

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2017 年 9 月 14 日 (14.09.2017)



(10) 国际公布号
WO 2017/152397 A1

- (51) 国际专利分类号:
G01N 25/12 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2016/075988
- (22) 国际申请日: 2016 年 3 月 9 日 (09.03.2016)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (71) 申请人: 中南大学 (CENTRAL SOUTH UNIVERSITY) [CN/CN]; 中国湖南省长沙市岳麓区麓山南路 932 号, Hunan 410083 (CN)。
- (72) 发明人: 李红英 (LI, Hongying); 中国湖南省长沙市岳麓区麓山南路 932 号, Hunan 410083 (CN)。 刘蛟蛟 (LIU, Jiaojiao); 中国湖南省长沙市岳麓区麓山南路 932 号, Hunan 410083 (CN)。
- (74) 代理人: 北京品源专利代理有限公司 (BEYOND ATTORNEYS AT LAW); 中国北京市海淀区莲花池东路 39 号西金大厦 6 层, Beijing 100036 (CN)。
- (81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG,

BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

- (84) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告 (条约第 21 条(3))。

(54) Title: METHOD FOR TESTING PHASE TRANSFORMATION POINT OF ALUMINIUM ALLOY

(54) 发明名称: 一种铝合金相变点的测试方法

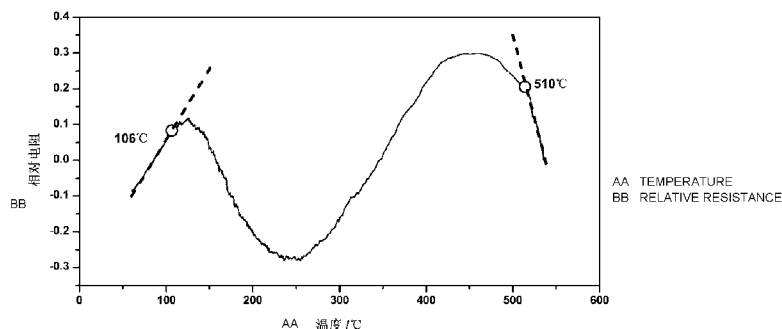


图 3

(57) Abstract: A method for testing a phase transformation point of aluminium alloy, comprising cutting an aluminium alloy material to obtain at least three samples to be tested; performing heat treatment on a first sample to be tested to obtain a first resistivity-temperature curve; respectively performing quenching treatment and annealing treatment on a second sample to be tested and a third sample to be tested to obtain the second sample to be tested at a quenched state and the third sample to be tested at a fully annealed state, and respectively heating the second sample to be tested at a quenched state and the third sample to be tested at a fully annealed state to obtain a second resistivity-temperature curve and a third resistivity-temperature curve; obtaining a relative resistivity-temperature curve; and determining a phase transformation starting temperature and a phase transformation termination temperature of the sample to be tested according to the relative resistivity-temperature curve. By means of this method, a phase transformation behaviour and a phase transformation temperature under a non-linear cooling condition can be tested. The range of a cooling rate which can be tested in the method is wide, and a phase transformation behaviour of a small volume fraction and precipitated phase information about a small size can be captured.

(57) 摘要:

[见续页]



WO 2017/152397 A1



一种铝合金相变点的测试方法，包括将铝合金材料进行切割，获取至少三个待测样品；对第一待测样品进行热处理，获取第一电阻率-温度曲线；对第二待测样品和第三待测样品分别进行淬火处理和退火处理，获取淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品，并对淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品分别进行加热，以获取第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线；根据获取相对电阻率-温度曲线；根据相对电阻率-温度曲线确定待测样品的相变起始温度和相变终止温度。该方法能够实现对非线性冷却条件下发生的相变行为及相变温度的测试，可测试的冷却速率范围较宽，且能够捕捉小体积分数的相变行为及小尺寸的析出相信息。

一种铝合金相变点的测试方法

技术领域

本发明涉及金属材料物理测试领域，尤其涉及一种铝合金相变点的测试方法。

背景技术

在铝合金的热处理工艺中，冷却过程中的固态相变行为对铝合金的力学性能、抗腐蚀性能和加工性能具有非常大的影响。因此，准确测量相变温度具有重要的理论意义和工程价值。

温度和时间是决定铝合金固态相变的关键因素，实际生产中铝合金工件的冷却曲线（温度-时间曲线）是非线性的，对应的相变过程非常复杂；并且铝合金热处理工艺中涉及的冷却速率范围较宽，如，淬火冷却速度通常达到 $1000^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上，均匀化或退火通常采用炉冷，其冷却速率却非常小。在较快冷却条件下，铝合金的相变体积分数较低，并且析出相分布不均匀，且尺寸较小。目前常用的差示量热扫描法（DSC）仅适用于测试恒温或者线性冷却条件下发生的相变行为，可测的冷却速率范围较窄（约 $5\text{-}475^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ），且容易形成杂峰，对于小体积分数相变行为及小尺寸析出相的敏感度低，难以形成清晰的相变峰。

发明内容

本发明的主要目的在于提供一种铝合金相变点的测试方法，能够实现对非线性冷却条件下相变行为及相变温度的测试，且冷却速率范围较宽，能够捕捉小体积分数的相变行为及小尺寸的析出相信息。

本发明采用如下技术方案：

根据预设尺寸将待测的铝合金材料进行切割，获取至少三个待测样品；

对第一待测样品进行热处理，并获取第一待测样品在热处理冷却过程中的第一电阻率-温度曲线；

对第二待测样品和第三待测样品分别进行淬火处理和退火处理，获取淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品，并对淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品分别进行加热，以获取第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线；

根据如下的公式获取相对电阻率-温度曲线：

$$\rho_e = \frac{\rho_{AQ}(T) - \rho_i(T)}{\rho_{AQ}(T) - \rho_{FA}(T)}, \text{ 其中, } \rho_{AQ}(T) \text{ 为根据第二电阻率-温度曲线获取的淬火}$$

态的第二待测样品在温度 T 的电阻率； $\rho_{FA}(T)$ 为根据第三电阻率-温度曲线获取的充分退火态第三待测样品在温度 T 的电阻率， $\rho_i(T)$ 为根据第一电阻率-温度曲线获取的热处理过程中的第一待测样品在温度 T 的电阻率；

根据所述相对电阻率-温度曲线确定待测样品的相变起始温度和相变终止温度。

进一步的，所述根据相对电阻率-温度曲线确定待测样品的相变起始温度和相变终止温度可包括：

在所述相对电阻率-温度曲线上分别确定外推起始基线和外推终止基线；

以所述外推起始基线所在的直线与所述相对电阻率-温度曲线的交点所对应的温度为相变起始温度；

以所述外推终止基线所在的直线与所述相对电阻率-温度曲线的交点所对应的温度为相变终止温度。

进一步的，所述热处理为固溶、均匀化、退火或时效。

进一步的，在所述对第一待测样品进行热处理之后，还包括：获取第一待测样品在热处理冷却过程中的温度-时间曲线。

进一步的，对第二待测样品和第三待测样品分别进行淬火处理和退火处理，获取淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品可包括：

将第二待测样品和第三待测样品分别加热并保温，以使第二待测样品和第三待测样品中的可溶相充分溶解到基体中，并分别通过水淬的方式进行冷却，获得淬火态的第二待测样品和淬火态的第三待测样品；

将淬火态的第三待测样品在预设的温度下进行退火，以使第三待测样品的电阻率和硬度均最小，获得充分退火态的第三待测样品；

其中，淬火态的第二待测样品的电阻率为理论最大值；充分退火态的第三待测样品的电阻率为理论最小值。

进一步的，当对淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品进行加热时，淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品的加热速率均在 $1000^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上，且淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品均不发生相变。

进一步的，在热处理冷却过程中，第一待测样品采用气雾冷、高压气体冷、风冷、空冷或炉冷的冷却方式。

进一步的，在热处理冷却过程中，第一待测样品位于离热源预设的距离处进行冷却。

进一步的，在热处理冷却过程中，第一待测样品的平均冷却的速率在 $2.58\text{-}1240^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 之间。

本技术方案的原理为：在本发明中，铝合金的电阻率由 3 个部分组成：铝基体的电阻率、固溶态合金元素产生的电阻率和析出的第二相的电阻率。根据

相对电阻率计算公式 $\rho_e = \frac{\rho_{AQ}(T) - \rho_1(T)}{\rho_{AQ}(T) - \rho_{FA}(T)}$ 可知, 相对电阻率去除了铝基体的电阻

率, 能够直接反应铝合金的相变行为。

本发明提供一种铝合金相变点的测试方法, 通过获取的第一待测样品在热处理过程中的电阻率-温度曲线、第二待测样品淬火态的电阻率-温度曲线以及第三待测样品充分退火态的电阻率-温度曲线, 根据所述公式得到相对电阻率-温度曲线, 通过相对电阻率-温度曲线获取待测样品的相变起始温度和相变终止温度, 测量精确, 能够实现对非线性冷却条件下发生的相变行为及相变温度的测试, 且能够测试铝合金在较大冷却速率范围内的相变行为, 且能够捕捉小体积分数的相变行为及小尺寸的析出相信息。

附图说明

为了更清楚地说明本发明的技术方案, 下面将简单介绍实施例描述中所需使用的附图, 当然, 以下描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例, 对于本领域普通技术人员来讲, 在不付出创造性劳动的前提下, 还可以对这些附图进行修改和替换。

图 1 为本发明实施例一提供的电阻率与温度关系图;

图 2 为本发明实施例一提供的温度-时间曲线;

图 3 为本发明实施例一提供的第一待测样品的相对电阻率-温度曲线;

图 4 为本发明实施例一提供的第一待测样品发生相变后的显微组织图片;

图 5 为本发明实施例二提供的电阻率与温度关系图;

图 6 为本发明实施例二提供的温度-时间曲线;

图 7 为本发明实施例二提供的第一待测样品的相对电阻率-温度曲线;

图 8 为本发明实施例二提供的第一待测样品发生相变后的显微组织图片;

图 9 是本发明实施例三提供的电阻率与温度关系图；

图 10 是本发明实施例三提供的温度-时间曲线；

图 11 是本发明实施例三提供的第一待测样品的相对电阻率-温度曲线；

图 12 是本发明实施例三提供的第一待测样品发生相变后的显微组织图片；

图 13 是本发明实施例四提供的电阻率与温度关系图；

图 14 是本发明实施例四提供的温度-时间曲线；

图 15 是本发明实施例四提供的第一待测样品的相对电阻率-温度曲线；

图 16 是本发明实施例四提供的第一待测样品发生相变后的显微组织图片。

具体实施方式

下面将结合附图对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例是本发明的一部分实施例，而不是全部的实施例，是为了阐述本发明的原理，而不是要将本发明限制于这些具体的实施例。基于本发明中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本发明保护的范围。

实施例一

表 1 为本实施例选用的待测铝合金的化学成分表，待测铝合金的化学成分如表 1 所示，其中铝为余量。

表 1

合金元素	Cu	Fe	Si	Al
质量分数 (wt.%)	4.0	0.10	0.195	Bal.

本实施例提供的铝合金相变点的测试方法步骤具体如下：

步骤一：将待测的铝合金材料进行切割，获取至少三个待测样品，其中待测样品的尺寸为 $200 \times 5 \times 1\text{mm}$ ，精度控制在 0.02mm 以内。

步骤二：将第一待测样品在 535°C 固溶保温 2h 后，将第一待测样品放置于离加热炉的炉门 30cm 处进行冷却（第一待测样品的冷却受到加热炉内热辐射的影响，且还可以将第一待测样品放置在其他热源内进行固溶保温），在冷却的过程中通过四探针测试的方法获取第一待测样品的第一电阻率-温度曲线，并获取第一待测样品的温度-时间曲线（冷却曲线），其中图 1 为本实施例一提供的电阻率与温度关系图，如图 1 所示，11 为第一电阻率-温度曲线；图 2 为本实施例一提供的温度-时间曲线，如图 2 所示，温度-时间曲线为非线性的，且通过该曲线对应的数据能够计算出平均冷却速率为 $2.58^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

在本实施例中，第一待测样品还可以离加热炉的炉门其他距离进行冷却。电阻率的测试是通过将等距的四个探针与第一待测样品的表面形成欧姆连接，用恒流源给 2 个外探针通以较小的电流，并用精准电压表测量内侧的 2 个探针间的电压，并且温度传感器与第一待测样品接触，用于获取第一待测样品的温度信号。精准电压表得到的电压值以及温度传感器获取的温度信号输入到计算机中，通过电压值和预设的公式可以计算出第一待测样品的电阻率，在计算机中通过计算的电阻率数据和温度数据可以绘制第一电阻率-温度曲线，并且计算机能够记录获取温度信号的时间信息，因此，通过温度数据和时间信息，计算机可以自动绘制温度-时间曲线。

步骤三：对第二待测样品和第三待测样品分别进行淬火处理和退火处理，即将第二待测样品和第三待测样品分别加热并保温，以分别使第二待测样品和第三待测样品中的可溶相充分溶解到铝基体中，并分别通过水淬的方式进行冷

却，获得淬火态的第二待测样品和淬火态的第三待测样品；将淬火态的第三待测样品在预设的温度下进行退火，以使第三待测样品的电阻率和硬度均最小，获得充分退火态的第三待测样品；然后，对淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品分别以 1000℃/min 的速率加热至 535℃，获得第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线，即淬火态第二待测样品的电阻率-温度曲线和充分退火态第三待测样品的电阻率-温度曲线，如图 1 所示，图 1 中 12 为第二待测样品的电阻率-温度曲线，13 为第三待测样品的电阻率-温度曲线，其中，第二待测样品的电阻率-温度曲线和第三待测样品的电阻率-温度曲线的实线部分均是通过实验测试进行获得的。

在本实施例中，不同成分的待测样品进行淬火和退火的预设温度是不同的，预设温度可以根据待测样品的性质获得。淬火态的第二待测样品的电阻率为理论最大值；充分退火态的第三待测样品的电阻率为理论最小值。

步骤四：根据如下的公式获取相对电阻率-温度曲线：

$$\rho_e = \frac{\rho_{AQ}(T) - \rho_i(T)}{\rho_{AQ}(T) - \rho_{FA}(T)}, \text{ 其中, } \rho_{AQ}(T) \text{ 为根据第二电阻率-温度曲线获取的淬火}$$

态的第二待测样品在温度 T 的电阻率； $\rho_{FA}(T)$ 为根据第三电阻率-温度曲线获取的充分退火态第三待测样品在温度 T 的电阻率， $\rho_i(T)$ 为根据第一电阻率-温度曲线获取的热处理过程中的第一待测样品在温度 T 的电阻率；在本实施例中，铝合金的电阻率由 3 个部分组成：铝基体的电阻率、固溶态合金元素产生的电阻率和析出的第二相的电阻率，根据上述相对电阻率计算公式

$$\rho_e = \frac{\rho_{AQ}(T) - \rho_i(T)}{\rho_{AQ}(T) - \rho_{FA}(T)} \text{ 可知, 相对电阻率去除了铝基体的电阻率, 能够直接反应铝}$$

合金的相变行为。

在本实施例中，在第二电阻率-温度曲线上，温度为 T 对应的电阻率的数据

为 $\rho_{AQ}(T)$ ，在第三电阻率-温度曲线上，温度 T 对应的电阻率为 $\rho_{FA}(T)$ ；在第一电阻率-温度曲线上，温度 T 对应的电阻率为 $\rho_i(T)$ 。因温度 T 是变量，当温度 T 改变时，可以获得多组 $\rho_{AQ}(T)$ 、 $\rho_{FA}(T)$ 和 $\rho_i(T)$ ，根据获得 $\rho_{AQ}(T)$ 、 $\rho_{FA}(T)$ 和 $\rho_i(T)$ 的数据，根据公式 $\rho_e = \frac{\rho_{AQ}(T) - \rho_i(T)}{\rho_{AQ}(T) - \rho_{FA}(T)}$ 可以计算不同温度下的相对电阻率的数据，并以温度 T 为 X 轴，相对电阻率为 Y 轴，就可以绘制相对电阻率-温度曲线，绘制的相对电阻率-温度曲线无杂峰。图 3 为本实施例一提供的相对电阻率-温度曲线，如图 3 所示，铝合金（第一待测样品）在冷却过程中，相对电阻率随着温度的改变而发生变化。铝合金在冷却过程中，开始时，相对电阻率和温度呈线性关系；当发生相变时，相对电阻率-温度曲线偏离外推起始基线，偏离点为相变起始温度；相变完成后，相对电阻率和温度回归线性关系，相对电阻率-温度曲线与外推终止基线重合，回归点为相变终止温度。其中，外推起始基线为相对电阻率-温度曲线上起始处与第一相变峰之间的斜率不发生变化的线性部分，外推终止基线为相对电阻率-温度曲线上最后一个相变峰与终止处之间的斜率不发生变化的线性部分。

铝合金在冷却过程中，当析出的第二相的尺寸接近电子的平均自由程时，会对电子产生强烈的相干散射，导致铝合金的电阻率明显上升，因此在非线性的快速冷却条件下，当第二相的体积分数较小和/或第二相的尺寸较小时，第二相也会产生明显的电阻响应信号。如图 3 所示，开始时，当析出的第二相的尺寸小于电子平均自由程时，铝合金的电阻率随着第二相尺寸的增加而上升，而相对电阻率下降，激发的相变峰向上凸出。当第二相的尺寸等于电子的平均自由程时，铝合金的电阻率最大，而相对电阻率最小。当第二相的尺寸大于电子的平均自由程时，铝合金的电阻率随着第二相尺寸的增加而降低，而相对电阻

率上升，所以激发的相变峰向下凹陷。

步骤五：根据相对电阻率-温度曲线确定待测样品相变起始温度和相变终止温度。

在本实施中，确定相变起始温度和相变终止温度的方法具体为：在相对电阻率-温度曲线上分别确定外推起始基线和外推终止基线，以外推起始基线所在的直线与相对电阻率-温度曲线的交点所对应的温度为相变起始温度；以外推终止基线所在的直线与相对电阻率-温度曲线的交点所对应的温度为相变终止温度。

在本实施例例中，如图3所示，相变起始温度为 510°C ，相变终止温度为 106°C ，相对电阻率-温度曲线上共出现3个相变峰，表明第一待测样品共发生了三种相变，析出了3种第二相。图4为本实施例一提供的第一待测样品发生相变后的显微组织图片，如图4所示，第一待测样品的组织中共有3种相，分别为 θ 相、 θ' 相和 θ'' 相，其中图3中相对电阻率-温度曲线上的3个相变峰分别对应图4中的 θ 相、 θ' 相和 θ'' 相。如图4所示，粗大且与基体无位相关系的块状粒子为 θ 相， 300nm 以上且平行于 $\{001\}_{\text{Al}}$ 方向的针状相为 θ' 相， $100-150\text{nm}$ 的针状相为 θ'' 相。故第一待测样品实际发生的相变与相对电阻率-温度曲线反应的相变结果是相同的，因此通过相对电阻率-温度曲线可以确定相变的起始温度和相变的终止温度。

在上述实施例的基础上，当需要对待测铝合金进行多次相变测试时，需要将待测铝合金切割成的至少两个待测样品进行分别进行热处理，并且获得至少两个第一电阻率-温度曲线，但是淬火态的第二待测样品的电阻率-温度曲线和充分退火态的第三待测样品的电阻率-温度曲线将作为参比曲线，不需要进行重新获取即可；并与获得的至少两个第一电阻率-温度曲线，分别确定至少两个相

对电阻率-温度曲线，从而确定相变起始温度和相变终止温度。

实施例二

本实施二与实施例一的不同之处在于：1) 选用的待测铝合金的化学成分不同；表 2 为本实施例选用的待测铝合金的化学成分表；待测铝合金的化学成分如表 2 所示。

表 2

合金元素	Mg	Zn	Fe	Si	Mn	Zr	Cr	Al
质量分数 (wt.%)	1.19	4.37	0.17	0.11	0.15	0.14	0.11	Bal.

2) 将待测铝合金切割的尺寸不同。本实施例将待测铝合金切割成的样品的尺寸 $150 \times 5 \times 0.8\text{mm}$ ，精度控制在 0.02mm 以内。其中，第一待测样品、第二待测样品和第三待测样品的尺寸均相同。

3) 第一待测样品固溶保温以及冷却条件不同。本实施例中将第一待测样品在 470°C 固溶保温 1h 后进行空冷，获取第一电阻率-温度曲线和温度-时间曲线，其中图 5 为本实施例二提供的电阻率与温度的关系图，21 为第一电阻率-温度曲线。图 6 为本实施例二提供的温度-时间曲线，通过温度-时间曲线可以计算出第一待测样品的平均冷却速率为 $41.3^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

4) 淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品的加热条件不同。本实施例中分别将淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品均以 $1200^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率加热至 470°C ，获得第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线，其中，第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线如图 5 所示，22 为

第二电阻率-温度曲线，23 为第三电阻率-温度曲线，且均为线性关系。

图 7 是本实施例二中提供的相对电阻率-温度曲线。其中相对电阻率-温度曲线的获得方法以及获取相变起始温度和相变终止温度的方法与实施例一相同。如图 7 所示，第一待测样品相变起始温度和相变终止温度分别为 440℃和 86℃，相对电阻率-温度曲线出现了 2 相变峰，表明第一待测样品在冷却过程中发生两次相变。图 8 为本实施例二提供的冷却后发生相变的第一待测样品的显微组织图片；如图 8 所示， η 相为粗大的块状相， η' 相尺寸较小，为 10—30nm，且图 7 中的 2 个相变峰分别对应发生相变的第一待测样品的 η 相和 η' 相。因此，实际中第一待测样品发生相变情况与相对电阻率-温度曲线反应的相变结果是相同的，故可以通过相对电阻率-温度曲线确定的相变起始温度和相变终止温度。

实施例三

本实施例三与实施例一的不同之处在于：1) 选用的待测铝合金的化学成分不同；表 3 为本实施例选用的待测铝合金的化学成分表；待测铝合金的化学成分如表 3 所示。

表 3

合金元素	Cu	Mg	Zn	Fe	Si	Mn	Zr	Cu	Al
质量分数 (wt.%)	2.37	2.15	6.1	0.15	0.12	0.09	0.1	2.37	Bal.

2) 第一待测样品固溶保温以及冷却条件不同。本实施例中将第一待测样品在 470℃固溶保温 1h 后进行高压气体冷却，获取第一电阻率-温度曲线和温度-时间曲线，其中图 9 为本实施例三提供的电阻率与温度的关系图，31 为第一电

阻率-温度曲线。图 10 为本实施例三提供的温度-时间曲线，通过温度-时间曲线可以计算出第一待测样品的平均冷却速率为 $768.8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

3) 淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品的加热条件不同。本实施例中分别将淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品均以 $1400^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率加热至 470°C ，获得第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线，其中，第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线如图 9 所示，32 为第二电阻率-温度曲线，33 为第三电阻率-温度曲线，且均为线性关系。

图 11 是本实施例三提供的第一待测样品的相对电阻率-温度曲线，其中相对电阻率-温度曲线的获得方法以及获取相变起始温度和相变终止温度的方法与实施例一相同。如图 11 所示，第一待测样品相变起始温度和相变终止温度分别为 402°C 和 196°C ，相对电阻率-温度曲线出现了 1 相变峰，表明第一待测样品在冷却过程中发生一次相变。图 12 为本实施例三提供的冷却后发生相变的第一待测样品的显微组织图片；如图 12 所示， η 相在 Al_3Zr 粒子上形核，尺寸约为 $30-50\text{nm}$ ，且图 11 中的 1 个相变峰对应发生相变的待测样品的 η 相。因此，实际中第一待测样品发生相变情况与相对电阻率-温度曲线反应的相变结果是相同的，故通过相对电阻率-温度曲线可以确定的相变起始温度和相变终止温度。

实施例四

本实施例四与实施例三的不同之处在于：第一待测样品冷却条件不同。本实施例中将第一待测样品在 470°C 固溶保温 1h 后进行气雾冷的冷却方式，获取第一电阻率-温度曲线和温度-时间曲线，其中图 13 为本实施例四提供的第一电阻率-温度曲线，41 为第一电阻率-温度曲线；图 14 为本实施例四提供的温度-

时间曲线，如图 14 所示，通过温度-时间曲线可以计算出第一待测样品的平均冷却速率为 $1240^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

在本实施例中，因第二待测样品和第三待测样品的处理方式与实施例三中相同，故得到与实施例三相同的第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线（图 13 所示，42 为本实施例的第二电阻率-温度曲线，43 为本实施例的第三电阻率-温度曲线，且均为线性关系）。

图 15 是本实施例四提供的第一待测样品的相对电阻率-温度曲线。如图 15 所示，由于冷却速率较快，相对电阻率-温度曲线上没有出现相变峰，说明第一待测样品在冷却过程中没有第二相析出。图 16 为本实施例四提供的冷却后发生相变的第一待测样品的显微组织图片；如图 16 所示， Al_3Zr 粒子上没有发现 η 相析出。因此，实际中待测样品发生相变情况与相对电阻率-温度曲线反应的相变结果是相同的。

值得说明的是本发明示例性的对第一待测样品采用固溶的热处理方式，但是本发明实施例中并不局限于对第一待测样品采用固溶的热处理方式，还可以对第一待测样品采用均匀化、退火或者时效等热处理的方式。本发明实施例示例性的对第一待测样品采用了气雾冷、高压气体冷、空冷等冷却方式，但是本发明实施例并不局限与上述的冷却方式，还可以采用风冷、炉冷等冷却方式。

以上所述，仅为本发明的具体实施方式，但本发明的保护范围并不局限于此，任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明披露的技术范围内，可轻易想到的变化或替换，都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此，本发明的保护范围应以所述权利要求的保护范围为准。

1、一种铝合金相变点的测试方法，其特征在于，

根据预设尺寸将待测的铝合金材料进行切割，获取至少 3 个待测样品；

对第一待测样品进行热处理，并获取第一待测样品在热处理冷却过程中的第一电阻率-温度曲线；

对第二待测样品和第三待测样品分别进行淬火处理和退火处理，获取淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品，并对淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品分别进行加热，以获取第二电阻率-温度曲线和第三电阻率-温度曲线；

根据如下的公式获取相对电阻率—温度曲线：

$$\rho_e = \frac{\rho_{AQ}(T) - \rho_i(T)}{\rho_{AQ}(T) - \rho_{FA}(T)}, \text{ 其中, } \rho_{AQ}(T) \text{ 为根据第二电阻率-温度曲线获取的淬火}$$

态的第二待测样品在温度 T 的电阻率； $\rho_{FA}(T)$ 为根据第三电阻率-温度曲线获取的充分退火态第三待测样品在温度 T 的电阻率， $\rho_i(T)$ 为根据第一电阻率-温度曲线获取的热处理过程中的第一待测样品在温度 T 的电阻率；

根据所述相对电阻率—温度曲线确定待测样品的相变起始温度和相变终止温度。

2、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于：所述根据相对电阻率—温度曲线确定待测样品的相变起始温度和相变终止温度包括：

在所述相对电阻率—温度曲线上分别确定外推起始基线和外推终止基线；

以所述外推起始基线所在的直线与所述相对电阻率-温度曲线的交点对应的温度为相变起始温度；

以所述外推终止基线所在的直线与所述相对电阻率-温度曲线的交点对应的温度为相变终止温度。

3、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在所述对第一待测样品进行热处理之后，还包括：获取第一待测样品在热处理冷却过程中的温度-时间曲线。

4、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，对第二待测样品和第三待测样品分别进行淬火处理和退火处理，获取淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品，包括：

分别将第二待测样品和第三待测样品进行加热并保温，以使第二待测样品和第三待测样品中的可溶相充分溶解到基体中，并分别通过水淬的方式进行冷却，获得淬火态的第二待测样品和淬火态的第三待测样品；

将淬火态的第三待测样品在预设的温度下进行退火，以使第三待测样品的电阻率和硬度均最小，获得充分退火态的第三待测样品；

其中，淬火态的第二待测样品的电阻率为理论最大值；充分退火态的第三待测样品的电阻率为理论最小值。

5、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，当对淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品分别进行加热时，淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品的加热速率均在 $1000^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以上，且淬火态的第二待测样品和充分退火态的第三待测样品均不发生相变。

6、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，所述热处理为固溶、均匀化、退火或时效。

7、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在热处理冷却过程中，第一待测样品采用气雾冷、高压气体冷、风冷、空冷或炉冷的冷却方式。

8、根据权利要求 1 所述的方法，其特征在于，在热处理冷却过程中，第一待测样品位于离热源预设的距离处进行冷却。

9、根据权利要求 7 或 8 所述的方法，其特征在于，在热处理冷却过程中，

第一待测样品的平均冷却的速率在 2.58-1240℃/min 之间。

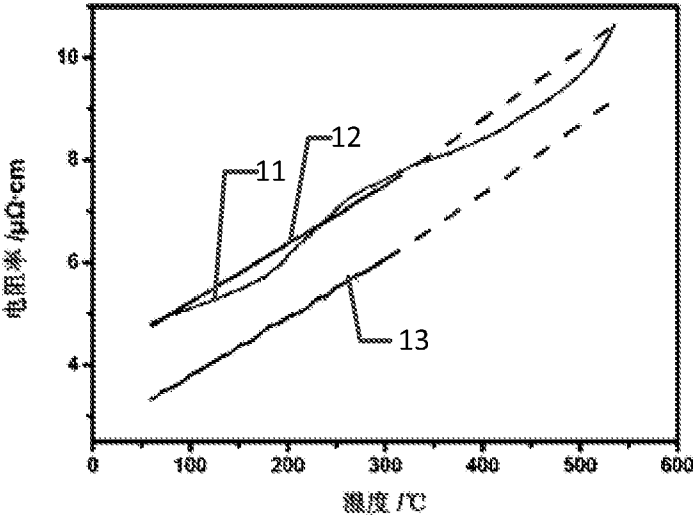


图 1

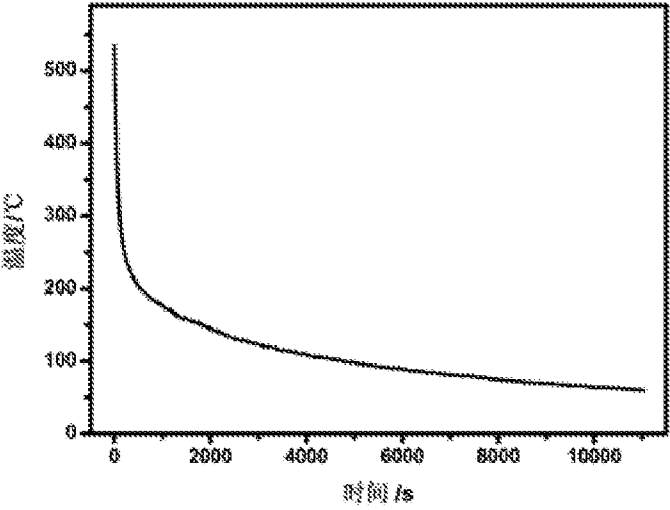


图 2

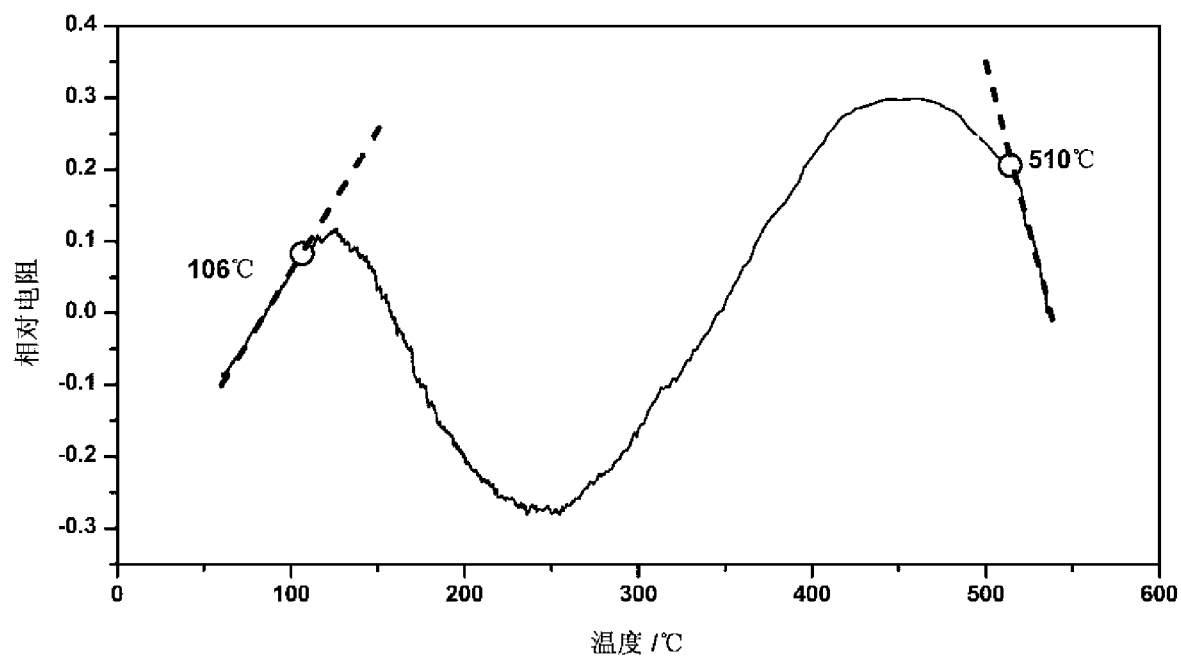


图 3

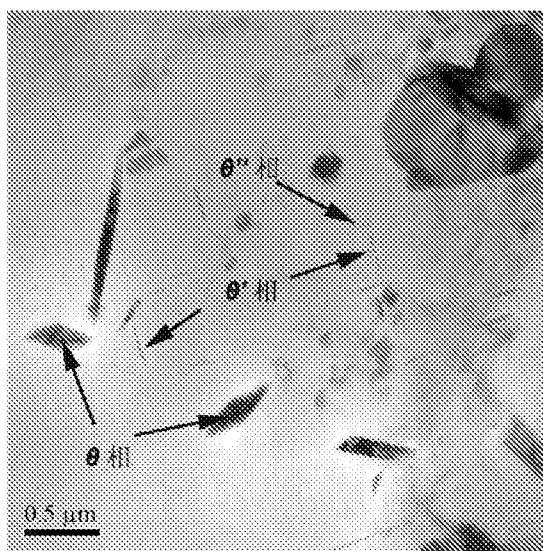


图 4

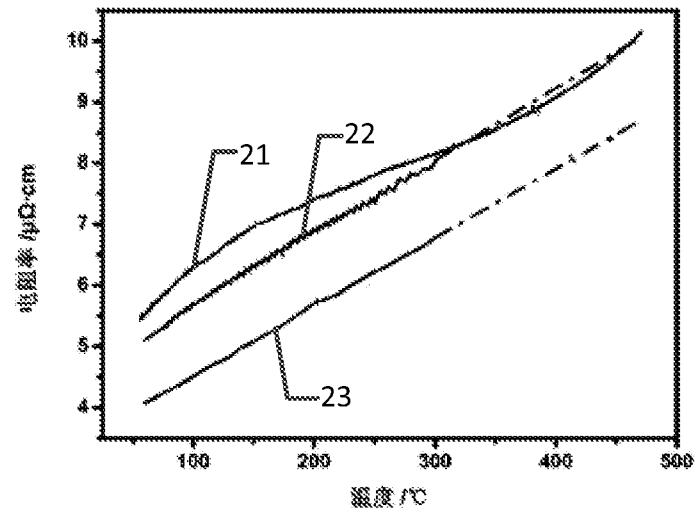


图 5

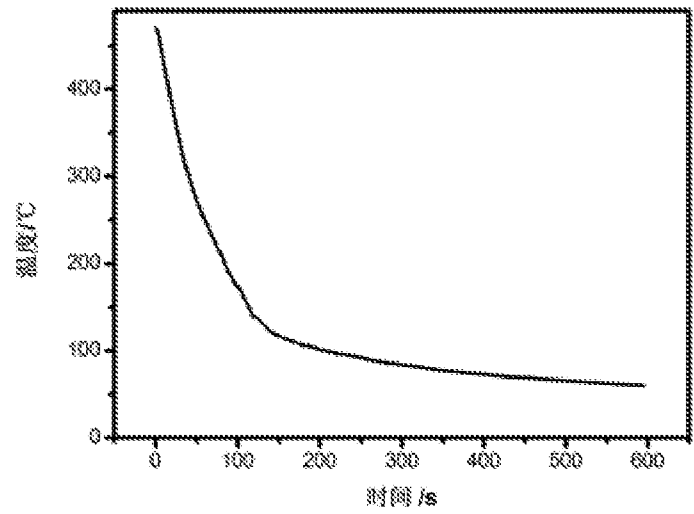


图 6

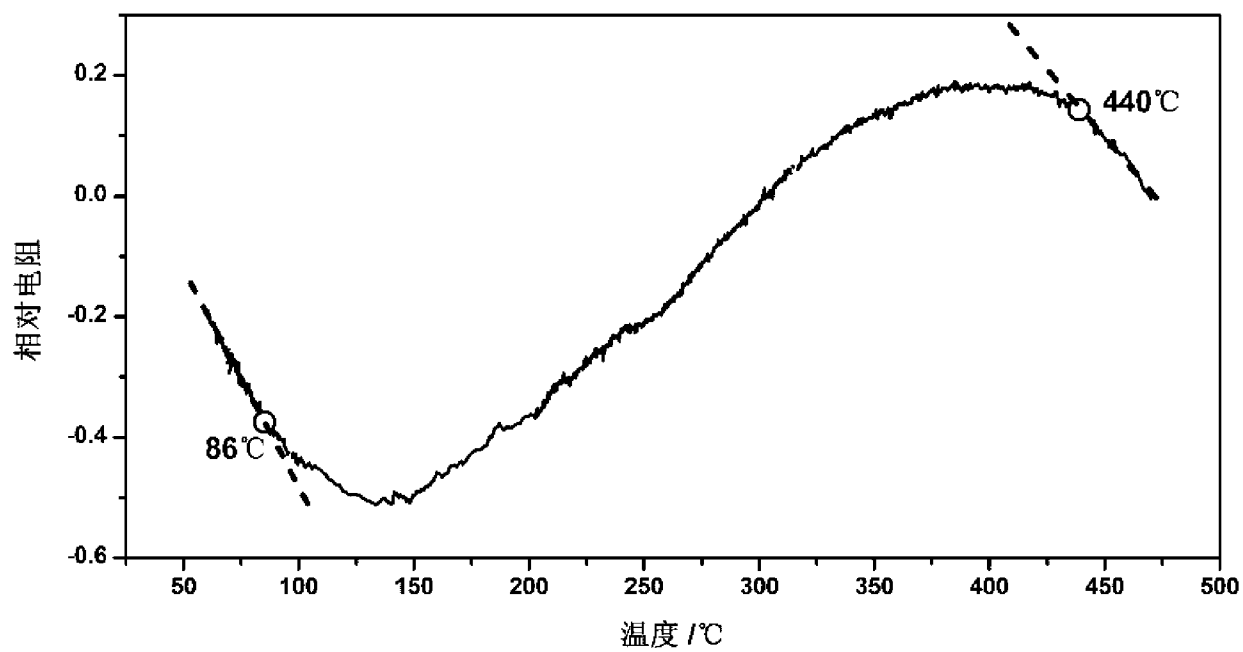


图 7

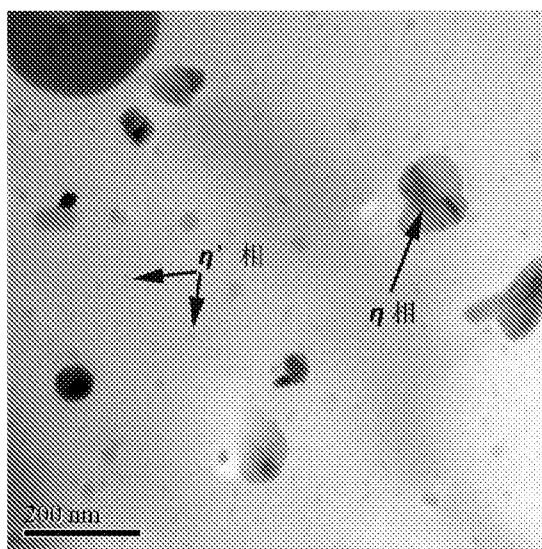


图 8

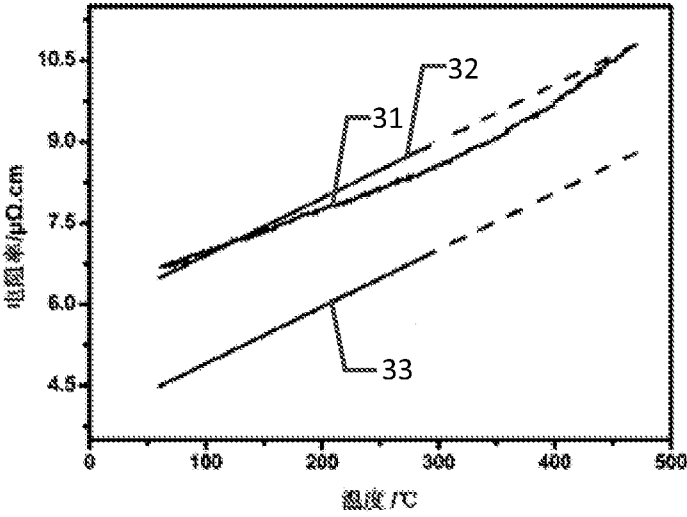


图 9

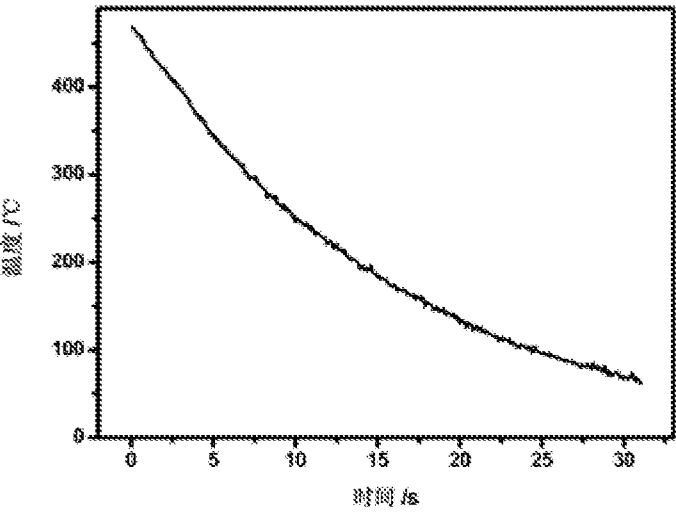


图 10

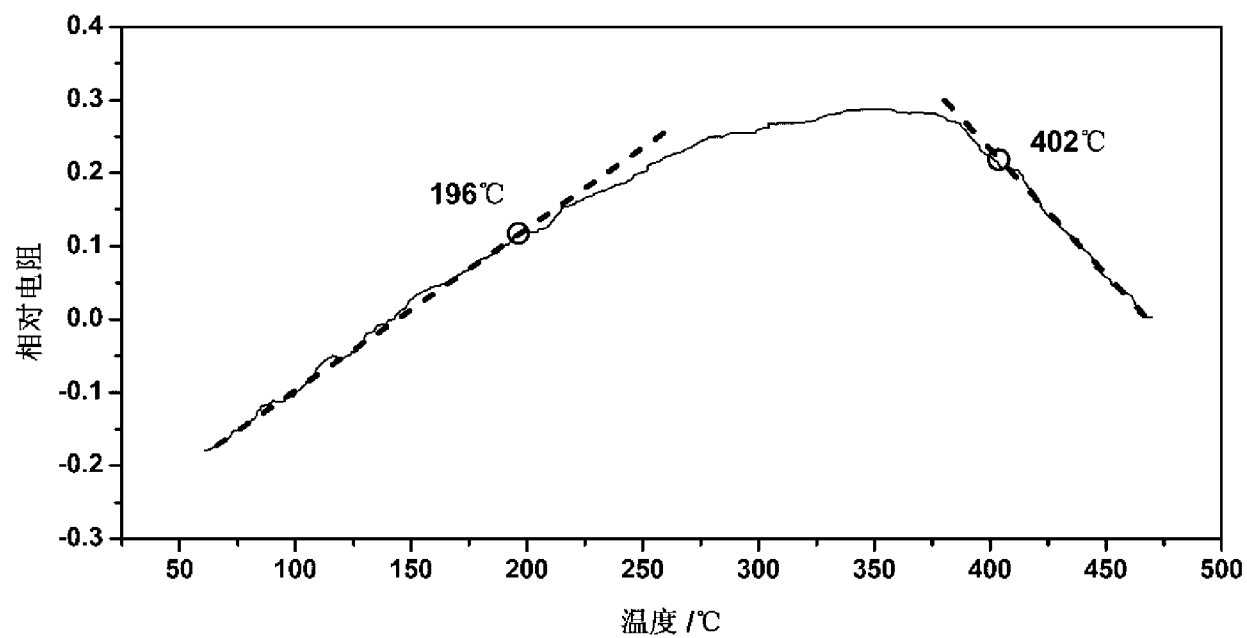


图 11

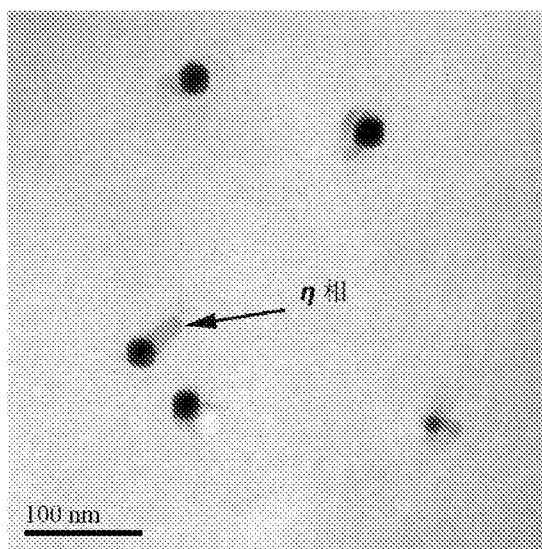


图 12

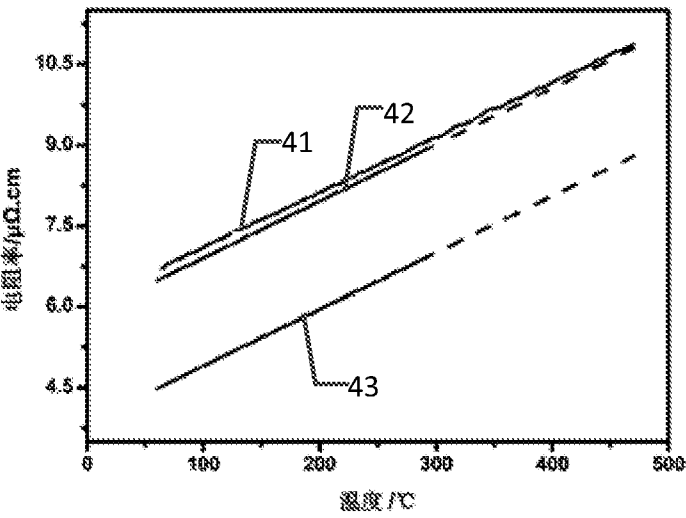


图 13

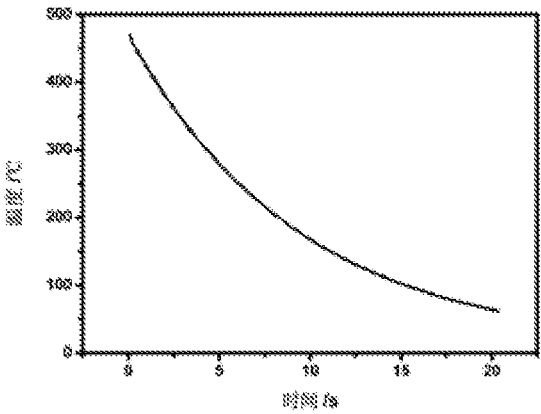


图 14

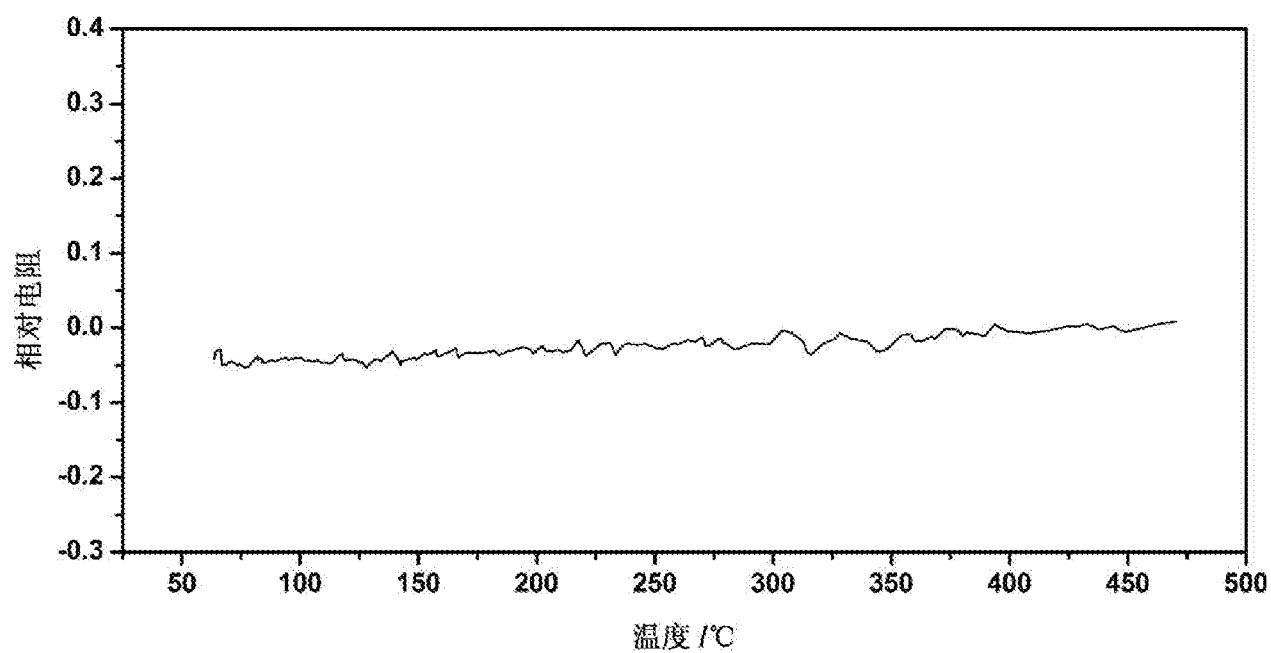


图 15

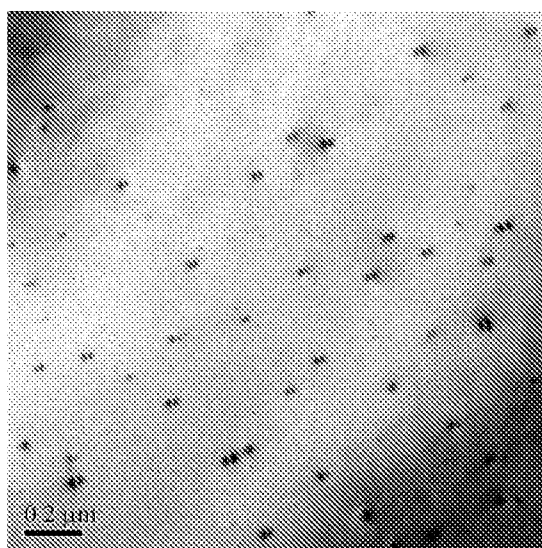


图 16

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2016/075988

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N 25/12 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNABS, CNTXT, DWPI, China Journal Full-text Database: transformation temperature, phase change, phase, trans+, chang+, temperature, resistivity, resisistance, measur+, curve

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 101776627 A (CENTRAL SOUTH UNIVERSITY), 14 July 2010 (14.07.2010), description, paragraph 0006	1-9
A	CN 105044151 A (CENTRAL SOUTH UNIVERSITY), 11 November 2015 (11.11.2015), the whole document	1-9
A	CN 101929967 A (NANJING IRON & STEEL CO., LTD.), 29 December 2010 (29.12.2010), the whole document	1-9
A	CN 1651908 A (SHIJIAZHUANG IRON & STEEL CO., LTD.), 10 August 2005 (10.08.2005), the whole document	1-9
A	JP H09166561 A (NEC CORP.), 24 June 1997 (24.06.1997), the whole document	1-9
A	US 4166378 A (VER. FOERDERUNG GIESSEREI IND.), 04 September 1979 (04.09.1979), the whole document	1-9
A	WO 03083462 A1 (PALLUEL, S.), 09 October 2003 (09.10.2003), the whole document	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date	“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	“&” document member of the same patent family
“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
01 November 2016 (01.11.2016)

Date of mailing of the international search report
17 November 2016 (17.11.2016)

Name and mailing address of the ISA/CN:
State Intellectual Property Office of the P. R. China
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao
Haidian District, Beijing 100088, China
Facsimile No.: (86-10) 62019451

Authorized officer
WANG, Yan
Telephone No.: (86-10) **62414399**

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2016/075988

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 101776627 A	14 July 2010	None	
CN 105044151 A	11 November 2015	None	
CN 101929967 A	29 December 2010	CN 101929967 B	06 June 2012
CN 1651908 A	10 August 2005	CN 100456029 C	28 January 2009
JP H09166561 A	24 June 1997	None	
US 4166378 A	04 September 1979	DE 2629088 A1	05 January 1978
		GB 1597149 A	03 September 1981
		FR 2410272 A1	27 July 1979
WO 03083462 A1	09 October 2003	AU 2003232300 A1	13 October 2003
		FR 2837925 A1	03 October 2003
		FR 2837925 B1	07 January 2005

A. 主题的分类 G01N 25/12 (2006.01) i 按照国际专利分类 (IPC) 或者同时按照国家分类和 IPC 两种分类																										
B. 检索领域 检索的最低限度文献 (标明分类系统和分类号) G01N 包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献 在国际检索时查阅的电子数据库 (数据库的名称, 和使用的检索词 (如使用)) CNABS, CNTXT, DWPI, 中国期刊网全文数据库: 相变点, 相变, 温度, 测, 电阻率, 曲线, phase, trans+, chang+, temperature, resistivity, resisitance, measur+, curve																										
C. 相关文件 <table border="1"> <thead> <tr> <th>类 型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>A</td> <td>CN 101776627 A (中南大学) 2010年 7月 14日 (2010 - 07 - 14) 说明书第0006段</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 105044151 A (中南大学) 2015年 11月 11日 (2015 - 11 - 11) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 101929967 A (南京钢铁股份有限公司) 2010年 12月 29日 (2010 - 12 - 29) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>CN 1651908 A (石家庄钢铁股份有限公司) 2005年 8月 10日 (2005 - 08 - 10) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP H09166561 A (NEC CORP.) 1997年 6月 24日 (1997 - 06 - 24) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>US 4166378 A (VER. FOERDERUNG GIESSEREI IND.) 1979年 9月 4日 (1979 - 09 - 04) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>WO 03083462 A1 (PALLUEL, STEPHANE) 2003年 10月 9日 (2003 - 10 - 09) 全文</td> <td>1-9</td> </tr> </tbody> </table>			类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	A	CN 101776627 A (中南大学) 2010年 7月 14日 (2010 - 07 - 14) 说明书第0006段	1-9	A	CN 105044151 A (中南大学) 2015年 11月 11日 (2015 - 11 - 11) 全文	1-9	A	CN 101929967 A (南京钢铁股份有限公司) 2010年 12月 29日 (2010 - 12 - 29) 全文	1-9	A	CN 1651908 A (石家庄钢铁股份有限公司) 2005年 8月 10日 (2005 - 08 - 10) 全文	1-9	A	JP H09166561 A (NEC CORP.) 1997年 6月 24日 (1997 - 06 - 24) 全文	1-9	A	US 4166378 A (VER. FOERDERUNG GIESSEREI IND.) 1979年 9月 4日 (1979 - 09 - 04) 全文	1-9	A	WO 03083462 A1 (PALLUEL, STEPHANE) 2003年 10月 9日 (2003 - 10 - 09) 全文	1-9
类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求																								
A	CN 101776627 A (中南大学) 2010年 7月 14日 (2010 - 07 - 14) 说明书第0006段	1-9																								
A	CN 105044151 A (中南大学) 2015年 11月 11日 (2015 - 11 - 11) 全文	1-9																								
A	CN 101929967 A (南京钢铁股份有限公司) 2010年 12月 29日 (2010 - 12 - 29) 全文	1-9																								
A	CN 1651908 A (石家庄钢铁股份有限公司) 2005年 8月 10日 (2005 - 08 - 10) 全文	1-9																								
A	JP H09166561 A (NEC CORP.) 1997年 6月 24日 (1997 - 06 - 24) 全文	1-9																								
A	US 4166378 A (VER. FOERDERUNG GIESSEREI IND.) 1979年 9月 4日 (1979 - 09 - 04) 全文	1-9																								
A	WO 03083462 A1 (PALLUEL, STEPHANE) 2003年 10月 9日 (2003 - 10 - 09) 全文	1-9																								
☐ 其余文件在C栏的续页中列出。 ☒ 见同族专利附件。																										
* 引用文件的具体类型: “A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件 “E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利 “L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的) “O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件 “P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件 “T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件 “X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性 “Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性 “&” 同族专利的文件																										
国际检索实际完成的日期 2016年 11月 1日		国际检索报告邮寄日期 2016年 11月 17日																								
ISA/CN的名称和邮寄地址 中华人民共和国国家知识产权局 (ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088 传真号 (86-10) 62019451		受权官员 王燕 电话号码 (86-10) 62414399																								

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2016/075988

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	101776627	A	2010年 7月 14日	无			
CN	105044151	A	2015年 11月 11日	无			
CN	101929967	A	2010年 12月 29日	CN	101929967	B	2012年 6月 6日
CN	1651908	A	2005年 8月 10日	CN	100456029	C	2009年 1月 28日
JP	H09166561	A	1997年 6月 24日	无			
US	4166378	A	1979年 9月 4日	DE	2629088	A1	1978年 1月 5日
				GB	1597149	A	1981年 9月 3日
				FR	2410272	A1	1979年 7月 27日
WO	03083462	A1	2003年 10月 9日	AU	2003232300	A1	2003年 10月 13日
				FR	2837925	A1	2003年 10月 3日
				FR	2837925	B1	2005年 1月 7日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2009年7月)