ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57927— 2017 (ИСО 20509:2003)

КОМПОЗИТЫ КЕРАМИЧЕСКИЕ

Определение стойкости к окислению монолитной керамики на основе бескислородных соединений

(ISO 20509:2003, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of oxidation resistance of non-oxide monolithic ceramics, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 497 «Композиты, конструкции и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 ноября 2017 г. № 1692-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 20509:2003 «Керамика тонкая (высококачественная керамика, высококачественная техническая керамика). Определение стойкости к окислению монолитной керамики на основе бескислородных соединений» (ISO 20509:2003 «Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of oxidation resistance of non-oxide monolithic ceramics», MOD) путем изменения его структуры для приведения в соответствие с правилами, установленными в ГОСТ 1.5—2001 (подразделы 4.2 и 4.3).

Разделы и подразделы, не включенные в основную часть настоящего стандарта, приведены в дополнительном приложении ДА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта ИСО 2050—2003 приведено в дополнительном приложении ДБ.

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДВ

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. №162–ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Оборудование для испытаний 2
6 Образцы 3
7 Проведение испытаний 3
8 Обработка результатов 5
9 Протокол испытаний 6
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта 8
Приложение ДБ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта ИСО 20509:2003. 11
Приложение ДВ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных и национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 12

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ КЕРАМИЧЕСКИЕ

Определение стойкости к окислению монолитной керамики на основе бескислородных соединений

Ceramic composites. Determination of oxidation resistance of non-oxide monolithic ceramics

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на керамические композиты и изделия из них.

1.2 Стандарт устанавливает метод определения стойкости к окислению монолитной керамики на основе бескислородных соединений по изменению ее массы, габаритных размеров или прочности при изгибе после окисления при высокой температуре в окислительной атмосфере.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 166—89 (ИСО 3599—76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 6507—90 Микрометры. Технические условия

ГОСТ 28840—90 Машины для испытания материалов на растяжение, сжатие и изгиб. Общие технические требования

ГОСТ Р 8.585—2001 Государственная система обеспечения единства измерений. Термопары. Номинальные статические характеристики преобразования

ГОСТ Р 57749—2017 (ИСО 17138:2014) Композиты керамические. Метод испытания на изгиб при нормальной температуре

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверять действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **стойкость к окислению:** Способность керамического материала на основе бескислородных соединений противостоять окислению вследствие реакции с кислородом, содержащимся в окружающей атмосфере, включая любые внутренние реакции окисления керамического материала, протекающие вследствие наличия в нем открытой пористости или диффузии ионов к поверхности керамики или от нее.

Издание официальное

3.2 **прочность на изгиб:** Максимальное номинальное напряжение, которое приводит к разрушению упругого образца в форме балки, нагруженного на изгиб.

3.3 **керамический композит (керамический композиционный материал, керамоматричный композит, керамоматричный композиционный материал),** ККМ: Композит, состоящий из керамической матрицы и армирующего(их) компонента(ов).

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении относительного изменения массы образцов или абсолютного изменения линейных габаритных размеров образцов или изменения прочности образцов на изгиб после их термообработки в высокотемпературной печи в атмосфере окислительной газовой смеси при заданном температурно-временном режиме.

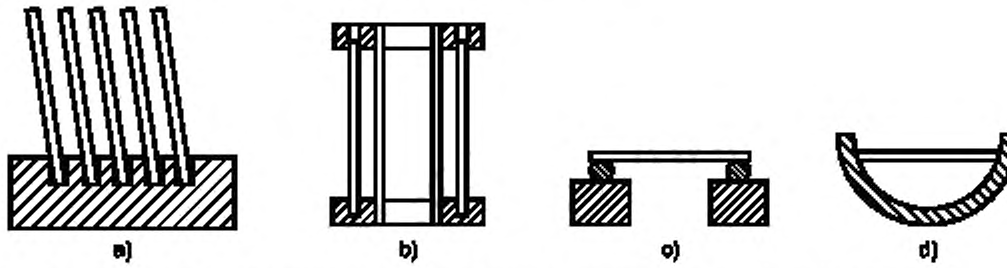
5 Оборудование для испытаний

5.1 Высокотемпературная печь, например, любая подходящая печь с воздушной атмосферой с номинальной температурой не менее 1500 °С.

В камере печи должно быть входное отверстие для поступления достаточного количества окислительного газа для обеспечения того, чтобы атмосфера не застаивалась и не обеднялась кислородом. Должна быть обеспечена возможность подъема температуры до требуемого значения со скоростью не менее 5 °С·мин$^{-1}$, ее контроля с точностью не менее ± 5 °С при всех температурах окисления и охлаждения со скоростью более 5 °С·мин$^{-1}$ до температуры ниже 800 °С. Для удаления загрязняющих веществ перед началом проведения испытаний на стойкость к окислению камеру печи необходимо отжигать не менее 10 ч с использованием атмосферы, предусмотренной для проведения испытаний, при температуре не ниже температуры испытаний.

5.2 Опора или поддерживающая стойка для установки образцов в печь при проведении испытаний на стойкость к окислению.

Конструкция опоры для установки образцов в печь должна обеспечивать минимизацию площади контакта, степень адгезии и степень реакции ее с образцом (см. рисунок 1). Желательно, чтобы при этом контакт был лишь точечным или линейным. Необходимо исключить любой контакт опоры с участками поверхности образцов, которые позднее будут вступать в соприкосновение с изгибающим элементом при испытаниях на прочность на изгибе. Примером опоры подходящей конструкции является блок с отверстиями глубиной не более 3 мм, просверленными в нем таким образом, чтобы в них можно было устанавливать образцы почти вертикально с минимальным контактом опоры с их торцом и кромкой. Также образцы могут быть размещены на горизонтальных опорах, на роликах из карбида кремния или муллита, на платиновых проволоках малого диаметра, либо подвешенных, либо лежащих на чистой инертной керамической подложке, или на полукольцах, которые можно вырезать из керамических труб (оксид алюминия, муллит, карбид кремния или нитрид кремния).



a) огнеупорный блок с отверстиями соответствующего размера, подходящий для испытаний в муфельной печи;
b) опорная система на основе трубок и дисков с отверстиями, подходящая для испытаний в вертикальной трубчатой печи;
c) пара параллельных стержней на опоре, расположенных на некотором расстоянии друг от друга вблизи от концов образцов, предназначенных для испытаний и с достаточным зазором внизу, подходящие для испытаний в муфельной печи;
d) образец, опирающийся концами на керамическое полукольцо

Рисунок 1 — Примеры опор для установки образцов в печь для испытаний на окислительную стойкость путем определения изменения прочности образцов на изгиб

Примечания

1 Может возникнуть необходимость в проведении некоторых предварительных испытаний, чтобы удостовериться в достаточной инертности материала опоры к испытуемым образцам, то есть в том, что он не вносит существенного вклада в изменение массы образцов.

2 Опоры могут быть изготовлены из карбида кремния, муллита, платиновой проволоки и оксида алюминия. Карбид кремния и муллит, вероятно, являются наиболее подходящими материалами, поскольку оксид алюминия может реагировать с образцами, а платина не подходит для керамики на основе бескислородных соединений, содержащей свободные частицы металлов, например, карбид кремния, содержащий кремний.

5.3 Печь, способная поддерживать температуру в интервале от 105 °С до 120 °С.

5.4 Машина для испытаний на прочность при изгибе с возможностью обеспечения равномерной скорости перемещения активного захвата (траверсы). Машина для испытаний должна соответствовать ГОСТ 28840 и позволять проводить измерение разрушающей нагрузки с погрешностью не более 1 %.

5.5 Опоры для проведения испытаний на прочность при трехточечном или четырехточечном изгибе в соответствии с ГОСТ Р 57749.

5.6 Микрометр по ГОСТ 6507, типа МК или другой, с разрешением 0,002 мм для измерения габаритных размеров образцов. У микрометра должны быть плоские поверхности пяток, не должно быть шариковых или острых наконечников, так как они могут повредить образец. Можно использовать альтернативные средства измерения размеров при условии, что разрешение у них не менее 0,002 мм.

5.7 Штангенциркуль с разрешением не менее 0,05 мм для измерения длины образца в соответствии с ГОСТ 166. Можно использовать альтернативные средства измерения размеров при условии, что их разрешение составляет не менее 0,05 мм.

5.8 Весы с пределом взвешивания до 200 г, с ценой деления не менее 0,05 мг.

5.9 Термопара по ГОСТ Р 8.585, типа R или типа S.

6 Образцы

Если необходимо определить изменение прочности, образцы должны соответствовать ГОСТ Р 57749. Все поверхности образцов должны быть механически обработаны, края должны быть скруглены или скошены. Должны быть указаны все процедуры механической обработки и качество поверхности образцов. Для испытаний используют не менее 10 образцов для каждого испытуемого режима окисления, плюс 10 образцов в качестве контрольных, не подвергнутых окислению. Образцы нумеруют таким образом, чтобы маркировка не могла повлиять на результаты испытаний.

В случае если нет необходимости определения изменения прочности, для испытаний используют любые по размеру и форме образцы.

Образцы должны быть чистыми и не содержать примесей, оставшихся после их подготовки, и загрязнений, возникших при их перемещении, которые могут повлиять на начальную массу образцов и (или) скорость окисления.

В случае материалов, характеризующихся незначительной открытой пористостью, загрязненных остатками охлаждающей жидкости после их механической обработки и (или) примесями, возникшими при их перемещении, подвергают образцы ультразвуковой обработке в ультразвуковой ванне в среде этанола продолжительностью не менее 10 мин. Во избежание повреждений во время этой операции не допускается контакт образцов друг с другом или с твердой поверхностью. В случае материалов с открытой пористостью адсорбированные внутри органические остатки можно удалить только путем термообработки на воздухе. Максимальная температура, при которой следует выполнять эту операцию, зависит от типа материала, но, как правило, для окисления углеродосодержащих остатков необходима выдержка при температуре в интервале от 500 °С до 600 °С продолжительностью не менее 1 ч. Термообработку материалов, в которых предусмотрено присутствие свободного углерода, во избежание окисления проводят при температуре не более 350 °С.

7 Проведение испытаний

7.1 Измерение габаритных размеров и массы образцов

Для образцов, предназначенных для испытания на стойкость к окислению путем определения изменения прочности при изгибе, измеряют ширину b и толщину h каждого образца в нескольких местах микрометром по 5.6 с разрешением 0,002 мм. Измеряют общую длину L_T штангенциркулем по 5.7 с разрешением 0,05 мм. При других формах образцов измеряют соответствующие габаритные размеры

в нескольких разных местах (например, диаметр и толщину диска). Моют и обезжиривают образцы (см. раздел 6). Помещают в печь по 5.3 и нагревают до температуры в интервале от 105 °С до 120 °С до тех пор, пока их масса не станет постоянной. Вынимают образцы из печи и помещают в эксикатор. После охлаждения до комнатной температуры взвешивают каждый образец с округлением до 0,05 мг на весах по 5.8. До проведения испытания образцы хранят в эксикаторе.

7.2 Отжиг высокотемпературной печи

Если печь не использовали для аналогичного измерения непосредственно перед проведением испытания, проводят предварительный отжиг печи по 5.1 и опоры (или поддерживающей стойки) для установки образцов в печь по 5.2 при температуре, равной или превышающей температуру испытания на стойкость к окислению в предполагаемой среде прокачиваемой газовой смеси. Максимальную температуру поддерживают как минимум в течение 10 ч.

7.3 Испытание на стойкость к окислению

7.3.1 Материалы с высокой стойкостью к окислению

7.3.1.1 Помещают образцы на соответствующие опоры по 5.2 в центре зоны нагрева печи по 5.1, оставляя достаточные промежутки между образцами и их опорами для надлежащей циркуляции воздуха (газовой смеси). Обеспечивают, чтобы контакт с опорами был сведен к минимуму (см. рисунок 1). Контакт должен находиться вне участков поверхности образцов, которые позднее будут вступать в соприкосновение с изгибающим элементом при испытаниях на прочность при изгибе. Минимальный промежуток между образцами, а также между образцом и оснасткой печи составляет 5 мм.

Примечания

1 Желательно, чтобы каждая партия, состоящая как минимум из 10 образцов для каждого испытуемого режима окисления, подвергалась воздействию одновременно на одной и той же опоре. В противном случае результаты могут немного различаться.

2 При увеличении размера образцов минимальный промежуток между образцами должен быть увеличен для обеспечения беспрепятственного прохождения потока газа между соседними окисляющимися поверхностями.

7.3.1.2 Термопары типа R или типа S по 5.9 следует располагать рядом с образцами с целью точного и оперативного контроля температуры образцов во время процесса окисления. Закрывают печь.

7.3.1.3 Подают окислительную газовую смесь в печь по 5.1 со скоростью, достаточной для обеспечения циркуляции атмосферы в рабочем пространстве печи и вокруг образцов во избежание застоя и уменьшения содержания кислорода, но недостаточной для того, чтобы вызвать неоднородность или колебания температуры в печи. В случае испытаний в воздухе обеспечивают естественный поток воздуха через рабочее пространство печи. Следует отметить, что рекомендуемый расход газа, как правило, составляет от 0,5 до 50 объемов в час, но не менее 0,1 объема в час.

7.3.1.4 Нагревают печь до температуры проведения испытания согласно показаниям измерительной термопары, примыкающей к образцам. Поддерживают эту температуру с точностью до 5 °С в течение требуемого времени проведения испытаний. Охлаждают печь с максимальной скоростью охлаждения данной печи, осторожно снимают образцы с предназначенных для них опор и помещают их в эксикатор. Во избежание изменения массы исключают контакт испытуемых образцов с загрязняющими поверхностями и руками, пока не будет выполнено окончательное взвешивание. Обеспечивают, чтобы окисленный слой на поверхности образца оставался в неизменном состоянии.

7.3.2 Материалы с низкой стойкостью к окислению

Методику, описанную в 7.3.1, также используют при испытании материалов с низкой стойкостью к окислению или материалов, продукты окисления которых являются легкоплавкими, такими как, например, B_2O_3, образующийся при окислении боридов. Некоторые модификации этой методики испытаний предназначены для материалов, сильно реагирующих с опорой для установки в печь или приклеивающихся к ней. В этих случаях используют одноместные опоры для каждого отдельного образца, например, полукольца (см. рисунок 1d), чтобы образец можно было взвешивать вместе с опорой перед испытанием и после него.

Кроме того, образцы помещают в печь, предварительно нагретую до температуры испытания, и закаляют на воздухе после испытания для сохранения состояния поверхностного окисленного слоя, существовавшего при температуре испытания, с целью его последующего микроскопического исследования при комнатной температуре. Однако при этом, закалка образцов может повлиять на прочность вследствие термического удара.

7.4 Выбор режимов испытаний

Режимы испытаний (температура, атмосфера, продолжительность и т. д.) выбирают в соответствии с техническими требованиями на проведение испытания и по соглашению сторон.

Примечания

1 Режим испытаний, рекомендуемый для нитридов кремния и сиалонов: выдержка при температуре 1300 °С в течение 100 ч или 200 ч, а для карбидов кремния и улучшенных марок нитридов кремния — при 1400 °С в течение 100 ч или 200 ч. Такие режимы дают возможность легко различать эксплуатационные характеристики материалов одной природы.

2 Поведение при окислении других видов керамики на основе бескислородных соединений (например, боридов, карбидов, нитридов и силицидов) различается в широких пределах, поэтому режимы испытаний выбирают на основании результатов предварительных экспериментов. Результаты испытаний тщательно документально фиксируют в протоколе испытаний.

7.5 Измерения массы и габаритных размеров

Взвешивают образцы по отдельности вместе с образовавшимися на них продуктами их окисления с округлением до 0,05 мг. Отдельно взвешивают любые осыпавшиеся отслоившиеся продукты окисления каждого образца. Если не получается отдельно взвесить отслоившиеся продукты каждого образца, получившиеся в ходе одного испытания, взвешивают их вместе. При необходимости повторно измеряют наружные габаритные размеры образцов с целью определения изменений размеров.

Примечание — Как правило, в реальных условиях невозможно измерить отслоившиеся продукты окисления, прилипшие к печи или деталям опор для установки образцов или прореагировавшие с ними.

7.6 Измерения прочности при изгибе

Измеряют прочность при изгибе окисленных и контрольных образцов в соответствии с ГОСТ Р 57749. Если необходимо изменить характер окисленной поверхности, чтобы выполнить испытания на прочность, это указывают в протоколе испытаний.

Примечание — В случае коробления образца после окисления можно выполнить механическую обработку одной из его граней для обеспечения его плоскопараллельности с целью соблюдения требований, установленных в ГОСТ Р 57749. Во время испытания механически обработанную поверхность приводят в соприкосновение с верхней опорой (зона напряжений сжатия образца).

7.7 Особенности

Фиксируют любые особенности, связанные с состоянием окисленной поверхности образца, внешним видом его разрушенного поперечного сечения и т. д.

Примечание — Полезную информацию о стойкости образцов к окислению могут дать фазовый анализ окисленного слоя методом рентгеновской дифракции и изучение его микроструктуры в поперечном сечении при помощи сканирующей электронной микроскопии.

8 Обработка результатов

8.1 Прочность при изгибе

Если проведено измерение прочности при изгибе, рассчитывают прочность при изгибе по соответствующей формуле согласно ГОСТ Р 57749. Рассчитывают среднее значение прочности и стандартное отклонение для контрольных образцов и для каждого режима окисления.

8.2 Изменение массы

При необходимости вычисления изменения массы, рассчитывают его на единицу номинальной площади поверхности образца C по формуле

$$C = \frac{W_f - W_i}{A}, \quad (1)$$

где W_f и W_i — конечная и начальная масса образца, г;

A — номинальная площадь наружной поверхности образца исходя из начальных габаритных размеров, м^2.

Средний результат $\overline{C}$ и стандартное отклонение S для каждого применяемого режима окисления вычисляют по формулам

$$\overline{C} = \frac{\sum_{i=1}^{n} C_i}{n}, \quad (2)$$

где C_i — изменение массы i-го образца;
n — общее количество образцов;

$$S = \sqrt{\frac{\sum \left(C_i - \overline{C}\right)^2}{n-1}}. \quad (3)$$

Примечание — Если материал пористый и окислен изнутри, возможно, более уместно выражать стойкость к окислению в виде изменения массы на единицу объема или в виде изменения массы в процентах. В обоих случаях эти расчеты будут давать средние значения по образцу и не будут отражать пространственные изменения в объеме образца при окислении.

8.3 Номинальное изменение габаритных размеров

При необходимости вычисления изменения габаритных размеров, рассчитывают абсолютные изменения линейных габаритных размеров образцов Δh, мм, и Δb, мм, по формулам (4) и (5) соответственно

$$\Delta h = h_f - h_i, \quad (4)$$

где h_f — конечная толщина образца, мм,
h_i — начальная толщина образца, мм;

$$\Delta b = b_f - b_i, \quad (5)$$

где b_f — конечная ширина образца, мм,
b_i — начальная ширина образца, мм.

Среднее абсолютное изменение $\overline{\Delta h}$, мм, и $\overline{\Delta b}$, мм, и стандартное отклонение S для каждого режима окисления вычисляют по формулам

$$\overline{\Delta h} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \Delta h_i}{n}, \quad (6)$$

где Δh_i — абсолютное изменение толщины i-го образца;
n — общее количество образцов;

$$\overline{\Delta b} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \Delta b_i}{n}, \quad (7)$$

где Δb_i — абсолютное изменение ширины i-го образца;

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(\Delta h_i - \overline{\Delta h}\right)^2}{n-1}}, \quad (8)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(\Delta b_i - \overline{\Delta b}\right)^2}{n-1}}. \quad (9)$$

9 Протокол испытаний

Результаты испытаний на стойкость к окислению заносят в протокол испытаний и должны содержать:

- название и адрес организации, проводящей испытания;
- дату проведения испытания, уникальный идентификационный номер протокола и каждой страницы, название и адрес заказчика и лицо, подписывающее протокол;

- ссылку на настоящий стандарт;

- описание используемой испытательной аппаратуры, включая сведения о типе печи для оксидирования, материалах, используемых в конструкции зоны нагрева, опор для установки образцов в печь, материалах, находящихся в прямом контакте с образцами, применяемых скоростях нагрева и охлаждения, сведения о скорости подачи испытательного газа, его составе и содержании в нем влаги, при необходимости, метод испытаний на прочность при изгибе (четырехточечный или трехточечный) и т.д.;

- описание испытуемого материала (предприятие-изготовитель, тип, номер партии, дату изготовления и т.д.);

- описание особенностей подготовки образца, включая номинальные габаритные размеры и методики обработки поверхности, методики очистки, условия испытаний на прочность;

- значение массы каждого образца до и после проведения испытания, расчетное изменение массы каждого образца при каждом режиме испытаний, среднее значение и стандартное отклонение при каждом режиме испытаний, выраженные в граммах на квадратный метр;

- массу собранных отслоившихся продуктов, выраженную в граммах, и среднюю массу отслоения на единицу площади поверхности образца;

- разрушающую нагрузку при испытаниях на прочность каждого образца, выраженную в ньютонах, и расчетное номинальное напряжение при разрушении, выраженное в мегапаскалях (или меганьютонах на квадратный метр), для каждого образца при каждом режиме испытаний, включая неокисленные контрольные образцы, средние результаты и стандартные отклонения для каждого режима;

- результат определения средних габаритных размеров каждого образца до и после проведения испытания, расчетные изменения размеров при каждом режиме испытаний, средние результаты и стандартное отклонение;

- любые комментарии об испытании или результатах, включая наблюдения состояния поверхности образцов после окисления и окисленного слоя, например, микрофотографии окисленного слоя, полученные с использованием растрового электронного микроскопа, фазовый состав и толщина окисленного слоя, было ли изменено состояние поверхности образцов для проведения испытания на прочность, внешний вид поверхности разрушения, наличие отслоений окисленного слоя или его прилипания к опоре для установки образцов в печь.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного международного стандарта

ДА.1

Приложение А (справочное).
Полезная информация

А.1 Общие сведения

Оценка стойкости к окислению важна в тех случаях, когда керамику на основе бескислородных соединений эксплуатируют в окислительных средах при высоких температурах. Окисление в керамике на основе бескислородных соединений обычно происходит вследствие замены бескислородной неметаллической составляющей кислородом, при этом образуется поверхностный слой с измененным составом. Изменение массы — общепринятая мера для оценки стойкости к окислению. Другой мерой стойкости к окислению является изменение прочности, поскольку определяющий прочность дефект может быть изменен посредством формирования вызванных окислением дефектов и залечивания трещин. В случае использования керамики на основе бескислородных соединений при высоких температурах в качестве конструкционных элементов стойкость к окислению часто оценивают на основании изменений массы и прочности.

А.2 Механизмы окисления и образование оксидов

Окисление керамики на основе бескислородных соединений обычно происходит при ее взаимодействии с кислородом воздуха. В ходе реакции на поверхности часто образуется оксидный слой. Если этот слой является защитным, дальнейшее окисление замедляется, а скорость окисления регулируется скоростью диффузии в оксидном слое. В этом случае скорость окисления с приростом массы должна подчиняться параболическому закону, при этом на поверхности образуется плотный оксидный слой. Однако, когда оксидный слой не является защитным, скорость определяется реакцией на исходной поверхности материала, при этом скорость реакции проявляет линейную зависимость от времени. В некоторых случаях оксиды, являющиеся продуктами реакции, могут не сцепляться с образцом, а отслаиваться как следствие действия разрывающих усилий, вызванных изменениями объема, фазовыми изменениями и рассогласованием термических коэффициентов линейного расширения. У материалов с открытой пористостью, например, реакционно-связанного нитрида кремния и некоторых карбидов кремния, окисление, как правило, будет происходить через канальные поры, которые выходят на поверхность, хотя они могут закупориваться по мере окисления. В результате окисления нитрида кремния и карбида кремния основной фазой, образующейся на поверхности, является аморфный диоксид кремния, содержащий ионы, первоначально добавленные в объем материала. Присутствие водяного пара влияет на скорость окисления и может увеличить кристаллизацию оксидного слоя.

Кинетика окисления зависит не только от природы материалов, но также от условий окисления. Скорости окисления огнеупорных карбидов, как правило, проявляют параболическую зависимость от времени в условиях высокого парциального давления кислорода и низкой температуры окисления, а линейная зависимость обнаруживается при высокой температуре окисления. Нитрид кремния с добавкой La_2O_3-Y_2O_3 проявляет параболическую зависимость окисления от времени при температурах менее 1450 °С при кратковременном воздействии температуры, тогда как линейная зависимость окисления действует при более высоких температурах и более продолжительных воздействиях. У пористого (пористость 21,5 %) связанного нитридом карбида кремния, содержащего 20 % SiC, наблюдалось два этапа окисления: начальный этап соответствует инкубационному периоду (от 0 до 10 ч), когда образуется непрерывная оксидная пленка на поверхности, обеспечивая при этом возможность внутреннего окисления в поровых каналах; второй этап характеризуется параболической кинетикой окисления, лимитирующей скорость стадией при этом является диффузия кислорода через поверхность слоя диоксида кремния.

А.3 Механические свойства после окисления

Поскольку при окислении образуется поверхностный оксидный слой и изменяется микроструктура материалов, такие механические свойства, как прочность на изгиб, трещиностойкость и модуль упругости, часто ухудшаются. В частности, сильное окисление часто вызывает существенное ухудшение прочности при изгибе, тогда как небольшое окисление иногда ведет к повышению прочности. Ее повышение обусловлено затуплением вершин трещин, образовавшихся при механической обработке, благодаря образованию тонкой оксидной пленки, а ухудшение прочности обычно вызвано образованием ямок при окислении и релаксацией остаточных напряжений, возникших в процессе механической обработки. Контролируемое окисление керамики на основе бескислородных соединений может повысить стойкость к окислению и прочность на изгиб; например, наблюдалось существенное повышение прочности при комнатной температуре при нагреве в воздухе при умеренных температурах (в интервале от 800 °С до 1100 °С) проб горячепрессованного нитрида кремния в состоянии после механической обработки. Вызванное окислением видоизменение поверхности вызывает повышение прочности, стойкости к окислению и трещиностойкости.

ДА.2

Приложение В (справочное). Межлабораторная оценка метода испытаний

В.1 Общие сведения

Данный международный стандарт был создан на основе японского отраслевого стандарта JIS R 1609 и европейского стандарта ENV 12923-2. Поэтому может быть полезным рассмотрение предыстории этих стандартов.

В.2 Межлабораторные сравнительные исследования для создания стандарта JIS R 1609

Для создания японского отраслевого стандарта JIS R 1609 в течение трех лет проводили межлабораторные сравнительные исследования с привлечением трех лабораторий. Керамическими материалами, использованными при межлабораторных сравнительных исследованиях, были спеченный нитрид кремния, спеченный карбид кремния и реакционно-спеченный карбид кремния. Габаритные размеры образцов, предназначенных для испытаний, составляли 3 мм х 4 мм х 40 мм. Испытания на окисляемость проводили при температуре от 1200 °С до 1400 °С с временем выдержки от 24 до 100 ч. Изменения массы определяли путем взвешивания до и после испытаний на окисляемость. Прочность на изгиб измеряли при трехточечном изгибе с расстоянием между опорами 30 мм. Изучение окисленных слоев проводили путем анализа поперечных сечений образцов при помощи сканирующих электронных микроскопов. Результаты были следующими.

a) В случае окисления нитридкремниевой керамики, проведенного при температуре 1200 °С в течение 24 ч, на поверхности материала образовался оксидный слой толщиной от 2 до 3 мкм, что сопровождалось небольшим увеличением массы. Однако прочность при изгибе существенно ухудшилась, и это ухудшение составляло от 10 % до 40 %. Продолжительное время выдержки и повышение температуры вызывало дальнейшее нарастание оксидного слоя на поверхности, однако дальнейшее ухудшение прочности при изгибе было весьма незначительным.

b) Спеченный карбид кремния обладает превосходной стойкостью к окислению даже при температуре 1400 °С. Изменение массы было очень небольшим (в пределах нескольких мг), а в большинстве испытаний — в пределах 1 мг. Хотя временные зависимости прочности и изменений массы сильно различались между образцами, прочность при изгибе коррелировала с изменением массы. Небольшое окисление с увеличением массы приблизительно на 1 мг приводит к повышению прочности, приблизительно до 450 МПа, по сравнению с первоначальной прочностью — 400 МПа.

c) У реакционно-спеченного карбида кремния наблюдалось снижение прочности при изгибе и увеличение массы с увеличением времени окисления.

В.3 Межлабораторные сравнительные исследования для создания стандарта ENV 12923-2

В ходе разработки европейского стандарта было проведено межлабораторное исследование среди 23 европейских лабораторий. Участников просили провести испытания на окисляемость на двух материалах на воздухе в течение 200 ч: на реакционно-связанном нитриде кремния при температуре 1100 °С (высокая скорость окисления) и на спеченном карбиде кремния при температуре 1400 °С (низкая скорость окисления). Участникам было предоставлено по 20 образцов на прочность при изгибе из каждого материала, их просили выполнить измерения увеличения массы, изменений габаритных размеров и прочности при изгибе в соответствии с проектом методики, применяемой для стандарта ENV. Предпочтительными опорными материалами были материалы, рекомендованные на проекте CERANORM. Результаты продемонстрировали следующее.

a) На основании измерения изменения массы можно получить полезные данные при условии, что стойкость к окислению не слишком высока по отношению к достижимой точности измерений и что с образцами обращаются осторожно во время и после проведения испытаний на окисление. Для реакционно-связанного нитрида кремния со средним приростом массы по 55 мг на каждый образец и незначительными проблемами из-за взаимодействия с опорными материалами при температуре 1100 °С коэффициент вариации составлял 38 %. У SiC со средним приростом массы всего лишь 3 мг и заметным взаимодействием с опорными материалами коэффициент вариации превышал 100 %. Был сделан вывод о том, что главной проблемой были ограниченные возможности участников, связанные со взвешиванием с требуемой точностью. Хотя изменение массы представляет собой меру стойкости к окислению, для многих специалистов, занимающихся окислением/коррозией, рекомендуется, чтобы изменение массы указывалось в качестве достоверной меры стойкости к окислению только в том случае, если оно превышает чувствительность весов как минимум в 50 раз (т.е. 2,5 мг) и если взаимодействие между испытуемым материалом и опорными материалов пренебрежимо мало. Изменение может быть выражено в изменении массы (г или %) на единицу площади поверхности.

b) При измерении изменения габаритных размеров вследствие окисления с округлением до 0,01 мм на образцах, подвергшихся механической обработке согласно требованиям стандарта EN 843-1, избегая поверхностей, взаимодействующих с опорными материалами, коэффициенты вариации при проведении измерений на реакционно-связанном нитриде кремния и SiC составили 71 % и более 100 % соответственно. Поэтому очевидно, что в пределах точности измерений для относительно стойких к окислению материалов, таких как реакционно-связанный нитрид кремния и SiC, изменения габаритных размеров не могут быть использованы в качестве меры повреждения, вызванного окислением. Более жесткое требование относительно точности измерений (ср. 0,01 мм), возможно, обеспечило бы более согласованные результаты, но, возможно, при этом сократилось бы количество лабораторий, способных соответствовать данному требованию. При особых обстоятельствах можно было бы применять измерения на поперечных сечениях образцов при помощи микроскопических методов (например, РЭМ),

но они рассматриваются вне основной области применения настоящего стандарта, главным образом, по соображениям их стоимости. У других, менее стойких к окислению, материалов могут происходить вполне измеримые изменения габаритных размеров образцов.

c) Для SiC, гомогенного материала, область изменения среднего значения прочности по лабораториям-участникам описывали при помощи диапазона вокруг среднего значения — 15,7 %, и коэффициента вариации — 5,1 %, у материала непосредственно после его получения и усреднения вокруг среднего значения — 24,3 %, и коэффициента изменчивости — 5,7 %, у окисленного материала. В случае реакционно-связанного нитрида кремния было установлено, что используемый для этой работы материал поставлялся в виде двух партий с разными уровнями пористости, общий коэффициент вариации у образцов непосредственно после их получения и после окисления составил 17 % и 20 % соответственно. Однако при рассмотрении данных только по одной из партий (партия с высокой пористостью) коэффициент вариации составил лишь 4 %. Таким образом, даже при относительно негомогенном материале разброс по всем лабораториям относительно невелик. Ни одна из лабораторий не сообщила о необходимости в удалении шероховатого нагара или продуктов окисления перед проведением испытаний на изгиб окисленных образцов, но в одной лаборатории случилось так, что сильное взаимодействие образца с опорным материалом привело к изменению безопорной длины до нестандартной величины. Поэтому рекомендуется проводить предварительные испытания в тех случаях, когда нельзя прогнозировать величину взаимодействия испытываемого материала с опорным материалом.

d) Наблюдаемый разброс данных по прочности обусловлен, возможно, либо случайным отбором проб в виде партий образцов, предоставленных каждому участнику, либо, что равнозначно, из-за различий в опорах, используемых для определения прочности (почти во всех лабораториях определяли четырехточечный изгиб), либо из-за различия «сторон» окисленных образцов, которые испытывали напряжения растяжения при испытаниях на прочность при изгибе (т.е. в связи с различиями во внешних проявлениях окисления между верхней и нижней гранями образцов, размещенных горизонтально в печи для окисления). При изучении полученных данных не проводился полный анализ на основании фрактографического анализа, но он, возможно, помог бы объяснить полученные результаты.

e) Не было доказано, что параметры испытаний на окисляемость, выбранные для данного исследования, являются причиной какого-либо особого вклада в наблюдаемый разброс данных. Включая, в частности, возможные воздействия содержания влаги и скорости нагрева. Кроме того, перерывы в испытании, длящемся 200 ч, из-за неисправности в работе оборудования оказывали пренебрежимо малое действие на измеряемые свойства. Однако возникли проблемы с образцами, находившимися рядом с оснасткой печи. Оказалось, что слишком близкое расположение к оснастке печи приводит к неравномерному окислению на поверхности образца, примыкающей к ней. Таким образом, существенным условием является обеспечение зазора не менее 5 мм. При этом нет возможности исключить химическое взаимодействие с оснасткой печи, поэтому было показано, насколько важно, чтобы образцы опирались на опоры в местах, удаленных на достаточное расстояние от промежутка длиной 40 мм на образце, используемом для нагружения при испытаниях на прочность при изгибе.

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта ИСО 20509:2003

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта			Структура стандарта ISO 20509:2003		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
1	—	—	1	1.1—1.2	—
2	—	—	2	—	—
3	3.1—3.3	—	3	3.1—3.2	—
4	—	—	—	—	—
5	5.1—5.9	—	4	4.1—4.9	—
6	—	—	5	—	—
7	7.1—7.2	—	6	6.1—6.2	—
	7.3	7.3.1—7.3.2		6.3	6.3.1—6.3.2
	7.4—7.7	—		6.4—6.7	—
8	8.1—8.3	—	7	7.1—7.3	—
9	—	—	8	—	—
Приложение		—	Приложение		A*
		—			B*
		ДА			—
		ДБ			—
		ДВ			—

* Данный раздел (подраздел, пункт) исключен, т. к. его положения носят поясняющий, справочный или рекомендательный характер.

Приложение ДВ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных и национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДВ.1

Обозначение ссылочного межгосударственного, национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 166—89	NEQ	ISO 6906:1984 «Штангенциркули с нониусом с ценой деления 0,02 мм»
ГОСТ 6507—90	NEQ	ISO 3611:1978 «Микрометр для наружных измерений»
ГОСТ 28840—90	NEQ	ISO 7500-1:2004 «Материалы металлические. Верификация машин для статических испытаний в условиях одноосного нагружения. Часть 1. Машины для испытания на растяжение/сжатие. Верификация и калибровка силоизмерительных систем»
ГОСТ Р 8.585—2001	NEQ	IEC 60584-1:1995 «Термопары. Часть 1. Справочные таблицы» IEC 60584-2:1989 «Термопары. Часть 2. Допуски»
ГОСТ Р 57749—2017 (ИСО 17138:2014)	MOD	ISO 14704:2000 «Керамика тонкая (высококачественная керамика, высококачественная техническая керамика). Метод испытаний на прочность при изгибе монолитной керамики при комнатной температуре»
Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - MOD — модифицированные стандарты; - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 666.3.017:006.354 ОКС 81.060.30

Ключевые слова: керамические композиты, стойкость к окислению, монолитная керамика, бескислородные соединения, окислительная стойкость

БЗ 12—2017/9

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 13.11.2017. Подписано в печать 21.11.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 22 экз. Зак. 2344.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ». 123001 Москва. Гранатный пер., 4
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru