

СПЛАВЫ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ
Методы определения стойкости против
межкристаллитной коррозии

РД 24.200.15-90

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

СПЛАВЫ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

**Методы определения стойкости против
межкристаллитной коррозии**

РД 24.200.15-90

Москва

Группа В 09

Руководящий документ по стандартизации

СПЛАВЫ НА НИКЕЛЕВОЙ ОСНОВЕ

РД 24.200.15-90

Методы определения стойкости против
межкристаллитной коррозии

ОКСТУ 3609

Утверждено Министерством и введено в действие указанием

от 27.II.90

№ ВА-002-І-ІІІ25

Дата введения 01.04.91г.

Настоящий руководящий документ устанавливает методы определения стойкости против межкристаллитной коррозии сплавов на никелевой основе, применяемых в химическом и нефтяном машиностроении и предназначенных для изготовления металлопродукции, а также сварных соединений.

Руководящий документ распространяется на никельхромомолибденовые сплавы марок XH65MB (ЭП 567), XH65MBU (ЭП 760), XH63MB (ЭП 758У), никельхромовый сплав XH78T (ЭИ 435), никельмолибденовые сплавы марок Н70МФВ-ВИ (ЭП 814А-ВИ), Н65М-ВИ (ЭП 982-ВИ). Химический состав сплавов указан в приложении I.

В зависимости от марки сплава выбирают один из методов определения стойкости против межкристаллитной коррозии.

I..МЕТОД ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ К ИСПЫТАНИЯМ

I.I. Отбор образцов для испытаний и размеры образцов – по ГОСТ 6032.

I.2. При контроле сварных соединений количество и метод изготовления образцов устанавливают в соответствии с ГОСТ 6032.

I.3. При испытании металлопродукции, а также сварных соединений из перечисленных сплавов изготавливают контрольные образцы, которые изгибают на угол 50–90° согласно обязательного приложения 2 и не подвергают испытанию в растворе.

I.4. Контроль основного металла следует производить в состоянии поставки и дополнительного провоцирующего нагрева при $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$ с выдержкой в печи после установления заданной температуры 30 мин., с охлаждением на воздухе. Предварительно обезжиренные образцы загружают в печь, нагретую до необходимой температуры. Сварные соединения провоцирующему нагреву не подвергают.

При контроле сварных соединений, которые в процессе изготовления оборудования подвергаются термической обработке, изменяющей свойства металла, испытания проводят на сварных образцах, подвергнутых такой же термической обработке.

I.5. Окалина, образовавшаяся на поверхности образцов после нагрева (закалки, провоцирующего нагрева, сварки и т.д.), должна быть удалена до шлифования химическим травлением или механическим способом.

Химическое травление образцов из сплавов марок ХН65МВ, ХН65МВУ, Н70МФВ-ВИ, Н65М-ВИ проводят в растворе состава (по объему):

соляной кислоты плотностью I,185 г/см³

по ГОСТ 3118 - (80±3) см³;

азотной кислоты плотностью I,35 г/см³

по ГОСТ 4461 - (150±3) см³;

воды - (770±3) см³.

Температура от 60 до 80°С.

Образцы травят до полного удаления окалины.

Химическое травление сплава марки ХН63МБ проводят в растворе состав:

объем азотной кислоты плотностью I,35 г/см³

по ГОСТ 4461 - (620±3) см³;

масса фтористого аммония по ГОСТ 4518 - (76,0±0,1) г;

объем воды - (300±3) см³.

Температура (20±5)°С.

Образцы травят до полного удаления окалины.

Химическое травление сплава марки ХН78Т - проводят в растворах состава (по объему):

метод 1

азотная кислота плотностью I,35 г/см³

по ГОСТ 4461 - (179±3) см³;

фтористоводородная кислота плотностью I,155 г/см³

по ГОСТ 2567 - (48±3) см³;

вода - (773±3) см³.

Температура (50±5)°С.

метод 2

объем азотной кислоты плотностью I,35 г/см³

по ГОСТ 4461 - (620±3) см³;

масса фтористого аммония по ГОСТ 4518 - $(76,0 \pm 0,1)$ г;
объем воды - (300 ± 3) см³.

Температура $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Образцы травят до полного удаления окалины.

Продолжительность травления образцов методом I не более 4 ч, методом 2 - не более 1,5 ч.

Допускается проводить химическое травление в других растворах и по другим режимам.

После травления образцы тщательно промывают водой.

I.6. Параметр шероховатости образцов R_a перед испытанием должен быть не более 0,8 мкм по ГОСТ 2789.

Доведение поверхности до указанной шероховатости следует производить шлифованием, не допуская перегрева поверхности.

Кромки образцов должны быть тщательно ошилены.

I.7. Подготовка образцов перед испытанием по ГОСТ 6032.

**2. МЕТОД I. ИСПЫТАНИЯ ХРОМОНИКЕЛЬМОЛДЕНОВЫХ СПЛАВОВ,
МАРОК XH65MB, XH65MV**

2.1. Сущность метода

Метод заключается в выдержке образцов сплавов в кипящем водном растворе сернокислого окисного железа в серной кислоте.

2.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,83 г/см³, ч.д.а. или х.4, раствор с массовой долей (30,0±0,2)%, плотностью 1,219 г/см³, из расчета (248±3) см³ серной кислоты на (1000±3) см³ воды, железо (III) - сернокислое окисное ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) по ГОСТ 9485.

Вода дистилированная по ГОСТ 6709.

2.3. Проведение испытания и оценка результатов

2.3.1. Испытания проводят в колбе с обратным холодильником, на дно которой укладывают бусы, стеклянные трубочки или фарфоровые лодочки, а сверху образцы.

В сосуд с образцами насыпают мелко растертое сернокислое железо из расчета 40г на 1000 см³ раствора серной кислоты и затем наливают приготовленный раствор серной кислоты. Количество раствора на 1 см² поверхности образца должно быть не менее 5 см³.

В случае распассивания образцов и перехода цвета раствора в зеленый до его закипания, проводят повторные испытания на новой партии образцов. При этом измельченное сернокислое железо растворяют при нагревании в растворе серной кислоты. Нагретый раствор заливают в колбу с образцами.

2.3.2. Продолжительность испытаний в кипящем растворе (48,00±0,25)ч. При кипячении не следует допускать нагрева холодильника и выкипания раствора. При вынужденном перерыве испытания образцы из раствора не извлекают. Продолжительность испытания подсчитывается как суммарное количество часов испытания при кипении.

2.3.3. Для обнаружения межкристаллитной коррозии по окончании испытаний образцы загибают на угол в соответствии с приложением 2.

Изгиб следует производить по ГОСТ 14019 и ГОСТ 6996.

Радиус закругления оправки после испытания образцов листового проката трубной заготовки, поковок должен быть равен одной толщине ^{образцов}. При толщине образца менее 1 мм допускается радиус оправки равный 1 мм. Сварные образцы после испытания в растворе изгибают по ГОСТ 6032.

Изгиб образцов из труб после испытаний проводят по ГОСТ 6032.

Допускается для выявления границ сварных швов после кипячения легкое травление торцевой поверхности образцов в течение от 0,5 до 1 мин. в растворе состава (по объему): соляная кислота плотностью 1,18 г/см³ по ГОСТ ЗII8 - (50,0±1,0) см³;

азотная кислота плотностью 1,41 г/см³ - (50±0,1) см³;
вода - (50,0±1,0) см³.

Температура (80 + 5)⁰С.

2.3.4. Осмотр изогнутых образцов проводят с помощью лупы с увеличением 8-12^X.

2.3.5. Отсутствие трещин на образце, изогнутом после испытания в растворе, за исключением продольных трещин и трещин непосредственно на кромках, свидетельствует о стойкости против межкристаллитной коррозии.

2.3.6. В тех случаях, когда невозможен изгиб образца или когда на контрольных образцах обнаружены трещины, за исключением продольных трещин и трещин непосредственно на кромках, стойкость против межкристаллитной коррозии необходимо оценивать металлографическим методом.

2.3.7. Для выявления межкристаллитной коррозии металлографическим методом изготавливают шлиф по ГОСТ 6032.

2.3.8. Травление металлографических шлифов проводят электролитически в растворе с массовой долей хромового ангидрида ($10,0 \pm 0,2\%$), температура $(20-30)^\circ\text{C}$, плотность тока ($I \pm 0,2$).

10^4 A/m^2 , до слабого выявления границ зерен. Затем шлифы ро-мыают в воде и спирте.

2.3.9. Наличие и глубину межкристаллитной коррозии устанавливают на протравленных шлифах при увеличении от 400^X до 500^X . Глубину межкристаллитной коррозии допускается определять при увеличении не менее 200^X . Шлиф просматривают с двух сторон (по толщине образца, прошедшего коррозионные испытания), в сварных образцах - со стороны контролируемой поверхности.

Среднюю глубину разрушения определяют из шести максимальных значений, выявленных в шести полях зрения. В эти поля зрения должны быть включены участки с наибольшей глубиной межкристаллитной коррозии.

2.3.10. Свидетельством склонности к межкристаллитной коррозии при металлографическом контроле является разрушение границ зерен на максимальную глубину более 30 мкм, если нет других указаний в стандартах на металлоизделия или в другой технической документации. В образцах металлоизделий толщиной менее 1,5 мм свидетельством склонности к межкристаллитной коррозии является разрушение границ зерен на глубину более 10 мкм.

3. МЕТОД П. ИСПЫТАНИЕ ХРОМОНИКЕЛЬМОЛИБДЕНОВОГО СПЛАВА ХН63МБ

3.1. Сущность метода

Образцы сплава выдерживают в кипящем водном растворе сернокислого железа в серной кислоте.

3.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,83 г/см³, ч.д.а. или х.ч., раствор с массовой долей (50,0±0,2)%, плотность 1,395 г/см³, из расчета (621±3) см³ серной кислоты на (1000±3) см³ воды.

Железо (III) – сернокислое окисное ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) по ГОСТ 9485.

Вода дистилированная по ГОСТ 6709.

3.3. Проведение испытаний и оценка результатов

3.3.1. Испытания проводят в соответствии с п.2.3.1.

3.3.2. Продолжительность испытаний в кипящем растворе (18,00±0,25) ч. При кипячении не следует допускать нагрева холодильника и выкипания раствора. При вынужденном перегреве в испытании необходимо поступать как указано в п.2.3.2.

3.3.3. Выявление межкристаллитной коррозии проводят по п.п. 2.3.3., 2.3.4., 2.3.6., 2.3.7., 2.3.9.

3.3.4. Травление металлографических шлифов проводят по п.2.3.8.

3.3.5. Оценку результатов испытаний проводят по пп. 4.3.5, 2.3.10.

4. МЕТОД №. ИСПЫТАНИЯ НИКЕЛЬМОЛИБДЕНОВЫХ СПЛАВОВ МАРОК Н70МФВ-ВИ, Н65М-ВИ

4.1. Сущность метода

Образцы сплавов выдерживают в кипящем водном растворе соляной кислоты.

4.2. Реактивы и растворы

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью $1,18 \text{ г}/\text{см}^3$, ч.д.а. или х.ч., раствор массовой долей $(21,0 \pm 0,2)\%$, плотностью $1,103 \text{ г}/\text{см}^3$, из расчета $(1200 \pm 3) \text{ см}^3$ соляной кислоты на $(1000 \pm 3) \text{ см}^3$ воды.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.3. Проведение испытаний и оценка результатов

4.3.1. Испытания проводят в колбе с обратным холодильником, на дно которой следует уложить бусы, стеклянные трубочки или фарфоровые лодочки, а сверху образцы. Образцы заливают раствором соляной кислоты. Количество раствора в соответствии с п.2.3.1.

4.3.2. Продолжительность испытания в кипящем растворе $(200,00 \pm 0,25)$ ч. При кипячении не следует допускать нагрева холодильника. При вынужденном перерыве в испытании необходимо поступать, как указано в п.2.3.2.

4.3.3. Выявление межкристаллитной коррозии проводят по п.п. 2.3.3., 2.3.4., 2.3.6., 2.3.7., 2.3.9.

4.3.4. Травление металлографических шлифов проводят химически в растворе, содержащем хромовый ангидрид массой $(5,0 \pm 0,1)$ г, растворенного 2-3 каплями дистиллированной воды с добавлением соляной кислоты плотностью $1,19 \text{ г}/\text{см}^3$ в объеме $(15,0 \pm 0,1) \text{ см}^3$. Травление производят быстрым втиранием реактива в поверхность шлифа ватным тампоном с последующей обильной промывкой водой и спиртом.

4.3.5. Оценку результатов испытаний проводят по п.п. 2.3.5., 2.3.10.

5. МЕТОД ІУ. ИСПЫТАНИЯ ХРОМОНИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ХН78Т

5.1. Сущность метода

Образцы сплава выдерживают в водном растворе смеси серной и азотной кислот.

5.2. Реактивы и растворы

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,83 г/см³, ч.д.а или х.ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461 плотностью 1,339 г/см³, ч.д.а или х.ч.

Вода дистилированная по ГОСТ 6709.

Раствор для испытания должен содержать 335 см³ серной кислоты, 268 см³ азотной кислоты плотностей, указанных выше и 1000 см³ воды.

5.3. Проведение испытания и оценка результатов

5.3.1. Испытания проводят по п.4.3.1. Образцы заливают раствором смеси кислот. Количество раствора в соответствии с п.2.3.1.

5.3.2. Испытания проводят при температуре $(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение $(96,00 \pm 0,25)$ ч. Допускается проводить испытания основного металла при температуре кипения. При вынужденном перерыве в испытании необходимо поступать, как указано в п.2.3.2.

5.3.3. Выявление межкристаллитной коррозии проводят по пп. 2.3.3., 2.3.4., 2.3.6., 2.3.9.

5.3.4. Травление металлографических шлифов проводят по п.2.3.8.

5.3.5. Оценку результатов испытаний проводят по пп. 2.3.5, 2.3.10.

Химический состав сплавов на никелевой основе

Марка сплава

Содержание элементов, %

Марка сплава	C	Mn	Si	S	P	Fe	Cr	Mo	W	V	Ce+ La	Ti	Ni	Nb рас- чет.	другие элем.
	не более					не более									
ХН65МВ (ЭП567)	0,03	1,00	0,15	0,020	0,020	1,00	14,5- 16,5	15,0- 17,0	3,0- 4,5	-	-	-	основа	-	-
ХН65МВУ (ЭП760)	0,02	1,00	0,10	0,012	0,015	0,50	14,5- 16,5	15,0- 17,0	3,0- 4,5	-	-	-	то же	-	-
ХН63МБ (ЭП758У)	0,02	0,50	0,10	0,025	0,025	0,50	19,0- 21,0	15,0- 16,0	-	-	-	0,01- 0,16	-"-	0,02 0,10 0,25 Mg- 0,04	Al- н.б. 0,25 Mg- 0,04
Н70МФВ-ВИ (ЭП814А-ВИ)	0,02	0,50	0,10	0,020	0,025	0,50	н.б. 0,30	25,0- 27,0	0,1- 0,45	1,4- 1,7	-	0,15	-"-	-	-
Н65М-ВИ (ЭП982-ВИ)	0,02	0,50	0,05	0,015	0,015	2,00- 3,00	0,3	30,0- 32,0	0,05- 0,45	-	Ce 0,005	0,10	-"-	-	Al 0,30
ХН78Т (ЭИ435)	0,12	0,70	0,80	0,010	0,015	1,00	19,0- 22,0	н.б. 0,15	-	-	-	0,35- -	-"-	-	-

РД 24.200.15-90
Приложение I
Справочное

С. II

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Обязательное

Требования к утлу изгиба образцов до и после испытаний
на МКК

Марка материала	Основной металл	Угол изгиба, град.	
		Сварные соединения	
		ручная дуговая сварка	аргоноудговая сварка
Н70МФВ-ВИ	90	-	80
Н65М-ВИ	90	-	80
ХН65МВ	90	50	90
ХН65МВУ	90	-	90
ХН63МБ	90	-	80
ХН78Т	90	70	90

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

I. РАЗРАБОТАН

Разработчики: П.А. Харин (руководитель), к.т.н., М.М.Кристаль, к.т.н., Б.В.Лебедев, Л.С. Макарова (руководитель раздела), Ю.С. Сидоркина, к.т.н., А.С. Анфимова, Г.П. Бекоева.

2. УТВЕРЖДЕН Минтяжмашем и введен в действие указанием от

№

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 2789-73	I.6
ГОСТ ЗII8-77	I.5; 4.2
ГОСТ 4204-77	2.2; 3.2; 5.2
ГОСТ 446I-77	I.5; 4.2; 5.2
ГОСТ 45I8-75	I.5
ГОСТ 6032-89	I.2; I.7; 2.3.I; 2.3.3; 2.3.7
ГОСТ 6709-72	2.2; 3.2; 4.2; 5.2
ГОСТ 6996-66	2.3.3
ГОСТ 9485-74	2.2; 3.2
ГОСТ I40I9-80	2.3.3