



中华人民共和国国家标准

GB/T 25996—2019
代替 GB/T 25996—2010

绝热材料对奥氏体不锈钢 外部应力腐蚀开裂的试验方法

Test method for thermal insulations on external stress corrosion
cracking of austenitic stainless steel

2019-10-18 发布

2020-09-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 25996-2019
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100201217073522
防伪号: 2020-1217-0257-1445-5163
时 间: 2020-12-17
定 价: 24元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
绝热材料对奥氏体不锈钢
外部应力腐蚀开裂的试验方法
GB/T 25996—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年10月第一版

*

书号: 155066·1-63710

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 25996—2010《绝热材料对奥氏体不锈钢外部应力腐蚀开裂的试验方法》。与 GB/T 25996—2010 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 将 3.1“应力腐蚀开裂”,修改为“外部应力腐蚀开裂”;
- 删除了要求(见 2010 年版的第 4 章);
- 删除了方法说明(见 2010 年版的第 5 章);
- 修改了不锈钢板的尺寸(见 6.1,2010 年版的 6.1);
- 增加了达纳法不锈钢试件连接示意图(见图 1);
- 修改了绝热材料试样制备(见第 7 章,2010 年版的 6.3);
- 增加了 7.1 一般要求和 7.4 其他类型绝热材料试样制备;
- 删除了结果判定(见 2010 年版的第 9 章);
- 增加了试验结果(见第 11 章)。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国绝热材料标准化技术委员会(SAC/TC 191)归口。

本标准负责起草单位:南京玻璃纤维研究设计院有限公司、河北金威新型建筑材料有限公司、湖北省产品质量监督检验研究院、浙江浦森新材料科技有限公司、国家玻璃纤维产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人:李勇、王玲、王涛、高永涛、潘争光、陈丰云、车玉良、戴永杰、王小丽、陈永健、赵吉敏、王旭、陆伟明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 25996—2010。

北京中培质联

引 言

奥氏体不锈钢暴露在一定的腐蚀环境中,在应力集中点会有开裂的趋势。特别是当没有硅酸根、钠离子等抑制离子存在的情况下,氯化物和氟化物会对奥氏体不锈钢造成外部应力腐蚀开裂。由于氯化物在环境中比较普遍,试验过程中要采取措施避免氯化物的污染,特别是避免其对奥氏体不锈钢试件(以下简称不锈钢试件)的污染。

本标准规定的试验方法是模拟绝热材料使用的大多数实际工业生产过程情形进行的。使用芯吸或滴注的方式,绝热材料中存在的可溶出氯化物、氟化物,在 28 d 内不断被去离子水输送到热的不锈钢试件表面,在高温的作用下蒸发浓缩聚集在不锈钢试件的表面上。

含有腐蚀性离子、水分和氧气的环境会增加外部应力腐蚀开裂的机会。在实验室测试条件下,通过本标准测试合格的绝热材料不会引起敏化不锈钢试件的开裂。在实际使用中,虽然绝热材料本身不会引起外部应力腐蚀开裂,但在不合理的使用环境中,绝热材料有可能作为一个媒介,搜集或传输腐蚀性离子到热的奥氏体不锈钢材料表面上,高温会导致水的蒸发和化学反应速率的增加,严重时产生外部应力腐蚀开裂。实践证明,通过改变绝热材料的氯化物含量或加入某些化学添加剂,可制得抑制氯化物存在下外部应力腐蚀开裂的绝热材料。

一定氯离子浓度的水溶液能引起开裂,不含氯离子的水不会引起开裂的不锈钢试件才能满足本标准测试的要求。

北京中培质联

绝热材料对奥氏体不锈钢 外部应力腐蚀开裂的试验方法

1 范围

1.1 本标准规定了绝热材料对奥氏体不锈钢外部应力腐蚀开裂的试验方法的术语和定义、仪器与设备、试剂与材料、不锈钢试件制备、绝热材料试样制备、试验方法、试验用敏化的不锈钢试件合格验证、试验后不锈钢试件检查、试验结果、试验报告。

1.2 本标准适用于覆盖奥氏体不锈钢用绝热材料及其制品,主要包括矿物棉、硅酸钙、复合硅酸盐、膨胀珍珠岩、泡沫石棉、泡沫玻璃、气凝胶和保温防火涂料等。也适用于水泥和粘结剂。

1.3 本标准给出了达纳法和滴注法两种测试方法,适用性如下:

- 达纳法仅适用于芯吸型材料,滴注法适用于所有可被切割或成型为试验试样的材料;
- 当材料可热处理成芯吸型材料时,可用达纳法或滴注法测试;
- 当材料无法处理成芯吸型材料或热处理温度大于厂家推荐温度时,用滴注法测试。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 228 金属材料 室温拉伸试验方法

GB/T 4132 绝热材料及相关术语

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15970.3—1995 金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第3部分:U型弯曲试样的制备和应用

GB/T 20878 不锈钢和耐热钢 牌号及化学成分

3 术语和定义

GB/T 4132 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

外部应力腐蚀开裂 external stress corrosion cracking; ESCC

金属在某些腐蚀环境下,所受外部施加应力的集中点可能发生的以裂纹形式出现的破坏。

3.2

芯吸型绝热材料 wicking-type insulation

一种当其50%~75%部分浸入在水中,10 min内就会全部浸润的绝热材料。

4 仪器与设备

4.1 达纳法仪器与设备

4.1.1 试样保持器。

- 4.1.2 焊器:可使用银焊料和不含氯的不锈钢焊料进行焊接。
- 4.1.3 结晶皿:由硼硅酸盐玻璃制成, ϕ 190 mm \times 100 mm。
- 4.1.4 电子变压器:150 mA/150 V,并配有温度调压器。
- 4.1.5 铜电导线:铜芯截面积 50 mm²。
- 4.1.6 热电偶型温度计。
- 4.1.7 精密折弯机。
- 4.1.8 湿式砂带机:砂带规格 P 80。
- 4.1.9 不锈钢螺栓:长 65 mm、直径 5 mm,带绝缘垫圈和不锈钢螺母。
- 4.1.10 显微镜:X 10~X 30。
- 4.1.11 钻头: ϕ 7 mm。
- 4.1.12 放大镜:X 10~X 20。
- 4.1.13 电动锯。
- 4.1.14 箱式电阻炉:最高温度不低于 1 200 ℃。

4.2 滴注法仪器与设备

- 4.2.1 加热装置:加热管外径 38 mm,外壁温度为水沸点温度 \pm 6 ℃。
- 4.2.2 多通道蠕动泵或其他给水装置:用于向每个样品提供 250 mL/d 的氯化钠溶液、蒸馏水或去离子水。
- 4.2.3 玻璃瓶:1 L。
- 4.2.4 试件保持器。
- 4.2.5 热电偶型温度计。
- 4.2.6 圆柱形采样器:外径 25.5 mm。
- 4.2.7 精密折弯机。
- 4.2.8 箱式电阻炉:最高温度不低于 1 200 ℃。
- 4.2.9 湿式砂带机:砂带规格 P 80。
- 4.2.10 不锈钢螺栓:长 65 mm、直径 5 mm,带绝缘垫圈和不锈钢螺母。
- 4.2.11 显微镜:X 10~X 30。
- 4.2.12 钻头: ϕ 7 mm。
- 4.2.13 放大镜:X 10~X 20。
- 4.2.14 电动锯。

5 试剂与材料

- 5.1 蒸馏水或去离子水:不低于 GB/T 6682 三级水的要求, $\rho_{(\text{Cl}^-)} < 0.1$ mg/L。
- 5.2 氯化钠溶液: $\rho_{(\text{Cl}^-)} = 1\ 500$ mg/L,2.473 g NaCl 溶于 1 L 水中。
- 5.3 染色剂。
- 5.4 环氧胶粘剂:铝粉填充。
- 5.5 导热油膏:不含氯化物。
- 5.6 无氯导热树脂。
- 5.7 硼硅酸盐玻璃棉块:中性芯吸型,圆柱形, ϕ 35 mm \times 51 mm。
- 5.8 低氯擦拭纸:38 mm \times 100 mm,低尘, $w_{(\text{Cl}^-)} \leq 1$ mg/kg。

5.9 无氯耐水磨砂纸: P 80。

5.10 陶瓷托盘。

6 不锈钢试件制备

6.1 奥氏体不锈钢板满足以下要求:

- 符合 GB/T 20878 规定的代号为 S30408、牌号为 06Cr19Ni10 的奥氏体不锈钢板;
- 碳含量(质量分数)为 0.05 %~0.06 %;
- 长 2 000 mm,宽 1 000 mm,厚 1.3 mm~1.5 mm。

6.2 从同一块奥氏体不锈钢板上用电动锯裁取 51 mm×178 mm 的试件 12 块,使试件的长尺寸平行于板的长尺寸。每 4 块一组,其中两组用作不锈钢板材的合格验证,一组用于试样试验。

6.3 先用清洁剂和自来水清洗不锈钢试件,再用蒸馏水或去离子水反复清洗,以除去表面的油脂和污染物。然后,将不锈钢试件吹干放在干净的陶瓷托盘中,备用。操作过程中注意避免氯化物污染。

6.4 将 12 块不锈钢试件放入箱式电阻炉中,升温至 650 °C,恒温加热 3 h,然后关闭电源,自然冷却至室温,取出。

6.5 用无氯耐水磨砂纸顺着不锈钢试件长尺寸方向向同一方向打磨不锈钢试件,以除去黑色金属氧化物,使金属变亮(有光泽)。打磨一面即可,同时把剪切的边角用砂纸打磨光滑以免伤人。

6.6 用钻头在每个不锈钢试件两端的中心距边缘 10 mm 处各钻一个直径 7 mm 的孔。

6.7 以半径为 25.4 mm 的金属棒为芯,按 GB/T 15930.3—1995 规定的要求,将每个平板弯成外半径为 (25.4 ± 0.25) mm 两平面平行的 U 型试件,偏差 ≤ 1.6 mm,且 U 型试件经打磨的一面朝外。

6.8 在达纳法中,用电加热不锈钢试件,4 个不锈钢试件为一组。将三段铜电导线弯成图 1 a) 形状,两段铜导线弯成图 1 b) 形状,并按照图 1 c) 所示用焊器连接四个不锈钢试件,每个不锈钢试件都呈对角线连接。

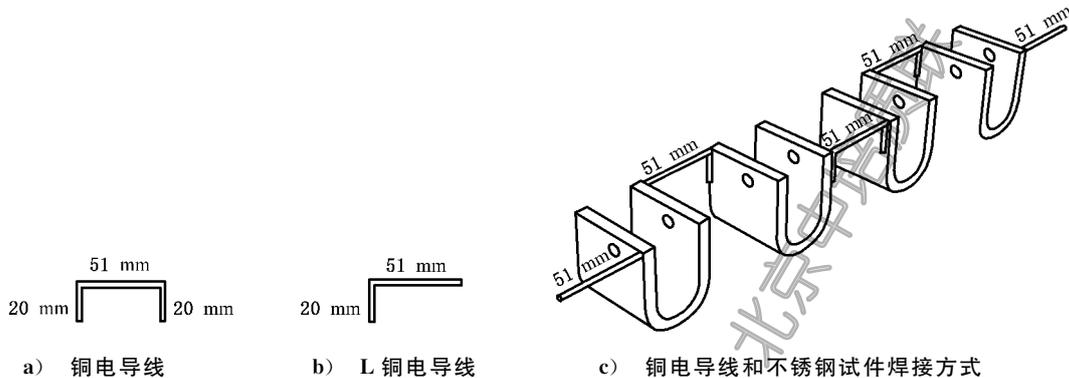
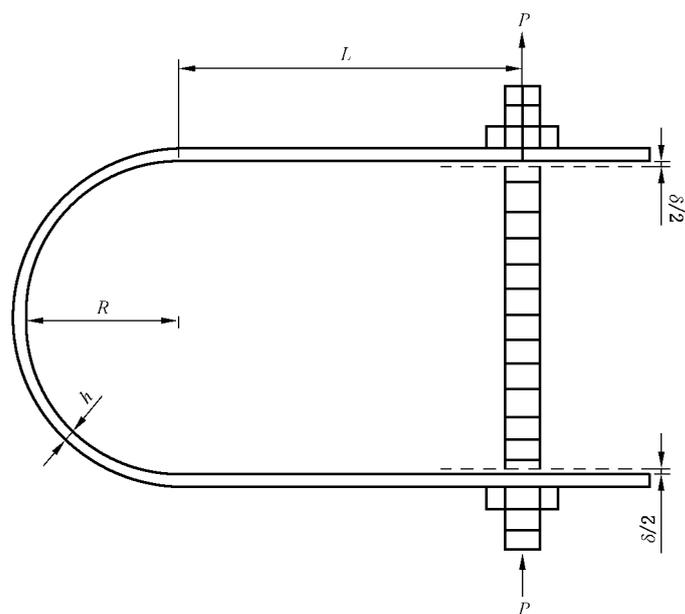


图 1 达纳法用铜电导线、不锈钢试件焊接示意图

6.9 用经蒸馏水或去离子水润湿的低氯擦拭纸擦洗试件的凸表面,漂洗,吹干。之后应避免裸手接触试件的凸表面。

6.10 在每个试件上安装螺栓和螺母,平稳地转动螺母,先保持 U 型试件的两平面平行,如图 2 所示。按照式(1)计算出挠度 δ ,再按照式(2)计算转动螺母达到一定的转数后两平面距离 L_0 ,游标卡尺测量两平面距离,确保每个试件的应力相同。式(1)中相关参数的数值,从不锈钢板材料力学性能的测试报告中获得或按照 GB/T 228 进行拉伸试验和对试件做必要的测量来获得。本试验方法所需的弹性应力 S 为 207 MPa。



说明：

R —— 弯曲半径；

h —— 不锈钢板厚度；

L —— 不锈钢试件平直部位的长度；

P —— 螺纹方向；

δ —— 不锈钢试件施加一定应力后的挠度。

图 2 U 型不锈钢试件示意图

$$\delta = \left[\frac{12S(2R+h)}{(L+R)(8R+h)(h)(E)} \right] \left[\frac{L^3}{3} + R \left(\frac{\pi}{2}L^2 + \frac{\pi}{4}R^2 + 2LR \right) \right] \dots\dots\dots(1)$$

$$L_0 = 2R - \delta \dots\dots\dots(2)$$

式中：

δ —— 不锈钢试件施加一定应力后的挠度，单位为毫米(mm)；

S —— 弹性应力，单位为兆帕(MPa)；

R —— 弯曲半径，单位为毫米(mm)；

h —— 不锈钢板厚度，单位为毫米(mm)；

L —— 不锈钢试件平直部位的长度，单位为毫米(mm)；

E —— 弹性模量，单位为兆帕(MPa)；

L_0 —— 施加应力后 U 型不锈钢试件两内平面之间的距离，单位为毫米(mm)。

7 绝热材料试样制备

7.1 一般要求

7.1.1 整个制备过程应带上干净的聚乙烯手套，避免裸手直接接触绝热材料，防止氯离子污染。

7.1.2 若绝热材料表面和内部不同，绝热材料应测试被判定为最易引起腐蚀的部位。

7.1.3 当材料可热处理成芯吸型材料时，热处理时应按照厂家推荐温度进行，必要时处理温度可为材料的最高使用温度。

7.2 表面和内部一致的绝热材料试样制备

7.2.1 将绝热材料切割成 $102\text{ mm} \times 178\text{ mm} \times 38\text{ mm}$ 的试样块,用取样器在每个试样块的中心钻一个孔,然后切成两部分,制成 $102\text{ mm} \times 89\text{ mm} \times 38\text{ mm}$ 的试样,不少于四个。将每个试样安装到对应的已用螺栓固定好的不锈钢试件上。若相互不匹配,用干净的无氯耐水磨砂纸打磨试样,以便与不锈钢试件贴合,并将打磨好的试样用空气吹扫,除去打磨产生的灰尘。

7.2.2 对于松散的绝热材料,首先用不锈钢丝制造一个如图 3 所示的不锈钢丝网的笼子,把松散的绝热材料填入笼子中,填充成型的绝热材料密度应满足客户要求,没有特定要求时填充至松散绝热材料的自然密度。

7.2.3 将薄层式的绝热材料堆积成 38 mm 高,再按 7.2.1 的方法制备试样,试样用橡皮筋或金属丝固定。若制作的试样不能被水浸润,使用滴注法进行测试时,先用水浸试样,并将不同层之间适当分开,使水能通过。

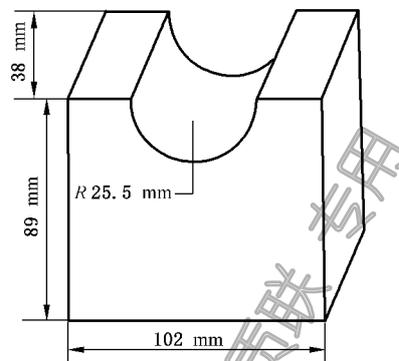


图 3 板状绝热材料试样形状

7.3 外表面不同于内表面的绝热材料试样制备

7.3.1 在干燥过程中可溶出离子会迁移到外表面的湿法成型材料,如硅酸钙和水泥等,制样时应在有代表性的位置取样,并按照 7.2.1 制备绝热材料试样。

7.3.2 用芯轴卷绕并脱芯制成的矿物棉管壳,通过开 V 形槽又被胶合形成的矿物棉管壳等。此类型绝热材料试样制备成如图 4 所示,厚度为 38 mm ,如有夹套或覆盖物,制样时还包括夹套或覆盖物。适当打磨与不锈钢试件接触的区域,达到最大程度接触。绝热材料试样制作好之后,用空气吹扫除去灰尘。

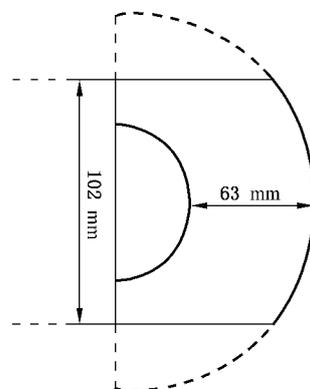


图 4 管壳状绝热材料试样形状

7.4 其他类型绝热材料试样制备

7.4.1 水泥试样的制备,先制作一个模具,如图 3 所示,然后浇筑,并用不锈钢试件定型水泥试样的弧形区域,待凝固后去掉模具和不锈钢试件,滴注法测试。若水泥试样凝固后不容易浸润,将水泥试样切成两个 19 mm 厚的部分,再用橡皮筋或金属丝固定,中间的接触面用水润湿,并用滴注法测试。

7.4.2 对于水无法渗透的材料,如泡沫玻璃、憎水的岩棉、气凝胶绝热制品等,将其制成 102 mm×89 mm×38 mm 的试件,从中间分成两块[102 mm×89 mm×19 mm],用橡皮筋、销钉或金属丝将两块试件固定在一起。使用滴注法测试时,若两块试件之间水也无法润湿,就将它们稍微分开,并使水通过间隙渗透到不锈钢试件上。

7.4.3 测试粘结剂时,将两个材料测试块用粘结剂粘合在一起,粘结处接触奥氏体不锈钢表面,并用滴注法测试。

8 试验方法

8.1 达纳法

8.1.1 把每个浸润的绝热材料试样放在结晶皿中,使其凹槽向上。

8.1.2 按照 6.8 连接铜导线和不锈钢试件,按照 6.10 安装螺栓和螺母,再将不锈钢试件依次放置在绝热材料的 U 型槽内,使其紧密接触。不锈钢试件组与电子变压器之间用铜导线连接。

8.1.3 把热电偶的测温端放在不锈钢试件凹面底部中间的位置,用铝粉覆盖热电偶,再在铝粉上滴几滴环氧胶粘剂,使热电偶的接触头可靠地粘在不锈钢试件上。

8.1.4 在结晶皿中注蒸馏水或去离子水直到约低于不锈钢试件凹槽底部 13 mm 的水平,打开电源加热,当温度达到水的沸点温度时开始计时。试验时间为 28 d±6 h。在 28 d 测试过程中如遇停电,应补偿停电用去的时间。

8.1.5 根据温度,适时调整各试件水位,水位增高会使温度降低,控制每个试件所需的水量为 200 mL/d~600 mL/d。

8.1.6 试验结束后,关闭电源使不锈钢试件冷却,断开电导线,把不锈钢试件从绝热材料试样上移开。

8.1.7 同时按照 9.1 进行试验用敏化的不锈钢试件合格验证。

8.2 滴注法(仲裁法)

8.2.1 把每个不锈钢试件放在加热管上,开口向下,将导热油膏搽在不锈钢试件和加热管之间,使其相互紧密接触,并按照 6.10 安装螺栓和螺母。

8.2.2 将待测的绝热材料试样用蒸馏水或去离子水浸润,无法浸润时浸没 10 min,取出放在不锈钢试件上并固定,并使两者充分接触。

8.2.3 将与每个玻璃瓶连接的经蠕动泵的滴水管插在绝热材料试样的中心部位,开动蠕动泵,调节滴水速度,保证每个绝热材料试样每天均匀滴注(250±25)mL 水。在测试过程中每天对每个绝热材料试样对应的玻璃瓶中加入(250±25)mL 水。

8.2.4 打开加热装置,管外壁温度控制在水沸点温度±6℃,温度达到后开始计时。试验时间为 28 d±6 h。在 28 d 测试过程中如遇停电,应补偿停电用去的时间。

8.2.5 试验结束后,关闭电源使不锈钢试件冷却,然后小心地取下不锈钢试件。

8.2.6 同时按照 9.2 进行试验用敏化的不锈钢试件合格验证。

9 试验用敏化的不锈钢试件合格验证

9.1 达纳法

9.1.1 用硼硅酸盐玻璃棉(5.7)代替绝热材料试样,不锈钢试件应接触玻璃棉块的顶部。

9.1.2 在结晶皿中注入氯化钠溶液直到液位处于离不锈钢试件底部 6.4 mm~19 mm 范围内,保持温度在水的沸点温度 $\pm 6\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的范围内,蒸发的水量在 250 mL/d~1 000 mL/d。达到温度后开始计时。试验时间为 72 h \pm 30 min。

9.1.3 按同样的方法用蒸馏水或去离子水对 4 个 U 型弯曲的不锈钢试件进行 28 d 空白试验。

9.1.4 氯化钠溶液腐蚀的 4 个不锈钢试件都开裂,且空白试验的 4 个不锈钢试件无一开裂证明此批不锈钢合格,可用于本标准进行试验。

9.2 滴注法

9.2.1 用中性芯吸的低尘擦拭纸代替绝热材料试样,放置在不锈钢试件上,通过蠕动泵每天均匀滴注(250 \pm 25)mL 的氯化钠溶液到低尘擦拭纸的中心。每天对每个不锈钢试件对应的玻璃瓶中加入(250 \pm 25)mL 的氯化钠溶液。

9.2.2 打开加热装置,管外壁温度控制在水的沸点温度 $\pm 6\text{ }^{\circ}\text{C}$,达到温度后开始计时。试验时间为 72 h \pm 30 min。

9.2.3 按同样的方法用蒸馏水或去离子水对 4 个 U 型弯曲的不锈钢试件进行 28 d 空白试验。

9.2.4 当氯化钠溶液腐蚀的 4 个不锈钢试件都开裂,蒸馏水或去离子水腐蚀的 4 个不锈钢试件无一开裂时,证明此批不锈钢合格,可用于本标准进行试验。

10 试验后不锈钢试件检查

10.1 第一阶段检查

在良好的照明条件下,先用肉眼检查所有的不锈钢试件。如果发现有裂纹则不用继续检查,没有发现裂纹则进行第二阶段检查。图 5 给出了典型的树枝状外部应力腐蚀裂纹。



图 5 典型的外部应力腐蚀裂纹

10.2 第二阶段检查

压平所有初步检查未发现裂纹的不锈钢试件,清除表面的固体颗粒,用一个外径 51 mm 的管子将不锈钢再弯为原来的 U 型,用放大镜仔细检查试件表面是否有裂纹。

10.3 第三阶段检查

对可能有裂纹的区域涂上液体染色剂,在显微镜下继续检查。如果有裂纹,染色剂能将其显示出来。至此仍没有检查出裂纹,则认为不锈钢试件没有开裂。

11 试验结果

11.1 在氯化钠溶液腐蚀的4个不锈钢试件都出现裂纹,蒸馏水或去离子水腐蚀的4个不锈钢试件无一出现裂纹的前提下,4个绝热材料试样腐蚀的不锈钢试件全都没有裂纹时,绝热材料通过对奥氏体不锈钢外部应力腐蚀开裂试验,任何一个绝热材料试样腐蚀的不锈钢试件出现裂纹,绝热材料不通过对奥氏体不锈钢外部应力腐蚀开裂试验。

11.2 4个绝热材料试样腐蚀的不锈钢试件均未出现裂纹,蒸馏水或去离子水腐蚀的4个不锈钢试件出现裂纹时,不锈钢试件处于“激化”状态,但绝热材料中的抑制剂能有效保护不锈钢试件免受试验腐蚀条件的影响,绝热材料通过对奥氏体不锈钢外部应力腐蚀开裂试验。

11.3 当蒸馏水或去离子水腐蚀的4个不锈钢试件中任何一块出现裂纹,而绝热材料试样腐蚀的不锈钢试件也出现裂纹时,则不能确定绝热材料通过对奥氏体不锈钢外部应力腐蚀开裂试验。试验结果详见表1。

表 1 试验结果

不锈钢试件	腐蚀介质			结果
	蒸馏水或去离子水	氯化钠溶液	绝热材料试样	
试验用数量	4个	4个	4个	
不锈钢试件 出现裂纹数	0个	4个	0个	通过
	0个	4个	任一出现裂纹	不通过
	任一出现裂纹	4个	0个	通过
	任一出现裂纹	4个	任一出现裂纹	不能确定

12 试验报告

试验报告至少应包括以下信息:

- 样品的名称、规格型号及形状;
- 样品的数量;
- 试验方法;
- 每个不锈钢试件出现裂纹的数目和严重程度,以及发现的方法;
- 支持试件中的腐蚀裂纹存在的图片或其他证据(可选项)。

