

金属材料-液氦温区拉伸性能测试标准

■ ¹中国科学院理化技术研究所, ²遵义师范学院物理系 王宏¹ 黄传军¹ 李来凤¹

Metallic materials – Tensile testing in liquid helium

(¹Technical Institute of Physics and Chemistry, Chinese Academy of Sciences, ²Department of Physics, Zunyi normal College, Zun Yi Wang Hong^{1,2} Huang Chuanjun¹ Li Laifeng¹)

禁书材料的低温力学性能测试是衡量材料在低温环境下性能的重要方法。液氦温区(4.2K)金属材料性能测试为低温超导、空间技术等领域提供有力的技术支持,但是金属液氦温区测试以复杂、困难著称,国内外具有液氦温区力学性能测试条件的实验室非常少,很长一段时间内国际上并无标准可参考。我国也未制定金属材料液氦温区测试标准。2003年 ASTM E 1450 出版,2004年 ISO 19819 出版,相继提供了金属材料液氦温区拉伸性能测试标准。由于我国是 ISO 成员国,许多国内标准的制定参考 ISO,因此有必要介绍 ISO 19819 标准中的内容,供国内同行参考。

前 言

国际标准化组织简称 ISO,它是国际性标准组织联合体。国际标准通常由 ISO 技术委员会制定。在 ISO 技术委员会确定的范围内,ISO 成员国有权对其感兴趣的领域制定标准。国际组织、政府与非政府组织也可以参与此工作。对于电力标准领域,ISO 与国际电工委员会(IEC)保持密切合作关系。

国际标准根据 ISO/IEC 第二部分的规则制定。

技术委员会的主要任务是制定国际标准。技术委员会制定的国际标准草案由全体成员投票确定。至少 75% 的成员达成一致后才能通过并发布。

ISO 19819 由 ISO/TC 164(金属材料力学测试)技术委员会 SC1 分会(单轴测试)制定。

简 介

在位移(速度)控制下金属及合金材料液氦温区下的力-时间和力-变形测试曲线具有锯齿。锯齿是由塑性滑移和停滞重复发生产生的。稳塑性滑移(不连续屈服)是一个发生在长度方向的自由过程,是在速率高于标称应变速率和试样内部发热引起的。图 1 是典型的奥氏体不锈钢非连续屈服下带锯齿的应力-应变曲线。

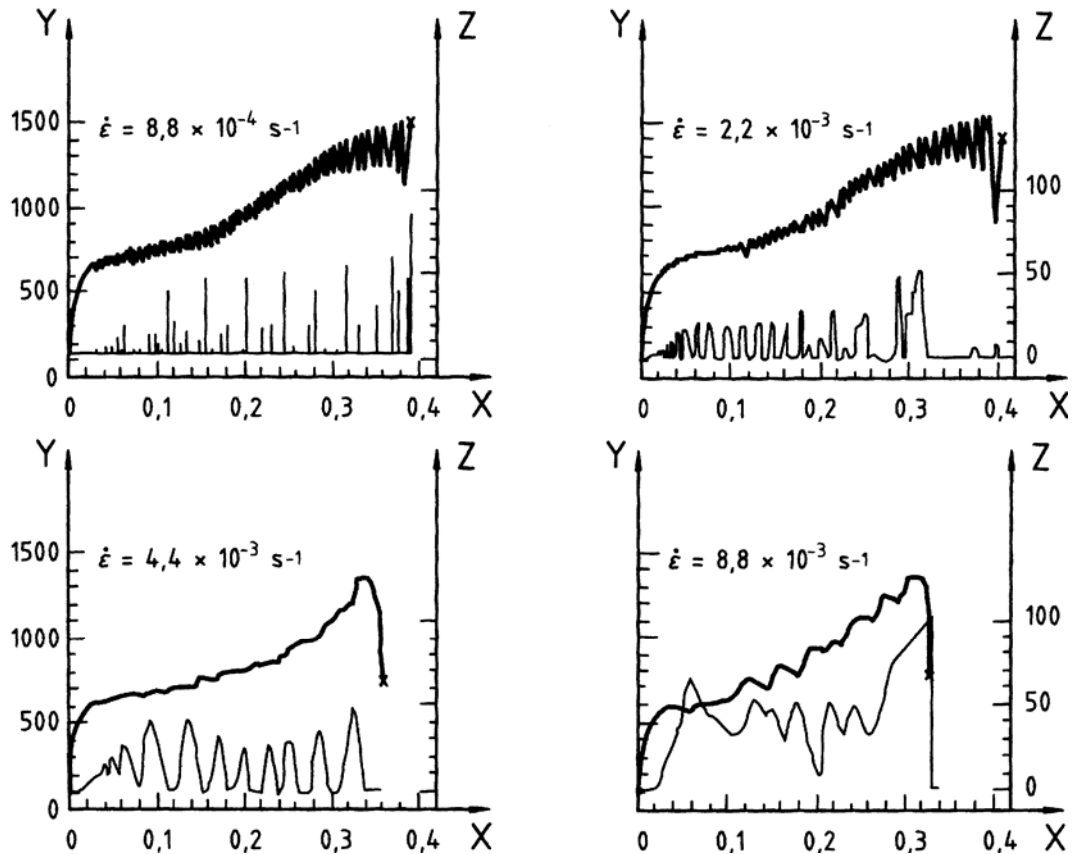


图1 液氦温区 AISI 304L 4 种不同标称应变速率下，典型的应力-应变曲线和试样温度变化曲线
X 应变(变形)； Y 应力(单位力)，N/mm²； Z 温度，K

Fig.1 Example of typical stress-strain curves and specimen temperature histories at four different nominal strain rates, for AISI 304L stainless steel tested in liquid helium

液氦条件测试下，试样温度不可能维持不变，由于绝热升温，在每一个不连续屈服过程中试样长度方向的局部温升暂时超过液氦温度(如图1)。锯齿的数量和力变化的幅度由材料的成分、试样规格、测试速度等因素决定。液氦温度下力学测试(尤其是拉伸强度、延伸率和断面收缩率测试)，改变测试控制方式可以改变锯齿的形状但不能完全消除非连续屈服的发生。因此液氦温度下的拉伸性能测试可能缺少室温下性能测试的一些意义，室温下变形是等温过程，不连续屈服也不会发生。

液氦温区下，材料的应力-应变关系取决于采用力控制模式还是位移控制模式。由于位移控制是材料表征的传统方法，ISO 19819 标准也采用了此方法。ISO 19819 标准中也考虑到了那些在由力控制的实际情形中对不同的和不常用材料的响应的可行性。

金属材料-液氦温区拉伸测试

1 适用范围

此项国际标准规定金属材料液氦温区(液氦沸点-269℃或者 4.2K，指定为 4K)的拉伸性能测试并定义此测试可以给出的力学性能。

本文版权归新三思集团公司及作者本人所有，转载必究。

在配备相应的低温容器并选用小规格试样的条件下,此项国际标准同样适用于金属材料低温(小于-196℃或 77K)下拉伸性能测试,测试中涉及到锯齿状屈服、绝热升温 and 应变速率效应。

按照此国际标准进行液氮温区拉伸性能测试,测试试样安装在存有液氮的低温容器中,实验时采用位移控制,标称应变速率应小于等于 $10^{-3} S^{-1}$,未考虑采用力控制和更高应变速率情况测试。

2 参考标准

ISO 19819 标准的制定参考了下面的文献。对于标注时间的参考文献,只有引用的版本适用。对未标注时间的参考文献,最后一版(包括修订文件)适用。

ISO 7500-1(待出版-为 ISO 7500-1: 1999 修订版):金属材料—静态单轴测试用试验机验证—第一部分:拉伸/压缩测试试验机—力测量系统确认和标定。

ISO 9513: 1999:金属材料—单轴测试用引伸计标定。

ISO 15579:金属材料—低温拉伸测试。

3 术语和定义

对 ISO 19819 标准,ISO 15579 和下面的术语、定义适用

3.1 绝热升温

由于试样变形产生弹性功不能迅速扩散到周围低温介质中而引起的试样内部温度升高。

3.2 轴向应变

在对称试样的纵向轴的侧面的等空间或与之相对侧测量得到纵向平均应变。

说明:纵向应变由两个或多个安装在试样长度方向中部的应变传感器测量得到。

3.3 弯曲应变

不同于试样的轴向应变和表面应变。

说明:弯曲应变随环境改变而改变,在试样长度方向的不同位置弯曲应变不同。

3.4 杜瓦

用于存放低温流体的真空-隔热容器。

3.5 不连续屈服强度 R_i

应力-应变曲线上显示的第一个可测量的锯齿开始的应变峰值。

3.6 拉伸低温容器

在低温环境可对试样施加拉力的测试装置。如图 2

4 符号和定义

ISO 19819 标准使用的符号和定义见表 1

表 1 符号和定义

符 号	单 位	定 义
A	%	断后延伸率 $A=(L_u-L_0)/L_0*100\%$
d	mm	棒状试样长度方向的直径、圆线试样直径
F_m	N	最大力

L_c	mm	平行长度
L_e	mm	引伸计标距
L_0	mm	初始标距
L_U	mm	断后标距长度
R_i	N/mm^2	不连续屈服强度
R_m	N/mm^2	拉伸强度
$R_{p0.2}$	N/mm^2	0.2%保证强度(弹性极限强度)，非比例拉伸
S_0	mm^2	试样长度方向最初截面积
S_U	mm^2	断后试样长度方向最小的截面积(断后截面积)
Z	%	断面收缩率 $Z = (S_0 - S_U) / S_0 * 100\%$

5 基本原理

为得到材料液氦温区拉伸力学性能参数，需要将被测材料样品浸泡在液氦中，利用拉伸机施力将试样完全拉断。根据载荷一位移，应力—应变数据、曲线计算出屈服强度、断裂强度、延伸率、断面收缩率等力学参数。

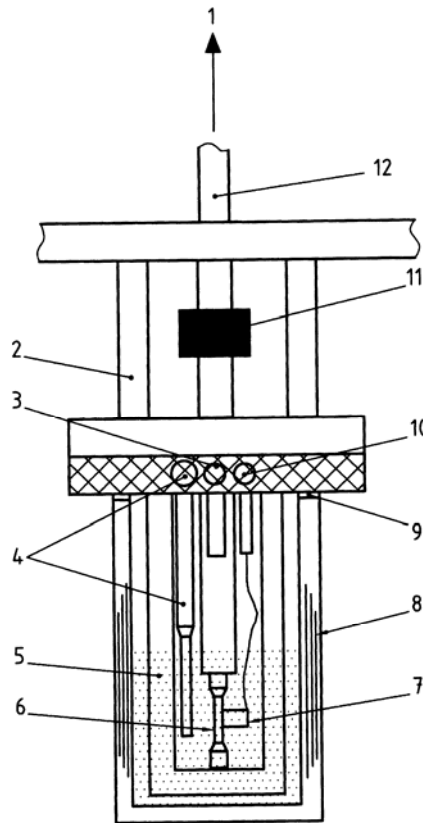


图 2 4K 典型拉伸低温容器示意图及说明

- 1 力；2 室温支撑；3 出气孔；4 真空-绝热输液管；5 低温支撑；6 试样；7 引伸计；
8 真空-绝热杜瓦；9 杜瓦密封胶；10 电引线座；11 测力传感器；12 拉伸杆。

Fig.2 Schematic illustration of a typical cryostat for tensile testing at 4 K

6 装置

6.1 力学试验机

6.1.1 一般描述

试验机必须根据 ISO7500-1 的规定检验和标定,试验机至少为 1 级,除特别的产品标准。

6.1.2 试验机柔量

试验机拉伸和低温承力结构的柔量(作用在低温容器上的力与位移变化关系)性能应事先知道。柔量测量可采用刚性试样与承力单元耦合或者采用特制的标准试样。在低载荷和最大载荷验证试验机的柔量,如详见 6.1.5。

注意:不同的柔量可能会改变测试材料的延伸率和拉伸强度,这是由于在低柔量测试设备中会发生大的不连续变形。

6.1.3 系统设计

液氦温区金属及合金的强度一般是室温时的二倍或三倍。对同样的试样规格,低温下低温容器、试样、承力单元和夹具必须承受更大的力。由于一般选用的试验机最大载荷为 100kN(或更小),因此建议采用 7.2 推荐的小试样并据此设计低温装置。

6.1.4 结构材料

包括各种铁素体钢在内的多种结构材料在液氦温区都是脆性的。为防止设备损坏,测试夹具和承力单元采用低温下高强度、韧性好的合金。为减小热流,应采用低热导合金。设计夹具、拉杆和低温支撑件可选用奥氏体钢(AISI 304LN)、马氏体钢(200, 250 或 300 号,加镍防锈)、镍基合金和钛合金(Ti-6Al-4V 和 Ti-5Al-2.5Sn)。非金属材料(如玻纤-环氧树脂复合材料)是良好的隔热材料,有时还用作压缩测试部件。

6.1.5 对中

为使弯曲应变最小,拉伸测试中试样对中是必须的。试验机和夹具应保证使力施加在试验机精确标定的试样上而最大弯曲应变不超过轴向应变的 10%。可采用特制的垫片补偿不可调固定件或调节设计有对中功能的低温容器来减少弯曲应变并使之达到可接受的程度。在标定试样上施加一个小的力和试验机或承载部分限定的最大力来确定弯曲应变。

可通过室温和液氦温区下的轴向测试验证装置。为验证装置的轴向对中,必须采用低温测试中同一套低温容器和同一试样,试样同轴度应近乎完好。在向对中试样加力过程中试样中部不应产生弹性应变。标定试样要选用刚性、高强度材料。

根据 3.3 节定义计算圆柱试样的最大弯曲应变。应变测量采用安置在试样中部等角度($2\pi/3$)并排三个电阻应变片、三个引伸计测量得到。

对方型或多角截面试样,应变测量采用安置在试样中部相对平行面上的应变片、引伸计得到。对薄片状试样,在两个宽面中部安放应变片、引伸计。

对传统的螺纹夹具和销钉夹具,可根据下面的方法检验试样的偏心:保持夹具和拉杆不改变位置的条件下将试样旋转 180° 重复进行轴向测试。计算弯曲应变和轴向应变。如果采用其它夹具和试样方法确定试样偏心效应,应在试验报告中注明。

如果只在试样的一个部位测试,拉伸测试非轴向加载对于小应变情况,会带来应变测量误差,可以采用平均应变方法处理,即在试样中部等空间三个位置测量应变(如果已确认试

样对中，在相对的两个部位测试应变也可以)。记录并在试验报告中给出这两个或三个位置测得应变的平均值。

6.1.6 夹具

根据试样形状选择夹具。为防止意外，夹具应选用低温性能好的材料制备。

6.2 低温容器和支撑装置

6.2.1 低温容器

低温容器能保存液氮。对选用的试验机，低温容器和加载单元一般是定制的，也可能有商业可用的低温容器。低温容器应带有可调部件以方便试样对中。

6.2.2 杜瓦

与玻璃杜瓦相比，不锈钢杜瓦更为安全(不宜断裂)。对短时拉伸测试，单个液氮杜瓦就可以保证。也可以采用外层存放液氮杜瓦和内部放存双液氮的双杜瓦。

6.2.3 附属设备

杜瓦和液氮输液管应具有绝热功能。真空泵、压缩气和液氮设备也是必须的。

6.3 液面计

液面计是为了监控测试是否维持在液氮温度。对常规测试，如能确认试样完全浸泡在液氮中就不用再安装热电偶温度计。因此需要一个简单的液面指示器以确认整个测试过程中试样完全浸泡在液氮里。在低温容器中选择参考点安装碳电阻型开关指示器以检测试验过程中试样是否完全浸泡在液氮中。也可以采用超导传感器安放在低温容器中相应的部位以检测液面的位置。

6.4 引伸计

6.4.1 类型

液氮温区下可用的引伸计可自制或买到。当采用引伸计测量变形，为保证可以测到应变为0.2%时的强度(屈服强度)，必须采用1级引伸计(参考ISO 9513:1999)；确定其它力学性能如大延伸率可选用2级引伸计(参考ISO 9513:1999)。

要测量屈服强度，需要两个或更多引伸计。尽可能的将引伸计刀口直接安装在试样上。

为防止引伸计生热使液氮产生气泡影响信号输出，引伸计桥压应当小于1V或在1V左右。注意：整个测试过程中只要引伸计温度保持恒定，引伸计生热不至于引起液氮剧烈产生气泡，引伸计生热可不予考虑。

液氮温度下电容式引伸计也可以用来测试应变。拉开式同心柱状引伸计具有扩展的量程。可选用其可调灵敏度的线性部分使用。

液氮温度下也可将应变片直接粘结在试样上测试应变。在低温下使用应变片测应变，应特别注意应变片和粘结剂的选择、应变片与测试材料的粘结。需要注意的是，应变片与试样有可能在达到0.2%变形量以前就脱粘。

6.4.2 标定

引伸计需要在室温和液氮温度下标定。对于液氮温度标定，需要特定的装置。引伸计固定在一长杆和套管的下部并浸泡在液氮中，引伸计的变形由长杆另一端的测微计控制。如果引伸计的标定关系已知并已证明准确，线性度和重复性也满足要求，测试前只需在室温下标定并用标定结果检验液氮下标定就可以了。需要注意的是，必须周期性对引伸计进行液氮温度下标定，尤其是已知引伸计损坏或者进行修理后。

7 试样

7.1 一般描述

试样的形状和规格依赖于需要进行力学测试金属材料的形状和规格。

7.2 标准圆棒试样

为与试验机最大载荷协调，液氮温度下选用直径为 7mm、标距/直径比($L_0: d$)为 5 的圆棒试样作为标准。为便于夹持试样末端一般为螺纹或者带肩结构，此外试样安装还需复合 6.1.5 节要求。

7.3 其它可选试样

如果由于种种原因不能采用上述标准试样，其它形状和规格的试样也可以用来测试。金属丝是一类特殊的小直径的圆棒试样。附录 A 是一些棒状和片状试样的实例。

7.4 小规格试样

特别指出的是直径小于 6mm 试样的制备和测试。由于试样规格减小，试样切削、试样表面光洁度和试样对中更为重要。

7.5 制样

直接在材料上选取拉伸测试试样以保证测试能代表所选材料的性能。

从原材料上最能代表其性能的部位制备试样。传统的选取方法是：

- 1) 对厚或直径小于 40mm 的原材料，试样应从中心处选择；
- 2) 对厚或直径大于 40mm 的原材料，可从中心与表面的中部选择试样。

8 测试环境

8.1 试样安装

试样在低温容器中安装时应留有足够的空隙以防止安装低温容器时引起试样弯曲和影响随后测试过程中的监测。

试样对中过程中，加在试样上的力应小于材料拉伸强度 1/3。然后使此力降低但应保证试样冷却过程中试样对中不变。

注意：为保持试样对中状态并避免拉伸测试开始前已在试样上产生大的应力，试样冷却过程中加在试样上的力要小。

8.2 冷却程序

试样、夹具和承力杆之间结冰会引起分散加载现象，输液管、回气管道结冰也会堵塞。为防止结冰，在冷却前用电吹风或电热吹风将装置中的凝结水完全清除。如果夹式规带有保护盒，将夹式规固定在液氮可以自由进入保护盒中作用单元的位置，防止液氮中产生的气泡聚集和随之产生的信号噪声。

随后，固定杜瓦并向容器中通入液氮对设备预冷。等液氮不再沸腾(说明已达到热平衡)后就可以从容器中移出液氮。随后向容器内输入液氮，直到试样和夹具完全浸泡在液体中。系统达到热平衡后可以开始试验。整个测试过程要保证试样浸泡在液氮中。

注意：气态氮的传热特性比液氮的差，因此必须保证试样浸泡在液氮中。

8.3 测试速率

8.3.1 速率控制

由于液氦温区下材料拉伸性能与测试速率相关，测试过程包括横梁位移的控制和测量。对非连续屈服不能实现应变速率精确地控制和维持，应保持尽量小的应变速率。应变速率计算标准是横梁位移速率除以试样标距。

8.3.2 速率限制

在应力达到强度的一半以前可选用任何通用的横梁位移速率，达到以后，横梁位移速率的选择应保证标准应变速率不超过 $1 \times 10^{-3} \text{S}^{-1}$ 。更高的速率可能导致试样过热，因此是材料力学性能测试不选用的。

8.3.3 速率选择

液氦温区金属材料拉伸性能测试推荐的应变速率是 10^{-5}S^{-1} 到 10^{-3}S^{-1} 之间，但是有些材料对此范围应力速率敏感。 10^{-4} – 10^{-3} 应变速率范围内拉伸测试中有些高强度奥氏体不锈钢表现出柔性转变，另外一些强度/热导比率高的合金材料(如钛合金)也有类似的行为。有些测试中采用比 $1 \times 10^{-3} \text{S}^{-1}$ 更小的应变速率也是允许的。

测试中采用变化的应变速率更为有益。如开始非连续屈服的应变随着应变速率减小而增加。如果第一个锯齿行为发生在 0.2% 弹性应变附近，可以减小测试速率以推后第一个锯齿，这样可以防止保证强度测量受影响(如图 3)。测试开始时可以采用小的应变速率以确定保证强度，然后采用增加的应变速率完成测试。

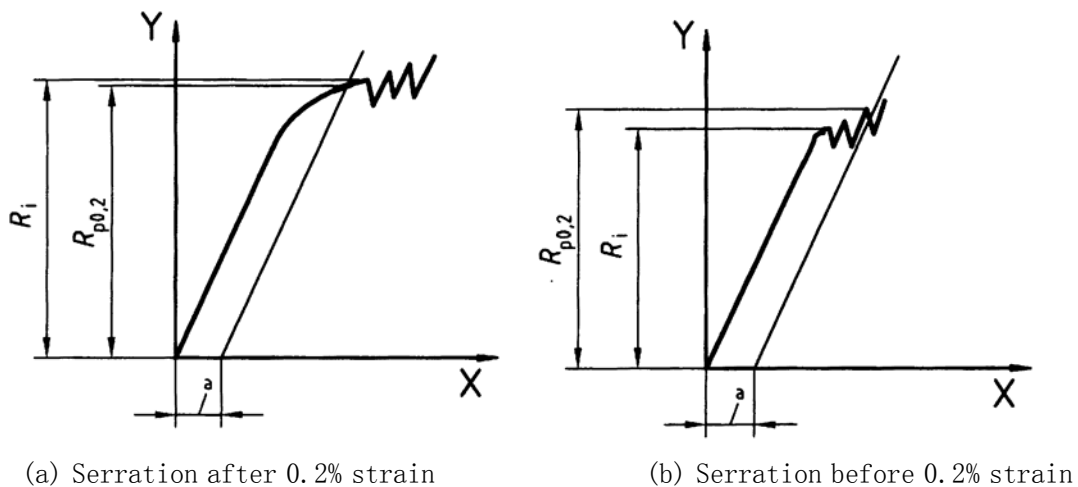


图 3 采用残余变形法确定 $R_{p0.2}$ X 应变(变形); Y 应力(单位力); a 0.2%残余

Fig. 3 Stress-strain diagram for determination of 0.2% proof strength ($R_{p0.2}$) by the offset method

9 程序

9.1 确定初始截面积 (S_0)

初始截面积可通过测量试样并计算得到，测量误差不应超过 0.5% 或者 0.010mm。

9.2 初始标距标记

初始标距可在试样标距部位划线或用墨水标记。标记后，在距标距最近的 0.1mm 处测量。对低延展性金属，采用冲痕或者划线方法标记标距可能会使试样在标记处断裂，这是由

于标记时造成应力集中。

9.3 确定断后延伸率

根据表 1 提供的定义计算断后延伸率。

9.4 计算保证强度、非比例延伸 $R_{P0.2}$

保证强度 $R_{P0.2}$ 由计算机软件程序确定，也可以从力-位移曲线上确定。从力-位移曲线上确定 $R_{P0.2}$ 的方法是在非比例延伸 (0.2%) 处做力-位移曲线线性区的平行线 (0.2% 偏移线)，平行线与力-位移曲线的交点对应的强度就是保证强度。后一种方法是利用力除试样初始截面积 (S_0)。如果 0.2% 偏移线与力-位移曲线的交点不在非连续屈服强度处，传统上是取下降前最大的应力作为保证强度 (如图 3)。

9.5 非连续屈服强度 (R_i)

用第一个可测锯齿开始前的最大力除试样横截面积得到第一非连续屈服强度。

9.6 拉伸强度 (R_m)

拉伸测试直到断裂过程中最大力除试样的初始截面积定义为拉伸强度。

9.7 断面收缩率 (Z)

根据表 1 提供的定义计算断面收缩率。

10 测试报告

测试报告应至少包括下列部分内容：

- (1) 参考 ISO-19819 中的要求；
- (2) 材料特征，也就是：材料鉴定、制造、工序、热处理条件和金属工艺信息；
- (3) 试样特征，也就是：试样选取部位和试样选取方向与选取材料使用方向的相对值，试样尺寸，包括试样截面、过渡直径和标距长度；
- (4) 应变速率，也就是横梁位移速率和整个测试过程中标准应变速率，如果采用变应变速率测试，记录改变前和改变后有效标准应变速率，
- (5) 测试结果，也就是 0.2% 保证强度，拉伸强度，断后延伸率及计算方法，标距长度：柱形试样标距与直径比率和断面收缩率。

注意：实验报告中可选下列信息：液氮温区杨氏模量、力-位移曲线、试样断裂位置和断裂方式、使用条件、试样制造单位、测试试样平均粒径、室温力学性能、实验机的型号和最大载荷与低温容器的符合性、低温装置的类型、引伸计的型号和标定 (如可能提供标定曲线)、测试的应力-应变曲线 (尤其是 0 和 1% 间)、非连续屈服强度及非连续屈服强度计算时测试应变速率、如果测试多试样，记录测试试样数目、所有测试力学性能的平均值及分散性。

附录 A 液氦温区测试试样规格举例

如图 A1 和 A2 单位: mm

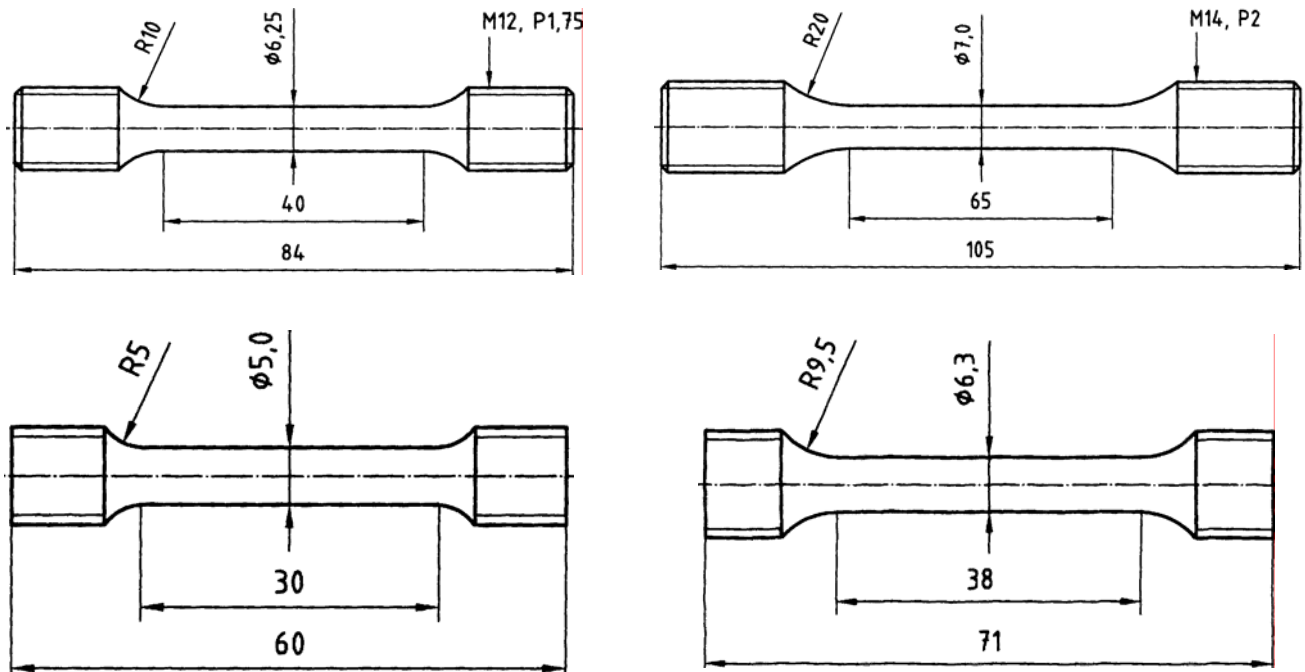


图 A1 圆柱试样

Fig. A1 Bar specimens with threaded ends

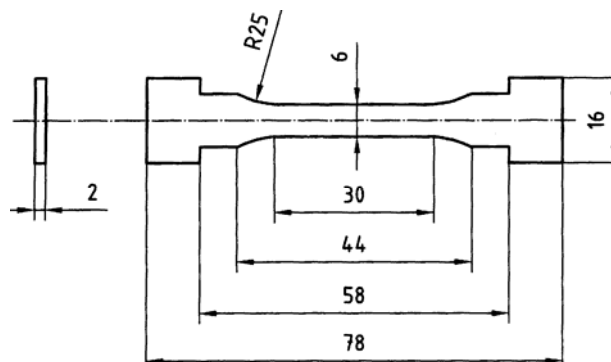


图 A2 带肩试样

Fig. A2 Plate specimen with shoulders

参考文献:

- [1] ASTM E-1450-03 结构金属材料液氦温区拉伸测试标准
- [2] JIS Z 2277 金属材料液氦温区拉伸测试方法

作者简介:

- [1] 王宏(1959-), 男, 遵义师范学院物理系副主任, 副教授。目前在中国科学院理化技术研究所做访问学者。

[2] 李来风，研究员，中国科学院理化技术研究所。