



代号: A262-15(2021)

奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感性检测方法¹

本标准在固定代号A 262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(ε)表示上次修订或重审以来的编辑变更。

本标准已经国防办公室批准使用。

1. 范围

1.1 本规范包括以下五个实验:

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(4至13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(14至25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(26至36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(37至46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(47至58章)。

1.2 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)。浸蚀试验仅适用于那些在各个热酸试验中所列出的级别,试样归类为“可接收的”或“可疑的”。

1.3 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-硫酸铜-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。

1.4 在这些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。这些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、点蚀或应力腐蚀裂纹。

注1:见附录X1中关于测试选择的信息。

1.5 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。

1.6 本标准并不意味涉及与其应用相关的所有安全问题。本标准的使用者有责任制定适宜的安全、健康和环境操作规章,并在使用前确定规定的适用范围。在10.1、20.1.1、20.1.9、31.3、34.4、53.1.1和53.1.10中给出特别风险声明。

1.7 本国际标准是根据世界贸易组织贸易技术壁垒(TBT)委员会发布的“关于制定国际标准、指南和建议的原则的决定”中国际公认的标准化原则制定的。

2 参考文件

2.1 ASTM标准:²

A370 钢产品力学试验的试验方法和定义

A380/A380M 不锈钢零件、设备及系统的清洁、除锈和钝化规程

D1193 试剂用水规格

E3 金相试样制备指南

¹ 本规范隶属ASTM A01“钢、不锈钢、相关合金”委员会管辖,并由A01.14“腐蚀试验方法”分委会负责。

现行版本于2021年9月1日批准,2021年9月发布。最初版本为1943年,上一版本为2015年批准的A262-15。分类号:

10.1520/A0262-15R21。

² 所引用的ASTM标准,请访问ASTM官方网站www.astm.org,或联系service@astm.org美国ASTM客户服务。ASTM新版标准资料请参考ASTM网站页面上标准的文件摘要。

*标准主要修订履历见末尾

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States.

2.2 ASME标准：³

BPVC ASME锅炉和压力容器规范，第IX卷

2.3 ACS规格：⁴

ACS试剂化学品规范和程序

2.4 ISO 标准：⁵

ISO 3651-2 不锈钢抗晶间腐蚀能力的测定 - 第 2 部分：铁素体、奥氏体和铁素体-奥氏体（双相）不锈钢 - 在含硫酸介质中的腐蚀试验

3 试剂的纯度

3.1 试剂的纯度—在所有测试中应使用试剂级化学品。除非另有说明，所有的试剂应符合美国化学学会⁶分析试剂委员会可用的规格。也可使用其它的等级，但应首先确定该试剂有足够高的纯度，它的使用不会降低测试结果的准确性。

3.2 水的纯度—除非另有说明，所提及的水应为规范D1193中定义的IV型试剂水。

实验 A 奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的乙二酸浸蚀试验(1)⁷

4 范围

4.1 乙二酸浸蚀试验供验收材料用，但不供拒收材料用。把A262实验A作为一个独立的试验使用，可能会拒收在相应热酸试验中可能会接受的材料，这种使用在本实验范围之外。

4.2 本实验的目的是结合实验中所述的其它评估试验，用来提供定性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15~240小时的各种热酸类试验中具有低腐蚀率。借助其浸蚀结构识别这些试样，按照第11章给出的标准进行分类。

4.3 乙二酸浸蚀试验可用于筛选要在实验B—硫化铁-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。

4.4 其它每个实验有一图表，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、或可疑的性能。具有可接受浸蚀结构的试样不需再做热酸类试验。具有可疑浸蚀结构的试样，必须在规定的热酸溶液中再做试验。

4.5 有两类试样要被考虑：基体金属和加工影响金属。

4.5.1 加工影响金属包括任何以非均匀的方式影响材料腐蚀特性的情况，如（但不限于）焊接、渗碳、渗氮、氧化的表面、机械变形和热影响区域。基体金属没这些情况。

4.5.2 因为实验 B、C 和 F 需浸蚀整个试样和对总的试样面积平均质量损耗，并且由于包含受焊接、渗碳、机械变形等影响的试样部位，试样中存在加工影响金属能以不可预料的方式影响试验结果，这取决于受影响区域所占的比例。

4.5.3 如果存在这些或其它局部的状况，对于买方而言是一个顾虑，那么应考虑不对总的试样表面积平均质量损耗的试验，如实验 A 乙二酸浸蚀试验，或实验 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。

5 实验概要

5.1 对具有材料代表性的试样抛光至指定的光洁度，并且使用乙二酸电解浸蚀。使用金相显微镜对被浸蚀的试样进行检查。浸蚀的组织 and 参考图片进行比较，以确定该材料是否是可接受的或可疑的。可疑的材料进行规定的热酸浸蚀试验。

³ 可由美国机械工程师协会 (ASME)，ASME 国际总部获取，Two Park Ave., New York, NY 10016-5990, <http://www.asme.org>.

⁴ 可由美国化学学会 (ACS) 获取，1155 Sixteenth St., NW, Washington, DC 20036, <http://www.acs.org>.

⁵ 可由国际标准化组织 (ISO)，ISO 中央秘书处获取，Chemin de Blandonnet 8, CP 401, 1214 Vernier, Geneva, Switzerland, <https://www.iso.org>.

⁶ 建议对于非美国化学学会列出的试剂检测，见Analar标准实验室化学品，BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., 和美国药典和国家药典，美国药典委员会，Inc. (USPC)，Rockville, MD.

⁷ 括号中的粗体数字参考本标准末尾引用的列表。

6 意义和用途

6.1 使用该浸蚀试验允许快速接受特定批次的材料，而无需对该批次进行耗时和昂贵的热酸浸蚀试验。

7 仪器

7.1 浸蚀电池：

7.1.1 浸蚀电池可按本节中所述使用组件进行组装，另外，市售的电抛光/腐蚀装置（如用于金相试样制备）可被用于小试样，提供 10.2 节中要求满足的电流密度。

7.1.2 直流电源—能够提供约 15V 和 20A 的电池、发电机或整流器。

7.1.3 电流表—对于直流电，用于测量试样被蚀刻时的电流。

7.1.4 可变电阻—用来控制电流对试样进行蚀刻。

7.1.5 阴极—不锈钢容器，例如，一个 1 升（1 夸脱）的不锈钢烧杯。

7.1.5.1 备用阴极—一块至少和试样表面一样大的不锈钢板。

7.1.6 电钳—夹持试样进行蚀刻，并且保持试样和电源之间的电气回路，使试样成为电池的阳极。

7.1.7 电源、电阻和电流表必须提供适当的大小，并如本实验 10.2 节中的规定控制电流。

7.1.8 如上所述，电解液容器是阴极，它可以是不锈钢杯或由不锈钢制成，如把管子或管道的一个截面焊接到平板或薄片上。或者，电解液容器可以是玻璃（或其它不导电、耐腐蚀的材料）以代替不锈钢容器，阴极可以是一块耐腐蚀合金制成的平板或薄片。对于后一种情况，阴极的平面必须至少和试样的制备表面一样大，相对放置，处于大概的中心位置。电极的其它配置可能不会对试样表面提供均匀的蚀刻。在任何情况下，试样的尺寸和形状决定了浸蚀电池、电源以及控制器的大小和构造。最重要的原则是蚀刻需在均匀的表面上进行检查。

7.2 金相显微镜—在 250~500 放大倍率下检查浸蚀组织。

8 试剂和材料

8.1 浸蚀溶液（10%）—溶解 100g 试剂级乙二酸晶体（ $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ ）于 900ml 试剂水中。搅拌，直至所有晶体溶解。

8.1.1 替代浸蚀溶液（见 10.7）—溶解 100g 试剂级过硫酸铵（ $(NH_4)_2S_2O_8$ ）于 900ml 试剂水中。搅拌直至溶解。

9 取样和试样

9.1 指定的热酸试验提供了取样和样品制备的说明，如敏化热处理。对于实验 A 的附加说明如下：

9.2 优选试样是包括产品运行时暴露表面的一个横截面。仅需去除异物时，才对产品表面进行修整。

9.3 如果可行，使用 $1cm^2$ 或更大的横截面面积。如一侧横截面尺寸小于 1cm，则另一侧横截面尺寸应至少为 1cm。当产品两侧尺寸均小于 1cm，则使用全横截面。

9.4 抛光—对所有类型的材料，在蚀刻和检查前，按照指南 E3 用 CAMI/ANSI 600 [FEPA/ISO P1200] 抛光横截面表面。

10 步骤

10.1 （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。）

10.2 抛光的试样在 $1A/cm^2$ 电流密度下浸蚀 1.5 分钟。

10.2.1 为取得正确的规定电流密度：

10.2.1.1 以平方厘米为单位测量待浸蚀试样的总浸没面积。

10.2.1.2 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。

10.3 在阴极上逐渐形成黄-绿色的膜，这使浸蚀电解液电阻增大。如果发生这种情况，应该用酸液，如 30%的 HNO_3 ，漂洗不锈钢烧杯（用做阴极的钢材）的内部，以除去膜。

10.4 浸蚀试验期间，浸蚀溶液的温度逐渐升高。保持温度低于 $50^\circ C$ 。这可以用二个容器交替进行。一个

可在自来水中冷却，另一个则用于浸蚀试验。

10.4.1 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，同时应满足所需的最小浸蚀面积。

10.5 避免使夹持试样的夹具浸没于浸蚀液中。

10.6 漂洗—浸蚀以后，应用热水彻底漂洗试样，然后用丙酮或酒精漂洗，以免干燥期间乙二酸在浸蚀表面结晶。

10.7 在某些对碳化铬不敏感的含钼试样(AISI316、316L、317、317L)上，很难显露用乙二酸电解浸蚀形成的台阶状结构。在这种情况下，可采用过硫酸铵电解液取代乙二酸电解液。(见 8.1.1) 在室温下溶液中以 $1\text{A}/\text{cm}^2$ 电流密度浸蚀 5 分钟或 10 分钟，在这些试样上迅速形成台阶状组织。

11 浸蚀组织分级

11.1 在 $250\times$ 至 $500\times$ 金相显微镜下检查锻钢的浸蚀表面，在约 $250\times$ 金相显微镜下检查铸钢。

11.2 应从棒材和管的内径至外径、从板材的一面至另一面，完全横移，彻底检查浸蚀的横截面区域。

11.2.1 试样的显微检查应在未受冷加工、渗碳、焊接等影响的金属上进行，如果发现存在其中的任何一种情况，在报告中予以注明。

11.3 浸蚀组织分级为以下类型(注 2)：

11.3.1 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。

11.3.2 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。

11.3.3 沟槽结构(图 3)——一个或多个晶粒完全被沟槽环绕。

11.3.4 孤立的铁素体(图 4)——在铸铁和焊缝中观察到的，奥氏体基体和铁素体坑之间的台阶。

11.3.5 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。

11.3.6 端粒剥蚀 I(图 6)——在 $500\times$ 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)。

11.3.7 端粒剥蚀 II(图 7)——在 $500\times$ 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)。

注 2—全部显微照片都在试样处于标准条件下浸蚀拍摄： 10% 乙二酸，室温，在 $1\text{A}/\text{cm}^2$ 电流密度下浸蚀 1.5 分钟。

11.4 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晶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下，需做更广泛的检查以确定是否有任何晶粒被完全环绕。若发现一个被环绕的晶粒，则应按沟槽结构评估该钢材。

11.4.1 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，由明显的沟槽易于探测到对于晶间腐蚀的敏感度。

11.4.2 某些锻造试样，特别是由棒料制作的试件，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、深的剥蚀不应与图 1 和图 6 所示的浅剥蚀混淆。

12 浸蚀组织分级的应用

12.1 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。

13 精度和偏差

13.1 精度和偏差——没有资料介绍关于实验 A—奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的乙二酸浸蚀试验的精度或偏差，因为测试结果是非定量的。

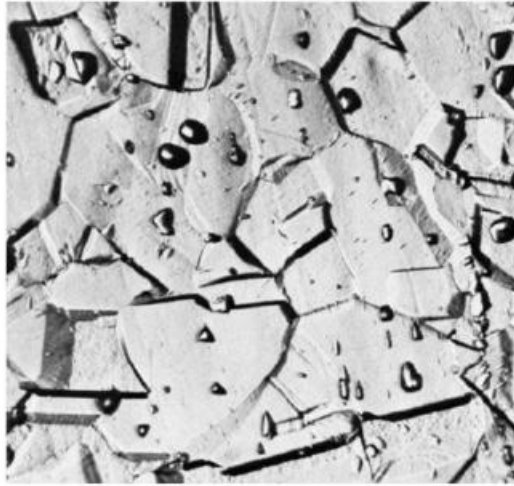


图1 台阶状结构(500×)
(晶粒间台阶, 晶粒边界处无沟槽)

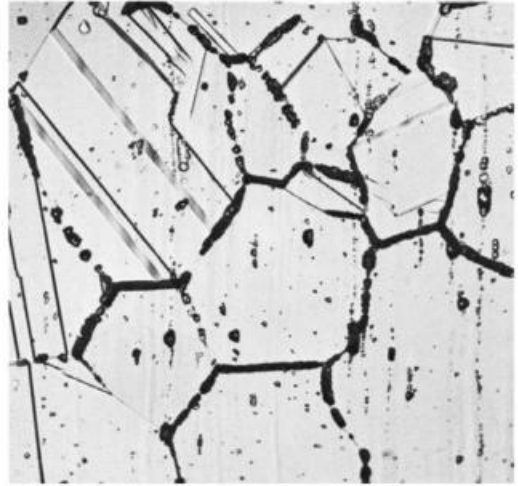


图2 双重结构(250×) (除台阶外, 晶粒边界处有一些沟槽, 但无被完全环绕的晶粒)

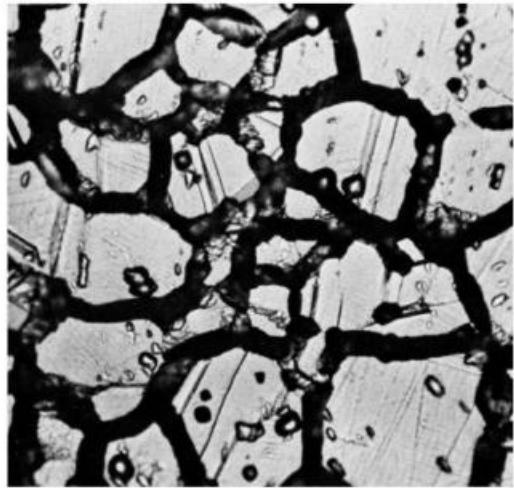


图3 沟槽结构(500×)
(一或多个晶粒完全被沟槽环绕)

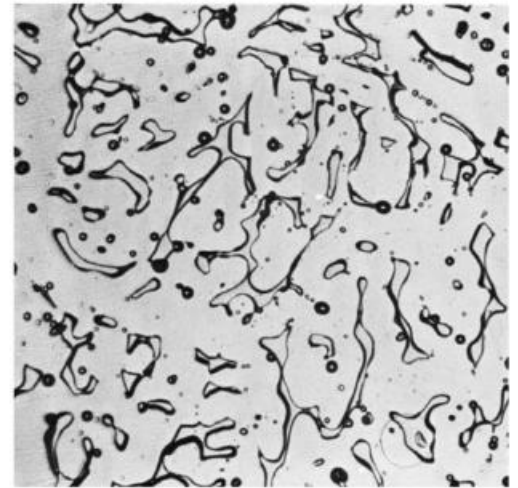


图4 孤立的铁素体坑(250×) (在铸件和焊件中观察到的, 奥氏体基体与铁素体坑之间的台阶)

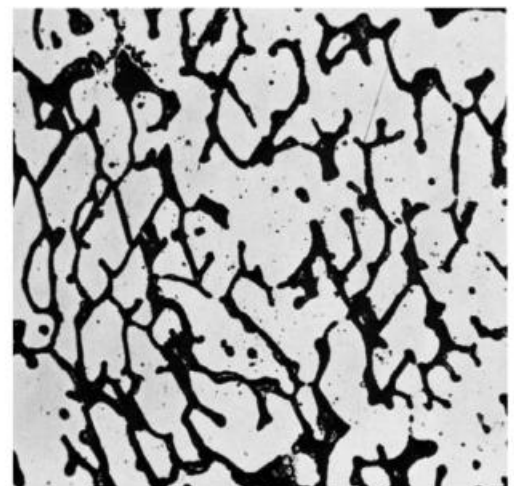
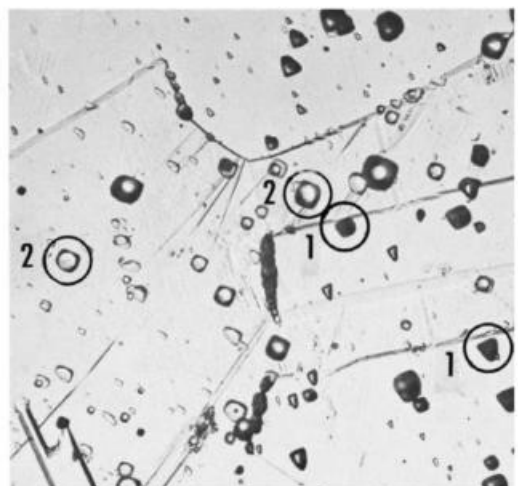
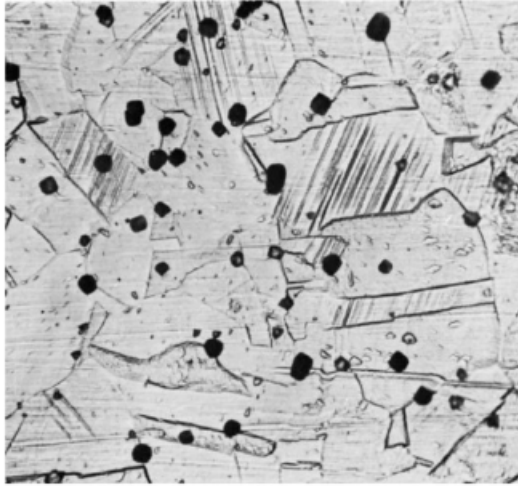


图5 枝状晶间沟槽(250×)
(在铸铁和焊缝中观察到的, 深的互连沟槽)



注 1—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×) [少量深端粒剥蚀 (见图中 1) 和浅浸蚀剥蚀 (2)]



注 1—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×)

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(2)

14 范围

14.1 本实验描述进行沸腾120小时硫酸铁-50%硫酸试验的步骤，该试验检测奥氏体不锈钢对于晶间腐蚀的敏感度。

14.2 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，它不是提供预测对于非晶间的其他腐蚀形式耐受程度的根据，如一般腐蚀、点蚀或应力腐蚀裂纹。

15 硫酸铁-硫酸实验B概述

15.1 具有材料代表性的试样在沸腾的硫酸铁和硫酸溶液中浸入规定的时间后进行评价。得到的质量损耗转变为腐蚀速率，与规定的最大值进行比较，以确定被测材料是否具有预期的耐腐蚀性能。

16 意义和用途

16.1 硫酸铁-硫酸试验检测在不稳定的奥氏体不锈钢中碳化铬析出有关的晶间腐蚀敏感性，以及与 σ 相有关的晶间腐蚀敏感性。

16.2 硫酸铁-硫酸试验腐蚀电位相对标准甘汞电极（SEC）已报告为0.6V，实验C为0.75V至1.0V，实验E和实验F为0.1V。（3）

注3—较高的腐蚀电位表示较严重的氧化条件。

17 快速筛选试验

17.1 在硫酸铁-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中给定的步骤，对某些不锈钢等级的试样（见表1）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1中规定与硫酸铁-硫酸试验相关连的浸蚀结构评估的应用。

17.2 在浸蚀试验前按22.1对材料进行热处理。

17.3 忽略“加工影响”区域（见21节），加工影响区域应用硫酸铁-硫酸试验目前在实验B范围之外。

17.4 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-硫酸试验中将肯定不会有晶间腐蚀。这类试样不经硫酸铁-硫酸试验就可接收。所有具有可疑浸蚀结构的试样，必须在硫酸铁-硫酸试验中加以测试。

表1 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^A

级	可接收浸蚀结构	可疑浸蚀结构 ^B
304	台阶, 双重, 端粒, I & II	沟槽
304L	台阶, 双重, 端粒, I & II	沟槽
316	台阶, 双重, 端粒, I & II	沟槽
316L	台阶, 双重, 端粒, I & II	沟槽
317	台阶, 双重, 端粒, I & II	沟槽
317L	台阶, 双重, 端粒, I & II	沟槽
CF-3	台阶, 双重, 孤立的铁素体坑	沟槽, 枝状晶间沟槽
CF-8	台阶, 双重, 孤立的铁素体坑	沟槽, 枝状晶间沟槽
CF-3M	台阶, 双重, 孤立的铁素体坑	沟槽, 枝状晶间沟槽
CF-8M	台阶, 双重, 孤立的铁素体坑	沟槽, 枝状晶间沟槽

^A 未在此表中列出的钢级没有被使用实验A和实验B评估, 或者被发现在浸蚀试验中得到可接受的结果, 但在实验B中得到不可接受的结果。对于后一种情况, 实验A将通过本该经受硫酸铁-硫酸试验的材料。

^B 必须在硫酸铁-硫酸试验中测试具有这类结构的试样。

18 仪器

18.1 这些仪器示于图8。

注4—其它磨口玻璃接头, 如45/40接头, 也可以使用。

18.1.1 一个球形冷凝器, 至少有四个球茎, 以及和烧瓶相配的磨口玻璃接头。

18.1.1.1 替代这种冷凝器或烧瓶都是不允许的。具体而言就是不得使用冷指型冷凝器和标准锥形瓶。不论是由于蒸气的损耗还是溶液中较高的含氧量, 或者两者兼有, 使用冷指型冷凝器获得的腐蚀速率比使用球形冷凝器获得的腐蚀速率低。这种较低的腐蚀速率导致接受的材料应予以拒绝。

18.1.2 一个1升的锥形瓶, 有一个与冷凝器相匹配的磨口玻璃接头。烧瓶的开口限制了试样的尺寸, 一个更大的开口是可取的。

18.1.3 玻璃支架(注5)—玻璃吹制厂家可提供玻璃支架。它的尺寸必须合适, 以便和试样通过烧瓶的开口。它必须被设计为允许测试溶液围绕样品自由流动。

注5—也可以采用其它等效的试样承载装置, 如玻璃吊钩或U形卡。

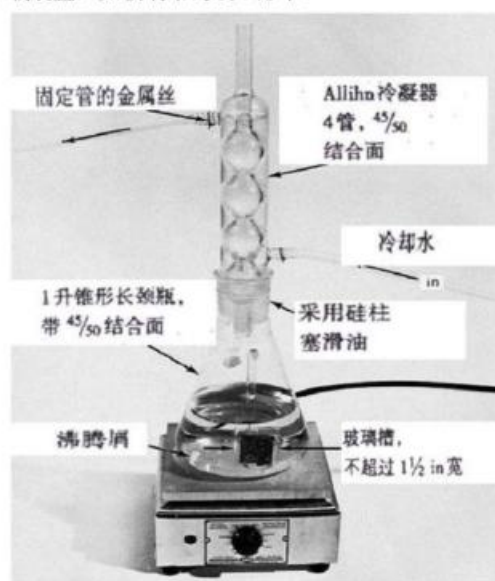


图8 硫酸铁-硫酸试验用仪器

- 18.1.4 沸腾屑—用来防止暴沸。
- 18.1.5 真空硅油—用于磨口玻璃接头。
- 18.1.6 电加热板，能够提供溶液持续沸腾所需的热量。
- 18.1.7 分析天平，能称量最小重量 0.001g。

注 6—试验期间，在锥形瓶的上部有一些铁的氧化物沉积。在试验完成以后，用烧瓶中沸腾的 10% 盐酸溶液，容易地去除这些沉积物。

- 18.1.8 干燥器—试验前用于存放制备的样品。

19 试剂和材料

19.1 硫酸铁水合物 ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)，约含 75% 重量比的 ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$)。

19.1.1 硫酸铁是建立和控制腐蚀电位的特定添加剂，不允许替换。

19.1.2 硫酸 (H_2SO_4)，重量比在 95.0~98.0% 范围内。

20 硫酸铁-硫酸试验溶液

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

20.1.1 (警告—处置酸类物质要保护眼睛，并佩戴橡胶手套。将试验烧瓶置于通风橱下。)

20.1.2 首先，量取 400.0ml IV 型试剂水，倒入锥形瓶中。

20.1.3 然后量取 236.0ml 试剂级硫酸。将硫酸缓慢地并不断搅拌下添加到锥形瓶中的水中，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。

20.1.4 称取 25g 试剂级硫酸铁，精确至 0.1g，添加至硫酸溶液中。

20.1.5 将沸腾屑加入烧瓶中。

20.1.6 用硅油脂润滑磨口玻璃接头。

20.1.7 用冷凝器盖住烧瓶，并循环冷却水。

20.1.8 使溶液沸腾，直到所有的硫酸铁溶解（见注 7）。

20.1.9 (警告—已有报告称，剧烈的沸腾会导致酸液溢出。重要的是确保酸的浓度没有增加和有适量的沸腾屑（耐试验溶液的腐蚀）。)

21 取样

21.1 仅对基体金属试样取样和制备。

21.1.1 有两类试样要被考虑：基体金属和加工影响金属。加工影响金属包括任何以非均匀的方式影响材料腐蚀特性的情况，如（但不限于）焊接、渗碳、渗氮、氧化的表面、机械变形和热影响区域。基体金属没这些情况。

21.1.2 实验 B 需浸蚀整个试样和对总的试样表面积平均质量损耗。焊接、渗碳、机械变形等影响一部分的试样。

21.1.3 加工影响金属的质量损耗和基体金属的质量损耗预计不同，试样中存在加工影响金属将以不可预料的方式影响计算的试验结果。

21.1.4 如果存在这些或其它局部的状况，对于买方而言是一个顾虑，那么应考虑不对总的试样表面积平均质量损耗的试验，如实验 A 乙二酸浸蚀试验，或实验 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。测试和验收标准的细节应由买方和生产商约定。

21.2 除非买方另有规定，获取代表性的基体金属样品、从样品中移取试样以及试样数量的相关程序应由生产商酌情决定。

22 试样的制备

22.1 试验前，在 650~675°C (1200~1250°F) 热处理超低碳和稳定化钢种，这是最大的碳化物析出的温度范围。此项敏化处理采用的加热时间的长短和随后的冷却方法，以及相应的最大允许腐蚀速率，应由材料生

产商和买方约定。

注8—最常用的敏化处理是在675℃(1250°F)下处理1小时。

22.2 制备的试样，每个具有5~20cm²的总表面面积。

22.3 如果产品形态可能，需研磨所有的试样表面，使用CAMI/ANSI 120 [FEPA/ISO P120]砂纸，湿式或干式，密砂研磨纸，用水进行冷却。如果使用干式研磨纸，应缓慢抛光，以免过热。不要使用研磨剂和助磨剂，一些助磨剂含有氟化物，能够影响所测量的腐蚀速率。

22.4 去除热处理期间形成的氧化皮和回火色的所有痕迹。所有以研磨方式不能去除的锈皮(如在压印数字沟槽内)，可使用方法A380/A380M中表A1.1所述的任意一种酸洗液加以去除(剩余氧化皮引起电解作用，在试验溶液中随之发生反应)。

22.5 应测量试样，包括任何孔的内表面，精确到0.05mm(0.001in.)，计算的总暴露面积。

22.6 使用合适的非氯化物试剂，如肥皂温水或丙酮，脱去试样油脂。干燥并称量每一件试样，精确到0.001g。在干燥器中存放试样，直至进行试验。

23 步骤

23.1 如果试验溶液已不沸腾，将其煮沸。

23.1.1 保持冷凝器盖住烧瓶(循环冷却水)，当放入或取出试样时除外。(见注7)

23.2 关闭热源，让沸腾减弱。

23.3 试样放置于玻璃支架内。

23.4 打开烧瓶。

23.5 放入试样。

23.6 把冷凝器迅速复位，恢复循环冷却水，并打开热源。

23.7 在烧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称重的试样重做试验。

23.8 继续浸没试样，总计120小时(5天)，然后取出试样，并在水或丙酮中漂洗，再干燥之。

23.9 称重试样，并从试样原来的重量减去该重量。

23.10 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。

23.11 在120小时试验期间没有必要更换溶液。

23.12 如果溶液颜色变化(从黄色到绿色)，表明腐蚀速率异乎寻常地高，则可能需要在试验期间添加附加的硫酸铁抑制剂。若一个烧瓶内全部试样的总重量损耗超过2g，则必须添加更多硫酸铁。(试验期间，以每溶解1g不锈钢需10g硫酸铁的速率消耗硫酸铁。)

23.13 可同时试验若干试样。试样数量(3或4)仅受能安放在烧瓶中的玻璃支架数目限制。

24 计算和报告

24.1 测定试样的重量损耗，以便测量酸溶液对材料的影响。应以每月渗透毫米数报告腐蚀速率(注9)，计算如下：

$$\text{每月毫米数} = (7305 \times W) / (A \times t \times d) \quad (1)$$

式中：

t = 暴露时间，h；

A = 面积，cm²；

W = 重量损耗，g；

d = 比重，g/cm³；

对于铬-镍钢，d=7.9 g/cm³；

对于铬-镍-钼钢，d=8.00 g/cm³；

注9—一般采用的其他腐蚀率单位的变换系数为：

每月毫米数×0.04=每月英寸数；

每月毫米数×0.47=每年英寸数；
 每月毫米数×12=每年毫米数；
 每月毫米数×472=每年密尔数；
 每月毫米数×1000×密度/3=每天每平方米毫克数；
 每月毫米数×1.39×密度=每小时每平方米克数。

25 精度和偏差

- 25.1 精度—实验B的精度被确定。
 25.2 偏差—本实验没有偏差，因为仅在本实验的术语中对耐晶间腐蚀作了定义。

实验C 检测奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感度的硝酸试验

26 范围

- 26.1 本规范介绍用于测试奥氏体不锈钢对于晶间腐蚀相对敏感度的沸腾硝酸试验(2)的步骤。
 26.2 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，它不是提供预测对于非晶间的其他腐蚀形式耐受程度的根据，如一般腐蚀、点蚀或应力腐蚀裂纹。

27 硝酸试验方法C概述

- 27.1 具有材料代表性的试样在沸腾的硝酸溶液中浸入规定的时间后进行评价。得到的质量损耗转变为腐蚀速率，与规定的最大值进行比较，以确定被测材料是否具有预期的耐腐蚀性能。

28 意义和用途

- 28.1 硝酸试验检测与碳化铬析出有关的快速晶间腐蚀敏感性。
 28.2 硝酸试验(实验C)腐蚀电位相对标准甘汞电极已被报告为0.75V至1.0V，实验B为0.6V，实验E和实验F为0.1V。(3)
 注10—较高的腐蚀电位表示较严重的氧化条件。硝酸试验具有高腐蚀电位，建议仅当材料指定用于硝酸时才使用。

29 快速筛选试验

- 29.1 进行硝酸试验以前，可按照实验A—奥氏体不锈钢浸蚀结构分级的乙二酸浸蚀试验中给出的步骤，对表2中给出的某些等级的不锈钢试样做快速筛选试验。表2规定浸蚀结构评估与硝酸试验相结合的应用。
 29.2 在浸蚀试验前按33.1对材料进行热处理。
 29.3 忽略“加工影响”区域，如果有的话(见32节)，加工影响区域应用硝酸试验目前在实验C范围之外。
 29.4 在乙二酸浸蚀试验中具有可接收浸蚀结构的腐蚀试样，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。所有具有可疑浸蚀结构的试样，必须在硝酸试验中加以测试。

表2 按乙二酸浸蚀试验与硝酸试验的浸蚀结构分级的应用^A

级	可接收浸蚀结构	不可接收浸蚀结构 ^B
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，双重，孤立的铁素体坑	沟槽，枝状晶间沟槽
ACI CF-3	台阶，双重，孤立的铁素体坑	沟槽，枝状晶间沟槽

^A 未在此表中列出的钢级没有被使用实验A和实验B评估，或者被发现在浸蚀试验中得到可接受的结果，但在实验B中得到不可接受的结果。对于后一种情况，实验A将通过本该经受硫酸铁-硫酸试验的材料。

^B 必须在硝酸试验中测试有这类结构的试样。

30 仪器

- 30.1 容器— 一个1L的锥形烧瓶，配备一个冷指型冷凝器，如图9所示。

30.2 试样支架—用玻璃挂钩、U型卡或托架支撑试样，使试样在试验进行期间始终完全浸没于烧瓶中，这样的设计使得在同一容器中的被测试试样不彼此接触。

30.3 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。

30.4 天平—分析天平，能称量最小重量0.001g。

30.5 干燥器—试验前用于存放制备的样品。

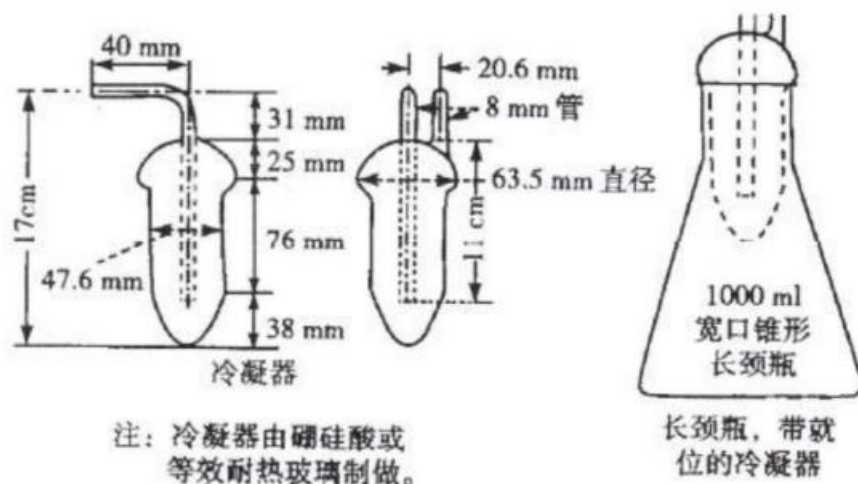


图9 硝酸试验的烧瓶和冷凝器

31 硝酸试验溶液

31.1 试验溶液应为 $65.0 \pm 0.2\%$ (重量) 硝酸。

31.2 向试剂水中加试剂级硝酸 (HNO_3 , 表3) 以制备试验溶液，比例为每升试剂级硝酸加108毫升试剂水。

31.3 (警告—处置酸类物质要保护眼睛，并佩戴橡胶手套。将试验烧瓶置于通风橱下。)

31.4 使用的硝酸应符合美国化学学会化学试剂规范和本测试方法在表3中的附加要求。

表3 硝酸成份范围

	最小	最大
硝酸 (HNO_3), 质量百分比	69.0	71.0
灰分, ppm	...	5
氯化物 (如 Cl^-), ppm	...	0.5
硫酸盐 (如 SO_4^{2-}), ppm	...	1
砷 (As), ppm	...	0.01
重金属 (如 Pb), ppm	...	0.2
铁 (Fe), ppm	...	0.2
A262实验附加限制		
氟 (F), ppm	...	1
磷酸盐 (PO_4), ppm	...	0.2

32 取样

32.1 仅对基体金属试样取样和制备。

32.1.1 有两类试样要被考虑：基体金属和加工影响金属。加工影响金属包括任何以非均匀的方式影响材料腐蚀特性的情况，如（但不限于）焊接、渗碳、渗氮、氧化的表面、机械变形和热影响区域。基体金属没这些情况。

32.1.2 实验C需浸蚀整个试样和对总的试样表面积平均质量损耗。焊接、渗碳、机械变形等影响一部分

的试样。

32.1.3 加工影响金属的质量损耗和基体金属的质量损耗预计不同，试样中存在加工影响金属将以不可预料的方式影响计算的试验结果。

32.1.4 如果存在这些或其它局部的状况，对于买方而言是一个顾虑，那么应考虑不对总的试样表面积平均质量损耗的试验，如实验 A 乙二酸浸蚀试验，或实验 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。测试和验收标准的细节应由买方和生产商约定。

32.2 除非买方另有规定，获取代表性的基体金属样品、从样品中移取试样以及试样数量的相关程序应由生产商酌情决定。

32.3 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。

33 试样的制备

33.1 试验前，在650~675℃(1200~1250°F)热处理超低碳和稳定化钢种，这是最大的碳化物析出的温度范围。此项敏化处理采用的加热时间的长短和随后的冷却方法，以及相应的最大允许腐蚀速率，应由材料生产商和买方约定。

注11—最常用的敏化处理是在675℃(1250°F)下处理1小时。

注12—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100g。另外，在棒材、线材和管材情况下，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，除非这类表面确实暴露在含硝酸的环境中。对于后一种情况，端粒在试样中的比例应保持高的比例。

33.2 如果产品形态可能，需研磨所有的试样表面，使用CAMI/ANSI 120 [FEPA/ISO P120]砂纸，湿式或干式，密砂研磨纸，用水进行冷却。如果使用干式研磨纸，应缓慢抛光，以免过热。不要使用研磨剂和助磨剂，一些助磨剂含有氟化物，能够影响所测量的腐蚀速率。

33.3 去除热处理期间形成的氧化皮和回火色的所有痕迹。所有以研磨方式不能去除的锈皮（如在压印数字沟槽内），可使用方法A380/A380M中表A1.1所述的任意一种酸洗液加以去除。

33.4 应测量试样，包括任何孔的内表面，精确到0.05mm(0.001in.)，以cm²为单位计算的总暴露面积。

33.5 使用合适的非氯化物试剂，如肥皂温水或丙酮，脱去试样油脂（注12）。干燥并称量每一件试样，精确到0.001g。在干燥器中存放试样，直至进行试验。

注13—所述的清洗处理可通过把试样浸入硝酸（例如，20%（重量百分比），在49~60℃(120~140°F)）中20分钟，然后冲洗、干燥和称重。在小直径管状试样不能方便的清洁内表面的情况下，使用与实际测试相同的装置，浸泡在沸腾的硝酸(65%)中2至4小时是可取的。这些处理的目的是消除通常的方法可能无法去除的任何表面污染，这可能会在试验的早期阶段增加试样表面的重量损失。

33.6 每种材料或一批材料标准检验是只试验一个试样。不过，在有争议的情况下，用于检查目的的推荐至少两个试样。

34 步骤

34.1 用足够量的硝酸试验溶液覆盖试样，并提供至少20mL/cm²(125mL/in.²)的试样表面。通常，采用约600mL的容积。

34.2 每个试样采用一个单独的容器。

34.2.1 在同一容器中可试验多达三个试样，只要这些试样是同一等级的，并都显示良好的耐腐蚀性。

34.2.2 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。

注14—一个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。

34.3 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，用水冲洗试样，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，然后干燥并称量。若需要，在洗刷试件后将其浸入丙酮中，可便于干燥。

34.4（警告—已有报告称，剧烈的沸腾会导致酸液溢出。重要的是确保酸的浓度没有增加和有适量的沸

腾屑（耐试验溶液的腐蚀）。）

注15--在试验前或试验期间，应小心操作以免污染试验溶液，特别不要受氟化物污染。经验表明，那怕存在少量的氢氟酸，都会增大硝酸试验中的腐蚀率。例如，不允许在同一通风橱下与硝酸试验一起进行硝酸-氢氟酸试验。

34.5 标准试验包含五个每个48小时的沸腾周期，每一周期采用新的试验溶液。

34.5.1 如买方同意，可用一个48小时周期和二一个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。

35 计算和报告

35.1 计算--应测定在每一试验周期后和总的试验周期内试样的重量损耗，从而测量酸对材料的影响。使用公式1，计算每个试样在每个试验周期和总的试验周期的腐蚀速率。

35.2 报告--报告按时间顺序排列的各个周期的腐蚀速率，以及五个测试周期的平均腐蚀速率。如果使用修改后的试验周期（34.5.1），则需确定每个结果以及相对应的顺序和试验周期的长短。

36 精度和偏差

36.1 精度--实验C的精度被确定。

36.2 偏差--本实验没有偏差，因为仅在本实验的术语中对耐晶间腐蚀作了定义。

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（4, 5）

37 范围

37.1 本规范介绍进行铜-硫酸铜-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、点蚀或应力腐蚀裂纹。

38 快速筛选试验

38.1 在铜-硫酸铜-16%硫酸试验以前，可以按实验A(4至13节)给出的步骤，对于某些不锈钢等级试样(见表4)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4中规定浸蚀结构评估与铜-硫酸铜-16%硫酸试验相结合的应用。

表3 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	可疑浸蚀结构 ⁴
AISI 201	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 202	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 301	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 304	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 304L	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 304H	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 316	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 316L	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 316H	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 317	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 317L	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 321	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽
AISI 347	台阶，双重，端粒 I 和 II	沟槽

⁴ 必须在铜-硫酸铜-16%硫酸试验中试验具有这类结构的试样。

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

38.1.2 当需要时应在进行腐蚀测试前按43.3.1对材料进行热处理。

39 实验概述

39.1 奥氏体钢的适当样品，埋于铜粒或铜屑中，暴露于沸腾的酸性硫酸铜溶液中15小时。在沸腾溶液中暴露以后，弯曲试样。晶间裂缝或裂纹是敏感的征兆。

39.2 替代试验步骤

39.2.1 若买方未在订单中禁止，应允许供应商按ISO 3651-2的方法A做该试验，以满足实验E的要求，只是试验周期应为最少15小时。需敏化处理时，应采用敏化热处理T1[700℃±10℃(1292°F±18°F)，30分钟，水冷]，除非供应商和买方应就在焊接条件下制备焊接试件达成一致。

39.2.2 采用该替代试验步骤时，应在试验报告上注明。

40 仪器

40.1 主要设备见18节中所述。

40.2 试样支架—推荐能在烧瓶中承载试样和铜粒或铜屑的开口玻璃槽。

注16—可能需要将大试样(如取自大棒料的试样)埋在铜粒或铜屑中。也可采用铜托架。

40.3 热源—可用燃气或电加热板加热试验溶液，并在整个试验期间保持沸腾。

41 酸性硫酸铜试验溶液

41.1 在700mL蒸馏水中溶解100g试剂级硫酸铜(CuSO₄·5H₂O)，添加100mL硫酸(H₂SO₄，化学纯，比重1.84)，并用蒸馏水稀释到1000mL。

注17—该溶液将约含6%重量比的无水CuSO₄和16%重量比的H₂SO₄。

42 铜添加

42.1 可采用电解级铜粒或铜屑。由于试验前后易于处理，优先选用铜粒。

42.2 用足够量的铜粒或铜屑覆盖试样的全部表面，试样在通气的玻璃支架中，或埋在试验烧瓶底的一层铜粒或铜屑中。

42.3 所用的铜量并不重要，如果存在过多的金属铜。铜与试样之间的有效电解耦合可能具有重要性(6)。

42.4 若在每次试验后在温的自来水中清洗铜粒或铜屑，则可重复使用之。

43 试样制备

43.1 通常在买方与销售商之间的协议中规定试验试件的尺寸和制取试件的区域(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。

43.1.1 表5可用于指导确定可接受的试样尺寸。可能有由试验仪器对于试样尺寸的限制。

43.1.2 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“灼热”。最好是“方”边。

43.2 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。

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

43.3 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。

43.3.1 在650℃~675℃(1200°F~1250°F)下敏化热处理后试验超低碳和稳定化钢种试样，这是最大的碳化物析出温度范围。最常用的敏化热处理是675℃下1小时。应小心操作以免试样渗碳或渗氮。热处理最好在空气或中性盐中进行。

注18—实行675℃敏化热处理，检查稳定化材料和碳含量最大为0.03%的材料，在耐受碳化物析出以及晶间腐蚀方面的效果。

表5 试样尺寸

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

^A 弯曲这类试样时, 曲面应在弯曲处外侧。

^B 一个表面应是被测材料的原始表面, 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38mm(3/2in.)以上焊接管的试样, 应连同弯曲轴线上的焊缝一起截取。

44 试验条件

44.1 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8mL/cm²(50mL/in.²)的试样表面积。

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

44.1.2 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。溶液达到沸点时, 开始试验周期计时。

注19: 当用玻璃托架支撑试件时, 应采取措施使溶液翻腾最小。在烧瓶底部放少量铜粒(8至10粒)有利于此项作用。

44.1.3 试验时间应至少15小时, 除非买方与生产商之间协议更长的时间。若非15小时, 则应在试验报告中明确试验时间。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20: 文献中的结果表明, 若该试验进行更长时间, 则更为敏感(3, 7)。

45 弯曲试验

45.1 试样应弯曲180°, 弯曲直径等于试件厚度(见图10)。不得以更小的弯曲半径弯曲试样, 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。当材料是低韧性高应力状态时, 如高度冷加工材料, 用户在进行实验E测试时应告知。弯曲一个与被测试样相同形状的非测试试样, 以便确定这类材料的不致开裂的最大弯曲角度。暴露于酸性铜-硫酸铜-硫酸试验溶液后, 从非测试低韧性试样上确定的不致开裂的最大弯曲角度, 应用于评价暴露于酸性铜-硫酸铜-硫酸试验溶液的试样。应报告用于评价被测试样的弯曲角度。

45.1.1 由薄板材料获取双份试样, 使得轧制样品的二侧都能弯曲。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21: 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弯曲的拉伸侧。

45.1.2 由圆形截面或铸造材料加工的试样, 应使曲面或原始表面位于弯曲的外侧。

45.1.3 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压动力。

45.1.4 管状产品应按“试验方法和定义A370”中规定的压扁试验压扁。

45.1.5 买方与生产商一致时，以下条款适用于厚度为4.76mm (0.1875in.) 或更厚的奥氏体不锈钢板：

45.1.5.1 应按表5制备试样。

45.1.5.2 弯曲半径应为二倍的试样厚度，弯曲轴线应垂直于轧制方向。

45.1.5.3 4.76mm (0.1875in.) 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。

45.1.5.4 可进行面弯、背弯或侧弯曲试验，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相应的材料规范（对于母材）或“ASME规范第IX卷”（对于焊缝）中力学性能试验要求的弯曲半径。

46 评估

46.1 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）。

46.1.1 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。

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

46.1.3 如果怀疑裂纹是因延展性差而产生的，可通过弯曲一个未经过腐蚀试验的相同的试样进行调查。这些试样间的目视比较有助于做出判断。

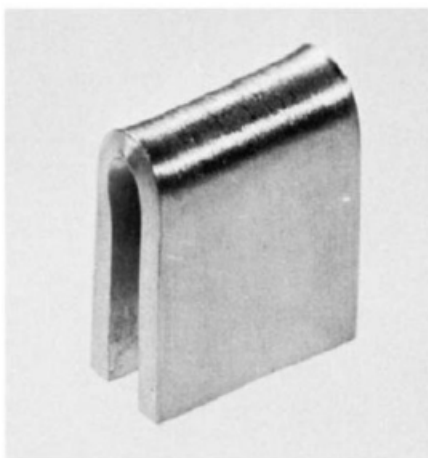


图10 弯曲的铜-硫酸铜-硫酸试验试样

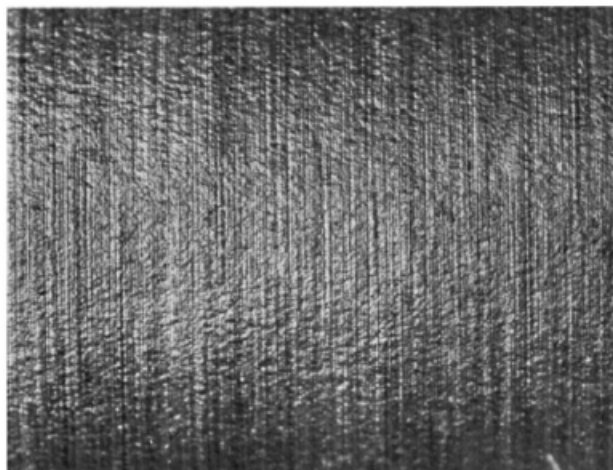


图11 通过的试样-弯曲区域视图（复制前的20×放大）

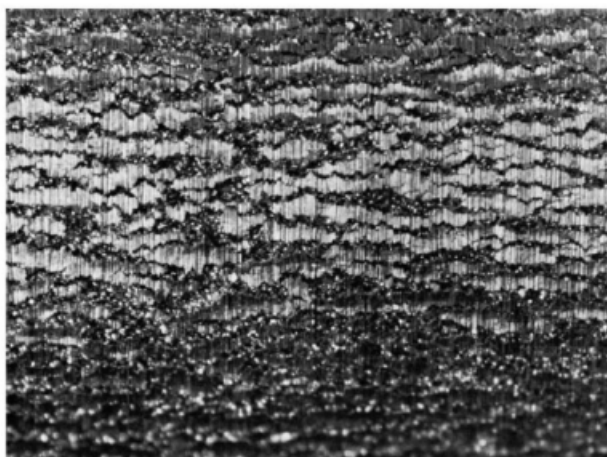


图12 未通过的试样（注意：大量晶间龟裂；复制前20×放大的弯曲区域）

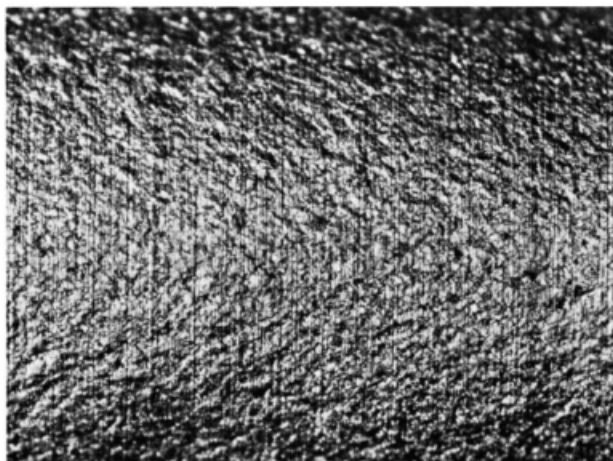


图13 可疑试验结果（注意：晶间裂纹和“橘皮”痕迹；复制前20×放大的弯曲区域）

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

47 范围

47.1 实验介绍进行沸腾铜-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。

47.2 在该试验中有无晶间腐蚀不是衡量在其他腐蚀环境下材料性能的必要尺度。该试验不提供预测耐受非晶间形式腐蚀的根据，如一般腐蚀、点蚀或应力腐蚀裂纹。

48 铜-硫酸铜-50%硫酸试验方法F概述

48.1 具有材料代表性的试样在沸腾的硫酸铜和硫酸溶液中浸入规定的时间后进行评价。一块铜也浸入该溶液中，以保持恒定的腐蚀电位。得到的质量损耗转变为腐蚀速率，与规定的最大值进行比较，以确定被测材料是否具有预期的耐腐蚀性能。

49 意义和用途

49.1 铜-硫酸铜-硫酸试验检测在不稳定的铸造奥氏体不锈钢和某些锻造钢级中，主要与碳化铬析出相关的晶间腐蚀的敏感性。

49.2 铜-硫酸铜-硫酸试验不能检测主要与 σ 相有关的晶间腐蚀的敏感性。

49.3 铜-硫酸铜-硫酸试验腐蚀电位已报告为0.1V，实验B为0.6V，实验C为0.75V至1.0V，实验E为0.1V。(3)

注22—较高的腐蚀电位表示较严重的氧化条件。

50 快速筛选试验

50.1 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中给出的步骤，对某些等级的不锈钢试样（见表6）做快速筛选试验。这里介绍浸蚀结构的制备、浸蚀和分级。表6中规定浸蚀结构评估与铜-硫酸铜-50%硫酸试验相结合的应用。

50.2 在浸蚀试验前按55.1对材料进行热处理。

50.3 忽略“加工影响”区域（见54.1.1），加工影响区域应用该浸蚀试验目前在实验F范围之外。

50.4 在乙二酸浸蚀试验中具有可接受浸蚀结构的试样，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。所有在乙二酸浸蚀试验中具有可疑浸蚀结构的腐蚀试样，必须在铜-硫酸铜-50%硫酸试验中进行试验。

表6 按乙二酸浸蚀试验和铜-硫酸铜-50%硫酸试验的浸蚀结构分级的应用^A

级	可接收浸蚀结构	可疑浸蚀结构 ^B
CF-3M	台阶，双重，孤立的铁素体	沟槽，枝状晶间沟槽
CF-8M	台阶，双重，孤立的铁素体	沟槽，枝状晶间沟槽

^A 未在此表中列出的钢级没有被使用实验A和实验F评估，或者被发现在浸蚀试验中得到可接受的结果，但在实验F中得到不可接受的结果。对于后一种情况，实验A将通过本该经受铜-硫酸铜-硫酸试验的材料。

^B 必须在铜-硫酸铜-硫酸试验中测试有这类结构的试样。

51 仪器

51.1 基本的设备如第18节所述。

51.1.1 替代这种冷凝器或烧瓶都是不允许的。具体而言就是不得使用冷指型冷凝器和标准锥形瓶。不论是由于蒸气的损耗还是溶液中较高的含氧量，或者两者兼有，使用冷指型冷凝器获得的腐蚀速率比使用球形冷凝器获得的腐蚀速率低。这种较低的腐蚀速率导致接受的材料应予以拒绝。

52 试剂和材料

52.1 硫酸铜五水合物（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ），约64%（ CuSO_4 ）重量比。

52.1.1 硫酸铜是建立和控制腐蚀电位的特定添加剂，不允许替换。

52.2 硫酸 (H_2SO_4)，重量比在95.0~98.0%范围内。

52.3 一块具有磨光、清洁表面的 $3 \times 20 \times 40$ mm ($1/8 \times 3/4 \times 1 1/2$ in.)的铜块。可采用等效面积的铜粒或铜片。

52.3.1 使用前应清洗铜块，去除油脂，并干燥。

注23--在5% H_2SO_4 中冲洗可清除铜块上的腐蚀物。

53 铜-硫酸铜-50%硫酸试验溶液

53.1 如下配置600mL试验溶液：

53.1.1 (警告--处置酸类物质时用面罩保护眼睛和面部，佩戴橡胶手套和围裙。将试验烧瓶置于通风橱下。)

53.1.2 首先，量取IV型试剂水400.0mL，倒入锥形瓶中。

53.1.3 然后量取236.0mL试剂级浓硫酸，将酸缓慢加入锥形瓶中的水中，避免由于释放的热量导致沸腾。

(注7)

53.1.4 称量72g试剂级硫酸铜 ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)，并添加到硫酸溶液中。

53.1.5 将铜块置入玻璃支架并放入烧瓶。

53.1.6 将沸腾屑投入烧瓶。

53.1.7 用硅油润滑磨口玻璃接头。

53.1.8 用冷凝器盖住烧瓶，并循环冷却水。

53.1.9 缓慢加热溶液，直到所有的硫酸铜溶解。

53.1.10 (警告--已有报告称，剧烈的沸腾会导致酸液溢出。重要的是确保酸的浓度没有增加和有适量的沸腾屑(耐试验溶液的腐蚀)。)

54 取样

54.1 仅对基体金属试样取样和制备。

54.1.1 有两类试样要被考虑：基体金属和加工影响金属。加工影响金属包括任何以非均匀的方式影响材料腐蚀特性的情况，如(但不限于)焊接、渗碳、渗氮、氧化的表面、机械变形和热影响区域。基体金属没这些情况。

54.1.2 实验F需侵蚀整个试样和对总的试样表面积平均质量损耗。焊接、渗碳、机械变形等影响一部分的试样。

54.1.3 加工影响金属的质量损耗和基体金属的质量损耗预计不同，试样中存在加工影响金属将以不可预料的方式影响计算的试验结果。

54.1.4 如果存在这些或其它局部的状况，对于买方而言是一个顾虑，那么应考虑不对总的试样表面积平均质量损耗的试验，如实验A乙酸浸蚀试验，或实验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。测试和验收标准的细节应由买方和生产商约定。

54.2 除非买方另有规定，获取代表性的基体金属样品、从样品中移取试样以及试样数量的相关程序应由生产商酌情决定。

55 试样的制备

55.1 试验前，在 $650 \sim 675^\circ C$ ($1200 \sim 1250^\circ F$)热处理超低碳和稳定化钢种，这是最大的碳化物析出的温度范围。此项敏化处理采用的加热时间的长短和随后的冷却方法，以及相应的最大允许腐蚀速率，应由材料生产商和买方约定。

注24--最常用的敏化处理是在 $675^\circ C$ ($1250^\circ F$)下处理1小时。

55.2 制备的试样，每个具有 $5 \sim 20$ cm²的总表面积。

55.3 如果产品形态可能，需研磨所有的试样表面，使用CAMI/ANSI 120 [FEPA/ISO P120]砂纸，湿式或干式，密砂研磨纸，用水进行冷却。如果使用干式研磨纸，应缓慢抛光，以免过热。不要使用研磨剂和助磨剂，一些助磨剂含有氟化物，能够影响所测量的腐蚀速率。

55.4 去除热处理期间形成的氧化皮和回火色的所有痕迹。所有以研磨方式不能去除的锈皮（如在压印数字沟槽内），可使用方法 A380/A380M 中表 A1.1 所述的任意一种酸洗液加以去除（剩余氧化皮引起电解作用，在试验溶液中随之发生反应）。

55.5 应测量试样，包括任何孔的内表面，精确到 0.05mm (0.001in.)，计算的总暴露面积。

55.6 使用合适的非氯化物试剂，如肥皂温水或丙酮，脱去试样油脂。干燥并称量每一件试样，精确到 0.001g。在干燥器中存放试样，直至进行试验。

56 步骤

56.1 如果试验溶液已不沸腾，将其煮沸。

56.1.1 保持冷凝器盖住烧瓶（循环冷却水），当放入或取出试样时除外。（见注 7）

56.2 关闭热源，让沸腾减弱。

56.3 试样放置于另一个玻璃支架内。

56.4 打开烧瓶。

56.5 放入试样。

56.6 把冷凝器迅速复位，恢复循环冷却水，并打开热源。

56.7 在烧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。

56.8 持续浸没试样，总计 120 小时，然后取出试样，并在水和丙酮中冲洗，再干燥之。若在试样上残留任何附着铜，则可在室温下短时间浸没于浓硝酸中以去除之。

56.9 称重试样，并从试样原来的重量减去该重量。

56.10 通常，不必在试验进行中间称重。试验可持续进行，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。

56.11 在 120 小时试验期间没有必要更换溶液。

57 计算和报告

57.1 测定试样的重量损耗，以便测量酸溶液对材料的影响。应以每月渗透毫米数报告腐蚀速率(注8)，使用公式 1 进行计算。

58 精度和偏差

58.1 精度—实验 F 的精度被确定。

58.2 偏差—本实验没有偏差，因为仅在本实验的术语中对耐晶间腐蚀作了定义。

59 关键词

59.1 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。

附录 非强制性信息

X1. 这些测试方法的应用

X1.1 概述

X1.1.1 这些测试方法能检测出三类晶间腐蚀敏感性的一个或多个，包括碳化铬、 σ 相、端粒。影响测试方法的因素有预定业务、使用预期的类型或腐蚀类型、材料等级的评估。

X1.1.2 这些实验介绍了确定奥氏体不锈钢晶间腐蚀敏感性的测试过程。在这些测试中晶间腐蚀存在与否并不能衡量在其它腐蚀介质中材料的性能。测试没有提供预测耐其它形式腐蚀的依据，如一般的腐蚀、点腐蚀或应力腐蚀开裂。

X1.1.3 在全部五个试验中，易于检测到与碳化铬沉积相关的晶间腐蚀敏感度。

X1.1.4 σ 相可能存在于锻造铬-镍-钼钢、钛或铌镇定合金、铸造含钼不锈钢合金。该 σ 相在显微组织中可能会也可能不会被发现，取决于使用的蚀刻技术和放大倍率。并非所有的测试方法可以检测 σ 相，见下面的论述。

X1.1.5 大多情况下，15小时铜-硫酸铜-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。本附录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，除这些含钼等级(如316、316L、317和317L)试样以外，这些等级代表要用于硝酸环境中的钢材。

X1.1.6 240小时硝酸试验应用于镇定和含钼等级(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的所有不锈钢等级。

X1.1.7 已在参考文件(8)中公布了用这些实验评估的各种类型不锈钢的全面试验结果。

实验A——乙二酸浸蚀试验

X1.2 乙二酸浸蚀试验用于材料验收，但不能用于材料的拒收。可与其它评估试验一起用来提供识别某些试样的快速方法，这些试样在其它试验中对快速晶间腐蚀肯定不敏感。

X1.2.1 浸蚀试验只有当它在指定的热酸试验下的适用表格中列出才适合使用。

X1.2.2 适用表中未列出的级别，要么没有使用实验A和热酸试验进行评估，要么已发现在浸蚀试验中得到可接受的结果，但在热酸试验中得到不可接收的结果。对于后一种情况，浸蚀试验通过的材料应被拒绝。

X1.2.3 当材料被列出，浸蚀试验能减少所需的时间，以确定该材料所代表的试样在该热酸试验中是否将具有低的腐蚀速率。但是，当浸蚀试验显示了可疑的结构，必须进行指定的热酸试验，避免拒收好的材料。

实验B——硫酸铁-硫酸试验

X1.3 实验B—硫酸铁-硫酸试验是一个在沸腾溶液中120小时的测试。

X1.3.1 硫酸铁-硫酸试验可用于评估符合接收材料的热处理。该试验还可用于检查镇定铌或钛添加的效果，和降低碳含量以防止快速晶间腐蚀敏感性的效果。该试验可用于锻造产品(包括钢管)、铸件和焊缝金属。

X1.3.2 硫酸铁-硫酸试验检测非镇定奥氏体不锈钢(如304, 304L, 316, 316L, 317, 317L, CF-3, CF-8, CF3M, CF8M, CG3M和CG8M)中主要与碳化铬沉积相关的晶间腐蚀敏感度；在321, 347, CF-3M, CF-8M, CG3M和CG8M中与 σ 相关的晶间腐蚀。它也揭示镇定不锈钢(321和347)和铸造铬-镍-钼不锈钢(CF-3M, CF-8M, CG-3M和CG-8M)中与类 σ 相组分相关的晶间腐蚀敏感度。

X1.3.3 硫酸铁-硫酸试验不检测在锻造铬-镍-钼不锈钢(316, 316L, 317, 317L)中主要与 σ 相有关的晶间腐蚀敏感度，这类不锈钢已知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。

注X1.1—为检测含钼奥氏体不锈钢中与 σ 相有关的晶间腐蚀敏感度，应采用硝酸试验，实验C。

X1.3.4 在硫酸铁-硫酸试验中，乙二酸浸蚀试验(实验A)可用于从测试中筛选某些级别，见表1。未列于表1中的级别，要么没有用实验A和硫酸铁-硫酸试验进行评估，要么已发现在浸蚀试验中得到了可接受的结果，但在硫酸铁-硫酸试验中得到不可接收的结果，通过的材料应被拒绝。

实验C—— 硝酸试验

X1.4 实验C— 硝酸试验是一个在沸腾溶液中240小时的测试。

X1.4.1 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镇定元素的效果，和降低碳含量以防止快速晶间腐蚀敏感性的效果。本实验可用于各种不锈钢等级的锻造产品（含钢管）、铸件和焊缝金属。

X1.4.2 在硝酸中的晶间腐蚀与以下一项或多项因素有关：碳化铬的晶间沉积，含钼等级中的 σ 相或过渡相，镇定等级中的 σ 相成分。沸腾硝酸试验不应用于超低碳含钼等级，除非待测试材料用于硝酸运行环境。

X1.4.3 实验C试验检测与碳化铬沉积相关和与类 σ 相沉积相关的快速晶间腐蚀敏感度。后者可能在含钼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。

X1.4.4 硝酸试验检测304, 304L, 316, 316L, 317, 317L, 321, 347, CF-3, CF-8, CF-3M和CF-8M中主要与碳化铬沉积相关的晶间腐蚀敏感性；316, 316L, 317, 317L, 321, 347, CF-3M和CF-8M中和 σ 相相关的晶间腐蚀敏感性；304, 304L, 316, 316L, 317, 317L, 321和347中端粒腐蚀敏感性。硝酸试验也可适用于309, 310, 348, 410, 430, 446和CN-7M。这些级别可能形成 σ 相，当用于硝酸环境中，必须进行硝酸试验检测。

X1.4.5 在硝酸试验中，乙二酸浸蚀试验（实验A）可用于从测试中筛选某些级别，见表2。未列于表2中的级别，要么没有用实验A和硝酸试验进行评估，要么已发现在浸蚀试验中得到了可接受的结果，但在硝酸试验中得到不可接受的结果，通过的材料应被拒绝。特别是316, 316L, 317, 317L, 347和321级别不能被筛选，因为这些钢可能含有在浸蚀结构中不可见的 σ 相。这可能导致在硝酸试验中快速的晶间腐蚀。

实验E—— 铜-硫酸铜-16%硫酸试验

X1.5 铜-硫酸铜-16%硫酸试验是一个在沸腾溶液中15小时的测试，试样埋于金属铜粒或磨屑中。在沸腾溶液中试验后，试样被弯曲。

X1.5.1 本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（铌，钛等）和降低碳含量以有助于耐晶间腐蚀的效果。该试验可评估所有奥氏体不锈钢锻件和焊接金属。

X1.5.2 实验E表明在201, 202, 301, 304, 304L, 316, 316L, 317, 317L, 321和347中与富铬一碳化物沉积相关的晶间腐蚀敏感度。

X1.5.3 它不检测和 σ 相或端粒腐蚀相关的晶间腐蚀敏感度，两者仅在某些硝酸环境中被观察到。

X1.5.4 在铜-硫酸铜-16%硫酸试验中，乙二酸浸蚀试验（实验A）可用于从测试中筛选某些级别，见表4。未列于表4中的级别，要么没有用实验A和铜-硫酸铜-16%硫酸试验进行评估，要么已发现在浸蚀试验中得到了可接受的结果，但在铜-硫酸铜-16%硫酸试验中得到不可接受的结果，因此通过的材料应被拒绝。

实验F—— 铜-硫酸铜-50%硫酸试验

X1.6 实验F— 铜-硫酸铜-50%硫酸试验是一个在沸腾溶液中120小时的测试，包含金属铜。

X1.6.1 本试验检测在CF-3M, CF-8M和316Ti中与富铬碳化物沉积相关的晶间腐蚀敏感度。

X1.6.2 本试验不检测和 σ 相相关的腐蚀敏感度。

X1.6.3 在铜-硫酸铜-50%硫酸试验中，乙二酸浸蚀试验（实验A）可用于从测试中筛选某些级别，见表6。未列于表6中的级别，要么没有用实验A和铜-硫酸铜-50%硫酸试验进行评估，要么已发现在浸蚀试验中得到了可接受的结果，但在铜-硫酸铜-50%硫酸试验中得到不可接受的结果，因此通过的材料应被拒绝。

参考文献

- (1) 有关浸蚀结构分级的原始描述, 见Streicher, M. A., “用乙二酸中电解浸蚀由240小时硝酸试验筛选不锈钢”, ASTM 公报, No. 195, 1954年1月, p. 63。
- (2) 有关沸腾试验的原始描述, 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18, 1930年, p. 1126; 和“腐蚀试验方法IV分委会报告”, ASTM论文集, 卷33, 第I部, 1933年, p. 187。
- (3) 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。
- (4) 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年, p. 579。
- (5) 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strauss试验的评估”, ASTM STP 369, ASTM, 1963, pp. 235 - 239。
- (6) Herbsleb, G., 和Schwenk, W., “Untersuchungen zur Einstellung des Redoxpotentials der Strausschen Lösung mit Zusatz von Metallischem Kupfer,” 腐蚀学, 卷7, 1967, pp. 501 - 511。
- (7) Walker, W. L., “ASTM A262实验E, 结果评估中的偏差(A01.14 Round Robin分委会)”, 不锈钢合金的腐蚀, ASTM STP 656, R. F. Steigerwald ed., ASTM, 1978, pp. 146 - 153。
- (8) 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年1月, pp. 1 - 12。

参考书目

- (1) 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年4月, pp. 77 - 86。
- (2) For details, see DeLong, W. B., “Testing Multiple Specimens of Stainless Steels in a Modified B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 STP 93, ASTM, 1950, p. 211。
- (3) 见工业与工程化学, 卷17, 1925年, 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年3月。

本标准中包含的内容有可能涉及专利, ASTM组织不承担识别这些专利的责任。标准使用者应识别涉可能及到的任何专利, 并为其行为负责。

本标准由技术委员会负责随时修订, 在没有修订的情况下至少5年复审一次, 以确认继续实施或废止。您可将关于修订本标准或增加新标准的建议发送到ASTM总部。该建议会被相应的技术委员会组织会议认真讨论, 您也可以参加该会议。如果您认为您的建议没有被公平的采纳, 可以按如下地址向ASTM标准委员会反映。

本标准版权归ASTM组织, 地址: 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. 可以通过联系ASTM以上地址或610-832-9585 (电话)、610-832-9555 (传真) 或service@astm.org (e-mail), 或通过ASTM网站 (www.astm.org) 获得本标准的单行本 (一份或多份)。影印标准的许可权限也可从版权许可中心222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, 电话: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/> 获得。