



中华人民共和国国家标准

GB/T 24584—2009/ISO 19819:2004

金属材料 拉伸试验 液氦试验方法

Metallic materials—Tensile testing—Method of test in liquid helium

(ISO 19819:2004 Metallic materials—
Tensile testing in liquid helium, IDT)

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准等同采用 ISO 19819:2004《金属材料 液氮拉伸试验》(英文版),在主要技术内容上与 ISO 19819 完全相同,编写结构完全对应,在第 4 章中增加了标准中使用的 a_0 和 b_0 两个符号及说明;在附录 A 中补充了直径为 3 mm 类型的试样,并修改了图 A.1 和图 A.2。

本标准等同翻译国际标准 ISO 19819:2004。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除了国际标准的前言;
- 规范性引用文件中引用了与国际标准相对应的国家标准。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

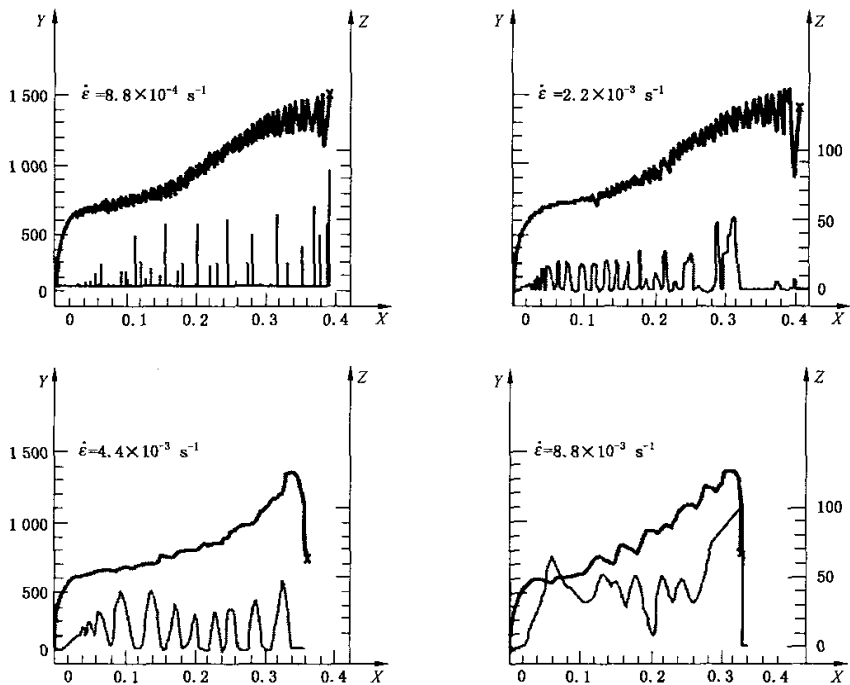
本标准起草单位:北京有色金属研究总院、中国科学院理化技术研究所、北京钢铁研究总院。

本标准起草人:王福生、孙泽明、朱其芳、赵立中、高怡斐。

引 言

材料在位移控制的液氮拉伸试验时,力-时间和力-伸长曲线上可产生锯齿,锯齿是由不稳定的塑性变形和阻力反复冲击造成的。不稳定的塑性变形(不连续屈服)是一个不同步的过程,在高于一般的应变速率条件下,伴随试样内部发热,产生在试样平行长度的局部区域内。

奥氏体不锈钢与各种不连续屈服的锯齿形的应力-应变曲线的实例见图 1。



X——应变(变形);
Y——应力,(力)N/mm²;
Z——温度,K。

图 1 AISI 304L 不锈钢在液氮拉伸试验中,四种不同的标称应变速率下的
典型应力-应变曲线图及温度记录

试样温度不能在液氮试验的整个时间里保持恒定。绝热增温时,在每个不连续屈服锯齿内,试样平行长度局部区域内的温度暂时会高于 4 K(见图 1)。锯齿的数量和力值下降程度是材料成分和其他参数(例如试样尺寸和试验速度)的函数。一般来说,改变力学试验变量可改变锯齿的类型,但不能消除不连续屈服,室温下材料变形接近等温、一般不发生不连续屈服,因此材料在液氮的拉伸性能(特别是抗拉强度、断后伸长率和断面收缩率),缺少室温性能测量的含义。

材料液氮试验的应力-应变特性曲线取决于应力控制还是位移控制。本标准规定位移控制是要按传统方法进行材料表征。当数据被用于真正以应力控制为条件的设计时,应考虑到各种各样的可能性和对材料特性曲线不太合适。

金属材料 拉伸试验 液氮试验方法

1 范围

本标准规定了金属材料在液氮温度(沸点是 $-269\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 4.2 K ,指定为 4 K)下的拉伸试验方法,并且规定了可以测定的力学性能。

本标准也适用于需要特殊设备、较小试样以及涉及到锯齿形屈服、绝热增温和应变速率影响的低温(温度低于 $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 77 K)拉伸试验。

为了依照本标准规定的 4 K 的试验温度完成拉伸试验,需将试样安装在低温恒温器里并完全浸泡在液氮(He)中。试验采用位移控制使试验过程中的公称应变速率不高于 10^{-3} s^{-1} 。使用应力控制或更高的应变速率将不在本标准考虑范围内。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 12160 单轴试验用引伸计的标定(GB/T 12160—2002,ISO 9513:1999,IDT)

GB/T 13239 金属材料 低温拉伸试验方法(GB/T 13239—2006,ISO 15579:2000,MOD)

GB/T 16825.1 静力单轴试验机的检验 第1部分:拉力和(或)压力试验机测力系统的检验与校准(GB/T 16825.1—2008,ISO 7500-1:2004,IDT)

3 术语和定义

GB/T 13239 规定的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

绝热增温 **adiabatic heating**

由于试样在一定条件下变形会产生内热,而这些由塑性功所产生的热量并不能很快地消散于环境制冷剂中,这种试样温度的增加称为绝热增温。

3.2

轴向应变 **axial strain**

在试样表面纵轴方向上对称或等间距位置的不同侧面测量的应变的平均值。

注:纵向应变是由两个或多于两个的位于试样平行长度上中间部分的应变传感器所测量的。

3.3

弯曲应变 **bending strain**

试样表面应变与轴向应变之间的差值。

注:试样的弯曲应变在沿着圆周的方向和平行长度的方向上各不相同。

3.4

真空瓶 **dewar**

容纳低温流体的真空绝热容器。

3.5

不连续屈服强度 **discontinuous yielding strength**

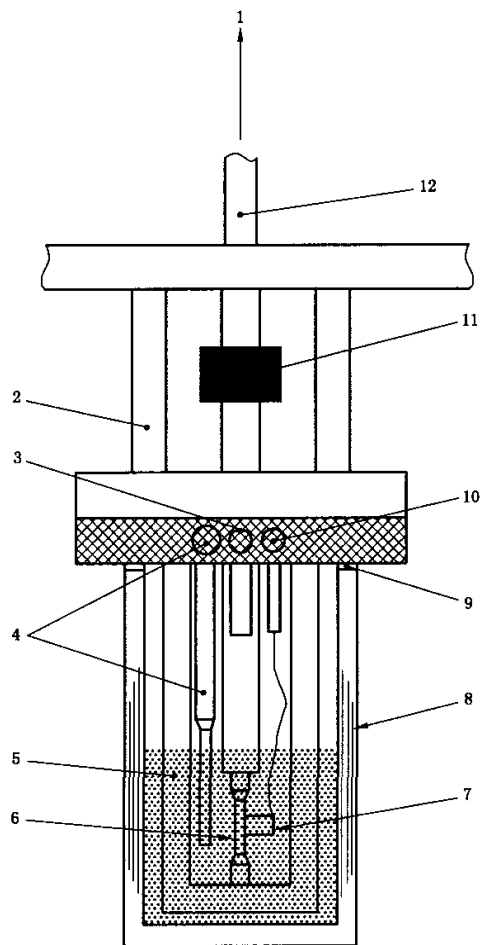
R_i

在应力-应变曲线上的第一个可测量的锯齿开始时的峰值应力。

3.6

低温拉伸恒温器 tensile cryostat

使试样在低温环境中受到拉应力的一种试验装置(见图 2)。



- | | |
|-------------|------------|
| 1——力； | 7——引伸计； |
| 2——室温机架； | 8——真空瓶； |
| 3——排气孔； | 9——真空瓶密封圈； |
| 4——真空绝热输液管； | 10——电反馈通道； |
| 5——低温机架； | 11——力传感器； |
| 6——试样； | 12——拉杆。 |

图 2 液氮温度下拉伸试验用典型的低温恒温器示意图

4 符号和说明

符号和相应的说明如表 1 所示。

表 1 符号和说明

符 号	单 位	说 明
A	%	断后伸长率 $A=(L_u-L_0)\times 100/L_0$
a_0	mm	矩形横截面试样平行长度的厚度
b_0	mm	矩形横截面试样平行长度的宽度
d_0	mm	圆形横截面试样平行长度的直径
F_m	N	最大力
L_c	mm	试样平行长度
L_e	mm	引伸计标距
L_0	mm	试样原始标距
L_u	mm	试样断后标距
R_i	N/mm ²	不连续屈服强度
R_m	N/mm ²	抗拉强度
$R_{p0.2}$	N/mm ²	0.2%规定塑性延伸强度
S_0	mm ²	原始横截面积
S_u	mm ²	断后最小横截面积
Z	%	断面收缩率 $Z=(S_0-S_u)\times 100/S_0$
注：1 N/mm ² = 1 MPa。		

5 试验原理

试验在液氮温度(−269 ℃或 4 K)下对试样施加拉力一般拉至断裂,测定第 3 章定义的一项或几项低温力学性能。

6 试验设备

6.1 试验机

6.1.1 概述

试验机准确度级别应符合 GB/T 16825.1 的要求,并应为 1 级或优于 1 级。

6.1.2 试验机的柔度

试验设备(试验机和低温装置)的柔度(在试验力的作用下设备本身的位移百分比)应该是已知的。为了测量试验机的柔度应将一刚性试样或专用标定试样连接在加力系统中。并按 6.1.5 施加一个较低的试验力和一个试验机所允许的最大试验力分别测量柔度。

注：不同的柔度可能对试样的延伸率和抗拉强度产生影响,因为在柔度较小的试验机上试样会发生较大的不连续变形。

6.1.3 系统设计

材料在液氮中的强度通常是室温的两倍或更高。低温状态下对于相同几何尺寸的试样,恒温器、加力系统零部件以及卡具都将承受更大的力。由于很多试验机的容量都不超过 100 kN,建议设备在设计中应考虑 7.2 中所引用的小型试样。

6.1.4 选用材料

许多材料,包括绝大多数的铁素体钢在 4 K 的温度下会变脆。为避免设备损坏,制造卡具以及其他加载链零部件的材料应选用强度高、韧性好的低温合金。具有低导热性的材料可以有效的阻止热传

导。奥氏体不锈钢(022Cr19Ni10N)、马氏体钢(如1Cr13等有防锈镀镍层)、锻造镍基超耐热合金以及钛合金(TC4或TA7)已经被用于夹具、拉杆以及恒温器框架的制作。非金属材料(例如环氧树脂复合物)是优良的绝热体被用于制作抗压件。

6.1.5 对中

在拉伸试验中准确的系统对可是使弯曲应变最小化的基本手段。设备和夹具应该被调整至载荷能够精确作用于标定试样上使得最大的弯曲应变不超过轴向应变的10%。为使弯曲应变降低到可接受的水平,应调整拥有调节功能的恒温器上的平衡调节器,或使用间距垫片来补偿不可调的恒温器。对于一台合格的设备来说,应变的计算是依据标定试样在较低和最大载荷下的读数来确定的。

可在室温和4 K的温度下使用轴对称测量法检查试验设备是否合格。为完成设备的轴对称性试验,试样的成分以及恒温器的选用应与实际低温试验相同,并且试样的分散性要尽可能的小。在加载过程中试样在平行长度内不能发生塑性应变。在一些情况下有必要使用相对硬的、高强度的标定试样。

对于圆柱形的试样,计算由3.3定义的最大弯曲应变应采用三个电阻应变计、引伸计或夹规分别安装在试样平行长度上的中间以及等间距的圆周上。

对于横截面为方形或矩形的试样,应在两平行面(对称的)的中心位置量取应变;对于薄板形试样,应在两个宽面的中心位置测量应变。

对于螺纹或用销钉连接的夹具,可以依照以下步骤来评估试样偏斜的影响。在保证夹具以及拉杆不动的情况下将试样旋转180°,重复轴对称测量。然后计算最大弯曲应变和试样的轴向应变。如果用其他的夹具或连接方法来评估试样偏斜的影响应在报告中注明。

拉伸试验中当在试样的唯一位置测量较小应变时,加载的不同轴性(可能由于试样机加工而引起)是引起测量误差的主要因素。因此我们需要在试样的平行长度上取等间距的三个点(或者如果设备的对中非常好,至少应取对称的两点)分别测量应变。最后报出在试样平行长度内中心对称的三个点或两个点的应变平均值。

6.1.6 夹具

根据试样类型应选择不同的夹具。为避免设备损坏应选用由耐低温材料制造的低温专用夹具。

6.2 低温恒温器及其辅助设备

6.2.1 低温恒温器

低温恒温器应能够保存液氮。对于现有的试验机来说低温恒温器的机架是特制的,但是通过商业渠道我们可以买到真空瓶。低温恒温器有可能附带可调节载荷方向的旋钮以便对中调整。

6.2.2 真空瓶

不锈钢的真空瓶(抗冲击性能更好)比玻璃的真空瓶更安全。一般对于短时的拉伸试验来说单层的液氮真空瓶(见图2)就足够了。当然也有可能采用双层的真空瓶,外层充满液氮,内层则注入液氮。

6.2.3 辅助设备

真空瓶和液氮输液管需要真空绝热。因此需要真空泵、高压空气以及液氮瓶等辅助设备。

6.3 液面指示器

为了确保预定的试验条件就需要维持环境中的液氮在一定水平。在常规试验中,由于试样是完全浸泡在液氮中的,因此没有必要使用热电偶来测量其表面温度。可通过指示器或仪表以确保在整个试验中试样完全浸泡在液氮中。在低温恒温器中位于某些参考点的碳电阻指示开关将被用于确保液面总是保持于试样以上。另外,也可选择在低温恒温器内的垂直位置安装适当长度的超导线传感器用以连续监视液面高度。

6.4 引伸计

6.4.1 类型

只要能在液氮温度下正常工作,各种类型的引伸计均可使用。

引伸计的准确度级别应符合GB/T 12160的要求。测定规定塑性延伸强度、不连续屈服强度应使

用不劣于 1 级准确度的引伸计；测定其他具有较大延伸率的性能，应使用不劣于 2 级准确度的引伸计。

为了测量规定强度，建议使用平均引伸计。最好能在试样的平行长度部分直接安装或加工引伸计专用的刀口。

用电容引伸计测量时，应使用可进行灵敏度调节的线性部分。

为了避免由于应变片发热而使应变片周围产生气泡从而影响应变信号，应适当调节应变系统中的桥路电压使其不影响应变信号的测量。

注：在试验过程中只要应变片周围的温度保持恒定，而且电压又不是高到足以引起液氮过于沸腾，应变片的自热就不会成为问题。

当测量 4 K 温度的应变时可将应变片直接粘结于试样表面。在低温下使用应变片时，应注意应变片、基材材料以及粘结剂的选择和结合性。然而，也应该考虑到在应变还未到达 0.2% 塑性延伸强度时应变片粘结松脱的情况。

6.4.2 标定

引伸计需要在室温及 4 K 温度下进行标定。对于在 4 K 温度下的标定，可以使用长度测量装置，如配有垂直伸缩管的千分尺，将其低温端与引伸计安装好后浸泡于液氮中。如果标定结果是已知的而且被证明是精确的、线性的和可重复的，那么在每次试验之前的室温检查可以认为是对在 4 K 温度标定的间接验证。应定期的对引伸计进行在 4 K 温度下的直接标定，在设备可能损坏或设备进行修理之后，直接标定更为重要。

7 试样

7.1 概述

试样的形状和尺寸一般由产品的形状和尺寸决定。

7.2 标准圆柱试样

为了符合传统试验机的加载限制，在 4 K 温度下的标准试样定为直径 7 mm 且原始标距(L_0)与直径(d_0)的比值为 5。两端螺纹或者台阶连接是这种试样的常用连接方法，且通过精确的机加工需要满足 6.1.4 的要求。

7.3 备用方案

如果如 7.2 所述的标准试样由于某些原因而不适用，也可以使用其他尺寸及横截面形状的试样。金属丝材由于直径很小是圆柱试样的一个特例。在附录 A 中提供了圆柱试样及板材试样的实例。

7.4 关于试样的其他要求

当试样直径较小时，试样在加工及试验过程中都需要特别的小心。因为随着试样尺寸的减小，诸如加工、表面处理及同轴度等因素就会变得非常重要。

7.5 取样

为了确保试样的选取对于产品来说具有代表性，拉伸试验的取样应在材料的最终条件下进行。

在原材料上认为最具代表性的位置进行试样的切割。取样位置大致如下：

- a) 对于厚度或直径小于 40 mm 的产品，取样位置应在中心区域；
- b) 对于厚度或直径不小于 40 mm 的产品，取样位置应在距表面与中心距离相等的位置。

8 试验条件

8.1 试样的安装

安装试样于低温恒温器中。注意应使仪器的信号线充分的松弛，这样在定位真空瓶或在试验时就不会使信号线发生拉伸或折皱的现象。

在对中过程中，应始终保持拉伸力低于材料弹性极限的三分之一。随后维持一个适当的力，确保在冷却过程中试样仍然保持对中。

注：在降温过程中，为了维持对中而又避免试样发生不受控制的应变应采用自由加载条件。

8.2 冷却过程

试样、引伸计和加力系统等不同部位形成的冰块可以堵塞液氮输液管或引起试验力异常。为避免结冰,在冷却之前应去除设备中的所有可能产生冷凝物的液体,可以使用空气喷射器或热吹风机彻底干燥仪器。如果引伸计配有保护外壳,安装好引伸计以便液氮能自由的在引伸计的活动范围流动,从而避免气泡的附着和与其相关的噪音。

安装真空瓶并向低温恒温器中注入液氮对设备进行预降温。在沸腾平息(达到热平衡)之后排空低温恒温器中的所有液氮,然后向低温恒温器中输入液氮直到试样和卡具完全浸入液氮中。当系统在 4 K 的温度下达到热平衡之后就可以开始试验了。在试验过程中,试样应一直浸泡在液氮中。

注:气态氮比液态氮的热传导性能要低,因此试样应完全浸泡在液氮中使温升对力学性能测量的影响最小。

8.3 试验速率

8.3.1 速率控制

液氮温度下拉伸性能的测量会受到试验速率的影响,因此试验需要包括测量和控制位移速率的方法。鉴于不连续屈服现象的影响,实际的试验速率是不可能精确的被控制及保持的,因此需要规定一个公称应变速率。公称应变速率是根据平行长度的位移速率计算出来的。

8.3.2 速率限制

可使用任意的位移速率使应力达到屈服强度的一半。之后,应控制位移速率使公称应变速率不超过 10^{-3} s^{-1} 。更高的应变速率可能造成过高的试样发热,这会影响材料力学性能的测量准确性。

8.3.3 速率范围

一般 4 K 温度下拉伸试验,推荐的应变速率范围是 $10^{-5} \text{ s}^{-1} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$,但是一些材料在这个范围内显示出一定的对应变速率改变的敏感性,一些奥氏体高强钢在 $10^{-4} \text{ s}^{-1} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 应变速率范围内的拉伸性能显示出轻微的改变,而其他一些强度与导热率较高的材料(如钛合金)也可能显示出类似的倾向。因此,在一些试验中可以考虑使用非常低的应变速率, 10^{-3} s^{-1} 仅作为本标准所允许的最大应变速率。

对应变速率的适当改变也是允许的。例如,如果测量不连续屈服起始点的应变就需要适当降低应变速率。如果在应力-应变曲线上的第一个锯齿的起始点与 0.2% 的塑性变形相距很近,为了避免与测量屈服强度发生冲突就需要通过减小试验速率来推迟第一个锯齿的发生(见图 3),可在试验初始用较低的应变速率来测量屈服强度而后适当增加应变速率来完成试验。

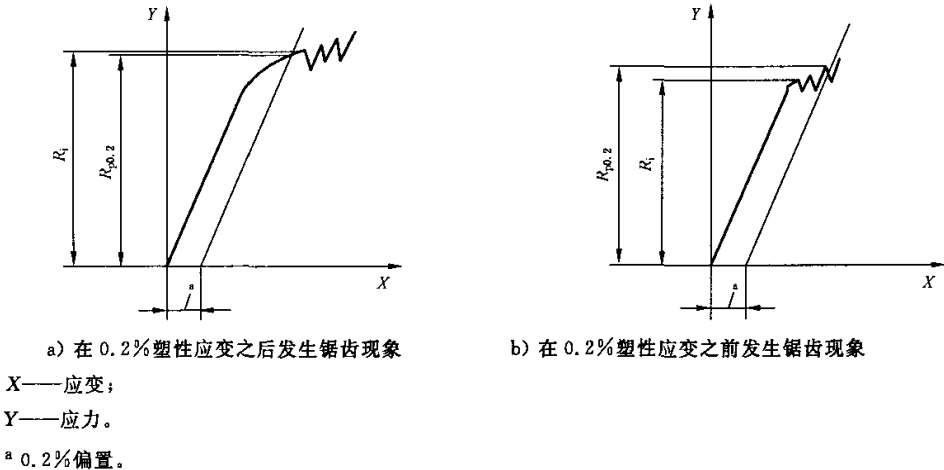


图 3 利用偏置法测量屈服强度(R_y)的应力-应变曲线图

9 试验程序

9.1 原始横截面积(S_0)的测定

试样的原始横截面积是通过对其尺寸的适当测量而计算出来的,使用的长度测量仪器误差不应超过 0.5% 或 0.010 mm,取其较大者。

9.2 标记原始标距(L_0)

在试样平行长度内的适当位置可以使用墨水或划线器进行标记。在进行标记之后,需要对原始标距进行测量,测量精确到 0.1 mm。

对于延展性低的金属,在其平行长度上采用打点或划线的方法进行标记可能由于应力集中而导致失败。为了避免这种情况,可以使用墨水在试样的平行长度内喷涂表面涂层,然后取适当的间距在试样表面刮掉涂层从而达到标记原始标距的目的。也可以使用试样的台阶或试样的全长作为原始标距来计算延伸率,在这种情况下有可能由于测量截面发生改变而产生误差,因此测量结果也是有局限性的。

9.3 断后伸长率(A)的测定

断后伸长率的测定应符合表 1 中给出的定义。

9.4 0.2% 塑性延伸强度($R_{p0.2}$)的测定

根据力-延伸曲线图测定塑性延伸强度($R_{p0.2}$),划一条与曲线的弹性直线部分平行,且在延伸轴上与此直线段的距离等效于塑性延伸率,例如 0.2% 的直线,此平行线与曲线的交点给出相应于塑性延伸强度所求规定的力。此力除以试样的原始横截面积(S_0)得到规定塑性延伸强度。如果 0.2% 偏置线与曲线交点的对应试验力处于不连续屈服区域内,那么在这段曲线下降以前的最高应力就作为材料的规定强度(见图 3)。

使用自动装置(例如微处理机等)或自动测试系统测定塑性延伸强度,可以不绘制力-延伸曲线图。

9.5 不连续屈服强度(R_L)

与开始发生不连续屈服的点相对应的应力值,可以用应力-应变曲线中第一个可测量的锯齿(见图 3)开始时的最大试验力除以试样的原始横截面积得到不连续屈服强度。

9.6 抗拉强度(R_m)

拉伸试验过程中试样受到的最大试验力除以试样的原始横截面积得到试样的抗拉强度。

9.7 断面收缩率(Z)

断面收缩率的测定应符合表 1 中给出的定义。

10 试验报告

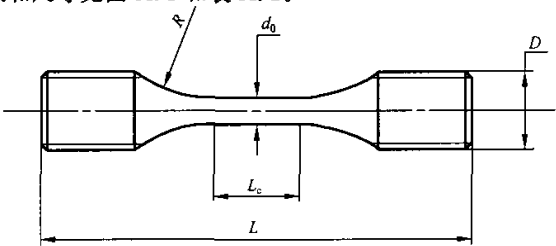
试验报告中至少需要包含以下内容:

- 本标准编号;
- 材料的描述:材料的鉴别、制造、加工、热处理条件以及相关的冶金信息;
- 试样的描述:取样位置及取样方向、试样尺寸(包括横截面尺寸、过渡圆角曲率半径、平行长度);
- 应变速率:完整试验的位移速率和标称应变速率。如果在试验过程中速率发生改变,注明在速率改变前后的有效标称应变速率;
- 试验结果:0.2% 塑性延伸强度、抗拉强度、断后伸长率及其计算方法、圆柱试样的原始标距与直径的比率以及断面收缩率。

注:以下信息可有选择性提供:在 4 K 温度下的弹性模量、试验力-位移曲线图、试样的断裂位置及方式、工作条件、制造商、试验材料的平均晶粒度、室温机械性能、包括低温恒温器在内的试验机柔度、试验机类型及参数、低温设备的类型、引伸计的类型及性能(有效的标定范围)、应力-应变曲线图、在 0 到 1% 应变下的应力-应变曲线图、不连续屈服强度以及测定时的应变速率,如果试验重复多根试样,注明试验次数、所有测得机械性能的平均值以及数据的分散性。

附录 A
(资料性附录)
液氮拉伸试样类型

A.1 标准圆柱试样形状和尺寸见图 A.1 和表 A.1。



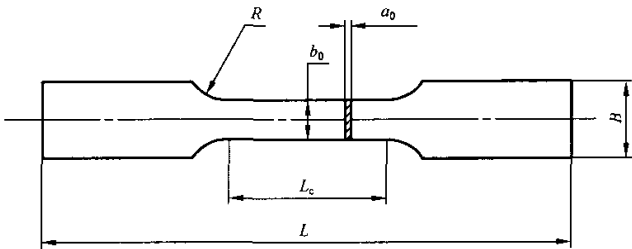
注：试样头部仅为示意性,可根据试验卡具自行设计。

图 A.1 标准圆柱试样
表 A.1 圆形横截面试样

单位为毫米

d_0	D	R	L_c	L
7	M14×2	20	65	105
6.25	M12×1.75	10	40	84
5	M10×1.5	5	30	56
3	M6×1	3	18	38

A.2 矩形横截面试样形状和尺寸见图 A.2 和表 A.2。



注：试样头部仅为示意性,可根据试验卡具自行设计。

图 A.2 矩形横截面试样
表 A.2 矩形横截面试样

单位为毫米

b_0	B	R	L_c	L
6 ± 0.1	23	12	28	96
3 ± 0.05	12	6	17	48