NORME INTERNATIONALE

ISO 23146

Deuxième édition
2012-12-15

Céramiques techniques — Méthodes d'essai pour la détermination de la ténacité à la rupture des céramiques monolithiques — Méthode sur éprouvette à entaille en V sur une seule face (Méthode SEVNB)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics — Single-edge V-notch beam (SEVNB) method

ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b49-a5f3-cae22692c83d/iso-23146-2012

Numéro de référence
ISO 23146:2012(F)

© ISO 2012

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b49-a5f3-cae22692c83d/iso-23146-2012



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2013

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **1**

3 Termes et définitions **1**

4 Principe **1**

5 Appareillage **2**

6 Préparation des éprouvettes **4**
6.1 Nombre d'éprouvettes 4
6.2 Dimensions des éprouvettes 4
6.3 Préparation manuelle de l'entaille en V 4
6.4 Préparation des entailles en V à la machine (en option) 8
6.5 Détermination du rayon à fond d'entaille 8

7 Méthode d'essai **9**
7.1 Dimensions de l'éprouvette 9
7.2 Essai de résistance en flexion 9
7.3 Mesure de la profondeur de l'entaille 10
7.4 Calcul de la ténacité à la rupture 11

8 Fidélité et biais **12**

9 Rapport d'essai **13**

Annexe A (informative) **Affûtage des entailles à la machine** **14**

Annexe B (informative) **Évaluation interlaboratoires des méthodes SEVNB d'essai de ténacité à la rupture** **16**

Annexe C (informative) **Corrections relatives à la longueur réelle de la fissure plus élevée que la profondeur de l'entaille** **18**

Bibliographie **20**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137acc8-85b9-4b49-a5f3-cae2160a82db/iso-23146-2012

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 23146 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 23146:2008) qui a fait l'objet d'une révision mineure.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b49-a5f3-cae22692c83d/iso-23146-2012

 © ISO 2012 – Tous droits réservés

Céramiques techniques — Méthodes d'essai pour la détermination de la ténacité à la rupture des céramiques monolithiques — Méthode sur éprouvette à entaille en V sur une seule face (Méthode SEVNB)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai pour la détermination de la ténacité à la rupture des céramiques techniques. La méthode utilise des éprouvettes à entaille en V sur une seule face, qui sont chargées en flexion quatre points jusqu'à la rupture. Elle est applicable aux céramiques monolithiques avec une taille de grains ou une taille des principales caractéristiques microstructurales supérieure à environ 1 µm.

Il n'est pas recommandé d'utiliser la présente Norme internationale pour le matériau polycristallin de zircone tétragonale d'yttria (Y-TZP). La méthode peut aussi ne pas convenir à d'autres céramiques très tenaces ou molles dans lesquelles une fissure tranchante ne se forme pas à la racine de l'entaille en V.

2 Références normatives

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b49-a5f3-cae2269283d/iso-23146-2012

ISO 3611, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesurage dimensionnel: Micromètres d'extérieur — Caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques*

ISO 7500-1, *Matériaux métalliques — Vérification des machines pour essais statiques uniaxiaux — Partie 1: Machines d'essai de traction/compression — Vérification et étalonnage du système de mesure de force*

ISO 14704, *Céramiques techniques — Méthode d'essai de résistance en flexion des céramiques monolithiques à température ambiante*

ISO 15732, *Céramiques techniques — Méthode d'essai de ténacité à la rupture des céramiques monolithiques à température ambiante sur éprouvette préfissurée sur une seule face (méthode SEPB)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 15732 s'appliquent.

4 Principe

La présente méthode d'essai de ténacité à la rupture est basée sur la préparation et la rupture d'éprouvettes en barres dans lesquelles une entaille à extrémité tranchante est usinée. L'application de la technique de la lame de rasoir à mouvement alternatif et de la pâte de diamant permet d'affûter une petite entaille dans une éprouvette à l'aide d'une méthode manuelle ou d'une machine simple. Dans des conditions bien contrôlées, une extrémité d'entaille dont le rayon se situe dans la plage de 1 µm à 20 µm peut être préparée sur la base de la taille des grains du matériau d'essai. Pour bon nombre de matériaux, il s'agit d'une approximation proche d'une fissure tranchante; cette méthode s'est par ailleurs révélée donner des valeurs de ténacité à la rupture très proches de celles d'autres méthodes telles que la méthode de l'éprouvette préfissurée sur une seule face (ISO 15732) ou la méthode par fissuration superficielle en flexion (ISO 18756) à condition qu'une fissure tranchante se forme à la racine de l'entaille soit pendant la

© ISO 2012 – Tous droits réservés

préparation soit pendant la séquence de rupture qui suit. La méthode présente l'avantage de simplifier la production des entailles par rapport à l'utilisation d'une scie diamantée à extrémité tranchante ou d'un câble imprégné de diamant pour lequel le rayon de l'extrémité est normalement supérieur à 50 µm. La méthode est souvent plus facile à utiliser que d'autres méthodes de préfissuration et s'applique à une gamme plus étendue de matériaux ne relevant pas du domaine d'application de ces méthodes.

La méthode a fait l'objet de recherches approfondies (voir la Bibliographie) et a été évaluée au titre d'une étude comparative interlaboratoires de ESIS (European Structural Integrity Society)/VAMAS (Versailles Agreement on Advanced Materials and Standards), dont les résultats sont résumés à l'Annexe B. Cette pratique recommandée est basée sur l'essai comparatif interlaboratoires de SEVNB par ESIS/VAMAS.

La méthode peut comporter certaines limites applicables aux matériaux dont les grains ont une taille de moins de 1 µm, pour laquelle l'hypothèse selon laquelle l'entaille a une valeur proche de la valeur d'une fissure tranchante peut ne pas être valide (voir Annexe C). Il convient que les utilisateurs s'efforcent de réduire le rayon à fond d'entaille dans les éprouvettes d'essai. La présente Norme internationale établit un critère provisoire suivant lequel il convient que le rayon à fond d'entaille soit similaire ou inférieur au double de la taille moyenne des grains du matériau.

La méthode est complémentaire aux autres méthodes de mesure de la ténacité à la rupture décrites dans l'ISO 15732 (méthode de l'éprouvette préfissurée sur une seule face), l'ISO 18756 (méthode par fissuration superficielle en flexion) et l'ISO 24370 (méthode de l'entaille en chevron); voir la Bibliographie.

5 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Lames de rasoir ordinaires, de préférence avec un support le long d'une face mais insérées en option dans un porte-lames adéquat.

NOTE 1 Des lames de rasoir plus minces que 0,2 mm environ ne conviennent pas bien à cette tâche, à moins qu'elles soient renforcées par un support; par exemple en les collant ou en les vissant entre deux plaques d'acier, pour ne laisser apparaître qu'une face d'environ 2 mm. Une lame de rasoir avec un angle de tête de 30° ou plus petit est l'idéal.

ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137ace8-8569-4849-a913-cae22692c83d/iso-23146-2012

NOTE 2 Bien qu'il soit possible de réaliser les entailles entièrement à la main, l'utilisation d'un dispositif simple dans lequel les éprouvettes sont montées et dans lequel une lame de rasoir couverte d'une pâte de diamant est déplacée dans un mouvement alternatif à travers les éprouvettes montées présente l'avantage de pouvoir contrôler la charge, assurer une stabilité directionnelle à la lame de rasoir et produire des entailles plus tranchantes. Un exemple de ce dispositif est présenté dans l'Annexe A.

5.2 Pâte de diamant métallographique, dans un porteur organique visqueux et ayant une taille de grains fins, généralement entre 1 µm et 3 µm.

5.3 Lubrifiant, une huile lubrifiante légère pour lubrifier la lame de rasoir, par exemple huile pour horloge.

5.4 Support d'éprouvettes, comprenant une plaque plane ou autre dispositif approprié destiné au montage des éprouvettes pendant l'affûtage des entailles.

5.5 Dispositif d'essai de résistance en flexion, de préférence, un dispositif d'essai de résistance en flexion quatre points fonctionnant conformément aux exigences de l'ISO 14704, c'est-à-dire soit en flexion 1/4 de point (préférée) soit en flexion 1/3 de point. En variante, un montage d'essai de résistance en flexion trois points peut aussi être utilisé, mais l'alignement de l'entaille en V avec le cylindre de charge central est plus critique.

L'éprouvette est supportée par deux rebords portants perpendiculaires à sa longueur. Les rebords portants externes du support doivent être des cylindres parallèles de 5,0 mm ± 0,2 mm de diamètre et doivent être capables de rouler à l'extérieur sur des surfaces d'appui planes. De préférence, un des cylindres doit de plus être capable de tourner autour d'un axe parallèle à la longueur de l'éprouvette de sorte que la charge de torsion soit réduite. Les deux cylindres doivent être au départ positionnés avec leurs centres distants de 40,0 mm ± 0,5 mm (flexion 1/4 de point) ou 30 mm ± 0,5 mm (flexion 1/3 de

 © ISO 2012 – Tous droits réservés

point) et leurs axes parallèles à 1° environ. La séparation des centres des cylindres dans leurs positions initiales doit être mesurée à 0,1 mm près avec un microscope mobile. Les cylindres doivent être en acier trempé ou autre matériau dur de dureté supérieure à 40 HRC (échelle de Rockwell C). Les cylindres doivent avoir un fini de surface lisse sans bavures avec une ténacité inférieure à 0,5 µm *Ra*, et avoir un diamètre uniforme égal à ± 0,02 mm.

Pour la flexion quatre points, les deux cylindres de charge sont placés à 1/4 de point (ou 1/3 de point), avec une portée interne de 20 mm ± 0,2 mm (ou 10 mm ± 0,2 mm pour la flexion 1/3 de point) et sont libres de rouler à l'intérieur. Les cylindres sont libres de pivoter séparément autour d'un axe parallèle à la longueur de l'éprouvette pour permettre l'alignement. Pour la flexion trois points, le cylindre de charge unique, qui n'a pas besoin de pivoter, doit être positionné au centre entre les cylindres d'appui externes. Les distances entre les cylindres doivent être mesurées à 0,1 mm près le long de la longueur de l'éprouvette perpendiculaire à la direction de charge, à l'aide d'un microscope mobile ou autre dispositif adéquat. Les cylindres de charge en flexion quatre points doivent être positionnés de façon symétrique à ± 0,1 mm environ. Le dispositif de charge doit assurer que des forces identiques sont appliquées aux deux cylindres de charge. Le cylindre de charge unique en flexion trois points doit être placé au centre à ± 0,2 mm.

5.6 Machine d'essai mécanique, capable d'appliquer une force à une vitesse constante de déplacement ou de charge sur l'éprouvette dans le montage d'essai de résistance en flexion, et d'enregistrer la force à laquelle la rupture de l'éprouvette survient. Le dispositif de mesure de la force doit être en conformité avec l'ISO 7500-1 et doit avoir une exactitude ≤ 1 %.

NOTE L'équipement d'essai peut également bénéficier d'une capacité d'enregistrement de la force/du comportement de déplacement de l'éprouvette; théoriquement il peut s'agir d'un système sensible directement en contact avec l'éprouvette. Sous réserve d'une rigidité suffisante du train de charges, l'enregistrement du déplacement de la machine peut être satisfaisant.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.7 Bain de nettoyage par ultrasons, pour nettoyer les éprouvettes après entaillage, approprié pour l'insertion d'un bécher ou autre récipient contenant du solvant.

ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b49-a5f3-ade22692e65d/iso-23146-2012

5.8 Micromètre étalonné, similaire à celui décrit dans l'ISO 3611, mais capable d'être lu à une résolution de 0,002 mm à l'aide d'un vernier ou d'une unité de lecture électronique.

5.9 Microscope optique, avec des grossissements étalonnés sur la plage × 50 à × 500, approprié pour observer la forme de l'extrémité de l'entaille et muni d'équipements photo-micrographiques.

5.10 Dispositif de mesure de l'entaille, dispositif étalonné pour mesurer la profondeur de l'entaille sciée après rupture avec une précision de lecture de 0,002 mm.

NOTE Cette profondeur peut être mesurée à l'aide d'un microscope mobile approprié ou d'un microscope métallurgique conventionnel avec mouvement par étapes étalonné, ou d'un oculaire de réglage à micromètre étalonné.

5.11 Four de séchage, capable de maintenir une température de 120 °C ± 5 °C pour sécher les éprouvettes après nettoyage.

5.12 Scie diamantée à refendre ou machine à refendre, capable de préparer une entaille peu profonde dans un ensemble d'éprouvettes de 0,5 mm de large au maximum et d'une profondeur d'environ 0,5 mm. Voir 6.3 pour des lignes directrices.

© ISO 2012 – Tous droits réservés

6 Préparation des éprouvettes

6.1 Nombre d'éprouvettes

Au moins sept éprouvettes doivent être préparées pour l'entaillage, dont cinq sont nécessaires pour les essais et deux sont des éprouvettes factices destinées à la protection des cinq autres pendant la préparation des entailles.

NOTE Si une machine est utilisée pour préparer les entailles en V, il peut ne pas être nécessaire d'utiliser les éprouvettes factices pour protéger un banc d'essai de cinq éprouvettes.

Il est fortement recommandé aux opérateurs sans aucune expérience dans la préparation des entailles tranchantes en V utilisées pour cette méthode de s'entraîner tout d'abord à la technique et aux matériels avec des éprouvettes supplémentaires.

6.2 Dimensions des éprouvettes

Préparer des éprouvettes d'essai en barre de section rectangulaire, de préférence en conformité avec les exigences de l'ISO 14704. La Figure 1 présente la forme et les dimensions principales des éprouvettes préparées conformément à la présente Norme internationale.

NOTE 1 Les exigences de chanfreinage ou d'arrondi spécifiées dans l'ISO 14704 ne sont pas indispensables pour l'essai des entailles en V et peuvent donc être ignorées.

NOTE 2 D'autres dimensions d'éprouvettes, par exemple (2 × 2,5 × > 25 mm) peuvent en option être utilisées avec des dispositifs de résistance en flexion dimensionnés de manière appropriée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b49-a5f3-cae22692c83d/iso-23146-2012



Légende

L (longueur)	> 45 mm (flexion 1/4 de point) ou > 35 mm (flexion 1/3 de point)
W (profondeur)	4,0 mm ± 0,2 mm
B (largeur)	3,0 mm ± 0,2 mm

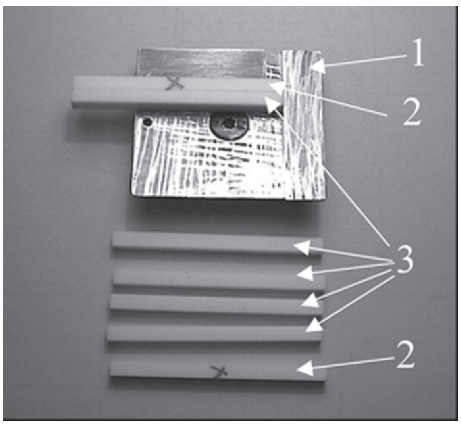
Figure 1 — Dimensions de l'éprouvette conformément à l'ISO 14704

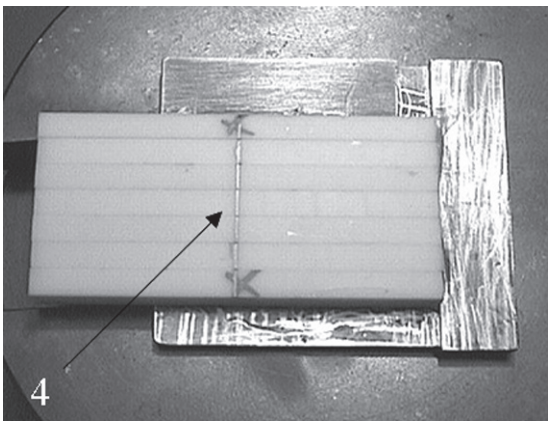
6.3 Préparation manuelle de l'entaille en V

Monter les éprouvettes côte à côte sur le support d'éprouvettes à l'aide d'un adhésif temporaire approprié, tel qu'il est indiqué à la Figure 2. Monter les éprouvettes d'essai et les éprouvettes factices aussi proches que possible. Veiller à ce que les faces supérieures des éprouvettes soient mises à niveau. Tracer au

 © ISO 2012 – Tous droits réservés

crayon une ligne sur l'ensemble des éprouvettes au milieu de leur longueur, pour indiquer l'endroit où l'entaille est à préparer. Le fléchissement des éprouvettes lors de leur montage sur le support est à éviter.





Légende

1 plaque de montage
2 éprouvettes factices
3 éprouvettes d'essai
4 ligne au crayon comme guide d'insertion d'une entaille d'amorce faite par une scie diamantée

iTeh STANDARD PREVIEW

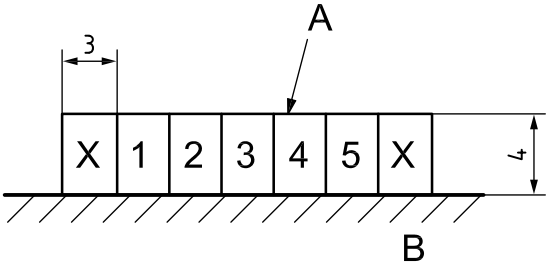
Figure 2 — Procédure de montage de l'ensemble des éprouvettes

(standards.iteh.ai)

Monter le support sur une scie diamantée. Scier une entaille d'amorce le long du trait au crayon de largeur ≤ 0,5 mm. Il convient que l'entaille ait la même profondeur de 0,5 mm environ sur toute sa longueur. La Figure 3 présente un schéma du sciage. Après le sciage, nettoyer le support, les éprouvettes et plus particulièrement l'entaille.

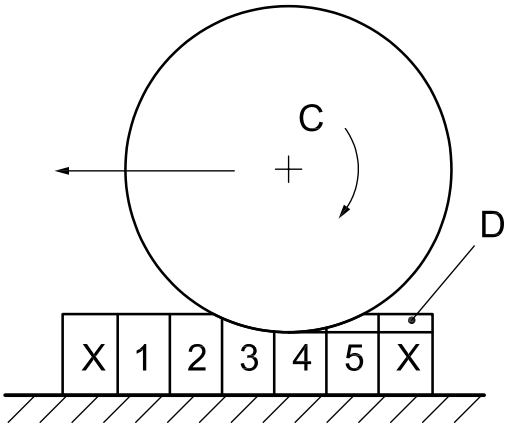
ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b49-a5f3-cae22692c83d/iso-23146-2012

Dimensions en millimètres



a) Éprouvettes disposées sur le support d'éprouvettes

© ISO 2012 – Tous droits réservés



b) Usinage d'une entaille d'amorce avec une scie à lame diamantée mince

Légende

A surface de traction
B support
C lame de scie diamantée
D entaille sciée
X éprouvettes factices

Figure 3 — Schémas de sciage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE 1 Il est utile que l'épaisseur de la lame de scie diamantée soit juste un peu plus grande que l'épaisseur de la lame de rasoir utilisée pour l'affûtage de l'entaille. Sinon, l'extrémité de la lame de rasoir pourrait recouvrir la surface de l'entaille pré-sciée et il pourrait être difficile de commencer le polissage de l'entaille en V. L'usinage en V de l'extrémité de la lame de scie peut être utile lorsque les lames de scie disponibles sont sensiblement plus épaisses que les lames de rasoir.

ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b40-a5f3-cae22692c83d/iso-23146-2012

Fixer le support d'éprouvettes dans un étau ou autre dispositif de blocage approprié. Remplir l'entaille d'amorce de la pâte de diamant fine, tel qu'il est présenté à la Figure 4 a).

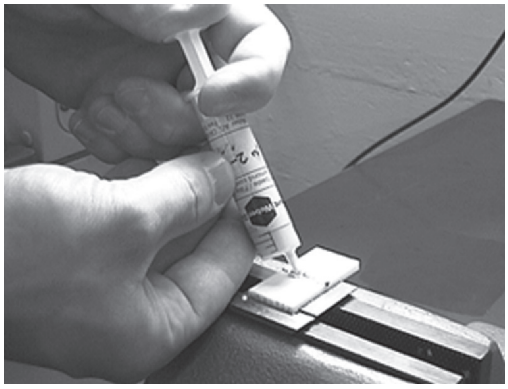
Pour protéger les doigts, placer une lame de rasoir dans un porte-lames ou appliquer une bande autoadhésive épaisse, tel qu'il est présenté à la Figure 4 b). Mettre la face exposée de la lame de rasoir dans l'entaille d'amorce et exercer une force légère.

NOTE 2 Une force excessive peut être contre-productive, causant l'émoussement plus rapide de l'extrémité de la lame de rasoir. L'application d'une force d'environ 5 N à 10 N sur la lame de rasoir pendant le polissage est normalement suffisante.

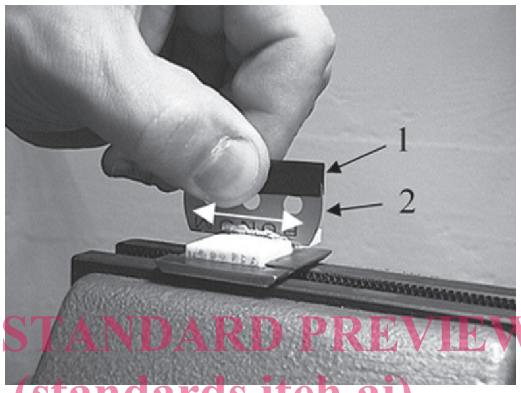
Affûter l'entaille en V avec la lame de rasoir avec un mouvement de va et vient souple et doux [flèches blanches à la Figure 4 b)]. Déplacer la lame de rasoir de façon aussi verticale et horizontale que possible.

NOTE 3 Une goutte d'huile lubrifiante versée sur l'entaille réduit toute saccade éventuelle ou tout coincement éventuel de la lame de rasoir pendant l'affûtage.

 © ISO 2012 – Tous droits réservés



a) Application de la pâte de diamant à l'aide d'une seringue sur l'entaille sciée



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

b) Lame de rasoir en mouvement alternatif dans l'entaille sciée

ISO 23146:2012
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8137aee8-85b9-4b49-a5f3-cae22692c83d/iso-23146-2012

Légende

1 bande de protection épaisse

2 lame de rasoir

Figure 4 — Positionnement d'une lame de rasoir dans l'entaille sciée

Examiner périodiquement la profondeur de l'entaille en V à l'aide d'un microscope optique aux deux extrémités de l'entaille en V. Dans toute la mesure du possible, examiner les éprouvettes sans les retirer du porte-éprouvettes. S'il est nécessaire de les retirer et si un affûtage complémentaire est requis, monter à nouveau les éprouvettes sur le support en insérant une lame de rasoir dans l'entaille en V pour servir de guide. Si la profondeur totale de l'entaille en V est inférieure à 0,8 mm, poursuivre l'affûtage. Il convient que la profondeur totale de l'entaille en V soit comprise entre 0,8 mm et 12 mm.

NOTE 4 L'affûtage manuel à l'aide d'une pâte de diamant de 4 µm produit une entaille en V de largeur *S* d'environ 20 µm. L'utilisation d'une pâte de diamant plus fine, par exemple de 1 µm, ne diminue généralement pas la largeur. Si la largeur *S* de l'entaille en V est supérieure à 30 µm environ, il est recommandé d'utiliser une nouvelle lame de rasoir ou une marque différente de lame de rasoir. Pour les matériaux à gros grains, les gros grains peuvent sauter dans l'entaille lors de l'affûtage et limiter ainsi la capacité à obtenir une entaille en V tranchante.

NOTE 5 Des matériaux différents nécessitent des périodes de temps différentes pour la préparation de l'entaille. En général, les céramiques plus dures ou plus tenaces prennent plus de temps que les céramiques plus souples, plus facilement usinées. Le polissage des entailles en V dans des éprouvettes d'alumine prend généralement environ 30 min, et dans des éprouvettes de nitrure de silicium environ 4 h, pour cinq éprouvettes d'essai et deux éprouvettes factices.

Retirer les éprouvettes du support tout en évitant de les plier. Nettoyer soigneusement les éprouvettes avec de l'acétone dans un petit bain à ultrasons puissants. Veiller à ne pas endommager les éprouvettes

© ISO 2012 – Tous droits réservés