

ICS 77.060
H 25



中华人民共和国国家标准

GB/T 4157—2006
代替 GB/T 4157—1984

金属在硫化氢环境中抗特殊形式环境 开裂实验室试验

Laboratory testing of metals for resistance to specific
forms of environmental cracking in H₂S environments

2006-03-02 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 ·	· III
1 范围 ·	· 1
2 规范性引用文件 ·	· 1
3 EC 试验影响因素	· 1
4 试剂 ·	· 2
5 材料性能 ·	· 2
6 试验容器和装置 ·	· 2
7 试验溶液 ·	· 3
8 高温/高压试验 ·	· 3
9 方法 A: 拉伸试验 ·	· 5
10 方法 B: 弯梁试验 ·	· 11
11 方法 C: C形环试验 ·	· 15
12 方法 D: 双悬臂梁(DCB)试验 ·	· 19
附录 A (规范性附录) 处理硫化氢时的安全注意事项 ·	· 27
附录 B (规范性附录) EC 试验方法的补充说明 ·	· 28

前 言

本标准修改采用美国腐蚀工程师协会标准 NACE TM0177—1996《金属在硫化氢环境中抗特殊形式环境开裂实验室试验》。本标准与 NACE TM0177—1996 的主要差异为：

——增加第 2 章,规范性引用文件;

——取消 NACE 标准中英制单位。

本标准代替 GB/T 4157—1984《金属抗硫化物应力腐蚀开裂恒负荷拉伸试验方法》。

本标准与 GB/T 4157—1984 比较主要变化如下：

——增加第 2 章引用标准;

——增加弯梁试验、C 形环试验、双悬臂梁(DCB)试验。

本标准附录 A 和附录 B 都是规范性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:钢铁研究总院、中国石油集团工程设计有限责任公司西南分公司、宝山钢铁集团公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准起草人:王玮、金明秀、周平、施岱艳、郭全宝、柳泽燕、冯超、王秦晋。

本标准 1984 年 2 月首次发布。

金属在硫化氢环境中抗特殊形式环境开裂实验室试验

1 范围

1.1 本标准规定了在含硫化氢的酸性水溶液环境中受拉伸应力的金属抗开裂破坏性能试验。对于 SSC(硫化物应力腐蚀开裂)敏感性高的碳钢和低合金钢,通常在室温进行抗 EC(环境开裂)性能试验。对于其他合金,EC 敏感性与温度关系较复杂。

1.2 本标准规定了试验使用的试剂、试样和设备、母材和试样的性能和需遵循的试验程序。本标准包括四种试验方法:

方法 A:拉伸试验;

方法 B:弯梁试验;

方法 C:C 形环试验;

方法 D:双悬臂梁(DCB)试验。

第 1 章至第 8 章给出了四种试验方法的通用说明。第 9 章至第 12 章给出了每类试样需遵循的试验方法。在每种试验方法(第 9 章至第 12 章)的开始部分给出了这种试验方法的适用性。关于试验结果的报告也进行了讨论。

1.3 金属可在常温常压或高温高压下进行 EC 试验。

1.3.1 对于常温常压下试验,试验程序可概述如下:施加应力的试样浸泡在含硫化氢的酸性水溶液环境中。通过施加合适增量的载荷获得 EC 数据。

1.3.2 当试验温度大于 27℃,常压或高压下试验,第 8 章给出了一种替代试验技术。所有方法(A、B、C、D)都可采用这种技术。

1.4 安全警告:硫化氢是剧毒的气体,必须小心处理(见附录 A)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 228 金属材料 室温拉伸试验方法

GB/T 8650 管线钢和压力容器钢抗氢致开裂评定方法

GB/T 10127 不锈钢三氯化铁缝隙腐蚀试验方法

GB/T 15970.5 金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第 5 部分:C 型环试样的制备和应用 (GB/T 15970.5—1998, idt ISO 7539.5:1989)

ASTMD 1193 试剂水

3 EC 试验影响因素

3.1 应力腐蚀试验结果的解释比较困难,本标准是苛刻的加速试验方法,因此使数据解释极其困难。检验在不同实验室中试验方法的再现性时,必须注意在加速试验中经常出现的几个不良副效应。

3.1.1 HIC(氢致开裂)和氢鼓泡可使试验环境产生破坏,特别对于通常不会遭受 SSC 的低强度钢。

HIC可通过目测和金相观察发现。鼓泡一般会在试样表面发现(关于这种现象的更多信息,见GB/T 8650)。

3.1.2 一些合金在实际使用中不腐蚀,而在试验环境中遭受腐蚀,从而使通常不发生EC失效的合金产生了EC破坏。这种问题对于马氏体和沉淀硬化不锈钢特别严重。

3.2 在选择试验方法时,应考虑其他方面的问题:

3.2.1 材料的各向异性是一个重要参数,它影响材料力学性能和环境开裂敏感性。试样上的破裂路径应与实际部件上的相匹配。

3.2.2 不同金属间电池效应可能增加或降低开裂敏感性。在与电化学性更活泼材料如碳钢和低合金钢组成电偶对时,一些镍基耐蚀合金会加快EC,而一些双相不锈钢会减少EC。

3.2.3 试验温度影响开裂敏感性。当试验温度高于24℃时,钢的SSC敏感性会降低。而试验温度低于24℃时,钢的SSC敏感性则增加。

3.2.4 不同试验方法没必要对同类材料提供相同的排序。

3.2.5 材料不均匀性如焊缝和偏析影响试验结果。在评价大尺寸材料(拉伸试验)对小尺寸材料(弯梁试验)的试验结果比较时,特别明显。

3.2.6 在规定的暴露时间内,最大未断裂应力应被认为临界应力,更长暴露时间或更多的试样可降低临界值。

3.2.7 EC试验结果可表现出统计性变化。需重复试验获得表征EC的代表性数值。

3.2.8 一些试样更适宜测量局部区域的抗EC性能(如表面层或其他特征,焊缝区域)。

3.2.9 一些类型的EC试验与其他EC试验相比,需要更多的试验时间。

4 试剂

4.1 试剂纯度

4.1.1 试验气体、氯化钠、冰乙酸、醋酸钠和溶剂应为试剂级或化学纯度 $\geq 99.5\%$ (见附录B)。

4.1.2 试验用水应为相当于或高于ASTM IV类(ASTM D 1193)的蒸馏水或去离子水。不能使用自来水。

4.2 用惰性气体除氧。惰性气体应为高纯度的氮气、氩气或其他合适的惰性气体。

5 材料性能

5.1 按GB/T 228标准试验方法中的拉伸试验确定母材性能。试样数量为两个或更多,由每次试验结果的平均值,确定屈服强度、抗拉强度、延伸率和断面收缩率。拉伸试样的取样位置和取向应与EC试样相同,这能使试样间的性能变化降到最低。

5.2 材料的许多基本性能与EC敏感性相关。相应的,化学成分、力学性能、热处理和加工过程(如冷压缩率或预应变)应被确定,并记录在拉伸试验数据报告中。对于化学成分相同,但热处理和微观结构不同的材料,应作为不同材料进行试验。

5.3 可在暴露于试验环境前后,测量试样硬度。但不能在试样应力评价部位测量。

6 试验容器和装置

6.1 根据实际试样尺寸和加载装置确定试验容器的尺寸、形状和进口。

6.2 在试验前,容器应能除氧,试验期间能与空气隔绝。在硫化氢溢流管上使用出口捕集器,使试验容器保持25 mm水柱压,防止氧通过小缝隙进入或通过气体管线扩散入(见附录B除氧原因)。

6.3 试验容器的体积应能保证与试样表面积对应的溶液体积在特定限度内,从而使pH值随时间的变

化符合标准(见每种试验方法的规定)。

6.4 试验容器应用在试验环境中呈惰性的材料制作。某些塑料容器可满足要求,其他塑料材料在初次使用时会使试验结果产生变化,这种变化会直到连续使用后停止。玻璃容器没有这种趋势。

6.5 如果不同种金属与试验环境接触,试样与不同材料的试验容器和装置应电绝缘。

6.6 应选择硬性电绝缘材料,在加载或弯曲试样时不会松弛或滑移。

6.7 电池效应

6.7.1 有必要评价电池效应对 EC 的影响,例如不锈钢或耐蚀合金(CRAs)与钢组成电偶对(见 3.2.2)。

为了评价,用螺栓把表面积是试样 0.5~1 倍的铁或钢牢固地固定在试样上。

6.7.2 硫化铁颗粒是导电的,它沉积在绝缘材料上,使材料之间导电,从而影响试验结果。

7 试验溶液

7.1 溶液 A 是饱和的硫化氢酸性水溶液,与试样接触前,硫化氢饱和后的溶液 pH 值应为 2.6~2.8。与下面的溶液 B 相比较,试验期间,pH 值会上升但不应超过 4.0。如果保持试验溶液体积与试样表面积之比并按本标准规定除氧,pH 值是不会超过此值的。溶液 A 可用于方法 A、C 和 D,除非要求使用溶液 B。

7.2 溶液 B 是酸性缓冲溶液,在与试样接触前,经硫化氢饱和后 pH 值在 3.4~3.6 之间。可在方法 A、C 和 D 中使用。试验期间,pH 值会上升但不应超过 4.0。应在试验报告中注明此溶液的使用。当试验要求升高的 pH 值溶液时,可以使用升高的 pH 值环境。例如,在马氏体不锈钢夹杂物的影响试验中,要求试验溶液 pH 值大于或等于 3.5。

7.3 对指定的试验方法,溶液中的所有试剂的称量误差应为±1.0%。

7.4 除非要求在高温下试验(见第 8 章),试验溶液应保持在 24℃±3℃,变化超出此范围应说明。

7.5 见指定的试验方法要求中的试验环境(见 9 章~12 章)。

8 高温/高压试验

8.1 大部分材料在有硫化氢时的主要开裂机制随温度而变化。铁素体钢、铁素体不锈钢和马氏体不锈钢主要是氢(如阴极)开裂机制,并在室温附近有最大敏感性。奥氏体不锈钢随温度增加,开裂敏感性增加,主要是阳极过程的作用。双相不锈钢表现出混合行为,在中温范围开裂敏感性最大。为了便于模拟实际环境或预测最苛刻的条件下的行为,及超过 100 kPa 硫化氢分压时的试验,可使用下面的改进技术。

8.2 与室温常压下试验相比,高温高压下试验涉及到附加安全措施。这给出了一般指导,也许没有说明所有方面,但可根据当地的安全要求进行补充。因为在试验期间硫化氢可能会耗尽,所以在本标准中对气体补充和连续冒泡技术作了说明。硫化氢损耗率和对环境腐蚀性影响受几个因素的影响,包括试样腐蚀率和试验环境中硫化氢分压。可根据经验维持硫化氢分压,但有必要测量溶液或气相中硫化氢浓度,以保证要求的试验条件。在报告中必须注明这些信息。

8.3 试验设备

试验设备包含容器和附属设备,且能承受试验条件下的腐蚀和相应的压力,并有合适的安全系数。

8.3.1 容器应装有热电偶或其他测量溶液温度的方式、气体进口和出口、进口上插管和压力测量装置。

8.3.2 如果使用连续气体冒泡技术,出口上方的冷凝器可限制溶液的损失。在温度超过 50℃和/或溶液少于 200 cm³ 时,这项措施非常有用。

8.3.3 为了安全,一般使用防爆片或减压阀。

8.3.4 测压装置的精度应达到最大系统压力的 $\pm 1\%$ 。如果使用压力计,最大系统压力应大于满量程的20%,小于80%。图1和图2给出了用于各种试验方法的试验设备示意图。

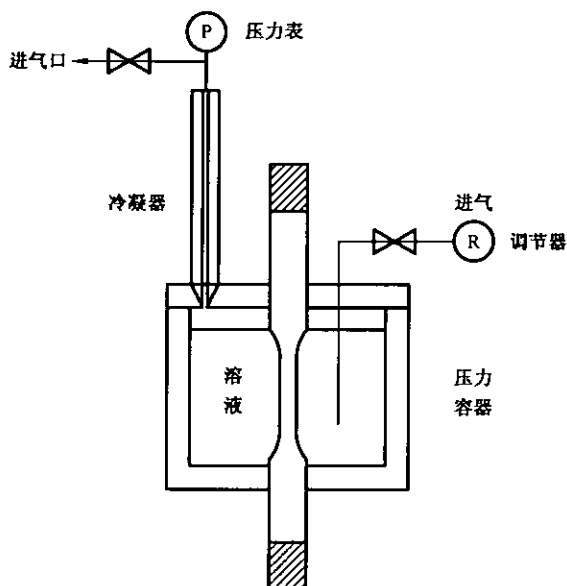


图1 方法A标准拉伸试验试验装置示意图

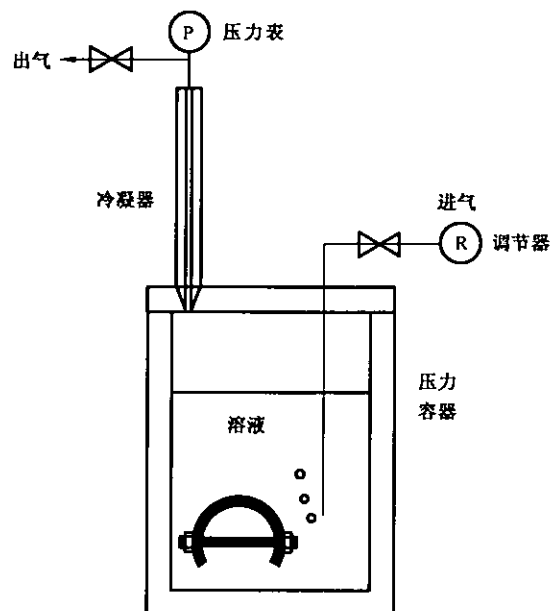


图2 方法B标准弯梁试验、
方法C标准C形环试验、
方法D标准双悬臂梁试验
试验装置示意图

8.3.5 如果使用弹性橡胶密封材料,必须用独立测量方法验证在使用温度下耐硫化氢的程度。

8.4 试验溶液

根据试验规定的要求选择试验溶液,试验溶液通常含有浓缩到饱和浓度的氯化钠,允许缓冲酸化,与室温方法类似。

8.5 试验气体

试验气体一般是两种或多种气体混合物:硫化氢、二氧化碳和惰性气体,如氮气或氩气。在低硫化氢分压下和无二氧化碳的惰性气体中试验,因为腐蚀产物可溶,要求谨慎说明。试验气体混合物应储藏于标准气瓶中,并装有合适的压力调节器(通常为不锈钢),以便满足试验要求的压力。对商业供给的混合气体,建议分析成分。

8.6 试验程序

除非有新要求或补充规定,室温下的试验程序是一样的:

8.6.1 把试样和试验溶液放入容器,然后密封并检验是否泄漏。通常用最大试验压力的1.5倍的惰性气体检验是否泄漏。

8.6.2 加热时,试验溶液膨胀,可能充满整个容器,会有爆炸的危险。试验溶液的体积应小于容器体积的75%。在温度超过225℃时,应使用更大的安全系数(更小的总体积百分比)。

8.6.3 通过进气管,用冒泡惰性气体对试验溶液除氧,每升溶液最少1 h。

8.6.4 通过下述两种方法之一确定硫化氢分压:

8.6.4.1 导入气体前加热容器

8.6.4.1.1 关闭阀门,加热容器至试验温度。测量系统压力(试验溶液蒸汽压) P_1 。

8.6.4.1.2 导入气体到试验压力 P_T 。

8.6.4.1.3 按公式(1)计算试验环境中硫化氢分压 $P_{\text{H}_2\text{S}}$:

$$P_{\text{H}_2\text{S}} = (P_{\text{T}} - P_1)X_{\text{H}_2\text{S}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

P_{T} ——总试验压力,单位为千帕(kPa);

P_1 ——溶液蒸汽压,单位为千帕(kPa);

$X_{\text{H}_2\text{S}}$ ——试验气体中硫化氢的摩尔分数。

8.6.4.2 容器加热前导入气体

如果计算硫化氢分压的证明方法可以确立,那么可在容器加热前导入气体。

8.6.5 根据要求补充气体,以便维持 7.2 要求的试验条件(主要是硫化氢分压)。当试验的耐蚀合金在硫化氢分压低于 2 kPa 或试验的碳钢和合金钢在硫化氢分压低于 100 kPa 时,以 0.5 cm³/min~1.0 cm³/min 速度连续气体冒泡或每星期一次或两次的气体补充是十分必要的。在气体补充期间应避免溶液损失和氧的进入。

8.6.6 根据使用的试验方法(A、B、C 或 D)确定试验时间。试验温度维持在规定温度的±3℃,每天手工记录,或更短的时间间隔,数据记录仪记录。监控压力并每天记录。如果压力下降到要求压力的 40 kPa 以下,必须补充气体。

8.6.7 试验结束后,打开容器前通入惰性气体冷却至室温。使用外部加载装置时,如果可能,在冷却前应释放载荷。

9 方法 A: 拉伸试验

9.1 方法 A 标准拉伸试验可评价在单轴拉伸加载下的金属抗 EC 能力。它提供了简单、应力状况明确的无缺口试样。方法 A 通常用断裂时间来确定 EC 敏感性。加载了特定应力级的拉伸试样给出了断裂/未断裂试验结果。当用不同的应力下对多组试样进行试验,可获得 EC 临界应力。

这部分给出了室温和常压下的试验步骤。对于高温和高压下试验,第 8 章给出了特别说明。

9.2 试样

9.2.1 用于试验的材料的尺寸和形状经常限制试样的选择。取样方向影响试验结果,所以应注明。

9.2.2 拉伸试样在工作段(见图 3(a))应长 25.4 mm、直径(6.35±0.13)mm(见 GB/T 228)。也可使用长 25.4 mm、直径(3.81±0.05)mm 的非标准试样。加工后,放在干燥器或非阻化油中,以备试验。

9.2.3 为了减小应力集中和圆角断裂,过渡圆弧半径应不小于 15 mm。

降低圆角断裂的有效方法:

a) 消除加工试样圆弧上的根切;

b) 加工试样在工作段时,应稍微有一点锥度(0.05 mm~0.13 mm),使工作段中间截面最小。

9.2.4 试样的头部应足够长,保证与试验容器密封及与加载夹具的连接(见图 3(b))。

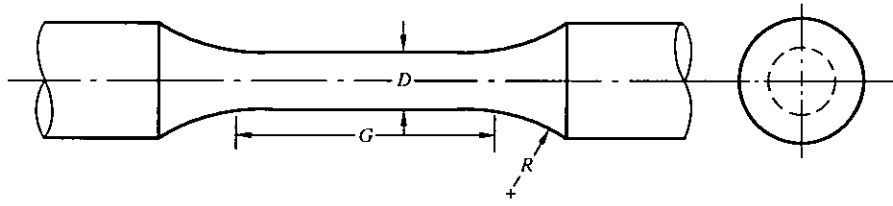
9.2.5 试样加工或打磨时,应避免过热和冷作硬化。最后两道切削量要小于 0.05 mm。如果打磨不会使材料硬化,可以打磨。

9.2.6 试样的表面粗糙度应不低于 0.81 μm。如果能满足粗糙度要求,可使用机械抛光或电抛光。除了打磨外,任何抛光方法均应在试验报告中说明。在电抛光时,必须保证试样不吸氢。

9.2.7 当试验材料的尺寸或形状不能满足标准拉伸试样尺寸时,可使用非标准试样。但是,非标准试样的断裂时间可能小于标准试样。使用非标准试样的试验报告应包含非标准试样的使用和尺寸。

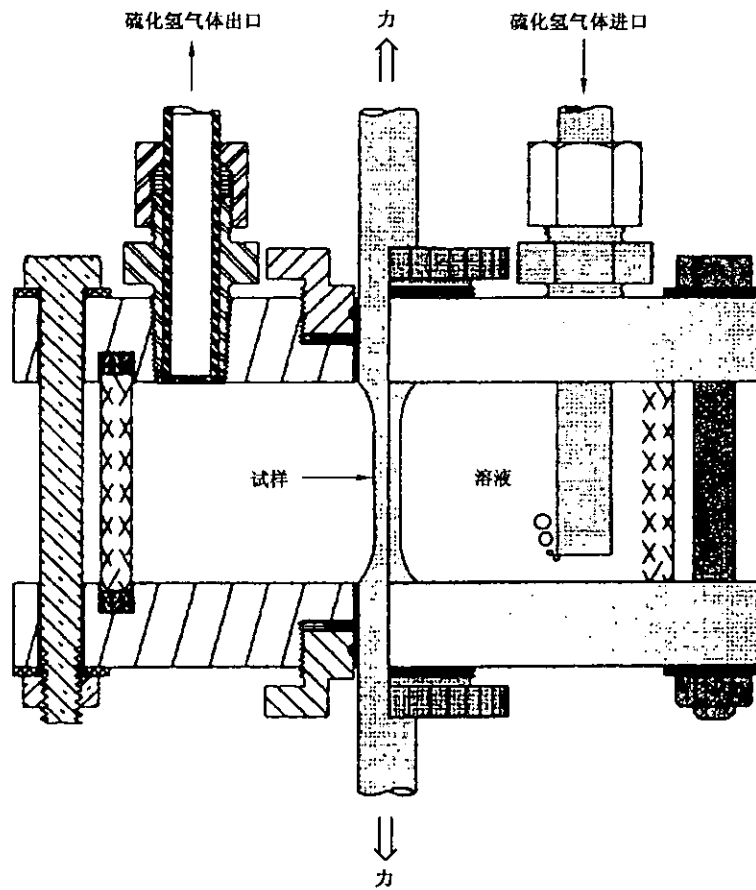
9.2.8 试样标记

在试样的头部压印或振动刻写,但不能在工作段做标记。



尺寸	标准试样 mm	小尺寸试样 mm
D	6.35 ± 0.13	3.81 ± 0.05
G	25.4	25.4
R/min	15	15

(a) 拉伸试样尺寸



(b) 安装在试验容器中的拉伸试样

图 3 拉伸试样

9.2.9 试样的清洗

9.2.9.1 在试验前,应用溶剂对试样除油,再用丙酮清洗。

9.2.9.2 试样清洗后,不能触摸或污染试样的工作段。

9.3 试验溶液

9.3.1 试验溶液 A 为含有 5% (质量分数) 氯化钠和 0.5% (质量分数) 冰乙酸, 用蒸馏水或去离子水配制。例如, 50.0 g 氯化钠和 5.0 g 冰乙酸溶解在 945 g 蒸馏水或去离子水中。一般使用试验溶液 A, 除非要求使用试验溶液 B。

9.3.2 当要求起始的 pH 值在 3.4~3.6 之间时, 使用试验溶液 B。溶液 B 为含有 5% (质量分数) 氯化钠、0.4% (质量分数) 乙酸钠和 0.23% (质量分数) 冰乙酸, 用蒸馏水或去离子水配制。溶液 B 应与试验溶液 A 一样, 用硫化氢饱和。

9.4 试验设备

9.4.1 许多用于应力腐蚀试验的应力加载装置和试验容器可用于方法 A。相应的, 下面的讨论着重于能满足试验项目和程序的设备特征。

9.4.2 拉伸试验可使用恒载荷装置或持久载荷(试验环或弹簧加载)装置(见 GB/T 10127)。

9.4.3 当用持久载荷装置试验敏感的材料时, 裂纹可能在局部产生并扩展, 不贯穿整个试样(见 9.7)。因此, 为确定持久载荷试验结果的敏感性, 要求对试样上非贯穿裂纹的表观进行检查。如果裂纹细小稀疏或被腐蚀沉积物覆盖时, 确定敏感性是很困难的。然而, 恒载荷装置试验可完全区分材料的敏感性。试验结果不依赖于寻找非贯穿裂纹来确定材料的敏感性。

9.4.4 在液力测压计下能维持恒定的压力的静重力试验机, 可用于恒载荷试验(见图 4)。

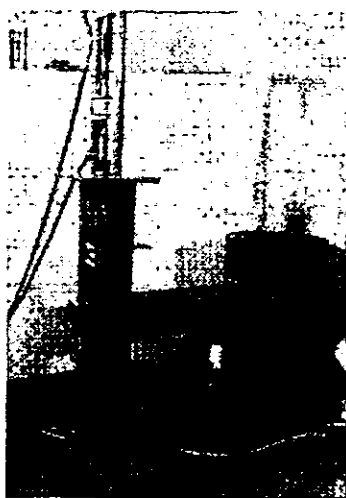


图 4 恒载荷(静重力)装置

9.4.5 当夹具或试样的松弛仅引起施加载荷小的下降百分比时, 持久载荷试验可用弹簧式加载装置或试验环进行。

9.4.5.1 当使用试验环时, 要求按以下步骤进行:

9.4.5.1.1 校准前, 对试验环进行预处理, 用试验环最大额定载荷的 110% 进行加载, 至少 10 次。

9.4.5.1.2 拉伸试样上的载荷应在试验环的载荷范围内。选择相应的试验环, 施加的载荷使环产生变形程度应超过直径的 0.6%, 但不小于 0.51 mm。如果小于 0.51 mm 或小于直径的 0.6%, 应校准变形、校准载荷和指定试验载荷。

9.4.5.2 试验环变形程度大幅下降也许表明:

- a) 试样上有裂纹产生和扩展;
- b) 试样屈服;

c) 应力松弛。

应考虑在试验期间或试验完成时测量试验环变形程度。

9.4.5.3 当施加的应力在材料屈服强度的 10% 以内时,应监控变形程度。

9.4.6 试样必须与任何接触试验溶液的其他金属电绝缘。

9.4.6.1 试样周围的密封必须是电绝缘和气密的。但当试样位移时,密封引起的摩擦可忽略不计。

9.4.6.2 在很多情况下,整个试验固定装置可能没设在试验溶液中,其上的加载夹具可用同种材料制造。如果使用了不同材料,必须与试样电绝缘。如果有要求,加载装置可涂镀不导电和不渗透的覆盖层。

9.4.7 试验容器的体积应能保持每平方厘米试样表面积有 30 mm²±10 ml 溶液。

9.5 应力计算

9.5.1 拉伸试样的加载载荷由公式(2)确定。

$$P = S \times A \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

P——载荷;

S——施加的应力;

A——工作段的实际截面积。

9.6 试验步骤

9.6.1 测量试样工作段的最小直径,根据需要的应力级计算试样的载荷。

9.6.2 拉伸试样前,放入试验容器中。试验容器应密封,防止试验期间空气进入到容器中。

9.6.3 可在容器充入惰性气体前或后施加载荷。以屈服强度或载荷的合适增量对拉伸试样加载。

9.6.4 应小心加载,避免超过预定值。如果超过预定值,试验应在新的载荷下进行或放弃。

9.6.5 应将除氧的试验溶液立即注入试验容器中,以至溶液/气体界面不与试样工作段接触。除氧溶液可在密封的容器中准备,以 100 mL/min 的速度通入惰性气体,时间是每升溶液至少 1 h。一旦溶液在试验容器中,至少用惰性气体除氧 20 min。惰性气体除氧可确保在注入硫化氢时溶液无氧(见附录 B)。在注入硫化氢前(如果其他除氧和转移方法可获得完全除氧条件,也可使用惰性硫化氢进入试验容器时,氧污染很明显,溶液会变浑浊(不透明)。硫化氢进入时试验溶液变得不透明,试验失效。试样应被移出和清洗,重复试验溶液的补充、转移和除氧步骤。

9.6.6 然后试验溶液以(100~200) mL/min 的速度和每升溶液 20/min 的时间进行硫化氢饱和。在试验期间,以低流速(每分钟几个气泡)维持硫化氢在试验容器和出口捕集器间连续流动。这维持了硫化氢浓度和微正压,阻止了空气通过缝隙进入试验容器。

9.6.7 试样断裂或通过 720 h,试验结束。

9.6.8 需要时,可试验补充试样,确定最大未断裂应力。

9.7 破坏检查

试验后,清洗未断裂试样工作段表面,检查开裂迹象。注明有裂纹的试样。

9.7.1 对于所有材料,破坏是:

a) 试样完全断裂;

b) 在完成 720 h 试验时间后,在放大 10 倍下目测观察工作段裂纹。可使用金相、扫描显微镜或力学试验研究技术确定工作段裂纹是否是由 EC 造成的。如果证明裂纹不是 EC 造成的,试样通过试验。

9.7.2 使用电子计时器和微型开关记录断裂时间。

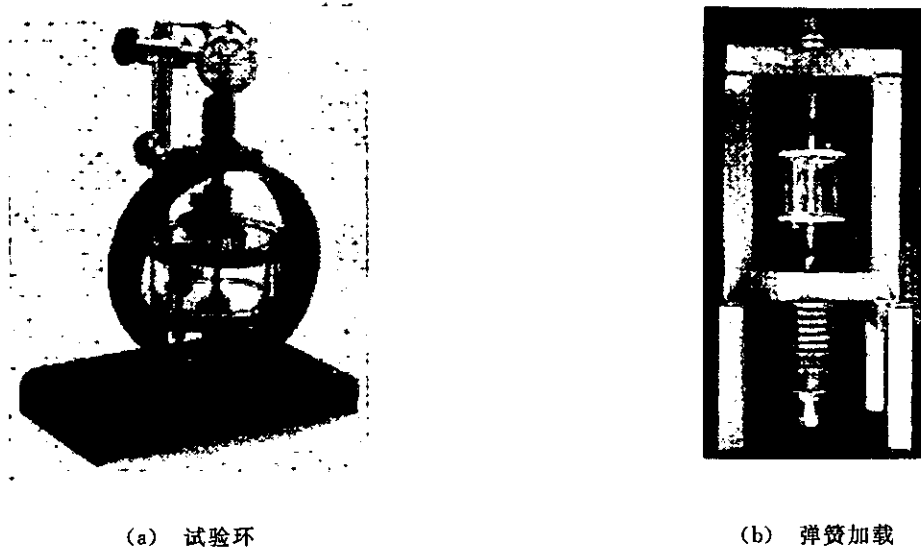


图 5 持久载荷装置

9.8 试验报告

- 9.8.1 试验后,每种应力水平下的断裂时间和未断裂数据或表面裂纹的目测观察结果应写入报告。
- 9.8.2 报告中应有化学成分、热处理、力学性能和其他的数据和信息。
- 9.8.3 表 1 给出了数据报告的推荐格式,数据也可在半对数坐标纸上给出(见图 6)。

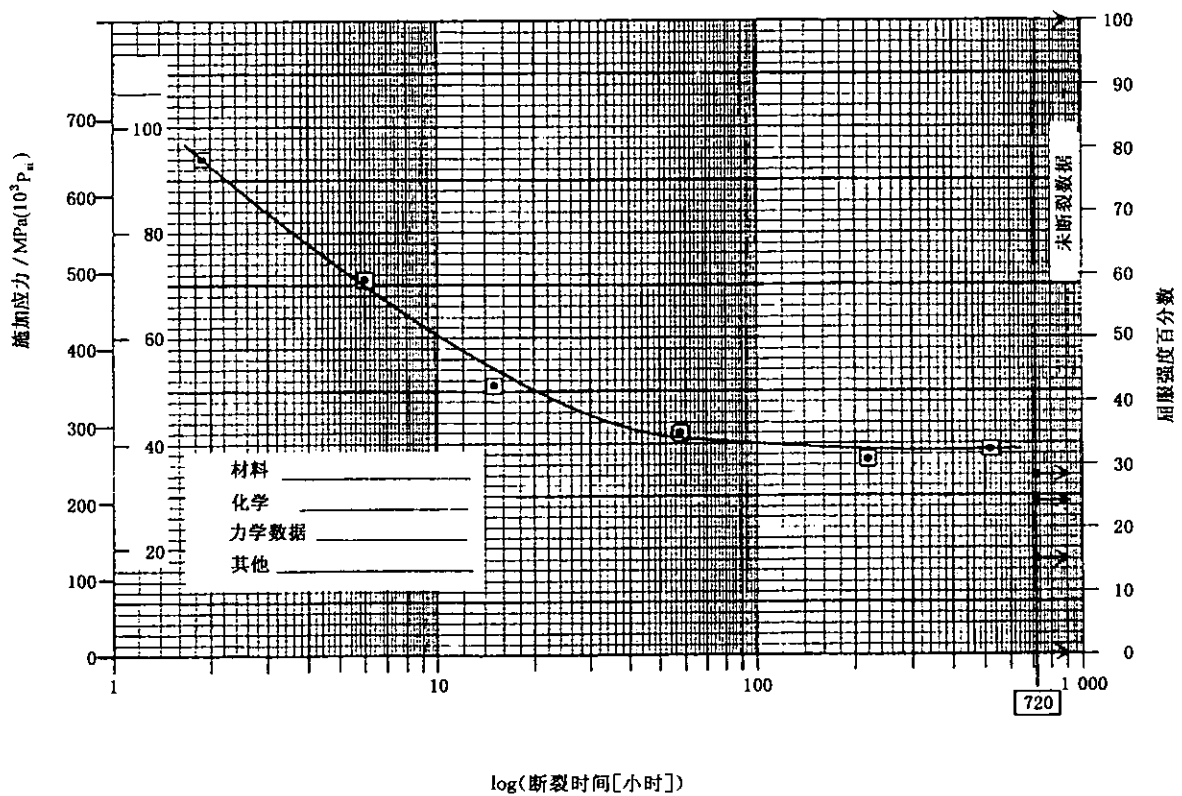


图 6 施加应力-log(断裂时间)

表 1 试验报告(第 1 部分)

方法 A: 拉伸试验

委托单位: _____ 委托日期: _____
 委托人: _____ 电话: _____ 试验室: _____
 合金牌号: _____ 材料类型: _____

化学成分 (质量分数)/%	炉号/编号					
C Mn Si P S Ni Cr Mo V Al Ti Nb N Cu 其他						
材料加工工艺过程、冶炼方法(如: OH、BOF、EF、AOD) ^a						
产品形式						
热处理 (规定时间、温度、冷却方式)						
其他 机械、热、化学、涂层处理 ^b						
注: 如果不按照本标准, 应详细描述试验方法。						
^a 冶炼过程: 平炉(OH), 氧气转炉(BOF), 电弧炉(EF), 氩氧脱碳(AOD)。						
^b 如: 冷加工、电镀、渗氮、预应变等。						

表 1 试验报告(第 2 部分)

方法 A: 拉伸试验

试验日期: _____

试样尺寸: 标准 非标准 标称直径: _____ 标距: _____

恒载荷— 静载荷 液压 其他: _____

持久载荷— 试验环 弹簧 其他: _____

试验后试验环挠度测量

试验溶液: 溶液 A 溶液 B 其他溶液: _____

出口捕集器隔绝氧 温度维持在 $24^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 温度 _____ $\pm 3^{\circ}\text{C}$

材料编号	试样性能							试验应力(屈服强度的百分数)/%						溶液 pH ^d		热处理	备注 (表面状态和硫化氢水平)
	位 置	取 样 方 向	屈 服 强 度 ()	抗 拉 强 度 ()	延 伸 率 %	断 面 收 缩 率 %	硬 度 ()							开 始	结 束		
								断裂时间(h) NF=720 h 未断裂									

注: 如果不按照本标准, 应详细描述试验方法。

a 取样位置: 管材——外壁(OD)、中壁(MW)或内壁(ID); 实体——表面(S)、厚度四分之一(QT)、二分之一一半径心部、中心、边缘。

b 纵向或横向。

c 括号内单位为公制, 除非有其他说明, 屈服强度为 0.2% 塑性变形的应力。

d 应为在试样未破坏的最大应力下 pH 值。

10 方法 B: 弯梁试验

10.1 方法 B 标准弯梁试验用于评价受拉伸应力的碳钢和低合金钢在硫化氢的酸性水溶液中的抗开裂破坏性能。本方法可评价材料存在应力集中时的 EC 敏感性。弯梁试样尺寸简单, 便于试验小、局部和薄的材料。加载到特定挠度的弯梁试样, 可给出破坏/未破坏试验结果。当在不同的挠度下试验多组试样时, 可获得临界应力(S_c)。本试验方法的试验溶液不含氯化钠。碳钢和合金钢的实验室数据与现场数据是相关联的。

10.1.1 这部分给出了室温和常压下的试验步骤。对于高温和高压下试验, 第 8 章给出了特别说明。

10.1.2 方法 B 概括如下:

10.1.2.1 本方法涉及对一组试样中每个试样施加弯曲应力, 使之弯曲。然后把施加应力的试样暴露在试验环境中, 确定开裂破坏(或未破坏)。可用这些数据计算 S_c 值。

10.1.2.2 本方法是低柔度试样的恒挠度试验,计算的应力称为伪应力,因此没有反映以下几点:

- a) 试样上的实际应力或应力分布;
- b) 与塑性变形相关的弹性偏差;
- c) 试样上一个或多个裂纹生长时的应力下降。

因此,本方法不适于阈值应力的确定。

10.2 试样

10.2.1 弯梁试样宽 $4.57\text{ mm} \pm 0.13\text{ mm}$ 、厚 $1.52\text{ mm} \pm 0.13\text{ mm}$ 和长 $67.3\text{ mm} \pm 1.3\text{ mm}$ (见图 7)。加工后,放在干燥器或非阻化油中,以备试验。

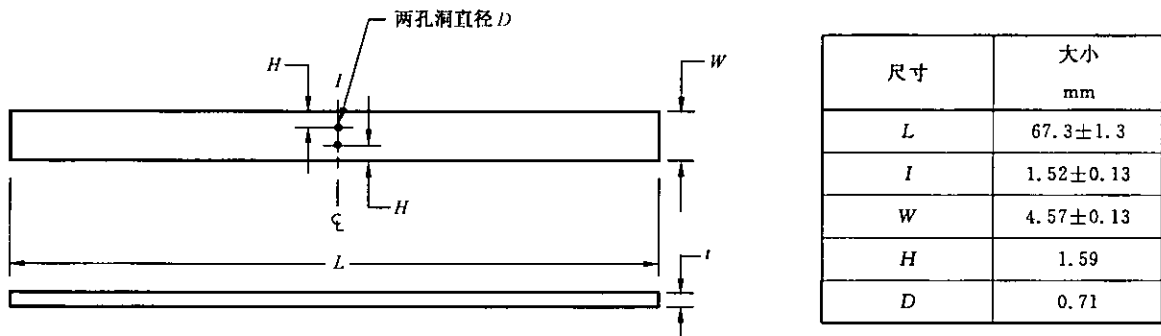


图 7 标准弯梁试样尺寸

10.2.2 为确定材料敏感性,一般须在给定样品中取(12~16)个试样。在试验报告中必须注明原材料上的取样位置和方向。

10.2.3 把试样铣到近似尺寸,然后研磨到最终尺寸。每边最后两道的切削量限制在 0.013 mm (小心防止过热)。最后表面粗糙度为 $0.81\text{ }\mu\text{m}$ 或更小。

10.2.4 如图 7 所示,在试样的中间钻两个直径 0.71 mm 孔,圆心距边缘 1.59 mm ,应在加工最终表面前钻孔。

10.2.5 试样标记

在距端头 13 mm 区域内压印或振动刻写。

10.2.6 试样清洗

10.2.6.1 用 240 粒度砂纸手工打磨试样的表面和边缘,打磨方向平行于试样的轴向。

10.2.6.2 用溶剂给试样脱脂,并用丙酮清洗。

10.2.6.3 清洗后,不能触摸或弄脏试样施加应力的部位。

10.3 试验溶液

10.3.1 试验溶液是用蒸馏水或去离子水配置的 0.5% (质量分数)的冰乙酸溶液。例如, 5.0 g 冰乙酸溶解在 995 g 蒸馏水或去离子水中。不添加氯化钠。

10.3.2 本方法未对试验溶液 A 和 B 的使用标准化。

10.4 试验设备

10.4.1 许多用于应力腐蚀试验的应力加载装置和试验容器可用于方法 B。相应的,下面的讨论着重于能满足试验项目和程序的设备特征。

10.4.2 试验使用三点弯曲的恒挠度装置(见图 8)。

10.4.3 没设在试验溶液中的试验装置应耐一般腐蚀(一般用 UNS S31600(0Cr17Ni12Mo2)不锈钢)。接触试样的装置部件必须电绝缘。

10.4.4 挠度计的刻度为 0.002 5 mm。

通过独立的或与加载装置一体的量具确定试样挠度。在设计适合特定情况下的挠度计时,应能测量试样中间的挠度。

10.4.5 试验容器

10.4.5.1 试验容器的体积应能保持每平方米试样表面有 30 mL±10 mL 溶液。推荐试验容器的最大体积为 10 L。

10.4.5.2 为防止氧污染试验溶液,在容器的进口和出口安装阀门。

10.4.5.3 在试样的下面安装烧结玻璃制成的起泡器,用于引进惰性气体和硫化氢气体。气泡不能冲击试样。

10.5 挠度计算

10.5.1 在梁挠度计算中使用了材料的估计伪应力(S_c)。对于碳钢和低合金钢,洛氏硬度 HR_c 在 22~24 时, S_c 值在 69 MPa 附近。当硬度增加时, S_c 值一般会下降。

10.5.2 把估计的 S_c 值的选择范围作为伪应力计算梁试样的挠度。

10.5.3 对于每一个伪应力值,用公式(3)计算试样挠度:

$$D = SL^2/6Et \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

D ——挠度;

S ——伪应力;

L ——梁长度;

E ——弹性模量;

t ——梁厚度。

L 和 t 值在图 7 中给出。公式假定试样处于弹性状态,忽略了孔洞附近的应力集中和高应力下试样的塑性。

10.6 试验程序

10.6.1 测量试样尺寸,用伪应力预期值计算挠度。

10.6.2 通过弯曲试样施加应力,表盘式测量计和装置的最小刻度为 0.002 5 mm。

为避免超过预期值,应小心弯曲。如果超过了预期挠度,可在更高的挠度下进行试验或放弃试验。

10.6.3 施加应力的试样清洁后,放入试验容器。

10.6.4 试验容器立即注入除氧的试验溶液并密封。除氧试验溶液在密封容器中制备,以 100 mL/min 的速度通入惰性气体,时间是每升溶液至少 1 h。试验溶液一旦放入试验容器中,应至少通入惰性气体 20 min。然后试验溶液以 100 mL/min~200 mL/min 的速度和每升溶液 20 min 的时间进行硫化氢饱和。

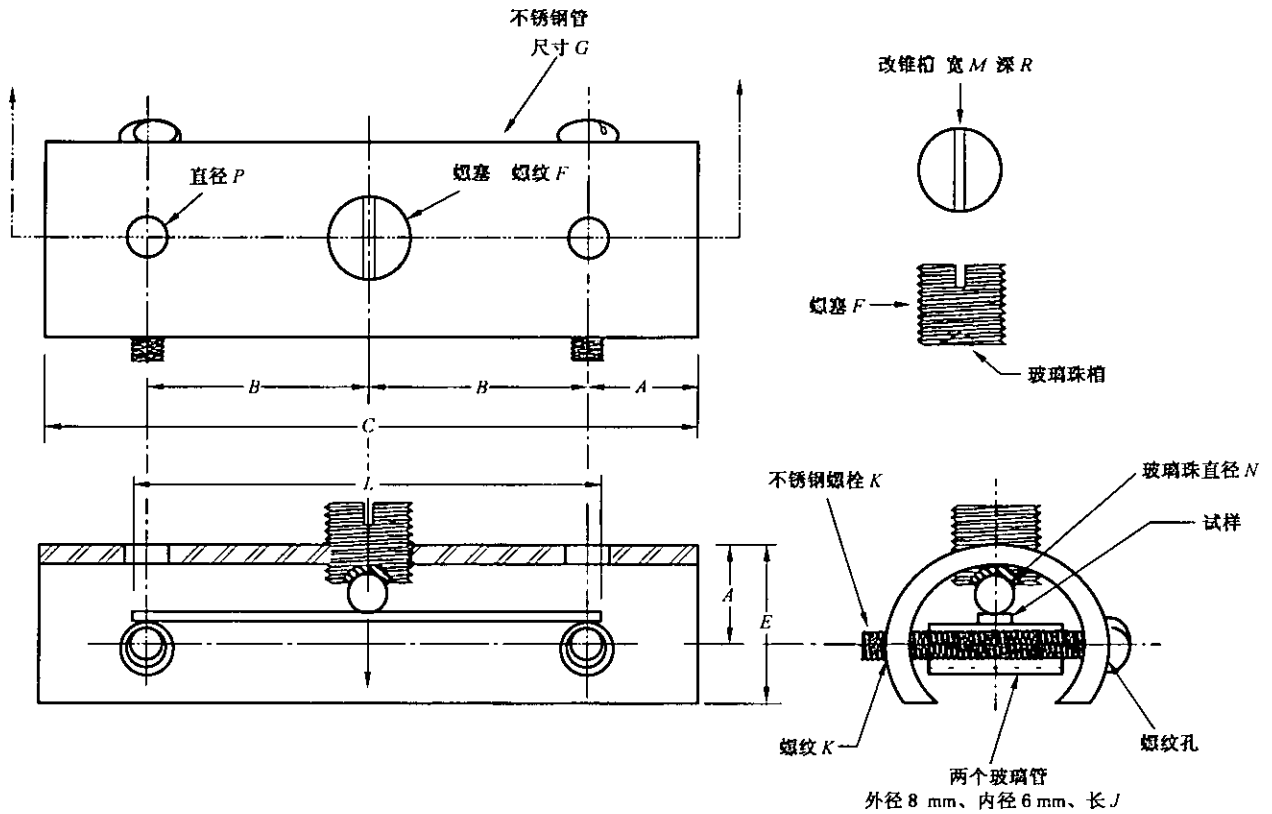
试验期间,对试验容器中的硫化氢定期补充,每升溶液补充时间 20 min~30 min,速率为 100 mL/min~200 mL/min,每周三次。在每周的第一天、第三天和第五天补充。

10.6.5 试样断裂或达到 720 h,试验结束。

10.6.6 为较准确的确定 S_c 值范围,有必要附加试样和重复试验。

10.7 破坏检查

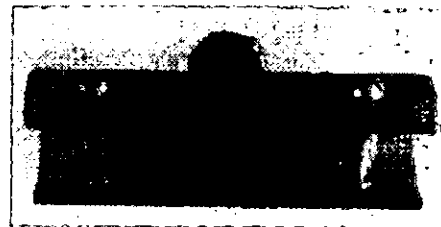
10.7.1 利用低倍双目显微镜目测确定裂纹的出现。如果试样只有一个或几个裂纹,试样形状可以发生显著变化,主要是扭曲,这有助于识别裂纹试样。然而,如果有许多裂纹存在,则形状变化不明显。因为腐蚀产物也许覆盖裂纹,必须仔细检查。为了确定裂纹,也许有必要进行机械清洗或金相检查。



尺寸	大小 mm
A	15.9
B	31.75±0.13
C	95.3
E	25.4
F ^a	M12×1.25
G ^a	25
J	19
K ^a	M6×40
M	1.6
N ^a	6.0
P	6.1
R	3.3

^a 与商用尺寸相同。

(a) 尺寸



(b) 照片

图 8 典型弯梁试样加载装置

10.7.2 试样开裂造成破坏。相应地在试样暴露后,清洗试样的表面,用手对试样进行 20 度的弯曲,在放大 10 倍下目测裂纹是否存在。发现裂纹存在,认为试样被破坏。

10.8 试验报告

10.8.1 提供破坏/未破坏数据和伪 S_c 应力值。断裂时间是可选的。

10.8.2 按公式(4)计算临界应力 S_c :

$$S_c(P_u) = \frac{\sum S(P_u)}{10^4} + 2\sum T \dots\dots\dots (4)$$

式中:

S ——用于计算梁挠度的标称外部轴向伪应力(P_s);

T ——试验结果(例如,+1为通过,-1为破裂);

n ——用于试验的试样总数量。

注:如果希望 S_c 是公制单位,首先应用 P_s 单位计算,然后转换为需要的单位。

在使用这种方法时,那些超过 $S_c \times 10^4$ 值 ± 210 MPa 的伪应力应被去除。

10.8.3 化学成分、热处理、力学性能和其他数据应在报告中给予说明。

10.8.4 表 2 给出推荐的数据报告格式。

11 方法 C:C 形环试验

11.1 方法 C 标准 C 形环试验用于评价在圆周加载(周向应力)下材料抗 EC 性能。特别适于管和棒的横向试验。C 形环的 EC 敏感性通常用断裂时间确定。弯曲到特定外部轴向应力水平的 C 形环给出了断裂/未断裂结果。当在不同的应力下对多组试样进行试验,可获得 EC 阈值应力。

这部分给出了常温和常压下的试验步骤。对于高温和高压下试验,第 4 章给出了特别说明。

11.2 试样

11.2.1 使用与 GB/T 15970.5 一致的无缺口 C 形环试样。C 形环的尺寸可在很宽的范围内变化,但不推荐使用外径小于 15.9 mm C 形环,因为增加了加工的难度和降低了施加应力的准确性。图 9 给出了典型的 C 形环试样,

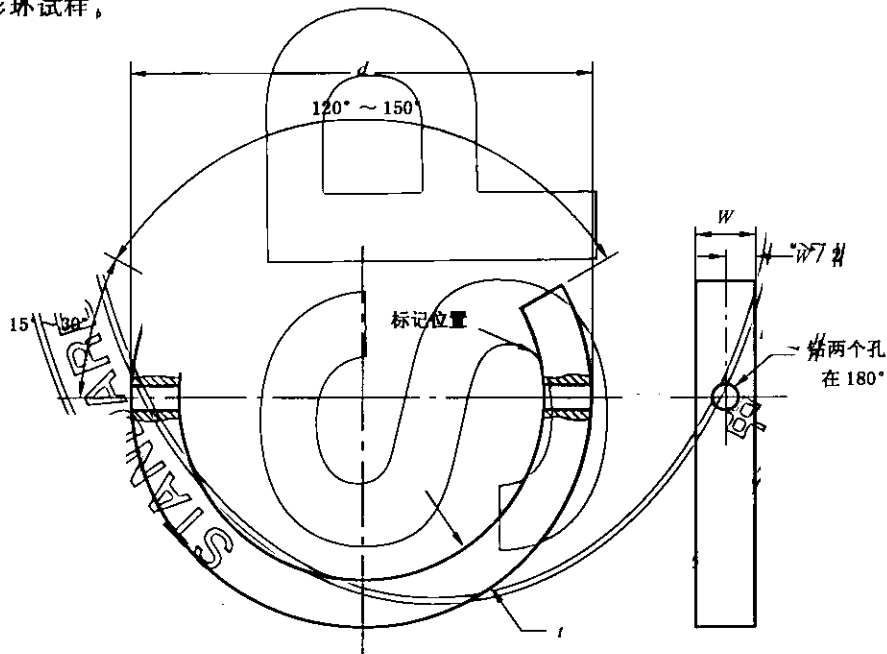


图 9 C 形环试样尺寸

11.2.2 周向应力可沿环的宽度上变化;变化范围取决于宽度/厚度(w/t)和直径/厚度(d/t)比值。 w/t 比值应在 2~10 之间, d/t 比值在 10~100 之间。

11.2.3 加载螺栓装置的材料应与试样相同或它们之间电绝缘,以避免电池效应。除非希望有电池效应。

11.2.4 机加工要求:最后两道的切削量不超过 0.05 mm,加工完成后主表面的粗糙度为 $0.81 \mu\text{m}$ 或更小。加工后,放在干燥器或非阻化油中,以备试验。

为了达到腐蚀试验的目的,通常使用高质量机加工表面。然而,管材或棒材的成品表面也可用于 C 形环试样的评价。除了机械抛光以外,使用任何抛光工序必须在试验报告中说明。

表 2 试验报告(第 1 部分)
方法 B: 弯梁试验

委托单位: _____ 委托日期: _____
 委托人: _____ 电话: _____ 试验室: _____
 合金牌号: _____ 材料类型: _____

化学成分 (质量分数)/%	炉号/编号					
C Mn Si P S Ni Cr Mo V Al Ti Nb N Cu 其他						
材料加工工艺过程、冶炼方法(如: OH、BOF、EF、AOD) ^a						
产品形式						
热处理 (规定时间、温度、冷却方式)						
其他 机械、热、化学、涂层处理 ^b						
注: 如果不按照本标准, 应详细描述试验方法。						
^a 熔炼过程: 平炉(OH), 氧气转炉(BOF), 电弧炉(EF), 氩氧脱碳(AOD)。 ^b 如: 冷加工、电镀、渗氮、预应变。						

表 2 试验报告(第 2 部分)
方法 B: 弯梁试验

试验日期: _____
 试样尺寸: 标准 非标准 标称直径: _____ 标距: _____
 试验设备: 统计 S_c 值
 试验溶液: 液压 A 溶液 B 其他溶液: _____
 出口捕集器隔绝氧 温度维持在 $24^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 温度 _____ $\pm 3^\circ\text{C}$

材料编号	试样性能						伪应力值 ^c ()				溶液 pH ^d		热处理	备注 (表面状态和硫化氢水平)	
	位置	取 ^b 样方向	屈 ^b 服强度 ()	抗拉强度	延伸率 ^c	断面收缩率 %	硬度 ()	断裂时间 (h) NF=720 h 未断裂				开始			结束

注: 如果不按照本标准, 应详细描述试验方法。

a 取样位置: 管材——外壁(OD)、中壁(MW)或内壁(ID); 实心体——表面(S)、厚度四分之一(QT)、二分之一半径心部(C)或边缘。
 b 纵向或横向。
 c 括号内单位为公制, 除非有其他说明, 屈服强度为 0.2% 塑性变形的应力。
 d 应在试样破坏的最大应力下 pH 值。

11.2.5 试样标记

可在试样端部压印或振动刻写。

11.2.6 试样清洗

11.2.6.1 试验前, 试样用溶剂脱脂和丙酮清洗。

11.2.6.2 清洗后, 试样的试验部位不能触摸或弄脏。

11.3 试验溶液

11.3.1 试验溶液 A 含有 5.0% (质量分数) 氯化钠和 0.5% (质量分数) 冰乙酸, 用蒸馏水或去离子水配制。例如, 50.0 g 氯化钠和 5.0 g 冰乙酸溶解在 945 g 蒸馏水或去离子水中。一般使用试验溶液 A, 除非要求使用试验溶液 B。

11.3.2 要求起始的 pH 值在 3.4~3.6 之间时, 使用试验溶液 B, 含有 5.0% (质量分数) 氯化钠、0.4% (质量分数) 乙酸钠和 0.23% (质量分数) 冰乙酸, 用蒸馏水或去离子水配制。溶液应与试验溶液 A 一样, 用硫化氢饱和。

11.4 试验设备

11.4.1 为了给 C 形环试样施加应力, 试验设备应包含测量精度为 0.025 mm 的量规或等效量具、适合加载螺栓装置的扳手和固定装置。

在通过加载螺栓或 C 形环端部进行加载时, C 形环试样应被固定。不能在 C 形环的中间试验段固定。

11.4.2 试样的支承方式应使受力部位只与腐蚀介质接触。

11.4.2.1 支承装置应用与试验介质相容的材料制造。

11.4.2.2 应避免试样、支承装置和容器间的电池效应。例如, 用套管或垫圈在 C 形环和支承装置间绝缘。

11.4.3 试验容器

11.4.3.1 试验容器的体积应能保持每平方厘米试样表面有 30 mL±10 mL 溶液。

11.4.3.2 在试样的下面安装烧结玻璃制成的起泡器,用于引进惰性气体和硫化氢气体。气泡不能冲击试样。

11.5 挠度计算

11.5.1 为了获得 C 形环试样上的预期应力,用公式(5)计算挠度:

$$D = \frac{\pi d(d-t)S}{4tE} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

D ——通过螺栓孔试样的挠度;

d ——试样外径;

t ——试样厚度;

S ——预期外部轴向应力;

E ——弹性模量。

11.5.1.1 通过公式(5)计算的挠度应被限制在材料弹性极限以下的应力。对于许多耐蚀合金(CRA_s)弹性极限比规定非比例延伸强度 $R_{p0.2}$ 稍低。弹性极限以下的挠度值可通过材料的应力-应变曲线和 C 形环的应变-挠度特征值进行计算。

11.5.1.2 为了 100% 施加 0.2% 塑性形变的屈服强度,用 $S_y + E(0.002)$ 代替公式(5)中的 S 计算挠度。这种关系不是对所有的合金体系有效,应在用于碳钢和低合金钢以外的材料前检查。

11.5.1.3 试样在施加弹性极限和规定非比例延伸强度 $R_{p0.2}$ 之间的应力下的挠度计算公式不存在。

11.5.2 把电阻应变计应用于 C 形环试样,可直接确定挠度。

每个 C 形环垂直于螺栓轴的外径上测量应变。通过监控应变计,紧固螺栓到合适的应变。然后移去应变计和残留的胶。按 10.2.6 中程序清洗 C 形环。

11.6 试验程序

11.6.1 测量试样尺寸和计算相应 C 形环挠度。

11.6.2 通过加载螺栓装置对 C 形环试样施加应力至计算的挠度,测量精度为 0.025 mm。

在螺栓轴中心线上测量挠度,可在外径、内径或它们中间测量挠度,注意保持测量点的连续性。如果超过了预期挠度值,可在更高挠度下进行试验或放弃试样。

11.6.3 清洁试样并放入试验容器。

11.6.4 试验容器立即注入除氧的试验溶液并密封。除氧试验溶液在密封容器中制备,以 100 mL/min 的速度通入惰性气体,时间是每升溶液至少 1 h。试验溶液一旦放入试验容器中,应至少通入惰性气体 20 min。然后试验溶液以 100 mL/min~200 mL/min 的速度和每升溶液 20 min 的时间进行硫化氢饱和。

11.6.5 在试验期间,以低流速(每分钟几个气泡)维持硫化氢在试验容器和出口捕集器间连续流动。这样维持了硫化氢浓度和微正压,以防止空气通过小漏隙进入试验容器。

11.6.6 试样断裂或达到 720 h,试验结束。

11.7 破坏检查

对 EC 敏感性高的高应力 C 形环试样,倾向于贯穿整个厚度断裂或有明显断裂的方法。然而,较高抗 EC 性能的合金,常常开裂最初缓慢,并且难于发现。小裂纹可以在许多部位开始,并被腐蚀产物所掩盖。通过在放大 10 倍下检查,最好把发现的第一条裂纹作为破坏判据。一个暴露裂纹的替代方法是对暴露后的 C 形环试样施加试验应力以上的应力,由 EC 造成的裂纹和机械破坏造成的裂纹的断裂表面特征是不同的。

11.8 试验报告

11.8.1 提供每种应力水平下的断裂/未断裂数据,如果记录了断裂时间,也应提供。

11.8.2 化学成分、热处理、力学性能和其他数据应在报告中给予说明。

11.8.3 表 3 给出推荐的数据报告格式。

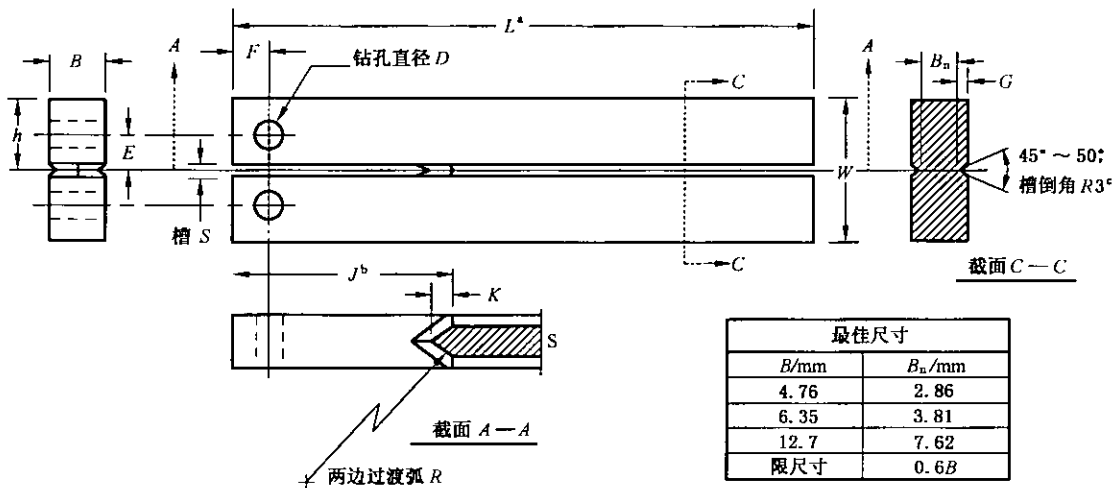
12 方法 D: 双悬臂梁(DCB)试验

12.1 方法 D 标准双悬臂梁(DCB)试验可以测量金属材料的抗 EC 扩展性能,通过使用延迟裂纹类型的断裂力学试验,获得临界应力强度因子,SSC 为 $K_{I\text{SSC}}$,EC 为 $K_{I\text{EC}}$ 。方法 D 不依赖是否有点蚀坑和/或裂纹产生,因为在正常试验中一般都有裂纹产生。对于碳钢和低合金钢的 SSC 试验,这种方法所需时间很短。方法 D 直接给出了裂纹扩展速率值,不再用断裂/未断裂结果进行评价。

本章说明了室温和常压下 DCB 试验的步骤和 $K_{I\text{SSC}}$ 的计算。在高温高压下试验,必须遵循第 8 章的特殊规定。计算应力强度因子写作 $K_{I\text{EC}}$ 。计算 $K_{I\text{EC}}$ 的公式与下面的计算 $K_{I\text{SSC}}$ 的公式相同。然而,下面关于 SSC 条件下材料行为的描述与一般 EC 条件下的描述不相符。

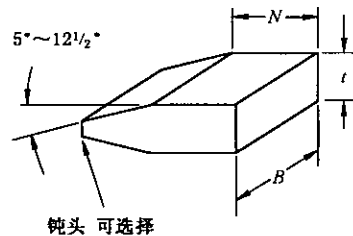
12.2 试样

12.2.1 标准试样称为 DCB 试样,图 10a 给出其设计。用双斜面楔块对试样加载(见图 10b)。双斜面楔块使用与试样相同或同类材料制作。楔块材料可用热处理或冷作硬化来增加其硬度,这样有助于防止在楔入时的磨损。为降低楔块区域的腐蚀,可用聚四氟乙烯(PTFE)胶带保护楔块。



- a 如果推测抗开裂性能差,可使用长度 U;
- b 厚度 X、深 Y 的小火花槽(EDM)可替代 V 形裂纹槽;
- c 槽的公差为 Z。

尺寸	大小 mm
B	9.53±0.05
B _n	5.72±0.05
D	4.85
E	6.4+0.2/-0.0
F	6.35±0.10
G	1.91±0.05
h	12.70±0.05
J	38.10±1.59
K	3.17±0.77
L	101.60±0.59
M	51±13
N	6.35±0.10
R	0.25±0.05
S	2.38±0.05
U	130
W	25.40±0.05
X	0.3
Y	41.3
Z	±0.05



注: t 必须能提供足够的悬臂位移。

(a) 设计

(b) 双面楔块

图 10 DCB 试样

12.2.2 标准试样厚度应为 9.53 mm,图 10a 给出了完整的尺寸。当试验的材料太薄不能满足要求时,可以考虑图中注明的其他厚度。一些碳钢和低合金钢的小尺寸试样比标准试样 K_{ISSC} 值低,观测到的差异高达 37%。有必要进一步研究以量化这种影响。

12.2.3 如果管材产品的外径和壁厚比值大于 10,可用管材原厚度制样。边槽应为壁厚的 20%,这样可以保证梁腹厚度(B_a)为壁厚的 60%。

12.2.4 加工边槽时必须避免过热和冷作硬化。最后两道切削量应为 0.05 mm。如果研磨不会使材料硬化,也可使用这种方法。

表 3 试验报告(第 1 部分)
方法 C:C 形环试验

委托单位: _____ 委托日期: _____
 委托人: _____ 电话: _____ 试验室: _____
 合金牌号: _____ 材料类型: _____

化学成分 (质量分数)/%	炉号/编号					
C						
Mn						
Si						
P						
S						
Ni						
Cr						
Mo						
V						
Al						
Ti						
Nb						
N						
Cu						
其他						
材料加工工艺过程、冶炼方法(如: OH、BOF、EF、AOD) ^a						
产品形式						
热处理 (规定时间、温度、冷却方式)						
其他 机械、热、化学、涂层处理 ^b						
注: 如果不按照本标准,应详细描述试验方法。						
^a 冶炼过程: 平炉(OH), 氧气转炉(BOF), 电弧炉(EF), 氩氧脱碳(AOD)。						
^b 如: 冷加工、电镀、渗氮、预应变。						

表 3 (第 2 部分)
方法 C:C 形环试验

试验日期: _____
 试样尺寸: 外径: _____ 壁厚: _____ 宽度: _____
 试验设备: 螺栓材料与试样相同
 弯曲校正
 试验溶液: 溶液 A 溶液 B 其他溶液: _____
 出口捕集器隔绝氧 温度维持在 24℃±3℃ 温度 _____ ±3℃

材料编号	试样性能						施加应力(屈服强度的百分数)/%						溶液 pH ^d		热处理	备注 (表面状态和硫化氢水平)	
	位 ^a 置	取 ^b 样方向	屈 ^c 服强度()	抗拉强度()	延伸率 %	断面收缩率 %	硬 度 ()							开始			结束
								断裂时间(h) NF=720 h 未断裂									

注: 如果不按照本标准,应详细描述试验方法。

^a 取样位置: 管材——外壁(OD)、中壁(MW)或内壁(ID); 实心体——表面(S)、厚度四分之一(QT)、二分之一半径心部、中心、边缘。
^b 纵向或横向。
^c 括号内单位为公制,除非有其他说明,屈服强度为 0.2% 塑性变形的应力。
^d 应为在试样未破坏的最大应力下 pH 值。

12.2.5 在低 $K_{I_{SSC}}$ (22 MPa·m^{1/2}~27 MPa·m^{1/2}) 或裂纹萌生困难的试验材料中,例如,低屈服强度材料,见图 10 a 中注明的电火花开槽或疲劳预裂纹分别对避免侧向开裂或促使 SSC 是有益的。

对于标准尺寸的试样,疲劳预裂纹可通过 30 Hz、载荷变化 310 N~3 100 N 条件下加载获得。为了避免残余压应力,预制裂纹时的最大 K_I 不应超过楔块造成的预期初始 K_I 的 70%。

12.2.6 试样标记

DCB 试样每个侧臂都应标记,压印或振动刻写在两个孔洞附近或非楔块加载端。

12.2.7 尺寸检查

应测量试样 B 、 B_n 、 $2h$ 和孔洞中心的距离(应使用刃型千分尺测量 B_n)。任何超出图 10 a) 中规定范围的数值都应记录,将来用于计算 $K_{I_{SSC}}$ (见 11.6.3)。

12.2.8 试样清洗

试样必需溶剂脱脂和丙酮清洗。

12.3 试验溶液

12.3.1 试验溶液 A 含有 5.0%(质量分数)氯化钠和 0.5%(质量分数)冰乙酸,用蒸馏水或去离子水配制。例如,50.0 g 氯化钠和 5.0 g 冰乙酸溶解在 945 g 蒸馏水或去离子水中。尽管没有规定初始 pH 值,但希望 pH 值在 2.6~2.8 之间。一般使用试验溶液 A,除非要求使用试验溶液 B。

12.3.2 试验溶液 B,含有 5.0%(质量分数)氯化钠、0.4%(质量分数)乙酸钠和 0.23%(质量分数)冰

乙酸,用蒸馏水或去离子水配制。初始 pH 值应在 3.4~3.6 之间时。

注:对于高抗开裂材料,使用较高的 pH 值环境时,推荐使用预制疲劳裂纹和/或更高的初始悬臂位移。

12.3.3 随后按 12.5.7 中所述,用硫化氢对试验溶液(溶液 A 或 B)进行饱和。

12.4 试验设备

12.4.1 使用的试验容器体积应能容纳大约每个试样 1 L 的溶液量(试验溶液量与试样表面积之比 $10 \text{ mL/cm}^2 \sim 15 \text{ mL/cm}^2$),为了便于溶液饱和,试验容器最大体积不应超过 10 L。

12.4.2 为保证试样的间隔和方位一致,推荐使用有槽的基板或其他试样支架(电绝缘)。

12.4.3 为了便于整个楔块楔入,与试样端部齐平,可把小楔块加载装置与台虎钳的钳口相连。

12.4.4 在试样的下面安装烧结玻璃制成的起泡器,用于引入惰性气体和硫化氢气体。气泡不能冲击试样。

12.5 试验程序

12.5.1 根据 12.2.8.1 清洗试样。

12.5.2 用 12.2.5.1 中方法制备有预裂纹的 DCB 试样。

12.5.3 测量狭槽厚度,建议用塞尺测量。因为初始应力强度影响碳钢和低合金钢的最终 $K_{I \text{SSC}}$,应选择达到表 4 中悬臂位移的抗 SSC 级钢的楔块厚度。每种等级的悬臂位移不应超过表 4 中相应的上限。

为试验其他等级的碳钢和低合金钢,表 2 中的允许悬臂位移也为楔块的选择提供了指导。对其他选定的合金,表 5 为选择楔块厚度提供指导。当试验屈服强度在 550 MPa 以下的钢时,可用公式(6)计算悬臂位移(δ),其中 YS 是屈服强度:

$$\delta(\text{mm}) = \left[2.02 - \frac{YS(\text{MPa})}{530} \pm 0.13 \text{ mm} \right] \dots\dots\dots (6)$$

12.5.3.1 测量试样加载孔洞的初始间距,用于确定实际悬臂位移。

12.5.3.2 选择楔块厚度,使悬臂位移位于预期范围的中间,因为很难获得准确的悬臂位移。

12.5.3.3 把楔块压入狭槽,与试样端部齐平。

12.5.3.4 再次测量孔洞间距,然后计算实际的悬臂位移(δ)。对于表 5 中的抗 SSC 碳钢和低合金钢,如果实际悬臂位移低于预期范围,可插入新的楔块获得满意的位移。如果实际悬臂位移高于预期范围,应移走楔块,并且再次加载试样前,扩大 EDM 狭槽或疲劳预裂纹以穿过材料塑性变形区。

12.5.4 试样用溶剂脱脂和丙酮清洗。

注:疲劳预裂纹试样应刷洗,而不是浸泡。

12.5.5 试样放入试验容器中。

12.5.6 将除氧的试验溶液注入试验容器。除氧溶液可在密封的容器中制备,以 100 mL/min 的速度通入惰性气体,时间是每升溶液至少 1 h。一旦溶液在试验容器中,容器密封后至少用惰性气体除氧 20 min。惰性气体除氧可以确保在引入硫化氢时溶液无氧(见附录 B)。在注入硫化氢前,如果其他除氧和转移方法可获得完全除氧条件,也可使用。当硫化氢进入试验容器时,氧污染很明显,溶液会浑浊(不透明)。硫化氢进入时若试验溶液变得不透明,表明试验失效。试样应被移出和清洗,重复试验溶液的补充、转移和除氧步骤。

12.5.7 试验溶液以至少 100 mL/min 的速度和每升溶液至少 20 min 的时间进行硫化氢饱和。在试验期间,以低流速(每分钟几个气泡)维持硫化氢在试验容器和出口捕集器间连续流动。这样维持了硫化氢浓度和微正压,以防止空气通过小漏隙进入试验容器。

12.5.8 碳钢和低合金钢的试验时间应为 14 d。对于不锈钢、镍基、镍钴基、钛基或锆基合金,为确保裂纹停止生长,可延长试验时间。这些材料的试验时间至少 30 d。试验时间应为各相关方所同意,并记录进试验报告中。

12.5.9 清除试样上的腐蚀产物,可用蒸汽冲刷、喷丸或喷砂和任何不去除金属的方法。

12.5.10 获得载荷-位移曲线,移去楔块。在这条上升斜线的突变处就是平衡楔入载荷(P)。

12.5.11 移走楔块后,用机械方式张开 DCB 试样暴露裂纹表面,可使用拉伸机。对于铁素体钢,试样在液氮中冷却后,用锤或凿把悬臂劈开。

表 4 API 和其他等级的油田管线用钢的悬臂位移

等级 ^a	屈服强度范围	允许悬臂位移(δ)
	MPa	mm
L-80	552~655	0.71~0.97
C-90	621~724	0.64~0.89
C-95, T-95	655~758	0.58~0.84
100 级 ^b	689~793	0.51~0.76
105 级 ^b	724~827	0.46~0.71
110 级 ^b	758~862	0.38~0.64
P-110	758~965	0.25~0.64
Q-125	862~1 030	0.25~0.51

^a 除非注明,均为 API 等级。
^b 非 API 等级。

表 5 根据选择的合金和强度推荐的悬臂位移

材料屈服强度 MPa	悬臂位移 δ /mm				
	低合金钢 ^b	CA-6NM	双相不锈钢	C-876	Ti-3-8-6-4-4
552	0.71~1.07	0.64~0.89	—	—	—
621	0.58~0.89	0.46~0.71	—	—	—
689	0.48~0.79	0.20~0.46	—	—	—
827	0.33~0.58	—	0.89~1.02	—	—
965	0.20~0.46	—	0.64~0.89	—	1.02~1.52
1 100	0.18~0.38	—	—	1.27~1.78	—
1 240	0.15~0.30	—	—	1.02~1.27	—

^a 这些数值与指定屈服强度相对应,没有涵盖一个屈服强度范围,因此,使用者应根据合金的实际屈服强度确定。
^b 对于油田管线钢,见附录 A。

12.6 确定 $K_{I,SSC}$

12.6.1 检查断裂表面的特征:

- 在人字形断口、EDM 狭槽或疲劳预裂纹的基础上,裂纹至少扩展了 2.5 mm;
- 如果裂纹前端是非平面断口,凸形表面不应突出在边槽的 V 形部位以上;
- 裂纹尖端不应被钉扎,钉扎的原因有内部裂纹和裂缝;
- 裂纹尖端不应被其他裂纹干扰,这些裂纹可会聚在试样较厚部位的裂纹面上;
- 裂纹不应分叉进入一个或两个侧臂中(次裂纹);
- 裂纹尖端距未开槽端至少 25 mm;
- 在断裂面的边缘,原壁厚(弧面)试样的裂纹尖端不能紧靠管的内壁。

12.6.2 如果断口表面满足 12.6.1 中各项要求,认为试验有效。用卡尺测量试样开槽端到裂纹尖端平均位置的距离,这个距离减去 6.35 mm 得到裂纹长度(a)。如果有疑问,可在侧臂分离前使用染色法或分离后用扫描电镜来检查 SSC/脆性(过载)断口分界位置。

12.6.3 平板试样的 SSC 应力强度因子应根据公式(7)计算:

$$K_{I\text{SSC}}(\text{平板 DCB 试样}) = \frac{Pa(2\sqrt{3} + 2.38h/a)(B/B_n)^{1/\sqrt{3}}}{Bh^{3/2}} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- $K_{I\text{SSC}}$ ——SSC 的临界应力强度因子;
- P ——在加载面上测量的平衡楔入载荷;
- a ——12.6.2 中描述的裂纹长度;
- h ——每个悬臂高度;
- B ——试样厚度;
- B_n ——梁腹厚度。

注:对于 12.2.7.1 中任何超出规定公差范围的实际尺寸,用来计算 $K_{I\text{SSC}}$,而不是使用标称尺寸来计算。

12.6.3.1 计算校验

数据:

- $B=9.53 \text{ mm};$
- $B_n=5.72 \text{ mm};$
- $h=12.7 \text{ mm};$
- $P=1\ 870 \text{ N};$
- $a=46.48 \text{ mm};$
- $K_{I\text{SSC}}=35.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}。$

12.6.4 原壁厚(弧面)试样 SSC 的应力强度因子按公式(8)计算:

$$K_{I\text{SSC}}(\text{弧面 DCB 试样}) = \left(\frac{3I}{Bh^3}\right)^{1/2} K_{I\text{SSC}}(\text{平板 DCB 试样}) \dots\dots\dots(8)$$

$K_{I\text{SSC}}$ (平板 DCB 试样)由公式(7)计算,参数 I 由公式(9)计算。

$$I = -\frac{h}{4} \left(\frac{D^2}{4} - h^2\right)^{3/2} + \frac{D^2 h}{32} \left(\frac{D^2}{4} - h^2\right)^{1/2} + \frac{D^4}{128} \sin^{-1}\left(\frac{2h}{D}\right) + \frac{h}{4} \left[\left(\frac{D}{2} - B\right)^2 - h^2\right]^{3/2} - \frac{h}{8} \left(\frac{D}{2} - B\right)^2 \left[\left(\frac{D}{2} - B\right)^2 - h^2\right]^{1/2} - \frac{1}{8} \left(\frac{D}{2} - B\right)^4 \sin^{-1}\left(\frac{2h}{D-2B}\right) \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- B 和 h 与 12.6.3 中相同;
- D ——管材外径。

数值分析和试验结果表明,弧面试样的修正系数仅导致在 $K_{I\text{SSC}}$ 值上最多增加几个百分数。

12.6.4.1 计算校验

数据:

- $D=193.7 \text{ mm};$
- 其他数据见 12.6.3.1。

结果:

$$K_{I\text{SSC}}=35.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$$

12.7 试验报告

- 12.7.1 对于有效试验,应报告每套试样中每个试样的 $K_{I\text{SSC}}$ 值。给出每个试样的悬臂位移。
- 12.7.2 提供化学成分、热处理、力学性能和其他数据。
- 12.7.3 表 6 给出推荐的数据报告格式。

表 6 试验报告(第 1 部分)

方法 D: 双悬臂梁试验

委托单位: _____ 委托日期: _____

委托人: _____ 电话: _____ 试验室: _____

合金牌号: _____ 材料类型: _____

化学成分 (质量分数)/%	炉号/编号					
C						
Mn						
Si						
P						
S						
Ni						
Cr						
Mo						
V						
Al						
Ti						
Nb						
N						
Cu						
其他						
材料加工工艺过程 冶炼方法(如 OH、BOF、EF、 AOD) ^a						
产品形式						
热处理 (规定时间、温度、 冷却方式)						
其他 机械、热、化学、 涂层处理 ^b						
注: 如果不按照本标准, 应详细描述试验方法。						
^a 冶炼过程: 平炉(OH), 氧气转炉(BOF), 电弧炉(EF), 氩氧脱碳(AOD)。						
^b 如冷加工、电镀、渗氮、预应变。						

表 6 (第 2 部分)
方法 D: 双悬臂梁试验

试验日期: _____
 试样尺寸: 标准 非标准; 厚度 _____ 高度(2h): _____ 长度: _____
 电偶对 _____ 疲劳预裂纹 EDM 裂纹
 弯曲校正
 试验溶液: 溶液 A 溶液 B 其他溶液: _____
 出口捕集器隔绝氧 温度维持在 24℃±3℃ 温度 _____ ±3℃

材料编号	试样性能							有效试验数据								溶液 pH ^d		热处理	备注 (表面状态和硫化氢水平)
	位 置	取 样 方 向	屈 服 强 度 ()	抗 拉 强 度 ()	延 伸 率 %	断 面 收 缩 率 %	硬 度 ()	悬臂位移 (δ)()				K _{I SSC} 或 K _{I EC} ()				开 始	结 束		
								1	2	3	4	1	2	3	4				

注: 如果不按照本标准, 应详细描述试验方法。

a 取样位置: 管材——外壁(OD)、中壁(MW)或内壁(ID); 实体——表面(S)、厚度四分之一(QT)、二分之一半径心部、中心、边缘。
 b 纵向或横向。
 c 括号内单位为公制或英制, 除非有其他说明, 屈服强度为 0.2% 塑性变形的应力。
 d 应为在试样未破坏的最大应力下 pH 值。

附录 A

(规范性附录)

处理硫化氢时的安全注意事项

A.1 对环境和人身安全的危害

硫化氢造成的工业中毒事故可能比任何其他单一化学药品要多。这些事故中许多是致命的。应谨慎处理硫化氢,使用硫化氢的任何试验都应仔细部署。对于 8 h 工作制的场所空气的最大允许浓度为 20×10^{-6} (体积浓度),大大超过了嗅觉能察觉的水平。根据浓度的不同,暴露在这种气氛中 2 min~15 min,嗅觉神经会变得迟钝。因此,嗅觉并不是完全可靠的报警系统。

下面简要阐述人体对各种浓度硫化氢的生理反应。在 150×10^{-6} (ppm)~ 200×10^{-6} (ppm) 气氛中长期停留会导致肺水肿,恶心、胃痛、打嗝、咳嗽、头痛、头昏眼花和水肿是中毒征兆。这样的暴露极有可能引起肺的并发症,如肺炎。在 500×10^{-6} (ppm) 下,通常 30 min 内失去知觉,导致急性中毒反应。在 700×10^{-6} (ppm)~ $1\,000 \times 10^{-6}$ (ppm) 内,不超过 15 min 就失去知觉,30 min 内死亡。浓度超过 $1\,000 \times 10^{-6}$ (ppm) 时,一口深呼吸就会瞬间失去知觉,接着因呼吸完全失效和心跳停止而迅速死亡。

A.2 火灾和爆炸危险

硫化氢是可燃气体,燃烧产物是有毒的二氧化硫。此外,它在空气中的爆炸极限范围为 4.0%~4.6%。应采取相应的预防措施防止这些危险的发生。

A.3 试验期间推荐的安全步骤

硫化氢的储存和使用必须符合相关的国家安全和环保要求。

试验应在通风良好、能排除全部硫化氢的通风橱中进行。保持低硫化氢流速,使排放量降到最低。为了进一步减少硫化氢气体的排放量,可用 10% 氢氧化钠溶液吸收排放气体,此溶液需定期更新。应采取措施防止硫化氢气流受阻时氢氧化钠溶液倒流进入试验容器。在使用硫化氢时,应具备有适当的安全措施。

应特别注意压力调节器上的输出压力,因为向下液流压力会因腐蚀产物、碎片和其他阻塞物的积累而增大,干扰了低流速的调节。储气钢瓶应牢固地固定,防止钢瓶翻倒和头部破损。硫化氢在钢瓶内是液态,通过称钢瓶的重量可以测量消耗量。应经常检查压力表,因为最后一点液态硫化氢蒸发后,压力从 1.71 MPa 下降到常压所需时间很短。当达到 0.52 MPa~0.69 MPa 时,调节器的控制不稳定,应替换钢瓶。不允许在不关闭阀门或断开进气管路的情况下停止气流,否则溶液将继续吸收硫化氢,并倒流进入管线、调节器,甚至进入硫化氢钢瓶。应在管线上安装截止阀,在截止阀正常工作时,可以防止上述问题的发生。万一发生事故,应尽快安全排除剩余硫化氢,并通知制造商特别注意这个钢瓶。

附 录 B
(规范性附录)
EC 试验方法的补充说明

B.1 试剂纯度要求理由

对于水中杂质主要涉及两个方面,碱性和酸性缓冲成分,它们会改变溶液的 pH 值,有机和无机化合物可能会改变腐蚀反应的本质。氧化剂会把部分硫化氢转变成可溶性产物,例如,多硫化物和连多硫酸,它们会影响腐蚀过程。

碱性材料(如碳酸镁和硅铝酸钠)经常加入到商业级的氯化钠中,以保证松散特征,可能影响 pH 值。

为了获得气体中较低的硫化氢分压,需将氮气(或其他惰性气体)与硫化氢不断混合,这样溶液可获得较低的硫化氢浓度。这种情况下,氮气或其他惰性气体中的痕量杂质氧极为关键,氧化产物的积累会导致腐蚀率和/或渗氢速度变化(见除氧原因)。

B.2 试样加工

所有的机加工操作均应谨慎和缓慢,以至不会过热、过切削和冷作硬化而影响材料的物理性能。要获得一致的 SSC 试验结果,一致的表面状态是必须的。

B.3 除氧原因

获得和维持最小氧含量的环境是十分重要的,因为实际应用和实验室研究均已证明它的明显效果:

- a) 含硫化氢盐水中的氧杂质可导致腐蚀率的剧烈增加,有两个数量级。一般而言,氧也可减少氢的还原和进入金属。但系统地研究还没有文献报道;
- b) 有时少量的氧或聚硫氨被加入到炼油厂的水蒸气中,pH 值控制在 8 附近,减少了腐蚀和氢脆。

没有足够的定义和分类这些现象对 EC 的影响,应采纳合理的措施除氧。这个标准列举的措施把氧的影响降到最低,而没有增加成本、困难或复杂性。

B.4 警告

清洗溶剂如三氯乙烯、丙酮或其他碳氢溶剂,如果是吸入或渗入皮肤可能是危险的,许多氯化碳氢化合物被怀疑是致癌物,应在合适安全措施下使用。