

1 主题内容与适用范围

本标准规定了不锈钢缝隙腐蚀电化学试验方法的原理、试验仪器、试样制备、试验条件、试验步骤和试验报告内容等。

本标准适用于评价不锈钢在氯化物环境中的抗缝隙腐蚀性能,特别适用于不同钢种或不同状态的比较。本标准也适用于评价人体外科植入金属材料的抗缝隙腐蚀性能。

2 引用标准

- GB 626 化学试剂 硝酸
- GB 1266 化学试剂 氯化钠
- GB 2477 磨料粒度及其组成

3 试验方法原理

3.1 用规定的人工缝隙夹具将 1 cm^2 的不锈钢试验面与尼龙网构成人工缝隙,在恒温的氯化钠溶液中,用恒电位法使其极化到 $0.800\text{ V}_{\text{me}}^{(1)}$,诱发缝隙腐蚀。

注:1)以饱和甘汞电极为参比电极的电位,下同。

3.2 试样诱发缝隙腐蚀后,立即将电位降至某一预选钝化电位,如果在该电位下材料对缝隙腐蚀敏感,腐蚀将继续发展;反之,试样将发生再钝化。

3.3 以缝隙腐蚀表面能够再钝化的最正电位为判据,评价材料的抗缝隙腐蚀性能。

4 试验仪器

- 4.1 人工缝隙夹具,包括有机玻璃夹具座和压盖、聚四氟乙烯垫片、尼龙网和玻璃珠,见附录 A(补充件)。
- 4.2 单通道恒电位仪二台,或单通道恒电位仪一台和外接电位给定器二台,或双通道恒电位仪一台。
- 4.3 X-Y 记录仪。
- 4.4 玻璃电解池。
- 4.5 恒温水浴。
- 4.6 铂辅助电极。
- 4.7 饱和甘汞电极及盐桥。

5 试样制备

- 5.1 试样尺寸(mm): $10 \times 10 \times \delta$ 或 $\phi 11.3 \times \delta$, δ 为厚度。
- 5.2 试样坯料应该有充分的代表性,即化学成分、热处理工艺及性能等应同使用状态一致。

- 5.3 试样采用机械加工方法制备,试验面取向应同使用状态一致。平行试样应不少于三个。
- 5.4 试验面及与其毗邻的周面,用水砂纸由粗到细仔细打磨,最后用符合 GB 2477 规定的粒度号 W28 水砂纸打磨并脱脂。
- 5.5 试样在 60℃、20%~30%化学纯硝酸中钝化处理 1 h。
- 5.6 用锡焊或点焊方法在试验面的反面连接测量导线。
- 5.7 用环氧树脂或其它绝缘树脂镶嵌试样,暴露 1 cm² 的试验面(图 1)。

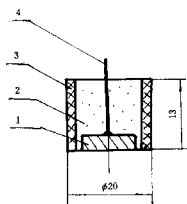


图 1 镶嵌试样

1—试样;2—绝缘树脂;3—塑料管;4—导线

- 5.8 最后用粒度号 W28 水砂纸打磨试验面,并用丙酮和无水乙醇清洗。

6 试验条件

- 6.1 试验溶液为 3.5% 的氯化钠溶液,用符合 GB 1266 规定的分析纯氯化钠 35 g 溶于 965 mL 的蒸馏水或去离子水中配制而成。试验温度为 30±1℃。
- 6.2 外科植入金属材料试验溶液为 9 g/L 的氯化钠溶液。试验温度为 37±1℃。

7 试验步骤

- 7.1 将盛有试验溶液的电解池放在恒温水浴中加热至试验温度并恒温。
- 7.2 装配试样:将试样放入夹具内,把尼龙网和聚四氟乙烯垫片在试验溶液中浸泡后依次盖在试验面上,放上玻璃珠,旋紧夹具压盖至于拧不动为止(见图 2)。

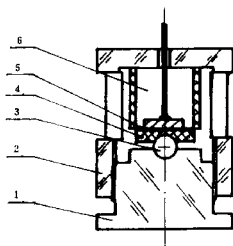
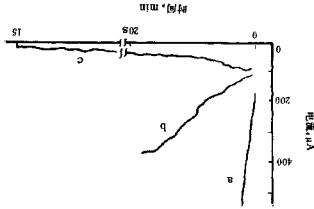


图 2 装配好的缝隙试样

1—夹具压盖;2—夹具座;3—玻璃珠;4—聚四氟乙烯垫片;5—尼龙网;6—镶嵌试样

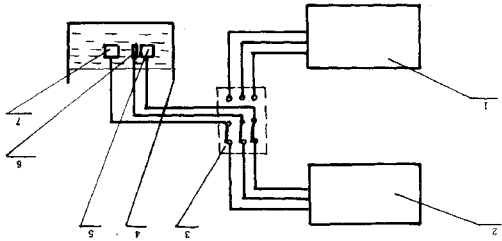
7.6 腐蚀试样再钝化,发生腐蚀的试样,电位降到第一个预选钝化电位后,记录电流-时间曲线并监测15 min,确定是否再钝化。再钝化的标志是电流随时间减小或电流很小(不大于 $2\mu\text{A}$,图5);反之,如果电流随时间增加(大于 $2\mu\text{A}$)或在大范围内波动(大于 $4\mu\text{A}$,图6)表示没有钝化,腐蚀在继续发展。

图4 诱发腐蚀
a、b 发生腐蚀;c—未发生腐蚀



7.5 诱发腐蚀:将试样电位控制在 $0.800\text{V}_{\text{NHE}}$,记录电流-时间曲线。腐蚀发生的标记是电流随时间增加。
7.5.1 电流达到 $500\mu\text{A}$ 如图4的a曲线,立即将电位降至 V_1 (腐蚀电位,即第一个预选钝化电位)。
7.5.2 电流虽未达到 $500\mu\text{A}$,但随时间增加如图4的b曲线,持续20s后将电位降至 V_1 。
7.5.3 在开始20s内电流很小(小于 $4\mu\text{A}$)或随时间减小如图4的c曲线,延长诱发腐蚀时间。在延长期内发生腐蚀,分别按7.5.1或7.5.2规定进行;如延续至15min仍不发生腐蚀,则终止试验,即再钝化电位 $V_{\text{NHE}} > 0.800\text{V}_{\text{NHE}}$ 。

图3 测量接线示意图



7.3 将装配好的试样、辅助电极及甘汞电极桥放入电解池试验溶液中。
7.4 连接测量导线(两台单通道恒电位仪接线见图3)。1h后测量并记录试样的腐蚀电位 V_1 。

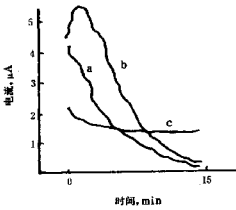


图 5 试样钝化

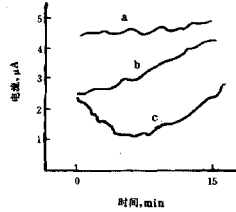


图 6 试样未钝化

7.6.1 如果试样发生钝化,则重新将电位升至 $0.800 V_{\text{acc}}$,诱发腐蚀。

7.6.2 如果试样不钝化,腐蚀继续发展,则终止试验,即在腐蚀电位不能再钝化。

7.7 重新诱发腐蚀(按 7.5 操作)后,再将电位降至第二个预选钝化电位 V_2 。它是比 V_1 稍正、 $0.050 V$ 的整刻度。如 V_1 为 $-0.143 V_{\text{acc}}$,则 V_2 应该是一 $0.100 V_{\text{acc}}$ 。

7.8 在第二个预选钝化电位,重复 7.6 步骤。如果不发生再钝化,终止试验,即 $V_{\text{tp}} = V_1$ 。如果再钝化了,则按 7.5 和 7.6 重复操作,直到在某一预选钝化电位试样不再钝化,终止试验。从第三个预选钝化电位 V_3 开始,每次的预选值都比前一次正 $0.050 V$ 。

7.9 诱发腐蚀的电位 $0.800 V_{\text{acc}}$ 和预选钝化电位 V_1, V_2, \dots ,由两台恒电位仪或两台外接电位给定器,或双恒电位仪的两个通道分别预调好,电位转换瞬时实现。

7.10 终止试验后取下试样,在 20 倍放大镜下观察试验面有无腐蚀,并作记录。

8 试验报告内容

8.1 钢种编号、名称、化学成分及生产工艺。

8.2 各个试样的腐蚀电位 V_1, V_{acc} 。

8.3 各个试样诱发腐蚀后能够再钝化的最正电位 $V_{\text{tp}}, V_{\text{acc}}$ 。

8.4 等于和正于再钝化电位时的极化电流与时间的关系曲线。

8.5 记述试验面腐蚀情况。

附录 A
人工缝隙夹具
(补充件)

A1 有机玻璃夹具座和压盖, 见图 A1 和图 A2。

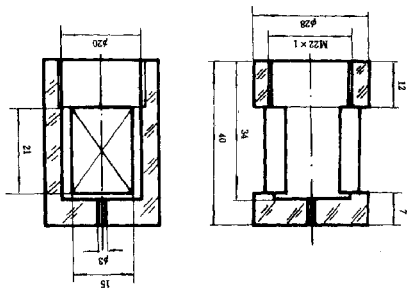


图 A1 有机玻璃夹具座

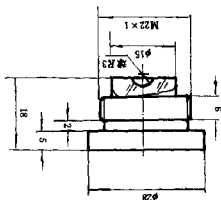


图 A2 有机玻璃压盖

A2 聚四氟乙烯垫片, 见图 A3。
A3 平纹编织尼龙网(即 SP 型), 尺寸为 $\phi 15$ mm, 规格 16 目, 线径 0.40 mm, 不重复使用。

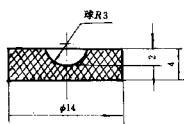


图 A3 聚四氟乙烯垫片

A4 玻璃珠,直径 6 mm。

附加说明:

本标准由中国船舶工业总公司提出。

本标准由洛阳船舶材料研究所、上海材料研究所、上海钢铁研究所负责起草。

本标准主要起草人徐筱波、李丽霞、肖京先、刘景宜、招爱玮、朱锡英。