



中华人民共和国国家标准

GB/T 14390—2008/ISO 17565:2003
代替 GB/T 14390—1993

精细陶瓷高温弯曲强度试验方法

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)—
Test method for flexural strength of monolithic
ceramics at elevated temperature

(ISO 17565:2003, IDT)

2008-09-18 发布

2009-05-01 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 17565:2003《精细陶瓷(先进陶瓷,先进技术陶瓷)——高温下块体陶瓷的弯曲强度试验方法》。

本标准与 ISO 17565:2003 相比做了下列编辑性修改:

——“ISO 7500-1”、“IEC 60584-1”改为“GB/T 16825.1”、“GB/T 16839.1”;

——小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;

——删除了国际标准的附录 E。

本标准代替 GB/T 14390—1993《工程陶瓷高温弯曲强度试验方法》。

本标准与 GB/T 14390—1993 相比主要变化如下:

——标题“工程陶瓷”一词修改为“精细陶瓷”;

——增加了名词术语(见 3);

——增加了原理(见 4);

——试样尺寸修改为“对于跨距 30 mm 的试验夹具,试样长度 ≥ 35 mm;对于跨距 40 mm 的试验夹具,试样长度 ≥ 45 mm”(1993 版的 5.1;本版的 6.1.1);

——删除图 2(1993 版的图 2);

——删除图 3 增加图 1(1993 版的 2.2;本版的 3.2);

——增加辊棒描述以及三点弯曲和四点弯曲的设备(见 5.4.2~5.4.8);

——增加试样加工处理(见 6.2);

——增加试验步骤详细内容以及说明(见 7);

——增加了计算结果的准确度和精度及强度换算系数(见 9、11);

——取消了异常数据取舍方法,增加了附录 A(资料性附录)说明、附录 B(规范性附录)倒角修正系数、附录 C(规范性附录)热膨胀的修正、附录 D(资料性附录)weibull 尺度系数。

本标准附录 B 和附录 C 是规范性附录,附录 A 和附录 D 是资料性附录。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国工业陶瓷标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中国建筑材料科学研究总院。

本标准参加起草单位:武汉大学、中国科学院上海硅酸盐研究所。

本标准主要起草人:包亦望、宋一乐、万德田、蒋丹宇、陈调娣、张伟、胡云林、吕学良、邱岩、仇沱。

本标准于 1993 年首次发布。

精细陶瓷高温弯曲强度试验方法

1 适用范围

本标准规定了精细陶瓷和晶须或颗粒增强陶瓷复合材料的高温弯曲强度试验方法。

本标准适用于材料开发、质量控制、性能表征以及设计数据采集等用途。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而构成本部分的条款。凡注明日期的引用文件,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部分,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。凡不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 16825.1—2002 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(idt ISO 7500-1:1999)

GB/T 16839.1 热电偶,第1部分:分度表(GB/T 16839.1—1997, idt IEC 60584-1:1995)

ISO 3611 外径千分尺

ISO 14704 精细陶瓷室温弯曲强度试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

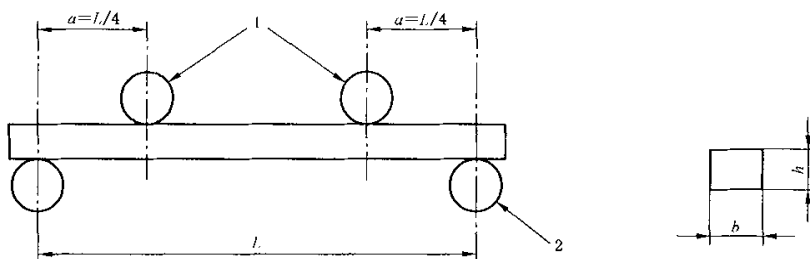
弯曲强度 flexural strength

试样受弯曲载荷作用下断裂时的最大应力。

3.2

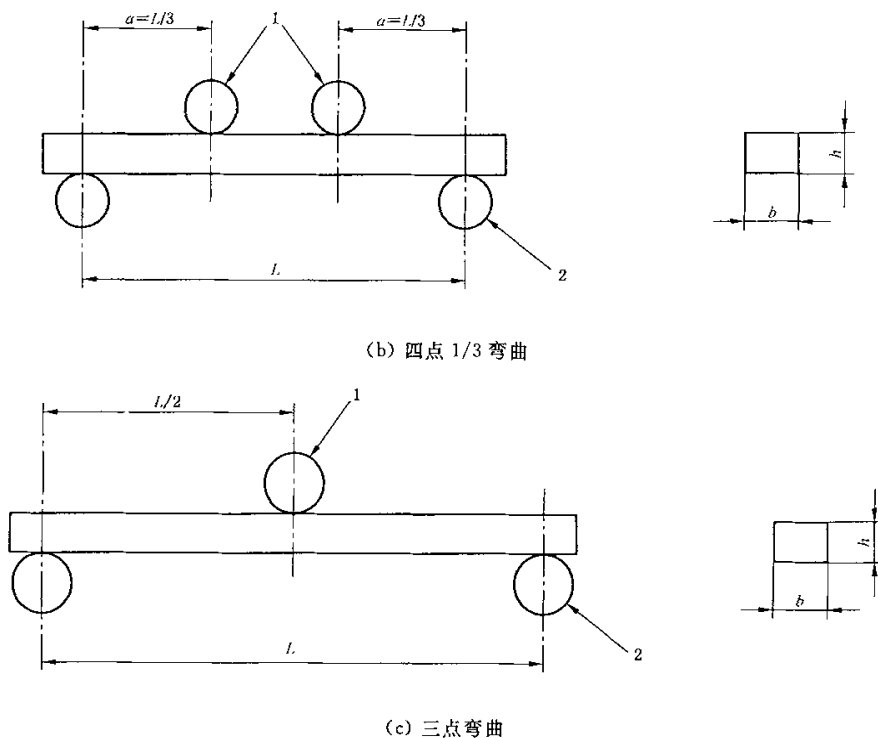
四点弯曲 four-point bending

一种测量弯曲强度的加载方式,试样被定位在两个下辊棒和两个上辊棒之间,上下辊棒在竖直方向相对运动使试样产生弯曲[见图1(a)和(b)]。



(a) 四点 1/4 弯曲

图 1 弯曲加载方式



1— 上压辊棒；

2— 支撑辊棒。

注：辊棒可以是耐高温的刚性圆柱棒。

图 1 (续)

3.2.1

四点弯曲—1/4 弯曲 four-point—1/4 point bending

四点弯曲的加载方式之一，指试样同一端的下辊棒与上辊棒的距离为跨距的四分之一〔见图 1(a)〕。

3.2.2

四点弯曲—1/3 弯曲 four-point—1/3 point bending

四点弯曲的加载方式之一，指试样同一端的下辊棒与上辊棒的距离为跨距的三分之一〔见图 1(b)〕。

3.3

三点弯曲 three-point bending

一种测量弯曲强度的加载方式，试样被安放在两个下辊棒和一个上辊棒之间，上辊棒位于下辊棒中间，上下辊棒相对运动使试样产生弯曲〔见图 1(c)〕。

注：推荐使用四点弯曲加载方式，因为这种方法在试样内部产生的均匀应力场区域较大。

4 原理

高温环境下弯曲强度测试是基于常温弯曲强度的测试原理。在高温环境下于空气或惰性气氛中进行试验，通过位移与时间的关系图来监控载荷，确保试样是在弹性状态下断裂的。假定试样材料为各向同性和线弹性，对横截面为矩形的长条试样施加弯曲载荷直到试样断裂，通过试样断裂时的临界载荷、跨距和试样尺寸计算出试样的弯曲强度。

5 仪器设备

5.1 试验机

材料试验机应具有均匀的横梁位移速度。应符合 GB/T 16825.1—2002 的规定,显示断裂载荷的误差小于 1%。

5.2 加热装置

5.2.1 概述

加热炉应可控制升温 and 保温。加热炉内可以是空气气氛、惰性气体气氛或真空气氛。若采用惰性气体气氛或真空气氛,则需要通过密封圈、真空管或相关装置来传输载荷,确保载荷损失或载荷测量误差小于临界载荷的 1%。

5.2.2 试样温度稳定性

加热炉保持恒温状态时温度变化应小于 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,以确保试样从加载直至断裂时都处在工作温度范围内。

5.2.3 试样温度均匀性

试样在加热炉内能均匀受热,保持恒温 15 min 后,试样各部位的温度差别不大于 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.4 加热炉升温速度

可以自动控制并调节升温速度,防止温度到达试验温度点后惯性升温过高。

5.2.5 加热炉稳定性

达到试验温度下的热平衡所需时间应可控。

5.3 温度测量和显示装置

5.3.1 概述

使用热电偶测温计时,应具有 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的分辨率和 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的精度。若使用光学高温计,至少有 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的分辨率和精度。

注:勿将分辨率与精度混淆。注意有些仪器分辨率为 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ (可直接读出),但精度却仅为 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。例如,精度为 1% 的仪器在 $1\text{ }200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时精度为 $\pm 12\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.2 热电偶

采用符合 GB/T 16839.1 的热电偶。热电偶应具有低的热惯性(金属丝的直径应不大于 0.5 mm)。在加热炉中的长度应该足够长以使热电偶测温计的探头尽可能接近试样或与试样接触。

注 1:有些加热炉为便于控制,安装一个反馈控制热电偶。另外在靠近试样的地方安置测试热电偶。

注 2:若试样位置可能偏移,热电偶不要太靠近试样。

注 3:若可能与试样发生化学反应,热电偶不能与其接触。

5.3.3 热电偶测温系统的校正

热电偶测温系统应定期校正。

5.3.4 红外测温计

对于使用热电偶测温计不适合的情况,可采用红外测温计,尤其是在 $1\text{ }600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上的高温。隐丝式、自动式、单波段光谱工作、双波段光谱工作、综合波长的高温计均可。红外测温计使用时要特别小心,以确保试验结果的准确度和精度。若加热炉有窗口,应对辐射的吸收或反射进行修正。窗口要足够大,以便发射的热辐射全部填充高温计的物镜,但不宜过大以免导致明显的热损失或者炉内的热梯度。

注:参考 ASTM(美国材料试验学会)E 452, E 639, E 1256 和 BS 1041 标准测试方法的第 5 部分。

5.4 试验夹具

5.4.1 概述

三点弯曲或四点弯曲测试采用图 1 和图 2 所示的加载方式,推荐使用四点 $1/4$ 弯曲加载方式。根

据试样的条件,采用加载方式可以是 ISO 14704 中规定的半可调或全可调的夹具。如果试样的平行度满足 6.1.1 和图 3 要求,可以选用半可调和全可调任一种夹具。否则应使用全可调夹具。

注 1: 加工过的试样具有平整和平行的表面,半可调的夹具就足够了。对于自然烧结、热处理或氧化后不经冷加工的试样不符合平行的要求,试样的扭曲会严重影响强度计算,所以一定要选用全可调的夹具。使用全可调夹具能确保辊棒均匀平滑地与试样表面接触。

注 2: 全可调夹具具有可以自由消除摩擦的辊棒。辊棒连接可以自由地与试样表面相接触。

注 3: 半可调夹具含可以自由滑动的辊棒。一对辊棒可以均匀地与试样表面相接触。实际情况会使测试装置的设计受到限制,氧化也会影响它的功能。在这种情况下要进行选择,功能性的偏差在试验报告中注明。

5.4.2 辊棒

试样由辊棒支撑和加载。辊棒的长度应不小于 12 mm。辊棒的直径约为试样厚度的 1.5 倍,建议直径 4.5 mm~5 mm。辊棒表面应光滑,直径的均匀性误差为 ± 0.015 mm。除了三点弯曲中间的辊棒外,其他辊棒都可以自由滚动以消除摩擦(见图 2)。在四点弯曲中,两个内侧辊棒可以往内自由滚动,两个外侧辊棒可以往外自由滚动。在三点弯曲中,两个外侧辊棒可以往外自由滚动,而中间的辊棒则固定不动。

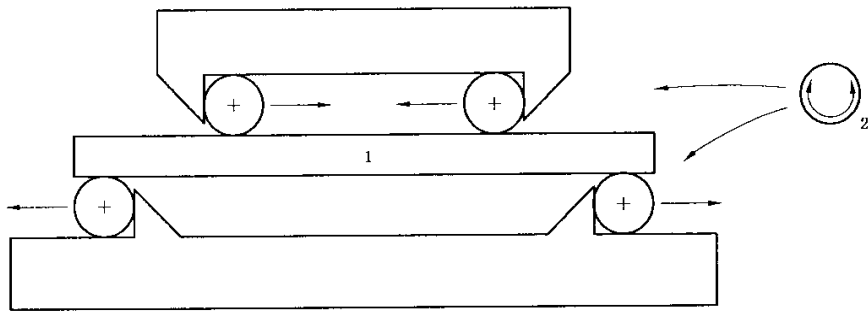
注 1: 摩擦会影响到强度计算。圆柱辊棒放在光滑的平面上来完成夹具在高温下的滚动。辊棒可以在平面上自由滚动,如图 2 所示。

注 2: 要求中规定了辊棒的直径尺寸。辊棒不应太大,以免试样弯曲时接触点沿切线变化使弯曲力臂[图 1 中(a)]产生过多的变化。同时也不能太小,以免在样品表面产生楔型压力或产生损害夹具的接触应力。另外由于试样的缺陷,也会因为切点偏移产生误差。

5.4.3 四点弯曲设备:半可调夹具

四个辊棒均可自由滚动。内侧的两个平行辊棒的距离误差不大于 0.015 mm(5.4.2 中规定辊棒长度不小于 12 mm)。外侧的两个平行辊棒距离误差不大于 0.015 mm。内侧的辊棒与外侧的辊棒独立地支撑。所有辊棒应与试样表面保持均匀的接触。外侧两个辊棒上所受的应力应相同。

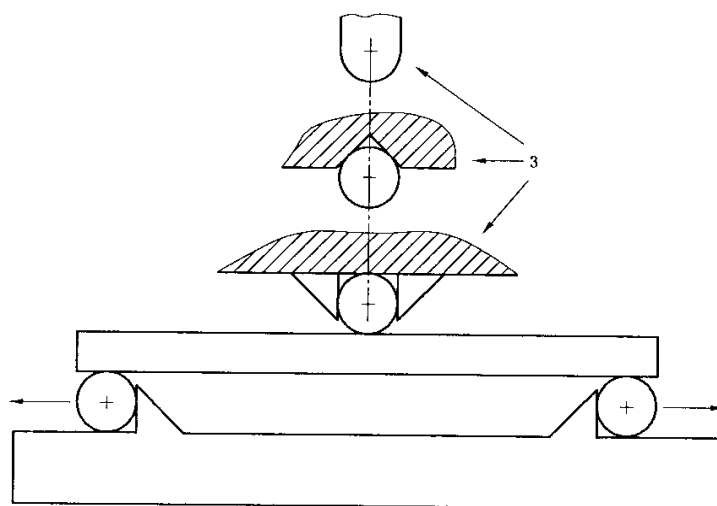
注: 通过控制试验夹具尺寸来满足平行要求。



四个辊棒都能自由滚动

(a) 四点弯曲

图 2 半可调夹具示意图



外侧的两个辊棒可以自由往外滚动,中间的辊棒不能滚动

(b) 三点弯曲

- 1——试样;
2——可滚动的辊棒;
3——可滚动的加载压头。

图 2 (续)

5.4.4 四点弯曲设备:全可调夹具

四个辊棒都能自由滚动。三个辊棒独立可调与试样表面相匹配。第四个辊棒固定。四个辊棒应均匀一致地与试样表面接触,受相同压力。

5.4.5 三点弯曲设备:半可调夹具

外侧的两个支撑辊棒可以自由往外滚动,中间的辊棒应该置于中间位置,且不需要滚动。外侧互相平行,两个辊棒之间的距离误差应小于 0.015 mm(5.4.2 中规定辊棒长度应不小于 12 mm)。外侧的两个辊棒要可调,均匀接触试样下表面,中间的辊棒接触试样上表面。三个辊棒应平行且均匀地横跨长条试样表面。夹具要能保证外侧的两个辊棒受到相同压力。

注:可以通过控制夹具尺寸来满足平行要求。

5.4.6 三点弯曲设备:全可调夹具

外侧的两个支撑辊棒可以向外滚动。中间的辊棒固定。辊棒中任意两个相互独立可调并与试样表面配合。三个辊棒与试样表面保持一致均匀的接触。夹具设计时要使外侧的两个辊棒受到的压力相等。

5.4.7 辊棒的定位

辊棒的定位应精确到 ± 0.10 mm。三点弯曲装置中的中间辊棒应安放在另外两个辊棒中间位置,误差为 ± 1.00 mm。四点弯曲装置中的两个中间辊棒应在另外两个中间,误差为 ± 0.10 mm。

注 1: 辊棒的位置可由最后定位的平行线确定,必要时在开始加载时停止试验来确定辊棒的位置。也可用移动的显微镜或其他设备来测量跨距,精确到 0.10 mm。跨距同样可以通过测量定位装置之间的距离然后加上(外侧)或减去(内侧)辊棒的半径来确定。

注 2: 一些夹具的辊棒可以与正方形槽间隙配合。辊棒与槽的间隙应足够小以确保跨距在本标准规定的范围内。通常不确定辊棒是与正方形槽内侧接触还是与外侧接触,因此有的辊棒可以自由滚动而有的则不能。这将导致不可预测的摩擦误差。使用类似的夹具时应引起注意。

5.4.8 夹具材料

在试验条件下,夹具的材料应尽可能是惰性的。若试验在空气中进行,夹具应具有较好的抗氧化性能,夹具与试样的化学反应可以忽略,几乎不污染试样。在试验温度范围内加载时应保证夹具处于弹性状态。辊棒可由弹性模量应在 200 GPa 到 500 GPa 之间,高温弯曲强度大于 275 MPa 的陶瓷材料制成。

注 1: 辊棒应经常清理。可以使用碳化硅砂纸清理夹具上的氧化层和化学反应产物。

注 2: 各种级别的碳化硅或刚玉都可以用作辊棒材料。热压或含有添加物烧结的碳化硅在温度高于 1 500 °C 时仍然保持弹性。渗硅碳化硅和高纯度的氧化铝比较便宜,但在温度高于 1 200 °C 时会发生蠕变。重结晶碳化硅在高温 2 000 °C 时仍然保持弹性,但由于多孔而强度低。石墨是很好的耐火材料,但只能用于惰性气体环境,硬度低,而且弹性模量较低。

注 3: 有些情况下,夹具和辊棒可以选用不同的材料。比如,烧结碳化硅辊棒可以和热压碳化硅夹具配合使用。烧结碳化硅是脆性的,强度中等,但因为加入少量添加剂而具有很强的抗氧化能力。热压碳化硅强度高,但容易氧化或与试样反应。

5.4.9 夹具

夹具应能够适合试验载荷和试验温度。将一个大陶瓷块放入夹具代替小试样,在试验温度下加载至预期临界载荷测到的位移作为系统误差。加载系统和夹具必须有足够高的刚度。总的位移的 70% 以上应该是由试验样品的变形所导致的。

注: 总的位移由样品变形量和系统误差两部分组成。

5.5 千分尺

使用符合 ISO 3611 中所规定的分辨率为 0.002 mm 的千分尺测量试样尺寸。测量时,千分尺与样品表面接触部分不应有球状的或者尖锐的端部,否则会损坏样品。也可使用其他分辨率为 0.002 mm 或更高的测量仪器。

6 试样

6.1 试样尺寸

6.1.1 试样机械加工

依据标准 ISO 14704 准备试样。试样尺寸如图 3 所示。横截面公差为 ± 0.5 mm。对应的长度方向的平行度公差为 ± 0.015 mm。

6.1.2 自然烧制或热处理的试样

试样尺寸可以根据要求有所变化。试样尺寸如图 3 所示。四点弯曲加载时试样的初始弯曲要足够小,如图 3(c)所示,样品的弯曲挠度应小于 0.4 mm。三点弯曲测试中,夹具跨距为 30 mm 时,最大弯曲挠度应小于 0.8 mm;夹具跨距为 40 mm 时,最大弯曲挠度应小于 1.3 mm。另外,与辊棒接触的宽为 4 mm 的样品表面的平面度应小于 0.15 mm。如果与 6.1.1 和图 3 中的规定有偏差要在试验报告中注明。若试样扭曲,要特别说明沿着试样长度方向的扭曲度估计值。

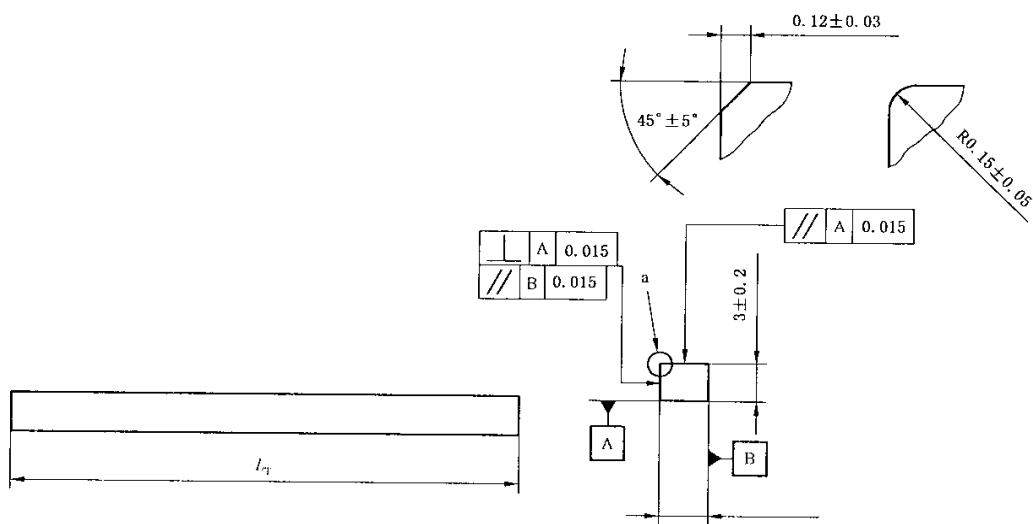
注 1: 自然烧制试样指烧结后未经任何加工处理的试样。

注 2: 严重扭曲[图 3(b)]或弯曲的[图 3(c)]试样会影响相应夹具的准确度和精度。正常情况下试样的固有误差和初始弯曲很小,通常远小于 1%。试样表面反应层或不规则也会影响夹具上的力的分布。

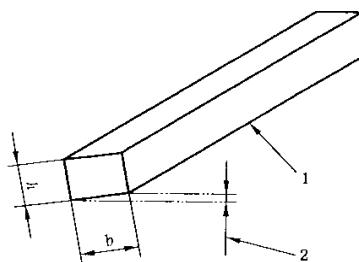
注 3: 通过把试样的一端固定在平面上,观察另一端来估计试样的弯曲程度。如果试样弯曲,试样的一边棱将翘起脱离平面。通过插入不同厚度的垫片来估计试样翘起端与平面之间距离。试样弯曲度为 $\sin^{-1}(\text{间隙距离}/1/4)$,见图 3(c)。

注 4: 全可调夹具在测试扭曲试样时会有一定的局限。用户应该了解这些局限性,并避免使用过度扭曲的试样。

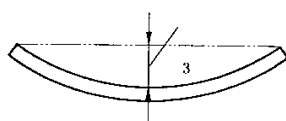
单位为毫米



(a) 标准试样



(b) 自然烧制或热处理后的试样(扭转示意图), 见 6.1.2



(c) 自然烧制或热处理后的试样(弯曲示意图), 见 6.1.2

- 1——表面棱边;
2——偏移距离;
3——挠度, 倒角或圆角。

图 3 试样

6.2 试样制备

6.2.1 概述

本标准允许制备试样选用几种不同的方法。一般来讲,样品的末端表面不需要做特殊的处理。宽为 4 mm 的表面上两个长边缘要按图 3 所示倒角或修成圆角。建议最好四个长边都能倒角或修成圆角。本标准没有表面光洁度要求,但建议能够注明表面光洁度并写进试验报告。

试样可以通过以下方法制备:

- a) 自然烧制;

- b) 一般的烧结后冷加工制备试样;
- c) 从烧结物的工件上切下一部分加工成标准样;
- d) 按照 ISO 14704 中的规定制备。

注: 试样表面处理过程中产生的加工裂纹(尤其是试样表面下的微裂纹)对弯曲强度有较大影响。加工缺陷可能是随机影响因素,也可能是强度特性的固有误差。表面处理还会产生残余应力。试样加工(包括抛光处理)可能消除先前冷加工造成的表面微缺陷,对于粗加工产生的加工误差不能消除。

6.2.2 倒角

试样的长边要倒角 45° , 误差为 $0.12\text{ mm} \pm 0.03\text{ mm}$, 如图 3 所示。也可以修成半径为 $0.15\text{ mm} \pm 0.05\text{ mm}$ 的圆角。倒角应在试样表面精加工完成后进行。加工方向应与试样长轴方向平行。本标准中规定的倒角最大尺寸可能会对弯曲强度产生 1% 的误差。因为某种原因倒角大于规定尺寸(如大块的脱落), 应依据附录 B 对试样横截面惯性模量减小部分进行应力校正。自然烧制的试样应在烧制前倒角。

6.2.3 试样保存

试样要小心保存以免试样加工后引入损伤。试样储藏时应相互隔离, 避免彼此碰撞。

6.2.4 试样数量

评价试样平均弯曲强度时, 最少需要 10 个试样。如果要进行一个统计强度分析(例如, Weibull 统计分析), 则至少需要 30 个试样。

注: 使用 30 个以上试样有助于以最少的样品数获得可靠的强度分布参数, 例如 Weibull 模数。使用 30 个试样同样有助于检测可能存在的缺陷概率。

7 试验步骤

7.1 用分辨率为 0.002 mm 的千分尺来测量试样宽度 b , 高度 h 。试样尺寸测量可以在试验前或试验后进行。试验前测量试样尺寸, 应尽可能沿试样长度方向靠近中间测量, 并注意避免千分尺损伤试样表面。在试验后测量试样尺寸, 则应在试样的断口处或在靠近断口处测量。

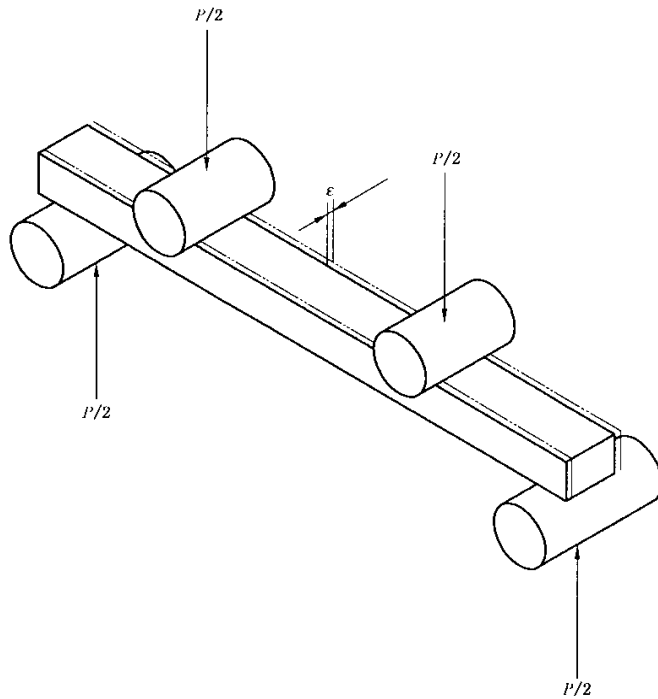
7.2 根据样品状态选择合适的三点和四点弯曲夹具。推荐选用四点弯曲夹具。当试样不符合平行度的要求时, 必须使用全可调的夹具。

7.3 应确保测试辊棒的清洁, 确保清理掉辊棒氧化层或者表面化学反应产物。确保辊棒能自由滚动。

7.4 试样安放时, 使 4 mm 宽的表面与辊棒接触。如果试样只有两个长边有倒角, 应把这两个长边所在面放在受拉面。避免损伤试样并小心调整试样。确保试样和夹具的对中。试样悬在外辊棒两端的部位应大致相等。试样的摆放要确保 4 mm 宽的表面上偏移量 ϵ 小于 0.1 mm , 以保证载荷对中, 如图 4 所示。

注 1: 建议使用定位块定位试件。在全连接夹具中尤为重要, 因为全连接夹具可能会导致试件的偏移。设计夹具时不能有过的大的偏移。

注 2: 如果加热炉的布局不便于通过夹取试件来调整试件, 可以采用调准夹具。也可以在加热炉外面调准试件。必须小心以确保试件在这个过程中不移动。如果可能移动, 可以使用类似聚苯乙烯的暂时粘接剂把试件和轴承固定在合适的位置。粘接剂会在炉中烧掉, 确保其他部分位置的准确。



依据 7.4 中说明,偏移量 ϵ 应小于 0.1 mm。

图 4 试样与载荷对中

7.5 加热到 200 °C ~ 300 °C 时,向试样施加不超过标准预期破坏压力 10% 的微小载荷。条件允许时检查所有辊棒和试样的接触线确保均匀线性加载。若加载不均匀,则卸掉试样调整夹具直到加载均匀。确保辊棒处在正确的起始位置,然后卸载并使压头与夹具之间留一点空隙。

注:标记试样按室温下按标准 ISO 14704 中规定。否则标记材料可能污染试样或加热炉。

7.6 可在试样下面放置软的陶瓷垫片,以防试样破坏后撞击而产生的碎片损伤夹具。必须确保垫片在试验温度下不与试样或夹具发生化学反应。陶瓷垫片不能影响试样的调整及夹具连接和辊棒滚动,也不要对试样或夹具产生额外压力。

注:陶瓷垫片有利于保护一次破裂的碎片,便于后续的显微分析。

7.7 试样要加热到试验温度后再加载。注意确保夹具的热膨胀不会使试样承受的预加载荷超过平均断裂应力的 10%。

7.8 达到试验温度后,试样应在该温度下保温一段时间直到温度稳定。保温时间要在试验报告中注明。试验过程中,热电偶或者其他测温仪器测得的温度变化范围不大于 ± 2 °C。

7.9 试验机横梁位移速度为 0.5 mm/min,以确保达到断裂的时间在 3 s ~ 30 s 之间。若试样断裂的时间不在这个范围内可调整横梁位移速度。

注 1:横梁位移速度对试样产生的应变速率大约为 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。

注 2:测量弯曲强度时,应力腐蚀或裂纹慢扩展等这些时间相关现象对一些敏感材料的影响非常重要。

7.10 按设定的速度对试样加载,记录临界载荷,精确到 $\pm 1\%$ 或更高。

7.11 每次试验结束后,保存断裂的碎片以便后续检验。

注:只有少数残片需要保存。很小的碎片通常是二次碎裂的结果,不包含断裂原始的信息。根据经验来确定哪些碎片是重要的并应保存的。建议试验后使用镊子拾取碎片,或者试验者戴上手套以免引入污染物影响后续的裂纹显微观察分析。

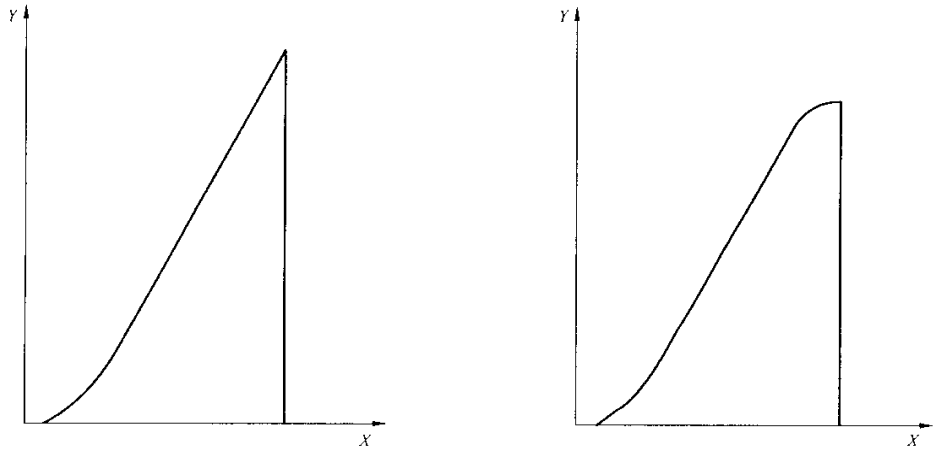
7.12 在一组试验中,先观察断裂起始点,主要是观察四点弯曲中断裂是否发生在内跨之间。通常能在试样表面确定与辊棒接触的位置。断裂有时会发生在一个加载辊棒处或内跨之外,分析数据时,这样的试样应包括在内。

注 1: 断裂点尺寸和位置分布通常有这样结果:比如,强度离散性大的材料 Weibull 模数低,断裂很容易发生在内跨之外。四点弯曲中如果很多试样从内跨距外断裂,或者很多试样直接从内加载辊棒下开始断裂,说明夹具存在偏移,应停止试验,直到夹具调整好再继续试验。

注 2: 通常高强度陶瓷会有多种不同的断裂方式。大多数在内侧辊棒下方发生二次断裂是正常的,强度结果也会令人满意。

7.13 影响夹具性能的主要因素有辊棒是否氧化,是否与试样发生反应,是否压扁。辊棒不能自由滚动时,根据需要进行修复,清理或者替换辊棒。

7.14 观察载荷-时间(或载荷-位移)曲线,以判断在试样断裂前是否存在非线性现象[如图 5(b)所示]。试样断裂前的任何非线性现象表明存在非弹性行为,第 4 条的假设将无效。任何非弹性行为应在报告中注明。



(a) 表示线弹性行为 (b) 表示试样非线性行为或夹具变形或偏移

X……时间(或位移)
Y……载荷。

注: 初始小载荷加载阶段的非线性现象[如图 5(a)所示],可能仅仅代表夹具的安装误差或初始加载效果,大多是可忽略的。

图 5 载荷与时间(或位移)关系图

7.15 如果试验不是在真空或惰性气体气氛中进行,应测量并记录试验过程中试验室环境的相对湿度。

8 计算

8.1 四点弯曲强度的计算

四点弯曲强度按公式(1)计算:

$$\sigma_i = \frac{2Pa}{bh^2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 σ_i 弯曲强度,单位为兆帕(MPa);
 P 断裂载荷,单位为牛顿(N);
 a 试样所受弯曲力臂的长度,单位为毫米(通常为 10 mm);
 b 试样宽度,单位为毫米(mm);

h 与载荷方向平行的试样厚度,单位为毫米(mm)。

注:依据本标准两种夹具的力臂, a 通常为10 mm。对四点1/4弯曲夹具, $a=L/4$;对四点1/3弯曲夹具, $a=L/3$ 。

力臂也等于 $(L_2-L_1)/2$,其中, L_2, L_1 分别为外跨距和内跨距的长度,参见图1和8.2中注2。

8.2 三点弯曲强度的计算

三点弯曲强度按公式(2)计算:

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bh^2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

σ_f ——弯曲强度,单位为兆帕(MPa);

P ——断裂载荷,单位为牛顿(N);

L ——夹具的下跨距,单位为毫米(mm);

b ——试样宽度,单位为毫米(mm);

h ——与载荷方向平行的试样厚度,单位为毫米(mm)。

注1:本标准中规定,三点弯曲的夹具跨距为40.0 mm或30.0 mm。

注2:公式(1)和公式(2)是常用的计算试样弯曲强度的公式。利用它们可以算出试样断裂瞬间的最大应力。这个公式不能算出直接施加在导致试样断裂的裂纹上的应力。在一些情况下,例如计算断裂强度时,若在四点弯曲中断裂发生在内跨距之外或者三点弯曲中断裂不是在中间辊棒的下方,都应根据断裂起始点位置对断裂应力进行修正。

8.3 倒角尺寸的修正

如果倒角尺寸大于6.2.2和图3中的规定,应依据附录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夹具的物理尺寸。如采用公式(1)和(2)计算弯曲强度将会引入1%~3%的偏差。热膨胀修正方法参见附录C。如果进行了修正,要在试验报告中注明。

8.5 平均强度和标准偏差

平均强度 $\bar{\sigma}_f$ 和标准偏差 S ,分别由公式(3)和公式(4)计算得出:

$$\bar{\sigma}_f = \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{f,i}}{n} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$S = \left[\frac{\sum_{i=1}^n (\sigma_{f,i} - \bar{\sigma}_f)^2}{n-1} \right]^{1/2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$\sigma_{f,i}$ ——第 i 个试样的强度,单位为兆帕(MPa);

S ——标准差,单位为兆帕(MPa);

n ——试样总数目。

9 准确度和精度

9.1 如果所有测试条件都满足要求,单一试样的弯曲强度误差应该小于3%~5%。

注:因为选用不同的公差,单一误差应该为0.5%或更小。但是倒角误差可能达到1%。

9.2 自然烧制没有冷加工的试样是否具有较大的误差,取决于试样表面状况(平整性,均匀性),试样尺寸的一致性,截面的一致性,以及试样的扭曲和弯曲。

10 试验报告

试验报告应包含以下信息:

- a) 试验温度;
- b) 加热炉气氛: 空气, 真空或惰性气体气氛;
- c) 加热元件的类型;
- d) 测温装置;
- e) 试样放进加热炉的方式;(热或冷)
- f) 加热速度和达到试验温度的时间;
- g) 加载方式(四点或三点弯曲), 夹具尺寸和连接方式(半可调或全可调), 确保辊棒自由滚动;
- h) 试样数目;
- i) 在条件允许下, 注明材料的所有相关信息, 包括材料的制造日期, 组分等;
- j) 试样制备程序, 包括机械加工的所有细节; 可能的话也应包括试样受拉面的表面光洁度;
- k) 是热处理还是时效处理;
- l) 弯曲测试环境, 包括湿度和温度;
- m) 加载横梁位移的速度以及近似的平均断裂时间;
- n) 试样的弯曲强度, 保留到三位有效数字, 例如: 537 MPa;
- o) 平均强度, 标准的偏差。

采用下面的表示方法来表示试样的平均强度:

$\sigma(N, L)$ ——表示加载方式为($N=4$ 或 3)点弯曲和下夹具跨距($L=40$ mm 或 30 mm)的弯曲强度。

例如:

$\sigma(4, 40) = 537$ MPa 表示采用四点弯曲, 夹具跨距为 40 mm 时, 测得试样平均强度为 537 MPa。

—— $\sigma(3, 30) = 580$ MPa 表示采用三点弯曲, 夹具跨距为 30 mm 时, 测得试样平均强度为 580 MPa。

建议把试验相对湿度或试验环境按照下面的方法表示:

$\sigma(N, L) = \times \times \times$ [湿度 RH% 或环境因素]——表示在 RH% 的空气湿度下或其他环境条件下测得的试样强度。

例如:

—— $\sigma(4, 40) = 600$ MPa [45%] 表示试验室空气湿度 45% 下, 四点弯曲, 夹具跨距为 40 mm 时测得试样平均强度为 600 MPa;

—— $\sigma(3, 30) = 575$ MPa [干燥 氮气] 表示在干燥氮气环境中, 三点弯曲, 夹具跨距为 30 mm 时测得试样平均强度为 575 MPa;

—— $\sigma(3, 30) = 520$ MPa [真空]——表示在真空环境中, 三点弯曲, 夹具跨距为 30 mm 时测得试样平均强度为 520 MPa。

- p) 注明是否对热膨胀进行了修正;
- q) 注明倒角是否在规定的尺寸范围内; 如果超过规定尺寸, 应注明是否对倒角尺寸进行了修正;
- r) 相关说明, 如夹具的损坏或粘结, 试样烧结或氧化状况, 试样表面状况, 以及断裂面状况等;
- s) 所有的非弹性行为的记录;
- t) 试验过程中出现的偏差, 以及引起偏差的原因;
- u) 测试的试验室名称, 试验时间, 试验人员, 试验机型号。

11 强度换算系数

采用本标准中规定的不同尺寸的试样和夹具可能会测得不同的平均强度。附录 D 中的 Weibull 强度换算系数有助于对试验结果进行比较。

附 录 A
(资料性附录)
说 明

陶瓷的弯曲强度取决于材料本身固有的抵抗断裂的能力以及陶瓷本身存在裂纹源的特点。这些因素造成了陶瓷强度试验结果的自然离散性,需要进行抽样测试。尽管对断裂表面的显微观察分析超出了本标准的范围,但是我们强烈推荐进行显微分析,尤其是测试数据要应用于设计时。弯曲强度同样受许多测试工序条件的影响。包括试验环境,试样尺寸,测试夹具以及试样的表面处理。高温下弯曲强度依赖于加载速率,蠕变程度,应力侵蚀以及裂纹慢扩展。本试验方法在快速加载条件下测量弯曲强度是为了尽量减小这些因素的影响。如果蠕变现象比较明显就会出现压力松弛,这时用强度的弹性公式计算就会有误差。表面处理尤为重要,因为最大断裂应力是作用在试样表面的。通过仔细的测试以及良好的加工工序,可以得到材料本身自然裂纹缺陷导致断裂的情况,否则只能测到加工损伤引起断裂情况。详细信息参见 ISO 14704。本标准的有关规定兼顾考虑了对试验误差的控制,试验的适用性以及试验效率。采用本标准对一个试样弯曲强度的误差估计小于 3%~5%。

本标准中的夹具尺寸以及对应的试样尺寸与室温下 ISO 14704 标准一致。较大的夹具-试样组合(3 mm×4 mm×45 mm)相比较小的夹具试样-组合(3 mm×4 mm×35 mm)测得的强度偏小。这对于内部或表面存在不同尺寸的裂纹或裂纹分布比较宽的陶瓷是正常的。Weibull 统计通常与强度有关,例如,Weibull 模数为 10,在一个体内分布裂纹的材料,用四点弯曲测试,较大试样强度会比较小试样强度低 6%。附录 D 提供了换算系数。

三点弯曲加载方式使得试样很小的部分承受最大载荷。这样测得的强度可能比四点弯曲结构测得的强度高很多。三点弯曲有它的优点,比如,使用的夹具简单,试验误差小,适应于高温环境,易于测量断裂刚度,有利于 Weibull 统计的研究。但建议最好采用四点弯曲测试。

关于弯曲测试的理论、设计的信息以及陶瓷弯曲强度试验误差的信息可参考本标准的参考文献[5]和[6]。

附 录 B
(规范性附录)
倒角修正系数

如果倒角尺寸过大,必须对弯曲强度进行修正。倒角或圆角边使受力面积微量减少会使低估陶瓷材料的最大弯曲强度。弯曲试样的最大应力通常是按简单的梁理论计算的(其中假设试样横截面为矩形)。试样的倒角使横截面对于中轴线的惯性矩 I 减小。对于完整的矩形横截面, $I=(bh^3)/12$, 对于四个边都有尺寸为 C 的倒角的矩形截面, 参考文献[6]中的校正公式为:

$$I = \frac{bh^3}{12} - \frac{C^2}{9} \left(C^2 + \frac{1}{2}(3h - 2C)^2 \right) \dots\dots\dots (B.1)$$

其中右边第二项,表示倒角引起的惯性矩的减小。对圆角边参考文献[6]中有类似的公式。
如果倒角或圆角大于图 3 中规定的尺寸(倒角 $C_{\max}=0.15\text{ mm}$, 圆角 $R_{\max}=0.20\text{ mm}$), 就需要对弯曲强度进行修正。通常采用平均倒角尺寸。通过测量每个试样可以得到最精确的结果, 但通常大多数试验中, 5 个样本试样的平均值就可以满足要求了。

用一个修正系数 F 乘以测得的弯曲强度 σ'_f , 就得到修正后的弯曲强度 σ_f , 假设横截面为简单矩形。
$$\sigma_f = F\sigma'_f \dots\dots\dots (B.2)$$

对于四个倒角或圆角的修正系数 F 的值列于表 B.1 和表 B.2:

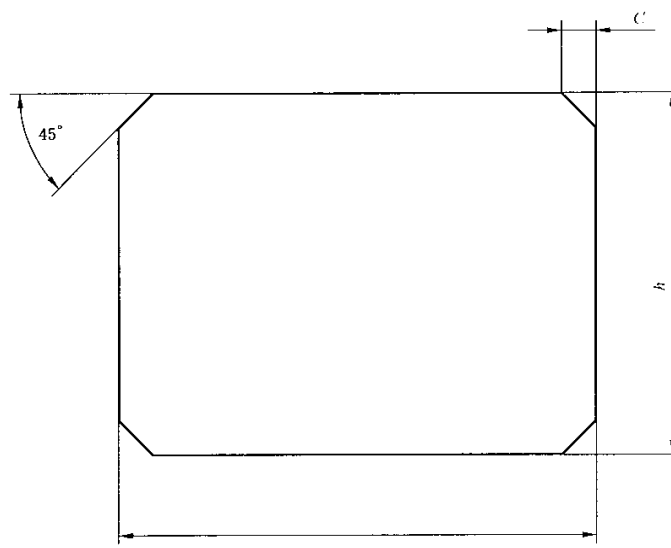


图 B.1 倒角结构
表 B.1 四个倒角的修正系数 F 的值

$C/$ mm	修正系数 F $b=4\text{ mm}, h=3\text{ mm}$
0.080	1.003 1
0.090	1.003 9
0.100	1.004 8
0.110	1.005 8
0.120	1.006 9

表 B.1 (续)

<i>C</i> / mm	修正系数 <i>F</i> <i>b</i> = 4 mm, <i>h</i> = 3 mm
0.130	1.008 0
0.140	1.009 3
0.150	1.010 6
0.160	1.012 1
0.170	1.013 6
0.180	1.015 2
0.190	1.016 9
0.200	1.018 6
0.210	1.020 6
0.220	1.022 4

注： *C* = 0.150 下面的双横线，表示 6.2.2 和图 3 中规定的倒角极限尺寸。

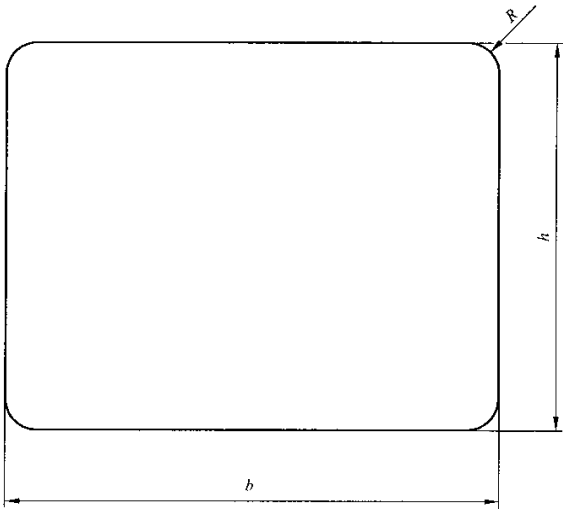


图 B.2 圆角结构

表 B.2 四个圆角的修正系数 *F* 的值

<i>R</i> / mm	修正系数 <i>F</i> <i>b</i> = 4 mm, <i>h</i> = 3 mm
0.080	1.001 3
0.090	1.001 7
0.100	1.002 1
0.110	1.002 5
0.120	1.003 0
0.130	1.003 5
0.140	1.004 1

表 B.2 (续)

<i>R</i> / mm	修正系数 <i>F</i> <i>b</i> =4 mm, <i>h</i> =3 mm
0.150	1.004 6
0.160	1.005 3
0.170	1.005 9
0.180	1.006 8
0.190	1.007 4
0.200	1.008 2
0.210	1.009 0
0.220	1.009 8
0.230	1.010 7
0.240	1.011 6
0.250	1.012 6
0.260	1.013 6
0.270	1.014 6
注： <i>R</i> =0.200 下面的双横线表示 6.2.2 和图 3 中规定的圆角极限尺寸。	

附 录 C
(规范性附录)
热膨胀的修正

C.1 温度升高时,试样和夹具会发生膨胀。根据夹具和试样材料的不同,对弯曲强度公式带来的误差可能到 0.5% 甚至百分之几。如果夹具和试样的热膨胀是已知的,可以用下面的公式(C.1)和(C.2)替代公式(1)和(2)。

C.2 四点弯曲中弯曲强度的修正公式为:

$$\sigma_f = \frac{3Pa}{bh^2} \frac{(1.0 + \alpha_{\text{fix}} \Delta T)}{(1.0 + \alpha_{\text{spec}} \Delta T)^3} \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中:

σ_f ——弯曲强度,单位为兆帕(MPa);

P ——临界载荷,单位为牛顿(N);

a ——夹具力臂,单位为毫米(通常取 10.0 mm);

b ——试样宽度,单位为毫米(mm);

h ——与载荷方向平行的高度,单位为毫米(mm);

α_{fix} ——从室温到试验温度,夹具材料平均热膨胀系数,单位为每摄氏度(/°C);

α_{spec} ——从室温到试验温度,试样材料平均热膨胀系数,单位为每摄氏度(/°C);

ΔT ——从室温到试验温度的温度差,单位为摄氏度(°C)。

注:对于本标准规定的两种测试结构, a 均等于 10.0 mm。(对四点 1/4 弯曲, $a=L/4$;对四点 1/3 弯曲, $a=L/3$;见图 1。)

C.3 三点弯曲强度修正公式为:

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bh^2} \frac{(1.0 + \alpha_{\text{fix}} \Delta T)}{(1.0 + \alpha_{\text{spec}} \Delta T)^3} \dots\dots\dots (\text{C.2})$$

式中:

σ_f ——弯曲强度,单位为兆帕(MPa);

P ——断裂载荷,单位为牛顿(N);

L ——夹具跨距,单位为毫米(mm);

b ——试样宽度,单位为毫米(mm);

h ——与载荷方向平行的高度,单位为毫米(mm);

α_{fix} ——从室温到试验温度,夹具材料平均热膨胀系数,单位为每摄氏度(/°C);

α_{spec} ——从室温到试验温度,试样材料平均热膨胀系数,单位为每摄氏度(/°C);

ΔT ——从室温到试验温度的温度差,单位为摄氏度(°C)。

注:本标准中规定三点弯曲夹具跨距为 40 mm 或 30 mm。

附录 D
(资料性附录)
Weibull 尺寸效应

本标准包括几种不同类型的夹具和不同尺寸的试样。利用 Weibull 强度尺寸效应理论,不同尺寸的试样和不同测试装置所测得的强度可以相互转换。小尺寸试样(3 mm×4 mm×35 mm)在内跨距为 10 mm 外跨距为 30 mm 的夹具上测量,比大尺寸试样(3 mm×4 mm×45 mm)在内跨距为 20 mm 外跨距为 40 mm 的夹具上测量所测得的强度要高。如果强度是由体内分布的单一裂纹决定的,强度分布就可以用两个参数的 Weibull 分布来模拟,这时:

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{V_{E2}}{V_{E1}} \right)^{\frac{1}{m}} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:
σ₁——第一类试验条件下的平均强度,单位为兆帕(MPa);
σ₂——第二类试验条件下的平均强度,单位为兆帕(MPa);
V_{E1}——第一类试验条件下的有效体积,单位为立方毫米(mm³);
V_{E2}——第二类试验条件下的有效体积,单位为立方毫米(mm³)。

本标准中对于四点弯曲测试装置,试样的有效体积为:

$$V_{E,4,30} = V \frac{(m+3)}{6(m+1)^2} \dots\dots\dots (D.2)$$

$$V_{E,4,40} = V \frac{(m+2)}{4(m+1)^2} \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:
V——处于外跨距之间的试样体积之和,(V=3 mm×4 mm×30 mm=360 mm³ 或 V=3 mm×4 mm×40 mm=480 mm³);
m——Weibull 模数。

这时:

$$\frac{\sigma_{4,30}}{\sigma_{4,40}} = \left(\frac{V_{E,4,40}}{V_{E,4,30}} \right)^{\frac{1}{m}} = W \dots\dots\dots (D.4)$$

表 D.1 列出了典型 Weibull 模数对应的 W 值。

表 D.1 W 值与 Weibull 模数的对应关系

Weibull 模数, <i>m</i>	5	6	7	8	9	10	12	15	20	25	30
W	1.118	1.101	1.088	1.078	1.070	1.063	1.053	1.043	1.033	1.027	1.022

如果强度是由表面分布的缺陷决定的,可以用两个参数的 Weibull 分布来模拟强度分布,这时:

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{S_{E2}}{S_{E1}} \right)^{\frac{1}{m}} \dots\dots\dots (D.5)$$

式中:
σ₁——第一类试验条件下的平均强度,单位为兆帕(MPa);
σ₂——第二类试验条件下的平均强度,单位为兆帕(MPa);
S_{E1}——第一类试验条件下的有效表面积,单位为立方毫米(mm³);
S_{E2}——第二类试验条件下的有效表面积,单位为立方毫米(mm³)。

本标准中对于四点弯曲测试装置的有效表面积为:

$$S_{E,4,30} = L\{h + b(m + 1)\} \frac{m + 3}{3(m + 1)^2} \dots\dots\dots (D.6)$$

$$S_{E,4,40} = L\{h + b(m + 1)\} \frac{m + 2}{2(m + 1)^2} \dots\dots\dots (D.7)$$

式中：

L——外跨距，单位为毫米（通常为 30 mm 或 40 mm）；

b——试样宽度，单位为毫米（通常为 4 mm）；

h——试样宽度，单位为毫米（通常为 3 mm）；

m——Weibull 模数。

因此有：

$$\frac{\sigma_{4,30}}{\sigma_{4,40}} = \left(\frac{S_{E,4,40}}{S_{E,4,30}} \right)^{\frac{1}{m}} = W \dots\dots\dots (D.8)$$

表面积换算系数 *W* 与表 D.1 中的体积换算系数 *W* 一致。

注 1：这个结果可以通过上面公式的推导得出，只适用于类似本标准规定的特殊试样-夹具组合。

注 2：当采用本标准规定的试样-夹具组合进行强度转换时，不需知道裂纹是沿表面分布还是体内分布。

参 考 文 献

- [1] ASTM E 452-02, *Standard Test Method for Calibration of Refractory Metal Thermocouples Using a Radiation Thermometer*
 - [2] ASTM E 639-78, *Standard Test Method for Measuring Total-Radiance Temperature of Heated Surfaces Using a Radiation Pyrometer*
 - [3] ASTM E 1256-95, *Standard Test Methods for Radiation Thermometers (Single Waveband Type)*
 - [4] BS 1041:Part 5 1989, *Temperature Measurement. Guide to Selection and Use of Radiation Pyrometers*
 - [5] QUINN, G. D. and MORRELL, R. , *Design Data for Engineering Ceramics: A Review of the Flexure Test*, J. Am. Ceram. Soc. , 74[9](1991) pp. 2037-2066
 - [6] BARATTA, F. I. , QUINN, G. D. and MATTHEWS, W. T. , *Errors Associated With Flexure Testing of Brittle Materials*, U. S. Army Technical Report, MTL TR 87-35, U. S. Army Materials Technology Laboratory, USA, 1987, (available from G. Quinn, NIST-Ceramics Division, Gaithersburg, MD 20899 USA)
 - [7] OKADA, A. and MIZUNO, M. , *VAMAS Round Robin on Flexural Strength of Silicon Nitride at High Temperature*, Versailles Advanced Materials and Standards Report 39 ISSN 1016-2186, Japan Fine Ceramic Center, Nagoya, Japan, September 2000
-