

ISO 标准

ISO14704 单晶陶瓷室温弯曲强度测试方法	3
1. 范围.....	3
2. 参考标准	4
3. 术语与定义	4
4. 原理.....	4
5. 设备.....	4
6. 测试试样	6
7. 试验过程	7
8 计算	9
9 试验报告	9
ISO17565 单片陶瓷在高温下的抗弯强度的测试方法.....	10
1 前言	11
2 参考标准	11
3 名词解释	11
4 原理	11
5 设备	12
6 试样	14
7 试验程序	15
8 计算	17
10 试验报告	18
11 强度换算系数	18
ISO 20509 非氧化物的单一组分陶瓷的抗氧化能力	19
1 范围.....	19
2 标准化的参考书目	19
4 仪器设备	20
5 测试样片	21
6 测试程序	21
7 计算.....	23
8 测试报告	24
附录A 使用信息	24
附录B 测试方式的多种评价	25
ISO14705 室温下单片陶瓷硬度的试验方法	27
1 前言	27
2 参考标准	27
3 名词解释	28
4 维氏强度	28
4.1 原理.....	28

4.2 符号和术语.....	28
4.3 意义和应用.....	29
4.4 试验仪器	29
4.5 试样.....	29
4.6 试验过程	29
4.7 试验报告	30
5 努氏硬度	31
5.1 原理.....	31
5.2 符号和术语.....	31
5.3 意义和应用.....	31
5.4 试验仪器	31
5.5 试样.....	31
5.6 试验过程	32
5.7 试验报告	32
ISO17561 通过声波共振测试单片陶瓷室温弹性模量的方法	34
1.概述	34
2. 参考标准	34
3. 术语和定义.....	34
4 测试方法概要	35
5 试验仪器	35
6 试样	36
7 试验程序	37
8 计算.....	37
9 试验报告	38

ISO14704 单晶陶瓷室温弯曲强度测试方法

国际标准 ISO14704

精细陶瓷(高级陶瓷, 高技术陶瓷) 单晶陶瓷室温弯曲强度测试方法

目录

前言	iv
1、范围	1
2、参考标准	1
3、术语与意义	1
4、原理	3
5、设备	3
6、测试试样	6
7、试验过程	8
8、计算	10
9、检测报告	11
附录 A 信息概要	13
附录 B 测试装置	14
附录 C 陶瓷测试试样的典型断裂模式	18
参考文献	20

前言

ISO (国际组织标准) 是世界范围内的国际标准组织联盟 (ISO 组织成员)。准备国际标准工作通常是通过国际技术委员 ISO 来执行。每一个成员团体感兴趣的学科必须建立一个有在委员会上陈述的权利的技术委员会, 国际组织, 政府机构和非政府机构, 通过 ISO 互相联络起来, 也参与到这项工作中来。ISO 在所有电力标准方面通过国际电工委员会 (IEC) 而密切合作。

国际标准的起草与 ISO/IEC 给定的条款要求相一致, 第 3 部分。

技术委员会主要任务是筹备国际标准。

起草国际标准采用通过技术委员会各成员团体轮流表决而完成。出版发行与国际标准要求参与的社会团体成员至少 75% 的人投票通过。

需要注意的是本标准所相关的一些理论可能涉及到某些学科的专利权。ISO 不负责鉴别任何相关专利权。

国际标准 ISO14704 由 ISO/TC206 精细陶瓷技术委员会编制。

附录 B 组成了国际标准的一部分。附录 A 与附录 C 仅仅是提供的一些信息。

1. 范围

本标准描述了单晶精细陶瓷和晶须或微颗粒增强陶瓷室温弯曲强度的测试方法。弯曲强度是精细单晶陶瓷强度测试手段的一种。这种测试方法被用来做为材料发展、质量控制、描述和设计参数的用途。

2. 参考标准

该标准版本所包含的规定，参考了以下内容制定了此国际标准的条款。对于注明日期的标准，是经过后来的改进、修订过的，然而，依据国际标准的团体被鼓励尽可能地研究应用以下简要说明的标准文件的最新版本。对于未注日期的标准，参考最新的标准应用版本。ISO 与 IEC 是目前有效的国际标准。

ISO7500-11: 1999, 金属材料-静态单轴晶体测试机—第 1 部分: 拉伸/压缩测试机—确认和校准测试力系统。

ISO3611: 1978 外部尺寸用千分尺

3. 术语与定义

以下术语与定义应用在国际标准中

3.1 弯曲强度

方梁在承载条件下最大的断裂强度

3.2 四点弯曲

强度测试的一种结构，样品处于两个支撑轴和对衬的加载轴之间。

参看图示 1: a 和 b

注：支撑轴可以是圆柱辊和圆柱轴

3.3 四点-1/4 点弯曲

四点弯曲强度测试的特殊结构，内轴处于两外轴支撑跨距的 1/4 处。

参看图示 1: a

3.4 四点-1/3 点弯曲

四点弯曲强度测试的特殊结构，内轴处于两外轴支撑跨距的 1/3 处。

参看图示 1: b

1——加载轴

2——支撑轴

注：四点夹具常被首选，因为大部分材料要测试其最大强度（参看附件 A 的更多内容）

4. 原理

一个矩形截面的样品被加载到弯曲直至断裂。载荷、跨距、试样尺寸用来计算单晶陶瓷弯曲强度。材料被设想成为等方性及线性的弹性。

5. 设备

5.1 测试机

测试机要保证均匀的速度，且必须符合 ISO7500-1: 1999，显示的断裂载荷精确度在 1%。

5.2 测试夹具

5.2.1 概要

三点或四点弯曲结构如图 1 所示，我们推荐的结构为四点-1/4 点弯曲。这种夹具不是半接触就是全接触，它取决于试样的条件。如果试样的平行度满足 6.1 的要求，那么可以使用半接触夹具，相反，则使用全接触夹具。全接触夹具也可以被用于机械加工的试样。

注 1: 被加工过的试样正常应当表面是平的且两面平行。当烧结过的, 或热处理或氧化后的试样通常不能满足平行的要求。扭曲的试样在强度计算中会导致严重的错误, 除非使用全接触夹具。这种夹具的目的是确保压轴是统一的, 并且与试样的表面完全接触。

注 2: 全接触夹具的压轴或压辊必须是自由转动的, 以消除摩擦。轴独立接触试样表面。如图 B.1 和 B.2。

注 3: 半接触夹具的压轴或压辊必须是自由转动的, 轴成对接触试样表面。如图 B.1 和 B.2。

5.2.2 轴

试样被轴加载和支撑, 轴可以是圆柱状的辊或圆柱状的轴。该轴可以用硬度不小于 40 (HRC) 强度达到 1400MPa, 或是由硬度不小于 46 (HRC) 强度达到 2000MPa 的钢质制作。另外, 也可以选择用弹性模量在 200GPa -500GPa, 且抗弯强度高于 275MPa 的陶瓷材质制作。轴的长度将大于等于 12mm, 轴的直径将是试样厚度的 1.5 倍, 推荐的轴直径是 4.5mm 或 5mm。轴的表面必须是光滑的, 且轴直径的统一公差是 $\pm 0.015\text{mm}$ 。该轴必须可以自由转动以消除摩擦力。在四点弯曲中, 两内轴可以自由向内转动, 两外轴可以自由向外转动。三点弯曲中, 两外轴可以自由向外转动, 内轴 (中间) 不能转动。

注 1: 摩擦力会导致强度计算错误, 这种转动的设计可以达到目的。这种轴被安放在滚轴或圆柱轴的装配中, 对于在表面可自由转动的此种夹具是可以接受的且是简单的, 如图 2 所示。

注 2: 轴直径是保证测试要求的基础。它不能太大, 这样会导致试样出偏斜, 发生联接点接触部位移动, 而出现瞬间力臂过大; 另一方面, 如果轴过小, 会在试样上产生过大的楔入强度, 也可能产生破坏夹具的连接强度。

注 3: 轴的硬度要求旨在确保试样强度能够达到 1400MPa (200MPa) 以及弹性模量在 200GPa -500GPa 的条件时可以测量, 且没有破坏此套夹具。高强度或高硬度的陶瓷试样则要求更硬的轴。举例说明, 如果轴的弹性模量在 500GPa 以上, 那么建议加长轴的长度和支撑夹具的宽度超过 12mm, 以分配更长轴的应力。

5.2.3 四点夹具: 半接触

图 B.1 a) 显示了此种夹具中轴的方式, 所有四个轴可以自由转动, 两个内轴彼此平行, 长度公差 $\pm 0.015\text{mm}$ ($\geq 12\text{mm}$ 符合 5.2.2 要求)。两个外轴彼此平行, 长度公差 $\pm 0.015\text{mm}$ 。两内轴相对于两外轴将被独立地被支撑, 四个轴保持一致地静止, 并均匀地穿过试样表面。这种设计的夹具被应用在四个轴具有相等的载荷。

5.2.4 四点夹具: 全接触

图 B.1b) 显示了此种夹具中轴的方式, 所有四个轴可以自由转动, 其中一个轴不需要接触, 其它三个轴将与试样表面完全接触。四个轴保持一致地静止, 并均匀地穿过试样表面。这种设计的夹具被应用在四个轴具有相等的载荷。

5.2.5 三点夹具: 半接触

图 B.2a) 显示了此种夹具中轴的方式, 两个外支撑轴自由向外转动, 中间轴被固定不能够转动。两个外轴彼此平行, 长度公差 $\pm 0.015\text{mm}$ ($\geq 12\text{mm}$ 符合 5.2.2 要求)。两个外轴一起完全接触试样的表面, 且中间轴直接接触试样的表面。四个轴保持一致地静止, 并均匀地穿过试样表面。这种设计的夹具被应用在两个外轴具有相等的载荷。

5.2.6 三点夹具: 全接触

图 B.2b 和 c) 显示了此种夹具中轴的方式, 两个外支撑轴自由向外转动, 中间轴不能够转动。两轴的任一个能够独立地完全接触试样表面, 这种设计的夹具被应用在两个外轴具有相等的载荷。

5.2.7 轴的配置

两轴之间跨距的精确度在 $\pm 0.1\text{mm}$, 对于三点抗弯的中间轴与两外轴的距离精确度在 $\pm 0.1\text{mm}$ 。而对于四点抗弯的两内轴与两外轴的距离精确度在 $\pm 0.1\text{mm}$ 。

注: 在开始测试时, 可以使用紧固的轴, 也可以通过适当的停止来控制轴。使用千分尺或其它合适的装置可以保证跨距精确在 0.1mm, 这个跨距可以在轴停止时, 通过测量距离来测定, 加上圆柱轴的半径 (外轴跨距) 减去圆柱轴的半径 (内轴跨距)

5.2.8 夹具材料

这套支撑轴的夹具必须十分牢固，因为它要保证永久不变形。

注：线接触加载会导致夹具变形，这就必须依靠对夹具硬度的设计，如果轴宽至少 12mm，夹具宽 12mm 甚至更大些，那么夹具必须用硬度为 HRC=25 的钢材质才能够满足。

5.3 千分尺

千分尺的规定符合 ISO3611 的要求，它的精度在 0.002mm，用来测定试样的直径。千分尺必须是平的砧表面符合 ISO3611 的要求，它不能是球状或尖状，因为会破坏试样。选择测量直径的装置需保证精度为 0.002mm 或是更精确的。

6. 测试试样

6.1 试样尺寸

6.1.1 机械加工试样

试样的直径如图 3 所示，截面公差为 $\pm 0.2\text{mm}$ ，正反面平行度的公差为 0.015mm。

6.1.2 烧结或热处理试样

试样尺寸如果不满足 6.1.1 条款及图 3 所示规定要求时，可以改变，但必须在报告中注明。

单位：mm

边部倒角 $0.12 \pm 0.03\text{mm} * 45^\circ \pm 5^\circ$

B: 3 ± 0.2

圆度 $0.15 \pm 0.05\text{mm}$

A 与 B: 垂直度 0.015mm

A: 4 ± 0.2

A 面: 平行度 0.015mm

B 面: 平行度 0.05mm

如果夹具是 30mm，试条长度 $\geq 35\text{mm}$ ；如果夹具是 40mm，试条长度 $\geq 45\text{mm}$ ；

图 3 标准测试试样

6.2 试样制备

6.2.1 概要

国际标准中对于试样的制备方法允许有多个选择。在一般情况下，试样的底面不需要特殊处理或抛光。在 4mm 宽的两个长边将被倒角或圆滑处理，如图 3 所示。我们推荐四个长边都要进行倒角或圆滑处理。尽管试样表面抛光不是国际标准规定的部分，但我们极力推荐测量和注明表面粗糙度。

注：测试试样的表面制备易产生加工缺陷，（尤其是在试样表面下部有微裂纹），它将对抗弯强度产生影响。加工破坏既是任意的干扰因素，也是测量弯曲强度特性的固有部分。表面制备也会造成残余应力。最终的加工步骤（包括抛光）可能消除或不消除前面介绍的粗加工步骤的加工破坏。

6.2.2 烧结试样

通过烧结或其它方式制作的弯曲试样不需要加工处理，在这样的条件下，它的目的是测量试样烧结表面的弯曲强度，推荐在烧结以前对其进行斜边的倒角或圆角处理。

注 1：烧结试样尤其是倾斜成扭曲或变形的试样，它们不可能满足如 6.1.1 所示的平面度要求，采用全接触的测试装置。

注 2：烧结部分的一个表面可以被加工以消除扭曲或变形的影响，加工过的表面在测试中将被放置在内辊的表面（试样的被压面）。

6.2.3 普通的加工过程

普通的加工过程已经发展，并完全符合一类材料的要求。（例如：它可以最小限度的产生没有不必要的表面破坏及残余应力），那么这种普通的加工过程就被使用。本报告将包括此过程的细节，尤

其是砂轮的粒度，砂轮的粘结剂（树脂、金属、玻璃质或其它等），以及材料每次的磨削量。试样的长边应按图 3 所示进行圆角或倒角处理。

6.2.4 配合组分过程

对于给定组分的试样需要同样的表面处理。本报告将包括此过程的细节，尤其是砂轮的粘结剂（树脂、金属、玻璃质或其它等），以及材料每次的磨削量。试样的长边应按图 3 所示进行圆角或倒角处理。

6.2.5 基本的加工过程

如果没有应用 6.2.2 及 6.2.4 的过程，那么可以使用以下的过程。

注：下面规定的程序是个一般性、保守操作的原则。他尽量将机械加工对陶瓷试样造成的大范围的残余应力或损害减少到最低程度。对某些材料而言，可能适合快的或更加重的移动速度。另一方面，一些非常脆的陶瓷材料可能需要更多的保护性处理。

6.2.5.1 试样在长度方面的圆角处理如图 4 所示。

6.2.5.2 所有的磨削必须提供充足的过滤的研磨剂，目的是使加工件与磨轮被注满并冲刷。磨削过程至少有两个阶段：从粗磨到细磨的材料磨削率。

6.2.5.3 粗磨使用金钢石磨轮来完成，圆角在 0.03mm 以内，研磨砂的尺寸在 120 目(直径 126)，磨削的深度每次不超过 0.03mm。另一方面，粗磨步骤中必须使用低速磨削。

6.2.5.4 最后的加工使用的金钢石磨轮磨料的粒度在 320 目和 800 目（如直径是 46 或更细），磨削深度每次不超过 0.002mm。最后的结果是材料每个面的磨削不少于 0.06mm，两个相对面的磨削深度应该大致相等。

6.2.5.5 长边要统一倒角 45 度，尺寸在 $0.12 \pm 0.03\text{mm}$ ，如图 3 所示。另外，半径的倒角在 $0.15 \pm 0.05\text{mm}$ 。长边的倒角或圆角要在细磨的过程中，在试样的表面来对比完成。加工的方向必须平行于试样的长轴方向。

6.2.5.6 最终的试样尺寸符合 6.1.1 和图 3 所示的要求。

6.2.6 试样的处理

试样将被小心的处理，为了避免试样制备后导致的破坏。试样将被分开储藏，以避免彼此碰撞及划伤。

注：如果因为某些原因，比如说有很大的碎片掉了，倒角的尺寸大于规定的尺寸，那就有必要根据试样横截面的面积的减少来修正压力。可以参看参考书目（1）来作这个修正。

6.2.7 试样的数量

评价弯曲强度需要至少 10 个试条，如果要统计强度做分析（如韦伯分析），则需要制作至少 30 个试条。

注：30 个试条可以帮助获得强度分散参数如韦伯模量。使用 30 个试条也可以帮助检测存在的缺陷。

7. 试验过程

7.1 测量试样的宽度（b）和厚度（d），其精确度在 0.002mm，试样的尺寸既可以在实验前也可以在实验后进行测量。如果在测试前进行测量，或是如果发现有过度的开裂，那么测量试样的尺寸要尽可能取其中点（沿着试样的长度）。相反，如果试样的在测试后进行测量，则量取接近断裂的部位。在使用千分尺时要注意不能引起试样的表面破坏。

7.2 测试试样要选择适当的夹具，三点或四点结构。我们首选四点抗弯。如果试样不能满足平行度的要求则使用全接触式夹具。

7.3 确认是否清洁了试验夹具上的以前试验留下的碎渣，轴承没有任何毛刺或者深的擦痕。确认轴承能自由转动和连接。

7.4 将每个试样放在试验夹具上，4mm 宽的面接触轴承。如果试样只有两个边倒角了，放试样的

时候将两个倒角的边放在下面，就是接触外面支撑跨距的面。避免损害试样。小心放置试样。确认试样和夹具在对应于加载轴的正中的位置，试样悬在两个外面轴承的部分要大致相等。小心对中试样，保证在荷载应用轴（从前面到后面）下面的荷载应用的轴的偏移量 ϵ 小于 **0.1mm**，如图 5 所示。强烈推荐使用定位块来定位试样。

注：对完全连接这就特别重要，因为会导致试样在连接过程中移动。设计夹具时不允许过多的移动。

7.5 施加一个不超过期望平均破坏压力 **10%** 的微小荷载在试样上。可能的话，检查所有轴承和试样的接触线，确认加载时平均的线荷载。如果荷载不平均，取消加载试样，调整夹具以达到规定的平均荷载。检查轴承是否在正确的开始位置。

7.6 轻轻的在试样上做好标识，以分辨出两个里面加载轴承的位置（四点弯曲）或者中间轴承的位置（三点弯曲）。同时做好标识以分辨出试样的受压力面和受张力面。用毛笔或铅笔小心的做记号是合适的。

7.7 为了防止试样在破坏以后撞击夹具而损坏从而产生试样碎片，可以在试样周围或附近放上棉布、薄布、泡沫或其他材料。他们给试样或夹具加压，或限制夹具的连接或轴承的自由转动。

注：这可以防止不必要的次要的破裂，而且有助于保证后面进行的对试样断面的显微分析。

7.8 安全起见，在试验夹具周围围上一圈防护屏，以收集破裂的碎片。

7.9 试验仪器的加载速率在 **0.5mm/min**，以保证破裂的时间在 **3s** 到 **30s** 之间。

注：这个速率大概以 $1.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 的速率对试样加载。

7.10 **7.9** 规定的加载速度会将试样破坏的时间控制在 **3s** 到 **30s** 之间。这是假定试验夹具是刚硬的，试验仪器加载十字头的大部分移动传给了试样的前提下。如果试样的破坏时间超出了这个范围，调整速率的快慢以保证试样破裂的时间在 **3s** 到 **30s** 之间。

7.11 在测量弯曲强度时依靠时间现象的效果，比如肋强腐蚀或缓慢强度增长，对某些敏感的材料时很重要的，对试验中的相关的短时间也不例外。为了消除或最小化周围的敏感，将夹具放在一个封闭的箱子或者比如一个透明聚合物的袋子里面，在试验前用气体罐里面的干燥的氮气冲洗夹具。在同样的干燥的氮气中进行试验。或者，将试样的受张力面涂上石蜡油，最合适的是在大约 **170℃** 加热 **1** 到 **2** 小时的石蜡油，在实验室环境条件下测试试样。然而，石蜡油可能会影响后面的断面的显微分析。

7.12 按照规定的速率对试样加载，记录最大破坏荷载，测量最大破坏荷载值时精度为 $\pm 1\%$ 或更好。

7.13 找到破裂的碎片以备于以后的测量

注：只需要保留一些试样。不能包含破裂面的微小的碎片没用。根据经验通常不难判断那些碎片是重要的且值得保留。更多的指导参见附录 C。推荐在试样破坏后用夹子夹试样，或者操作者戴手套避免接触试样以备可能的断面显微分析。

7.14 在一组试验过程中，如果破坏点在四点弯曲里面的跨距，观察破坏的大概位置。试样偶尔也会在里面跨距的外面或里面轴承处破坏。数据计算时要考虑试样的这些破坏方式。附录 C 有更多的关于弯曲试样的破坏方式的解释的指导。

注 1：在破坏断面尺寸和位置中这是一个普通的分散结果。例如的韦伯模量的高强度分散的材料在试验时会较多地出现在里面跨距外破坏的现象

如果很多试样在里面跨距的外面破坏，或者四点弯曲里很多试样在里面轴承处破坏，可能是夹具未校准。在问题解决之前停止试验。

注 2：高强度陶瓷常常会有很多种破坏方式。很多时候，在里面轴承处会发生次要破坏。这很正常，强度结果可能也很令人满意。附录 C 中有更多的关于这方面的解释和指导。

7.15 测量并记录试验时实验室的相对湿度和室温。

8 计算

8.1 四点弯曲的弯曲强度的公式

$$\sigma_f = \frac{3Fa}{bd^2}$$

σ_f : 弯曲强度, MPa F: 破坏荷载, N a: 夹具间距, 10mm
b: 试样宽度, mm d: 试样厚度, mm

8.2 三点弯曲的弯曲强度的标准公式

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bd^2}$$

σ_f : 弯曲强度, MPa F: 破坏荷载, N L: 跨距, mm
b: 试样宽度, mm d: 试样厚度, mm

8.3 平均强度和标准偏差

平均强度
$$\bar{\sigma}_f = \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{f,i}}{n}$$

标准偏差
$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\sigma_{f,i} - \bar{\sigma}_f)^2}{n-1}}$$

$\sigma_{f,i}$: 表示第 i 个试样强度 n: 试样总数量

9 试验报告

试验报告要包含如下信息:

- a) 试验装置, 三点或四点弯曲, 夹具尺寸, 夹具时半连接还是完全连接, 轴承是否能自由转动
- b) 试样数量
- c) 可能的话, 注明材料的所有相关数据, 包括材料的制造日期、块或组分的数量等
- d) 试样制备过程, 包含所有加工制备的细节
- e) 有的话, 热处理或热暴露
- f) 弯曲试验环境, 包含湿度温度
- g) 加载速率 (mm/m), 大概的试样破坏的时间 (s)
- h) 每个试样强度值修正到三位有效数字, 如 537MPa
- i) 平均强度, 标准方差
- j) 本试验方法描述的一些程序误差, 产生误差的原因
- k) 实验室名称, 试验日期, 试验者名字, 试验仪器名字型号等

ISO17565 单片陶瓷在高温下的抗弯强度的测试方法

国际标准 ISO17565

精细陶瓷（先进陶瓷，先进技术陶瓷）单片陶瓷在高温下的抗弯强度的测试方法

目录

1 前言	1
2 参考标准	1
3 名词解释	1
4 原理	3
5 设备	3
6 试样	9
7 试验程序	10
8 计算	13
9 准确性和精度	15
10 试验报告	15
11 强度换算系数	16
附录 A(资料性附录) 一般信息	17
附录 B(标准附录) 斜面修正系数	18
附录 C(标准附录) 热膨胀的修正	21
附录 D(资料性附录) 韦氏换算系数	23
附录 E(资料性附录) VAMAS 循环	25
参考资料	26

前言

ISO（国际标准化组织）是世界范围的国家标准团体联盟（ISO 成员联盟）。准备国际标准工作通常是通过国际技术委员 ISO 来执行。每一个成员团体感兴趣的学科必须建立一个有在委员会上陈述的权利的技术委员会，国际组织，政府机构和非政府机构，通过 ISO 互相联络起来，也参与到这项工作中来。ISO 在所有电力标准方面通过国际电工委员会（IEC）而密切合作。

国际标准的起草与 ISO/IEC 给定的条款要求相一致，第 2 部分。

技术委员会主要任务是筹备国际标准。

起草国际标准采用通过技术委员会各成员团体轮流表决而完成。出版发行与国际标准要求参与的社会团体成员至少 75% 的人投票通过。

需要注意的是本标准中的某些部分可能涉及到相关的专利权。ISO 不负责鉴别全部或部分的相关专利权。

ISO17565 由技术委员会 ISO/TC206 精细陶瓷编制。

1 前言

本国际标准描述了测量单片精细陶瓷和在高温下烧成的纤维加强或颗粒加强陶瓷的弯曲强度的测试方法。弯曲强度是精细陶瓷的单轴强度的一个表示方法。本试验方法可用于材料开发，质量控制，描述和设计数据等用途。

2 参考标准

对于应用这份文献来说，下列参考文献是不可缺少的。注明日期的参考，仅仅在出版申请前有效。对于没有注明日期的参考文献，最近的参考文献的描述（包括任何修改和修订）均适用。

ISO3611: 1978，外部测量用的千分尺

ISO7500-1:，金属材料—静态单轴晶体测试设备的确认—第 1 部分：拉伸/压缩测试设备—确认和校准测试力系统

ISO14704: 2000，精细陶瓷（先进陶瓷，高技术陶瓷）-单组分陶瓷室温弯曲强度实验方法

IEC 60584-1: 1995，热电偶—第 1 部分：参考表

3 名词解释

这份文献的目的，遵循提供的术语和定义

3.1 弯曲强度

规定的弹性梁在弯曲负荷作用下，通常断裂时的最大压力

3.2 四点弯曲

当试样被对称分布在两个支撑轴承之间的两个轴承平均地加载的弯曲强度测试的结构 见图 1

注：轴承可以是圆柱形托辊或圆柱形轴承

3.3 四点弯曲-1/4 点弯曲

四点弯曲强度的测试的特殊结构，当里面的轴承放置在外面的两个轴承之间的支撑跨距的 1/4 处时 见图 1 a)

3.4 四点弯曲-1/3 点弯曲

四点弯曲强度的测试的特殊结构，当里面的轴承放置在外面的两个轴承之间的支撑跨距的 1/3 处时 见图 1 b)

3.5 三点弯曲

弯曲强度测试的结构，当试样在外面的两个轴承的中间位置加载时 见图 1 c)

注：四点弯曲通常优先用于使用最大的应力来测试大量材料时。参见参考书目可获得更多信息

4 原理

一个矩形横截面的柱状的试样被弯曲荷载加载直至破坏。破坏荷载，试验夹具和试样尺寸被用来计算弯曲强度，陶瓷的单轴抗张强度的一个表示方法。假定材料是各向同性的和线性弹性的。试验在空气气氛或惰性气氛及高温下进行。通过监控荷载所对应的位移或时间，来确认柱状试样是否在弹性状态下破坏。本国际标准是 ISO14704 的高温改进版本。附录 A 中有关于这个测试方法的更多信息。

5 设备

5.1 试验仪器

必须使用可提供一致横梁速度的合适的试验仪器。试验仪器必须与 ISO7500-1:—第一节的要求一致,破坏荷载有 1%的精度

5.2 加热装置

5.2.1 概述

在强度测试的过程中,炉子必须能够加热试验夹具和试样并维持一致的、连续的温度。炉子可以是空气气氛,惰性气体气氛或真空气氛,随需要而定。如果使用惰性气体或真空室,需要通过密封圈,真空管,或一个类似装置来传输荷载,必须确认荷载损失或错误小于期望破坏荷载的 1%。炉子在设计的时候要考虑试样能够在炉子冷或热的时候放进。

5.2.2 试样温度的稳定性

炉子必须有能够维持炉子工作区域的温度稳定并且变化幅度在 2℃以内或更佳的控制装置,当试样被加载直至破坏时

5.2.3 试样温度的均匀性

炉子应能够维持试样温度的均匀。炉子能够提前检测在要求的试验温度下保温 15 分钟后,试样的温度变化在其整个长度范围内不超过 10℃。

5.2.4 炉子加热速度

炉子的控制装置应该能够控制炉子的加热速度,防止温度过高

5.2.5 炉子的稳定性

能够测量在试验温度下系统达到热平衡的时间,以用于控制试验温度

5.3 温度测量和指示装置

5.3.1 概述

热电偶温度测量装置至少要有 1℃的分辨率和 5℃的精度,或者更准。如果使用光学高温计,至少要有 5℃的分辨率和 5℃的精度,或者更准

注 1:别将分辨率与精度想混淆。注意有的装置分辨率是 1℃(可以直接读出),但精度却仅为 10℃。比如,1%精度的装置在 1200℃时的精度为 $\pm 12^\circ\text{C}$

注 2:热电偶温度测量装置通常接近电测温度强度(EMF)表格,但有微小的错误

5.3.2 热电偶

使用符合 IEC60584-1 的热电偶。热电偶应能够显示低的热惯性,金属丝的直径不大于 0.5mm。热电偶在炉子内的长度要足够长,关系到沿着金属丝的热的传导。测量的热电偶尖端要尽量接近或接触试样

注 1:某些炉子,会在炉子里面方便炉子控制的位置安装一个控制热电偶,安装第二个测量用的热电偶并尽量接近试样

注 2:如果可能会导致试样位置偏移的话,热电偶就不要接触试样

注 3:如果会与试样起化学反应,则热电偶也不要接触试样

5.3.3 热电偶温度测量系统的校验

由于使用或污染会使热电偶失准,所以要定期检验热电偶

5.3.4 辐射高温计

辐射高温计(测温计)会用于合适的热电偶不起作用的地方,特别是 1600℃以上的高温。高温计可以是隐丝式光测高温计或自动型号的。高温计可以通过一个窄波长段来工作的光谱,可以通过两个窄波长段来工作的双波长,或者是全部波长的结合或平均。辐射高温计需要小心使用以获得准确和精确的结果。确认获得黑体状态,或校准试样在他环境中的实际的发射率的温度。高温计要直角扫描试样四个面中的一个面。高温计的目标尺寸(扫描区域)直径小于 3mm。如果炉子有一个窗口,有必要修正辐射的吸收或者反射系数。窗口必须足够大,以利于从窗口发射的热

辐射完全填充辐射高温计的物镜，但窗口也不要太大以至导致明显的热损失或炉内的热梯度

注：更多信息见 ASTM 标准试验方法 E452, E639, E1256, 和 BS1041, 第五节

5.4 试验夹具

5.4.1 概况

三点或四点弯曲装置按照图 1、图 2 的方法使用。推荐四点-1/4 点装置。根据试样的情况，夹具可以是半连接或完全连接的，按照 ISO14704 所规定的。如果试样满足 6.1.1 和图 3 的平行要求，可以使用半连接或完全连接的夹具中的任一种。如果试样不满足上述条件，则必须使用完全连接的夹具

注 1：机械加工的试样同常表面较平且平行，半连接的夹具已完全足够。另一方面，热处理或氧化后的试样通常不满足平行要求。除非使用完全连接的夹具，试样弯曲会导致在强度计算中的些微错误。连接的目的是确保轴承始终如一地接触试样表面

注 2：一个完全连接的夹具有可以自由消除摩擦的轴承与辊子。轴承连接是独立地配合试样表面

注 3：一个半连接的夹具有可以自由消除摩擦的轴承与辊子。轴承连接是成对地配合试样表面可以认识到的是实际应用的局限会限制试验夹具的设计，而且氧化效果也会限制它的功能。既然如此，可以使用多种选择，但试验报告中要注明上面强调的夹具的偏移

5.4.2 轴承

通过轴承来支撑和加载试样。轴承是圆柱状的辊子。轴承的长度不小于 12mm。

轴承的直径大约是试样厚度 h 的 1.5 倍，推荐直径在 4.5~5mm 之间。轴承表面应该光滑且直径公差在 $\pm 0.015\text{mm}$ 。除了三点弯曲（见图 2）中的中间的那个轴承外，所有轴承应该能自由转动以消除摩擦。对四点弯曲而言，里面的两个轴承能向内自由转动，外面的两个轴承能向外自由转动。对三点弯曲而言，外面的两个轴承能向外自由转动，而里面的（中间的）轴承则不能转动

注 1：摩擦会使压力计算产生错误。通常将圆柱状的轴承放在光滑的平面上来完成夹具在高温下的自由转动。如图 2 所示，轴承在平面上能自由转动

注 2：在基础要求中规定了对轴承直径的要求。直径不能太大，以免有效距离（图 1 中的“ a ”）产生额外的变化，与试样接触点的偏移也会产生错误。另一方面，尺寸也不能太小以至对试样产生额外的挤压或接触压力

5.4.3 四点夹具-半连接

所有的四个轴承都应能自由转动。里面的两个轴承应该互相平行，在他们的长度范围内误差在 0.015mm 以内且按照 5.4.2 所规定的长度大于等于 12mm。外面的两个轴承应该互相平行，在他们的长度范围内误差在 0.015mm 以内。里面的两个轴承要与外面的两个独立地支撑。所有的四个轴承要平均地、一直和试样表面接触。设计夹具时要求能给四个轴承提供相等的荷载。

注：通过控制试验夹具尺寸可以达到平行要求

5.4.4 四点夹具-完全连接

所有的四个轴承都应能自由转动。三个轴承独立连接试样表面。第四个轴承不需要连接。所有的四个轴承要平均地、一直和试样表面接触。夹具要能给四个轴承提供相等的荷载

5.4.5 三点夹具-半连接

外面的两个支撑轴承要能向外自由转动。中间的轴承必须安装在正中间且不能转动。外面的两个轴承应该互相平行，在他们的长度范围内误差在 0.015mm 以内且按照 5.4.2 所规定的长度大于等于 12mm。外面的两个轴承要一起连接试样表面，或中间的轴承要连接试样表面。所有的三个轴承要平均地、一直和试样表面接触。设计夹具时要求能给两个外面的轴承提供相等的荷载

注：通过控制试验夹具尺寸可以达到平行要求

5.4.6 三点夹具-完全连接

外面的两个支撑轴承要能向外自由转动。中间的轴承不能转动。轴称要能够独立连接试样表面。所有的三个轴承要平均地、一直和试样表面接触。设计夹具时要求能给两个外面的轴承提供相等的荷载

5.4.7 轴承的配置

为了使跨距尺寸公差控制在 $\pm 0.10\text{mm}$ 内，必须合理地配置轴承。三点夹具中的中间的轴承要安置在外面的轴承的中间，误差不超过 $\pm 1\text{mm}$ 。四点弯曲中的中间的轴承应该放在外面轴承的中间，误差不超过 $\pm 0.10\text{mm}$

注 1: 通过使用另外的轴承或者当轴承在试验开始时加载的时候通过适当的停止，可以固定轴承的位置。使用可移动的显微镜或其他合适的仪器可以测量跨距，精确到 0.1mm 。通过测量轴承停止和轴承圆柱体的半径的增加（外面跨距）或减少（里面跨距）的距离也可以确认跨距。

注 2: 一些夹具的轴承可以以微小的空隙来配合正方形槽。当然，空隙必须足够小以保证不确定的跨距在本国际标准规定的范围内。遗憾的是，因为轴承不能配合里面或外面的连接处，通常不可能确认。这样就可能会发生一些轴承自由转动而其它不转的现象。这会导致额外的、不可预知的、随意的摩擦错误。使用这些带槽的夹具时要注意

5.4.8 夹具材料

夹具材料在试验条件下使用时要尽可能惰性的。如果试验在空气中进行，夹具要抗氧化。夹具与试样之间的化学反应可以忽略不计，不能污染试样。在使用温度变化范围内和加载时，夹具要保持弹性。轴承可以由弹性模量在 200 到 500GPa 和高温弯曲强度大于 275GPa 的陶瓷做成

注 1: 轴承要经常清理。清理夹具上的杂质、氧化物或化学反应产物时，可以使用金刚砂纸

注 2: 最好使用不同级别的金刚砂纸或刚玉砂纸。含少量杂质的热压或烧结碳化硅在温度大于 1500°C 时仍然时弹性的。反应烧结碳化硅和高纯度氧化铝要便宜些，但在 1200°C 以上的温度时会有缓慢的变形。重结晶碳化硅在最高 2000°C 时仍保持弹性，但由于多孔而相对比较脆弱。石墨非常难熔，但只能在惰性气体中使用、比较软、弹性模量低。石墨可以在夹具的一部分或者负载撞击时适用，但不能用在如负载轴承之类的集中荷载的地方

注 3: 有些时候可能需要使用与试验夹具不同材料的轴承，比如烧结碳化硅轴承与热压碳化硅夹具搭配使用。烧结碳化硅比较脆弱，强度中等，但杂质少、抗氧化性优。热压碳化硅强度大但易氧化且可能与试样反应

5.4.9 夹具的适用性

推荐加载系统要适合试验加载的范围和使用温度的特点。将一个特大尺寸的陶瓷块插入夹具中，在试验温度下加载预计的最大的破坏荷载。加载系统和夹具必须足够有效，能保证至少 70% 的十字头动作能传送到陶瓷试样

5.5 千分尺

分辨率为 0.002mm 的类似 ISO3611 中所说的千分尺将用来测量试样尺寸。千分尺要有平砧。千分尺不要有球状的端部或尖锐的端部以防可能会划伤试样。也可以选择其他的尺寸测量仪器，但他们的分辨率必须为 0.002mm 或更高

6 试样

6.1 试样尺寸

6.1.1 机械加工的试样

按照 ISO14704 的要求准备试样。试样尺寸要求如图 3 所示。横截面的公差为 $\pm 0.5\text{mm}$ 。在对应的纵向面上的平行公差为 $\pm 0.015\text{mm}$

6.1.2 烧成或热处理的试样

试样尺寸可以改变以符合要求。试样尺寸如图 3 所示，除了横截面尺寸在规定尺寸的 $\pm 0.5\text{mm}$ 以内。四点加载中试样的初始弯曲要足够小，样品的弯曲小于 0.4mm ，如图 3 c) 所示。30mm 的外跨距的三点测试中的弯曲要小于 0.8mm ，或者 40mm 的外跨距的三点测试中的弯曲要小于 1.3mm 。另外，接触轴承的 4mm 宽的平面的平面度在 0.15mm 或者更小。如果与 6.1.1 的规定和图 3 的要求不一样，在试验报告中要注明。如果试样扭曲，要特别注明沿着试样长度方向的试样弯曲角度的估计值

注 1: 特别弯曲或弓形的试样会导致试验夹具的连接出现一定的相伴随的准确度和精确度下降。与试样初始的弯曲相对应的固有误差是很小的, 通常远远小于 1%。表面反应层或者不规则也会导致一定的在试验夹具上的力量散失

注 2: 将试样一端放在平面上, 从另一端观察试样, 可以估计试样的弯曲程度。如果试样弯曲, 一边会高出试样的某个平面。插入不同厚度尺寸的垫片, 可以估计高出的试样端与平面之间孔隙的距离。试样弯曲度是 $\sin^{-1}(\text{孔隙的距离}/4)$ 。见图 3 b)

注 3: 一些完全连接的夹具可能会不能很好的适应弯曲的试样。如果有这种现象用户应该注意, 避免试样产生过多的弯曲

6.2 试样制备

6.2.1 概述

本国际标准允许多种制备试样的方法。可能的话, 试样的端面不需要特别的处理或者完成。在任一个 4mm 宽的面的两个长边, 要按照图 3 要求的来倒角。重点推荐试样的四边都倒角。虽然本国际标准不规定一个面的完成规格, 但重点推荐测量表面粗糙度且在报告中注明。试样可以有以下几种制备方法:

- a) 直接烧成
- b) 通过普通的加工程序加工
- c) 通过部分配合程序加工
- d) 按照 ISO14704: 2000 6.2.5 节中规定的基本程序加工

关于这四种方法的更多信息参见 ISO14704

注: 试样表面的加工会产生加工缺陷, 特别是试样表面下面的微裂纹, 从而对弯曲强度产生明显的影响。加工产生的危害也可能是不规则的干扰因素, 或者测量强度特性时一个固定的部分。表面加工也会产生残余应力。最后的加工步骤, 包括磨平, 可能消除或不消除前面粗加工时产生的加工损害

6.2.2 倒角

试样的长边要统一地倒角 45 度, 尺寸在 $0.12\text{mm} \pm 0.03\text{mm}$, 如图 3 所示。也可以倒成圆弧, 半径在 $0.15\text{mm} \pm 0.05\text{mm}$ 。倒角在试样表面最后的精加工的时候完成。加工的方向要平行于试样的长轴方向。本国际标准所允许的最大倒角尺寸会对弯曲强度产生 1% 的误差。如果因为某些原因, 比如说大块的碎片裂掉, 倒角的尺寸大于规定的尺寸范围, 压力要按照附录 B 的方法对试样横截面的减少的第二部分的惯量进行修正。直接烧成的试样可以在烧结前倒角

6.2.3 试样的保存

试样要小心保存, 避免试样制作完成后任何的伤害。试样要单独存放, 避免彼此磕碰、划伤

6.2.4 试样的数量

评价平均弯曲强度时至少要有 10 个试样。如果做比如韦伯分析这样的统计强度分析, 至少要 30 个试样

注: 30 个试样的数量会获得良好的强度分散系数 (比如韦伯模量)。30 个试样的数量也容易检测到可能存在的很多的缺陷

7 试验程序

7.1 测量试样的宽度 b , 高度 h , 精确到 0.002mm 。可以在试验前或试验结束后测量试样尺寸。如果在试验前测量试样的尺寸, 或者有过多的破裂, 尽可能沿着试样长度方向测量试样中间的尺寸。否则, 在试验结束后测量试样断裂处的尺寸。如果在试验前测量, 小心操作以避免千分尺损伤试样表面

7.2 在三点或四点装置中使用适合的夹具。推荐四点装置。如果试样不能达到平行的要求, 必须使用完全连接的夹具

7.3 确认是否清洁了试验夹具上的以前试验留下的碎渣，是否清洁轴承上的氧化物或表面化学反应物质。确认轴承能自由转动和连接

7.4 将每个试样放在试验夹具上，4mm 宽的面接触轴承。如果试样只有两个边倒角了，放试样时将两个倒角的边放在下面，就是接触外面支撑跨距的面。避免损害试样。小心放置试样。确认试样和夹具在对应于加载轴的正中的位置，试验夹具辊子在他们的正确的启动状态。试样悬在两个外面轴承的部分要大致相等。小心对中试样，保证在荷载应用轴（从前面到后面）下面的荷载应用的轴的偏移量 ϵ 小于 0.1mm，如图 4 所示

注 1：强烈推荐使用定位块来定位试样。对完全连接这就特别重要，因为会导致试样在连接过程中移动。设计夹具时不允许过多的移动

注 2：如果设计的炉子不允许方便地通过试验夹具调准试样，就应该使用调准夹具。也可以在炉子外面调准试样。最基本的是要小心操作以保证在试验过程中试样不移动。如果可能移动，使用诸如聚苯乙烯结合剂这样的临时的粘合剂，来固定试样和辊子的位置。粘合剂在炉子里烧掉，保证所有东西位置正确

7.5 当加热到 200℃~300℃时，施加一个不超过期望平均破坏压力 10% 的微小荷载在试样上。可能的话，检查所有轴承和试样的接触线，确认加载时平均的线荷载。如果荷载不均匀，取消加载试样，调整夹具以达到规定的平均荷载。检查轴承是否在正确的开始位置

注：如室温弯曲强度标准 ISO14704 中规定的，不要标记试样荷载点，标记物质可能会污染试样或炉子

7.6 为了防止试样在破坏以后撞击夹具而损坏从而产生试样碎片，可以在试样下面垫上一片软的陶瓷垫片。绝缘毡或陶瓷薄片都可以，但在试验温度下他们不能与试样或夹具发生化学反应。陶瓷垫片不能影响试样的定位，给试样或夹具加压，或限制夹具的连接或轴承的自由转动

注：陶瓷垫片可以防止不必要的次要的破裂，有助于对主要破坏碎片的以后的断面显微分析

7.7 试样要加热到试验温度。注意确认炉子的热膨胀不能对试样产生超过期望平均破坏压力的 10% 的预荷载

7.8 当达到试验温度后，还要保温一段时间以保证试样温度的稳定性。在试验报告中注明保温时间。试验过程中由热电偶或其他测量设备测量的温度变化范围不超过 $\pm 2^\circ\text{C}$

7.9 试验仪器加压的速率为 0.5mm/min，以保证破裂的时间在 3s 到 30s 之间。如果估计试样的破坏时间超出了这个范围，调整速率的快慢以保证试样破裂的时间在 3s 到 30s 之间

注 1：这个速率大概以 $1.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 的速率对试样加载

注 2：在测量弯曲强度时依靠时间现象的效果，比如胁强腐蚀或缓慢强度增长，对某些敏感的材料时很重要的，对试验中的相关的短时间也不例外

7.10 按照规定的速率对试样加载，记录最大破坏荷载，测量最大破坏荷载值时精度为 $\pm 1\%$ 或更好

7.11 在一个或一组试验结束后，找到破裂的碎片以备于以后的测量

注：只需要保留一些试样。不能包含破裂面的微小的碎片没用。根据经验通常不难判断那些碎片是重要的且值得保留。更多的指导参见 ISO14704: 2000 附录 C。推荐在试样破坏后用夹子夹试样，或者操作者戴手套避免接触试样以备可能的断面显微分析

7.12 在一组试验过程中，如果破坏点在四点弯曲里面的跨距，观察破坏的大概位置。轴承接触试样的位置通常在试样表面可以看到。试样偶尔也会在里面跨距的外面或里面轴承处破坏。数据计算时要考虑试样的这些破坏方式

注 1：在破坏断面尺寸和位置中这是一个普通的分散结果。例如的韦伯模量的高强度分散的材料在试验时会较多地出现在里面跨距外破坏的现象

如果四点弯曲里很多试样在里面跨距外或里面轴承处破坏，可能时夹具未校准。在问题解决之前停止试验。如果韦伯模量高，影响试样张力边的接触应力将决定在里面轴承处破坏的试样的数量

注 2：高强度陶瓷常常会有很多种破坏方式。很多时候，在里面轴承处会发生次要破坏。这很正常，强度结果可能也很令人满意。ISO14704 中有更多的关于这方面的解释和指导

7.13 检查轴承是否有和试样的反应物或氧化物，这会削弱夹具的效果。必要的话清洁或更换轴承，尤其在不能自由转动的时候

7.14 检查压力比较时间或位移记录来判断在破坏之前是否有非线性斜率，如图 5b) 所示。非线性可能代表非弹性行为，第四条的假设将无效。在报告中注明和描述非弹性行为

注：在开始加载的低荷载时期，如图 5a) 所示的非线性行为可能仅仅代表夹具安装或最初加载效果，可能是不合理的

7.15 测量并记录试验时实验室的相对湿度，除非试验在真空或惰性气氛中进行

8 计算

8.1 四点弯曲的弯曲强度的标准公式

$$\sigma_f = \frac{3Pa}{bh^2}$$

σ_f : 弯曲强度, MPa P: 破坏荷载, N a: 夹具间距, 10mm
b: 试样宽度, mm h: 试样高度, mm

8.2 三点弯曲的弯曲强度的标准公式

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bh^2}$$

σ_f : 弯曲强度, MPa P: 破坏荷载, N L: 跨距, mm
b: 试样宽度, mm h: 试样高度, mm

8.3 倒角尺寸的修正

如果倒角尺寸大于 6.2.2 和图 3 的规定范围，要按照附录 B 对弯曲强度进行修正

8.4 热膨胀的修正

热膨胀会改变试样和试验夹具的物理尺寸。如果使用上面的公式计算弯曲强度，会产生 1% 到 3% 的偏差。如果得到相关人员的同意，可以按照附录 C 中的方法修正膨胀的影响。如果做了修正，在试验报告中注明

8.5 平均强度和标准偏差

平均强度
$$\bar{\sigma}_f = \frac{\sum_1^n \sigma_{f,i}}{n}$$

标准偏差
$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_1^n (\sigma_{f,i} - \bar{\sigma}_f)^2}{n-1}}$$

$\sigma_{f,i}$: 表示第 i 个试样强度 n: 试样总数量

9 准确度和精度

9.1 如果达到了所有要求的试验条件，单个试样的弯曲强度的误差估计低于 3%到 5%

注：选择最大的公差，单个试样误差通常在 0.5%或更少。然而，倒角误差可能达到 1%

9.2 直接烧成的试样可能有更大的误差，这取决于粗糙度平行度等表面情况，试样尺寸的一致性，横截面形状的一致性，试样的弯曲或扭曲等因素

10 试验报告

试验报告要包含如下信息：

- a)当时的试验温度
- b)炉子环境：空气，真空，或惰性气氛
- c)加热元件的型号
- d)温度测量设备
- e)试样放进炉子里面时的条件（热或冷）
- f)大约的加热速率，到达试样试验温度的时间
- g)试验装置，三点或四点弯曲，夹具尺寸，夹具时半连接还是完全连接，轴承是否能自由转动
- h)试样数量
- i)可能的话，注明材料的所有相关数据，包括材料的制造日期、块或组分的数量等
- j)试样制备过程，包含所有加工制备的细节，试样张力面的表面的粗糙度（纵向横向）
- k)有的话，热处理或热暴露
- l)弯曲试验环境，包含湿度温度
- m)加载速率（mm/m），大概的试样破坏的时间（s）
- n)每个试样强度值修正到三位有效数字，如 537MPa
- o)平均强度，标准方差
- p)弯曲强度是否对热膨胀做过修正
- q)是否对倒角做过修正
- r)相关的信息如烧成或氧化的试样，试样的表面情况，断面情况等
- s)是否有非弹性行为的现象
- t)本试验方法描述的一些程序误差，产生误差的原因
- u)实验室名称，试验日期，试验者名字，试验仪器名字型号等

11 强度换算系数

本标准允许的不同试样和夹具的尺寸会产生不同的平均强度结果。附录 D 的韦伯强度换算系数可以容易地比较试验结果

ISO 20509 非氧化物的单组陶瓷的抗氧化能力

国际标准 ISO 20509

精细陶瓷（先进陶瓷，高技术陶瓷）非氧化物的单组陶瓷的抗氧化能力

目录

1 范围	1
2 标准参考	1
3 术语和定义	1
4 设备仪器	2
5 测试样片	3
6 测试程序	3
7 计算	5
8 测试报告	7
附件 A(情报)有用信息	8
附件 B(情报)测试方法的实验研究型评估	9
参考书目	11

前言

ISO（标准的国际组织）是世界范围的国家标准团体联盟（ISO 成员联盟）。准备国际标准工作通常是通过国际技术委员 ISO 来执行。每一个成员团体感兴趣的学科必须建立一个有在委员会上陈述的权利的技术委员会，国际组织，政府机构和非政府机构，通过 ISO 互相联络起来，也参与到这项工作中来。ISO 在所有电力标准方面通过国际电工委员会（IEC）而密切合作。

国际标准的起草与 ISO/IEC 给定的条款要求相一致，第 2 部分。

技术委员会主要任务是筹备国际标准。

起草国际标准采用通过技术委员会各成员团体轮流表决而完成。出版发行与国际标准要求参与的社会团体成员至少 75% 的人投票通过。

1 范围

这个国际标准描述了确定非氧化单一陶瓷比如氮化硅陶瓷、赛隆和碳化硅在高温下的抗氧化测试方法。此国标的意图为测试片在高温氧化气氛下的质量和尺寸的变化提供了一个评估方法，并且评估氧化对于原来的强度是否有重要影响。这个测试方法可以对于材料发展，质量控制，品质鉴定和数据设计产生意义。

2 标准化的参考书目

对于应用这份文献来说，下列参考文献是不可缺少的。注明日期的参考，仅仅在出版申请前有效。对于没有注明日期的参考文献，最近的参考文献的描述（包括任何修改和修订）均适用。

ISO 3611: 1978, 外部测量用的千分尺

ISO 6906: 1984, 读数精度 0.02mm 的游标卡尺

ISO 7500-1, 金属材料—静态单轴晶体测试设备的确认—第 1 部分：拉伸/压缩测试设备—确

认和校准测试力系统

ISO 14704:2000, 精细陶瓷（先进陶瓷, 高技术陶瓷）-单组分陶瓷室温弯曲强度实验方法

IEC 60584-1: 1995, 热电偶—第 1 部分: 参考表

IEC 60584-2: 1989, 热电偶—第 2 部分: 公差

3 术语和定义

这份文献的目的, 遵循提供的术语和定义

3.1

抗氧化

非氧化物陶瓷材料由于在氧化气氛环境下引起的反应的抵抗能力, 作为存在的结果, 包括任何内部反应, 开口气孔或者离子扩散或者来自陶瓷表面。

3.2

弯曲强度

规定的弹性梁在弯曲负荷作用下, 通常断裂时的最大压力。

4 仪器设备

4.1 高温炉

例如有能力达到实际温度至少 1500 摄氏度的任何形式的空气气氛炉。

炉膛必须有一个入口以提供充足的氧气来保证气氛不停滞或变得氧缺乏。温度必须有能力按要求的提高最低 5°C/分钟, 在所有氧化温度下, 控制温度最好不超过±5°C, 在 800°C 以下降温速率不超过 5°C/分钟。在开始氧化测试时, 建议炉膛必须使用同一气氛烘烤, 至少在与实验温度同样高的、有目的的氧化温度下至少保温 10 小时, 为的是移走污染物。

4.2 为氧化试验的支撑或支撑架

测试片必须使用最小接触区域的支撑技术, 带有测试片的支撑程度和反应范围 (见图 1), 仅仅使用点或线接触被认为是最适宜的。带有面接触的测试片表面将支配随后的辊接触负荷, 在弯曲强度的测试中是允许的。例如适当的支撑方法包括使用带有钻了不超过 3mm 深的洞的模板, 以至测试片能直立垂直靠近至少在接触面的端部边缘。样品也能适合于水平支撑在碳化硅辊上或红柱石上, 在一个小直径铂丝上, 或者悬挂或支撑在干净的非表面活性的陶瓷上, 或者从陶瓷管上切取的半环形管 (氧化铝, 红柱石, 碳化硅或者氮化硅)。

A) 带有适当规格洞的耐火材料块, 适用于隔焰炉;

B) 建立在带有孔洞的圆管或圆盘上的支撑系统, 适用于垂直的管形炉;

C) 放置在带有平行杆的靠近测试片端部下面有适当缝隙的一对支撑系统, 适用于隔焰炉;

D) 在半环形陶瓷上通过它的端部被支撑的一个测试样片。

图 1—弯曲强度测试样片的支撑系统举例

注意 1: 这可能是必须的完成一些初步的评估以确保支撑材料是充分的非活性样品没有质量损失。

注意 2: 支撑测试样片的候选材料包括碳化硅, 红柱石, 白金丝和氧化铝。碳化硅和红柱石被人为是最合适的材料。氧化铝可能与测试片反应, 白金对于非氧化物陶瓷包括单质金属类, 诸如向碳化硅中含有硅。

4.3 烘烤

有能力维持温度在 105-120°C 范围内

4.4 弯曲强度测试仪器

有能力提供均衡的横梁速度。测试仪器必须与 ISO7500-1: 具有能够显示断裂负荷精度为 1% 的 1 级相协调一致。

4.5 弯曲强度测试夹具

三点或四点弯曲结构与 ISO 14704: 2000 相一致。推荐夹具是全连接的并且带有两个外部支撑为 40mm 距离的四点结构。相应的测试片的全长 $\geq 45\text{mm}$ 。

4.6 千分尺

诸如向 ISO3611: 1978 中表明的但是带有测量测试片尺寸精度 0.002mm 的。千分尺一定要具有平坦的铁砧接触平面诸如向 ISO3611: 1978 中阐述的。千分尺不能有球形凸起或锐利的尖，因为这些可能损害测试样片。测量仪器可以被提供用来选择尺寸，以至于它们具有 0.002mm 甚至更精的尺寸精度。

4.7 游标卡尺

具有精度为 0.05mm 甚至更低的游标卡尺，用来测量测试片的长度，与 ISO6906 相一致。测量仪器可以被提供用来选择尺寸，以至于它们具有 0.05mm 甚至更精的尺寸精度。

4.8 天平

有能力称重达到 200g 并且灵敏度至少在 0.05g。

4.9 热电偶

型号 R 或型号 S 与 IEC60584-2 相一致，允许使用 IEC60584-1 中给定的校准表。

5 测试样片

强度的变化将被确定，弯曲强度测试片与 ISO14704:2000 中条款 6 相一致。标准测试样本要有厚 $3.00\pm 0.20\text{mm}$ 、宽 $4.00\pm 0.20\text{mm}$ 的十字区域面积。长度超过夹具 30-35mm 或者超过夹具 40-45mm。所有的表面必须机加工，边缘需倒圆或倒角。测试样片的任何机加工程序和表面质量必须作记录。每种氧化条件试验下的测试样片的最小数量必须是 10 个，加上 10 个测试样片作为非氧化检验。方法是必须单独地鉴别，相似的测试样片，但是在某种程度上不必标记或抄写，可能影响实验结果。如果任何测试样片的强度变化没有被测定，尺寸和形状的术语将要被使用。测试样片必须干净并且远离由于操作引起的可能影响测量最初质量或者氧化速率的剩余物或污染物。在报告中应声明测试样片的清理程序。

没有相当数量的开口气孔和操作引起的污染的材料，和/或通过安放或加工冷却剩余物，在酒精里淹没测试片，在电解液中浸泡和搅动至少 10 分钟。为了避免损伤，在操作期间，测试片不允许彼此互相接触或者与硬的物体接触。由于材料具有开口气孔，在中心产生有机残留物能够通过空气中加热而移走，采用这种方式最高温度依赖于材料类型，但是典型的温度为 500-600 $^{\circ}\text{C}$ 保温 1 小时，要求排除二氧化碳残余物，带有游离碳的材料将在最高温度 350 $^{\circ}\text{C}$ 被氧化。

6 测试程序

6.1 样品尺寸和质量的测量

对于测试样的弯曲强度，使用同一把精度为 0.002MM 千分尺（4.5），测量每一个试样的宽度 B，厚度 H，使用精度为 0.05MM 的游标卡尺（4.6），测量全部长度 LT。对于其他类型的测试样片，在不同部位测量相关尺寸（比如圆片的直径和厚度）。测试样的清洗和去油污（见条款 5），放置在烘炉内（4.3）并加热到温度 105-120 $^{\circ}\text{C}$ ，直到试样质量恒定。移走并储存于干燥器，当冷却至室温时，使用精度 0.05G 的天平（4.7）称量每个测试样的重量，储存在干燥器内直到测试。

6.2 氧化炉内退火

除非立即使用相似的在相似的温度或比氧化试验稍高的温度，在设计的流动气氛下，预先准备的炉子（4.1）测试片支撑系统（4.2）在最高温度必须保温 10 小时。

6.3 氧化试验

6.3.1 材料的高温抗氧化性

6.3.1.1 将测试样片放置在炉子内部热流的中心地带（4.1）的支撑上（4.2），以确保在测试样和

支撑之间有足够的空间，并且有充足的空气循环。确保与支撑的接触是最小的（见图 1）。接触区域必须是在测弯曲试验时露在跨距外部的的位置。测试样之间以及测试样与炉内窑具之间的最小空间是 5mm。

注意 1：宁愿每次氧化试验条件下的至少 10 个试样，在相同设备上、同一时间暴露出来，分时间的分离出来会造成轻微的不同结果。

注意 2：测试条件下，在元件或测试样将增加，增加的元件或测试样尺寸，以确保未受阻的空气流通在邻近的氧化表面之间。

6.3.1.2 安置 R 型或 S 型热电偶（4.8）与 IEC60584-2 相一致，目的是在氧化阶段监视测试样温度接近测试样。关闭炉子。

6.3.1.3 在炉内燃烧室环绕测试样周围以一定的速率供给充足的氧气，以提供循环气氛，避免气体停滞和氧气损耗，但是不以如此的速率以至于影响炉内温度的不均一性和波动。为测试正常的空气，通过炉内空穴的自然空气流量将要是容易的。注意推荐气体流速在 0.5-50 体积每小时之间变化，但是每小时变化量不能超过 0.1 体积。

6.3.1.4 加热炉子到测试温度通过热电偶显示接近测试样。要求在测试阶段维持此温度在 5℃ 范围内。炉子冷却的最大速率并且从支撑上小心移走测试样，并放置到干燥器里。为了避免污染，直到最后称重时不要用裸露的手指接触测试样，确保在测试样表面宽松的堆积，尽可能的保持不被人碰过。

6.3.2 材料的低温抗氧化性

在 6.3.1 中描述的产品同样适用于测试材料的低温抗氧化性或低熔点性的氧化物产品，象在氧化过程中形成 B₂O₃ 类硼化物。对于那些反应激烈或粘住支撑装置的样品被建议修改，在这种情况下，对个别样品推荐使用如半环式的支撑系统（如图 1d 所示），这样，样品和支撑在测试前后可以被一起称重。

另外，样品被放在炉子中，加热到测试温度，然后测试后空气淬火，使其表面层保持在高温状态，待室温状态下进行显微评价。然而，这种淬火的样品能够影响热震强度。

6.4 选择测试条件

依据技术要求将被选择测试条件（温度、气氛、保温时间等等），这样为了保证测试和使用它们趋于一致。

注 1：对于氮化硅或赛隆产品被推荐使用的测试条件为 1300℃保温 100 小时或 200 小时，对于碳化硅和高级氮化硅被推荐使用的测试条件为 1400℃保温 100 小时或 200 小时。这种条件提供了一种易于区别相似材料性能的方式。

注 2：对于其它各种大量的无氧化物陶瓷材料的氧化性能（如硼化物、碳化物、氮化物和硅化物），其测试条件将被选择基础测试方法，测试结论必须在报告中注明。

6.5 质量和尺寸变化的测试

称量个别粘附氧化产品物测试件的精确度 0.05mg，分别称量发生裂变的产品。如果个别裂变的测试件不能被分开称量，那么放在一起称量。如果合适的条件，重新测量测试件额外的体积，以确定其尺寸变化。

注 1：测量粘着的或在窑炉中起反应的或测试件的支撑部分都是不合实际的。

6.6 抗弯强度的测量

测量试样氧化后的抗弯强度依据 ISO14704: 2000 的第七条款。如果为了保证强度测试，氧化炉的种类不得不改变，这必须在报告中注明。

注 1：测试氧化后试样的抗弯强度采用全接触夹具，因为如果依照 ISO14704 中半接触夹具的方式不能满足平行度的要求。

注 2：如果平行度满足要求，也可采用半接触夹具的方式。其中的一个氧化面可以被抛光，目的是消除扭曲及翘曲的影响。在测试过程中，这个抛光的表面（试样所受的压面）可以与两内轴相接触。

6.7 特殊的性能

记录任一特殊性能与下列条件有关联，如氧化的表面、断裂横截面的外观等等。

注：氧化层的相分析使用 X-射线衍射技术，氧化层横截面的显微镜观察使用扫描电镜，这些都是有用的描述方式。

7 计算

7.1 弯曲强度

如果弯曲强度已经被测量，计算弯曲强度要使用相应的公式及夹具的类型，如 ISO14704 标准中的三点弯曲还是四点弯曲。算出平均强度，并注明与标准相背离的条件，如组批及每一个氧化条件。标明外轴及内轴的间距以及采用是全接触还是半接触。

7.2 质量变化

如果需要测量质量变化，依据以下公式计算每单位表面积的试样质量变化 (C)

$$C = (W_f - W_i) / A$$

W_f 与 W_i —— 分别代表试样最后及最初的质量，单位：克

A —— 代表最初试样实际的表面积，单位：平方米。

计算平均值，氧化工作条件下的偏离标准值

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n}$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n-1}}$$

\bar{C} —— 是平均值 n —— 试样的全部数量 S —— 偏离标准值

注：如果这种材料是多孔的，内部已经氧化了，它可能更合适表述氧化条件下，单位体积的质量变化或是质量变化的百分比。在这两种情况下，计算的结果取试样的平均值，它不能反应出在氧化条件下，试样内部的尺寸变化。

7.3 标准尺寸变化

如果需要测试样的尺寸变化，按如下计算线性尺寸 b 与 h 的绝对变化，单位：mm

$$\Delta h = h_f - h_i$$

$$\Delta b = b_f - b_i$$

h_f —— 试样最终厚度，单位：mm h_i —— 试样最初厚度，单位：mm

b_f —— 试样最终宽度，单位：mm b_i —— 试样最初宽度，单位：mm

计算绝对变化的平均值及在氧化条件下的偏离标准值。

$$\bar{\Delta h} = \frac{\sum_{i=1}^n \Delta h_i}{n}$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (\Delta h_i - \bar{\Delta h})^2}{n-1}}$$

$$\bar{\Delta b} = \frac{\sum_{i=1}^n \Delta b_i}{n}$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (\Delta b_i - \bar{\Delta b})^2}{n-1}}$$

$\bar{\Delta h}$ 与 $\bar{\Delta b}$ ——是平均值 n ——试样的总数 S ——标准偏离值

8 测试报告

以下是氧化测试的结果报告：

- a) 测试公司的名称地址；
- b) 测试的日期，每页报告中附有唯一鉴定，客户的名称与地址，报告的签名者；
- c) 参考的国际标准，如依据 ISO20509 标准规定；
- d) 描述使用的测试设备，包括氧化炉类型的细节，热带建筑的材料，试样使用的支撑系统，与试样间接联系的材料，加热与冷却的速率，提供气体流量的细节及它的组成和混合成分，适合弯曲测试的类型等等。
- e) 描述测试的材料，（制造商、类型、组批、生产日期等等）
- f) 描述试样的准备细节，包括标准尺寸和抛光的表面要求，清洗过程，强度测试的条件，符合 ISO14704 规定的要求；
- g) 在测试前后个别试样的质量，计算每个试条在每种条件下的质量变化，以及在每种测试条件下偏离标准值的意义，单位： g/cm^2 ；
- h) 收集散裂产品的质量，单位： g ，试样单位表面积平均散裂质量；
- i) 强度测度的断裂载荷，单位：牛顿，计算每个试条在每种条件下的实际断裂强度用兆帕表示，（或者兆牛每平方米），也包括未氧化试条的控制，其结果及偏离值；
- j) 测试个别试条氧化前后的尺寸，计算在每种条件下试条的尺寸变化，其结果及偏离值；
- k) 测试结果的注释，包括对氧化后氧化层表面的观察，例如用扫描电镜观察氧化层的相组织及氧化层厚度，还有表面条件是否被改进而产生强度，以及表面断裂的形貌，还有由于附着在支撑系统而可能导致的氧化比例

附录 A 使用信息

A.1 概要

对于非氧化物陶瓷在高温氧化环境下使用，其抗氧化性能的评价是非常重要的。非氧化物陶瓷的氧化通常出现用氧来替代非氧或非金属元素，生成在表面而改变了其成分。质量的变化是评价抗氧化性的一种普通测量方式，另一种抗氧化性的测量方式是强度的变化，因为有缺陷的强度可以通过发生氧化而改变，进而促进缺陷及裂纹的愈合。

A.2 氧化机理及氧化物的形成

非氧化物陶瓷的氧化通常是空气中氧与陶瓷物质发生反应。一旦氧化出现，会在产品的表面形成氧化层，如果氧化层形成了保护性，那么进一步的氧化反应被阻碍，氧化层的扩散速率被限制。在此种情况下，质量增加的氧化速率会得到控制，且在表面形成了致密的氧化层{1-12}。然而，当氧化层失去保护时，在材料原始表面发生的反应决定着速率，反应速率呈现线性的变化取决于

时间 {11-14}。在某种情况下,氧化产物不能粘附于样品上,而是作为一种破坏性的力使其损坏,进而导致体积变化,相组织变化和热震的失衡 {13-14}。对于一些开孔的材料,如反应结合氮化硅和一些碳化硅材料,氧化通常会出现在最初材料表面连接的气孔上,尽管这样也可能阻碍氧化的进程 {15}。由于氮化硅和碳化硅的氧化,表面的主晶相形成了无定形的二氧化硅离子进入体积内 {5} {16}。水蒸气的存在影响着氧化速率 {6} {10} {17},也能提高氧化层的结晶化 {18}。

氧化的动力学不仅仅取决于材料,也取决于氧化的条件。难熔金属碳化物的氧化速率在高氧分压和低温的条件下趋向于遵守抛物线的速率的规律,在高温氧化下会呈现线性变化的规律。 $\text{La}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ 渗硅的氮化物在低于 1450°C 的短曝光时间下遵守抛物线的氧化规律,在长曝光时间的高温下呈现线性氧化规律。含有 20%SiC 的多孔氮化硅结合碳化硅(空隙率 21.5%)的氧化分为两个阶段:第一段指升温阶段,0 到 10 小时,在表面逐渐形成连续的氧化薄膜的同时通过气孔在试样里面氧化;第二阶段遵守抛物线氧化规律,表面二氧化硅层限制了氧化速度和氧化层的扩散。

A.3 氧化后的机械性能

因为氧化会在表面产生氧化层,改变材料的微观结构,机械性能如断裂强度、断裂韧性、弹性模量会经常降低 {5-9}, {13} {14}, {20-22}。特别是,严重的氧化经常导致在弯曲强度上有严重的降低。而轻微的氧化有时会导致强度的上升 {6-9}, {22-24}。强度增加是由于通过形成薄的氧化层而钝化了裂纹尖端缺陷。而强度减少经常是由于产生氧化凹陷并使残余应力松弛而导致,这种情况是在加工过程中所产生 {12} {22}。非氧化物陶瓷的氧化控制能够提高抗氧化性及断裂强度:例如:室温强度实质性增加是加工后的热压氮化硅样品在空气中被加热到适当的温度 ($800\text{-}1100^\circ\text{C}$) 时观察到的 {25-26}。氧化导致表面被修复并提高强度、抗氧化性及断裂韧性 {27-28}。

附录 B 测试方式的多种评价

B.1 概要

这本国际标准的建立依据日本工业标准: JIS R 1609 {31} 和欧州标准: ENV 12923-2 {32}。因此,了解这些标准的背景可能是有用的。

B.2 JIS R 1609 系列

为了建立日本工业标准: JIS R 1609,此系列被三个人起草了三年时间。此系列的陶瓷材料包括烧结氮化硅,烧结碳化硅,和反应烧结碳化硅。测试试样的尺寸是 $3\text{mm}\times 4\text{mm}\times 40\text{mm}$ 。氧化性的测试是在温度为 $1200\text{-}1400^\circ\text{C}$ 保温时间为 24-100 小时下完成的。质量的变化是测量氧化前后的重量,弯曲强度是三点弯曲,跨距 30mm。试样截面的氧化层用扫描电子显微镜观察,得出了以下结论:

- a) 氮化硅材料 1200°C 保温 24 小时,在材料表面形成的氧化层厚度 $2\text{-}3\mu\text{m}$,有较轻微的氧化增加。弯曲强度有了显著的增加,增加幅度 10%-40%。延长保温时间和更高的温度会使表面的氧化层有了进一步的发展,然而弯曲强度的进一步降低就显得没有意义了。
- b) 烧结碳化硅材料在 1400°C 有很好的抗氧化性,质量的变化是非常小的,仅有几毫克,大多数在 1 毫克以内。尽管强度和重量变化与时间关系有较大的不同,但是弯曲强度与质量变化有关系。质量增加大约 1mg 的轻微氧化会导致强度从原始的 400MPa 增大到最高为 450MPa。
- c) 反应烧结碳化硅的弯曲强度及质量增加随着氧化时间而呈现出减少的现象。

B.3 ENV 12923-2 系列

欧州标准的一部分内容，是在 23 个欧州实验室中进行了一系列研究。参与者对两种材料在空气条件下进行了 200 小时的氧化测试，反应烧结氮化硅在 1100°C（高氧化速率）和烧结碳化硅在 1400°C（低氧化速率）。参与者依据这个欧州标准的实验过程，对每种材料提供了 20 个试条进行质量增加的测试、尺寸的变化测试及弯曲强度的测试。首选材料在 CERANORM 标准中被推荐，以下是得出的结论：

a) 在氧化试验过程中和氧化试验结束后小心地处理试样，假设抗氧化性和可达到的测量精度没有很大的关系，测量质量的变化可以得到有效的数据。对反应烧结氮化硅而言，每个试样的质量增加的平均值在 55mg，在 1100°C 时与支撑材料的反应问题也可以忽略，变化率 38%。对重结晶碳化硅而言，质量增加的平均值仅为 3mg，与支撑材料有实质的反应，变化率达到 100%。可以得出结论的是，主要问题在于测量重量时无法达到要求的精度，因而出现以上结果。尽管重量变化是大多数人在做抗氧化性测试时的一个测量手段，需要强调的是，如果重量变化超过天平精度的 50 倍（比如 2.5mg）并且试样和支撑材料的反应可以忽略的前提下，才能将质量变化看作抗氧化性测试的一个有效指标。结果可以用每单位表面积的质量变化（g 或 %）表示。

b) 按照欧洲标准 EN843-1 的规定测量试样在氧化中的尺寸变化，精确到 0.01mm，避开与支撑材料反应的试样表面，反映烧结氮化硅和碳化硅测量到的变化率分别是 71%，超过 100%。受测量精度的限制，很显然对反应烧结氮化硅和碳化硅而言，抗氧化试验中的尺寸变化的测量不能用于反应氧化损害的指标。比 0.01mm 的测量精度的更严格的要求可能会得出更加有规律的结论，但达到合格要求的实验室的数量会降低。在特殊情况下会使用如扫描电镜的显微分析对试样的横截面进行分析，但由于较高的成本而不能作为一种主要的常规测试方法。其他很少的抗氧化材料能在试样尺寸方面测量到较大的变化。

c) 对均匀的碳化硅材料，标准材料的相关平均强度的分布在一个平均 15.7% 的大概范围内，变化率为 5.1%；氧化材料的平均分布在 24.3%，变化率 5.7%。对于工作的反应烧结氮化硅而言，有两个有不同气孔率水平的批量，标准试样和氧化试样的总的变化率分别为 17%，20%。然而，有争议的数据是只有一个批量（高气孔率批量）的变化率仅为 4%。这样，就是对相对均匀的材料，所有实验室的分散性是比较小的。没有一个实验室报告说在弯曲试验会氧化试样前清除粗的沉淀或氧化物，但试样与支撑材料之间的过多反应会导致跨距长度的变成非标准的，一个又一个实验室都是。既然如此，在不能判断试样与之支撑材料之间是否又大量的反应时，可以先做试验来验证一下是比较明智的。

d) 强度数据的分散规律可能与批量试验中的试样随意取样有关，或与试验夹具功能的不同相关（几乎都用四点弯曲），或者与在弯曲强度试验中张力边的氧化试样的边有关（比如在水平于氧化面的试样的上面和下面在氧化中表现出来的差别）。试样截面的断面的显微全分析可能不属于本试验的范围，但会有助于解释试验结果。

e) 没有证据表明研究中选择的氧化试验参数是导致试验数据的显著的分散的一个重要因素。这包括特别的、可能的对水份含量和加热速率的影响。同样，由于设备故障而造成的 200 小时试验的中断对测量工具的影响也可以忽略不计。然而，遇到的问题是试样靠近窑炉设备。太靠近窑炉设备显然会导致靠近炉子里面的试样表面会产生不平均的氧化。起码要保证至少 5mm 的间隙。此外，由于不能避免与窑炉设备的化学反应，在弯曲强度试验中有必要保证将试样良好的支撑在 40mm 的外跨距上。

ISO14705 室温下单片陶瓷硬度的试验方法

国际标准 ISO14705

精细陶瓷，先进陶瓷，先进技术陶瓷 室温下单片陶瓷硬度的试验方法

目录

序	iv
1 前言	1
2 参考标准	1
3 名词解释	1
4 维氏硬度	2
4.1 原理	2
4.2 符号和术语	2
4.3 意义和应用	5
4.4 试验仪器	5
4.5 试样	5
4.6 试验过程	5
4.7 试验报告	7
5 努氏硬度	10
5.1 原理	10
5.2 符号和术语	10
5.3 意义和应用	12
5.4 试验仪器	13
5.5 试样	13
5.6 试验过程	13
5.7 试验报告	14
参考书目	18

1 前言

本国际标准描述了室温下测量单片精细陶瓷的维氏硬度和努氏硬度的方法

2 参考标准

下列标准文献所包含的条款、文档构成了本国际标准的一部分。注明日期的参考，仅在本标准出版前有效。使用本标准时应探讨下列相关标准的可能的最新版本或修改。本标准出版时下列标准均为最新版本。ISO 和 IEC 的成员负责修订现行有效的国际标准

ISO4546: 1993 金属材料---硬度测试---努氏硬度试验仪器的校正

ISO6507-1: 1997 金属材料---维氏硬度测试---第一部分：试验方法

ISO6507-2: 1997 金属材料---维氏硬度测试---第二部分：试验仪器的校正

3 名词解释

为了更好的表述本标准，下面给出了一些名词解释

3.1 维氏硬度

测量由无形变的压头压下的凹痕的对角线的长度，而后用应力除以根据平均长度计算的凹痕表面积数值

维氏硬度有两个表示单位：

a) 应力 (KN) 除以凹痕表面积 (mm^2) 的数值，单位为GPa

b) 应力 (kgf) 除以凹痕表面积 (mm^2) 的数值，没有特别的单位，表示维氏硬度值

注：推荐使用第一种方法表示维氏硬度

3.2 维氏压头

压头是直角棱形的，有一个正方形的基础，对立面的夹角为 136 度

如表 1 和图 1 所示

3.3 努氏硬度

测量由无变形的压头压下的压痕的对角线的长度，用应力除以根据长度计算的凹痕的投影面积的数值

努氏硬度有两个表示单位：

a) 应力 (KN) 除以凹痕投影面积 (mm^2) 的数值，单位为GPa

b) 应力 (kgf) 除以凹痕投影面积 (mm^2) 的数值，没有特别的单位，表示努氏硬度值

注：推荐使用第一种方法表示努氏硬度

3.4 努氏压头

压头是基本正交的棱形，对立边的夹角分别为 172.5 度和 130 度

见表 3 和图 6 所示

4 维氏强度

4.1 原理

将一个直角棱形的有正方形基础的在相对面和顶点之间形成一定夹角的金刚石压头压入试样表面，在试验力卸除后测量留在试样表面的印痕的对角线的长度，见图 1、图 2

4.2 符号和术语

4.2.1 见表 1，图 1、图 2

4.2.2 维氏硬度用字符 HV 表示，前面是硬度数值，后面是表示试验力的数值（见表 2）

例如：

a) 使用国际单位 GPa

15.0GPa HV 9.807N 表示维氏硬度是 15.0GPa，试验压力 9.807N (1kgf)

b) 使用维氏硬度数值，没有单位

1500 HV 1 表示维氏硬度数值 1500，试验压力 9.807N (1kgf)

4.3 意义和应用

维氏压痕对角线长度大概比努氏硬度压痕的长对角线短 2.8 倍左右，压痕深度大概是同样荷载下努氏压痕深度的 1.5 倍。试样表面的平面度、试样表面与金刚石宙的平行对维氏压痕影响不大，但要明白这些参数的影响超过努氏压痕。维氏压痕比努氏压痕更容易导致精细陶瓷的开裂。不要将硬度表进行换算

在金属材料表面形成的维氏压痕是由塑性变形形成的，然而，相对于塑性变形而言，精细陶瓷的维氏压痕是由微裂纹和细微开裂产生的。比较金属和陶瓷的硬度时要注意这个区别

4.4 试验仪器

4.4.1 试验仪器

能够提供预定的在 4.093N(0.5kgf) 到 98.07N(10kgf) 范围内的试验力，特别是 9.807N(1kgf)，符合 ISO6507-2 的要求。按照 ISO6507-2 的要求校准试验力

4.4.2 金刚石压头

按照 ISO6507-2 规定的，直角棱锥形，有正方形基础。按照 ISO6507-2 的要求校准压头

4.4.3 测量装置

测量压痕对角线时读数能精确到 $\pm 0.2\mu\text{m}$ 或更好。推荐使用数值孔径(光学仪器)在 0.65 到 0.95 的物镜的显微镜。按照 ISO6507-2 的要求校准测量仪器

注：可以按照 ISO6507-2、ISO6507-3 或其它合适的陶瓷标准校准块，来间接地通过标准块来校准装置

4.5 试样

4.5.1 试样要加工出一个光滑、平整、不受任何外力影响的面。试样要磨平，以精确测量压痕对角线的长度。制备试样时还要尽可能减少对试样表面硬度的影响

4.5.2 试样的厚度至少是 0.5mm。至少是压痕对角线长度 d 的 1.5 倍，裂纹长度 c 的 2 倍。试验结束时在试样背面不能看到压痕的损坏

4.6 试验过程

4.6.1 总的说来，试验要在 10 到 35℃ 的室温中进行。控制条件的试验要在 $23\pm 5^\circ\text{C}$ 中完成

4.6.2 推荐试验力是 9.807N (1kgf)。为了防止重要的碎片、发生侧向的裂纹扩散或压痕太不明显，使用表 2 中列出的在 4.093N(0.5kgf)到 98.07N(10kgf)范围内的试验力。有时候可能需要大的荷载，比如颗粒结构的陶瓷表面非常粗糙，低荷载在试样表面的压痕可能仅仅接触了材料的少数颗粒，比如多相材料

4.6.3 试验前应检查下列内容：

- a) 检查测量系统是否调零
- b) 使用校准块或检定压痕的试样块校准测量系统
- c) 通过试验检定试样块来检查加载系统的运行
- d) 观察试样块上的压痕来检查压头的情况。必要的话，更换压头。结合 4.6.10 的情况计算

4.6.4 试验前清洁压头，陶瓷试样上的粉末或碎片会附在金刚石压头上

4.6.5 试样要放在坚硬的支撑物上。支撑物表面要清洁，不受任何外力的影响。试样被稳定的放

置在支撑物上，在试验过程中试样不移动是重要的

4.6.6 小心调整照明和焦距以获得最佳的观察效果和清楚的压痕。同时要对焦压痕尖端。在测量距离时不要调整焦距

4.6.7 将压头接触试样表面，让试验力以垂直方向对试样加载，没有震动或摇摆，一致到试验力达到规定的数值。压头接近试样的速率不能影响硬度数值。从开始加载到达到最大荷载的时间范围为 2—8s。最大荷载的持续时间为 15s

4.6.8 试验过程中，保证设备没有震动或摇摆

4.6.9 压痕的中心与试样边缘的距离至少是压痕平均对角线长度的 2.5 倍，至少是裂纹平均长度的 5 倍，如图 3 所示。邻近的任意两个压痕的中心距至少是压痕平均对角线长度的 4 倍，至少是裂纹平均长度的 5 倍，如图 3 所示。如果两个邻近压痕的尺寸和裂纹长度不同，间距按照最大平均压痕对角线长度和最长裂纹长度计算

4.6.10 经常检查压头的状态。压痕的尖端无规律可能意味着压头有碎裂、裂纹或其它的破坏。如果检查压头以后确认是这样，以前的试验结果要被废弃，立即更换压头

4.6.11 如果发现压痕尖端和边缘有过多的裂纹，舍弃这个压痕，不做测量。如果有一个压痕的尖端在气孔里面，舍弃这个压痕。如果一个压痕在一个大的气孔里面，舍弃这个压痕。按照图 4 操作

4.6.12 测量压痕两个对角线的长度，小于 50 μm 的精确到 0.2 μm ，大于等于 50 μm 的精确到 0.5 μm 。根据两个读数的算术平均值计算维氏硬度。如果两个对角线长度的相对差值超过平均值的 5%，如图 4 所示，舍弃这个试验结果，检查试样的平行度和平面度，调整压头。按照制造商设备使用说明书的要求小心、正确操作设备。按照图 5 操作

4.6.13 本国际标准要求根据至少 5 个有效压痕计算平均值

4.6.14 使用表 1 中的公式计算每个有效压痕的维氏硬度，HV。计算硬度的平均值，标准偏差

4.6.15 更多地参考 ISO6507—1 中的在平面做试验的相关的转换表

4.7 试验报告

试验报告至少包含以下内容：

a)参考本国际标准，就是 ISO14705

b)试样的信息

c)试验条件：

1)试样厚度

2)试验荷载

3)表面状态，磨平方法

4)试验温度，或者注明试验在室温中进行

5)有效压痕数量，及总的试验的压痕的数量

6)显微镜的放大倍率

d)试验结果包含如下内容：

1)维氏强度的算术平均值

2)维氏强度的标准方差

e)所有不符合本国际标准规定或其它随意的动作

f)其它可能影响试验结果的细节信息，如过多的裂纹或碎片，材料的多相特性，粗颗粒尺寸等

5 努氏硬度

5.1 原理

将锥边和顶点形成一定角度棱形基础的棱锥形的金刚石压头在试样表面加载，试验力卸载后测量留在试样表面的压痕的长对角线的长度，见 6 图、图 7

5.2 符号和术语

5.2.1 见表 3、图 6、图 7

5.2.2 努氏硬度以字符 HK 表示，前面加上强度数值，后面是表示试验力的数值（见表 4）

例如：

a)使用国际单位 GPa

15.0GPa Hk 9.807N 表示维氏硬度是 15.0GPa，试验压力 9.807N（1kgf）

b)使用努氏硬度数值，没有单位

1500 Hk 1 表示维氏硬度数值 1500，试验压力 9.807N（1kgf）

5.3 意义和应用

对精细陶瓷来说，在同样荷载下，努氏压痕对角线长度大概比维氏硬度压痕的长对角线长 2.8 倍左右，裂纹也不是问题。另一方面，努氏压痕的顶点很难看清楚。同样荷载下努氏压痕要比维氏压痕要浅。不要将硬度表进行换算

在金属材料表面形成的努氏压痕是由塑性变形形成的.然而，相对于塑性变形而言，精细陶瓷的努氏压痕是由微裂纹和细微开裂产生的。比较金属和陶瓷的硬度时要注意这个区别

5.4 试验仪器

5.4.1 试验机器

能够提供预定的在 4.093N(0.5kgf)到 49.03N(5kgf)范围内的试验力，特别是 9.807N(1kgf)或 19.61N(2kgf)，符合 ISO4546 的要求。按照 ISO4546 的要求校准试验力

5.4.2 金刚石压头

按照 ISO4546 规定的，棱形基础的棱锥形压头。按照 ISO4546 的要求校准压头

5.4.3 测量装置

测量压痕对角线时读数能精确到 $\pm 0.2\mu\text{m}$ 或更好。推荐使用数值孔径(光学仪器)在 0.65 到 0.95 的物镜的显微镜。按照 ISO4546 的要求校准测量仪器

注：可以按照 ISO4546、ISO4547 或其它合适的陶瓷标准校准块，来间接地通过标准块来校准装置

5.5 试样

5.5.1 试样要加工出一个光滑、平整、不受任何外力影响的面。试样要磨平，以精确测量压痕对角线的长度。制备试样时还要尽可能减少对试样表面硬度的影响

5.5.2 试样的厚度至少是 0.5mm。试验结束时在试样背面不能看到压痕的损坏

5.6 试验过程

5.6.1 总的说来，试验要在 10°C-35°C 的室温中进行。有要求的话在 23±5°C 的室温中试验

5.6.2 推荐试验力在 9.807N (1kgf) 到 19.61N (2kgf) 之间。19.61N (2kgf) 的试验精度更高；如果裂纹是个问题，试验仪器不能提供更高的荷载的话，或者有特殊要求的话，可以使用 9.807N (1kgf)。如果裂纹是个问题或者有特殊要求，可以使用表 4 中所列出的在 4.903N (0.5kgf) 到 49.03N (5kgf) 范围内的试验力

5.6.3 试验前检查如下内容：

- a) 检查测量系统是否调零
- b) 使用校准块或校正压痕的测试块检查测量系统
- c) 试验校正测试块来检查加载系统的运行
- d) 观察测试块表面留下的压痕来检查压头的情况。必要的话按照 5.6.10 的要求更换压头

5.6.4 在试验前和试验过程中随时清洁压头，陶瓷试样上的陶瓷粉末或碎片可能会粘在金刚石压头上

5.6.5 试验要放在刚硬的支撑物上。支撑面应该清洁，不受任何外力影响。重要的是保证试样稳定地固定在支撑物上，在试验过程中试样不发生偏移。测试的试验的表面必须是一个与压头中心轴垂直的平面

5.6.6 小心调整照明、调整焦距以获得最佳的观察效果，清楚地观察压痕。同时要对准压痕的顶点。测量顶点之间的距离时不能改变焦距

5.6.7 将压头接触试验表面，将试验力以垂直与试验表面的方向加载，没有震动或颤抖，直到荷载达到规定的数值。压头接近的速率不能影响强度值。从开始加载到达到规定荷载的时间在 2~8s 之间。荷载持续的时间为 15s

5.6.8 试验过程中，要保证试验仪器没有任何震动或颤抖

5.6.9 压痕之间的距离至少是压痕对角线长度的 1.5 倍，如图 8 所示。如果有显著的压痕边线延伸出的裂纹的交叉，间距还要增加。压痕和试样边缘的距离至少应该是压痕对角线长度的 1.5 倍

5.6.10 经常检查压头的工作状态。压痕形状的无规律可能意味压头有碎裂、开裂或其他不正常的情况。检查压头后，如果证明有这些情况，舍弃试验结果，更换压头

5.6.11 如果压痕边缘有过多的裂纹，舍弃这个压痕，不作测量。如果某个压痕的顶点在一个气孔里面，舍弃这个压痕。如果压痕在一个大的气孔里面，舍弃这个压痕。按照图 9 操作

5.6.12 测量长对角线的长度，小于 50μm 的精确到 0.2μm，大于等于 50μm 的精确到 0.5μm。根据长度计算努氏硬度数值。如果长对角线的一半超过另一个的 10% (图 9)，或者长对角线的两端没有同时在焦点里面，试验的表面可能不与压头的轴垂直。重新正确放置试样，重做另一个压痕。按照试验仪器的使用说明书正确、小心操作试验仪器。按照图 10 操作

5.6.13 本国际标准要求至少根据 5 个有效的压痕计算平均结果

5.6.14 使用表 3 的公式，计算每个有效压痕的努氏硬度，HK。计算所有有效压痕的平均硬度，标准方差

5.6.15 参见 ISO10250，关于平面试验的使用的数值表

5.7 试验报告

试验报告要包含如下内容：

- a) 参考本国际标准，也就是 ISO14705
- b) 试样的信息

- c) 试验条件:
 - 1) 试样的厚度
 - 2) 试验荷载
 - 3) 表面情况, 磨平方法
 - 4) 试验温度、或者标明试验在室温中进行
 - 5) 有效压痕的数量、压痕总的数量
 - 6) 显微镜的放大倍率
- d) 试验结果包含:
 - 1) 努氏硬度的算术平均值
 - 2) 努氏硬度的标准方差
- e) 所有不符合本国际标准或认为异常的动作
- f) 可能影响试验结果的其他信息, 比如过多的裂纹或碎裂, 孔隙率, 材料的多相性质, 粗颗粒尺寸等

ISO17561 通过声波共振测试单片陶瓷室温弹性模量的方法

国际标准 ISO17561

精细陶瓷（先进陶瓷，先进技术陶瓷）通过声波共振测试单片陶瓷的室温弹性模量的方法

前言

ISO（国际标准化组织）是世界范围的国家标准团体联盟（ISO 成员联盟）。准备国际标准工作通常是通过国际技术委员 ISO 来执行。每一个成员团体感兴趣的学科必须建立一个有在委员会上陈述的权利的技术委员会，国际组织，政府机构和非政府机构，通过 ISO 互相联络起来，也参与到这项工作中来。ISO 在所有电力标准方面通过国际电工委员会（IEC）而密切合作。

国际标准的起草与 ISO/IEC 给定的条款要求相一致，第 3 部分。

技术委员会主要任务是筹备国际标准。起草国际标准采用通过技术委员会各成员团体轮流表决而完成。出版发行与国际标准要求参与的社会团体成员至少 75% 的人投票通过。

需要注意的是本标准中的某些部分可能涉及到相关的专利权。ISO 不负责鉴别全部或部分的相关专利权。

ISO17561 由技术委员会 ISO/TC206 精细陶瓷编制。

1. 概述

本国际标准描述了通过声波共振方法测试精细陶瓷室温下动力学弹性模量的方法。本国际标准是针对弹性、均匀和各向同性的精细陶瓷而言的。

2. 参考标准

下列标准文献包含的本参考所涉及的条款构成本国际标准的条款。本标准不提供过期的参考，以后的改正，或者任何类似的修订。然而，在参考下列标准之前，鼓励探讨所列标准最新版本的发布的可行性。对没有注明日期的，则是指最新版本的参考文献。ISO 和 IEC 的成员负责现行有效的国际标准的注册维护工作。

ISO3611，外部测量用的千分尺

ISO6906，精确到 0.02mm 的游标卡尺

3. 术语和定义

为了本国际标准的意义，下面列出了一些相关的术语和定义

3.1 动力学弹性模量

绝热弹性模量，具体包括动力学杨氏模量，剪切模量和泊松比。

注：绝热弹性模量是通过声波共振方法测得的。

3.1.1 杨氏模量（E） 在张力或压力下的弹性模量

$$E = \sigma / \varepsilon$$

E: 杨氏模量, Pa; σ : 张力或压力, Pa; ε : 受张力或压力的形变

3.1.2 剪切模量 (G) 剪切或扭转的弹性模量

$$G = \tau / \gamma$$

G: 剪切模量, Pa; τ : 剪切或扭转的力, Pa; γ : 剪切或扭转的形变

3.1.3 泊松比 (ν)

在材料的比例极限下的平均分布的轴向压力所得到的相应的轴向应变的横向应变的比率

注: 对各向同性的材料, 杨氏模量 (E), 剪切模量 (G), 泊松比 (ν) 之间的对应关系遵守下面的公式:

$$\nu = E / (2G) - 1$$

3.2 振动

3.2.1 弯曲振动

在与长度尺寸垂直的平面的细长束的振动时明显的那些振动。

注: 也可以定义为在弯曲模式下的振动。

3.2.2 扭转振动

围绕长度尺寸轴扭曲的的细长束的每个横截面的明显的那些振动。

注: 也可以定义为在扭转模式下的振动。

3.3 共振

如果细长束进入上述的任一种振动模式, 加强频率会出现相应的改变, 将一定数值的驱动力达到最大值的状态。

注: 共振频率是由试样的弹性模量、质量、尺寸等决定的正常的振动频率。

4 测试方法概要

使用连续变化的频率激发试样, 测量矩形棱镜或圆柱状试样的弯曲或扭转频率的试验方法。使用传感器来将循环电子信号转换为对试样的循环机械力, 来对试样进行机械激发。另一个传感器测量试样的机械振动结果, 并将结果转化为电子信号。用示波镜或其他设备测量信号的振幅和频率, 以检测共振。谐振频率时达到最大的响应。根据试样的基本谐振频率、尺寸和质量计算动力学弹性模量。杨氏模量由弯曲共振频率确定, 剪切模量由扭曲共振频率确定, 还有试样的尺寸和质量。泊松比由杨氏模量和剪切模量共同确定。

5 试验仪器

5.1 概述

有很多方法可以测量试样的共振频率。通过振荡器直接机械接触来激发试样, 或者通过振荡器的一根线来暂停。通过在一个表面贴上磁性材料的薄片或在一个表面贴上电极来静电化, 可以将试样静电化。

图 1 列出了一个试验仪器的例子。激励电路包含一个振荡器, 一个放大器, 一个驱动器和一个频率计数器。检测电路包含一个检波器, 一个放大器, 一个振荡器。图 1 列出了试验仪器的悬挂型式。图 2 所示的试验仪器的直接接触支撑型式也是可能的。它包含一个用于产生正弦电压的可变频率的声波振荡器, 和一个功率放大器、合适的变频器以将电子信号转换为机械驱动振动。一个频率仪表 (最好是数字式) 来监控声波振荡器的输出以保证精确的频率测量。一个合适的悬挂连接系统支撑试样。一个变频器检波器将用于检测试样的机械振动并通过一个放大器转换为电子信号, 并显示在一个指示仪表上。这个仪表可以是一个电压计, 一个电流计或者一个示波镜。推荐使用示波器, 可以让操作者准确地鉴别出共振, 包括高的序列谐波, 使用 lissajous 图表分析。如

果要求 lissajous 图表，振荡器的输出要与示波镜的水平盘连接。

5.2 振荡器

振荡器应能够在 100Hz 到 20Hz 范围内改变频率，频率分辨率为 1Hz，最大频率偏差为 1Hz/min。

5.3 放大器

声波放大器要有足够的功率输出以确保使用的变频器的型号能激发一定试样质量的衰减在一定的范围内。在检波器电路上的功率放大器应该与选择的检波器变频器型号阻抗匹配，并相当于一个前作用域放大器。

5.4 驱动器

驱动器应能够将电子振动转化为机械振动。在发生 -3dB 功率损失之前，驱动器变频器的频率响应超出影响的频率范围应该至少有 6.5kHz 的波段。

注：为了适应相关的试验，有效的适用波段至少应与表 1 中列出的频率范围一样大。

5.5 检波器

检波器应该能产生与试样机械振动的振幅、速率、加速度成比例的电压。在发生 -3dB 功率损失之前，检波器的频率响应超出影响的频率范围应该至少有 6.5kHz 的波段。

注：为了适应相关的试验，有效的适用波段至少应与表 1 中列出的频率范围一样大。

5.6 频率计数器

频率计数器，最好是数字式的，测量频率的准确度应在 $\pm 1\text{Hz}$ 以内。

5.7 试样悬挂方法

对试样的自由振动的振动频率没有重要影响的任何支撑试样方法都是允许的。一般通过细线或金属丝悬挂来支撑试样，也可以直接接触支撑。如果试样是下面接触，支撑物应该由橡胶、软木或类似的材料做成，且与试样的接触面积越小越好。如果试样通过驱动和检测变频器来悬挂，可以使用细线或金属丝。与试样的质量相比，悬挂系统的振动质量应该可以忽略不计。对电磁或静电方法而言，与试样的质量相比，粘贴在试样上的磁性金属片或电极的质量也应可以忽略不计。

5.8 千分尺

与 ISO3611 的规定一致，千分尺的分辨率至少达到 0.002mm，或者是试样尺寸的 0.1%。用它来测量试样的厚度、宽度和直径。也可以使用其他分辨率达到 0.002mm 或更佳尺寸测量工具。

5.9 游标卡尺

与 ISO606 的规定一致，千分尺的分辨率至少达到 0.05mm，或者是试样尺寸的 0.1%。用它来测量试样的长度。也可以使用其他分辨率达到 0.05mm 或更佳尺寸测量工具。

5.10 天平

用于测量试样重量的天平，分辨率至少达到 1mg，或者是试样重量的 0.1%，或更佳。

6 试样

试样应该是矩形截面的，或者是圆形截面的棒。仅在弯曲共振测试中才能使用圆形截面的棒。当试样含有较多的缺陷，如大的表面或内部的裂纹或里面的空洞时，这个测试方法时不能令人满意的。

a) 对弯曲共振，试样长度 (L) 要大于 40mm，长度 (L) 与厚度 (t) 的比率， L/t ，或长度与直径 (d) 的比率， L/d ，应该大于 20；

b) 对扭转转动，试样长度 (L) 要大于 40mm， L/t 应该大于 20，宽度 (b) 与厚度 (t) 的比率， b/t ，应该在 3 到 10 的范围内，最好的比率是 5；

c) 试样的平行度，在横过长度和宽度时在 0.1% 以内，在横过厚度时在 0.5% 以内；

d) 试样的表面要光滑、平直。使用一个细的研磨 (400 目或更细的砂纸) 来最后处理试样表面。机械加工程序不能影响试样结果；

- e) 试样的边不能倒角。然而，如果试样的边上掉下的碎片影响试样结果的话，试样的边要倒角，但倒角的数量要尽可能小；
- f) 对悬挂方法，优先的，试样的重量至少 5g，以为了保证悬挂系统是垂直的。

7 试验程序

7.1 尺寸和质量的测量

烘干试样至恒重。试样的重量精确到 1mg，或者试样重量的 0.1%。在试样上选择三个点，测量厚度，宽度或直径，精确到 0.002mm 或尺寸的 0.1%，计算三个测量结果的平均值。测量试样长度，精确到 0.05mm 或长度的 0.1%。

7.2 试样的放置

适当地放置试样。如果测量到弯曲共振的基本模式，振动节点会出现在从每个末端的总长度的 0.224 倍的距离处。如果使用细线或金属丝来悬挂试样，以利于驱动和检测振动，将线放在节点的外面，如图 1 所示，最好是距离每个末端 0.2 倍的总长度。如果试样是从下面支撑，如图 2 所示，放置两个支撑物在节点上。如果测量到扭转共振的基本模式，振动节点将会出现，如图 3 所示。如果试样是从下面支撑，在试样中间放置一个支撑，如图 3 所示。如果用细线悬挂试样，在试样的对角线位置放置支撑，如图 4 所示。悬挂设备应该允许试样的自由振动。最好用棉线悬挂试样。最好用软木或橡胶支撑试样。

7.3 共振频率的测量

开动机器，保证足够激发试样的功率被传递到驱动变频器。将检波器电路的增量设置足够高，以检测试样的振动并在示波器屏幕上有足够振幅来显示检测结果，在信号振幅最大的时候精确测量频率。调整示波器，当没激发试样的时候存在一个清晰的水平基线。在示波器上显示一个最大振幅的正弦曲线图案或单个封闭回路 lissajous 图案的试样的弯曲或扭转共振之前，用声波振荡器扫描频率。推荐扫描的时候从低频率开始，然后逐渐增加。为了校验频率是基本的而不是一个泛频，需要鉴别节点或波幅的位置或者一个或多个的泛频。如果测量到一个剪切模量，将联结补偿到变频器，可以感应和检测到扭转振动模式，见图 3、图 4。

注：基本弯曲模式的正确鉴别很重要，因为系统中固有的虚假频率会产生影响，特别时在检测微弱响应的试样并要求良好的激发功率和检测灵敏度的时候。在试样上确定节点位置的一个方法是沿着试样长度方向移动检波器；当输出振幅趋于零的时候，意味着检测到一个节点。当输出振幅达到一个当时的最大值时，意味着检测到一个波幅。另一个确定节点位置的方法（通常用细绳悬挂）是在试样假定的节点或振幅的位置放置一个交叉的细长棒。如果不影响输出振幅，那么棒是在节点的位置上；如果输出振幅趋于零，那么刚好在波幅的位置上。可以通过在试样表面扩展精细自由流动的功率并观察它在节点的排列来确定节点的位置。当检测到少数弯曲共振频率时，如果第一个三个波幅的频率与最低频率的数字比率分别是 2.7/5.4/8.9，可以确认最低的频率是基本的。注意这些比率是在理想条件下的对单梁而言的。典型的比率会稍微低一些。

8 计算

8.1 对矩形截面的试样，使用下面的公式计算动力学杨氏模量：

$$E = 0.9465 \frac{mf_f^2}{b} \left(\frac{L}{t} \right) \left[1 + 6.585 \left(\frac{t}{L} \right)^2 \right]$$

其中：E：动力学杨氏模量，Pa m：试样的质量，kg f_f ：基本弯曲共振频率，Hz
b：试样的宽度，m L：试样的长度，m t：试样的厚度，m

8.2 对圆形截面的试样，使用下面的公式计算动力学杨氏模量：

$$E = 1.6067(mf_f^2)\left(\frac{L^3}{d^4}\right)\left[1 + 4.939\left(\frac{d}{L}\right)^2\right]$$

其中：d：试样的直径，m

8.3 对矩形截面的试样，使用下面的公式计算动力学剪切模量：

$$G = \frac{4Lmf_f^2}{bt} \left(\frac{B}{1+A}\right)$$

其中：G：动力学剪切模量，Pa f_f ：基本扭转共振频率，Hz

B：通过下列公式计算得出的形状系数：

$$B = \frac{[(b/t) + (t/b)]}{[4(t/b) - 2.52(t/b)^2 + 0.21(t/b)^6]}$$

A：经验修正系数，按照图 5 得出或者根据下列公式计算：

$$A = \frac{[0.5062 - 0.8776(b/t) + 0.3504(b/t)^2 - 0.0078(b/t)^3]}{[12.03(b/t) + 9.892(b/t)^2]}$$

8.4 根据下列公式计算动力学泊松比：

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1$$

其中：ν：动力学泊松比

9 试验报告

试验报告要包含如下内容：

- a) 试验室的名称；
- b) 使用的设备；
- c) 试验的日期；
- d) 试样的数量；
- e) 试样的几何形状和质量；
- f) 试样操作者的名字；
- g) 专门试验的确认；
- h) 共振频率的数值；
- i) 动力学杨氏模量、动力学剪切模量、动力学泊松比的数值；
- j) 关于试样的描述：
 - 1) 成分和来源；
 - 2) 机械加工条件，表面完成情况和边缘情况；
 - 3) 其他信息，试样历史，处理情况等；
- k) 其他相关的描述。