

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10139:2013
ISO 13124:2011**

Xuất bản lần 1

**GÓM MỊN (GÓM CAO CẤP, GÓM KỸ THUẬT CAO CẤP) –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ BỀN LIÊN KẾT BỀ MẶT
CỦA VẬT LIỆU GÓM**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Test method for interfacial bond strength of ceramic materials*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10139:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 13124:2011.

TCVN 10139:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC206 *Gốm cao cấp* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Gốm mịn (gốm cao cấp, gốm kỹ thuật cao cấp) – Phương pháp xác định độ bền liên kết bề mặt của vật liệu gốm

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Test method for interfacial bond strength of ceramic materials

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ bền liên kết kéo và độ bền liên kết trượt giữa các bề mặt tiếp xúc của gốm – gốm, gốm – kim loại và liên kết gốm – thủy tinh tại nhiệt độ môi trường bằng phép thử nén trên các mẫu thử hình chữ thập. Tiêu chuẩn này đưa ra phương pháp chuẩn bị mẫu thử, mô hình thử nghiệm và các tốc độ (tốc độ tải hoặc tốc độ dịch chuyển), thu thập dữ liệu và cách tiến hành.

Tiêu chuẩn này áp dụng chủ yếu đối với các vật liệu gốm, bao gồm gốm mịn monolithic và gốm composit chế tạo dạng lỏng, dạng sợi hoặc dạng hạt. Phương pháp thử này có thể được sử dụng để nghiên cứu vật liệu, kiểm soát chất lượng và đặc tính và mục đích tạo dữ liệu thiết kế.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

ISO 3611:2010, *Geometrical product specifications (GPS) – Dimensional measuring equipment: Micrometers for external measurements – Design and metrological characteristics* (Yêu cầu kỹ thuật về dạng hình học của sản phẩm (GPS) – Thiết bị đo kích thước: Micrometer để đo bên ngoài – Thiết kế và các đặc tính đo lường).

ISO 7500-1:2004, *Metallic materials – Verification of static uniaxial testing machines – Part 1: Tension/compression testing machines – Verification and calibration of the force-measuring system* (Vật liệu kim loại – Kiểm tra xác nhận máy thử tĩnh một trục – Phần 1: Máy thử kéo căng/nén – Kiểm tra xác nhận và hiệu chuẩn hệ thống đo lực).

ISO 14704:2008, *Fine ceramics (advanced ceramics, technical advanced ceramics) – Test method for flexural strength of monolithic ceramics at room temperature* [Gốm mịn (gốm cao cấp, gốm kỹ thuật cao cấp) – Phương pháp xác định độ bền uốn của gốm monolithic tại nhiệt độ phòng].

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa dưới đây.

3.1

Gốm mịn (gốm cao cấp, gốm cao cấp kỹ thuật) [Fine ceramic (advanced ceramic, technical advanced ceramics)]

Vật liệu gốm, vô cơ, không kim loại có tính năng cao, kỹ thuật cao có các thuộc tính chức năng cụ thể

3.2

Mẫu hình chữ thập (cross-bonded sample)

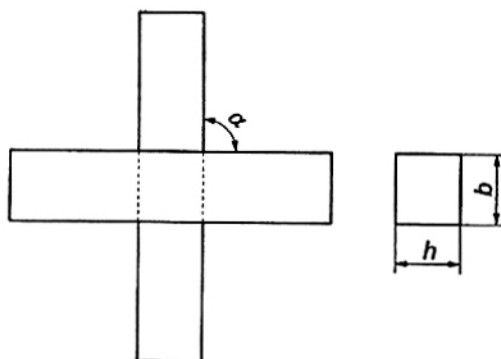
Mẫu thử ở dạng chữ thập đối xứng, được chuẩn bị bằng cách nối hai thanh hình chữ nhật có cùng hình dạng và kích cỡ

CHÚ THÍCH 1: Xem Hình 1.

CHÚ THÍCH 2: Hai thanh được nối để tạo thành mẫu hình chữ thập có thể là vật liệu giống nhau hoặc khác nhau.

CHÚ THÍCH 3: Phương thức được sử dụng để nối có thể là bất kỳ liên kết hóa học hoặc vật lý.

CHÚ THÍCH 4: Hai thanh được nối vuông góc và đối xứng trong phạm vi $\pm 1^\circ$ ($\alpha = 90^\circ \pm 1^\circ$).



Hình 1 – Sơ đồ về các mẫu hình chữ thập

3.3

Tải trọng phá hủy kéo (tensile failure load)

Tải trọng kéo lớn nhất được áp dụng lên bề mặt liên kết trong phép thử độ bền liên kết kéo

3.4

Độ bền liên kết kéo (tensile bond strength)

Ứng suất kéo trung bình lớn nhất được áp dụng lên bề mặt liên kết trong phép thử độ bền liên kết

CHÚ THÍCH: Độ bền liên kết kéo được tính toán bằng cách sử dụng tải trọng kéo hỏng và diện tích liên kết.

3.5

Tải trọng phá hủy trượt (shear failure load)

Tải trọng trượt lớn nhất được áp dụng lên bề mặt liên kết trong phép thử trượt của mẫu hình chữ thập

3.6

Độ bền liên kết trượt (shear bond strength)

Ứng suất trượt trung bình lớn nhất được áp dụng lên bề mặt liên kết trong phép thử độ bền liên kết trượt

CHÚ THÍCH: Độ bền liên kết trượt được tính toán bằng cách sử dụng tải trọng phá hủy trượt và diện tích trượt liên kết.

4 Ký hiệu và thuật ngữ viết tắt

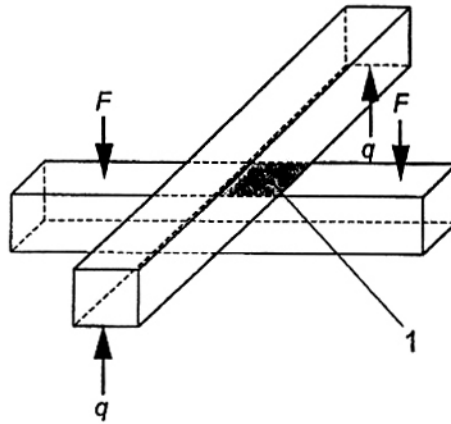
Tiêu chuẩn này áp dụng các ký hiệu nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Ký hiệu

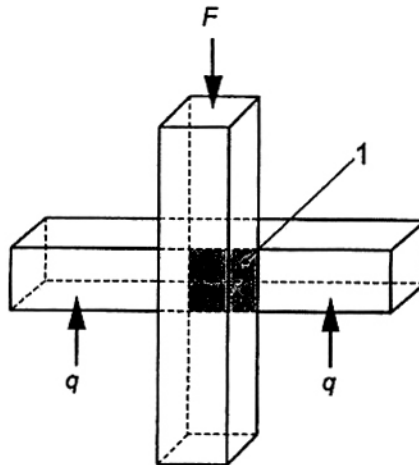
Ký hiệu	Tên	Đơn vị	Viện dẫn
l	Chiều dài mẫu thử	mm	Bảng 2
h	Độ dày mẫu thử	mm	Hình 1, Bảng 2
b	Chiều rộng mẫu thử	mm	Hình 1, Bảng 2
α	Góc vuông của mẫu hình chữ thập	°	Hình 1
D	Đường kính của viên bi ở đầu áp lực	mm	Hình 3
σ_t	Độ bền liên kết kéo	MPa	Công thức 1
τ	Độ bền liên kết trượt	MPa	Công thức 4
P_c	Tải trọng tới hạn để phá vỡ liên kết	N	Công thức 1, 4
A_1	Diện tích kéo được tải	mm ²	Công thức 1
A_2	Diện tích trượt được tải	mm ²	Công thức 4
n	Số lượng phép thử hợp lệ	1	Công thức 2, 3, 5, 6
$\overline{\sigma_t}$	Trung bình độ bền liên kết kéo	MPa	Công thức 2
$\overline{\tau}$	Trung bình độ bền liên kết trượt	MPa	Công thức 5
s	Độ lệch chuẩn	MPa	Công thức 3, 6

5 Nguyên tắc

Mẫu hình chữ thập được nén cho đến khi xuất hiện phá hủy liên kết bề mặt. Có hai dạng gắn mẫu hình chữ thập với gá đỡ khác nhau để xác định độ bền liên kết kéo và liên kết trượt bề mặt. Trong trường hợp xác định độ bền liên kết kéo bề mặt, ứng suất kéo một trục được tạo thành khi mẫu thử kéo chịu được tải trọng nén, như trình bày trong Hình 2 a). Đối với trường hợp xác định độ bền liên kết trượt, mẫu hình chữ thập được tải nén để gây ra phá hủy do trượt tại bề mặt liên kết, như trình bày trong Hình 2 b). Phép thử luôn luôn được thực hiện tại tốc độ dịch chuyển ngang không đổi. Sử dụng tải trọng tại vết nứt và diện tích liên kết để tính độ bền liên kết kéo và liên kết trượt.



a) Sơ đồ về diện tích tải, đỡ và liên kết đối với mẫu hình chữ thập trong thử nghiệm độ bền liên kết kéo



b) Sơ đồ về diện tích tải, đỡ và liên kết đối với mẫu hình chữ thập trong thử nghiệm độ bền liên kết trượt

CHÚ DẪN

- 1 diện tích tải, đỡ và liên kết
- 2 tải trọng được sử dụng
- 3 ứng suất đồng đều trên các bề mặt đỡ

Hình 2 – Sơ đồ xác định độ bền liên kết kéo và liên kết trượt sử dụng mẫu hình chữ thập chịu tải trọng nén

6 Thiết bị và dụng cụ

6.1 Máy thử

Phải sử dụng máy thử thích hợp có khả năng tạo tốc độ đầu nén đồng đều. Máy thử phải phù hợp với ISO 7500-1:2004, loại 1, có độ chính xác 1 % tải trọng chỉ thị trong suốt phép thử nén hoặc kéo.

6.2 Thiết bị thu thập dữ liệu

Nhận tải trọng lớn nhất và nhỏ nhất ghi lại tự động của tải trọng được sử dụng theo sự dịch chuyển đầu nén hoặc theo thời gian thử nghiệm.

Sử dụng máy ghi biểu đồ analog hoặc hệ thống thu thập dữ liệu kỹ thuật số. Thiết bị ghi phải chính xác trong phạm vi 1 % của dải đã lựa chọn của thiết bị thử bao gồm đơn vị đọc và có tốc độ nhận dữ liệu tối thiểu là 10 Hz với độ nhạy 50 Hz.

6.3 Dụng cụ đo kích thước

Micrometer và các dụng cụ khác được sử dụng để đo kích thước tuyến tính phải chính xác đến ít nhất 0,01 mm và phải phù hợp với ISO 3611. Các thiết bị đo kích thước khác có thể được sử dụng miễn là chúng có độ phân giải bằng hoặc nhỏ hơn 0,01 mm.

6.4 Giá đỡ thử nghiệm

Bản phác họa giá đỡ thử nghiệm được trình bày trong Hình 3. Để tránh ứng suất không đối xứng trong mẫu, đỉnh của đầu áp lực là điểm chính giữa của đầu áp lực, và nó có dạng hình cung tại hai hướng vuông góc, như trình bày trong Hình 3 a). Ngoài ra, có thể sử dụng viên bi đệm đặt ở tâm đầu áp lực hình chữ nhật, như trình bày trong Hình 3 b). Vì vậy, tiếp xúc điểm tại đỉnh của đầu áp lực có thể được thấy rõ trong quá trình nén. Giá đỡ phải thích hợp và có thể di chuyển được, và chiều rộng của rãnh sao cho mẫu hình chữ thập có thể được cài vào giá đỡ một cách tự do và tiếp xúc tròn tru, như trình bày trong Hình 3 c). Giá đỡ phải duy trì đàn hồi trên dải tải trọng được sử dụng. Giá đỡ nên được chế tạo từ kim loại cứng có modul đàn hồi trên 200 GPa và độ cứng (HV) trên 3 GPa.

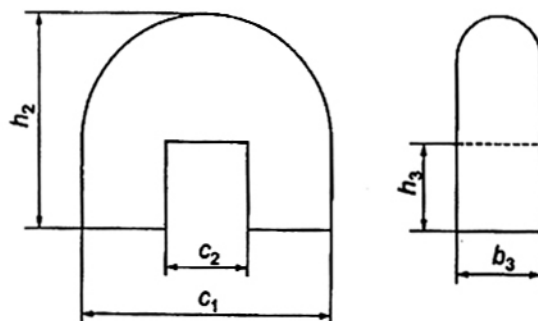
Đầu áp lực được thiết kế để áp tải trọng kéo trong bề mặt liên kết trong thử nghiệm Độ bền liên kết kéo, không sử dụng cho thử nghiệm độ bền liên kết trượt. Khối lượng của đầu áp lực phải được cộng thêm vào tải trọng cuối cùng để tính độ bền.

Để tránh ứng suất kéo không đối xứng, chiều rộng của đầu áp lực nên bằng với chiều rộng của mẫu thử, ví dụ $b = b_3$.

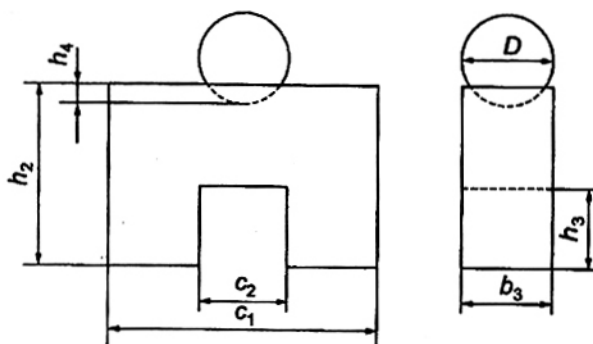
Dung sai song song trên các mặt đối diện của giá đỡ phải không được vượt quá 0,01 mm, và cả hai bề mặt trên và dưới phải là những bề mặt phẳng mịn.

CHÚ THÍCH: Trong khi mẫu hình chữ thập được đặt trong gá đỡ thử nghiệm, như trình bày trong Hình 5 và Hình 6, thanh bên trong phải tiếp xúc trơn tru với hai bề mặt bên trong của gá đỡ, không có ma sát khi nó di chuyển.

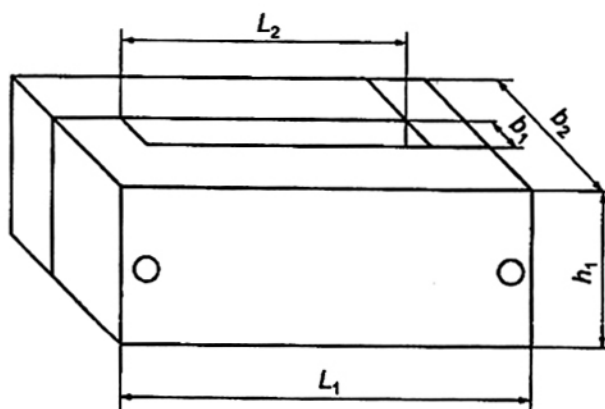
Độ dày của đầu áp lực nên nhỏ hơn chút ít so với chiều rộng của rãnh và độ sâu của rãnh trong đầu áp lực lớn hơn độ dày của thanh, ví dụ $b_3 < b_1$, $h_3 > h$.



a) Đầu áp lực được sử dụng để áp tải trọng trong phép thử độ bền liên kết kéo



b) Đầu áp lực khác được sử dụng để áp tải trọng trong phép thử độ bền liên kết kéo



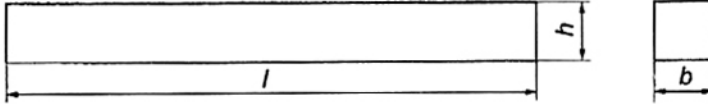
c) Gá đỡ cho cả hai phép thử độ bền liên kết kéo và trượt

Hình 3 – Sơ đồ minh họa các gá đỡ thử nghiệm

7 Mẫu thử

7.1 Kích cỡ mẫu thử

Thanh thử nghiệm hình chữ nhật có mặt cắt hình vuông hoặc hình chữ nhật phải được chuẩn bị trước khi liên kết, như trình bày trong Hình 4. Các góc của mặt cắt ngang phải là góc vuông trong phạm vi $\pm 1^\circ$. Bảng 2 trình bày các kích thước khuyến nghị của các thanh có mặt cắt 4 mm x 4 mm và chiều dài nên lớn hơn 12 mm. Dung sai song song trên mặt dài đối diện là 0,015 mm. Tất cả các mẫu thanh không được vát cạnh.



Hình 4 – Sơ đồ minh họa các mẫu thử hình chữ nhật

Bảng 2 – Kích thước khuyến nghị cho mẫu hình chữ thập và gá đỡ

Kích thước tính bằng milimet

Kích thước	Mô tả	Giá trị	Dung sai
l	Chiều dài thanh	> 12	$\pm 0,5$
b	Chiều rộng thanh	4	$\pm 0,1$
h	Độ dày thanh	4	$\pm 0,1$

CHÚ THÍCH: Tốt nhất là, hai thanh hình chữ nhật có cùng kích thước được nối để chuẩn bị các mẫu mặt cắt ngang. Các thành phần pha của hai mẫu hình chữ nhật có thể giống nhau hoặc khác nhau.

7.2 Chuẩn bị mẫu thử

7.2.1 Quy định chung

Tiêu chuẩn này cho phép vài lựa chọn để chuẩn bị mẫu thử. Đối với liên kết khuếch tán hóa học, các bề mặt tiếp xúc của các thanh được đánh bóng lên đến ít nhất giấy 1200#SiC và sau đó được làm sạch. Đối với đánh giá độ bền của keo, bề mặt mẫu thử không cần đánh bóng. Từng cặp thanh cần để liên kết (đôi khi cùng vật liệu) được kết nối để tạo thành một hình chữ thập đối xứng, như trình bày trong Hình 1. Kỹ thuật được sử dụng để kết nối, phụ thuộc vào mục đích của phép đo, có thể liên kết hóa học hoặc vật lý.

7.2.2 Bảo quản mẫu thử

Các mẫu thử phải được xử lý cẩn thận để tránh hư hại sau khi chuẩn bị mẫu thử. Các mẫu thử phải được bảo quản tách rời và không được tác động hoặc cào xước với nhau.

7.2.3 Số lượng mẫu thử

Tối thiểu 10 mẫu thử được yêu cầu đối với mục đích xác định giá trị trung bình độ bền liên kết kéo giữa các bề mặt hoặc độ bền liên kết trượt giữa các bề mặt.

Tối thiểu 30 mẫu thử được khuyến nghị nếu yêu cầu phân tích độ bền thống kê (ví dụ phân tích Weibull). Sử dụng 30 mẫu thử sẽ giúp thu được các giới hạn tin cậy tốt đối với các thông số phân bố độ bền liên kết bao gồm modul Weibull.

8 Cách tiến hành

8.1 Mô hình và tốc độ thử nghiệm

Sử dụng máy thử cơ học đa năng hoặc gá đỡ thích hợp khác có tốc độ đầu nén là 0,5 mm/min cho cả hai phép thử độ bền liên kết kéo và liên kết trượt.

Tốc độ phép thử phải nhanh đáng kể, sao cho hoàn thành phép thử trong dải từ 10 s đến 30 s, do đó nhận được độ bền kéo lớn nhất có thể tại vết nứt của bề mặt liên kết của mẫu hình chữ thập.

8.2 Chuẩn bị thử

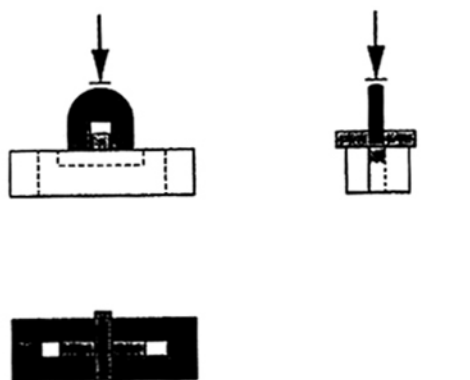
Gắn hai thanh hình chữ nhật vào mẫu hình chữ thập bằng phương pháp hóa học hoặc vật lý.

Kiểm tra mẫu hình chữ thập trước khi thử nghiệm; hai thanh phải vuông góc với nhau và không gối lên nhau thừa bất kỳ tại vành của diện tích được liên kết.

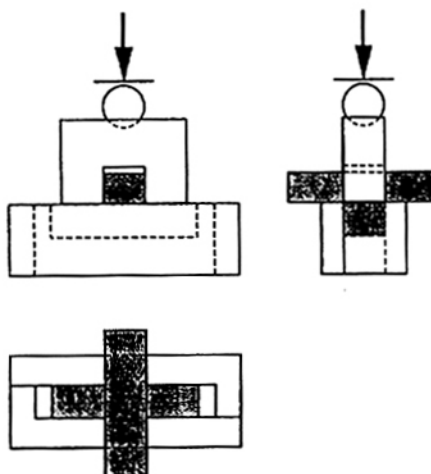
Đối với mẫu hình chữ thập trong phép thử trượt, tiết diện trên của thanh thẳng đứng phải nghiêng trong mặt phẳng trong đó pic tại mặt bên của bề mặt liên kết để tránh ứng suất uốn có thể.

8.3 Đo độ bền liên kết kéo

Để đo độ bền liên kết kéo, đặt từng mẫu thử vào trong gá đỡ sử dụng đầu áp lực dạng hình cung hoặc đầu áp lực phẳng có viên bi, như trình bày trong Hình 5. Mẫu hình chữ thập nên được cài vào trong gá đỡ thử nghiệm không có bất kỳ ma sát nào. Bề mặt phía dưới của đầu áp lực được dán băng dính để giữ sự tiếp xúc đồng đều giữa đầu áp lực và mẫu. Chiều rộng của đầu áp lực phải giống như đầu của thanh và đầu áp lực phải song song với thanh phía dưới. Áp lực thử với tốc độ xác định và ghi lại tải trọng lớn nhất tại vết nứt gãy. Đo tải trọng lớn nhất với độ chính xác $\pm 0,5\%$ hoặc chính xác hơn.



a) đầu áp lực dạng hình cung

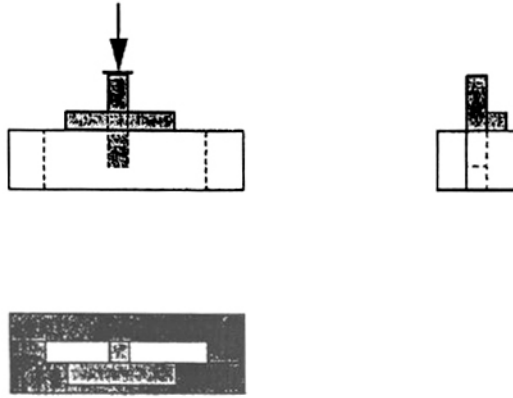


b) đầu áp lực dạng viên bi

Hình 5 – Sơ đồ mẫu hình chữ thập và gá đỡ để đo độ bền liên kết kéo sử dụng đầu áp lực dạng hình cung hoặc dạng viên bi

8.4 Đo độ bền liên kết trượt

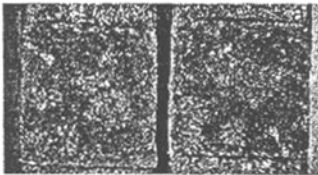
Để đo độ bền liên kết trượt, đặt từng mẫu thử vào gá đỡ, như trình bày trong Hình 6. Nên dán băng dính nhỏ trên bề mặt phía trên của gá đỡ gần với mặt bên của bề mặt liên kết để tránh momen uốn và giữ tiếp xúc đồng đều giữa đầu áp lực và mẫu. Áp lực thử tại tốc độ xác định và ghi lại tải trọng lớn nhất tại vết nứt gãy. Đo tải trọng lớn nhất với độ chính xác $\pm 1\%$ hoặc chính xác hơn.



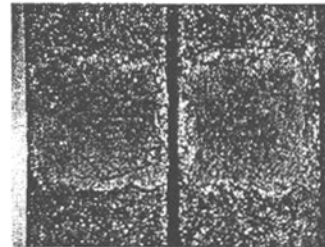
Hình 6 – Sơ đồ mẫu hình chữ thập và gá đỡ cho phép đo độ bền liên kết trượt

8.5 Đo diện tích liên kết ngang

Trước khi thử nghiệm độ bền liên kết, nên đo diện tích liên kết ngang để cho các tính toán sau. Đo chiều dài và chiều rộng của vùng liên kết với độ chính xác 0,02 mm hoặc chính xác hơn. Để đánh giá chất lượng và sự đồng nhất của liên kết, diện tích để tính độ bền có thể sử dụng đơn giản nhân cả hai chiều rộng thành. Hình 7 trình bày các mặt cắt phá liên kết trong phép thử kéo a) và phép thử trượt b), sử dụng mẫu hình chữ thập $Ti_3SiC_2-Ti_3SiC_2$ bằng liên kết oxit.



a) Phép thử kéo



b) Phép thử trượt

Hình 7 – Các mặt cắt phá liên kết trong phép thử kéo a) và phép thử trượt b), sử dụng mẫu hình chữ thập của $Ti_3SiC_2-Ti_3SiC_2$ bằng liên kết oxit

8.6 Sau thử nghiệm

Đo và ghi lại độ ẩm tương đối xung quanh trong phòng thử nghiệm trong phép thử kế tiếp.

9 Tính toán kết quả

9.1 Độ bền liên kết kéo bề mặt

9.1.1 Công thức chuẩn đối với độ bền liên kết kéo bề mặt

Công thức chuẩn đối với độ bền liên kết kéo bề mặt là

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

trong đó

σ_t là độ bền liên kết kéo bề mặt, tính bằng megapascal (MPa);

P_c là tải trọng tới hạn lớn nhất để phá hủy liên kết, tính bằng newton (N);

A_1 là diện tích liên kết trong phép thử kéo, tính bằng milimet vuông (mm²).

9.1.2 Giá trị trung bình độ bền liên kết kéo bề mặt và độ lệch chuẩn

Giá trị trung bình độ bền liên kết kéo bề mặt, $\bar{\sigma}_t$, và độ lệch chuẩn, s , được tính theo công thức:

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

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

trong đó

$\sigma_{t,i}$ là độ bền liên kết kéo của mẫu thử thứ i ;

n là tổng số lượng mẫu thử.

9.2 Độ bền liên kết trượt bề mặt

9.2.1 Công thức chuẩn đối với độ bền liên kết trượt bề mặt

Công thức chuẩn đối với độ bền liên kết trượt bề mặt là:

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

Trong đó

τ là độ bền liên kết trượt bề mặt, tính bằng megapascal (MPa);

P_c là tải trọng tới hạn lớn nhất để phá liên kết trong khi áp tải trọng trượt, tính bằng newton (N);

A_2 là diện tích liên kết trong phép thử trượt, tính bằng milimet vuông (mm²).

9.2.2 Giá trị trung bình độ bền liên kết trượt bề mặt và độ lệch chuẩn

Giá trị trung bình độ bền liên kết trượt bề mặt, $\bar{\tau}$, và độ lệch chuẩn, s , được tính theo công thức sau:

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

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

trong đó

τ_i là độ bền liên kết trượt của mẫu thử thứ i ;

n là tổng số lượng mẫu thử.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải có ít nhất các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này
- b) ngày thử nghiệm, tên và địa chỉ của khách hàng;
- c) tên và địa chỉ của phòng thử nghiệm;
- d) lấy mẫu thử hoặc viện dẫn;
- e) mô tả và vật liệu thử (loại vật liệu, mã số sản xuất, số lô);
- f) mô tả quá trình chế tạo mẫu thử; nếu quá trình vật liệu được sử dụng, báo cáo độ nhám/hoàn thiện bề mặt trên bề mặt cắt hoặc mài;
- g) tốc độ dịch chuyển hoặc tốc độ biến dạng hoặc lực;
- h) số lượng các phép thử được tiến hành và số lượng các kết quả hợp lệ nhận được;
- i) các kết quả hợp lệ, giá trị trung bình và độ lệch chuẩn của độ bền liên kết kéo và trượt bề mặt;
- j) nhiệt độ và độ ẩm phòng thử nghiệm.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] BAO, Y.W., ZHANG, H.B. and ZHOU, Y.C., A simple method for measuring tensile and shear bond strength for ceramic-ceramic and metal-ceramic joining. *Material Research Innovations*, Vol. 6 (5-6), pp. 277-280,2002 [Phương pháp đơn giản để đo độ bền liên kết kéo và trượt đối với liên kết gốm-gốm và kim loại-gốm. *Cải tiến nghiên cứu vật liệu*, Quyển 6 (5-6), trang 277-280,2002].
-