



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 31541—2015/ISO 13124:2011

---

## 精细陶瓷界面拉伸和剪切粘结强度试验 方法 十字交叉法

Test method for interfacial bond strength of fine ceramic materials—  
Cross-bonded

[ISO 13124:2011, Fine ceramics(advanced ceramics, advanced technical  
ceramics)—Test method for interfacial bond strength of ceramic  
materials, IDT]

2015-05-15 发布

2016-04-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
精细陶瓷界面拉伸和剪切粘结强度试验  
方法 十字交叉法

GB/T 31541—2015/ISO 13124:2011

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字  
2015年6月第一版 2015年6月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-51899 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 13124:2011《精细陶瓷(高级陶瓷,高级工业陶瓷) 陶瓷材料界面粘结强度试验方法》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

——GB/T 6569—2006 精细陶瓷室温弯曲强度试验方法(ISO 14704:2000,MOD);

本标准做了下列编辑性修改:

- a) 为了便于使用,本标准还做了以下编辑性修改:如“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“,”;
- b) 删除了国际标准的前言。

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、中国建筑材料科学研究总院、航天材料及工艺研究所、中国科学院上海硅酸研究所。

本标准主要起草人:包亦望、万德田、周延春、刘小根、邱岩、蒋丹宇、张伟、田远。

# 精细陶瓷界面拉伸和剪切粘结强度试验

## 方法 十字交叉法

### 1 范围

本标准规定了在室温下采用十字交叉法测量陶瓷-陶瓷、陶瓷-金属、陶瓷-玻璃的界面拉伸和剪切粘结强度的试验方法,规定了试样制备方法,试验模式及速率(加载速率及变形速率),数据收集和报告程序。

本标准适用于均质块体陶瓷和各种晶须、纤维、颗粒增强型陶瓷复合材料,也可用于粘结剂强度测试。

本标准适用于材料研究、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 16825.1—2008 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(ISO 7500-1:2004, IDT)

ISO 3611:2010 产品几何技术规范(GPS) 尺寸规格测量设备:外观测量用千分尺 计量学特征和设计[Geometrical product specifications (GPS) — Dimensional measuring equipment: Micrometers for external measurements — Design and metrological characteristics]

ISO 14704:2008 精细陶瓷(高级陶瓷、高技术陶瓷) 室温下单片陶瓷挠曲强度的试验方法[Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for flexural strength of monolithic ceramics at room temperature]

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**精细陶瓷** **fine ceramic(advanced ceramic, advanced technical ceramic)**

以精制的高纯、超细、人工合成的无机化合物为原料,采用精密控制的制备工艺烧成,具有特定性能的陶瓷。

#### 3.2

**十字交叉试样** **cross-bonded sample**

两个大小形状相同的矩形或正方形截面长条,以十字交叉的形式粘结在一起的试样。

注1:如图1所示。

注2:用来制作十字交叉试样的两个条形试样的材质可以是相同的,也可以是不同材料。

注3:试样粘结可以采用任何化学或物理的粘结方法。

注4:两个试样互相垂直且居中对,偏差不超过 $\pm 1^\circ$ ( $\alpha = 90^\circ \pm 1^\circ$ )。

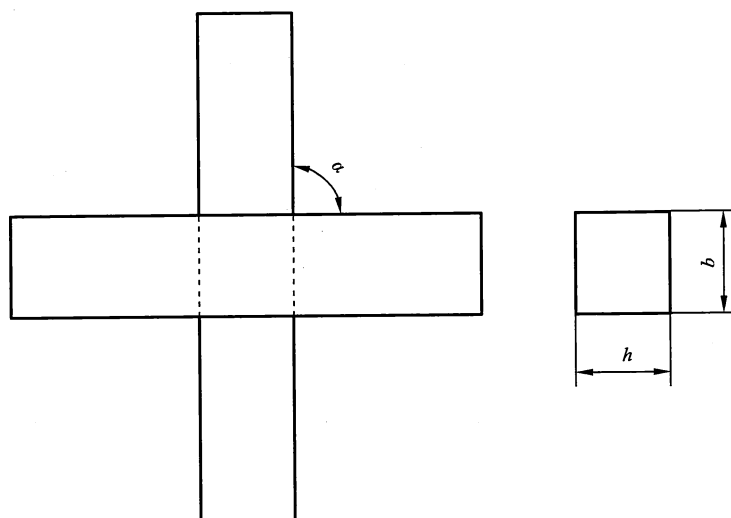


图 1 十字交叉试样的示意图

3.3

**拉伸断裂载荷 tensile failure load**

拉伸粘结强度试验中施加到十字交叉试样上界面开裂时所对应的最大载荷。

3.4

**界面拉伸粘结强度 interfacial tensile strength**

拉伸粘结强度试验中施加到十字交叉试样界面上的最大平均拉伸应力。

注：拉伸粘结强度是通过拉伸断裂载荷和粘结面积计算所得。

3.5

**剪切断裂载荷 shear failure load**

界面剪切粘结强度试验中施加到十字交叉试样上界面开裂时所对应的最大载荷。

3.6

**界面剪切粘结强度 interfacial shear strength**

界面剪切粘结强度试验中施加到十字交叉试样界面上的最大平均剪切应力。

注：剪切粘结强度是通过剪切断裂载荷和粘结面积计算所得。

4 符号及其物理意义

本标准使用的符号及其物理意义如表 1 所示。

表 1 符号及其物理意义

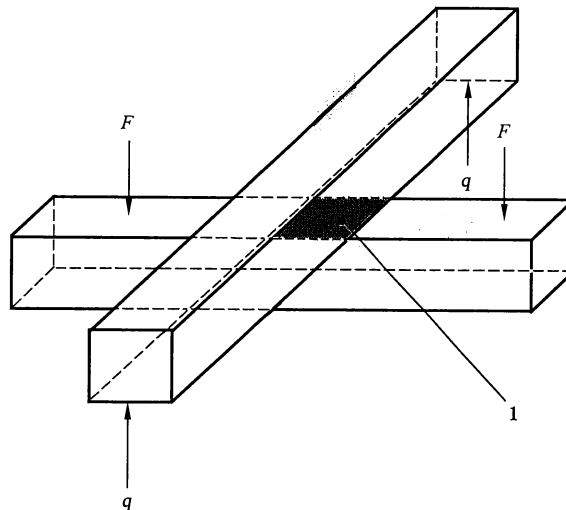
符号	物理含义	单位	引用出处
$l$	试样长度	mm	表 2
$h$	试样厚度	mm	表 2
$b$	试样宽度	mm	表 2
$\sigma_t$	界面拉伸粘结强度	MPa	式(1)
$\tau$	界面剪切粘结强度	MPa	式(4)

表 1 (续)

符号	物理含义	单位	引用出处
$P_c$	临界载荷	N	式(1)、式(4)
$A_1$	拉伸粘结面积	mm <sup>2</sup>	式(1)
$A_2$	剪切粘结面积	mm <sup>2</sup>	式(4)
$n$	有效试验数量	—	式(2)、式(3)、式(5)、式(6)
$\bar{\sigma}_t$	平均界面拉伸粘结强度	MPa	式(2)
$\bar{\tau}$	平均界面剪切粘结强度	MPa	式(5)
$S$	标准差	MPa	式(3)、式(6)

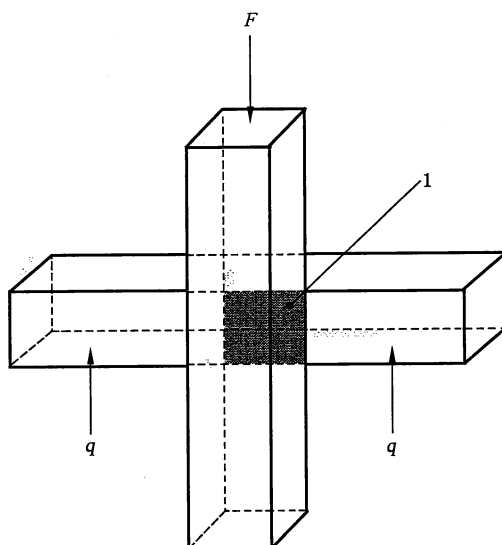
## 5 原理

通过对十字交叉试样施加载荷在粘结界面处产生均匀拉伸或剪切应力,从而导致界面脱粘。将十字交叉试样以两个不同放置方式固定好后再施加载荷,可以得到界面拉伸和剪切粘结强度。如图 2a)所示,对于界面拉伸粘结强度测试,试样通过压缩载荷在界面处产生单轴拉伸应力。如图 2b)所示,对于界面剪切粘结强度测试,压缩载荷作用在垂直条状样品上从而在界面上产生剪切应力。试验以某一恒定的速率加载,采用界面开裂时对应的载荷值和粘结面积计算拉伸和剪切粘结强度。



a) 界面拉伸粘结强度试验中十字交叉试样负载、支撑面和粘结面示意图

图 2 测量十字交叉试样的界面拉伸和剪切粘结强度示意图



b) 界面剪切粘结强度试验中十字交叉试样负载、支撑面和粘结面示意图

说明:

1 —— 粘结界面;

$F$  —— 载荷;

$q$  —— 支撑面反作用力。

图 2 (续)

## 6 仪器设备

### 6.1 试验机

试验机应具有均匀的加载速率。试验机应符合 GB/T 16825.1—2008 规定,压缩或拉伸实验过程中载荷测量精度不低于 1%。

### 6.2 数据采集

自动记录载荷与位移或测试时间的关系曲线。采用模拟图表记录仪或者使用数据采集体系。包括输出系统在内的记录系统的精度应在 1% 内;设备的采样频率不低于 10 Hz,响应频率应不低于 50 Hz。

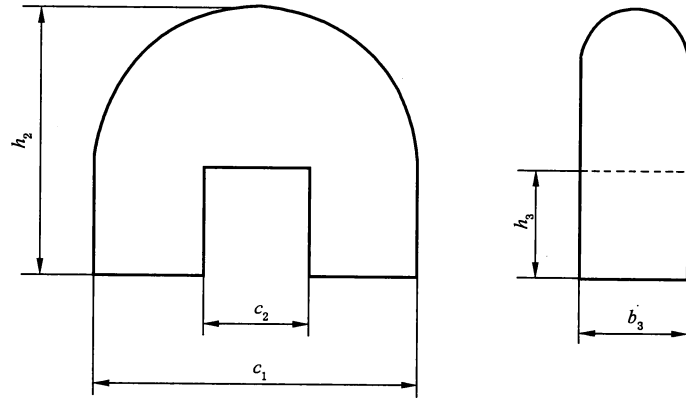
### 6.3 尺寸测量装置

使用符合 ISO 3611:2010 规定的分辨率为 0.01 mm 的量具。测量试样尺寸,也可以采用精度高于 0.01 mm 的测量仪器。

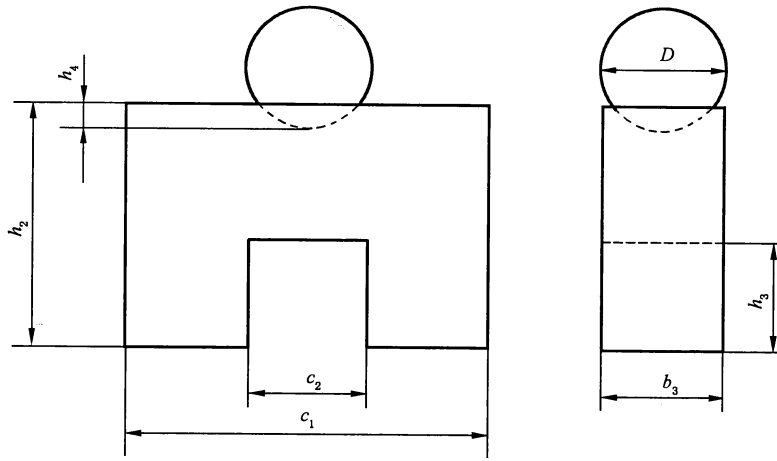
### 6.4 试验夹具

试验夹具如图 3 所示。压头顶端应加工成双向圆弧状,从而在加载过程中在压头顶端实现点接触形式,避免在试样上产生不均匀的压应力,如图 3a)所示。也可采用将轴承球镶嵌在一个矩形压头的中心,如图 3b)所示。选用合适并且跨度可调(凹槽宽度)的支撑夹具,可以让十字交叉试样能自由地插入夹具中,并且光滑接触,如图 3c)所示。在整个加载过程中,夹具应保持弹性状态。采用淬火后的硬

质钢或陶瓷材料,其弹性模量应高于 200 GPa,硬度高于 3 GPa。

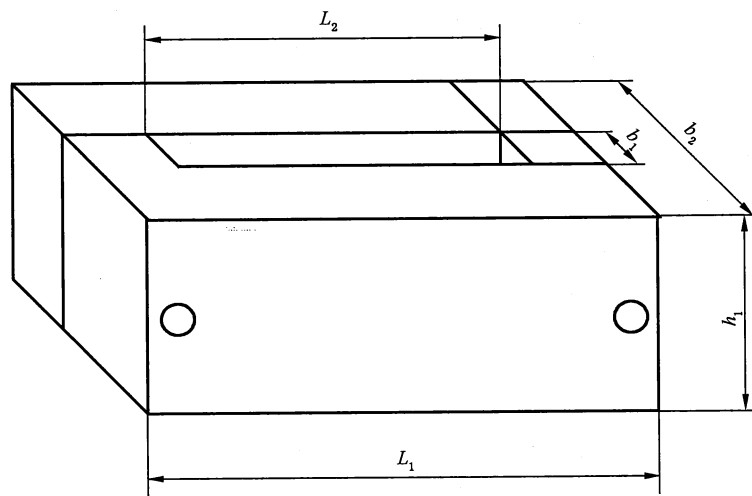


a) 界面拉伸粘结强度试验中加载用的弧形上压头



b) 拉伸粘结强度试验中加载用的球形上压头

图 3 试验夹具示意图



c) 拉伸和剪切粘结强度试验中的支撑装置

图 3 (续)

上压头仅用在拉伸粘结强度试验,不用于剪切界面粘结强度试验。计算界面拉伸粘结强度时,应考虑上压头本身的重量。

为避免在界面产生不均匀的拉应力,试样宽度应与上压头宽度保持一致,即  $b = b_3$ 。

支撑夹具上下平面的平行度偏差不得超过 0.01 mm,夹具上表面应平整光滑。

当把十字式交叉试样插入试验夹具中时,如图 5 和图 6 所示,应保持试样插入部分与支撑夹具内表面光滑接触,在移动过程中避免产生摩擦。

压头的厚度应稍小于压槽宽度,压头的压槽深度应略大于试样厚度。即:  $b_3 < b_1, h_3 < h$ 。

## 7 试样

### 7.1 试样尺寸

粘结前的试样条为具有矩形或正方形截面的条状样品,如图 4 所示。相邻截面的夹角应在  $90^\circ \pm 1^\circ$  以内。表 2 给出了试样和夹具的推荐尺寸。试样截面为 4 mm × 4 mm,长度应大于 12 mm。相对平面的平行度偏差不超过 0.015 mm。试样不能倒角。

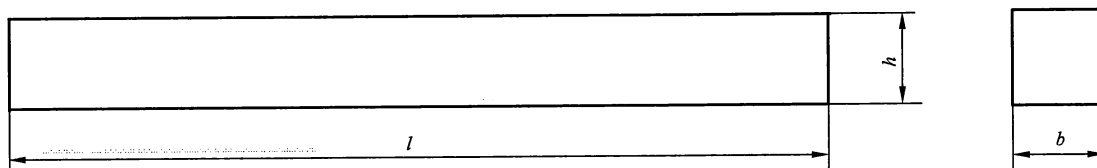


图 4 矩形截面梁试样示意图

表 2 十字交叉试样和夹具的推荐尺寸

单位为毫米

尺寸	物理意义	大小	偏差
$l$	试验条长度	$>12$	$\pm 0.5$
$b$	试验条宽度	4	$\pm 0.1$
$h$	试验条厚度	4	$\pm 0.1$

## 7.2 试样制备

### 7.2.1 概述

制备十字交叉试样有多种方法。制备前,所有试样的表面应抛光,表面粗糙度  $Ra$  不大于  $3.2 \mu\text{m}$ ,然后清洗干净。如测量胶的粘结性能,粘结表面则不需要抛光。每两个条状试样粘结制成十字交叉试样,如图 1 所示。根据测量目的选择不同的粘结方法,可以采用任何化学或物理的粘结方法。

### 7.2.2 试样保存

试样应轻拿轻放,以免损伤十字交叉试样。存放试样时应相互隔离,避免彼此碰撞或划伤。

### 7.2.3 试样数量

测量界面拉伸或剪切粘结强度的平均值,至少 10 个试样。如果要进行一个粘结强度的统计分析(例如,Weibull 统计分析),则至少需要 30 个试样。30 个试样可获得比较可靠的粘结强度 Weibull 模数分布参数。

## 8 试验步骤

### 8.1 试验机和加载速度

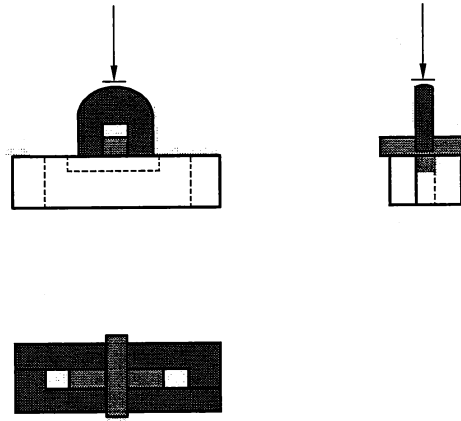
采用万能材料试验机进行界面拉伸和剪切粘结强度试验,加载速度为  $0.5 \text{ mm/min}$ 。试验时间应控制在  $10 \text{ s} \sim 30 \text{ s}$  之内,保证在十字交叉试样界面断裂时获得最大的拉伸强度。

### 8.2 试样准备

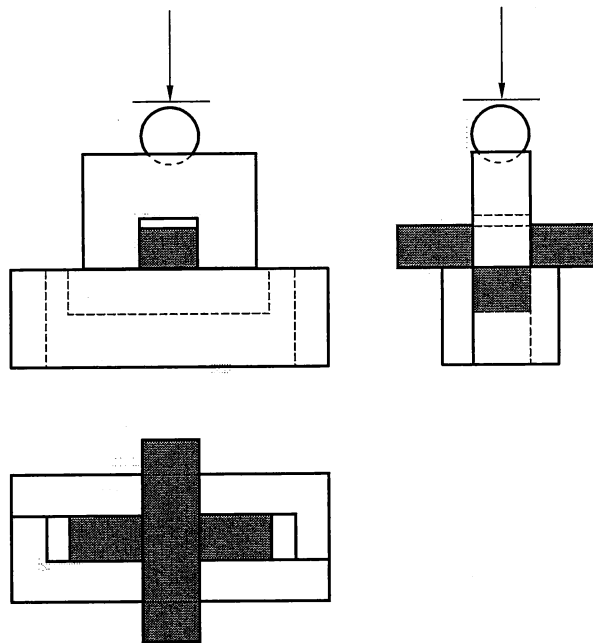
在试验前应检查十字交叉粘结试样,两个试样条应相互垂直,在粘结界面区周围不能有多余的粘连点。对于在剪切试验中的十字交叉试样,垂直试样的上表面靠近界面处贴上软胶带或加工成斜面,斜面使得上表面与上压头接触点尽量靠近粘结面这边,避免在加载过程中产生弯曲应力。

### 8.3 界面拉伸粘结强度的测量

测量拉伸粘结强度时,如图 5 所示在夹具中摆放试样,保证十字交叉试样在放入夹具中无任何摩擦。上压头的底面粘结一块软胶带,保证压头和试样之间的均匀接触。压头宽度应与试样宽度相同,压头下表面应与粘结面平行。以某一速率施加载荷直至界面断开,记录断裂时的最大载荷值。



a) 弧形压头



b) 球形压头

图 5 测量界面拉伸粘结强度十字交叉试样和夹具的示意图

#### 8.4 界面剪切粘结强度的测量

测量剪切粘结强度时,如图 6 所示,将试样摆放在夹具中间。在上压头底部固定一块软胶带,保证压头和试样之间的均匀接触。以某一速率施加载荷直至界面断开,记录断裂时的最大载荷值。

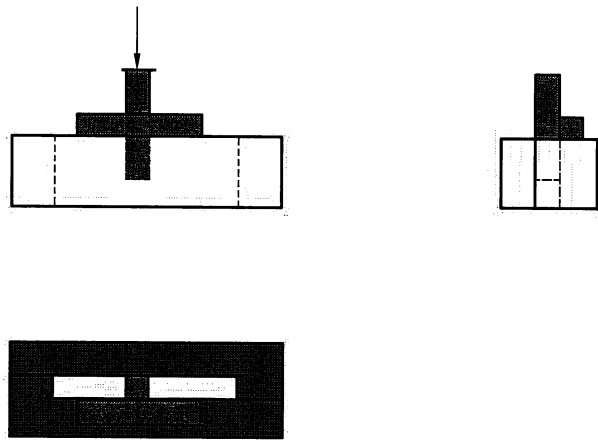
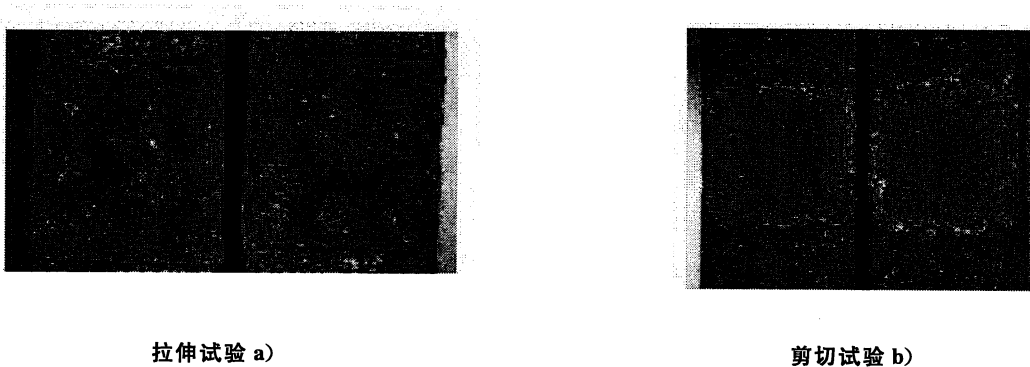


图6 测量界面剪切粘结强度十字交叉试样和夹具的示意图

### 8.5 十字交叉试样粘结面积的测量

十字交叉试样界面断裂后测量粘结面积。计算粘结面积所需的尺寸测量精度±0.02 mm。图7为采用氧化粘结的方法制备所得的Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>十字交叉试样分别完成拉伸试验和剪切试验后的断面。



拉伸试验 a)

剪切试验 b)

图7 用氧化粘结的方法制备所得Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>-Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>十字交叉试样试验后的断面

### 8.6 环境测量

测量并记录试验过程中试验环境的温度和相对湿度。

## 9 结果计算

### 9.1 界面拉伸粘结强度的计算

#### 9.1.1 界面拉伸粘结强度的计算公式

界面拉伸粘结强度按式(1)计算:

$$\sigma_t = \frac{P_c}{A_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\sigma_t$  —— 界面拉伸粘结强度,单位为兆帕(MPa);
- $P_c$  —— 断裂载荷,单位为牛顿(N);
- $A_1$  —— 拉伸试验中试样粘结面积,单位为平方毫米(mm<sup>2</sup>)。

9.1.2 界面拉伸粘结强度的平均值和标准偏差

界面拉伸粘结强度的平均值 $\bar{\sigma}_t$ 和标准偏差  $S$  分别按式(2)和式(3)计算:

$$\bar{\sigma}_t = \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{t,i}}{n} \dots\dots\dots (2)$$

$$S = \left[ \frac{\sum_{i=1}^n (\sigma_{t,i} - \bar{\sigma}_t)^2}{n - 1} \right]^{1/2} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\sigma_{t,i}$  —— 第  $i$  个试样的界面拉伸粘结强度,单位为兆帕(MPa);
- $n$  —— 试样的数量。

9.2 界面剪切粘结强度的计算

9.2.1 界面剪切粘结强度的计算公式

界面剪切粘结强度按式(4)计算:

$$\tau = \frac{P_c}{A_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $\tau$  —— 界面剪切粘结强度,单位为兆帕(MPa);
- $P_c$  —— 断裂载荷,单位为牛顿(N);
- $A_2$  —— 剪切试验中试样粘结面积,单位为平方毫米(mm<sup>2</sup>)。

9.2.2 界面剪切粘结强度的平均值和标准偏差

界面剪切粘结强度的平均值 $\bar{\tau}$ 和标准偏差  $S$  分别按式(5)和式(6)计算:

$$\bar{\tau} = \frac{\sum_{i=1}^n \tau_i}{n} \dots\dots\dots (5)$$

$$S = \left[ \frac{\sum_{i=1}^n (\tau_i - \bar{\tau})^2}{n - 1} \right]^{1/2} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $\tau_i$  —— 第  $i$  个试样的界面剪切粘结强度,单位为兆帕(MPa);
- $n$  —— 试样的数量。

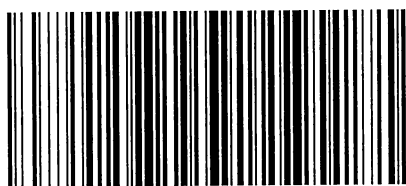
10 试验报告

试验报告应包含以下信息:

- a) 所引用标准；
- b) 测试日期、报告编号；
- c) 材料的名称；
- d) 试样的尺寸；
- e) 实验环境温度和湿度；
- f) 试样制造工艺说明,如果使用材料加工,报告中需说明试样的表面粗糙度,光洁度等；
- g) 位移速率或变形率或加载速率；
- h) 试验次数和有效结果数量；
- i) 界面拉伸或剪切粘结强度的有效结果,平均值,标准差；
- j) 测试机构名称及地址。

参 考 文 献

- [1] Bao. Y. W., Zhang H. B., Zhou Y. C., A simple method for measuring tensile and shear bond strength for ceramic-ceramic and metal-ceramic joining, Materials Research Innovations, Vol., 6 (5-6), 277-280, 2002.
- 



GB/T 31541-2015

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-51899

定价: 18.00 元