

(内部资料)

美国试验与材料
学会标准(ASTM)

ASTM A262-2002a

检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度
的标准方法

Standard Practices for Detecting Susceptibility to
Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels

目 录

1 范围	(1)	21 计算和记录	(12)
2 参考文件	(2)	实验 E 检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀	
实验 A 奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的		敏感度的铜-硫酸铜-16%硫酸	
乙二酸浸蚀试验(2)	(2)	试验(7,8)	(13)
3 范围	(2)	22 范围	(13)
4 仪器	(3)	23 快速筛选试验	(13)
5 试样制备	(3)	24 规范综述	(14)
6 浸蚀组织分级	(4)	25 仪器	(14)
7 浸蚀结构分级的应用	(6)	26 酸性硫酸铜试验溶液	(14)
实验 B 检测奥氏体不锈钢中对于晶间		27 铜填充	(14)
腐蚀的敏感度的硫酸铁-硫酸		28 试样制备	(14)
试验(3)	(7)	29 试验条件	(15)
8 范围	(7)	30 弯曲试验	(15)
9 快速筛选试验	(7)	31 评估	(16)
10 仪器	(8)	实验 F 测定奥氏体不锈钢对晶间腐蚀	
11 硫酸铁-硫酸试验溶液	(9)	敏感度的铜硫酸铜 50%硫酸	
12 试样的制备	(9)	试验	(18)
13 步骤	(9)	32 范围	(18)
14 计算和记录	(10)	33 快速筛选	(18)
实验 C 检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀		34 仪器	(18)
敏感度的硝酸试验	(10)	35 铜-硫酸铜 50%硫酸试验溶液	(18)
15 范围	(10)	36 试样制备	(18)
16 快速筛选试验	(10)	37 步骤	(18)
17 仪器	(11)	38 计算和记录	(19)
18 硝酸试验溶液	(11)	39 关键词	(19)
19 试验试件的制备	(11)	参考文献	(20)
20 步骤	(12)		

检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度的标准方法^①

本标准在固定代号 A262 下发行；紧随此代号之后的号码表示原正式通过的年份，或在修订版情况下，表示最新修订版年份。括号中的数字表示最新复审年份。上标 e 表示自上次修订或上次重申以来的编辑变更。

该标准业经国防部办公厅批准使用。

1 范围*

1.1 本规范包括以下五个试验：

1.1.1 实验 A——奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的乙二酸浸蚀试验(3 至 7 章)。

1.1.2 实验 B——检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度的硫化铁-硫酸试验(8 至 14 章)。

1.1.3 实验 C——检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度的硝酸试验(15 至 21 章)。

1.1.4 实验 E——检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度的铜-硫酸铜-硫酸试验(22 至 31 章)。

1.1.5 实验 F——检测钼-耐蚀铸造奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度的铜-硫酸铜-50%硫酸试验(32 至 38 章)。

1.2 以下因素影响这些实验的应用：

1.2.1 在全部六个试验中，易于检测到与碳化铬沉积相关的晶间腐蚀敏感度。

1.2.2 锻造铬-镍-钼钢中的西格马相(可在其显微纹理中见到或见不到)仅在硝酸中会导致高腐蚀率。

1.2.3 锻造钛或钨镇定合金和铸造钼-耐蚀不锈钢合金中的西格马相(可在其显微纹理中见到或见不到)在硝酸和硫化铁-硫酸二种溶液中都会导致高腐蚀率。

1.3 乙二酸浸蚀试验是用样品浸蚀法鉴别某些不

锈钢品级试样的快速方法，这些品级试样对与碳化铬沉积相关的晶间腐蚀肯定不敏感。这些试样在某些腐蚀试验中具有低腐蚀率，因此，作为“可接收的”，可从试验中撤消(筛选)。

1.4 硫化铁-硫酸试验、铜-硫酸铜-50%硫酸试验和硝酸试验基于重量损耗测定，因此，提供被评估试样相关性能的数值度量。相反，铜-硫化铜-16%硫酸试验基于弯曲试样的目视检查，因此，只将试样分级为可验收的或不可验收的。

1.5 大多情况下，24 小时铜-硫化铜-16%硫酸试验，或 120 小时硫化铁-硫酸试验，与乙二酸浸蚀试验相结合，可在最短时间内提供所需信息。附表列出的所有不锈钢等级都可以这种筛选和腐蚀试验相结合的方式加以评估，除钼-耐蚀等级(如 316、316L、317 和 317L)以外，这此等级代表要用于硝酸环境中的钢材。

1.6 240 小时硝酸试验必须用于镇定和钼-耐蚀等级(这些等级是要用于硝酸环境下的)和可能在硝酸环境中经受端粒腐蚀。

1.7 表 1 中仅列出那些已有乙二酸浸蚀试验应用数据和在各种数值评估试验中其性能数据的不锈钢等级。

1.8 已在参考文件(1)^②中公布了用这些实验评估的各种类型不锈钢的广泛试验结果。

① 本规范隶属 ASTM“钢、合金钢、相关合金”AO1 委员会管辖，并属“腐蚀试验方法”AO1.14 分委员会的指导职责，2002.11.10 日批准现行版。2002 年出版。1943 年初次审批。2002 上次审批版本 A262-02。

* 本标准结尾处列出变更章节一览。

② 括号中的黑体数字是指在本规范结尾的参考文献清单中的文献号。

1.9 以 SI 单位表示的数值被认为标准。英寸-磅等效值在括号中,可以是近似的。

1.10 本标准并不意味涉及与其应用相关的所有

问题。编制合适的安全和健康(操作)规范和确定规章限制的适用性,是本标准用户的职责。(在 5.6、

11.1.1、11.1.9 和 35.1 中给出特别警告语句。)

表 1 检测奥氏体合金钢晶间腐蚀敏感度的评估试验的应用

注 1:对于每项腐蚀试验,所检测的晶间腐蚀敏感度的类型连同不锈钢所处等级一起给出。这些表格可能包含长方形框栏中未列出的不锈钢等级。在这种情况下,酸腐蚀试验适用,而不是乙二酸浸蚀试验。

注 2:当与箭头所指试验接合使用时,乙二酸浸蚀试验可适用于长方形框栏中列出的不锈钢等级。

乙二酸浸蚀试验

↓	↓	↓	↓
AISI ^A :304,304L ACI ^B :CF-3,CF-8	AISI:304,304L,316,316L,317, 317L ACI:CF-3,CF-8,CF-3M,CF- 8M	AISI:201,202,301,304, 304L,304H,316,316L, 316H,317,317L,321, 347	ACI:CF-3M,CF-8M
硝酸试验 ^C (在沸腾溶液中 240 h)	硫化铁-硫酸试验 (在沸腾溶液中 120 h)	铜-硫化铜-硫酸试验 (在沸腾溶液中 24 h)	铜-硫化铜-50%硫酸 试验
碳化铬:在 304,304L,CF-3,CF-8 中碳化铬和西格马相 ^D ,在 316, 316L,317,317L,321,347,CF- 3M,CF-8M 中端粒,在所有等 级中	碳化铬:在 304,304L,316,316L, 317,317L,CF-3,CF-8 中 碳化铬和西格马相:在 321,CF- 3M,CF-8M ^E 中	碳化铬:在 201,202,301, 304,304L,316,316L, 317,317L,321,347 中	碳化铬:在 CF-3,CF-8 中

A AISI:美国钢铁学会奥氏体钢标号。

B ACI:合金铸造学会标号。

C 硝酸试验也可适用于 AISI 309,310,348,和 AISI 410,430,446 和 ACI CN-7M。

D 当用于硝酸环境中运行时,必须试验。

E 迄今,尚无有关在该试验中西格马相对 AISI 347 腐蚀影响的数据公布。

2 参考文件

2.1 ASTM 标准

A370 钢产品力学试验的试验方法和定义^①

2.2 ISO 标准

ISO 3651-2 不锈钢晶格间腐蚀耐受性测定—第 2 部分:铁、奥氏体、铁-奥氏体(双重)不锈钢—在包含硫酸的介质中的腐蚀试验^①

实验 A 奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的乙二酸浸蚀试验(2)

3 范围

3.1 乙二酸浸蚀试验供验收材料用,但不供拒收材料用。可与其他评估试验一起用来提供识别某些试样的快速方法,这些试样在其他试验中对快速晶间腐蚀肯定不敏感。这类试样在需暴露 4~240 小时的各种热酸类试验中具有低腐蚀率。借助其浸蚀

① Annual Book of ASTM Standard, (ASTM 标准年鉴) Vol. 01.03.

② 可由国际标准化组织(ISO)获取, rue de Varembe, Case postale 56 CH-1211 Geneva 20, Switzerland.

结构识别这些试样,浸蚀结构按以下准则分类:

3.2 乙二酸浸蚀试验可用于筛选要在实验 B——硫酸铁-硫酸试验、实验 C——硝酸试验、实验 E——铜-硫酸铜-16%硫酸试验和实验 F——铜-硫酸铜-50%硫酸试验中测试的试样。

3.2.1 每一实验有一图表,表示在一项具体试验中,对于一给定不锈钢等级,何种浸蚀结构相当于可验收的、或不可验收的性能。具有可验收浸蚀结构的试样不需再做热酸类试验。具有不可验收浸蚀结

构的试样,必须在规定的热酸溶液中再做试验。

3.3 不锈钢等级和乙二酸适用的热酸类试验列于表 2。

3.4 在最大碳沉积的 650~675°C(1200~1250°F)范围内,激活热处理以后,试验超低碳等级和镇定等级,如 304L、316L、317L、321 和 347。必须在试样提交做乙二酸浸蚀试验以前进行激活处理。最常用的激活处理是在 675°C(1200°F)下处理 1 h(小时)。

表 2 浸蚀试验的适用性

	AISI 等级 No.	ACI 等级 No.
实验 B—硫酸铁-硫酸试验	304, 304L, 316, 316L, 317, 317L	CF-3, CF-8, CF-3M, CF-8M
实验 C—硝酸试验	304, 304L	CF-8, CF-3
实验 E—铜-硫酸铜-16%硫酸试验	201, 202, 301, 304, 304L, 304H, 316, 316L, 317, 317L, 321, 347	...
实验 F—铜-硫酸铜-50%硫酸试验	...	CF-8M, CF-3M

4 仪器

4.1 直流电源 供给能力约 15V 和 20A 的电池、发电机或整流器。

4.2 电流表 0~30A 范围(注 1)。

4.3 可变电阻器(注 1)。

4.4 阴极 不锈钢圆柱筒件,或最好用 1 qt(夸脱)(0.946L)的不锈钢烧杯。

4.5 大夹子 用于夹持被浸蚀的试件。

4.6 冶金显微镜 在 250~500 倍数检查浸蚀显微结构。

4.7 浸蚀电解槽电极 被浸蚀试件构成阳极,不锈钢烧杯或与被浸蚀试件那样大的不锈钢筒构成阴极。

4.8 电解液 乙二酸, ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 试剂级, 10%(重量)溶液。

注 1:可变电阻和电流表连接在电路中,用于测量和控制被浸蚀试样上的电流。

5 试样制备

5.1 切割 最好用锯剪切,特别是对于超低碳等级。冷剪切加工邻近金属,并影响后续致敏性的响应。在有剪切边的试件上做的浸蚀显微检验,应在不受剪切影响的金属上进行。合适的试样尺寸为 25×25 mm(1×1 in)。

5.2 试验的目的在于试验尽可能近似地代表运行中使用材料表面的试样。因此,优选试样是包含运行中暴露表面的一个横截面。只有这样,需要时才能进行表面修整,去除外来物质,获得如 5.3 中所述标准、均匀的表层。对于很大的截面,应加工试样以便能代表合适的表面,同时保持合适的试样尺寸以便于试验。首先,去除较需要更多的材料将对试验结果有一些影响。但是,在表面碳化的特殊情况下(例如,若采用含碳材料润滑剂或粘接剂,有时在管道或铸件中遇到的情况),可能采用大量研磨或机械加工以便完全去除碳化表面。不允许这样处理试样,除非在所做的试验中表现出这类影响。

5.3 抛光 在所有类型材料上,应抛光横截表面供浸蚀和显微检验。包含焊缝的试样应包括基板、焊接热影响区和焊缝金属。应在研磨皮带或研磨轮上,以研磨方式去除浸蚀区锈皮,达到 80 或 120 粒度表面光洁度,并应无过度加热,然后,用 No1、1/2、1/0、2/0 和 3/0 或更细的金刚砂纸抛光。这种抛光操作可在较短时间内进行,因为不需去除所有大划痕。实际上,总是要抛光 1 cm^2 或更大面积。若任何横截面尺寸小于 1 cm ,最短抛光长度应为 1 cm 。若现有长度小于 1 cm ,则应采用整个横截面。

5.4 浸蚀溶液 浸蚀试验用溶液的配制:在 900 mL 蒸馏水中添加 100 g 试剂级乙二酸晶体 ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),并搅拌,直至全部晶体溶解。

5.5 浸蚀条件 抛光的试样应在 1 A/cm^2 电流密度下浸蚀 1.5 分钟。为取得合适的电流密度:

5.5.1 应以平方厘米为单位测量待浸蚀试样的总浸没面积;并

5.5.2 应调节可变电阻,直到以安培读数的电流表示值等于以平方厘米为单位的试样总浸没面积数。

5.6 浸试注意事项:

5.6.1 警告 应在一通风罩下进行浸蚀试验。由电极迅速析出的挟带一些乙二酸的气体有毒,并刺激粘膜器官。

5.6.2 在阴极上逐渐形成黄-绿色的膜 这使浸蚀电解液电阻增大。若发生这种情况,应该用酸类,如 30% HNO_3 , 漂洗不锈钢烧杯(用做阴极的钢材)的里面。

5.6.3 浸蚀试验期间,浸蚀溶液的温度逐渐升高。用二个烧杯轮换以便使温度保持在 50°C 以下。一烧杯可在自来水中冷却,另一烧杯则用于浸蚀试验。加热速率取决于流经试样的总电流(电流表读数)。因此,应保持浸蚀面积尽可能小,同时应满足所需最小浸蚀面积。

5.6.4 应避免使夹持试样的夹子浸没于浸蚀液中。

5.7 漂洗 浸蚀以后,应在热水和丙酮或酒精中彻底漂洗试样,以免干燥期间乙二酸在浸蚀表面结晶。

5.8 在某些对碳化铬不敏感的含钼试样(AIS 316、316L、317、317L)上,很难显露用乙二酸电浸蚀形成的台阶状结构。在这种情况下,可采用 10% 过硫酸铵溶液的电解液取代乙二酸。在室温下溶液中以 1 A/cm^2 电流密度浸蚀 10 分钟,在试样上迅速形成台阶状组织。

6 浸蚀组织分级

6.1 在 $250\times$ 至 $500\times$ 金相显微镜下检验锻钢的浸蚀表面,在 $500\times$ 以上金相显微镜下检验铸钢。

6.2 应从棒材或管的内至外径、从板材的一面至另一面,完全横移,彻底检查浸蚀横截面,跨过含焊缝试样上的焊缝金属、焊接影响区和基板区域。

6.3 浸蚀结构分级为以下类型(注 2)

6.3.1 台阶状结构(图 1) 仅有晶粒之间的台阶,在晶粒边界处无沟槽。

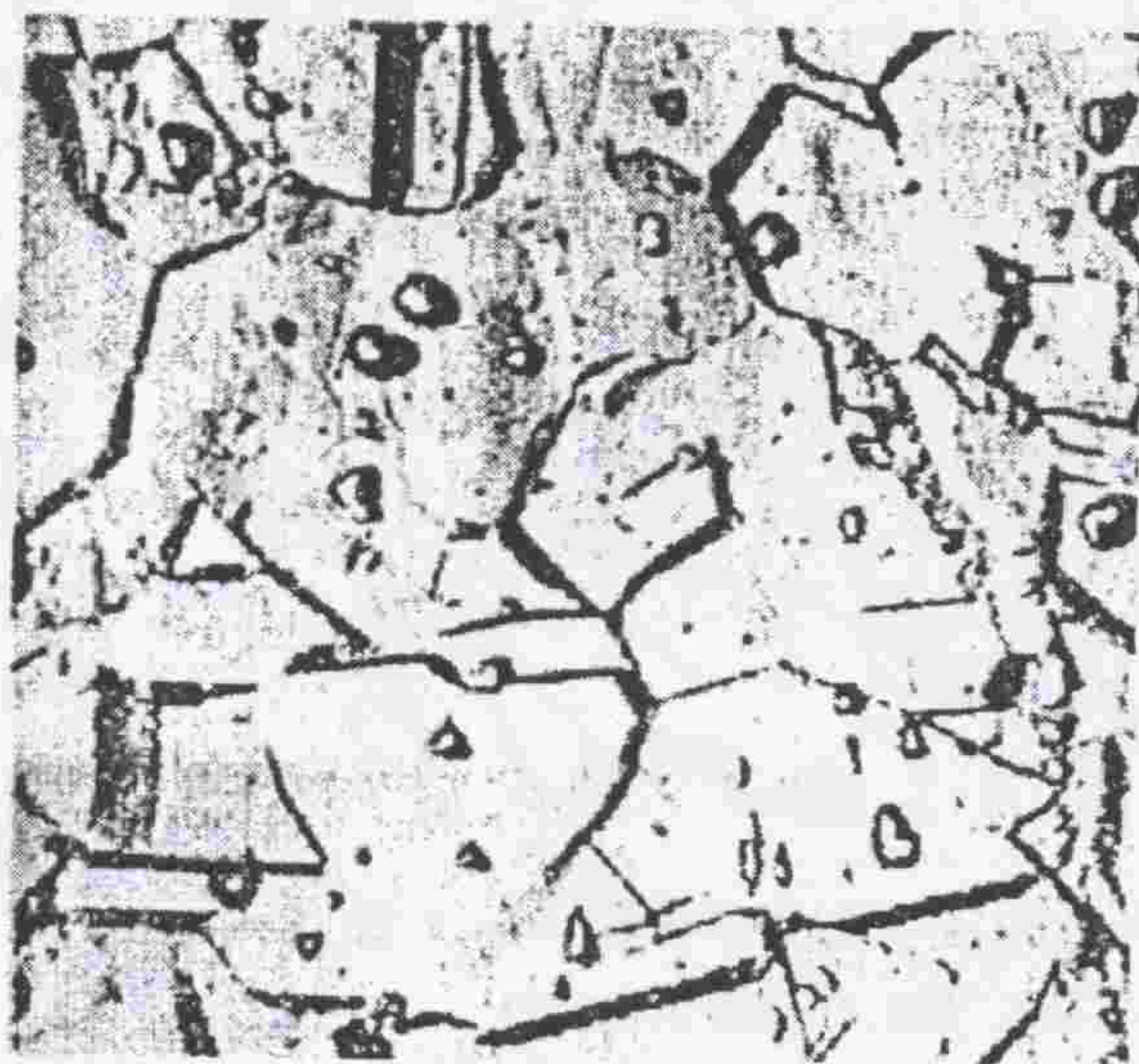


图 1 台阶状结构($500\times$)(晶粒间台阶,晶粒边界处无沟槽)

6.3.2 双重结构(图 2) 除台阶外,在晶粒边界处有某些沟槽,但是无完全被沟槽环绕的单个晶粒。

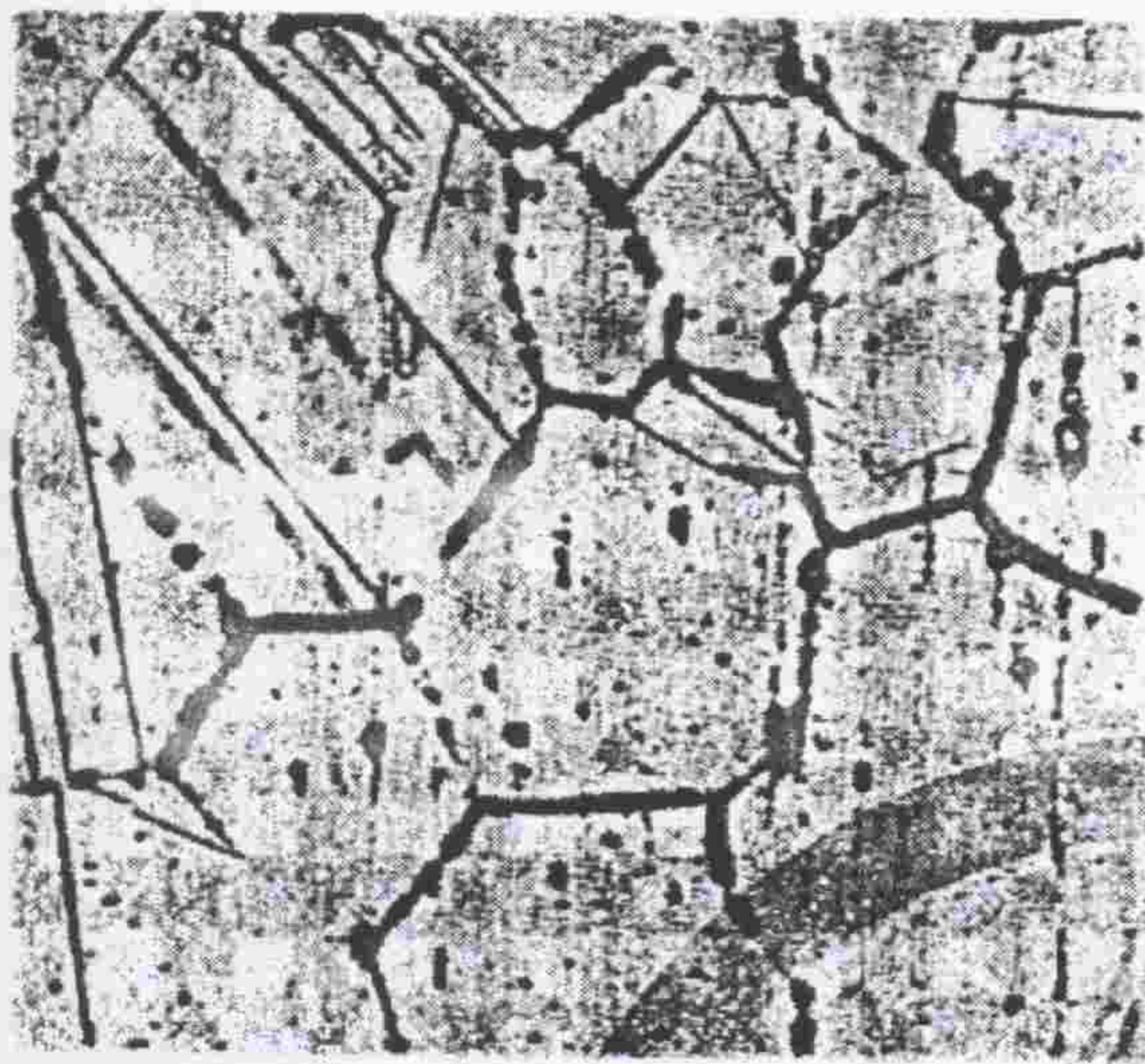


图2 双重结构(250×)(除台阶外,晶粒边界处有一些沟槽,但无被完全环绕的晶粒)

6.3.3 沟槽结构(图3) 一或多个晶粒完全被沟槽环绕。

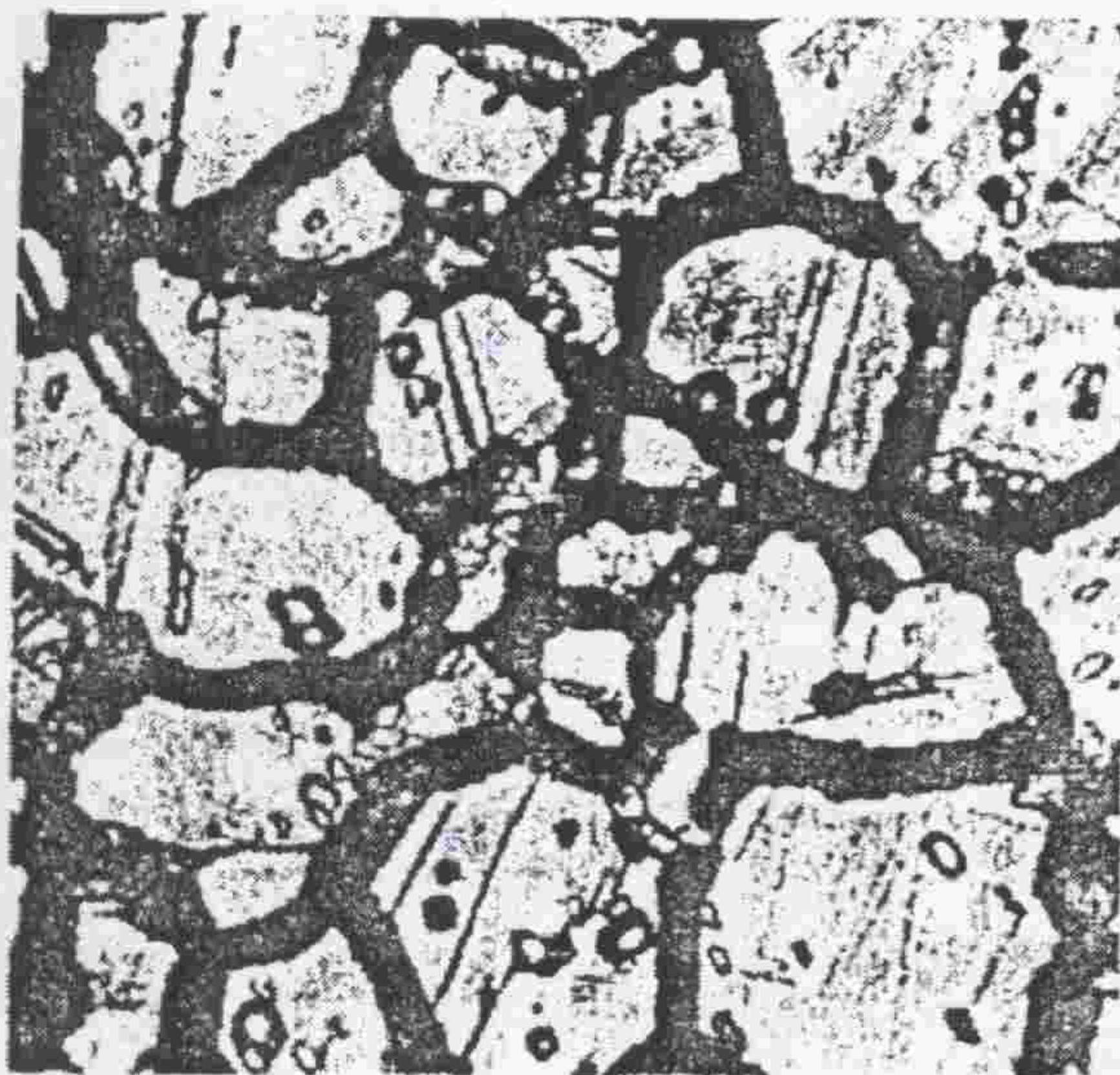


图3 双重结构(500×)(一或多个晶粒完全被沟槽环绕)

6.3.4 孤立的铁氧体(图4) 在铸铁和焊缝中观察到的。奥氏体基体和铁氧体坑之间的台阶。

6.3.5 枝状晶间沟槽(图5) 在铸铁和焊缝中观察到的,深的互连沟槽。

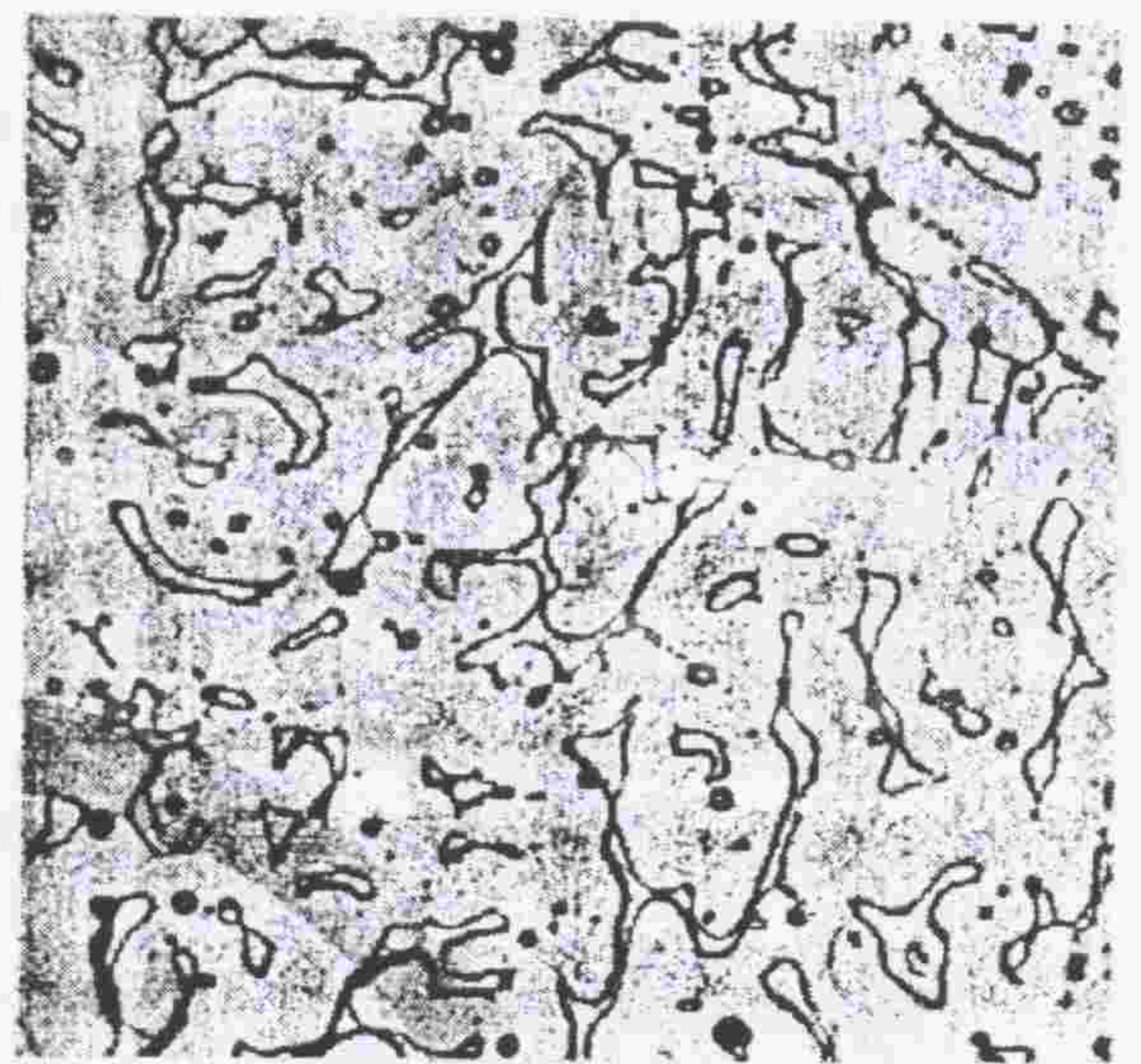


图4 孤立的铁氧体坑(500×)(在铸件和焊缝中观察到的,奥氏体基体与铁氧体坑之间的台阶)

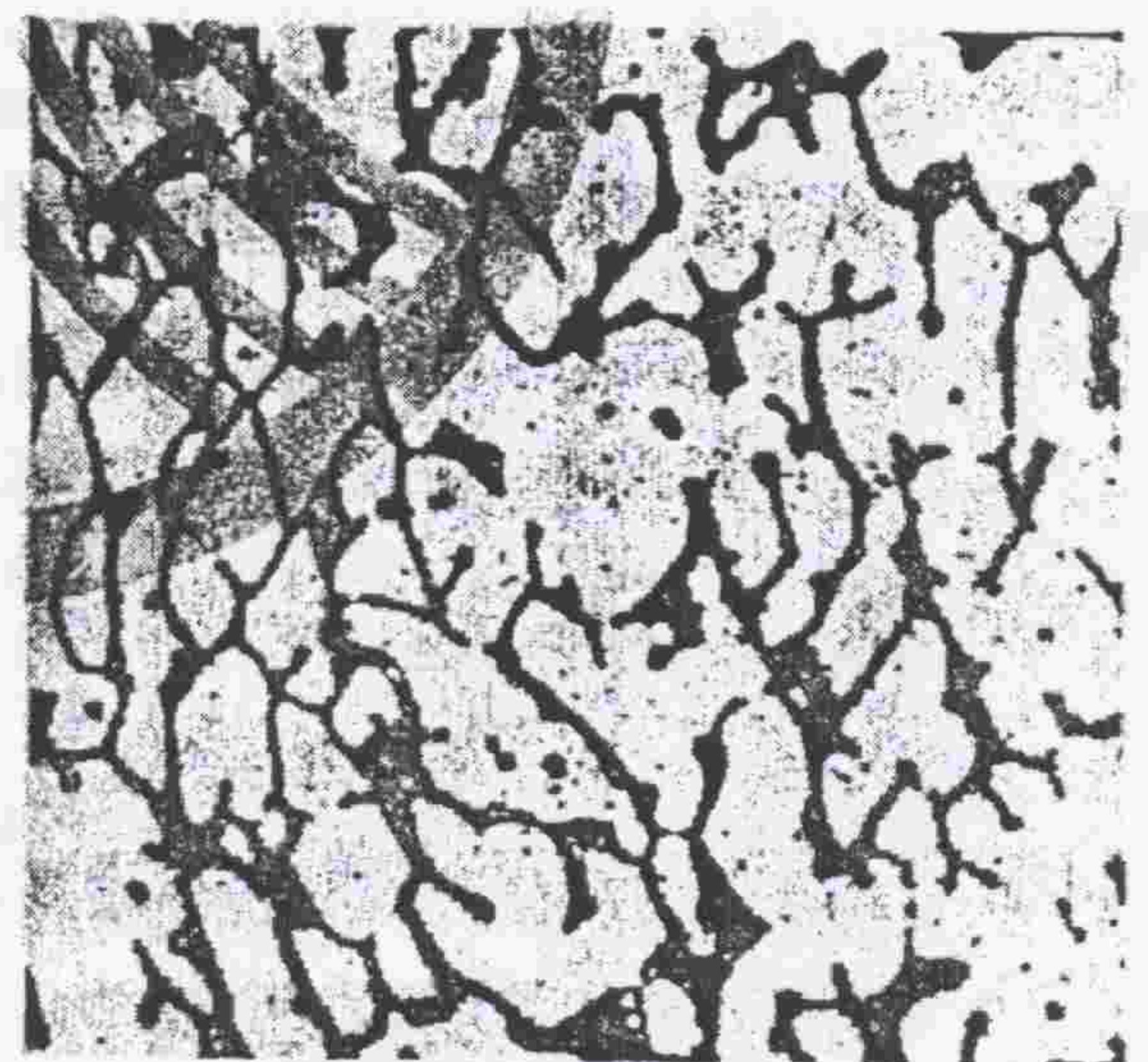
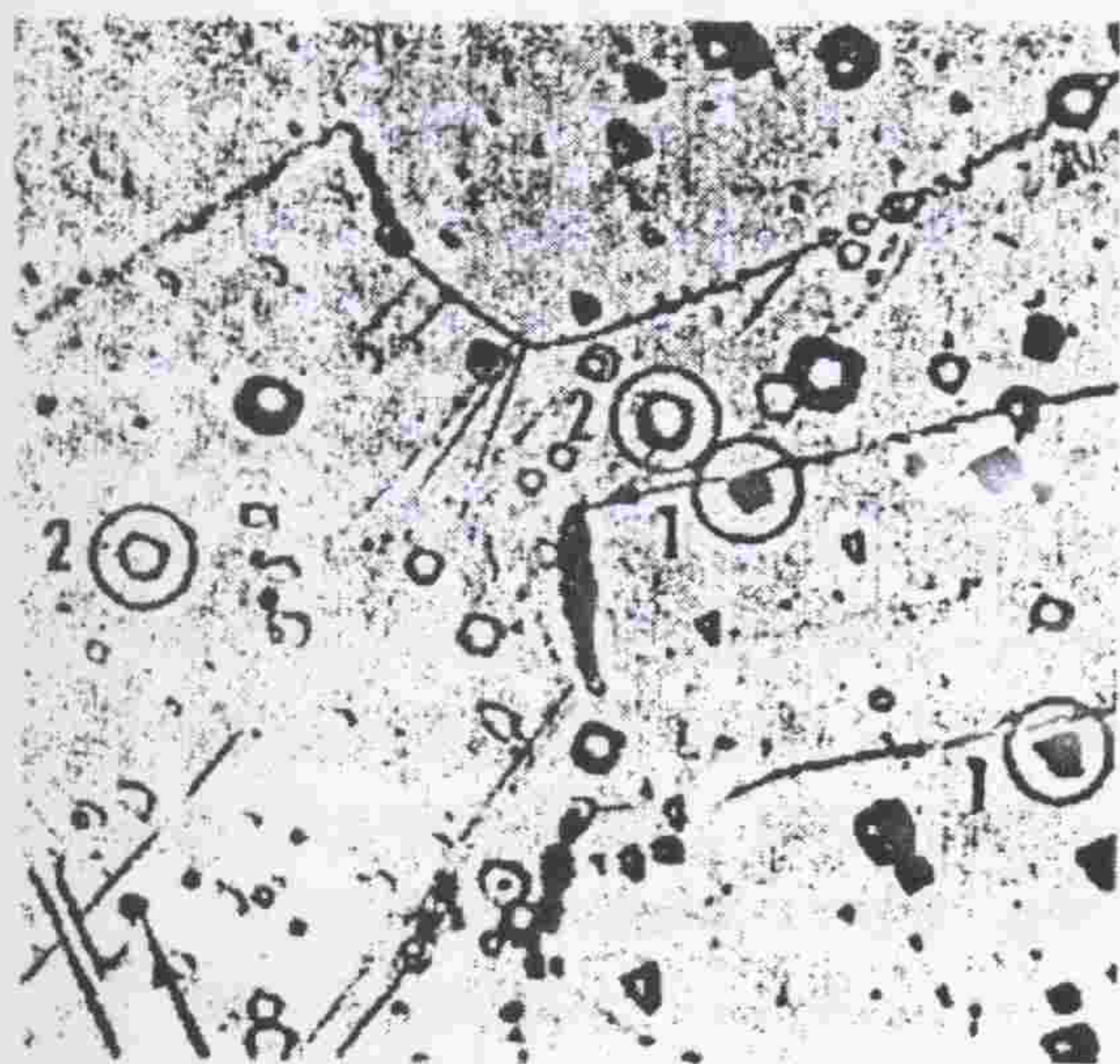


图5 枝状晶间沟槽(250×)(在铸铁和焊缝中观察到的,深的互连沟槽)

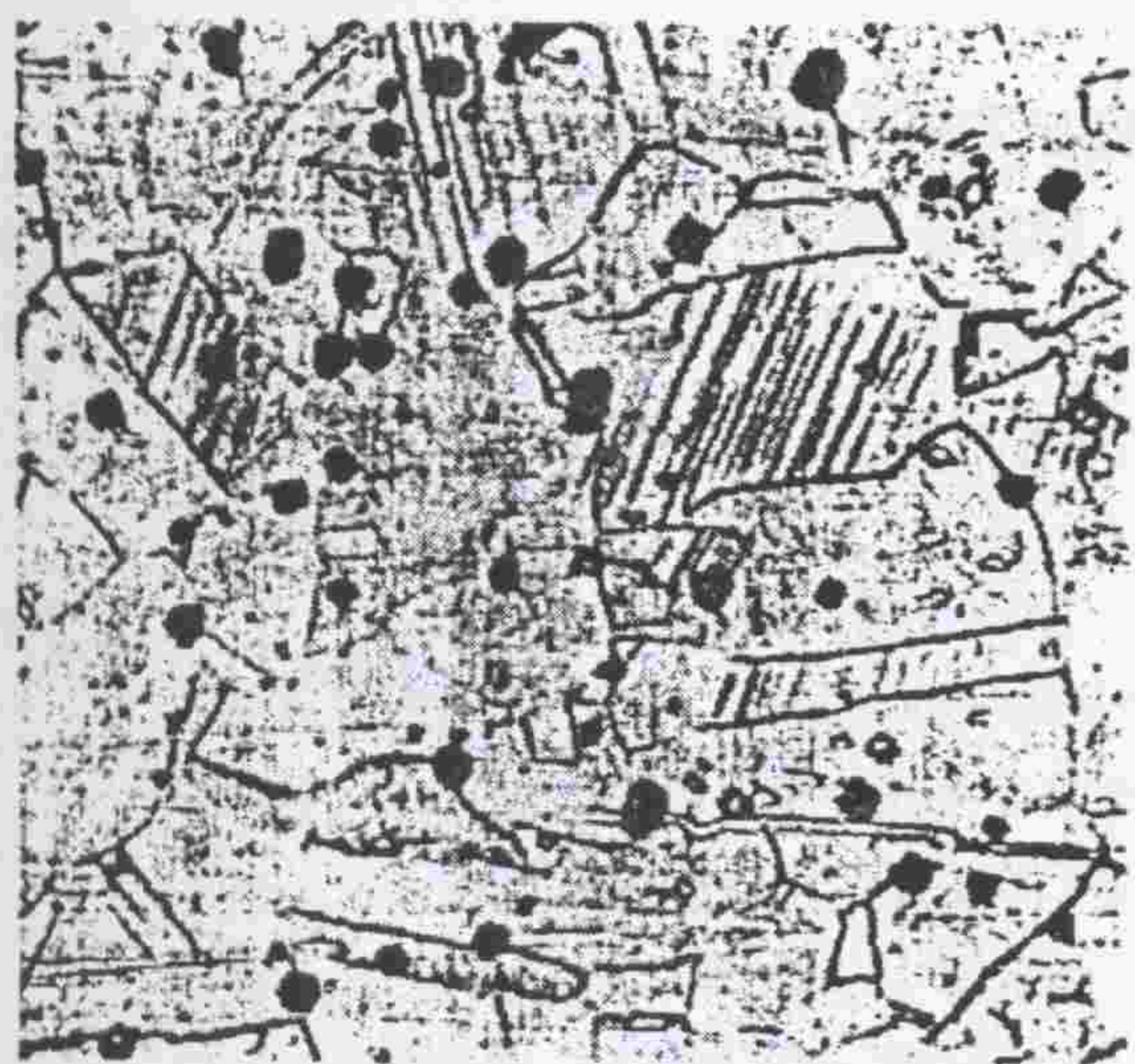
6.3.6 端粒剥蚀 I (图6) 在 500×下,含少量深端粒剥蚀的结构,带一些浅的浸蚀剥蚀(仅当采用硝酸试验时才有意义)。

6.3.7 端粒剥蚀 II (图7) 在 500×下,含大量深端粒剥蚀的结构(仅当采用硝酸试验时才有意义)。



为区别二种类型剥蚀,采用 500×放大倍数和在浸蚀表面的聚焦。现在出现的全黑剥蚀是端粒剥蚀。

图6 端粒剥蚀 I (500×) [少量纵深端粒剥蚀(见图中 1)和浅浸蚀剥蚀(2)]



500×下这种或更集中的端粒剥蚀(采用标准浸蚀条件)表示,当供硝酸试验筛选时必须测试的试样。

图7 端粒剥蚀 II (500×)

注2:全部纤维照相都在试样处于标准条件下浸蚀拍摄:10%乙二酸,室温,在 $1A/cm^2$ 电流密度下浸蚀 1.5 分钟。

6.4 仅含台阶的浸蚀结构、和在每一视场内都表

现为完全被沟槽环绕的端粒的浸蚀结构的评估,能相对较快地进行。在出现双重结构的情况,需做更广泛的试验以确定是否有任何晶粒被完全环绕。若发现一被环绕的晶粒,则应按沟槽结构评估该钢材。应检查接近表面的区域是否有表面碳化征兆。

6.4.1 在不锈钢铸件上(或在焊缝金属上),电解乙二酸浸蚀形成的晶粒间台阶,与在锻造材料上的台阶相比,倾向于较小的凸起,或者完全无凸起。但是,由陡峭的沟槽易于探测到对于晶粒间腐蚀的敏感度。

6.5 某些锻造试样,特别是由棒料制作的试样,可能包含随机剥蚀图样。若这类剥蚀陡峭,并很深以致出现暗斑(图7),则可能试样仅对硝酸中的端粒腐蚀敏感。因此,虽然晶粒边界都有台阶结构,具有与图7所示一样或更多端粒剥蚀的试样,不能保险地被假定为具有低的硝酸腐蚀率,并且不管是否规定,都应做硝酸试验。这样陡峭、深的剥蚀应不与图1和图6所示的浅剥蚀混淆。

7 浸蚀结构分级的应用

7.1 这类分级的应用取决于热酸腐蚀试验,其不锈钢试样由在乙二酸中的浸蚀试验加以筛选,并在各实验中加以描述。以下介绍这些试验各自的特点。

7.2 实验 B—硫化铁-硫酸试验 是一项在沸腾的 50%溶液中的 120 h(小时)试验,检测主要与碳化铬沉积相关的晶间腐蚀敏感度。该试验不检测在锻造铬-镍-钼不锈钢(316, 316L, 317, 317L)中与西格马相有关的敏感度,这类不锈钢仅在某些硝酸环境中才导致迅速的晶间腐蚀。该试验不检测对端粒腐蚀的敏感度,这类腐蚀也仅见于某些硝酸环境。硫酸铁-硫酸试验揭示镇定不锈钢, AISI 321 和 347 中,及铸造铬-镍-钼不锈钢(CF-8M, CF-3M, C6-8M 和 CG-3M)中与类-西格马相成分相关的敏感度。

7.3 实验 C—硝酸试验 是一项在 65% 沸腾硝酸中的 120 小时试验,检测与碳化铬沉积相关和与类-西格马相沉积相关的快速晶间腐蚀敏感度。后者可能在钼-轴承钢和镇定级奥氏体不锈钢中形成,并且在显微结构中可见或不可见。该试验还揭示全部不锈钢等级中对端粒腐蚀的敏感度。

7.4 实验 E—铜-硫化铜-16%硫酸试验 是一项在含 16% 硫酸和 6% 硫酸铜沸腾溶液中的 24 小时试验,试样埋于金属铜粒或粉中,检测与碳化铬沉积相关的晶间腐蚀敏感度。该试验不检测与西格马相或端粒腐蚀相关的晶间腐蚀敏感度,迄今,这两种腐蚀仅在某些硝酸环境中被发现。

7.5 实验 F—铜-硫化铜-50%硫酸试验 是一项在含 50% 硫酸、硫酸铜和金属铜的沸腾溶液中的 120 小时试验,检测与富铬-碳化物沉积相关的晶间腐蚀敏感度。该试验不检测与西格马相相关的晶间腐蚀敏感度。

实验 B 检测奥氏体不锈钢中对于 晶间腐蚀的敏感度的 硫酸铁-硫酸试验(3)

8 范围

8.1 本实验描述进行沸腾 120 小时硫化铁-50%硫酸试验的步骤(注 3),该试验检测不锈钢对于晶间腐蚀的敏感度。在该试验中有或无晶间腐蚀,并不是在其他腐蚀环境下材料性能的一种必要的度量方法。该试验不提供预测对于非晶间腐蚀形式耐受程度的根据,如一般腐蚀、剥蚀或应力腐蚀裂纹。

注 3:有关现有的评估特殊不锈钢等级的若干最合适试验方法,见实验 A。

8.1.1 硫化铁-硫酸试验检测非镇定奥氏体不锈钢中与碳化铬沉积相关的晶间腐蚀敏感度。该试验不检测含钼锻造奥氏体不锈钢(如 316,316L,317 和

317L)中与西格马相有关的晶间腐蚀敏感度。硫化铁-硫酸试验将检测铸造不锈钢 CF-3M 和 CF-8M 中与西格马相有关的晶间腐蚀敏感度。

注 4:为检测含钼锻造奥氏体不锈钢中与西格马相有关的晶间腐蚀敏感度,应采用硝酸试验,实验 C。

8.2 在 321 型(或许 347 型)镇定不锈钢和含钼铸造奥氏体不锈钢(如 CF-8M, CF-3M, CG-8M 和 CG-3M 型)中,硫化铁-硫酸试验检测可能在显微结构中看不见的与沉积碳化铬有关和与西格马相有关的敏感度。

8.3 硫化铁-硫酸试验可用于评估一致接收材料的热处理。该试验还可用于检查镇定钨或钼添加的效果,和防止对快速晶间腐蚀敏感的减少碳含量的效果。该试验可用于锻造产品(包括钢管)、铸件和焊接金属。

8.4 在 650~675°C(1200~1250°F)激活热处理后,测试超低碳和镇定级试样,这是最大碳沉积的温度范围。此项激活处理采用的加热持续时间决定在硫化铁-硫酸试验中这类等级的最大允许腐蚀速率。最常用的激活热处理是在 675°C(1250°F)下处理 1 小时。

9 快速筛选试验

9.1 在硫化铁-硫酸试验以前,可以按实验 A—奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的乙二酸浸蚀试验一中给定的步骤,对某些不锈钢等级的试样(见表 3)指定快速筛选试验。这里介绍浸蚀结构的制备、浸蚀和分级。表 3 中规定与硫酸铁-硫酸试验相关连的浸蚀结构评估的应用。

9.1.1 在乙二酸浸蚀试验中具有可接收浸蚀结构的腐蚀试样,在硫酸铁-硫酸试验中将根本无晶间腐蚀。可接收这类试样,无须在硫酸铁-硫酸试验中加以测试。全部具有不可接收浸蚀结构的试样,必须在硫酸铁-硫酸试验中加以测试。

表3 按乙二酸浸蚀试验及硫酸铁-硫酸试验的浸蚀结构分类的应用

注1: AISI 321 和 347 级不能筛选, 因为这等级可能包括一个西格马类型, 后者在浸蚀结构中是不可见的, 但可导致在硫酸铁-硫酸试验中的快速腐蚀。

级	可接收浸蚀结构	不可接收浸蚀结构 ^A
AISI 304	台阶, 双重, 端粒, I&II	沟槽
AISI 304L	台阶, 双重, 端粒, I&II	沟槽
AISI 316	台阶, 双重, 端粒, I&II	沟槽
AISI 316L	台阶, 双重, 端粒, I&II	沟槽
AISI 317	台阶, 双重, 端粒, I&II	沟槽
AISI 317L	台阶, 双重, 端粒, I&II	沟槽
AISI 321	无	...
ACI CF-3	台阶, 双重, 孤立的铁氧体坑	沟槽, 枝状晶间沟槽
ACI CF-8	台阶, 双重, 孤立的铁氧体坑	沟槽, 枝状晶间沟槽
ACI CF-3M	台阶, 双重, 孤立的铁氧体坑	沟槽, 枝状晶间沟槽
ACI CF-8M	台阶, 双重, 孤立的铁氧体坑	沟槽, 枝状晶间沟槽

A 必须在硫酸铁-硫酸试验中测试具有这类结构的试样。

10 仪器

10.1 这些仪器示于图8。

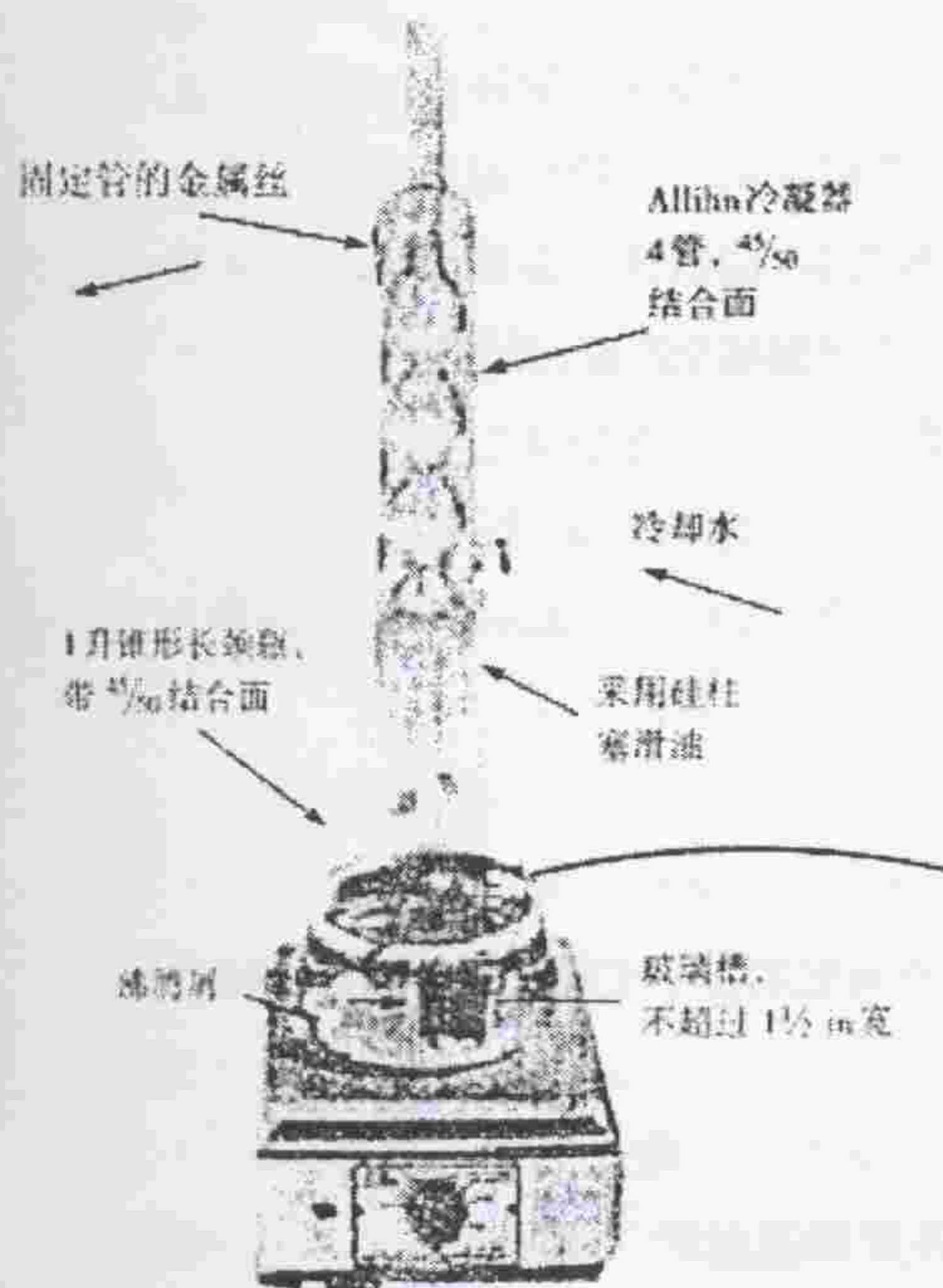


图8 硫酸铁-硫酸试验用仪器

10.1.1 一个 Allihn 或 Soxhlet 冷凝器, 至少有四根管子, 和一个 45/50 底玻璃杯接合面。总长: 约 330 mm (13 in), 冷凝段 241 mm (9 1/2 in)。

10.1.2 一个 1 升锥形长颈瓶, 具有 45/50 底玻璃杯接合面。底玻璃杯开口约 38 mm (1 1/2 in) 宽。

10.1.3 玻璃杯吹气机构可提供玻璃槽(注5)。为通过锥形长颈瓶上的底玻璃杯结合面, 槽宽度应不超过 38 mm (1 1/2 in), 前后距离则必须使槽适合 34 mm (1 1/8 in) 的直径开口。应有三或四个孔, 以便增加试样周围试验溶液的循环。

注5: 也可以采用其他等效的试样承载方法, 如玻璃杯箍圈或 U-形卡。

10.1.4 必须采用沸腾屑 (boiling chip) 以免暴沸。

10.1.5 建议底玻璃杯结合面采用硅油^⑤。

10.1.6 试验期间, 在锥形长颈瓶的上部有某些氧化铁沉积。在试验完成以后, 用长颈瓶中沸腾的 10% 盐酸, 能很容易地去除这些沉积物。

10.1.7 诸如电加热板之类的装置提供溶液持续沸腾所需的热量。

10.1.8 分析天平, 能称量最小重量 0.001 g。

⑤ 已证实, Dow Corning 硅油可令人满意地用于此项目的。

注 6:无可替代的天平可资利用。不得使用带标准锥形长颈瓶的冷-指(cold-finger)型冷凝器。

11 硫酸铁-硫酸试验溶液

11.1 按以下步骤制备 600 mL 50% (49.4% ~ 50.9%) 溶液:

11.1.1 警告—处置酸类物质要保护眼睛,并佩戴橡胶手套。将试验长颈瓶置于一笼网中。

11.1.2 首先,在一个 500 mL 量杯中称量 400.0 mL 蒸馏水,并倒入锥形长颈瓶。

11.1.3 然后在 250 mL 量杯中称量 236.0 mL 试剂级浓缩硫酸,硫酸的重量比必须在 95.0~98.0% 范围内。将硫酸缓慢地添加到锥形长颈瓶的水中,避免由于释放的热量导致沸腾。

注 7:散失蒸气,导致酸的浓缩。

11.1.4 称量 25 g 试剂级硫酸铁[约含 75% $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$],并添加至硫酸溶液。可利用一脱扣天平(trip balance)。

11.1.5 将沸腾屑投入长颈瓶。

11.1.6 用硅油脂润滑底玻璃杯结合面。

11.1.7 用冷凝器盖住长颈瓶,并循环冷却水。

11.1.8 使溶液沸腾,直到全部硫酸铁溶解(见注 7)。

11.1.9 警告—已有报告称,猛烈的沸腾会导致溢出。重要的是确保酸浓度不致变得更浓和有适量的沸腾屑(沸腾屑耐试验溶液腐蚀)^①。

12 试样的制备

12.1 建议采用总表面面积为 5~20 cm^2 的试样。应这样切割含焊缝的试样:使焊缝两侧基体金属的宽度不超过 13 mm ($\frac{1}{2}$ in)。

12.2 试验的目的在于测试代表尽可能接近如运行所用材料表面的试样。只应按需要实行这类表面修整,去除外来物,获得规定的标准、均匀表层。对于很大的断面,应加工试样,使其代表合适的表面,

并保持合适的试样尺寸以便于试验。通常,去除必需以外的材料会多少影响试验结果。但是,在表面碳化的具体情况下(例如,当采用含碳材料润滑剂或粘合剂时,在管道或铸件中有时会遇到的),可能必须采取大规模研磨或机加工,以便完全去除碳化表面。不允许试样的这类处理,除非在所做的试验中证实这类表面效应。

12.3 当用剪切切割试样时,试验前应采用机加工或研磨方法重新修整剪切边。

12.4 任何重新修整的试样表面,包括剪切边,都应用 No.80 或 120 号粒度砂纸打磨。若用干砂纸,应缓慢抛光,以免过热。不得采用喷砂工艺。

12.5 必须彻底去除热处理期间形成的氧化锈皮的所有痕迹。所有以研磨方式不能去除的锈皮(如在压印数字沟槽内),必须用将试样浸没于约 93°C (200°F) 的浓硝酸中的方法加以去除(剩余氧化锈皮引起电解作用,和在试验溶液中的后续反应)。

12.6 应测量试样,包括任何孔的内表面和计算的总暴露面积。

12.7 然后,应该用非氯化物煤剂,如肥皂水和丙酮,脱去试样油脂,并干燥之,最后称量其重量,精确到 0.001 g。

13 步骤

13.1 将试样置于玻璃槽并浸没于沸腾溶液。

13.2 用腊笔在长颈瓶上标记液位以便检查会导致酸液浓缩的蒸发损耗。若有明显的液位变化,则必须用新溶液和重新打磨的试样重做试验。

13.3 继续浸没试样,总计 120 小时,然后取出试样,并在水和丙酮中漂洗,再干燥之。

13.4 称重试样,并从试样原重减去该称重。

13.5 通常,不必在试验进行中间称重。试验可在 120 小时内连续进行,不必中断。但是,若需要初步结果时,可随时取出试样加以称量。

① 已发现中性(三)氧(化二)铝粉—Hangar 公司(Philadelphia, PA)的 Hangar 微粒,能令人满意地用于此项目的。

13.6 在 120 小时试验期间,溶液中应无变化。

13.7 若由溶液颜色变化表明腐蚀率异乎寻常地高,则可能必须添加附加的硫酸铁抑制剂。若全部试样的总重量损耗超过 2 g,则必须添加更多硫化铁。(试验期间,以每溶解 1 g 不锈钢需 10 g 硫酸铜的速率消耗硫酸铜。)

13.8 可同时试验若干试样。试样数量(3 或 4)仅受能安放在长颈瓶中的玻璃槽数目限制。

14 计算和记录

14.1 测定试样的重量损耗,以便测量酸溶液对材料的作用。应以每月渗透毫米数记录腐蚀率(注 8),计算如下:

$$\text{每月毫米数} = (7290 \times W) / (A \times t \times d) \quad (1)$$

式中:

t = 暴露时间, h;

A = 面积, cm^2 ;

W = 重量损耗, g;

d = 比重, g/cm^3 ;

对于镍-铬钢, $d = 7.9 \text{ g/cm}^3$;

对于镍-铬-钼钢, $d = 8.00 \text{ g/cm}^3$ 。

注 8:一般采用的其他腐蚀率单位的变换系数为:

每月毫米数 $\times 0.04$ = 每月英寸数;

每月毫米数 $\times 0.4$ = 每年英寸数;

每月毫米数 $\times 12$ = 每年毫米数;

每月毫米数 $\times 472$ = 每年密尔数;

每月毫米数 $\times 1000 \times \text{密度} / 3$ = 每天每平方米毫克数;

每月毫米数 $\times 1.39 \times \text{密度}$ = 每小时每平方米毫克数。

实验 C 检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度的硝酸试验

15 范围

15.1 本规范介绍用于测试奥氏体不锈钢对于晶间腐蚀相对灵敏度的沸腾硝酸试验(4)的步骤。在该试验中有无晶间腐蚀不是衡量在其他腐蚀环境中材料性能的必要尺度;具体地说,它不提供预测对于非晶间的其他腐蚀形式(如一般腐蚀、剥蚀或应力腐蚀裂纹)耐受程度的根据。

15.2 沸腾硝酸试验可用于评估符合“可接收”材料的热处理。该试验有时还用于检查的镇定元素的效果,和在防止对于快速晶间腐蚀过于敏感方面降低含碳量的效果。

注 9:在硝酸中的晶间腐蚀与以下一或多项因素有关:

(1)碳化物的晶间沉积;(2)钼-轴承钢等级中的西格马相或过渡相;和(3)镇定等级中的西格马相成分。沸腾硝酸试验不得用于超低碳钼-轴承钢等级,除非待测试材料用于硝酸运行环境。有关评估特殊等级不锈钢的某些最合适的现有试验方法的信息,见实验 A、乙二酸浸蚀试验。

15.3 在最大碳沉积范围的 $650 \sim 675^\circ\text{C}$ (1200 至 1250°F) 下激活热处理以后,测试超低碳和镇定级材料试样。这种激活热处理的持续时间,取决于在硝酸试验中的最大允许腐蚀率。最常用的激活热处理是在 675°C (1250°F) 下持续 1 小时。

15.4 本规范可用于各种不锈钢等级的锻件(含钢管)、铸件和焊缝金属(注 9)。

16 快速筛选试验

16.1 进行硝酸试验以前,可按在实验 A—奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的乙二酸浸蚀试验一中给出的步骤,对表 1 中给出的某些等级的不锈钢试样做快速筛选试验。表 4 规定浸蚀结构评估与硝酸试验相结合的应用。

16.1.1 在硝酸试验中将肯定不会有晶间腐蚀;这类试样不经硝酸试验就可接收。全部在乙二酸浸

译注:• 英文版如此,似应为 0.04。

•• 英文版如此,似应为 0.047。

蚀试验中具有不可接收浸蚀结构的腐蚀试样,必须在硝酸试验中加以试验。

表 4 按乙二酸浸蚀试验与硝酸试验的浸蚀结构分级应用

注 1:不能筛选 AISI 316、316L、317、317L、347 和 321,因为这些钢包含在浸蚀结构中不可见的西格马相。这会导致在硝酸试验中的快速晶间腐蚀。

级	可接收浸蚀结构	不可接收浸蚀结构 ^A
AISI 304	台阶,双重,端粒 I	沟槽,端粒 II
AISI 304L	台阶,双重,端粒 I	沟槽,端粒 II
ACI CF-8	台阶,孤立的铁氧体坑	沟槽,枝状晶间沟槽
ACI CF-3	台阶,孤立的铁氧体坑	沟槽,枝状晶间沟槽

A 必须在硝酸试验中测试有这类结构的试样。

17 仪器

17.1 容器 推荐 1 L 锥形长颈瓶,配备一冷一指型冷凝器,如图 9 所示。

注 10:过去已采用,并按供应商与买主间的协议可以采用二种其他类型容器。一种容器由带底玻璃结合面的 1 L 锥形长颈瓶构成,并配备 762 mm (30 in) 的回流冷凝器;业经证明,由于较多的蒸发损耗,由回流式冷凝器获取的结果稍微高于由冷一指型冷凝器获取的结果。第二种容器被称为多样品试验仪器(5),由于用重新蒸馏的酸类置换每小时与试样接触多次的酸类,允许同时试验多个试样。由于在试验溶液中较少的腐蚀产物积累,由多样品试验仪器获取的腐蚀速率总是比用普通仪器获取的小;在适当回火或镇定材料上,差别是小的,这类材料在两类试验中表现为低腐蚀率,但

对于激活的试样,差别却非常大。对于研究目的,或直接比较结果的场合,重要的是所有试验采用同一类型仪器。

17.2 试样承载 玻璃杯箍、U-型卡或料槽,在试验进行期间始终完全浸没于长颈瓶中,因此应使在同一容器中的被测试试样不彼此接触。

17.3 加热器 加热试验溶液并在整个试验期间使溶液保持沸腾的装置。电加热板适宜于此项功能。

17.4 天平 分析天平,能称量最小 0.001 g 的重量。

18 硝酸试验溶液

18.1 试验溶液应为 $65 \pm 2\%$ (重量) 硝酸。可向蒸馏水中加浓硝酸(试剂级 HNO_3 , 比重 1.42)(注 11) 以便制备试验溶液,比例为每升浓硝酸 108 毫升蒸馏水。

注 11:所有硝酸应符合美国化学协会分析试剂的推荐规范(6):

非挥发性物质,最大,%	0.0005
硫酸盐(SO_4),最大,%	0.0002
砷,最大,%	0.000003
氯,最大,%约	0.00007
重金属,最大,%约铅	0.0005
铁	0.0001

另外,氟含量应不超过 0.0001%,磷酸盐(PO_4)应不超过 0.00002%。

19 试验试件的制备

19.1 必须从精确称重和所用试验溶液容积的现有便利条件方面考虑试样的尺寸和形状。通常,试件的合适最大重量约为 100 g。应切割含焊缝的试样,使在焊缝二侧基本金属的宽度不大于 13 mm ($\frac{1}{2}$ in)。另外,在棒材、线材和管材情况,暴露横截面代表的总面积比例可能影响结果。在这类产品中的横截面,可能在硝酸中经受端粒腐蚀。因此,试样中应保持低的端粒比例,除非这类表面确实在含硝酸的运行中暴露。为研究调查目的试验这类产品试

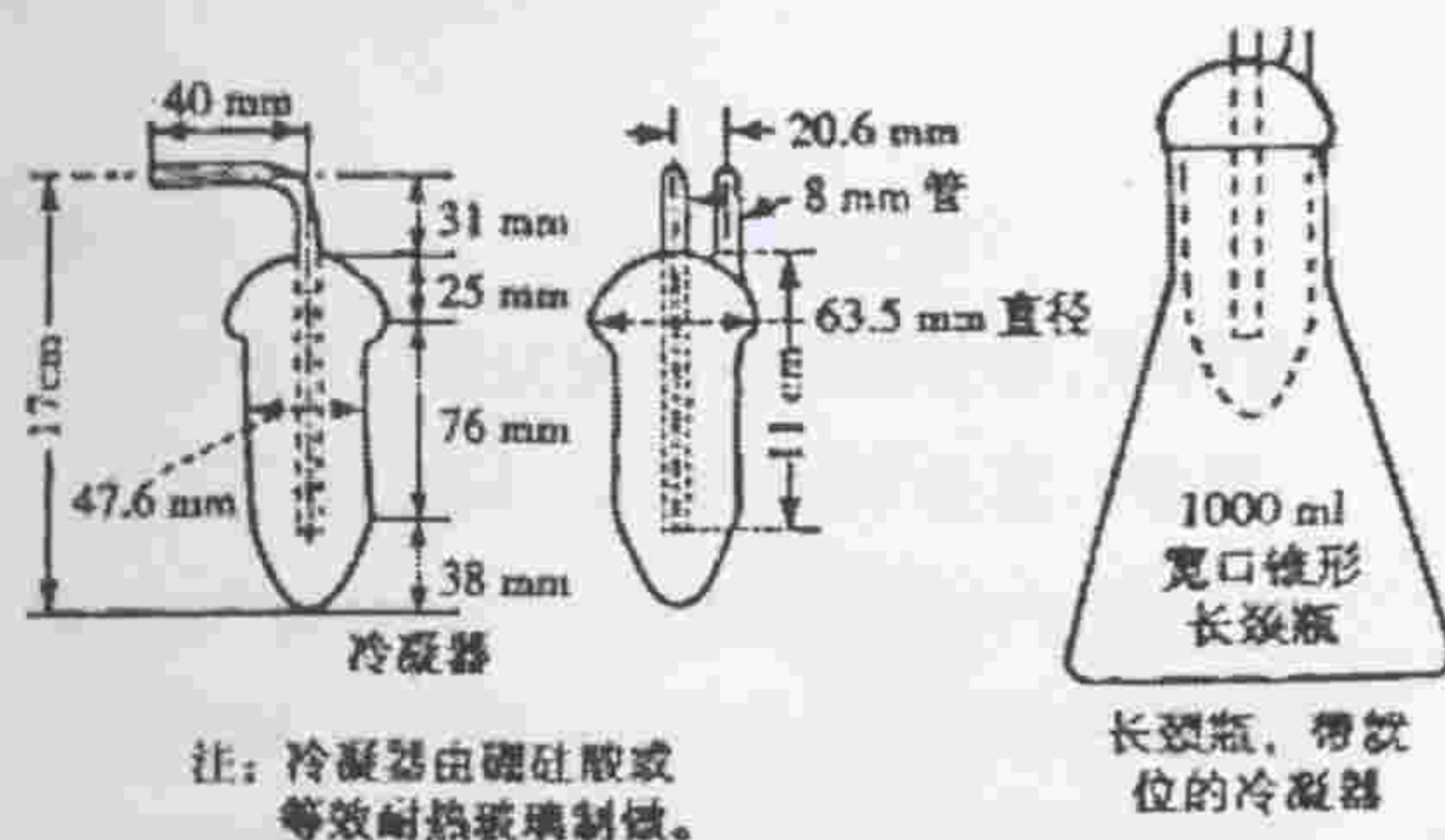


图 9 硝酸试验的长颈瓶和冷凝器

样时,每次试验的暴露横截面与总面积之比应保持恒定。对于验收试验,从棒材、线材或管材上切下的试样应成比例,应使暴露横截面的面积不超过试样总暴露面积的一半。

19.2 可以规定试验或使用包含焊缝的试样以前的特殊热处理。

19.3 试验的目的在于测试代表尽可能接近如运行中所用材料表面的试样。只应按需要实行这类表面修整,视需要去除外来物,获得如规定的标准、均匀的表层。对于很大的断面,应加工试样,使其代表合适的表面,并保持合适的试样尺寸以便于试验。通常,去除必需以外的材料会多少影响试验结果。但是,在表面碳化的具体情况下(例如,当采用含碳材料润滑剂或粘合剂时,在管道或铸件中有时会遇到的),可能必须采取大规模研磨或机加工,以便完全去除碳化表面。不允许试样的这类处理,除非在所做的试验中证实这类表面效应。

19.4 当用剪切切割试样时,试验前应采用机加工或研磨方法重新修整剪切边。

19.5 任何重新修整的试样表面,包括剪切边,都应该用 No.80 或 120 号粒度砂纸打磨。若用干砂纸,应缓慢抛光,以免过热。不应采用喷砂工艺。

19.6 应测量试样,包括任何孔的内表面和计算的总暴露面积。

19.7 然后,应该用非氯化物媒剂,如肥皂水和丙酮(注 12),脱去试样油脂,并干燥之,最后称量其重量,精确到 0.001 g(见 17.4)。

20 步骤

20.1 用足够量的硝酸试验溶液覆盖试样,并提供至少 20 mL/cm^2 (125 mL/in^2) 的试样表面。通常,采用约 600 cm^3 的容积。

20.2 经验表明,最好每一试样采用一单独容器。

注 13:对于常规评估,试验时在同一容器中试验多达三个试样是可以接受的,只要这些试样是同一等级的,并都显示令人满意的耐腐蚀性。若在同一容器中试验一个以上试

样未能通过试验时,则需在单独容器中重试所有试样,因为一试样的过度腐蚀可能导致与其一起试验的其他试样的加速腐蚀。常常可从试验溶液颜色变化方面发现过度腐蚀,可为这类试样提供单独容器,不必等到试验时间终了。应记录哪些试样是在一起试验的。

注 14:若使用多样品试验仪器(见注 10),可在所提供的大容器中试验多个试样。

20.3 在试样已置入容器的酸中以后,使冷却水通过冷凝器,并在加热板上使酸沸腾,然后在整个试验期间保持沸腾(注 15)。每次试验完毕,用水淋洗试样,并在流水下用橡胶或尼龙刷刷洗试样,去除所有附着的腐蚀产物,然后干燥并称重。若需要,在擦拭试件后将其投入丙酮,可便于干燥。

注 15:在试验前或试验期间,应小心操作以免污染试验溶液,特别不要受氯化物污染。经验表明,那怕存在少量盐酸,都会增大硝酸试验中的腐蚀率。例如,不允许在同一盖板下与硝酸试验一起进行氢氟酸氮试验。

20.4 为获得最符合的结果,试验应包含五个每次 48 h 的沸腾周期(注 16),每一周期采用新的试验溶液。

注 16:为技术规范目的,在这类试验的应用方面有经验的人,经协商,可以缩短标准试验至三个 48 小时沸腾周期。但是,若在这种较短试验周期情况下,第三周期内的腐蚀率超过在第一或第二周期的,达某一预先约定的程度,则试验应继续进行,直到总共达五个周期为止。作为一种替代方案,当试验被用于批准钢材发货时,经买方与制造商协商,可同意某种规程,在三个 48 小时沸腾周期内有令人满意的性能时,就将材料交付发货,而最后验收则取决于在更长的五个 48 小时沸腾周期试验中令人满意的性能。另外,经相互协商,对于常规评估,可以接受一个 48 小时周期和二 96 小时周期(不需按此顺序)相结合的方案,替代五个 48 小时的试验周期。

21 计算和记录

21.1 计算一应测定在每一试验周期后和总共试验周期内试样的重量损耗,从而测量酸对材料的影响。应以 17.4 节中提及的精度进行这类重量损耗的测定。通常按每月毫米数(注 17)记录腐蚀率,按

以下腐蚀率公式计算:

$$\text{每月毫米数} = (7290 \times W) / (A \times d \times t) \quad (2)$$

式中:

t = 暴露时间, h;

A = 总表面积, cm^2 ;

W = 重量损耗, g;

D = 试样密度, g/cm^3 。

注 17: 对于一般采用的其他腐蚀率单位的变换系数为:

每月毫米数 $\times 0.04$ = 每月英寸数;

每月毫米数 $\times 0.47$ = 每年英寸数;

每月毫米数 $\times 12$ = 每年毫米数;

每月毫米数 $\times 472$ = 每年密尔数;

每月毫米数 $\times 1000 \times \text{密度} / 3$ = 每天每平方米毫克数;

每月毫米数 $\times 1.39 \times \text{密度}$ = 每小时每平方米克数。

21.2 计录—应按每周期和三或五个试验周期的平均值记录试验结果。

实验 E 检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度的铜-硫酸铜-16%硫酸试验(7,8)

22 范围

22.1 本规范介绍进行铜-硫化铜-16%硫酸试验的步骤,该试验用来检测奥氏体不锈钢对于晶间腐蚀的敏感度。在该试验中有或无晶间腐蚀并不是衡量在其他腐蚀介质中材料性能的必要尺度。该试验并不提供预测耐受其他腐蚀形式的根据,如一般腐蚀、剥蚀或应力腐蚀裂纹。

22.2 铜-硫化铜-16%硫酸试验表示对于与富铬碳化物沉积有关的晶间腐蚀敏感度。该试验不检测与西格马相有关的敏感度。该试验可用于评估符合“可接收”材料的热处理。该试验还用于评估镇定元素添加剂(Cb, Ti, 等)和有助于耐晶间腐蚀的降低含碳量的效果。

22.3 该试验可评估所有奥氏体不锈钢锻件和焊接金属。

23 快速筛选试验

23.1 在铜-硫化铜-16%硫酸试验以前,可以按实验 A(3 至 7 章)给出的步骤,对于某些不锈钢等级试件(见表 5)指定快速筛选试验。这里介绍浸蚀结构的制备、浸蚀和分级。表 5 中规定由铜-硫化铜-16%硫酸试验评估浸蚀结构的应用。

23.1.1 在乙二酸浸蚀试验中具有可接收浸蚀结构的腐蚀试验试件,在铜-硫化铜-16%硫酸试验中肯定无晶间腐蚀。可接收这类试样,无须做铜-硫化铜-16%硫酸试验。具有不可接收浸蚀结构的全部试件,都必须在铜-硫化铜-16%硫酸试验中加以测试。

表 E5 按乙二酸浸蚀试验及铜-硫酸铜-16%硫酸试验的浸蚀结构分类的应用

级	可接收浸蚀结构	不可接收浸蚀结构 ^A
ANSI 201	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 202	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 301	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 304	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 304L	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 304H	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 316	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 316L	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 316H	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 317	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 317L	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 321	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀
ANSI 347	台阶,双重,端粒 I 和 II	浸蚀

^A 必须在铜-硫化铜-16%硫酸试验中试验具有这些结构的试样。

24 规范综述

24.1 奥氏体钢的适当样品,埋于铜粒或铜粉中,暴露于沸腾的酸化硫酸铜溶液中 15 小时。在沸腾溶液中暴露以后,弯曲试样。晶间断裂或龟裂是敏感的征兆。

24.2 替代试验步骤

24.2.1 若买主未在订单中禁止,应允许供应商按 ISO 3651-2/方法 A 做一试验,以满足实验 E 的要求,只是试验周期应为最少 15 小时。需激活处理时,应采用激活热处理 T1 [$700^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ($1292^{\circ}\text{F} \pm 18^{\circ}\text{F}$), 30 分钟,水淬火],除非供应商和买主应就在焊接条件下制备焊接试件达成一致。

24.2.2 采用该替代试验步骤时,应在试验记录上标明。

25 仪器

25.1 需要一个 1 L 锥形长颈瓶,带一个底 45/50 玻璃接合面,(至少)四个球壳的 Allihn 冷凝器,带 45/50 底玻璃结合面(如 10.1.1、10.1.2 和图 8 所示)。建议底玻璃结合面处涂抹硅油。

25.2 试件承载—推荐能在长颈瓶中承载试件和铜丸或铜粉的开口玻璃槽。

注 18:可能需要将大试样(如取自大棒料的试样)埋在铜粒或铜粉中。也可采用铜槽。

25.3 热源—可用任何玻璃杯或电加热板加热试验溶液,并在整个试验期间保持沸腾。

26 酸性硫酸铜试验溶液

26.1 在 700 mL 蒸馏水中溶解 100 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),添加 100 mL 硫酸(H_2SO_4 , 化学纯,比重 1.84),并用蒸馏水稀释到 1000 mL。

注 19:该溶液将约含 6% 重量比的无水 CuSO_4 和 16% 重量比的 H_2SO_4 。

27 铜填加

27.1 可采用电解级铜粒或铜粉。由于试验前后

易于处理,优先选用铜粒。

27.2 用足够量的铜粒或铜粉覆盖试样的全部表面,试样在通气的玻璃槽中,或埋在试验长颈瓶底的一层铜粒或铜粉中。

27.3 若存在多余的金属铜,则所用的铜量并不重要。铜与试样之间的有效电解耦合可能具有重要性(9)。

27.4 若在每次试验后在温的自来水中清洗铜粒或铜粉,则可重复使用之。

28 试样制备

28.1 通常在购买主与销售商之间的协议中规定试验试件的尺寸和把持试件的区域(线材端部或中间,中间表面和中心,等)。试验仪器决定试样的最终尺寸和形状。试样外形应易于进入试验容器颈口,或从其中取出。

28.1.1 表 6 可用于指导确定可接收试样尺寸。可能有由试验仪器加于试样的限制。

28.1.2 由剪切加工获取的试样,在试验前应该用机加工或打磨方法去除剪切边。打磨时应小心,以免过热或“燃烧”。最好是“方”边。

28.2 应以机械方法去除所有锈皮,除非评估某种特殊表层。在这种情况下,允许用化学方法去除锈皮。应该用 120 号粒度无铁氧化铝磨料以机械方法去除锈皮。

28.2.1 试验前,应采用丙酮、酒精等清洗溶液或蒸气去脂剂去除所有试样的油脂。

28.3 全部“可接收”(轧制-退火)条件下的奥氏体材料应能通过该试验。

28.3.1 在 $650 \sim 675^{\circ}\text{C}$ ($1200 \sim 1250^{\circ}\text{F}$) 下激活热处理后试验超低碳和镇定级试样,这是最大碳沉积温度范围。最常用的激活热处理是 675°C (1250°F) 下 1 小时。应小心操作以免试样碳化或氮化。热处理最好在空气或中性盐中进行。

注 20:实行 675°C 激活热处理,检查在耐受碳沉积以及晶间腐蚀方面,镇定材料和 0.03% 最大碳材料的效果。

表6 试样尺寸

材料类型	试样尺寸
轧制线材或棒材: 直径 6 mm 以下, 含 直径 6 mm 以上	75 mm (3 in) 长的全直径 6 mm ($\frac{1}{4}$ in) 厚 $\times$ 25 mm (1 in) (最大) 宽 $\times$ 75 至 125 mm (3 至 5 in) 长 ^A
轧制薄板、带、板或 平轧材: 厚 5 ($\frac{3}{16}$ in) mm 以下, 含 厚 5 ($\frac{3}{16}$ in) mm 以上	9~25 mm ($\frac{3}{8}$ 至 1 in) 宽 $\times$ 75 mm (3 in) (最小) 长的全厚度 5~13 mm ($\frac{3}{16}$ 至 1 in) 厚 $\times$ 9~25 mm ($\frac{3}{8}$ 至 1 in) 宽 $\times$ 75 mm (3 in) (最小) 长 ^B
管材: 直径 38 mm ($1\frac{1}{2}$ in) 以下, 含 直径 38 mm ($1\frac{1}{2}$ in) 以上	整环, 25 mm (1 in) 宽 ^C 由 25 mm (1 in) 宽的环上切下的 75 mm (3 in) 长的圆周区段 ^D

^A 弯曲这类试样时, 弯曲表面应在弯曲处外面。

^B 试验中, 一表面应是材料的原表面, 并应在弯曲的外面。可以在供货厚度下试验冷轧带材或薄板。

^C 将环形区段置于试验溶液以前, 不得压扁或做任何机械加工。

^D 取自直径 38 mm ($1\frac{1}{2}$ in) 以上焊接管的试样, 应连同弯曲轴线上的焊缝一起截取。

29 试验条件

29.1 所用酸性硫酸铜试验溶液的容量应足以完全浸没试样, 并提供至少 8 mL/cm^2 (50 mL/in^2) 的试样表面积。

29.1.1 可在同一容器内试验多达三个试样。最好在一个长颈瓶中的所有试样都是同一等级的, 但这也不是绝对必需的。维持溶液容积与采样面积比率。

29.1.2 试样应浸没于试验溶液中间, 然后使溶液沸腾, 并在整个试验期间保持沸腾。溶液达沸点时, 开始试验周期计时。

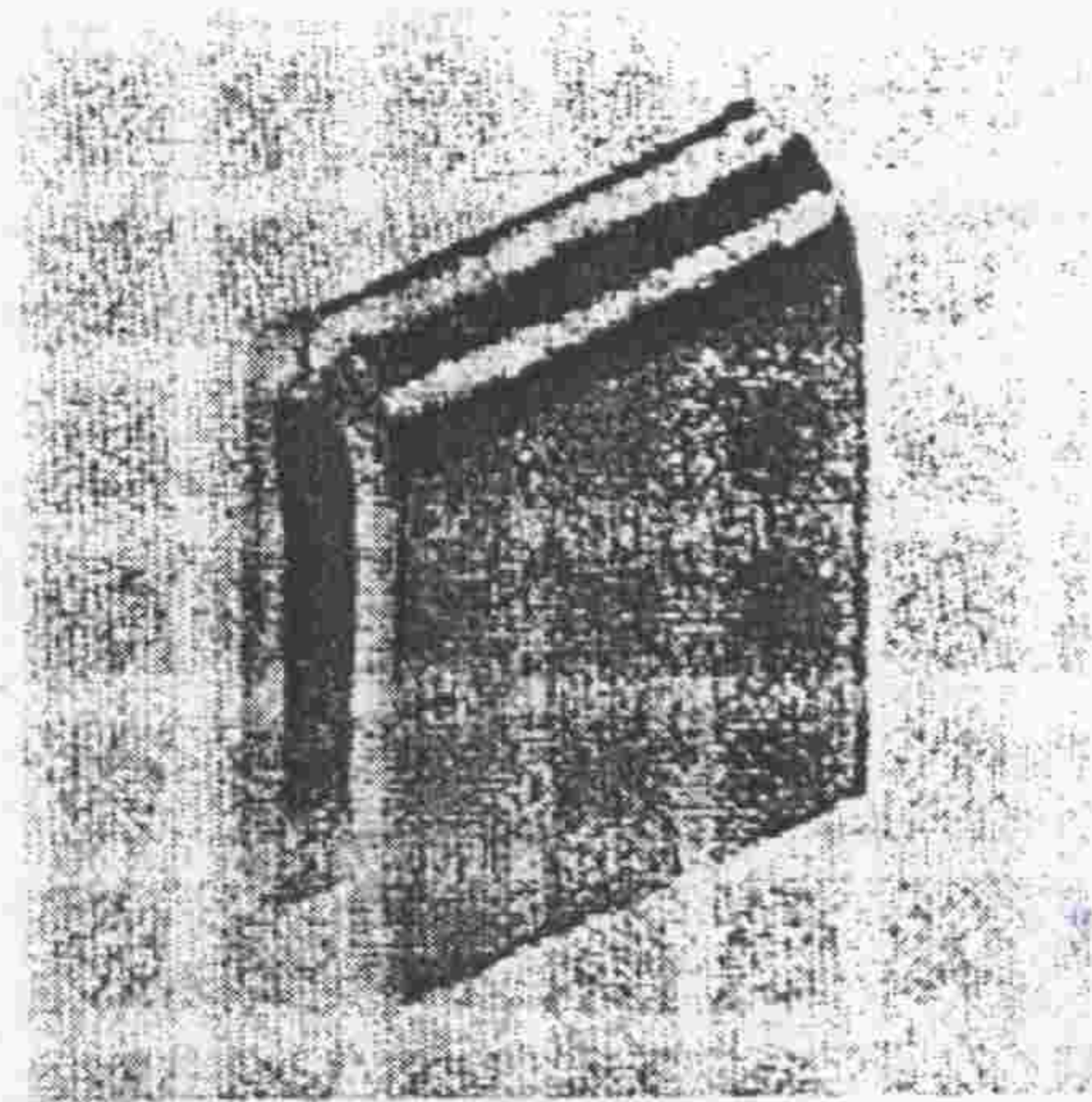
注 21: 当用玻璃槽承载试件时, 应采取措施使溶液翻腾最小。在长颈瓶底的少量铜粒 (8 至 10 粒) 有利于此项作用。

29.1.3 试验时间应至少 15 小时, 除非买主与生产商之间协议更长的时间。若非 15 小时, 则应在试验报告中规定试验时间。若试验进行 48 小时或甚至 72 小时, 则不需新的试验溶液 (若在试样上残留附着铜, 则在室温下短暂浸没于浓硝酸中可去除之)。

注 22: 文献中的结果表明, 若该试验进行更长时间, 则更为敏感 (10), (11)。

30 弯曲试验

30.1 试样应弯曲, 回转直径等于试件厚度 (见图 10)。不得以更小的回转半径弯曲试样, 或弯曲较产品规范中规定的更大的角度。低韧性材料时, 如严格冷加工材料, 180° 的弯曲可能是不切实际的。弯曲一个与试样相同形状的非试样以便确定这类材料的不致断裂的最大弯曲角度。



10 弯曲的铜-硫酸铜-硫酸试验试件

30.1.1 由薄板材料获取双份试样, 使得轧制样品的二侧都能弯曲 180° 。这能确保检测由于轧制最后阶段期间薄板材料每侧表面碳化引起的晶间腐蚀。

注 23: 以某种方式标识双份试样, 以确保被测试薄板材料的二侧表面都能成为 180° 弯曲的拉伸侧。

30.1.2 由圆断面或铸造材料加工的试样, 应在弯曲的外侧具有弯曲或原始表面。

30.1.3 通常夹持在一台钳上弯曲试样,开始用锤子弯曲。通常使试件二端都夹持在台钳中以完成弯曲。可能需要在适当设计的夹具中弯曲大试样。弯曲试样可能还需要气动或液动压力。

30.1.4 应按“试验方法和定义 A370”中介绍的压扁试验压扁。

30.1.5 买主与生产商协商一致时,以下条款应适用于厚度为 4.76 mm(0.1875 in)或更厚的奥氏体不锈钢板:

30.1.5.1 应按表 7 制备试样。

表 7 按乙二酸浸蚀试验和铜-硫化铜-50%硫酸试验的浸蚀结构分级的应用

级	可接收浸蚀结构	不可接收浸蚀结构
CF-3M	台阶,双重,孤立的铁氧体	沟槽,枝状晶间沟槽
CF-8M	台阶,双重,孤立的铁氧体	沟槽,枝状晶间沟槽

30.1.5.2 弯曲半径应为二倍的试样厚度,弯曲轴应垂直于轧制方向。

30.1.5.3 34.76 mm(0.1875 in)或更厚材料上的

焊缝应具有以上弯曲半径,并且焊缝-基体金属接缝应大致处于弯曲中心线。

30.1.5.4 可进行表面、根或侧弯曲试验,弯曲试验类型则应由买方与生产商协商一致。弯曲半径应不小于在(基体金属的)适当材料规范或“ASME 规则第Ⅸ卷”中力学试验要求的弯曲半径。

31 评估

31.1 应在低(5~20×)倍放大显微镜下检查弯曲试样(见图 11)。出现龟裂或裂纹表示存在晶间腐蚀(见图 12)。

31.1.1 当评估有疑问时(见图 13),有无晶间腐蚀,由在 100~250×下弯曲试样纵向截面外半径的金相试验确定。

注 24:应忽视由试样边缘起始的裂纹。表面出现变形线、皱皮、或“橙色剥皮”,但无伴随出现的裂纹或龟裂,也可忽视。

注 25:可以用弯曲一个未暴露于沸腾试验溶液中的类似试样的方法,探查怀疑出现完全无韧性的裂纹。二试样间的目视比较有助于做出判断。

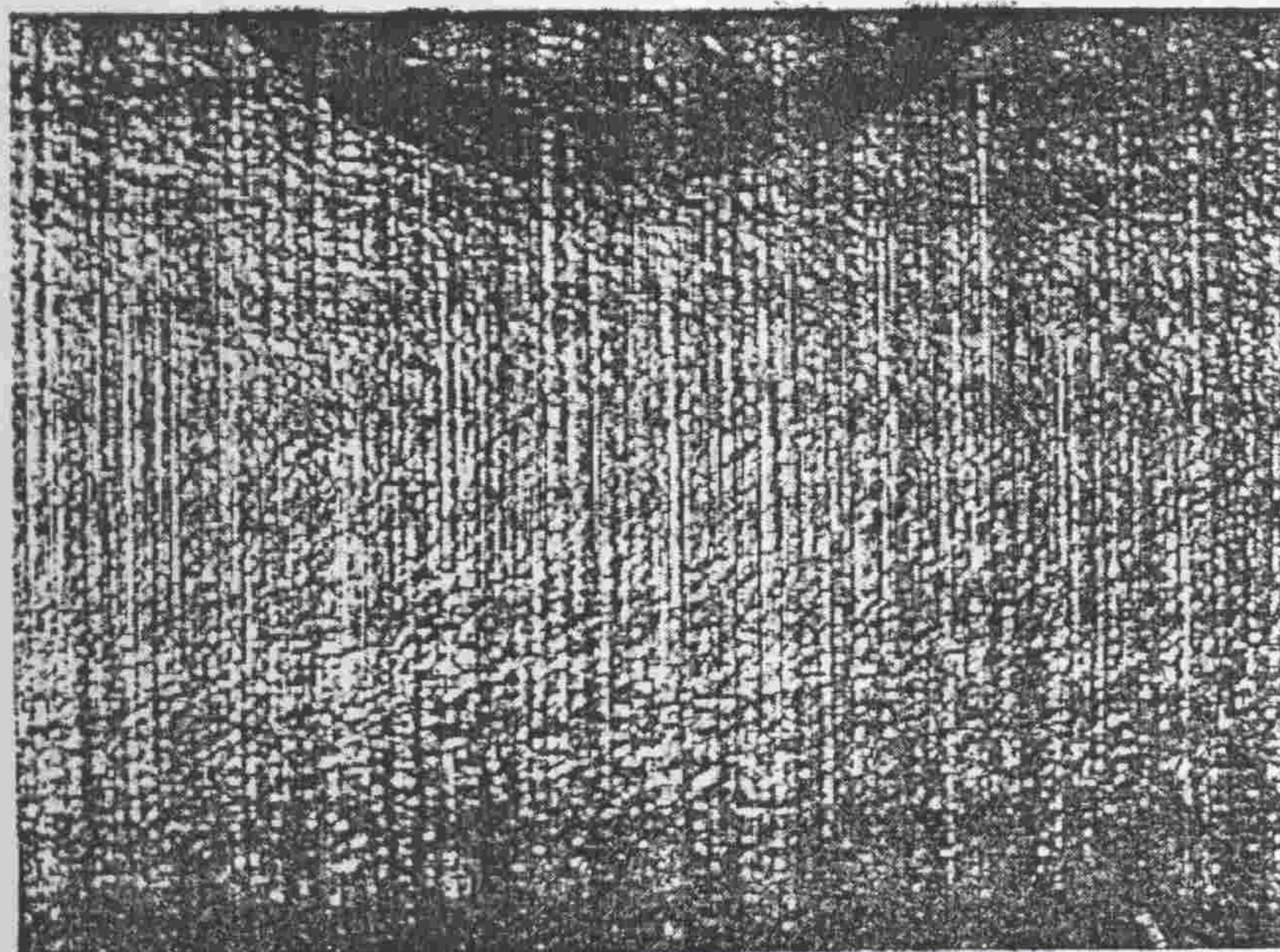


图 11 通过的试样—弯曲区视图(复制前的 20×放大)

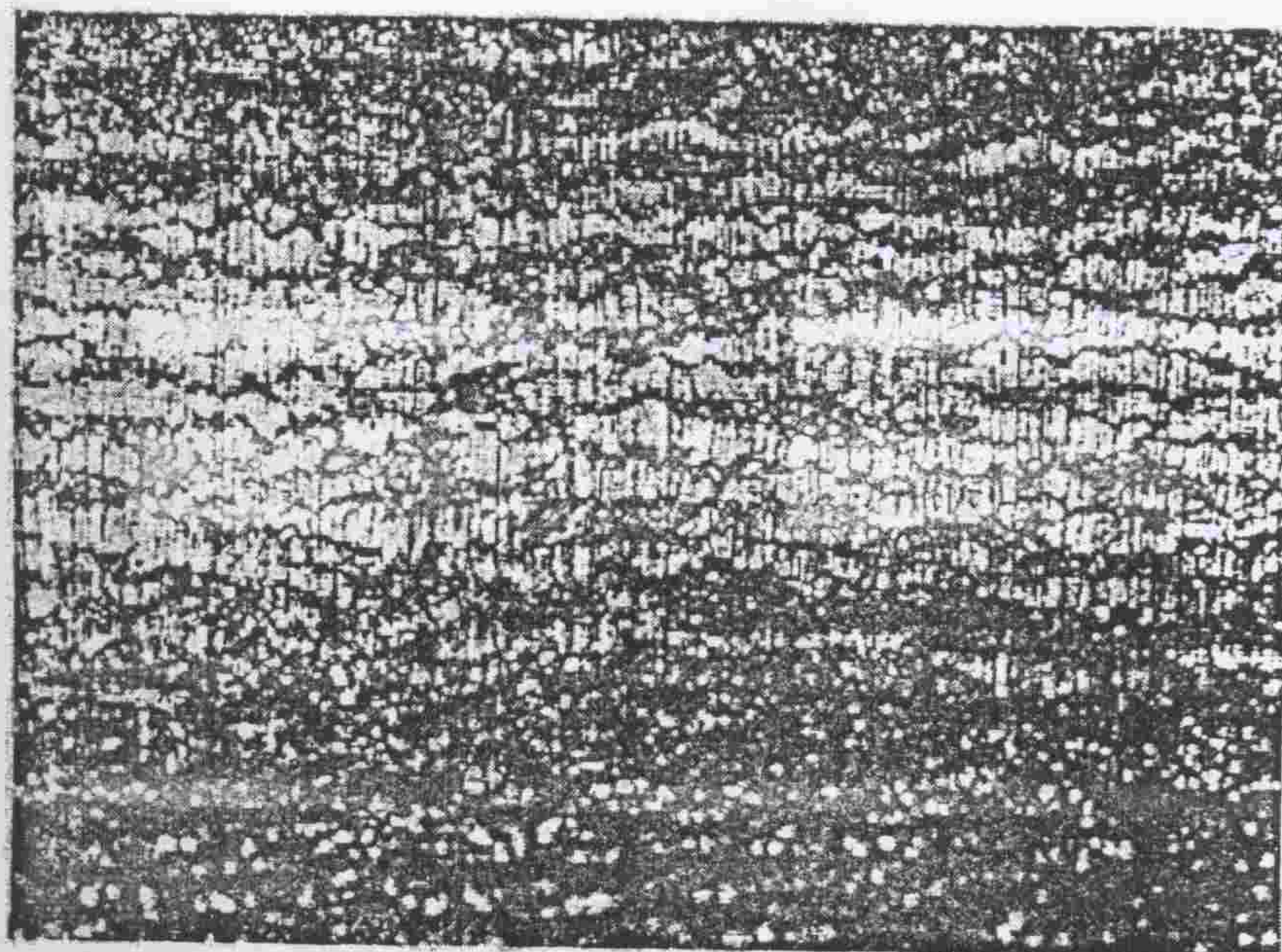


图 12 未通过的试样(注意:大量晶间龟裂;复制前 20×放大的弯曲区)

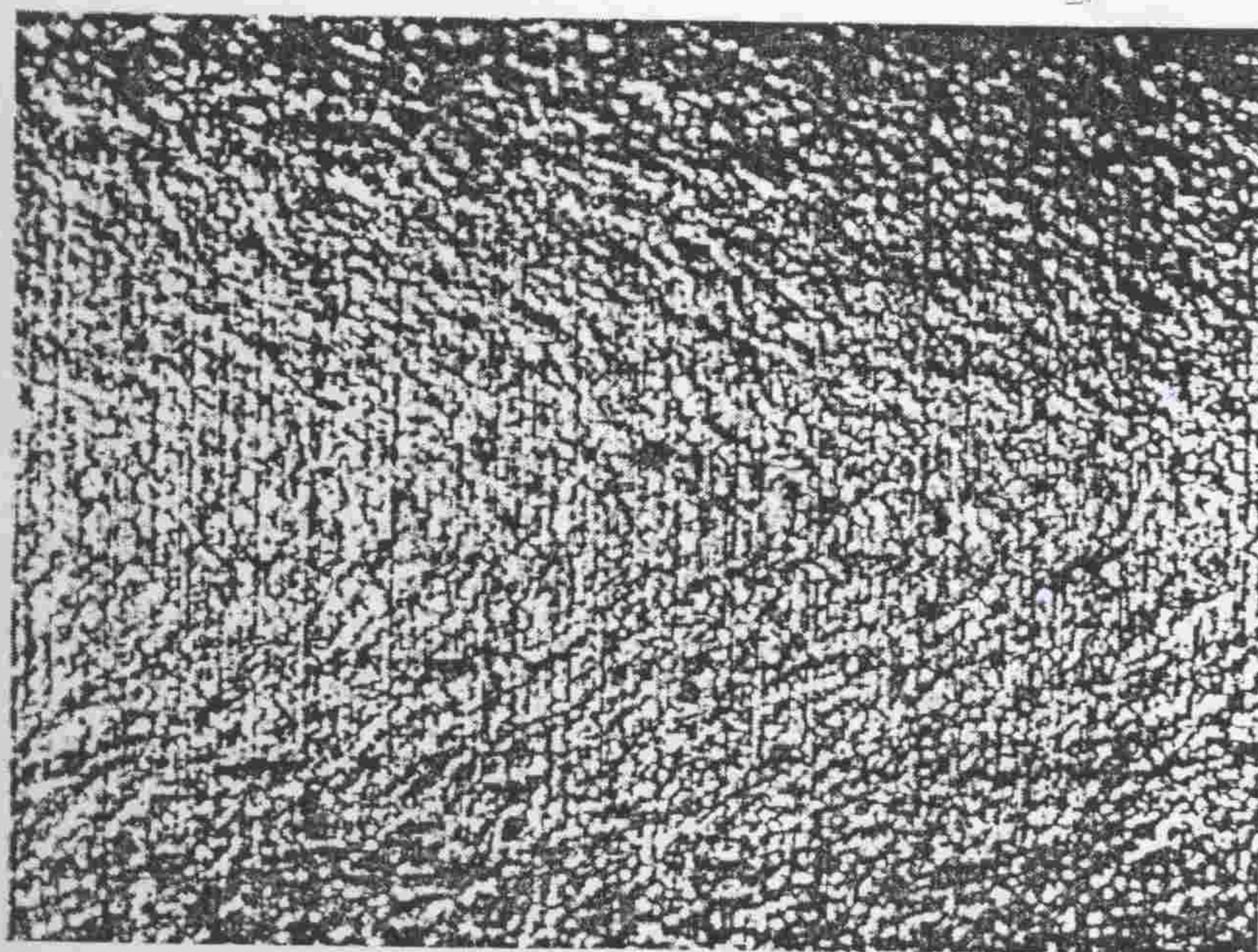


图 13 可疑试验结果(注意:晶间龟裂和“橙色剥皮”痕迹,复制前 20×放大的弯曲区)

实验 F 测定奥氏体不锈钢对 晶间腐蚀敏感度的铜- 硫酸铜-50%硫酸试验

32 范围

32.1 规范介绍进行沸腾铜-硫酸铜-50%硫酸试验的步骤,检测不锈钢对于晶间腐蚀的敏感度。在该试验中,有无晶间腐蚀不是检测在其他腐蚀环境下材料性能的必需尺度。该试验不提供预测耐受非晶间形式腐蚀(如一般腐蚀、剥蚀或应力裂纹)的根据。

32.2 该试验可用于评估可接收材料对于由碳化铬沉积引起的晶间腐蚀的敏感度。该试验还可用于评估由焊接或热处理引起超低碳级材料耐受晶间腐蚀的敏感度。

32.3 该试验不得用于检测对于由形成西格马相所致晶间腐蚀的敏感度。用实验 B 或 C 检测对于由西格马相所致晶间腐蚀环境的敏感度。

33 快速筛选

33.1 在进行铜-硫酸铜-50%硫酸试验以前,可按在实验 A—奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的乙二酸浸蚀试验一中给出的步骤,对某些等级不锈钢试样(见表 1)做快速筛选试验。这里介绍浸蚀结构的制备、浸蚀和分级。表 7 规定与结合的浸蚀结构评估的应用。

33.1.1 在乙二酸浸蚀试验中具有可接收浸蚀结构的试样,在铜-硫酸铜-50%硫酸试验中将肯定不会有晶间腐蚀。这类试样不经铜-硫酸铜-50%硫酸试验就可接收。全部在乙二酸浸蚀试验中具有不可接收浸蚀结构的腐蚀试样,必须在铜-硫酸铜-50%硫酸试验中加以试验。

34 仪器

34.1 第 10 章介绍基本仪器。还需以下仪器:

34.1.1 测定重量损耗的分析天平,可称量 0.001 g

最小重量。

34.1.2 具有磨光、清洁表面的 $3.2 \times 19 \times 38$ mm ($\frac{1}{8} \times \frac{3}{4} \times 1\frac{1}{2}$ in) 的铜块。可采用等效面积的铜丸或粉。使用以前应清洗铜块,并去除油脂。在 5% H_2SO_4 中淋洗可清除铜块上的腐蚀物。

35 铜-硫酸铜 50%硫酸试验溶液

35.1 配制 600 mL 试验溶液。警告—用面罩保护眼睛和面部,并在处置时佩戴橡皮手套和围裙。将长颈瓶置于罩盖下方。

35.1.1 首先,在 500 mL 量杯中度量 400 mL 蒸馏水,并倒入锥形长颈瓶。

35.1.2 然后在 250 mL 量杯中度量 236.0 mL 试剂级浓硫酸,后者必须在 95.0~98.0% (重量) 范围以内。将酸缓慢倒入长颈瓶以免由于接收的热量而沸腾。

35.1.3 称量 72 g 试剂级硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$),并添加到硫酸溶液中。可能需要使用脱扣天平(trip balance)。

35.1.4 将一块铜置入玻璃槽并放入长颈瓶。

35.1.5 将沸腾屑投入长颈瓶。

35.1.6 用硅油润滑底玻璃杯结合面。

35.1.7 用冷凝器遮盖长颈瓶,并循环冷却水。

35.1.8 缓慢加热溶液,直到全部硫酸铜溶解。

36 试样制备

36.1 按 12 章所述制备试样。

36.2 在 $650 \sim 675^\circ C$ (1200 至 $1250^\circ F$) 下激活热处理以后试验超低碳和镇定级试样,这是最大碳沉积温度范围。该激活热处理采用的加热时间长度,决定在铜-硫酸铜-50%硫酸试验中这类等级材料的腐蚀率。最常用的激活热处理是 $675^\circ C$ ($1250^\circ F$) 下 1 小时。

37 步骤

37.1 将试样置于另一玻璃槽,并浸没于沸腾溶液。

37.2 用腊笔标记长颈瓶中的液位以便检查会导

致酸浓缩的蒸发损耗。若有明显的液位变化,则用新溶液并打磨试样后重试。

37.3 持续浸没试验 120 小时,然后取出试样,在水和丙酮中淋洗,并干燥之。若在试样上保留任何附着铜,则可在室温下短时间浸没于浓硝酸中以去除之。

37.4 为测定重量损耗,则称量试样,并从原重量中减掉该重量。

37.5 通常无须中间称重。试验可持续进行,无中断。但是,若需初步结果,可在任意时刻取出试样,并称重。

37.6 在试验期间溶液中需无变化。

38 计算和记录

38.1 测定试样重量损耗以度量酸溶液对材料的影响。以每月渗透毫米数(注 8)记录腐蚀率,计算如下:

$$\text{每月毫米数} = (7290 \times w) / (A \times t \times d) \quad (3)$$

式中:

t = 暴露(于酸溶液的)时间, h;

A = 面积, cm^2 ;

W = 重量损耗, g;

d = 密度, g/cm^3 。

对于铬-镍-钼钢, $d = 8.00 \text{ g}/\text{cm}^3$ 。

39 关键词

39.1 奥氏体不锈钢;硫酸铜;腐蚀试验;浸蚀结构;硫酸铁;晶间腐蚀;硝酸;乙二酸。

参考文献

- (1) Brown M.H., “测定晶间腐蚀敏感度的评估试验中奥氏体不锈钢状态”, 《腐蚀》, 卷 30, 1974.01.>, pp.1-12。
- (2) 有关浸蚀结构分级的原始描述, 见 Streicher, M.A., “用乙二醇中电解浸蚀由 240 小时硝酸试验筛选不锈钢”, 《ASTM 公报 No.195, 1954.01.》, p.63。
- (3) 有关硫酸铁-硫酸试验的原始描述, 见 Streicher, M.A. “奥氏体不锈钢晶间腐蚀耐受性: 硫酸铁-硫酸试验”, 《ASTM 公报 No.229 1958.04.》, pp.77-86。
- (4) 有关沸腾酸试验的原始描述, 见 Huey, W.R. “合金研究与检验的腐蚀试验”, 《美国钢处理协会会刊, 卷 181930》, p.1126, 和“腐蚀试验方法第 IV 分委员会报告”, 《ASTM 论文集, 卷 33, 第 1 部, 1939》, p.187。
- (5) 有关细节, 见 DeLong, W.B. “改良硝酸试验仪器中的不锈钢多个试件”《不锈钢评估试验论文集, ASTM STP93, ASTM1950》, p.211。
- (6) 见《工业与工程化学, 卷 17, 1925》, p.756, 和“A.C.S. 分析试剂. 分析试剂委员会推荐规范”, 美国化学协会, 1941.03。
- (7) H.J. Rocha 在一篇与 Brauns, E. 和 Pier, G 的论文讨论中, 首次介绍了利用铜在铜-硫酸中加速敏感奥氏体不锈钢的晶间腐蚀, 《钢与铁, 卷 75, 1955》, p.579。
- (8) 有关铜-硫酸铜-硫酸试验的原始评估, 见 Scharfstein, L.R., 和 Eisenbrown, C.M., “加速 straus 试验的评估”, 《ASTM STP 369, ASTM, 1963》, pp.235-239。
- (9) Herbsleb, G. 和 Schwenk, W. “Untersuhngen zur Einstellung des Redoxpotentials der Strausschen Lösung mit Zusatz von Mettalischem Kuper”, 《腐蚀学, 卷 7, 1967》, pp.501-511, 介绍由于铜表面面积、电解接触、冷凝器结构差异导致的敏感效应。
- (10) Streicher, M.A., “测定奥氏体不锈钢和相关合金中对晶间腐蚀敏感度的评估试验的理论和应用——问题和机会”, 《不锈钢合金的腐蚀, ASTM STP 656, R.F.Steigerwald ed., ASTM, 1978》, pp.3-84。
- (11) Walker, W.L., “ASTM A262 实验 E 结果评估中的偏差(A 01.14 Round Robin 分委员会)”, 《不锈钢合金的晶间腐蚀, ASTM STP 656, R.F.Steigerwald ed., ASTM, 1978》, pp.146-153。

变更一览

本章包括自上次发行(A262-02)以来已编入的对该标准的主要变更。

(1) 在 24.1 中,由 24 h 变更至 15 h。

ASTM 国际并不处于考虑涉及本规范任何条款的专利权属是否有效的地位。明确地提醒本规范用户,判断任何这类专利权的有効性和侵犯这类专利权的危险,完全是他们自己的职责。

本标准会由负责的技术委员会随时加以修订,并必须每五年审核一次,若未修订,则应重新审批或撤消。征求您关于修订本标准或增补标准的意见,并请致函 ASTM 国际本部。您的意见将会在负责的技术委员会会议上加以慎重考虑,您可出席这类会议。若您认为您的意见未被公平地倾听,您可按下述地址将您的修订意见通知 ASTM 标准化委员会。

本标准由 ASTM 国际版权所有,100 Bar Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States。按以上地址与 ASTM 联系,或致电 6100-832-9585 (电话)、610-832-9555 (电传)、service@astm.org (e-mail),或通过 ASTM 网址(www.astm.org),可获取本标准的单独再版本(单一或多份拷贝)。

翻译:于诚斌

校对:余 辉