



中华人民共和国国家标准

GB/T 39686—2020

陶瓷厚涂层的弹性模量与强度试验方法

Test method for determining elastic modulus and strength of thick
ceramic coatings

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 194)归口。

本标准起草单位:中国建材检验认证集团股份有限公司、深圳市八六三新材料技术有限责任公司、佛山市质量计量监督检测中心、郑州德众刚玉材料有限公司、上海浦公检测技术股份有限公司、中国科学院上海硅酸盐研究所、广州今泰科技股份有限公司、北京天山新材料技术有限公司、山东工业陶瓷研究设计院有限公司。

本标准主要起草人:包亦望、万德田、田远、陈寿、王鑫、刘树、吕宏伟、宓宇晓、曾毅、苏东艺、陈亚菊、刘小根、马德隆、邱岩、王艳萍、潘瑞娜、孙与康、陈常祝。

陶瓷厚涂层的弹性模量与强度试验方法

1 范围

本标准规定了常温下通过三点弯曲法测试陶瓷厚涂层($>30\text{ }\mu\text{m}$)弹性模量和强度的试验方法的术语和定义、原理、仪器设备、样品、试验、计算以及试验报告。

本标准适用于金属或者陶瓷基体上的陶瓷厚涂层弹性模量和强度的测定,其他硬脆厚涂层(弹性模量大于 60 GPa)可以参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 16491 电子式万能试验机

GB/T 21389 游标、带表和数显卡尺

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

涂层断裂强度 fracture strength of coating

含有单面涂层的梁样品在弯曲载荷作用下涂层在破坏时所受的平均拉伸应力。

3.2

模量比 modulus ratio

涂层弹性模量与基体弹性模量的比值。

3.3

厚度比 thickness ratio

涂层厚度与基体厚度的比值。

3.4

挠度比 deflection ratio

在给定载荷与跨距的三点弯曲试验中,同一样品制备涂层前后的挠度比值。

4 原理

利用三点弯曲试验方法分别测得在相同条件下同一样品制备涂层前(基体样品)和制备涂层后(复合体样品)的挠度,两个挠度的比值反映了样品弹性模量的差别。涂层弹性模量可通过挠度比值和样品尺寸计算得出。在获得涂层弹性模量之后,对含涂层样品加载直至涂层断裂,获得其临界载荷,通过涂层断裂时的临界载荷和样品尺寸计算得到涂层断裂强度。

5 仪器设备

5.1 试验机

试验机应符合 GB/T 16491 的规定,载荷测量精度为 1% 或更高,自动记录载荷与位移或测试时间的关系曲线。

5.2 量具

测量样品尺寸用的游标卡尺应符合 GB/T 21389 的规定,分辨率为 0.02 mm 或更高。涂层厚度要用放大倍数为 200 倍或更高的光学显微镜来测量。样品挠度测量装置的分辨率为 0.001 mm 或更高。

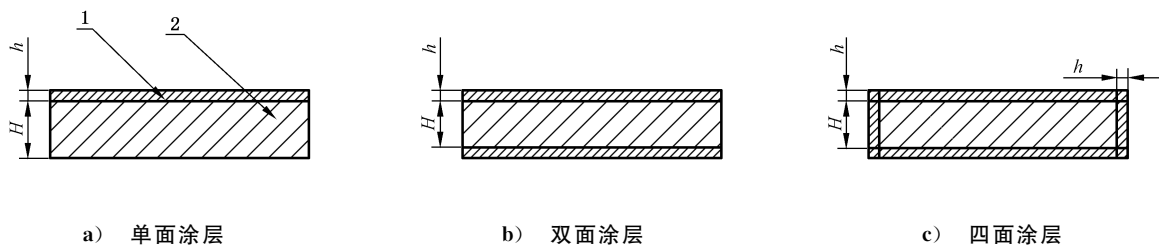
6 样品

6.1 样品尺寸

三种不同涂层结构可用于涂层性能测试,含涂层样品的矩形截面分别是:

- a) 单面涂层,涂层只在样品下表面,见图 1a);
- b) 双面涂层,涂层在样品的上表面和下表面,见图 1b);
- c) 四面涂层,涂层在梁样品的四个侧面,见图 1c)。

样品的长度、宽度和厚度分别为 36 mm、4 mm 和 2 mm,或具有同样尺寸比例的样品。涂层与基体的厚度比 h/H 应大于 1/100。涂层厚度 h 应大于 30 μm 。



说明:

- 1 —— 涂层;
- 2 —— 基体;
- h —— 涂层厚度;
- H —— 基体厚度。

图 1 不同涂层横截面结构示意图(单面、双面、四面)

6.2 样品制备

样品可以从以下两种途径获得:

- a) 原始状态为含有涂层样品,直接测试给定载荷下的挠度,然后研磨掉涂层并抛光,剩余部分作为基体样品进行相同条件下的挠度测试;
- b) 原始状态为无涂层样品,直接测试给定载荷下的挠度,然后在样品上镀涂层,再测试含涂层样品的挠度。

如果得到的涂层在不同表面的最厚处和最薄处的差别大于 5%,则应重新制备样品。

6.3 样品存放

样品要轻拿轻放,以免损伤样品。存放样品时应相互隔离,避免彼此碰撞。

6.4 样品数量

样品不少于 6 个。

7 试验

7.1 尺寸测量

采用游标卡尺测量样品中间和两端的长度、宽度和厚度,求得各自的平均值。

至少选取三点测量涂层的厚度,偏差应小于 0.5 μm 。

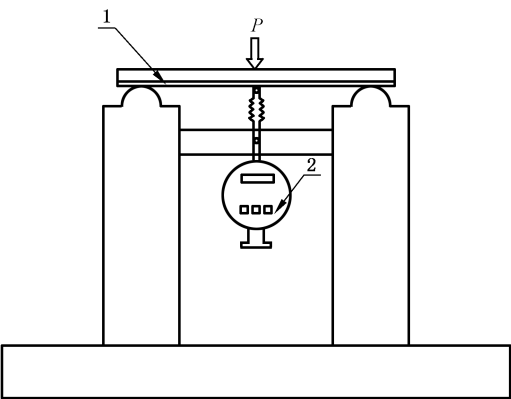
注:对于无涂层样品,直接测量获得基体厚度。对于含涂层样品,通过光学显微镜获得涂层厚度后,用复合体厚度减去涂层厚度获得基体厚度。

7.2 弯曲挠度和基体弹性模量的测试

7.2.1 弯曲挠度测试

采用位移控制方式,加载速率为 0.2 mm/min。

含涂层和无涂层的样品弯曲挠度可用三点弯曲方法获取,下跨距为样品长度的 5/6。对于含涂层的样品,将涂层面置于弯曲受拉面。将加载压头放置在两个支撑辊中间,确保加载压头和样品均匀接触。将挠度测量装置放在样品涂层面,获得挠度值,如图 2 所示。



说明:

1 —— 样品;

2 —— 变形测量装置;

P —— 施加的载荷。

图 2 三点弯曲试验挠度测量示意图

7.2.2 基体弹性模量测试

采用三点弯曲法测试基体材料的弹性模量,加载速率 0.2 mm/min,按公式(1)计算。

$$E = \frac{1}{4\,000} \times \frac{L^3}{H^3 B} \times \frac{\Delta P}{\Delta f} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- E ——弹性模量,单位为吉帕(GPa);
- L ——样品下跨距,单位为毫米(mm);
- H ——样品厚度,单位为毫米(mm);
- B ——样品宽度,单位为毫米(mm);
- ΔP ——在弹性变形范围内载荷增量,单位为牛顿(N);
- Δf ——挠度增量,单位为毫米(mm)。

7.3 涂层弹性模量测试

以 0.2 mm/min 的加载速率施加载荷,载荷从 $0.1P_c$ 到 $0.5P_c$ (P_c 为涂层断裂时的临界载荷)。

记录载荷线性区的载荷增量 ΔP 和对应的挠度增量 Δf 。测量基体样品挠度的增量 f_1 和弹性模量 E_1 。用相同载荷测量复合体样品挠度的增量 f_2 。

涂层弹性模量可通过样品尺寸、厚度比和挠度比求得,见公式(2)和表 1。

涂层弹性模量应在强度计算前确定。

7.4 涂层断裂强度测试

涂层弹性模量测定之后,采用图 2 所示方式放置样品,确保压头和样品均匀接触。以 0.2 mm/min 的加载速率施加载荷并记录涂层断裂时的临界载荷 P_c 。涂层断裂强度可由临界载荷和样品尺寸求得,见公式(3)。

注:对于金属基体推荐用声发射装置来确定样品的临界载荷。对于大多数脆性基体来说临界载荷就是峰值载荷。

8 计算

8.1 涂层弹性模量的计算

涂层弹性模量 E_c 按公式(2)计算。

$$E_c = \alpha \times E_s \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- α ——涂层和基体弹性模量的比值;
- E_s ——基体的弹性模量,单位为吉帕(GPa)。

三种涂层结构的模量比 α 如表 1 所示。根据获得的样品尺寸、厚度比和挠度比,依据表 1 中的计算公式得到模量比 α ,根据公式(2)计算涂层弹性模量。

注:如果基体的弹性模量和尺寸已知,三点弯曲试验的挠度 f_1 无需测量,可以用公式(1)反推求得。

表 1 三种涂层结构样品的弹性模量和挠度的比值

编号	不同涂层结构	α 值
1	单面涂层[图 1a)]	$\alpha_1 = \frac{-A + \sqrt{A^2 + C}}{2R^3}$ <p>其中 $R = h/H$, $F = f_1/f_2$, $A = 4R^2 + 6R + 4 - F$, $C = 4R^2(F - 1)$</p>
2	双面涂层[图 1b)]	$\alpha_2 = I_1 \left(\frac{f_1}{f_2} - 1 \right) / \left[\frac{Bh^3}{6} + \frac{Bh(h+H)^2}{2} \right], \text{其中 } I_1 = \frac{BH^3}{12}$
3	四面涂层[图 1c)]	$\alpha_3 = I_1 \left(\frac{f_1}{f_2} - 1 \right) / \left[\frac{h(2h+H)^3}{6} + \frac{Bh^3}{6} + \frac{Bh(h+H)^2}{2} \right], \text{其中 } I_1 = \frac{BH^3}{12}$
<p>式中：</p> <p>F —— 基体样品与镀涂层复合体样品的挠度增量比；</p> <p>I_1 —— 基体样品的惯性矩，单位为四次方毫米(mm⁴)；</p> <p>f_1 —— 基体样品的挠度增量，单位为毫米(mm)；</p> <p>f_2 —— 镀涂层复合体样品的挠度增量，单位为毫米(mm)；</p> <p>h —— 涂层的厚度，单位为毫米(mm)；</p> <p>H —— 基体样品的厚度，单位为毫米(mm)；</p> <p>B —— 基体样品的宽度，单位为毫米(mm)。</p>		

8.2 涂层断裂强度的计算

涂层断裂强度 σ_c 按公式(3)计算。

$$\sigma_c = \frac{\alpha LP_c}{4I} \times y_c \dots\dots\dots (3)$$

式中：

α —— 涂层和基体弹性模的比值，根据表 1 公式计算；

P_c —— 涂层断裂的临界载荷，单位为牛顿(N)；

L —— 三点弯曲的跨距，单位为毫米(mm)；

y_c —— 拉伸表面到中性轴的距离，单位为毫米(mm)，见表 2；

I —— 复合样品的惯性矩，单位为四次方毫米(mm⁴)，见表 2。

表 2 三种不同涂层结构的样品拉伸表面到中性轴的距离及惯性矩计算公式

编号	不同涂层结构	y_c	I
1	单面涂层[图 1a)]	$\frac{H(H+2h)+ah^2}{2(H+ah)}$	$I_1 = \frac{BH^3}{12} + \frac{\alpha B_1 h^3}{12} + BH \left[\frac{ah(H+h)}{2(ah+H)} \right]^2 + \alpha Bh \left[\frac{H^2+Hh}{2(ah+H)} \right]^2$
2	双面涂层[图 1b)]	$0.5H+h$	$I_2 = \frac{\alpha Bh^3}{6} + \frac{\alpha Bh}{2}(h+H)^2 + \frac{BH^3}{12}$
3	四面涂层[图 1c)]	$0.5H+h$	$I_3 = \frac{ah(2h+H)^3}{6} + \frac{\alpha Bh^3}{6} + \frac{\alpha Bh}{2}(h+H)^2 + \frac{BH^3}{12}$
注：涂层的残余应力所造成的影响不在此考虑。			

8.3 平均值和标准偏差

平均值 $\bar{\sigma}$ 和标准偏差 s 分别按公式(4)和公式(5)计算。

$$\bar{\sigma} = \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_i}{n} \dots\dots\dots (4)$$

$$s = \left[\frac{\sum_{i=1}^n (\sigma_i - \bar{\sigma})^2}{n - 1} \right]^{1/2} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

σ_i ——第 i 个样品的数值；

n ——样品的数量。

9 试验报告

试验报告应包含以下各项全部或部分信息：

- a) 试验机构的名称和地址；
- b) 试验日期、每页都需标注的报告编号；
- c) 本试验所依据的标准；
- d) 样品的尺寸和厚度比；
- e) 样品说明（基体和涂层的材质，规格型号，样品批号）；
- f) 试验次数和有效结果数量；
- g) 弹性模量和强度的有效结果、平均值、标准差；
- h) 试验人员和其他。