

中华人民共和国国家标准

GB/T 27595—2011/ISO 9664:1995

胶粘剂 结构胶粘剂拉伸剪切疲劳 性能的试验方法

Adhesives—Test methods for fatigue properties of structural adhesives in
tensile shear

(ISO 9664:1995, IDT)

2011-12-05 发布

2012-03-01 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

GB/T 27595—2011《胶粘剂 结构胶粘剂拉伸剪切疲劳性能的试验方法》等同采用 ISO 9664:1995《胶粘剂 结构胶粘剂拉伸剪切疲劳性能的试验方法》(英文版)。

部分规范性引用文件用国家标准取代了国际标准,所引用的标准内容与国际标准没有差异。

为便于使用,本标准作下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 本标准规范性引用文件采用“ISO 17212:2004”代替原国际标准所采用的“ISO 4588:1995”;
- c) 删除了国际标准的前言。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国胶粘剂标准化技术委员会(SAC/TC 185)归口。

本标准起草单位:北京天山新材料技术有限责任公司、上海康达化工有限公司、上海橡胶制品研究所、宁波胶粘剂及制品行业协会。

本标准主要起草人:杜美娜、胡红梅、陈亚菊、孙永国。

胶粘剂 结构胶粘剂拉伸剪切疲劳性能的试验方法

1 范围

本标准详细说明了在规定条件下用标准试样通过加载剪切应力评价胶粘剂拉伸剪切疲劳强度的试验方法。目的是表征结构胶粘剂在特定金属基材上的性能。

疲劳性能是试样几何分布的函数。试验结果与胶粘剂的内在特性无关,且不能用于设计目的。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,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标准,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。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试验的标准环境(ISO 291:1997, IDT)

GB/T 7124—2008 胶粘剂 拉伸剪切强度的测定(刚性材料对刚性材料)(ISO 4587:2003, IDT)

GB/T 21526—2008 结构胶粘剂 粘接前金属和塑料表面处理导则(ISO 17212:2004, IDT)

3 术语和定义、符号

本标准采用以下术语和符号。

3.1

剪切应力 shear stress (τ)

外力除以粘接面积,单位是 MPa。

3.2

静态剪切应力 static shear strength (τ_R)

根据 GB/T 7124 确定为破坏时的平均静态剪切强度,单位是 MPa。

3.3

应力循环 stress cycle

以规整间隔重复的应力/时间函数的最小单元。

剪切应力与时间成正弦函数(如图 1)。

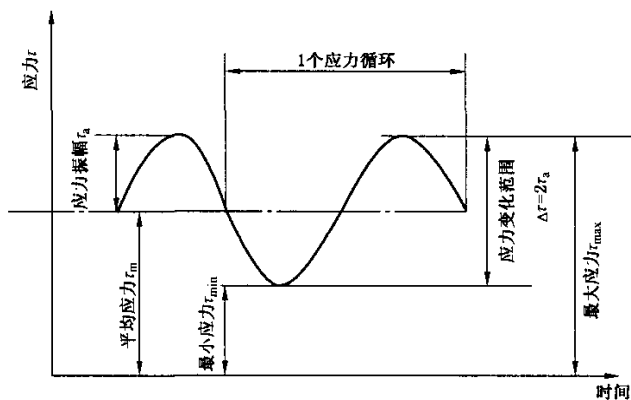


图 1 疲劳应力循环

可以认为循环应力是一个静态应力即平均应力与一个交互应力的叠加。

3.3.1

最大应力 maximum stress (τ_{\max})

循环应力中的最大值,单位是 MPa。

3.3.2

最小应力 minimum stress (τ_{\min})

循环应力中的最小值。该值应始终为正值,单位是 MPa。

3.3.3

平均应力 mean stress (τ_m)

最大与最小应力之和的一半,单位是 MPa:

$$\tau_m = \frac{\tau_{\max} + \tau_{\min}}{2}$$

3.3.4

应力幅 stress amplitude (τ_a)

最大与最小应力之差的一半,单位是 MPa:

$$\tau_a = \frac{\tau_{\max} - \tau_{\min}}{2}$$

3.3.5

应力比 stress ratio (R_r)

一个应力循环中最小应力与最大应力的代数比:

$$R_r = \frac{\tau_{\min}}{\tau_{\max}}$$

3.4

疲劳极限 fatigue limit (τ_D)

在给定平均应力 τ_m 或应力比 R_r 下,当循环次数很大时,应力幅 τ_a 接近的极限值。

对于一些材料而言,应力幅不会随循环次数的变化出现一个极限值,而是随着循环次数的增加,持续降低。在这种情况下,确定一个耐久极限是很有用的。

3.5

耐久极限 limit of endurance [$\tau_D(N_F)$]

在特定失效循环次数 N_F 下确定的剪切应力值。单位是 MPa。

试验在给定 τ_m 或 R_r 下进行,结果分别表示为:

$\tau_D(N_F, \tau_m)$,单位是 MPa

或

$\tau_D(N_F, R_r)$,单位是 MPa。

3.6

使用寿命 service life (N)

施加给试样直至试验结束时的应力循环次数。如果试样没有破坏,则不定义使用寿命,但认为试样的使用寿命大于试验的循环次数。

3.7

循环比 cycle ratio (n/N)

施加的循环次数(n)与使用寿命(N)的比值。该比值与 SN 曲线(韦勒曲线)一起被应用于承载条

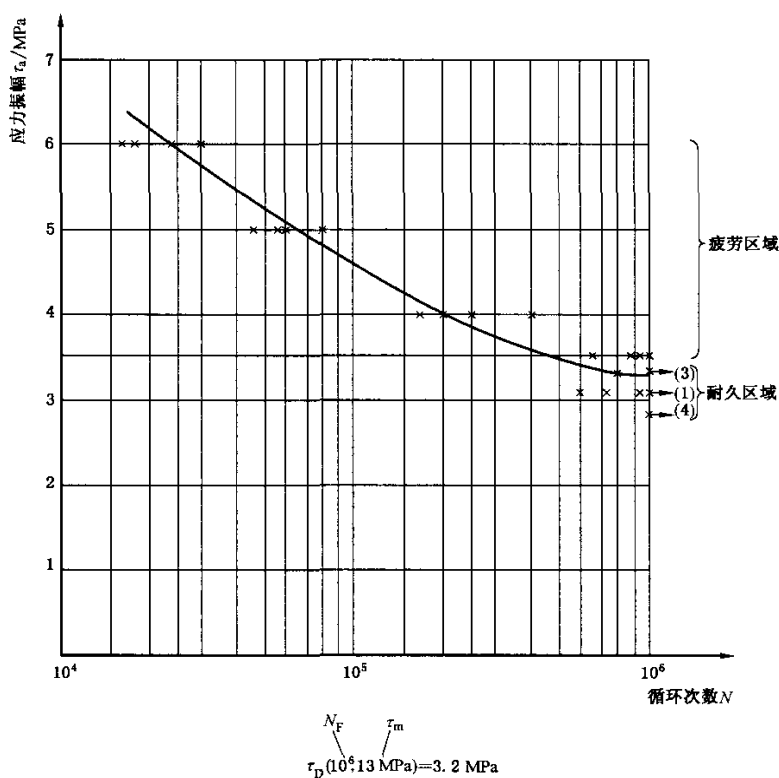
件下的测试。

3.8

SN 曲线 SN curve

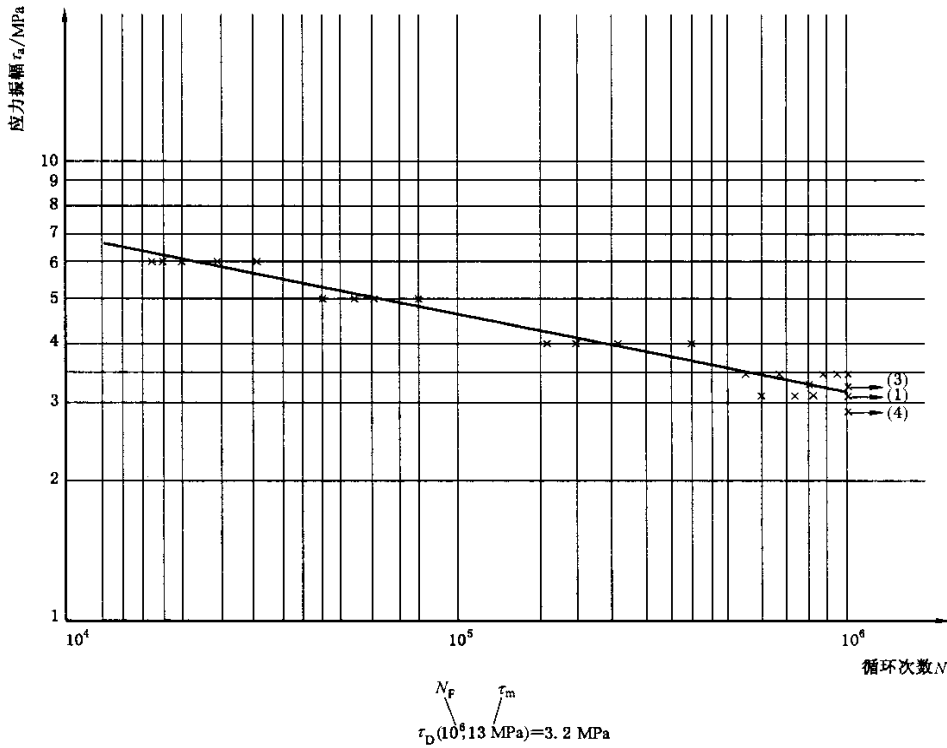
SN 曲线给出了试验观察到的使用寿命 N 与应力幅 τ_a 或最大值 τ_{max} 之间的关系,显示材料的耐性。按照常规,使用寿命 N 为横坐标(对数值), τ_a 或 τ_{max} 为纵坐标(图 2a)所示典型曲线)或者 τ_a 或 τ_{max} 的对数值为纵坐标(图 2b)所示典型曲线)。这两个曲线均是在保持 τ_m 为常数或者 R_c 为常数下得到的。SN 曲线定义为应力幅和使用寿命的关系。在这条曲线上(图 2a)),我们可以发现:

- 耐久区域,指的是在给定应力下,可以确定破坏或者未破坏的失效循环次数 (N_F) 的区域;
- 疲劳区域,指的是在给定应力下,所有试样的试验循环次数在低于上述失效循环次数 N_F 时,都发生破坏的区域。



a) 标准碳钢试样,室温条件下 30 Hz,半对数坐标

图 2 一个单组分环氧胶粘剂的典型 SN 曲线



b) 标准碳钢试样, 室温条件下 30 Hz, 对数坐标
图 2 (续)

4 原理

试样被施加循环的应力, 可以认为是一个静态应力即平均应力与一个交互应力的叠加。给定 τ_m 与 τ_a 可以确定试样破坏时的循环次数。用这些数据绘制 SN 曲线, 从而评价粘接处耐疲劳性能的置信区间。

5 仪器

5.1 模板

确保在粘接过程中对基材的准确定位。

5.2 疲劳试验机

可以进行正弦的疲劳应力循环试验, 应保证最大应力在疲劳试验机量程的 10% 与 80% 之间。试验的频率和仪器的型号会影响试验结果。除非另有说明, 频率应选择 30 Hz, 最高频率为 60 Hz。当频率高于 60 Hz 时, 粘接处会过热。疲劳试验机应配备自动定心装置以连接试样。该装置应设计成试样一旦承载时其所有部件都和试样一起做直线运动。在这种情况下, 试样的主轴与施加应力的方向以及该装置的对称轴一致。

可使用穿过基材的附件, 如果这样, 则试样需要如图 3b) 所示的其他支垫来增强。

6 试样

6.1 基材

试样应该与图 3a) 和 b) (钢材) 或图 3c) (铝材) 在形状、尺寸以及规整性上保持一致。

注 1: 推荐基材为铝 2024 A 5T3 和钢 XC 18 或 E 24, 一级或二级。根据胶粘剂的最终用途可以使用其他级别的钢材。

6.2 试样制备

制备单个试样,或可以利用开槽或未开槽的嵌板制备试样(见图4)。

在选择试样的制备方法时,应考虑制备方法对粘接试样可能的机械损伤。在制备单个试样时应特别注意,不同试样的粘接处应保持合适的一致性和同质性,尤其应注意胶层的厚度。

除非另有说明,根据 GB/T 21526 对基材进行表面处理。应按照胶粘剂生产厂家的操作说明进行使用。所有情况下,均应使用模板以确保准确的叠合、基材保持良好的 consistency 以及每个试样及试样组粘接处的胶层厚度相互一致。

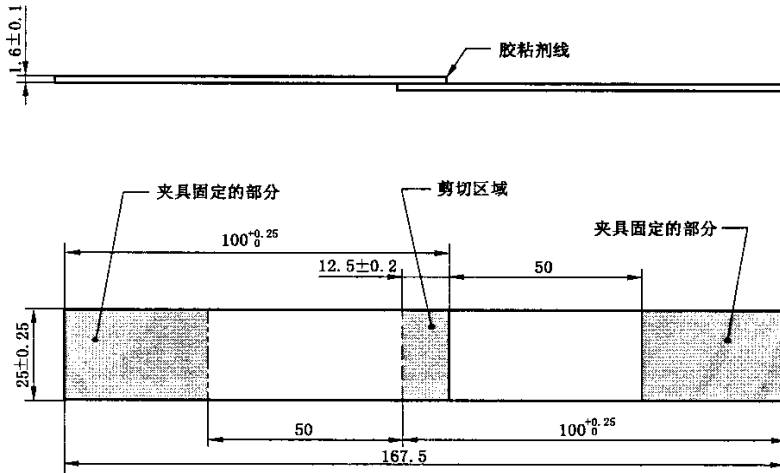
6.3 试样个数

试样的个数取决于对精确度和结果的要求。最少试样数规定如下:

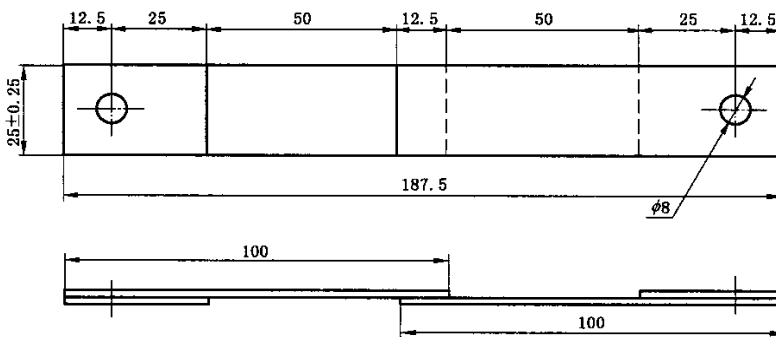
- 在三个不同的 τ_c 值处,每个至少测试 4 个试样,以确保破坏发生在循环次数为 $10^4 \sim 10^6$ 。即至少需要 12 个试样来确定 10^6 次循环的耐久极限。
- 至少测试 6 个试样来确定静态剪切应力 τ_R 。

6.4 测试条件

试样应该在 GB/T 2918 规定的温度 $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 和相对湿度 $(50 \pm 5)\%$ 的标准条件下进行储存和测试。

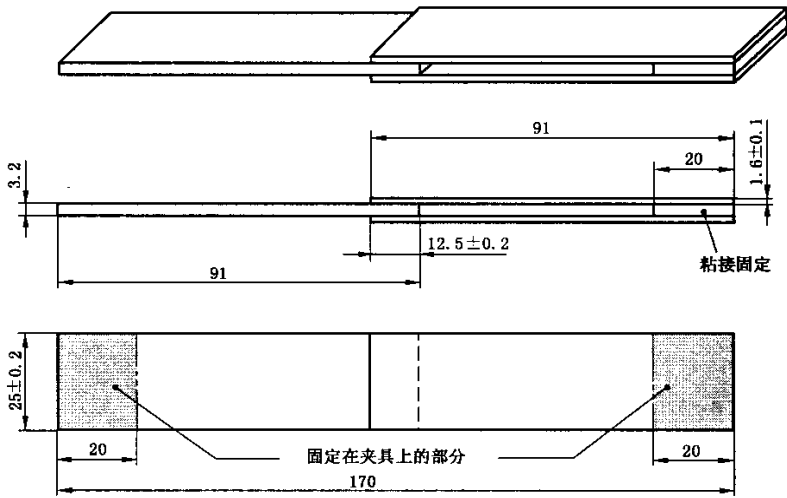


a) 用夹具夹持的钢基材试样(图中尺寸单位为毫米)



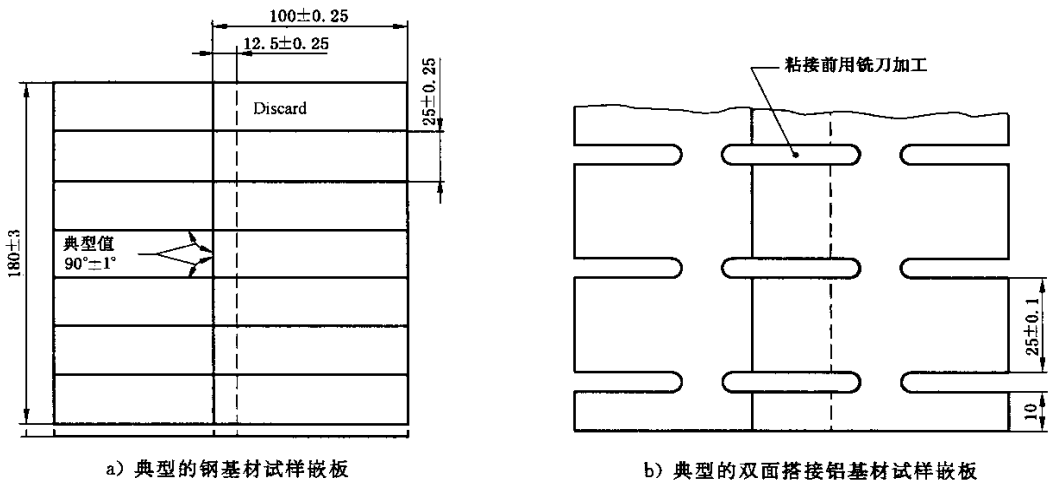
b) 用支垫加固的钢基材试样(图中尺寸单位为毫米)

图3 试样形状与尺寸



c) 双面搭接铝基材试样(图中尺寸单位为毫米)

图 3 (续)



a) 典型的钢基材试样嵌板

b) 典型的双面搭接铝基材试样嵌板

图 4 试样嵌板

7 步骤

7.1 一般条件

胶粘剂在非零平均应力 τ_m 的作用下,即使是室温条件也可能发生蠕变。在疲劳试验前,要确保在试验过程中使用的平均应力 τ_m 不会产生由于蠕变导致试样破坏而归因于疲劳破坏。

根据试验的试样类型,如图 3 所示,将试样对称地固定在夹具上。

给试样施加平均应力 τ_m ,设定试验频率,将应力幅调至 τ_a 。

7.2 给定的平均应力 τ_m 绘制 SN 曲线

至少评价 6 个相同规格试样的静态剪切应力 τ_R 后,再进行疲劳性能的测试。

7.2.1 在 $0.25\tau_R$ 至 $0.5\tau_R$ 范围内选择 τ_m 值,并在试验报告中注明选择的具体数值, τ_R 是测得的静态剪切应力。

注 2: τ_m 值一般取 $0.35\tau_R$ 。

7.2.2 选择不同的应力幅 τ_a ，至少需要测试三个不同的应力幅，使得断裂发生在循环次数为 $10^4 \sim 10^6$ 。每一个选定的 τ_a 至少要测试 4 个试样。确定 10^5 失效循环次数 N_F 时的耐久极限。

使用寿命很长的曲线上，在给定的应力水平下会产生破坏试验点，在这种情况下，结果可以用特定的符号表示，例如：

X 表示试样破坏；

X→表示试样未破坏[未破坏的试样数标注在括号里(见图 2)]。

在这个区域，在 SN 曲线上点的正确确定需要使用统计方法。

当对试样单独进行测试时，应用阶梯法来确定耐久极限 $\tau_D(N_F, \tau_m)$ (见附录 A)。

如果所使用的疲劳试验机配有可以同时测试一组试样的夹具，则结果要根据数据重新分类方法进行处理(见附录 B)。

7.2.3 以 $(\tau_a, \lg N)$ 或 $(\lg \tau_a, \lg N)$ 为坐标绘制 SN 曲线，其中以 $(\lg \tau_a, \lg N)$ 为坐标可得到一条通过中心线点和耐久极限 $\tau_D(N_F, \tau_m)$ 的直线。

注 3：固定 R_c (一般取 0.1) 来代替固定 τ_m ，用类似的方法也可以得到 SN 曲线。

8 精确度

由于目前还没有不同实验室的测试数据，该试验方法的精确度还无法确定。一旦获得了实验室间的比对数据，下次改版时将添加精确度声明。

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- a) 引用标准；
- b) 被测胶粘剂的所有相关信息；
- c) 基材的声明；
- d) 基材的表面处理方法；
- e) 胶粘剂的粘接和固化方法；
- f) 测试条件；
- g) 每个试样胶层的平均厚度，包括测量的精确度；
- h) 试样数量；
- i) 采用的频率；
- j) 胶粘剂的静态剪切应力 τ_R ；
- k) τ_m 、 τ_D 和 τ_a 的值(单位为 MPa)， N (循环次数)以及根据第 7 章步骤得到的曲线。

附录 A
(规范性附录)
阶梯法(迪克森-米德法)

A.1 原理

定义最大试验极限(循环次数)和一系列应力幅,应力幅间隔为算术级数 d (应力幅间隔接近胶粘剂剪切强度的标准偏差 s)。这样通过一系列的破坏与未破坏可以逐渐逼近耐久极限 $\tau_D(N_F, \tau_m)$ 。

A.2 方法

测试奇数个试样。

测试第 j 个试样,在应力幅接近假定的 $\tau_D(N_F)$ 的 τ_{sj} 时测试。如果试样破坏,下一个试样应该在 $\tau_{sj+1} = \tau_{sj} - d$ 下进行测试;如果试样未破坏,下一个试样应该在 $\tau_{sj+1} = \tau_{sj} + d$ 下进行测试,直到所有的试样测完。从测试的最低的应力幅开始对应力进行编号,最低的应力幅编号为 $i=0$,例如 τ_a^0 。耐久极限用式(A.1)表示:

$$\tau_D(N_F, \tau_m) = \tau_a^0 + d \left[\frac{A}{L} \pm \left(\frac{1}{2} \right) \right] \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

τ_a^0 ——测试中的最小应力幅;

d ——两个应力幅的间隔;

L ——取破坏、未破坏两类试样个数中的低值。

$$A = \sum_{i=0}^{i=k} i \times n_i$$

其中:

n_i ——第 i 级观察到的最少试验次数;

k ——从特定的破坏测试结果到未破坏测试结果必须经过的级数($0 < i < k$)。

如果破坏的试样个数少,取 $-(1/2)$;如果未破坏的试样个数少,取 $+(1/2)$ 。

A.3 耐久极限的标准偏差计算

标准偏差用式(A.2)计算:

$$s = 1.62 \times d \left[\frac{L \times B - A^2}{L^2} + 0.029 \right] \dots\dots\dots (A.2)$$

其中:

$$B = \sum_{i=0}^{i=k} i^2 \times n_i$$

假设

$$\frac{L \times B - A^2}{L^2} > 0.3$$

A.4 阶梯法典型例子(见图 A.1)

假设:

$$N_F = 10^6$$

$$\tau_m = 10 \text{ MPa}$$

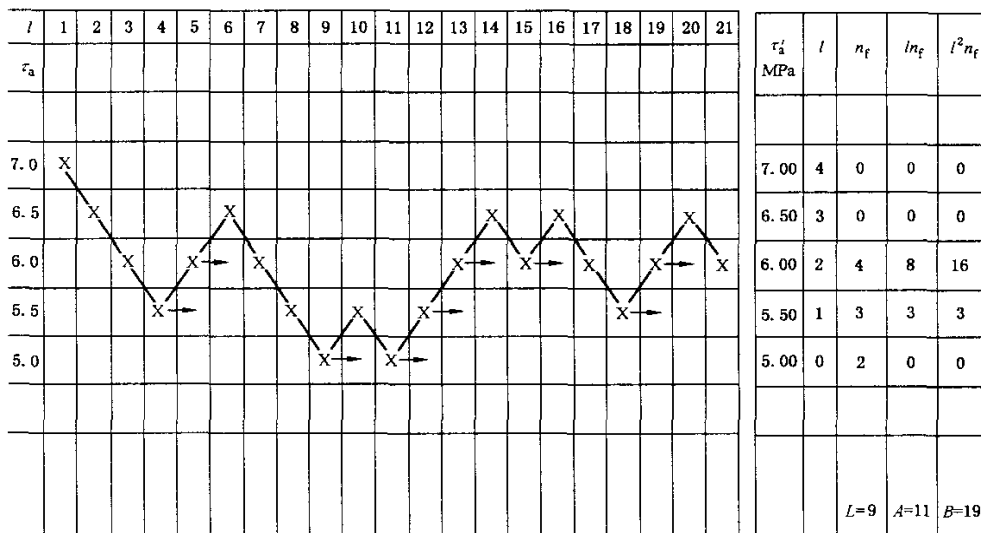
$$\tau_D(10^6, 10) = 5.86 \text{ MPa}$$

$$s = 0.52 \text{ MPa}$$

$$\tau_D(N_F, \tau_m) = \tau_a^0 + d \left[\frac{A}{L} \pm \left(\frac{1}{2} \right) \right]$$

21 个试样时, 得到的耐久极限为 5.86 MPa, 标准偏差是 0.52 MPa。

用同样的方法计算, 计算前 11 个试样的耐久极限为 5.62 MPa, 前 7 个试样的耐久极限为 6.00 MPa。



21 个试样阶梯法: 12 个破坏(X)、9 个未破坏(X→)

图 A.1 阶梯法举例

附录 B
(规范性附录)
数据重新分类法

B.1 表面方法

这个方法又被称作“数据重新分类方法”。该方法可以在不用假设耐久极限的情况下,得到精确的耐久极限。指出了该方法给出耐久极限的公式和用阶梯法得到的耐久极限的相似之处。

B.2 原理

使用一般版本,其中 $\tau_{i1}, \tau_{i2}, \tau_{ik}$ 间隔都是 d , 每个级别测试相同数目的试样。耐久极限用式(B.1)表示:

$$\tau_D(N_F, \tau_m) = \tau_{ik} - d \left(\frac{T}{q} - \frac{1}{2} \right) \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- T ——失效循环次数 N_F 前发生破坏的试样总数;
- q ——每个级别 i 测试的试样数目;
- τ_{ik} ——连续导致破坏的最高应力幅。

B.3 耐久极限标准偏差的计算

使用上面的符号,用式(B.2)估计 $\tau_D(N_F)$ 的标准偏差:

$$s = \left[d^2 \sum_{i=2}^{i=k-1} \frac{P_i(1-P_i)}{(q-1)} \right]^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

- P_i ——在应力幅为 τ_{ik} 时的破坏试样比例。

B.4 表面方法举例

相同数目等距间隔的特例。试样的技术特征为:试样用单组分环氧胶粘剂粘接。从实验室制备的一批试样中随即选择 16 个试样(见图 4a)。
剔除试样:无。

表 B.1 数据举例

测试数据	失效循环次数	$N_F = 10^6$	
	间隔	$d = 0.2 \text{ MPa}$	
	样品个数	= 每个级别测试 4 个样品	
		$\tau_m = 13 \text{ MPa}$	
测试级别 (i)	应力幅 (τ_{ik}) MPa	破坏样品个数	P_i
4	3.5	4	1
3	3.3	1	0.25
2	3.1	3	0.75
1	2.9	0	0

每个级别测试试样个数： $q=4$ 。

失效循环次数 N_F 前发生破坏的试样总数： $T=8$ 。

破坏试样比例： $T/q=2$

计算耐久极限 $\tau_D(N_F, \tau_m)$ ：

$$\tau_{st} - d\left(\frac{T}{q} - \frac{1}{2}\right) = 3.2 \text{ MPa}$$

例如： $\tau_D(10^6, 13) = 3.2 \text{ MPa}$,

而且 $s = 0.07 \text{ MPa}$ 。
