

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 15158

Первое издание
2014-02-15

Коррозия металлов и сплавов. Метод измерения потенциала питтинговой коррозии для нержавеющей сталей с применением потенциодинамического контроля в растворе хлорида натрия

*Corrosion of metals and alloys — Method of measuring the
pitting potential for stainless steels by potentiodynamic
control in sodium chloride solutionity*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/18-4dc490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 15158:2014(R)

© ISO 2014

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15158:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, пересылку по интернету или интранету, без предварительного письменного разрешения ISO по соответствующему адресу, указанному ниже, или комитета-члена ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Принцип	1
3 Аппаратура.....	1
3.1 Стабилизатор напряжения	1
3.2 Прибор измерения электродного потенциала	1
3.3 Приборы измерения тока.....	1
3.4 Держатель образца	2
3.5 Испытательная ячейка.....	2
3.6 Вспомогательный электрод.....	2
3.7 Контрольный электрод.....	3
4 Образцы	3
5 Методика	3
5.1 Подготовка контрольных электродов	3
5.2 Подготовка образца	3
5.3 Приготовление раствора	4
5.4 Настройка параметров испытания.....	4
5.5 Регистрация	4
5.6 Заключительное испытание	5
6 Статистический анализ данных питтингового потенциала	5
7 Протокол испытания.....	6
Приложение А (нормативное) Держатель образца.....	7
Приложение В (информативное) Пример статистического анализа данных потенциала питтингообразования	11
Библиография.....	13

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Методики, использованные для разработки данного документа и те, которые предназначены для их дальнейшего сохранения, описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. Особенно следует указывать различные критерии утверждения, необходимые для разных типов документов ISO. Данный документ составлен в соответствии с редакторскими правилами Директив ISO/IEC, Часть 2 (www.iso.org/directives).

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. Организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав. Детали любого патентного права, идентифицированного при разработке документа должны находиться во Введении и/или в перечне полученных патентных заявок ISO. (www.iso.org/patents)

Любое фирменное наименование, используемое в этом документе является информацией для удобства пользователей и не является одобрением.

О толковании значения **a** специфических терминов **a** ISO и **b** выражений, **b** относящихся к оценке соответствия, а также информации о строгом соблюдении ISO принципов ВТО в отношении Технических барьеров в торговле (ТБТ) см. следующую URL: Предисловие. Дополнительная информация

Технический комитет ISO/TC 17, *Коррозия металлов и сплавов*, несет ответственность за данный документ.

Введение

Хотя нержавеющие стали обычно используются как коррозионно-стойкий материал, они подвержены питтинговой (язвенной) коррозии, щелевой коррозии, растрескиванию при коррозии под напряжением и т. д. Среди этих видов коррозии питтинговая коррозия является наиболее часто встречающейся на нержавеющих сталях. Обычно для оценки коррозионной стойкости нержавеющей стали используется так называемый потенциал питтингообразования, ниже которого стабильные язвы считаются не растут. Поскольку питтинговая коррозия показывает вероятностный характер, зависящий от таких показателей, как неоднородность в размере, ориентация, легирующие компоненты, примеси, включения, сегрегация, поверхностная обработка, изменения во времени, продолжительности работы, колебаний условий окружающей среды, и т. д., ее измерение требует не менее пары значений.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15158:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64-6dc7c7440536/iso-15158-2014>

Коррозия металлов и сплавов. Метод измерения потенциала питтинговой коррозии для нержавеющей стали с применением потенциодинамического контроля в растворе хлорида натрия

1 Область применения

Настоящий международный стандарт описывает методику определения потенциала образования питтинга для нержавеющей стали (аустенитных, ферритных/аустенитных, ферритных, мартенситных нержавеющей стали) с применением потенциодинамического контроля.

Основным преимуществом по сравнению с потенциостатическими методами испытания^{[1][2]} является быстрота данного метода испытания, при котором потенциал питтинга может измеряться при сканировании потенциала отдельным электродом.

Потенциал питтингообразования по определению данного международного стандарта может использоваться как относительный показатель эксплуатационной характеристики. Например можно сравнить относительные эксплуатационные характеристики разных партий нержавеющей марки стали и изделий. Испытание, описанное в этом международном стандарте, не предназначено для определения потенциала питтингообразования, при котором происходит питтинг при реальных рабочих условиях или не происходит.

2 Принцип

Испытание заключается в повышении анодного потенциала образца при заданной скорости сканирования, в то время как образец подвергается воздействию нормализованного раствора хлорида натрия при постоянной температуре.

Потенциал питтинга (V'_{c10} или V'_{c100}) (см. JIS G 0577^[3]) определяется как потенциал, при котором плотность тока превышает 10 мкА/см^2 до 100 мкА/см^2 в течение более 60 с. Задержка в 60 с используется для подтверждения того, что наблюдаемый рост тока происходит от стабильно распространяющегося питтинга, тогда как кратковременные пики тока происходят от метастабильного питтинга.

Конструкция держателя образца и сам образец позволяют исключить щелевую коррозию.

3 Аппаратура

3.1 Стабилизатор напряжения

Стабилизатор напряжения должен регулировать электродный потенциал в пределах $\pm 1 \text{ мВ}$ от установленного значения.

3.2 Прибор измерения электродного потенциала

Прибор должен иметь высокий входной импеданс достаточный для исключения ошибки при чтении потенциала из-за тока затраченного прибором во время измерения, обычно этот импеданс равен от 10^{11} Ом до 10^{14} Ом . Чувствительность и точность прибора должна быть достаточной, чтобы обнаружить изменение $1,0 \text{ мВ}$.

3.3 Приборы измерения тока

Ток в цепи оценивается по падению потенциала, измеренному параллельно известному резистору. На многих стабилизаторах напряжения это измерение делается внутренне. Однако измерения могут

также проводиться внешним образом путем установки резистора в линию передачи тока от вспомогательного электрода к дополнительному соединению стабилизатора напряжения. Этот прибор должен измерять ток с погрешностью 2 % относительно реального значения.

3.4 Держатель образца

3.4.1 Любая часть держателя образца, контактирующая с испытательным раствором, должна изготавливаться из инертного материала.

3.4.2 Конструкция держателя образца должна обеспечивать исключение щелевой коррозии в зоне контакта между держателем образца и образцом. Некоторые методы предотвращения такого щелевого воздействия с помощью промываемой ячейки с проходом или промываемого струей держателя образца, приведены в А.1 и А.2.

3.4.3 Если невозможно использовать держатель образца, исключая щелевую коррозию, то электрод образца обрабатывается специальным методом, как описано в А.3.

3.5 Испытательная ячейка

3.5.1 В испытательную ячейку должны входить испытательный образец, зонд капилляра Луггина, подсоединенный к наружному контрольному электроду для измерения электродного потенциала, вспомогательный электрод, проход для встраивания устройства измерения температуры, барботер для деаэрации инертным газом, таким как N₂ или Ar, и/или устройство для периодического перемешивания раствора.

ПРИМЕЧАНИЕ Это можно получить с помощью механической мешалки или просто путем пропускания пузырьков инертного газа через раствор с контролируемой скоростью.

Точность прибора измерения температуры должна быть $\pm 0,4$ °C.

3.5.2 Обычно используется двустенная камера, которая должна обеспечить охлаждение или нагревание раствора рециркулирующей жидкостью из ванны наружного охлаждения или нагрева в наружную камеру ячейки.

3.5.3 Верхний кончик капиллярного зонда Луггина должен располагаться так, чтобы расстояние его от образца было около, но не ближе, чем двойной диаметр кончика.

3.5.4 Любая часть испытательной ячейки или держателя образца, входящая в контакт с раствором, должна быть из инертного материала. Подходящими материалами считаются поликарбонат и политетрафторэтилен (PTFE).

3.5.5 Соотношение объема раствора в испытательной ячейке к площади образца должно быть не менее 100 мл/см².

3.6 Вспомогательный электрод

Вспомогательный электрод обычно готовится из платины высокой чистоты. Могут использоваться другие материалы, если они инертны. Вспомогательный электрод может иметь форму листа, стержня, проволоки или в виде металлической сетки, базирующейся на стеклянной раме. Площадь вспомогательного электрода должна быть не менее площади образца.

В качестве вспомогательного электрода может использоваться графит, но при этом следует соблюдать осторожность во избежание загрязнения; перед использованием может потребоваться десорбция изотопов, содержащихся в графите.

3.7 Контрольный электрод

3.7.1 Контрольный электрод должен храниться при температуре окружающей среды снаружи относительно испытательной ячейки, и он должен подсоединяться к испытательной ячейке через капиллярный зонд Луггина.

3.7.2 Обычно используется электрод, насыщенный серебром/хлоридом серебра (sat.SSCE). Потенциалы этих электродов относительно стандартного водородного электрода при 25 °C приведены в ISO 17474.[4]

Если используется насыщенный каломельный (хлористая ртуть) электрод (SCE), то должен соблюдаться строгий контроль за обращением со ртутью и содержащими ртуть веществами в соответствии с правилами охраны здоровья и окружающей среды. Применение насыщенного каломельного электрода должно соответствовать национальным нормам и правилам.

4 Образцы

4.1 Образец должен отбираться из испытуемого материала так, чтобы площадь испытания составляла как минимум 1,0 см². Допускаются различные поверхности, если они используются при реальном применении: т. н. разные виды термической обработки, и разная отделка поверхности.

4.2 Образец может отбираться распиливаться пилой, отрезаться или резцом или шлифованием, и т.п. Глубина воздействия механической обработки должна удаляться последовательным шлифованием, чтобы следы механической обработки не влияли на результаты испытания.

ПРИМЕЧАНИЕ По согласованию соответствующих сторон, возможно использование любых шероховатостей поверхности отличных от приведенных выше рекомендаций, насколько они воспроизводимы.

5 Методика

ISO 15158:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/184dd490-8b70-40a3-8f64->

5.1 Подготовка контрольных электродов

5.1.1 Необходимо измерить разность потенциалов между контрольным электродом и двумя другими аттестованными электродами. Эти аттестованные электроды должны проследиваться по эталонному водородному электроду, и сохраняться исключительно для цели проверки достоверности. Если потенциал отличается более чем на 3 мВ, электрод отбрасывается.

5.1.2 Аттестованные электроды должны храниться в оптимальных условиях и регулярно сличаться. Если разность потенциалов между ними колеблется более чем на 1 мВ, то необходима замена.

5.2 Подготовка образца

5.2.1 Окончательное шлифование образца может быть с охлаждением или без охлаждения. Перед измерением, рекомендуется притереть образец шлифовальной бумагой с зернистостью 600 и повсеместно очистить его.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 После шлифования требуется время для образования воздушной пленки и образования квазистационарного состояния. Самое быстрое изменение при образовании пленки происходит в первый период с последующей стабилизацией при более длительных периодах.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Минимальный рекомендуемый период времени составляет 24 ч. Однако допускается более короткий период в зависимости от цели испытания. Тем не менее, период времени в серии испытаний должен быть согласованным.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 По согласованию сторон, могут применяться шероховатости поверхности отличные от предыдущих рекомендаций, насколько они воспроизводимы.

5.2.2 Образец должен очищаться до погружения в испытательный раствор путем обезжиривания, промывки водой высокой чистоты (с проводимостью менее чем 1 мкСм/см), затем этанолом или подобным растворителем, и с последующей сушкой на воздухе. После обезжиривания необходимы меры предосторожности, чтобы не загрязнить испытательную поверхность образца.

5.3 Приготовление раствора

5.3.1 Раствор готовится из химикатов со степенью чистоты реактивов выше технической и воды высокой степени чистоты.

5.3.2 Испытательный раствор должен отражать целевое назначение; в других случаях может использоваться водный раствор хлористого натрия 1 М (к моль м⁻³).

ПРИМЕЧАНИЕ Рекомендуемый для испытания водный раствор хлористого натрия 1 М может быть приготовлен путем растворения 58,44 г хлористого натрия с чистотой выше технической в 1 000 мл дистиллированной или ионообменной воды.

5.4 Настройка параметров испытания

5.4.1 Измеряют площадь поверхности воздействия испытательного образца.

5.4.2 Стандартная температура испытательного раствора должна быть (30 ± 1) °С.

Испытания могут проводиться при разной температуре в зависимости от цели, но для конкретной настройки испытания должна использоваться одна и та же температура.

5.4.3 Для поляризации анода площадь испытываемой поверхности полностью погружают в дегазированный испытательный раствор и оставляют ее там не менее чем на 1 мин для стабилизации температура и потенциала коррозии. Затем начинают качание частоты потенциала с частотой 10 мВ/мин¹ от потенциала коррозии до тех пор пока плотность анодного тока не достигнет более, чем 500 мкА/см² и менее, чем 1 000 мкА/см². В случае планирования статистического анализа данных потенциала, может применяться частота качания 20 мВ/мин. Если нет возможности получить эти частоты качания по причине аппаратуры или другим, то можно использовать частоту качания близкую к указанной.

Независимо от типа испытательного узла (см. Приложение А), дегазирование раствора должно проводиться перед погружением. Период деаэрации 1 ч на литр испытательного раствора обычно достаточен при типовых скоростях газового потока 0,1 Л/мин N₂ или Ar.

5.4.4 Потенциал образования питтинга должен выражаться как значение потенциала, при котором питтинг становится стабильным, т. е. плотность тока растет непрерывно с потенциалом, как показано на Рисунке 1. Потенциал питтинга определяется как соответствующий плотности анодного тока 10 мкА/см или 100 мкА/см² питтинга стабильного района. Потенциалы питтинга обозначаются как V_{C10} или V_{C100}, соответственно. На Рисунке 1 показан пример измерения.

5.4.5 Для каждого испытания используется свежий образец и свежий испытательный раствор.

5.5 Регистрация

Значение измерения питтингового потенциала должно быть в вольтах (В), до третьего десятичного знака. Также должны указываться скорость качания частоты и режим шлифования до испытания, контрольный электрод, время прошедшее между шлифованием и погружением, и температура испытания (см. Раздел 7).

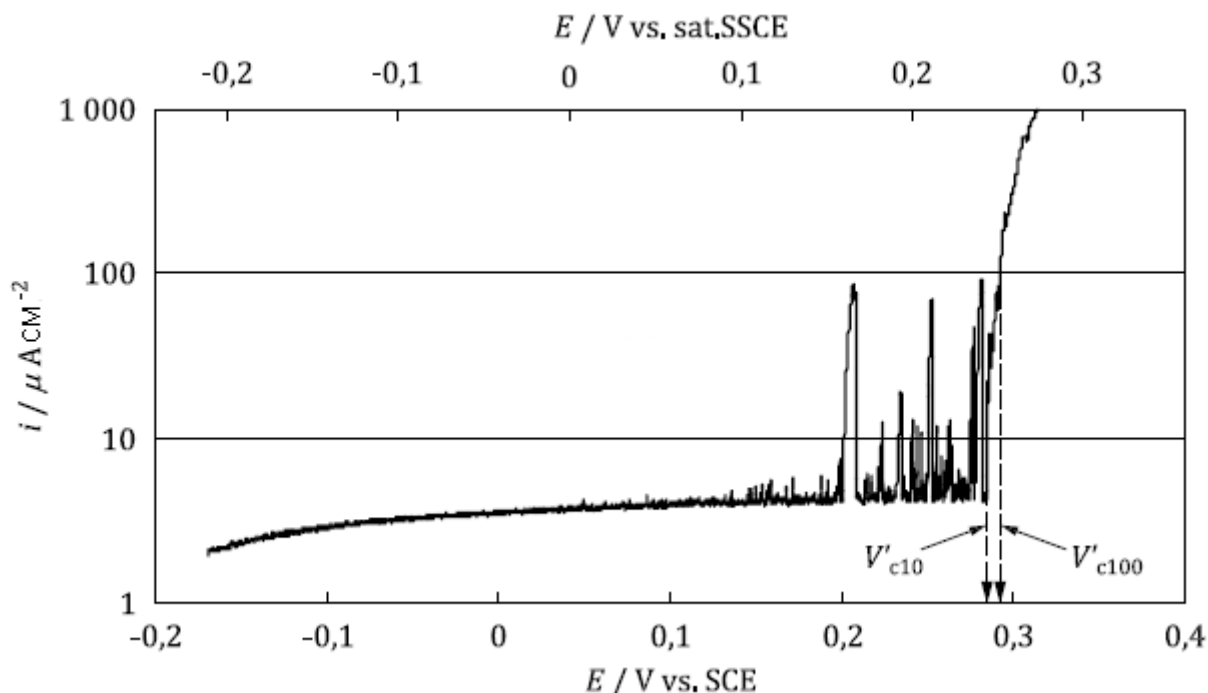


Рисунок 1 — Пример кривой анодной поляризации нержавеющей стали 4301-304-00-I при 30 °C относительно потенциала E и плотности тока i , когда испытание проводилось в дегазированном растворе 1 M NaCl со скоростью качания частоты 10 мВ/мин, сразу после шлифования без охлаждения с последующей очисткой

5.6 Заключительное испытание

5.6.1 Испытание должно заканчиваться, когда определен потенциал питтинга.

5.6.2 Образец вынимается из раствора и промывается водой, очищается этанолом, промывается водой высокой чистоты, очищается этанолом или подобным растворителем, и высушивается на воздухе.

5.6.3 С помощью лупы 20-кратного или большего увеличения проводят обследование измеренного образца на наличие питтинговой коррозии, и подтверждение отсутствия щелевой коррозии. Если обнаружена щелевая коррозия, это испытание исключают из результатов.

6 Статистический анализ данных питтингового потенциала

6.1 Питтинговая коррозия нержавеющей стали показывает статистический характер, соответственно ряд экспериментов для определенного состояния следует рассматривать между соответствующими сторонами для получения достоверного среднего значения и стандартных значений отклонений. Для статистического анализа необходимо не менее двух экспериментов на одно состояние. Поскольку общая площадь образца является одним из факторов при определении вероятности обнаружения самого слабого места, то число повторений должно отражать площадь образца. В данном международном стандарте для площади 1 см² рекомендуется пять или более повторений.

6.2 Необходимо рассчитать среднее значение данных питтингового потенциала. Для демонстрации результатов для определенного состояния в Приложении В показан пример статистического анализа питтинговых потенциалов. О дополнительных сведениях о статистических анализах можно проконсультироваться в литературе, указанной в Библиографии.