

DIN ISO 17167



ICS 81.060.30

Einsprüche bis 2021-02-04
Vorgesehen als Ersatz für
DIN 51105:2010-08

Entwurf

**Hochleistungskeramik –
Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei
Raumtemperatur –
Bestimmung der Doppelring-Biegefestigkeit (ISO 17167:2018);
Text Deutsch und Englisch**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature –
Determination of flexural strength by the ring-on-ring test (ISO 17167:2018);
Text in German and English

Céramiques techniques –
Propriétés mécaniques des céramiques monolithiques à température ambiante –
Détermination de la résistance à la flexion à l'aide de doubles anneaux (ISO 17167:2018);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-12-04 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Bedeutung und Anwendung	7
6 Prüfeinrichtung	7
6.1 Prüfmaschine	7
6.2 Belastungseinrichtung	8
6.3 Messschieber oder alternatives kalibriertes Messgerät zur Messung der Probekörperhöhe	9
6.4 Temperatur- und Feuchtemessgerät	9
7 Probekörper	9
7.1 Allgemeines	9
7.2 Maße und Grenzabmaße	10
7.3 Oberflächen-Endbearbeitung	12
7.3.1 Allgemeines	12
7.3.2 Oberflächen-Endbearbeitung I: as-fired	12
7.3.3 Oberflächen-Endbearbeitung II: Bearbeitung durch Schleifen/Läppen/Polieren	12
7.3.4 Oberflächen-Endbearbeitung III: Bearbeitung nach einem vereinbarten Verfahren	13
7.3.5 Überprüfung der Maße	13
7.3.6 Allgemeine Anforderungen	13
7.3.7 Anzahl der Probekörper	14
7.4 Vorsichtsmaßnahmen	14
8 Durchführung	14
9 Berechnungen	15
10 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Typische Bruchmuster von keramischen Probekörpern nach einer Doppelring-Biegeprüfung	17
Literaturhinweise	18

Bilder

Bild 1 — Beispiel einer Prüfanordnung zur Bestimmung der Doppelring-Biegefestigkeit	8
Bild 2 — Maße, Fasen und Grenzabmaße von Probekörpern für die Doppelring-Biegeprüfung	11
Bild A.1 — Typische Bruchmuster in keramischen Doppelring-Biegeproben	17

Tabellen

Tabelle 1 — Maße und Grenzabmaße der Probekörper	10
--	----

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 17167:2018, die vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von JISC (Japan) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-91 AA „Terminologie von Hochleistungskeramik und Prüfung von monolithischen keramischen Werkstoffen und Pulvern“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 7500-1 siehe DIN EN ISO 7500-1

ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 51105:2010-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) DIN 51105 wird durch die Übernahme ISO 17167 als DIN ISO 17167 ersetzt;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 7500-1, *Metallische Werkstoffe — Kalibrierung und Überprüfung von statischen einachsigen Prüfmaschinen — Teil 1: Zug- und Druckprüfmaschinen — Kalibrierung und Überprüfung der Kraftmesseinrichtung*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206, *Fine ceramics* erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der nominalen äquibiaxialen Biegefestigkeit mittels Doppelring-Biegeprüfung von monolithischen keramischen Hochleistungswerkstoffen bei Raumtemperatur fest.

Dieses Dokument gilt für Werkstoffe mit einer Korngröße kleiner 100 µm.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 7500-1, *Metallic materials — Calibration and verification of static uniaxial testing machines — Part 1: Tension/compression testing machines — Calibration and verification of the force-measuring system*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

äquibiaxiale Biegefestigkeit Doppelring-Biegefestigkeit

σ_{rr}

höchste nominelle Spannung an der Probekörperoberfläche, der der Werkstoff im Moment des Bruches standhält, wenn dieser einer linear-elastischen äquibiaxialen Biegebeanspruchung in der Doppelring-Biegeprüfung ausgesetzt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Doppelring-Biegeprüfung wird häufig auch als biaxiale Biegeprüfung oder äquibiaxiale Biegeprüfung bezeichnet (siehe auch Literaturhinweis [1]). Diese Bezeichnungen dürfen jedoch nicht ohne den Hinweis auf die Doppelring-Prüfanordnung verwendet werden, da es eine Reihe von anderen Prüfanordnungen gibt, für die diese Bezeichnungen auch benutzt werden bzw. benutzt werden könnten, z. B. bei der Kugel-auf-Drei-Kugel-Prüfung, Stempel-auf-Drei-Kugel-Prüfung, Kugel-auf-Ring-Prüfung, Stempel-auf-Ring-Prüfung.

4 Kurzbeschreibung

Eine runde, scheibenförmige Probe mit konstanter Dicke wird zwischen zwei konzentrisch angeordneten Ringen unterschiedlichen Durchmessers gelegt und durch eine axiale Kraft beansprucht.

Aus der axialen Kraft, die beim Bruch der Probe einwirkt, der Geometrie des Probekörpers und der Prüfanordnung sowie aus der Poisson'schen Querkontraktionszahl des Werkstoffes der Probe wird die Doppelring-Biegefestigkeit berechnet.

5 Bedeutung und Anwendung

Diese Prüfung ist zur Anwendung im Bereich der Werkstoffentwicklung, Werkstoffcharakterisierung und Qualitätskontrolle sowie zur Gewinnung von konstruktiven Kenndaten vorgesehen. Die mit dieser Prüfung bestimmte Doppelring-Biegefestigkeit wird auf Grundlage des linear-elastischen Biegeverhaltens einer runden, scheibenförmigen, dünnen Platte unter der Annahme berechnet, dass der geprüfte Werkstoff elastisch homogen und isotrop ist und ein lineares (Hooke'sches) Spannungs-Dehnungsverhalten zeigt.

Das durch eine Festigkeitsprüfung erhaltene Ergebnis wird von einer Vielzahl von Faktoren wie der Mikrostruktur des Werkstoffs, dem bei der Vorbereitung der Probekörper angewendeten Oberflächen-Bearbeitungsverfahren, der Größe und Form des Probekörpers, der mechanischen Funktionsweise der Prüfeinrichtung, der Beanspruchungsrate und der relativen Luftfeuchte (RH) der Prüfatmosphäre beeinflusst. Wegen des Spröbruchverhaltens keramischer Werkstoffe tritt im Allgemeinen bei einer Reihe von an sich gleichen Probekörpern eine deutliche Streuung der Einzelergebnisse auf. Das Zusammenwirken dieser Einflussfaktoren erfordert Vorsicht bei der Interpretation der Prüfergebnisse. Für viele Anwendungen und wie in diesem Dokument beschrieben, können die Ergebnisse von Festigkeitsprüfungen in Form des Mittelwerts und der Standardabweichung angegeben werden. Eine darüber hinausgehende statistische Auswertung der Ergebnisse ist für die Gewinnung von konstruktiven Daten erforderlich und kann auch für andere Anwendungen wünschenswert sein (siehe ISO 20501).

Dieses Verfahren legt eng vorgegebene Grenzen zur Größe und Form der Probekörper und zur Funktionsweise der Prüfeinrichtung fest, um Fehlermöglichkeiten bei der Durchführung der Prüfung zu minimieren.

ANMERKUNG Zu Grundlagen für die Auswahl von Maßen und Grenzabmaßen der Probekörper und für Anforderungen an die Belastungseinrichtung, siehe ISO 6474-1, ASTM C1499 und Literaturhinweis [1].

Alle übrigen Prüfbedingungen werden im Prüfbericht (siehe Abschnitt 10) angegeben, um einen Vergleich des Werkstoffverhaltens zu ermöglichen. Es ist nicht möglich, eine ganz bestimmte Oberflächen-Endbearbeitung zu normen, da diese im mechanischen Sinne nicht vollständig regelbar ist. Mit der Einbeziehung eines Standard-Schleifverfahrens (siehe 7.3) in dieses Verfahren als eine der Möglichkeiten für die Oberflächen-Endbearbeitung soll ein Hilfsmittel geschaffen werden, mit dem ein Minimum an bleibender Schädigung des Werkstoffs beim Schleifen erzielbar ist.

WARNUNG — Die Extrapolation von Doppelring-Biegefestigkeitswerten auf andere Beanspruchungsgeometrien, einaxiale Beanspruchung, andere Beanspruchungsraten oder andere Umgebungsbedingungen sollte nur mit Vorsicht in Betracht gezogen werden.

Die Kenntnis des Ursprungs eines Bruches bei der äquibiaxialen Biegefestigkeitsprüfung kann eine wertvolle Hilfe bei der Beurteilung der Art und Lage von die Festigkeit bestimmenden Fehlern sein. Dringend empfohlen wird eine Bruchflächenanalyse der Probekörper (siehe z. B. ASTM C1499, Literaturhinweis [1] und [2] und Anhang A). Im Besonderen kann damit geklärt werden, ob es sich bei den bruchauslösenden Fehlern um Kantenfehler (durch die Kantenpräparation verursacht), Oberflächenfehler (durch die Oberflächenpräparation verursacht) oder um interne Werkstoffdefekte (durch bei der Herstellung entstandene Inhomogenitäten wie Poren, grobe Körner oder Anhäufung von Verunreinigungen) handelt. Eine zuverlässige Bruchflächenanalyse ist jedoch nicht bei allen monolithischen technischen Keramiken möglich.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Prüfmaschine

Die Prüfmaschine muss in der Lage sein, eine Kraft, z. B. über eine Kugel oder ein geeignetes Gelenk derart aufzubringen, dass der Belastungsring senkrecht zur Oberfläche des Probekörpers wirkt und beide Ringe (der Belastungsring und der Auflagering) flächig an den Stirnflächen des Probekörpers anliegen.

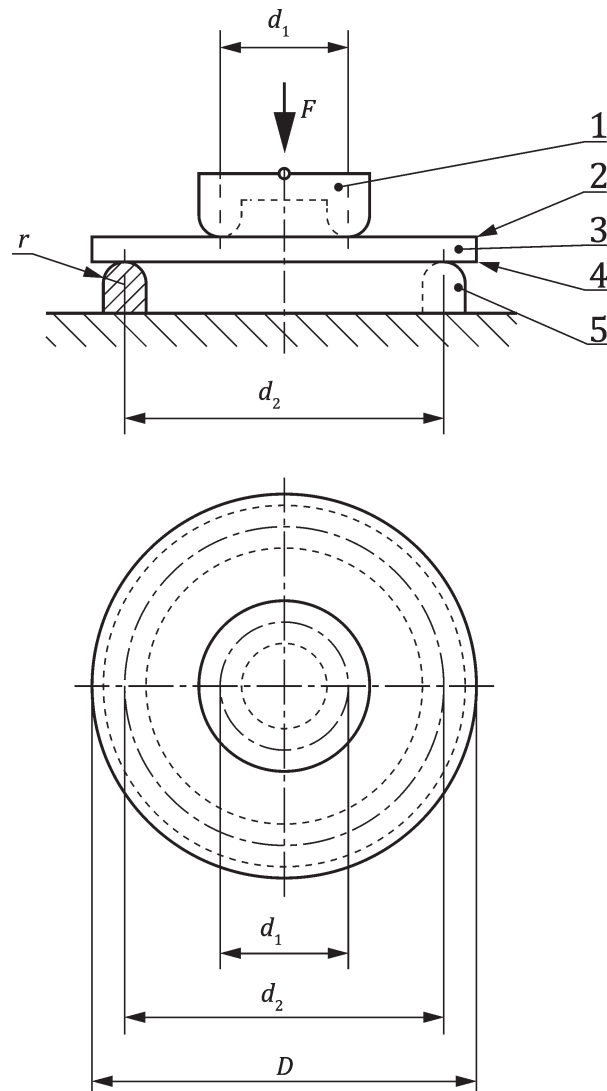
Die Prüfmaschine muss geeignet sein, die Kraft stoßfrei und kraft- oder weggeregelt aufzubringen. Sie muss eine Messeinrichtung zum Aufzeichnen der auf den Probekörper aufgetragenen Höchstkraft besitzen. Die Genauigkeit der Prüfmaschine muss in Übereinstimmung mit ISO 7500-1, Klasse 1, sein.

6.2 Belastungseinrichtung

Die Belastungseinrichtung für die Doppelring-Biegeprüfung muss den nachstehenden Festlegungen entsprechen, um eine Fehlausrichtung und Reibungsbeanspruchungen des Probekörpers zu minimieren.

ANMERKUNG 1 Die genaue konstruktive Ausführung der Belastungseinrichtung wird in diesem Dokument nicht festgelegt, sondern nur deren Funktionsweise.

Im Bild 1 ist eine Prüfanordnung zur Untersuchung der nominellen äquibiaxialen Biegefestigkeit durch die Doppelring-Biegeprüfung schematisch dargestellt.



Legende

- | | |
|----------------------------------|---|
| 1 Belastungsring | d_1 Kontaktdurchmesser des Belastungsringes |
| 2 dünne Klebefolie auf der Probe | d_2 Kontaktdurchmesser des Auflagerringes |
| 3 Probe | D Probendurchmesser |
| 4 Gummifolie unter der Probe | F aufgebrachte Kraft |
| 5 Auflagering | r Kontaktradius |

Bild 1 — Beispiel einer Prüfanordnung zur Bestimmung der Doppelring-Biegefestigkeit

Die Belastungseinrichtung muss aus zwei konzentrischen Ringen bestehen, dem Auflagering (groß) und dem Belastungsring (klein) mit unterschiedlichen Durchmessern, siehe Bild 1.

Folgende Standardmaße müssen eingehalten werden:

- Kontaktdurchmesser des Belastungsringes, d_1 : $(12 \pm 0,1)$ mm;
- Kontaktdurchmesser des Auflageringes, d_2 : $(30 \pm 0,1)$ mm;
- Krümmungsradius der Ringe im Bereich des Kontakts mit der Probekörperoberfläche, r : $(2 \pm 0,2)$ mm.

ANMERKUNG 2 Diese Prüfanordnung wird bereits seit Jahrzehnten für die Charakterisierung der Beanspruchung von keramischen Hochleistungswerkstoffen aus Aluminiumoxid für orthopädische Implantate verwendet (siehe ISO 6474-1).

Die Belastungseinrichtung muss über geeignete Zentriereinrichtungen oder -verfahren verfügen, die eine zentrierte Anordnung von Belastungsring, Probekörper und Auflagering auf einer gemeinsamen Achse innerhalb $\leq 0,2$ mm sicherstellen.

Entweder der Auflagering oder der Belastungsring muss an den Stempeln der verwendeten Prüfmaschine derart fixiert sein, dass eine Anpassung der Ringe an den Probekörper auch dann möglich ist, wenn der Probekörper nicht ideal planparallel eben ist.

Die beiden Ringe müssen aus gehärtetem Stahl mit einer Vickershärte größer 500 HV bzw. einer Rockwellhärte größer 40 HRC (Rockwell C-Skala) oder aus einem anderen mindestens gleichharten Werkstoff (z. B. Hartmetall, Keramik) bestehen, um Schäden zu minimieren, die beim Bruch des Probekörpers in den Ringen hervorgerufen werden können.

Um geringe Abweichungen der Ebenheit der Oberfläche des scheibenförmigen Probekörpers ausgleichen zu können, muss zwischen Auflagering und Probekörper eine Gummifolie mit einer Dicke von $(0,6 \pm 0,1)$ mm und einer Shore-A-Härte von (60 ± 5) aufgelegt werden.

Die Ebenheit (und/oder Welligkeit) der Belastungs- und der Auflageringe muss kleiner gleich 0,02 mm sein.

6.3 Messschieber oder alternatives kalibriertes Messgerät zur Messung der Probekörperhöhe

Ein kalibrierter Messschieber mit einer Auflösung $\leq 0,1$ % des jeweils zu messenden Maßes oder eine alternative kalibrierte Einrichtung mit der genannten Auflösung ist für die Bestimmung der Maße des Probekörpers zu verwenden.

Die Auflösung der Längenmesseinrichtung für die Bestimmung der Probenhöhe muss somit $\leq 0,002$ mm und für die Bestimmung des Probendurchmessers $\leq 0,04$ mm betragen.

6.4 Temperatur- und Feuchtemessgerät

Zur Messung der Temperatur muss ein Messgerät mit einer Auflösung von mindestens 1 °C verwendet werden, und zum Messen der relativen Luftfeuchte muss ein Messgerät mit einer Auflösung von mindestens 5 % RH verwendet werden.

7 Probekörper

7.1 Allgemeines

Die Probekörper müssen mit Prozessen gefertigt werden, die den im Herstellungsverfahren der Bauteile verwendeten Technologien entsprechen. Sie dürfen entweder speziell so verarbeitet werden, dass sie den endgültig geforderten Maßen nach 7.2 entsprechen oder nahekommen oder sie dürfen aus größeren Blöcken oder Bauteilen herausgearbeitet werden.

ANMERKUNG 1 Die Festigkeit vieler monolithischer keramischer Hochleistungswerkstoffe wird erheblich vom Bearbeitungsprozess beeinflusst, der bei der Herstellung der Probekörper zum Einsatz kommt. Niedrige Festigkeiten könnten durch eine Schleifbearbeitung mit grobkörnigem Diamantkorn hervorgerufen werden, andererseits sind sehr hohe Festigkeiten durch eine sorgfältige Oberflächenbearbeitung erzielbar. Einige Werkstoffe, besonders diejenigen, die umwandlungsfähiges Zirkoniumoxid enthalten, könnten durch zweckmäßige Zuordnung der Schleifabläufe beträchtlich verfestigt werden. Deshalb ist die Festlegung der Bedingungen für die Oberflächenbearbeitung ein wichtiger Aspekt dieses Prüfverfahrens.

Aufgrund der verschiedenen Bedingungen für die Oberflächenbearbeitung bestehen für die Probekörper keine Grenzwerte für die Ebenheit (und/oder Welligkeit).

Wenn as-fired-Probekörper, insbesondere sehr flache Proben, geprüft werden müssen (z. B. Substrate, Halbleiterwafer) könnten einige Kontaktprobleme mit asymmetrischer Belastung auftreten, wenn die Maße der Probe nicht ausreichend beschrieben sind. Zum Beispiel sollten die Höchstwerte der Gesamtdickenschwankung (TTV), Verwölbung (en: warp), Krümmung (en: bow and sori) festgelegt oder zumindest berücksichtigt werden.

Die Druckfläche des Probekörpers (d. h. die Seite des Probekörpers, die dem Belastungsring zugewandt ist) ist mit einer dünnen Klebefolie zu bekleben, um einerseits Unebenheiten der Probekörperoberfläche zumindest geringfügig auszugleichen und andererseits die beim Bruch entstehenden Bruchstücke zusammenzuhalten.

ANMERKUNG 2 Eine erste visuelle Bruchanalyse ist unmittelbar nach der Biegeprüfung möglich. Der Zweck dieser Bruchanalyse besteht darin zu entscheiden, ob der Bruchursprung am oder innerhalb des Bereiches des Belastungsringes (regulärer Bruch) oder außerhalb dieses Bereiches (irregulärer Bruch) liegt.

7.2 Maße und Grenzabmaße

Die Maße und Grenzabmaße der Probekörper müssen, sofern nicht anders zwischen den Vertragspartnern vereinbart, den Angaben in Tabelle 1 und Bild 2 entsprechen.

Tabelle 1 — Maße und Grenzabmaße der Probekörper

Art des Probekörpers	Oberflächen-Endbearbeitungszustand	Parameter	Durchmesser D mm	Höhe H mm
Standardausführung	I, II, III (alle Zustände)	Maßbereich	$36 \pm 0,5$	$2,0 \pm 0,1$
	II, III (bearbeitet)	Parallelitätstoleranz	—	$\pm 0,02$
	I (as-fired)	Parallelitätstoleranz	—	$\pm 0,05$