最大可能相对误差,所以按照简单直接测量的原则计算出各项误差,再把算出的各项误差(不管是正,还是负)一律取为正值相加便可以了。

现仍以电阻率为例

$$\rho = R \frac{S}{L}$$

现取对数并微分

$$d \ln \rho = d \ln R + d \ln S - d \ln L \quad (7)$$

$$\frac{d\rho}{\rho} = \frac{dR}{R} + \frac{dS}{S} - \frac{dL}{L}$$

将 $d\rho$ 、 dR 、 dS 及 dL 等换为 $\Delta\rho$ 、 ΔR 、 ΔS 及 ΔL

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta R}{R} + \frac{\Delta S}{S} - \frac{dL}{L} \quad (8)$$

使右侧各项一律相加

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta R}{R} + \frac{\Delta S}{S} + \frac{\Delta L}{L} \quad (9)$$

根据上式,便可求得 ρ 的最大可能相对误差。不过这里所得到的只是电阻率的测量误差 $\Delta \rho_m$, 实际上除测量误差之外,实验过程中应当还有一项由于实验条件(温度)的波动所引起的误差 $\Delta \rho_e$, 所以电阻率测得值的相对总误差 $\frac{\Delta \rho}{\rho}$ 应当写为

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta \rho_m}{\rho} + \frac{\Delta \rho_e}{\rho} \quad (10)$$

上边我们介绍了如何计算简单直接测量和复合量的最大可能相对误差的方法。由测量条件控制不当所引起的误差,可通过测量参数和条件变化的关系来确定。求实验方法最大可能相对误差的意义在于,根据它可选择实验方案及测量方法。如果某种实验方法的最大可能相对误差比金属本身由组织结构变化引起的测量参数的变化值要小得多,则这种实验方案及方法就是可行的,如果由于组织结构的变化而发生测量参数的变化还不如最大可能误差大,则选用这样的方案及方法进行实验是不合适的。

(二) 实验数据的记录与计算

实验记录的整理工作是制定和填写实验数据的表格。制定记录表的原则应是清楚完整而又易懂。因此,数据记录表要求把实验名称及所有的原始数据、中间和最后计算所得数据记入表中,并应注明实验的日期及实验者的姓名,必要时要填写详细的备注,写明实验用装置、所用条件及试样编号,以供长期参考。在科学实验中,记录实验数据是一件极为严肃的事情,必须认真仔细地用专用记录本记录,绝不许随便记在纸片上。数据记入后不允许随便改动,如有必要改动时,必须说明理由。

正确的填写要从反映实验数据的精度及使用方便出发。具体的填写原则如下:

(1) 测量值的单位及名称应在标题栏中写清,表格中只填入数值。

(2) 填写数字的位数和测量精度相适应,一般只记入第一位不准确数。第一位不准确数应当化整,化整的原则是把估计值化为最接近的偶数。例如15.28,不准确数是0.28可化为15.2,而15.32可化为15.4。

为了避免由于使用的单位过小,以致难以确定有效数字的位数,要求测量数据都应写成小数形式。

(3) 对于可以化为 $n \times 10^m$ 的数字,均应将 n 填入表中,而在标题栏中写明 10^m ,意思是实数为 $n \times 10^m$,这样填写简便清楚。

(4) 钢的化学成分尽可能用牌号表示,但杂质含量应加文字注明。测量中常需要对测量值进行运算,运算时应注意关于有效数字的计算法则:

1) 在进行加减运算时,各数所保留的小数点后的位数,应与所给各数中小数点后位数最少的相同。

例如,13.65, 0.0083, 1.632 相加时,应写为

$$13.65 + 0.01 + 1.63 = 15.29$$

2) 在进行乘、除运算时, 各因子保留的位数应当以相对百分误差最大者或有效数字最少的为标准。所得到的积和商的精确度不应大于精确度最小的那个因子。

例如, 在 $0.0121 \times 25.64 \times 1.05782$ 的情况下

$$0.0121 \text{ 的百分误差 } \frac{1}{121} \times 100 = 0.8$$

$$25.64 \text{ 的百分误差 } \frac{1}{2564} \times 100 = 0.04$$

$$1.05782 \text{ 的百分误差为 } \frac{1}{105782} \times 100 = 0.00009$$

因第一个数的百分误差为最大, 故应以此数值为标准, 确定其它数值的有效数字位数, 由此得到

$$0.0121 \times 25.6 \times 1.06 = 0.328$$

3) 测量值与一个精确数进行运算, 不影响其有效数字位数。

4) 运算时, 对数有效数字位数可以认为基本不变。

5) 在所有运算中如遇常数 π 、 e 的数值及乘子, 如 $\sqrt{2}$ 等有效数字位数时, 在计算中视具体情况需要取几位就取几位。

(三) 实验结果的表示方法

实验结果的表示方法归纳起来有三种方式, 即列表表示法、作图表示法和数学表示法(数学公式表示法), 三种表示方法各有其优点。这里仅介绍前两种表示方法。

1. 列表表示法

一般所有的测量至少要包括两个变量, 一个是自变量, 另一个是因变量。列表表示法是将一组实验测得的自变量和其相对应的因变量用一个表格的形式列出来。

用表格表示所测得变量之间的关系有以下的优点: ①简单易作, 不需要特殊的纸和描绘仪器; ②变量之间数量关系表达确切而清楚, 易于参考和使用; ③形式紧凑; ④一个表内可同时表示几个变量之间的关系而不混乱。所以它已成为人们最常用的一种方法。列表时, 应当注意表的名称应简明扼要, 要做到, 一看名称便知其包含的内容。如果用简单的标题还不足以说明其意义时, 可在表下再加附注进行补充说明。项目栏中应写明名称及单位, 一般不加说明即能了解的情况下, 尽可能用符号表示。表内的主项习惯上填入自变量, 副项填因变量。在物理性能分析的实验中, 温度、时间、合金元素的含量等常作为自变量而测得的各种物理性能参数则作为因变量填入表中。

填表应注意以下规则: ①数值为零时记为 0, 数值空缺时记为一; ②同一行的数值, 小数点应上下对齐; ③设数值为小数, 小数点后的第一位与第二位又不为零, 习惯上只在每行第一个数值的个位上写一个 0, 以下各数均可将零省去; ④设小数点左面的第一位数不为零, 但在整个表中仅偶然有变化, 只在头一个数写个位数, 直到个位数有变化时, 才换写另一个位数; ⑤如各数值的有效数字位数很多, 但只有后面几位数字有变化, 则只有第一个数值写出前面不变的几位数, 以后各数均可不再写; ⑥数值过大、过小时, 应化为 10^n 或 10^{-n} 来表示, n 为整数; ⑦自变量数一般认为无误差, 则可用整数表示, 例如时效温度可用 300、

400等表示。

2. 作图表示法

为了把实验结果的规律性形象地表现出来, 常常采用作图的方法, 即又称图示法。图示法首先要考虑能清楚地表达实验结果的规律性, 同时也要考虑作图及使用图形时方便。现按作图步骤分别讨论如下:

(1) 坐标的选择 由于直角坐标一般能够清楚而又明确地表明因变量变化的特性, 故直角坐标用得最多。从作图准确的角度看, 只有当函数是 $y = a + bx$ 的形式时选用直角坐标才最理想。因为在这种情况下, 图线是一条直线。直线最容易画出, 作图误差小。根据这一原则, 当函数为 $y = ae^{bx}$ 时, 应当选用半对数坐标, 因为 $\ln y = \ln a + bx$, 在这种坐标中, $\ln y$ 和 x 的关系也是直线关系。当函数为 $y = ax^b$ 时, 应取双对数坐标, $\ln y = \ln a + b \ln x$, $\ln y$ 和 $\ln x$ 同样也呈直线关系。对于 $y = ae^{b/x}$ 形式的函数, 就可用半对数和倒数坐标, 使图形成为一直线。对于 y 及 x 其中之一数值的变化范围很大时, 为了表示方便, 也常采用半对数坐标, 如过冷奥氏体的等温分解曲线, 时间坐标就是采用对数, 以免时间坐标拉得很长。根据以上考虑, 可选用适当的坐标纸作图。

(2) 比例尺的选择 作图的比例尺要根据实验的精度来定, 精度高, 比例尺可选取大些, 否则要选择得小些。总的原则是使实验的误差范围接近一个正方形, 而正方形边长为 $2 \sim 4 \text{ mm}$, 即 $M_x \cdot 2\Delta x \cong M_y \cdot 2\Delta y$ 。此处 M_x 和 M_y 分别代表横坐标和纵坐标轴的比例尺, Δx 和 Δy 分别表示自变量和因变量的误差。这样做是防止将 Δy 放得过大, 使曲线失真。同时还应尽可能使曲线与轴的倾斜角大约为 45° , 避免过于平坦或陡直, 用起来很不方便。

(3) 作图范围的选择 在选好坐标及比例尺之后, 还要选定一个作图范围。如有关组织变化图在选择作图范围时, 应当考虑把金属内部组织结构变化前后的部分少画。这样处理可以将转变的部分适当地放大。如用膨胀方法研究加热过程中的转变, 若将整个膨胀曲线全部画在图上, 转变部分就显得很小, 如图2a。如只选择转变部分作图。如图2b, 就显得清楚多了。

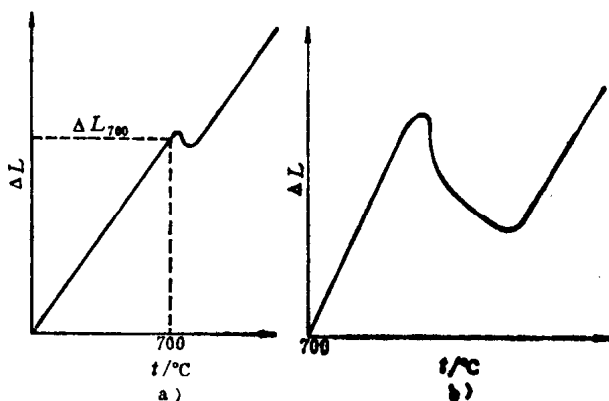


图2 亚共析钢的膨胀曲线

(4) 描点及作曲线的方法 完成上述各项工作之后, 便可用 $\times$ 、 $\circ$ 、 $\bullet$ 、 $\triangle$ 等符号将实验点标在要作图的象

限内, 如果数据的误差比较大时, 可将点画成一个小线段, 线段长度与实验的误差相当。描好点后, 再用曲线板把曲线描出来, 描线的原则是使曲线尽可能通过所有的点, 实验数据比较充分可连成一条光滑曲线, 如实验数据不足时, 连成一条折线也是常见的。

二、实 验

实验一 热分析法测量钢在加热和冷却过程中的转变温度

一、实验目的

1. 了解热分析装置的结构及原理
2. 初步掌握热分析实验技术
3. 研究合金元素对钢组织转变温度的影响

二、基本原理

钢的组织转变常常伴随着产生一定的热效应。由于热效应的影响,在一定加热或冷却条件下,钢的加热或冷却速度将改变,试样的温度偏离没有组织转变时的变化规律。根据试样的温度变化特征来确定钢的组织转变温度比较方便。通常将试样温度与加热或冷却时间的关系以曲线表示,称为热分析曲线。借助于热分析曲线确定组织转变温度是热分析技术最基本的应用。

在未发生组织转变时,试样的温度随加热或冷却时间的延长沿平滑曲线变化(曲线1),见图1-1,若发生组织转变时,则在曲线上将出现拐折(曲线2),拐折的方向视转变的性质而异。无论是加热过程中的吸热转变,还是冷却过程中的放热转变都具有一个共同的趋势,那就是在组织转变时,试样的温度变化较缓慢。曲线上出现平台,表明组织转变是在一个恒定温度下完成的,平台所对应的温度即转变温度,具有这种转变特征的有纯金属的熔化与凝固,以及钢的共析转变等。也可能不出现平台,而出现一般的拐折,这表明转变是在一个温度范围内完成的,拐折的切离点即对应于转变的开始温度,属于这种转变的有溶解和析出等。

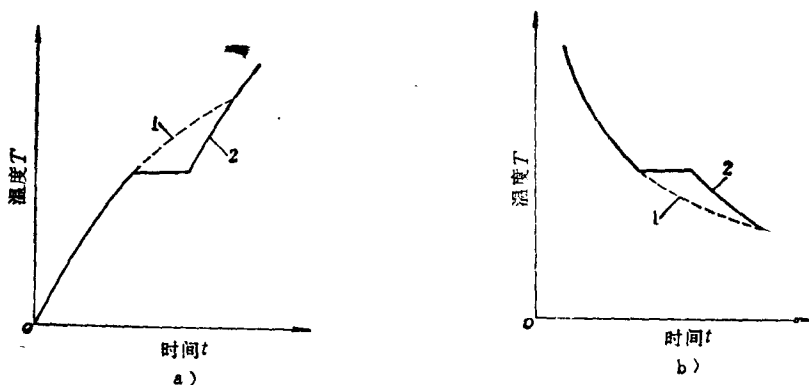


图1-1 简单热分析曲线

a) 加热 b) 冷却

简单热分析的测量温度范围较宽,所以仪表的灵敏度较低,测量精度也较低,用于分析熔化或凝固热效应较大的转变,能保证一定的测量效果。但用于测量固态转变,特别是析出过程的初始阶段,测量的相对误差比较大。因此,研究固态转变,一般不用简单热分析方法,

而常用示差热分析方法。

示差热分析与简单热分析不同之处在于它不是测量温度与时间的关系，而是测量加热或冷却过程中，试样和标准试样之间的温度差与温度或时间的关系曲线，亦即示差热分析曲线。在未发生组织转变时，试样与标准试样的温度相同，温度差为零，只有当试样中发生组织转变时，转变的热效应才使试样与标准试样之间产生温度差，所以示差热分析要测的热电势值比简单热分析的热电势值小得多。因此，可以选用小量程、高灵敏度的仪表进行测量，这样可提高测量的精度。

在加热或冷却过程中，若试样未发生组织转变，则示差热分析曲线随着温度或时间的变化呈直线平行于温度轴延伸，

见图1-2。若发生组织转变，则曲线在开始转变温度出现拐折，拐折的方向是吸热时向上，放热时向下。析出和溶解时出现的峰较宽，一般取峰的前坡最大斜率点的切线与基线延长线的交点做为起始转变温度。

若为恒温转变，则曲线上出现窄峰，一般取峰巅对应的温度做为转变温度。

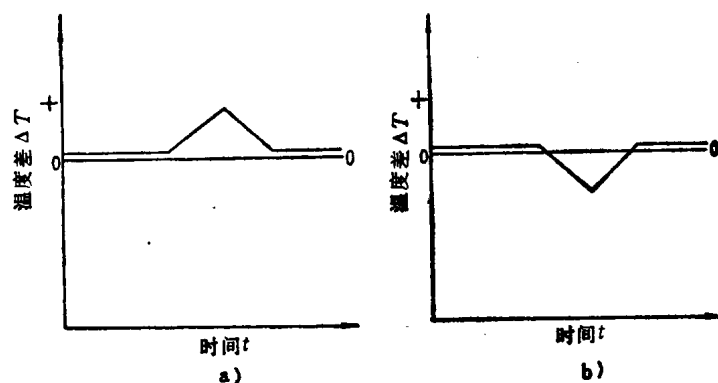


图1-2 示差热分析曲线

a) 加热 b) 冷却

合金元素不影响珠光体转变的机构，但它影响 A_1 、 A_3 及 A_{cm} 点的位置，即影响这些临界温度。此外，它们还影响碳化物的稳定性及碳的扩散系数，从而明显影响奥氏体形成的速度。合金元素对转变临界温度的影响分为两种情况：Ni、Mn和Cu等元素扩大 γ 区，使 Ac_1 点降低；Cr、Mo、Ti、Si、Al、W以及V等元素缩小 γ 区，使 Ac_1 点升高。合金元素的影响比较复杂，所以有关资料给出的钢组织转变温度，都是通过实践测得的结果。

三、示差热分析装置及测量方法

1. 示差热分析装置

示差热分析装置由下述各部分组成(见图1-3)。待测试样1和标准试样2置于密闭的加热炉3中，加热炉的电流由可调压的变压器供给，调整电压即可控制试样的加热速度。试样的温度与它和标准试样之间的温度差分别由热电偶4和5进行测量，由SC型振子示波仪7自动进行记录，或由温度毫伏表与AC15/2型检流计指示，通过电阻6调整输入示波仪信号的强度。

2. 用于示差热分析的测量仪表

实现热分析测量最简便的手段是用电位差计测量温度，用AC15/2型检流计指示试样与标准试样之间的温度差。这种测量的缺点是不能自动记录，特别是加热或冷却速度较快时，来不及读数。所以最好是用SC型振子示波仪对温度、温度差和时间同时进行自动记录。

磁电式振子示波仪的原理如下(见图1-4)。由光源1发出紫外线通过透镜2、光阑3，由棱镜4反射到振子5的小镜上，再由5反射到棱柱6，一部分光透过棱柱6、透镜9、光阑10，再经透镜11聚焦后照射到鼓轮12上的紫外线感光纸上。另一部分光由棱柱6反射到棱柱7后，并由此反射到显示屏8上。

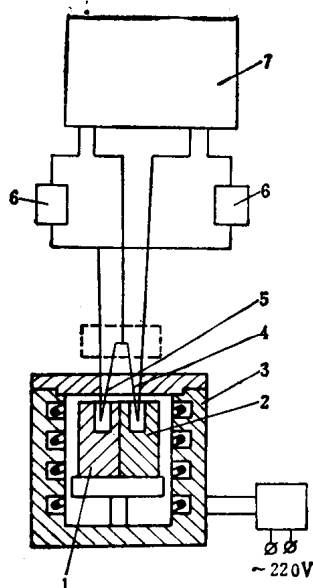


图1-3 示差热分析测量装置

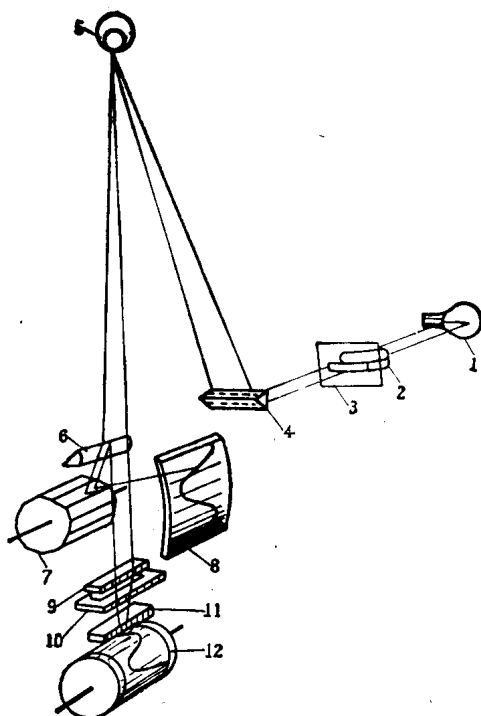


图1-4 振子示波仪光路图

磁电式振子示意图如图1-5。它具有一个单圈的回路，上面装有一反射镜2，回路通过很细的弹簧吊丝3固定于振子的壳体上，并置于一个静磁场中。由于单圈的振子质量很小，丝很细，故振子的灵敏度很高。线圈的两端接到测温热电偶或示差热电偶上。当测量回路中没有电流通过时，经振子反射到显示屏上的光点指零。当试样温度升高或试样和标准试样有温度差时，回路中有电流通过，振子线圈受磁场的作用发生偏转，于是由小镜反射到显示屏上的光点便发生移动，与此同时，紫外线感光纸上的光点发生同样的移动，移动的距离取决于试样的温度或试样与标准试样的温度差，温差愈大，偏移愈大。另一方面鼓轮12（图1-4）受走纸机构控制，以一定速度转动，这样便将光点移动的距离和时间的关系由紫外线感光纸记录下来。

SC型振子示波仪具有10个或更多的振子，同时可记录温度和温差的变化情况。工作前应根据信息的强弱选择振子及量程，根据转变快慢确定出走纸速度。

3. 试样与标准试样

试样与标准试样应取相同形状及尺寸，可以采用以下方式联接成示差测量线路：

(1) 加热或冷却速度较慢时，选用直径为10mm，长为50mm的圆棒形试样与标准试样，试样的中心开一个直径为5mm、深为10~20mm的孔，将热电偶的热端焊在孔中。在分析钢的固态转变时，标准试样的材料选用铜或镍。将示差热电偶反接后插入试样1与标准试样2的孔中（见图1-6），并焊于孔的底部，试样与标准试样尽量靠近，中间用石棉隔开，见图1-

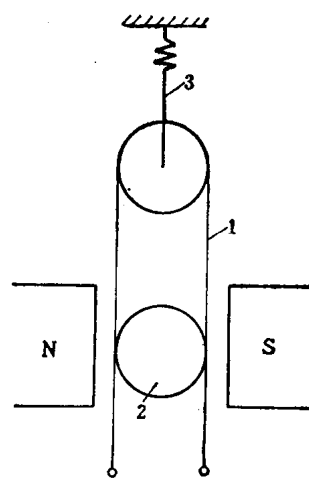


图1-5 磁电式振子结构示意图

6a. 3 为铂铑丝 4 为铂丝, 3 和 4 接温度指示仪表, 3 和 3 接示差仪表。

(2) 加热或冷却速度比较快时, 要选用直径为2mm, 长为30mm的圆棒形试样。在中温区进行测量时, 标准试样的材料可用Cr10Ni90合金, 将镍铬丝 3 或镍铝丝 4 分别按照图1-6b所示的要求焊于试样和标准试样上, 3 和 4 接测温仪表, 3 和 3 接示差测量仪表。

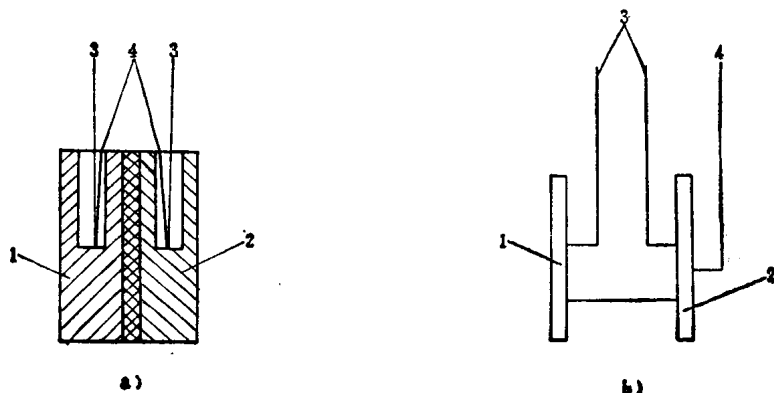


图1-6 示差热分析电偶联接示意图

a) 较慢速度加热或冷却 b) 较快速度加热或冷却

(3) 加热速度对组织转变温度有明显影响, 通常加热和冷却时, 相变并不按平衡图中所示的温度进行, 而是在一定的过热或过冷的条件下发生, 因而导致加热和冷却时的转变温度并不一致, 加热时 Ac_1 和 Ac_3 高于 A_1 和 A_3 的温度, 冷却时 Ar_1 和 Ar_3 低于 A_1 和 A_3 温度。在测定钢的 Ac_1 和 Ac_3 时, 升温速度有严格的限定, 一般对碳钢升温速度不得超过 $200^\circ\text{C}/\text{h}$, 对合金钢则不超过 $120^\circ\text{C}/\text{h}$ 。

除上述要求外, 还要求试样的原始组织均匀, 加热炉的工作空间温度分布均匀。

四、实验设备及材料

1. 1.5kW立式小型加热炉一台。
2. 2kW可调压变压器一台。
3. 10A量程电流表一块。
4. AC15/2型直流复射式检流计一台或SC10振子示波仪一台。
5. 量程为 $0 \sim 1200^\circ\text{C}$ 毫伏表或测温计一块。
6. 秒表一块。
7. 电容充电接触点焊机一台(自制)。
8. 直径为0.5mm镍铬和镍铝(镍硅)热电偶丝各1m。
9. 直径为2mm, 长为20mm的OCr18Ni9不锈钢标准试样 2 支。
10. 尺寸与标准试样相同的T8、40Cr, 40Mn钢试样各二支, 每个实验小组只做一种钢。

五、操作步骤

1. 用示波仪自动记录测量

(1) 熟悉振子示波仪的结构与操作步骤, 选好量程及走纸速度, 调好光点位置, 装好记录用纸。

(2) 按图1-6将试样和标准试样焊接, 将热偶丝用瓷管套好, 标明极性。

(3) 将示差热电偶和测温电偶分别接于示波仪接点上。