

NACE Standard TM 0177-96

试验方法标准

H2S 环境中抗特殊形式的环境开裂材料的实验室试验方法

本 NACE 国际标准叙述了审查过此文件、及其范围和条款的所有成员的一致意见。本标准的认可不会在任何方面阻碍任何人 not 按照本标准进行制造、销售、订货或者产品的使用、加工或生产过程，无论他是否采纳本标准。本 NACE 国际标准中决不会有暗示或其它任何方式给予任何人任何权利使用专利范围内的工艺方法、仪器或产品来进行生产、销售或使用，或者保护任何人不承担侵犯专利权的责任。本标准叙述的是最低要求，且决不应解释为是对采用更好的生产过程和材料的限制。本标准也无意适用于任何与此专题有关的情况。不可预见的情况可能使本标准在特定情况下失效。NACE 不对其它团体对本标准的解释和使用负责，只认可根据它的管理程序和规则所发布的那些正式的解释，不认可由个别人自己发布的解释。

NACE 的使用者有责任审查有关健康、安全、环境和管理文件并在本标准使用前确定它们与本标准的适应性。本标准可以不必列出所有的与使用的材料、仪器和操作细节有关的或涉及到本标准的潜在的健康和安全问题，或者环境的危害性。使用者有责任建立相应的健康、安全和环境保护规范，如果有必要可与有关管理部门商议，在使用本标准时与现有的相应的管理要求一致。

注意：NACE 标准为周期性文件，可以在没有预先通知的情况下随时加以修改或收回。NACE 要求重新确认修改或收回本标准的时间从最初发布之日算起不超过五年。用户请注意使用最新版本。购买者可以与 NACE 国际会员服务部，P.O.Box218340，休斯顿，得克萨斯 77218-8340（电话 1（281）492-0535）联系，可以得到所有标准或 NACE 的其它出版物的当前版本。

1996-10-23 修改

1990-3 修改

1986-7 修改

1977-7 初版

NACE

休斯屯，得克萨斯 77218-8340

+1（281）492-0535

ISBN 1-57590-036-X

1996，NACE

前 言

本标准论述了在含硫化氢 (H_2S) 的水环境中, 腐蚀和拉伸应力共同作用下, 金属抗开裂破坏的试验。这一现象通常是当在室温下发生时被称为硫化物应力开裂 (**SSC**)⁽¹⁾, 高温下发生时被称为应力腐蚀开裂 (**SCC**)⁽¹⁾。由于随着温度和材料不同的变化, 这一现象在此被称作环境开裂 (**EC**)⁽¹⁾。对本标准来说, **EC** 仅包括 **SSC**、**SCC** 和氢应力开裂。本标准的主要目的是为了促进试验的一致性, 以便对来自不同试验室的数据能在同一基准上进行比较。所以, 应用于 H_2S 环境中的所有类型的金属和合金, 不管它们的结构或用途如何, 都可借助于本标准进行评价和选择。本标准使用拉伸、弯梁、C 形环和双悬臂梁 (**DCB**) 试件结构来测试材料。参考某些 **ASTM** 标准试验方法作为补充试验, 从而建立了一个全面的试验方法标准。

1952 年, 暴露于含硫化氢油田环境中材料的 **SSC**, 就被公认是一种材料破坏问题。实验室数据和现场经验证明, 甚至浓度很低的硫化氢也足以导致敏感材料的 **SSC** 破坏。在某些情况下, 硫化氢可能和氯化物协同作用产生腐蚀和开裂 (**SSC** 和其它类型) 破坏。然而, 实验室和现场操作经验也向材料工程师提出了对 **SSC** 敏感性最小的材料的最佳选择和技术条件。虽然本标准只涉及到 **SSC** (在室温下) 和 **SCC** (在高温下) 的试验方法, 但是当选择用于酸性 (含 H_2S) 环境中的材料时, 其它类型的破坏 (例如氢鼓泡、氢诱发裂纹 [**HIC**] 氯化物应力腐蚀开裂 [**SCC**]、坑蚀、失重腐蚀等) 也必须考虑。

显而易见我们需要更好地了解与油田环境中金属的 **EC** 有关的变量以及数据的更好的相关性。用于石油和天然气开采工业的新的设计要求需要更高强度的材料, 而这些材料通常比低强度的合金对 **EC** 更敏感。这些设计要求促使研制计划的扩大以寻求更抗 **EC** 的合金和/或更好的热处理工艺。同时, 石油炼制

和合成燃料工业的用户正力图使现用的材料更接近它们的力学极限值。

某些合金室温下的（**SSC**）破裂被认为是由氢脆（**HE**）引起的。当金属表面阴极释放氢时（如因腐蚀或阴极带电）， H_2S （和其它化合物，如那些含有氰化物和砷）的存在有助于促使氢以原子形式进入金属，而不生成不能进入金属的氢分子。在该金属中，氢原子向高的三维拉伸应力区或某些显微组织扩散，并在这些部位被捕陷，从而降低金属的延展性。尽管在金属中可能存在有几种开裂破坏，但由含水硫化物环境的腐蚀和拉伸应力共同引起的金属的延迟脆性破裂（可能发生在远低于屈服强度的应力下）现象被称为是 **SSC**。

然而，有时破裂可能是由局部阳极腐蚀过程所至，在这个过程中可含氢也可不含氢。这种情况的破裂是由阳极应力腐蚀开裂（**SSC**）引起的。这种破裂历史上曾被称为 **SSC**，尽管它们的成因可能不是氢引起的。

本标准是由 **NACE** 国际工作小组 **T-IF-9** 制订和修订。**T-1F-9** 工作组从事金属材料硫化物腐蚀开裂试验技术，它是从事油田设备冶金学的 **T-1F** 委员会的一个分组。总结 **T-1F-9** 工作组成员使用不同类型的标准化的应力腐蚀开裂试样的经验并提供给本标准。本标准于 1977 年由 **NACE** 颁布，由 **T-1** 委员会石油开采腐蚀控制小组主办，并于 1986、1990 和 1996 年进行了修订。

（1）“与腐蚀有关的 **NACE** 术语”（Houston,TX: **NACE** 国际）

（2）美国测试与材料协会（**ASTM**），100Bar Harbor Dr.West Conshohocken,PA19428-2959

本 **NACE** 国际标准叙述了审查过此文件、及其范围和条款的所有成员的一致意见。本标准的认可不会在任何方面阻碍任何人不按照本标准进行制造、销售、订货或者产品的使用、加工或生产过程，无论他是否采纳本标准。本 **NACE** 国际标准中决不会有暗示或其它任何方式给予任何人任何权利使用专利范围内的工艺方法、仪器或产品来进行生产、销售或使用，或者保护任何人不承担侵犯专利权的责任。本标准叙述的是最低要求，且决不应解释为是对采用更好的生产过程和材料的限制。

目 录

1. 总则
 2. EC 试验的变化性
 3. 试剂
 4. 材料性能
 5. 试验容器和夹具
 6. 试验溶液
 7. 高温高压下的试验
 8. 方法 A—NACE 标准拉伸试验
 9. 方法 B—NACE 标准弯梁试验
 10. 方法 C—NACE 标准 C 型环试验
 11. 方法 D——NACE 标准双悬臂梁试验 (DCB)
- 附录 A—硫化氢操作的安全考虑
- 附录 B 试验方法注释的说明

第 1 章 总则

1.1 本标准涉及的是承受拉伸应力的金属在含硫化氢的低 PH 水环境中抗开裂破坏的试验。碳钢和低合金钢抗 EC（环境开裂）的试验是在 SSC（硫化物应力开裂）最敏感的室温条件下进行的。其它类型合金的 EC 敏感性与温度的关系更复杂。

1.2 本标准叙述了试剂、试件和使用的试验装置，讨论了基体材料和试件参数，规定了应遵循的试验程序。本标准叙述了四种试验方法：

方法 A——标准拉伸试验

方法 B——标准弯梁试验

方法 C——标准 C 形环试验

方法 D——标准双悬臂梁（DCB）试验

本标准从第一章至第七章给出了对以上四种试验方法都通用的规则。第八章至第十一章叙述了每种试件应遵照的试验方法。在每种试验方法使用说明（8 至 11 章）的开头都给出了帮助确定每种试验方法适用范围的一般准则。同时也讨论了试验结果报告的编制。

1.3 金属抗 EC 的试验，可以在室温（大气压力）。或者更高的温度和压力下进行。

1.3.1 对于在室温条件下的试验，试验过程可概括如下：承受应力的试件浸入含有硫化氢的酸性水环境中。可以适量增大施加的载荷来获得 EC 的数据。

1.3.2 第七章简述了在温度高于 27℃（80F）而压力为常压或更高压力时的一种可供选择的试验技术。这个技术适用于所有的方法（A、B、C 和 D）。

1.4 安全措施：硫化氢是一种剧毒气体，必需小心操作（参见附录 A）。

第 2 章 EC 试验的变化性

2.1 应力腐蚀试验结果的整理分析是一件困难的工作。本标准中所列的试验方法均是苛刻型的，由于加速试验使数据的评价非常不容易。在不同的试验室进行试验方法的再重现性测试时，必需注意在很多加速试验中常见的几种不希望有的副作用：

2.1.1 试验环境可能引起 HIC 和氢鼓泡破坏。这对通常不发生 SSC 的低强钢而言特别容易发生。HIC 可以通过肉眼和金相显微镜观察来确定。氢鼓泡通常可以在试件的表面观察到。（关于这种现象的进一步资料，参见 NACE 标准 TM0284⁽³⁾）。

2.1.2 试验环境可能使有些通常在实际的油气田环境中不被腐蚀的合金发生腐蚀，从而诱发通常不发生 EC 破坏的合金发生 EC 破坏。这一问题对于马氏体和沉淀硬化不锈钢特别严重。

2.2 此外，选择试验方法时，要考虑其它方面，包括：

2.2.1 材料的各向异性是个影响其机械性能和环境开裂敏感性的重要参数。试件的破裂轨迹应与在实际部件中预料的一致。

2.2.2 不同金属间的电池效应可能加速或降低开裂敏感性。例如，当象碳钢和低合金钢那样对电化学反应非惰性的材料组合使用时，电池效应会加速某些镍基抗腐蚀合金（CRAS）的 EC，而降低某些双相不锈钢的 EC。

2.2.3 试验温度影响开裂的敏感性。试验温度高于 24℃（75F）时，会降低钢的 SSC 严重性，反之试验温度低于 24℃（75F）时，钢的 SSC 严重性会增加。

注：（3）NACE 标准 TM0284（最新版），管线钢和压力容器钢抗氢致开裂的评价。）

2.2.4 不同的试验方法对同类材料未必会提供相同的评价等级。

2.2.5 材料的非均质性，例如焊件和偏析，可能影响试验结果。这点特别体现在对较大体积材料的评价试验（拉伸试验）和对小体积材料的评价试验（弯梁试验）的结果进行对比时。

2.2.6 在规定的暴露时间内的最大非破坏应力应被近似看做为临界应力值。较长的暴露期和较大数量的试件可能导致较低的临界应力值。

2.2.7 EC 试验结果能显示统计变率。有必要进行重复试验以获得表征抗 EC 的有代表性的值。

2.2.8 测量局部区域（如靠近表面或其它特定部位和焊缝区）的抗 EC 性能，某些试样应比其它一些更合适。

2.2.9 为测定抗 EC 性能，有些类型的 EC 试验，要求的时间明显地长于其它的方法。

第 3 章 试剂

3.1 试剂纯度

3.1.1 试验气体、氯化钠 NaCl 、乙酸 (CH_3COOH)、乙酸钠 (CH_3COONa) 和溶液应是试剂级或化学纯 (最低纯度 99.5%) 的化学品 (参见附录 B)。

3.1.2 试验用水应是蒸馏水或去离子水,水质应等于或高于 ASTM IV 型 (ASTM D1193⁽⁴⁾) 的要求。不能使用自来水。

3.2 应用惰性气体除氧。惰性气体指高纯氮、氩或其它合适的不会发生化学反应的气体。

注: (4) ASTM D1193 (最新版本) “水试剂的标准规定” West Conshohocken, PA: ASTM)

第 4 章 材料性能

4.1 用来测定母材性能的拉伸试验，应按照标准试验方法 **ASTM A370** ⁽⁵⁾ 进行。将被拉伸的两个或多个试件各自的试验结果，经平均后，用于确定材料的屈服强度和抗拉强度极限，延伸率和断面收缩率。加工位伸试件的取材位置和方位要与 **EC** 试样的位置和方位最接近或相同才能使通常发生在试件与试件之间的性能偏差降至最小。

4.2 材料的许多主要性能与 **EC** 敏感性有关。因此，所有有关化学成份、机械性能、热处理和机加工过程（如冷变形率或预应变）的相应资料均应被测定并与拉伸试验数据一起报告。化学成份固定而热处理和显微组织不同的材料应视为不同的材料进行试验。

4.3 在试验前或后可以测量试件的硬度。但是，这些测量不能在试件的应力评价部位进行。

注：（5）**ASTM A 370**（最新版本）“钢材的力学试验的标准试验方法和定义” (West Conshohocken, PA: ASTM)

第 5 章 试验容器和夹具

5.1 试验容器的尺寸、形状和入口孔应根据实际的试件和施加应力的夹具情况而定。

5.2 容器应能在试验开始前进行吹扫除氧并能在试验期间防止空气进入。在试验容器上的 H_2S 排放管路上，安置一个小的排泄捕集器，使其保持 25mm (1.0in.) 水柱的回压以防止氧由于微渗透或从排气管路逆流而进入。(参见附录 B, “除氧的理由”)

5.3 试验容器的大小应能保持溶液体积和试件面积的比例在规定的极限值范围内,以使 PH 值随时间的漂移量标准化。(注意每种试验方法规定的极限值)。

5.4 试验容器应用对试验环境呈惰性的材料制作。尽管有些塑料容器显示出良好的使用效果,但也有一些会导致试验结果的改变。这是由于容器从新的经过连续长时间使用所致。玻璃容器则没有这种倾向性。

5.5 如果实验容器和夹具用不同于试件的金属制作,并与实验环境相接触,那么试件必需与它们电绝缘。

5.6 应选用在负载下不会发生松弛和塑变的钢性电绝缘材料,用于对试样加载和弯曲。

5.7 电偶

5.7.1 评价电偶对抗 EC 的影响是必要的,例如在不锈钢合金或耐腐蚀合金与钢偶合的情况下(参见 2.2.2 段)。

5.7.1.1 为了进行评价,将具有表面积为试件暴露面积的 0.5 至 1 倍的铁或钢偶合件用螺栓牢固地连接到试件上。

5.7.2 硫化铁的粉粒能导电。如果粉粒沉积于绝缘材料上,能使材料之间的电流接通,影响试验结果。

第 6 章 试验溶液

6.1 试验溶液 A 将由被酸化的 H_2S 饱和水溶液组成。与下面的试验溶液 B 相比，溶液 A 的 PH 值在充 H_2S 饱和后，但与试件接触前估计在 2.6 ~ 2.8 之间。试验过程 PH 值可能增加但不应超过 4.0。如果保持溶液体积与试件表面积之比并采取本标准中规定的从试验容器中除氧的步骤，PH 值将不可能超过这个值。方法 A、C 和 D 应使用试验溶液 A，除非要求使用试验溶液 B。

6.2 试验溶液 B 是一种经酸化和缓冲的溶液，在充 H_2S 饱和后与试件接触前溶液的 PH 值在 3.4 ~ 3.6 之间。方法 A、C 和 D 允许使用这种溶液。在试验过程中，PH 值可能会增加，但不会超过 4.0。在材料试验报告中，应说明使用的是这种溶液。当试验规定要求时可以采用这种高 PH 值的溶液环境。例如：NACE 标准 MR0175⁽⁶⁾ 马氏体不锈钢的试验就要求试验溶液的 PH 值等于或大于 3.5。

6.3 试验溶液中添加的所有试剂的量应准确到具体的试验方法中规定的量 $\pm 1.0\%$ 。

6.4 试验溶液应保持在 $24 \pm 3^\circ\text{C}$ ($75 \pm 5^\circ\text{F}$) $25 \pm 3(77 \pm 5^\circ\text{F})$ 除非高温试验另有规定（参见第七章）。超出这一范围的任何变化都应报告。

6.5 对试验环境的要求参见具体的试验方法（从第 8 章到第 11 章）。

注：(6) NACE 标准 MR0175(最新版本)“用于油田设备的抗硫化物应力开裂的金属材料”（修斯顿，TX: NACE）

第 7 章 高温高压下的试验

7.1 在 H_2S 环境中，大多数类型材料的主要开裂机理随着温度而变化。铁素体钢和铁素体与马氏体不锈钢主要是氢（即阴极反应）机制的开裂，且在室温附

近敏感性最大。对于奥氏体不锈钢，随着温度升高，由于阳极反应占主要地位，其开裂敏感性增大。双相不锈钢则表现出混合行为，在中等温度开裂最敏感。为了便于模拟工况条件或预示恶劣条件，以及 H_2S 分压超过 100kPa(14.5psia) 条件，以下改进的试验技术是有效的。

7.2 高温高压试验与常温常压试验相比增加了附加的安全事项。在这里给出的是一些通用的指导，可能不全面，需要增补使其与当地的安全要求一致。

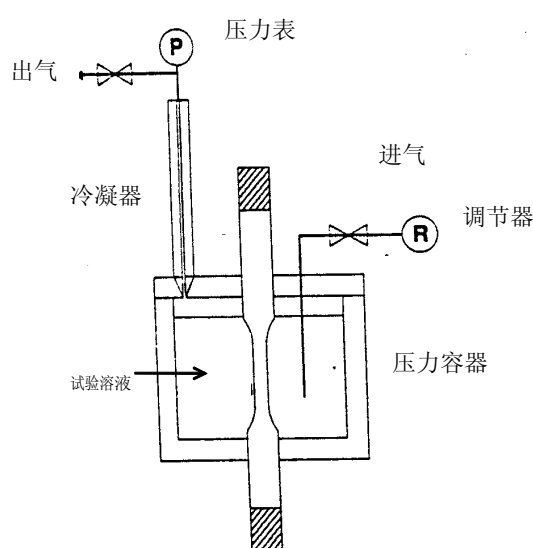


图 1

用于方法 A—NACE 标准拉伸试验的
试验装置示意图

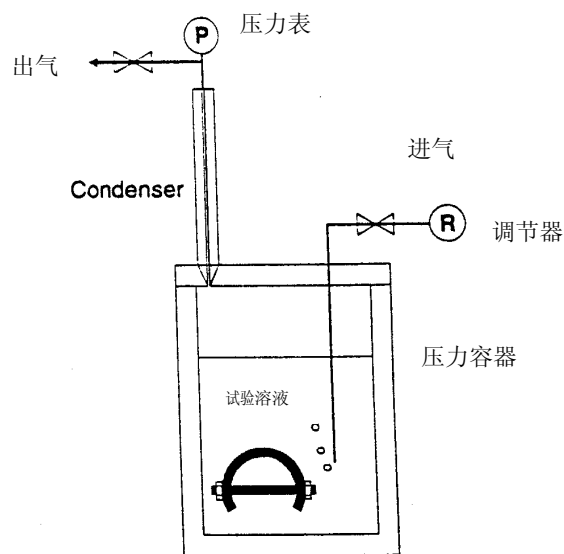


图 2

方法 B—NACE 标准弯梁试验
方法 C—NACE 标准 C 型环试验
方法 D——NACE 标准双悬臂梁试验（DCB）
试验装置示意图

由于试验期间 H_2S 可能被消耗，因此需要采用补充气体和持续鼓泡的技术。 H_2S 消耗的速度以及其对试验环境腐蚀性的影响受到几个因素的作用，包括试验材料的腐蚀速率和试验环境中的 H_2S 的分压，同过测量知道以上的经验显示适于保持所要求的 H_2S 分压，但是在所有情况下，有必要通过测量试验溶液或是气相的 H_2S 浓度来证明保持了所要求的试验条件。这一数据必需和试验数据一起报告。

7.3 试验装置

试验装置由一个容器和辅助装置组成，要耐腐蚀，承压能力与试验条件相匹配，并有一适宜的安全系数。

7.3.1 容器上应有装配热电偶的孔道或其它测量试验溶液温度的装置，以及气体的进出口，进口的插管，以及压力测量计。

7.3.2 如果使用持续气体鼓泡方法，出口端可以使用冷凝器减少试验溶液的损耗。当试验温度高于 50°C (120°F) 和/或试验溶液的体积小于 200cm^3 时这一方法被证明是有用的。

7.3.3 为了安全，通常使用防爆片或泄压阀。

7.3.4 压力测量计的精度应为系统的最大压力的 $\pm 1\%$ 。如果使用压力表测量压力，系统的最大压力值应在压力表满量程的 $20\% \sim 80\%$ 之间。图 1 和图 2 给出了不同试验方法所用装置的装配示意图。

7.3.5 如果使用橡胶密封材料，那么必须用单独的测量方法检验其在试验温度的抗 H_2S 性能。

7.4 试验溶液

可以根据试验规范的要求，选择用于试验的试验溶液。试验溶液通常由各种浓度至饱和的盐水 (NaCl) 组成。类似于室温下的方法，允许缓冲和酸化。

7.5 试验气体

试验气体通常是下列两种或更多种气体的混合： H_2S 、 CO_2 ，以及惰性气体 N_2 或 Ar 。在低 H_2S 分压下，惰性气体而没有 CO_2 的情况下。由于受腐蚀产物溶解度的影响，试验要求仔细分析。试验气体应在配有合适的压力调节器的标准气瓶通常是不锈钢中混合，并能增压气体到整个试验所要求的压力。建议应对购买的商品混合气进行分析以确定其组成。

7.6 试验程序

试验程序与室温试验中的规定完全一样，除了如下所述的例外或变更外。

7.6.1 将试验溶液和试件放置于试验容器中，然后密封容器并进行渗漏试验。容器通常用惰性气体在 1.5 倍最大试验压力下进行渗漏试验。

7.6.2 加热过程中试验溶液的膨胀能填满容器并造成爆炸的危险。因此试验溶液的体积应小于容器总体积的 75%。另外，当试验温度超过 225℃ (435F) 时，建议采用较大的安全系数（溶液占较小的总体积百分比）。

7.6.3 试验溶液应用惰性气体鼓泡赶氧。惰性气体通过气体进口管进入溶液，每升溶液最少需时 1 小时赶氧。

7.6.4 应通过下列两种方法中的一种来确定试验环境中的 H₂S 分压，PH₂S。

7.6.4.1 充入气体之前先加热容器。

7.6.4.1.1 关闭阀门，加热容器到试验温度并稳定下来。然后测量系统压力（试验溶液的蒸汽压）。

7.6.4.1.2 气体充入容器直到达到试验压力，P_T。

7.6.4.1.3 试验环境中 H₂S 分压，PH₂S 用公式（1）估算：

$$\text{式中： } P_{H_2S} = (P_T - P_1) X_{H_2S} \quad (1)$$

P_T=试验总压

P₁=试验溶液上的蒸汽压

X_{H₂S}=H₂S 在试验气体中的摩尔分数

7.6.4.2 在容器加热之前充入气体，如果证明有计算 H₂S 的确凿的方法，可以在容器升温之前充入气体。

7.6.5 气体应遵照 7.2 段的概述进行补充以维持所要求的试验条件（主要是 H₂S 分压）。当 CRAs（耐腐蚀合金）在 H₂S 分压低于 2kPa(0.3psia)的环境

中试验或碳钢和低合金钢 H₂S 分压低于 100kPa(14.5psia)的环境中试验时，有必要以 0.5 ~ 1.0cm³/min 的速度连续鼓泡充气，或者定期每周补充气体一到两次。应避免补充气体时，试验溶液损耗和进入氧气。

7.6.6 试验周期应遵照相应的试验方法（A、B、C 或 D）中的规定。试验温度应控制在规定的试验温度 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ ($\pm 5^{\circ}\text{F}$) 以内，并且应每天进行人工记录或用数据记录仪自动短时记录。压力应每天进行监测并记录。如果试验压力下降比规定试验压力低 40kPa (6psia) 以下时，必须补充试验气体。

7.6.7 试验结束后，在打开容器之前，应用惰性气体吹扫并冷却到环境温度。如果可能，对使用外部加载装置的，应在冷却之前先卸载。

第 8 章 方法 A——NACE 标准拉伸试验

8.1 方法 A，NACE 标准拉伸试验方法用于评价金属在单轴向拉伸载荷作用下的抗 EC 性能。它提供了一种简单的无缺口试件，应力状态十分明确。通常方法 A 用断裂时间来确定 EC 的敏感性。给拉伸试件加载到特定的应力水平会得

到一个断裂/不断裂的试验结果。当多个试件在不同的应力水平下试验后，就能得到一个明显的 EC 临界压力值⁽⁷⁾。

8.1.1 本章规定了在室温和大气压下的试验规程。高温高压试验的特殊要求在第 7 章中规定。

8.2 试件

8.2.1 可供试验的材料的大小和尺寸经常限制了试件的选择。应当注意试件的取向可能影响试验结果。

8.2.2 拉伸试件受检部分（见图 3[a]）的直径为 $6.35 \pm 0.13\text{mm}$ ($0.250 \pm 0.015\text{in.}$)，长为 25.4mm (1.00in.)（参见 ASTM A370）。一种补充试件（非标准试件）受检部分的直径为 $3.81 \pm 0.05\text{mm}$ ($0.150 \pm 0.002\text{in.}$)，长 25.4mm (1.00in.)。试件加工后应保存在干燥器内或未加缓蚀剂的油中准备试验。

8.2.3 受检部分端部的曲率半径至少应为 15mm (0.60in.) 使应力集中和在倒角处断裂降至最小。

8.2.3.1 有助于减少倒角处断裂的附加方法：

（1）消除机加工试件倒角半径上的切槽；

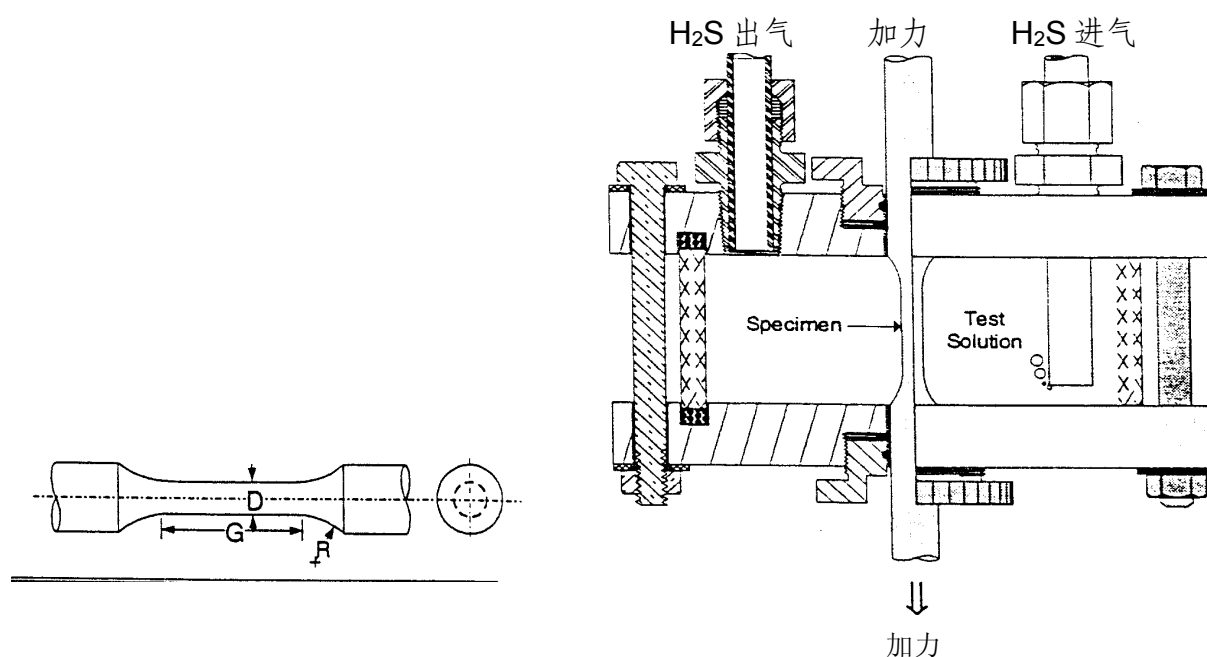
（2）试件受检部分机加工成具有很小 $0.05 \sim 0.13\text{mm}$ [$0.002 \sim 0.005\text{in.}$] 的锥度使受检部分的中间形成一最小的横截面。

8.2.4 试件的两端必须足够长，以便于试验容器的密封以及与应力夹具连接（参见图 3[b]）。

8.2.5 试件必须小心切削或抛光以避免受检部分过热和冷作。在切削加工作业中，最后两次进刀切削材料的总量不得超过 0.05mm (0.002in.)。如果抛光过程不会使材料硬化也可以接受。

8.2.6 所有试件加工完后的表面粗糙度，均应达到 $0.81 \mu\text{m}$ ($32 \mu\text{in}$) 或更高的精度。如果要满足粗糙度的要求，试件最后的表面处理可以采用机械磨光或电解抛光。采用除抛光之外的任何完工工艺均必须与试验数据一起报告。当采用电解抛光时，电解池的条件必须能满足在整个过程中试件不吸氢。

8.2.7 当材料的尺寸和形状不能提供标准拉伸试件时，可以使用一种相当的非标准试件。然而，非标准试件的断裂时间可能比观测到的标准尺寸试件的断裂时间短，使用非标准试件的试验数据报告应包括非标准试件的使用和尺寸。



尺寸	标准试件	非标准试件
D	$6.35 \pm 0.13\text{mm}$ ($0.250 \pm 0.005\text{in.}$)	$3.81 \pm 0.05\text{mm}$ ($0.150 \pm 0.002\text{in.}$)
G	25.4mm (1.00in.)	25.4mm (1.00in.)
R (min.)	15mm (0.60in.)	15mm (0.60in.)

(a) 拉伸试件的尺寸

(b) 常温容器里的拉伸试件

图 3 拉伸试件

8.2.8 试件标记

8.2.8.1 打印或振动型喷刷版可以用来在试件的端部作标记，但标记不能打在试件的受检部分。

8.2.9 试件清洗

8.2.9.1 试验前，试件必须用溶剂除油并用丙酮漂清。

8.2.9.2 清洗后试件的受检部分不能用于触摸或被污染。

8.3 试验溶液

8.3.1 试验溶液 A 由 5.0%（重量百分比）的氯化钠和 0.5%（重量百分比）的冰乙酸溶解在蒸馏水或去离子水中组成。如 50.0g 的氯化钠和 5.0g 的冰乙酸溶解在 945g 蒸馏水或去离子水中。除非要求使用试验溶液 B 的参数，否则应使用试验溶液 A。

8.3.2 对于要求初始 PH 值在 3.4 ~ 3.6 之间的试验将使用试验溶液 B。试验溶液由 5.0%（重量百分比）的 NaCl, 0.4%（重量百分比）的乙酸钠（ CH_3COONa ）和 0.23%（重量百分比）的冰乙酸溶解在蒸馏水或去离子水中组成。溶液用与试验溶液 A 相同的程序充 H_2S 至饱和。

8.4 试验装置

8.4.1 适用于方法 A 的应力腐蚀试验的试验容器和应力夹具类型很多。因此，下面重点讨论试验装置的性能要求以便选择合适的产品和工艺过程。

8.4.2 拉伸试验应采用恒载荷装置或持续载荷装置（试验环或弹簧加载）（参见 ASTM G 49⁽⁸⁾）

8.4.2.1 所有的加载装置都应经过标定，以保证准确对试件加载，对于在加载装置标度范围内的载荷的误差不能超过标定载荷的 1.0%。

注：ASTM G49（最新版本），“直接拉伸应力腐蚀试件的准备和操作实验”（West Conshohocken, PA: ASTM）

8.4.2.2 建立的加载装置应避免扭曲载荷。

8.4.3 当敏感材料采用持续载荷装置试验时，有可能裂纹发生并仅局部扩展，没有安全穿透试件（参见 8.7 段）。因此，用持续载荷试验的结果来确定敏感性，要求目测试样存在的局部穿透裂纹。如果裂纹小而且稀少或者被腐蚀产物

覆盖，则判断可能比较困难。但是，用恒载荷装置作试验能确保敏感材料完全断开，这一结果能清楚地确定材料为敏感材料而不必依靠发现局部穿透裂纹。

8.4.4 能用液压传感测压器来保持恒定压力的固定载荷试验机，可以用于恒载荷试验（参见图 4）。

8.4.5 持续载荷试验是用弹簧加载装置和应力环进行。试验时，夹具和试件的松弛只会引进外加载荷出现微小比率的下降。（见图 5）。

8.4.5.1 要求按下列程序使用应力环：

8.4.5.1.1 标定之前，应力环应进行预处理，以应力环最大载荷额定值的 110% 的应力对其加载至少十次。

8.4.5.1.2 拉伸试件的载荷应在应力环载荷范围内。因此，选用的应力环在施加的载荷下，产生环的挠变应超过环直径的 0.6% 并不小于 0.51mm(0.020in)。如果环的挠变小于 0.51mm(0.020in) 或小于环直径的 0.6%，则必须标定挠度、载荷，并标定试验载荷。

8.4.5.2 应力环挠度显著地衰减可能意味着：

(a) 试件裂纹的发生和扩展；

(b) 试件的塑性变形；

(c) 应力松弛。

应考虑在试验期间或试验结束后测量应力环的挠变。

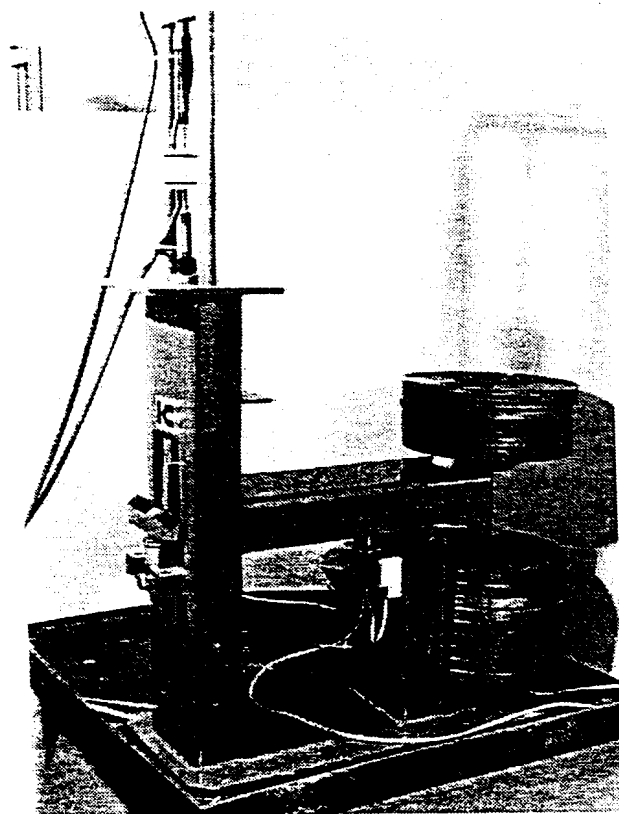
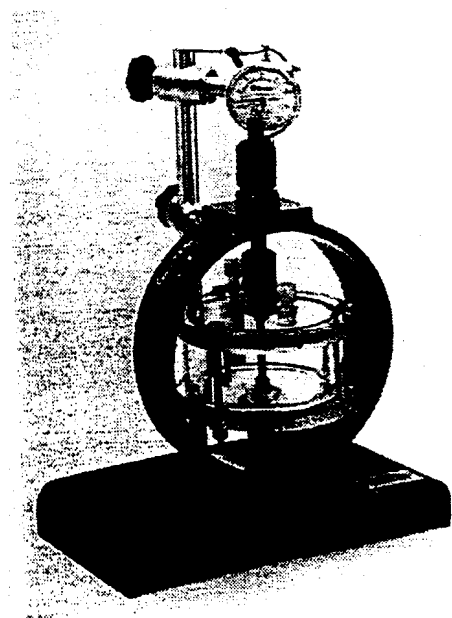
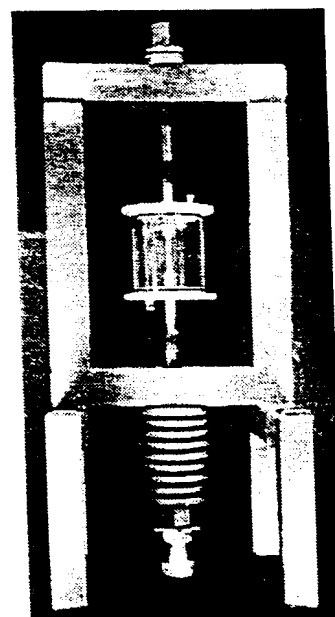


Figure 4
Constant-load (dead weight) device



(a) 应力环



(b) 弹簧加载

图 5

持续载荷装置

8.4.5.3 当施加的载荷在材料屈服强度 10%以内时，应随时监测挠变量。

8.4.6 试件必须与试验溶液中的其它金属电绝缘。

8.4.6.1 试件环形封口必须电绝缘和不漏气，同时应允许摩阻极小的试件的位移。

8.4.6.2 在整个试验夹具浸入试验溶液的情况下，加力的夹具可能用同种材料制作，或者，如果用不同材料制作时，必须与试件电绝缘。如果要求，加力夹具可以涂覆不导电和不渗透的涂料。

8.4.7 试验容器的大小应能保持溶液体积和试件表面积比为 $30 \pm 10 \text{ml/cm}^2$ 。

8.5 应力计算

8.5.1 按下式计算拉伸试件承受的载荷：

$$P=S \times A \quad (2)$$

式中：P=载荷

S=外加应力

A=受检部位的实际横截面积。

8.6 试验顺序

8.6.1 测量试件的最小受检直径，并根据要求的应力水平计算试件的载荷。

8.6.2 清洗拉伸试件并放入试验容器中，密封容器以防止在试验期间渗入空气。

8.6.3 施加载荷可以在用惰性气体吹扫试验容器之前或之后进行。

8.6.3.1 拉伸试件可以按屈服强度或载荷的适当增值施加应力。

8.6.4 应小心施加载荷以避免超过预定值。如果超过了预定值，则试验应在新的载荷下进行或者作废。

8.6.5 应立即将脱氧的试验溶液装入试验容器，且液/气交界面不在试件受检部位。脱氧溶液可以在密封容器中制备，以最小 100ml/min 的速度用惰性气体吹

扫，每升溶液至少需吹扫 1 小时。溶液装入试验容器后，应用惰性气体吹扫至少 20 分钟，此次惰性气体吹扫是确保在通入 H_2S 之前清除试验溶液中的氧(参见附录 B)。只要能达到在通入 H_2S 之前试验溶液完全处于脱氧状态，其他脱氧和转输的方法是可接受的。氧污染的一个明显表现是当 H_2S 气体进入试验容器时，溶液出现浑浊（不透明）。当通入 H_2S 后溶液变混浊则应终止试验，将试件取出并清洗，重新配制试验溶液，转输并赶氧。

8.6.6 试验溶液应以 100 ~ 200ml/min 的速度充 H_2S 至饱和，每升溶液充 20 分钟， H_2S 以一定的流量连续通过试验容器并进入出口捕集器， H_2S 在试验期间应保持低流速（每分钟几个气泡）。这样能保持 H_2S 的浓度和微小的正压以防止空气通过小的泄漏点进入试验容器。

8.6.7 试件断裂或试验已持续 720 小时，这两种情况无论首先出现哪一种都表示试验结束。

8.6.8 当需要时，为精密地确定非破坏应力可增加试验试件。

8.7 破坏检查

在暴露之后，未断裂试件受检部分的表面经清洗后检查裂纹的痕迹。应记录那些包含裂纹的试件。

8.7.1 对于所有的材料，破裂为下列两种中的任一种：

(a) 试件完全断开；或

(b) 经 720 小时试验周期结束后，用 10 × 放大镜目视观测试件受检部位的裂纹。使用金相显微镜，，扫描显微镜或力学试验检查技术来确定受检部位的裂纹是否属 EC 的特点，如果核实裂纹不是 EC，则些试件通过了试验。

8.7.2 用电子计时器和微动开关记录断裂时间。

8.8 试验结果报告

8.8.1 每个应力等级的断裂时间和未破坏数据或试验结束后目视观测到的表面裂纹都应报告。

8.8.2 化学成分、热处理制度、机械性能，上述规定的其它资料和获得的数据都应报告。

8.8.3 建议采用表 1 的格式报告数据。数据也可以表示在半对数图纸上（见图 6）。

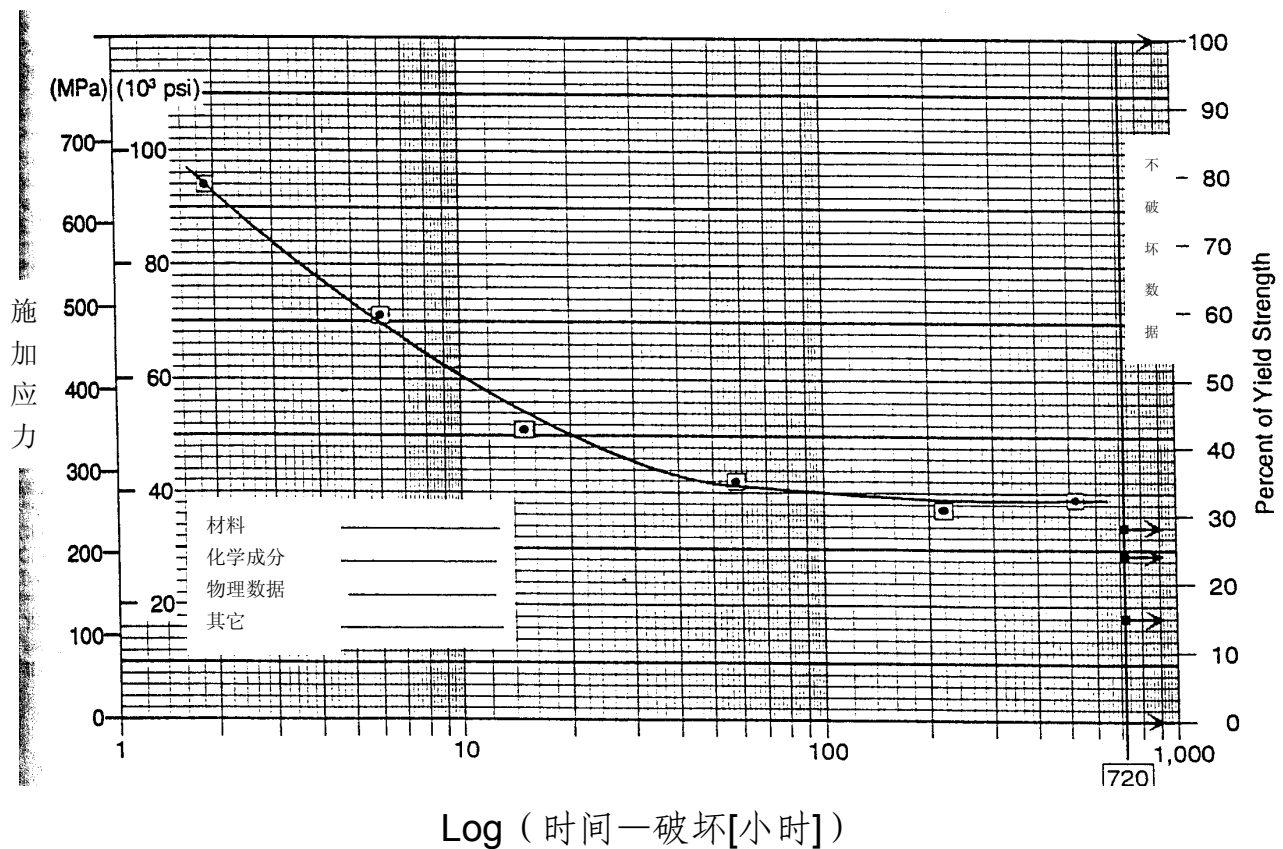


图 6

施加应力 vs. Log (时间—破坏)

表 1 NACE 材料试验的统一报告格式（第一部分）

按照 NACE TM-177-96 试验^(A)

方法 A——拉伸试验

委托公司:

委托日期:

委托人:

电话:

试验实验室:

合金牌号:

一般的材料类型:

化学成分	编号					
	☐	☐				
C			☐		☐	
Mn		☐			☐	
Si		☐	☐		☐	
P						
S	☐					
Ni		☐	☐			
Cr	☐			☐		☐
Mo						
V						
Al						
Nb						
N						
Cu						
其它						
产品形状						
材料处理过程 熔 化 方 法 (OH、BOF、 EF、AOD) ^(B)						
热处理 (每个循环过 程中的时间， 温度，冷却方 法。)						
其它机械，热， 化学或涂层处 理 ^(C)						

(A): 如不按照 NACE TM-177-96, 必须详细叙述试验方法。

(B): 熔化方法: 平炉 (OH), 氧气顶吹炉 (BOF), 电炉 (EF), 氩-氧脱碳 (AOD)。

(C): 冷作, 电镀, 渗氮, 预应变等。

表 1 NACE 材料试验的统一报告格式（第二部分）

按照 NACE TM-177-96 试验

方法 A——拉伸试验

材料的试验日期:

试件几何尺寸: ☐ 标准 ☐ 非标准

标称直径:

标准长度:

恒载荷——☐ 固定载荷 ☐ 液压☐ 其它:持续载荷——☐ 应力环 ☐ 弹簧☐ 其它:☐ 邮寄应力环挠度测量的测试化学: ☐ 溶液 A ☐ 溶液 B ☐ 其它试验溶液☐ 出口通集隔离氧 ☐ 温度 $24\pm 3^{\circ}\text{C}$ ($75\pm 5^{\circ}\text{F}$)☐ 温度: $\pm 3^{\circ}\text{C}$ ($\pm 5^{\circ}\text{F}$)

材料编号	试验特性							试验应力（%屈服强度）						溶液 PH ^(E)		热处理	备注（表面情况和 H2S 含量）
	位置 ^(B)	方向 ^(C)	屈服强度 ^(D) ()	极限抗拉强度 ()	延伸率 (%)	断面伸缩率 (%)	硬度 ()							开始	结束		
								破坏时间（小时） NF=720 小时未破坏									

(A) 如不按照 NACE TM-177-96, 必须详细叙述试验方法。

(B) 试件的位置: 管材—外径 (OD), 中部 (MW), 内径 (ID); 实心—表面 (S), 四分之一厚 (QT), 半径 (MR), 中心 (C), 边缘 (E)。

(C) 方向是纵向或横向。

(D) 括号内必须填入公制或英制单位; 屈服强度假设为 0.2% 的残余变形除非另外说明。

(E) 如果汇总数据, 就填入在最高应力时非破坏试件的试验的 P H 值。

第 9 章 方法 B——NACE 标准弯梁试验

9.1 方法 B，NACE 标准弯梁试验。本试验规定了评价在含 H_2S 的低 PH 值酸性环境中，承受拉伸应力的碳钢和低合金钢抗开裂破坏性能方法。本试验评价的是材料在应力集中的状态下 EC 的敏感性。

弯梁试件尺寸小巧便于检测小的、局部区域和薄的材料。弯梁试件加载到一特定的挠度就可给出破坏/不破坏的试验结果。当检测不同挠度的一组试件后，就能得到临界应力值（ S_c ）。本试验方法试验溶液不加氯化钠，并发现碳钢和低合金钢的实验室数据与现场数据间的相互关联⁽⁹⁾。

9.1.1 本章叙述了室温和大气压下试验的步骤。高温高压下试验的特殊要求在第 7 章中陈述。

9.1.2 方法 B 可概述如下：

9.1.2.1 本方法包括对一组试件施加弯曲应力使之挠曲。然后将受力的试件暴露于试验环境中，并通过开裂确定破坏（或不破坏）。用这些数据计算出 S_c 值可用来评价抗 SSC 性能。

9.1.2.2 本方法是一种试件在低挠曲位移下的恒挠度试验。用于计算的应力是个虚拟应力，因为它不能反映：

（a）试件的真正应力和应力分布；

（b）伴随塑性变形的弹性位移；

（c）试件随着开裂或裂纹的扩展，使应力衰减。因此，本方法不适用于确定门限应力。

注（9）：J.P.Fraser,G.G.Eldridge,R.S.Treseder,“硫化物腐蚀开裂的实验室和现场方法的定量研究”，石油和天然气生产的 H_2S 腐蚀。

9.2 试件

9.2.1 弯梁试件的尺寸是 $4.57 \pm 0.13\text{mm}$ ($0.180 \pm 0.005\text{in}$) 宽 $1.52 \pm 0.13\text{mm}$ ($0.060 \pm 0.005\text{in}$) 厚, $67.3 \pm 1.3\text{mm}$ ($2.65 \pm 0.05\text{in}$) 长, (见图 7)。机加工后, 试件应放入干燥器或未加缓蚀剂油中保存到试验。

9.2.2 通常从提供的试件中取出 12 到 16 片作试验, 确定材料的敏感性。

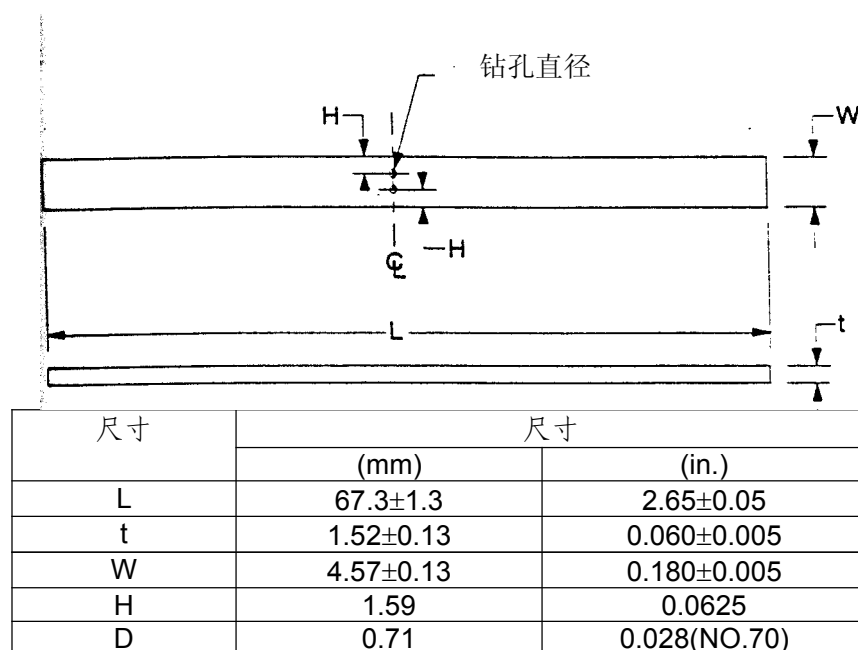
9.2.2.1 关于试件在原始材料上的取向和位置应与试验结果一起报告。

9.2.3 先将试件切削到近似尺寸, 然后抛光表面到最后尺寸。试件两面的最后两次进刀量应控制在每次 0.013mm (0.0005in) 以内 (注意一定防止过热)。最后表面粗糙度必须达到 $0.81\text{ }\mu\text{m}$ ($32\text{ }\mu\text{in}$) 或更高。

9.2.4 如图 7 所示, 两个直径 0.71mm (0.028in) 的孔 (70 号钻头) 必须钻在试件的中部, 孔的中心距离试件宽的两边 1.59mm (0.0625in)。应在最后机加工表面前钻孔。

9.2.5 试件标记

9.2.5.1 可以用打印或振动型喷刷版在试件压缩面上, 距任一端 13mm (0.50in) 以内打标记。



9.2.6 试件清洗

9.2.6.1 试件的表面和边缘应用 240 粒度金钢砂纸手工打磨，磨痕应与试件中心轴平行。

9.2.6.2 试件应用溶剂除油并用丙酮漂清。

9.2.6.3 清洗后，试件的受力部位不能用手触摸或被污染。

9.3 试验溶液

9.3.1 试验溶液由 0.5%(体积百分比)的冰乙酸溶解在蒸馏水或去离子水中组成。如 5.0g 的冰乙酸溶解在 995g 蒸馏水或去离子水中。本试验溶液不加氯化钠。

9.3.2 试验溶液 A 和 B 在本试验方法中的使用未被标准化。

9.4 试验装置

9.4.1 大多数用于应力腐蚀实验的应力夹具装置和试验容器适用于方法 B，因此，下面重点讨论试验装置要求的特性，以便选择合适的装置和操作程序。

9.4.2 试验是用恒挠曲装置对试件施以三点弯曲来完成(参见图 8)。

9.4.3 浸泡在试验溶液中的试验装置应当抗一般腐蚀（通常使用 UNS S31600）。装置与试件接触的部分必须电绝缘。

9.4.4 挠度计的最小分度值为 0.0025mm(0.00010in)。

9.4.4.1 用单独的挠度计或加载装置上的挠度计测定试件的挠度。设计的挠度计要适于在单独情况下，能测量试件中部的挠度。

9.4.5 试验容器

9.4.5.1 试验容器的大小应能使溶液体积和试件表面积的比保持 $30 \pm 10\text{mL/cm}^2$ 。建议每个试验容器的最大容积为 10L。

9.4.5.2 试验容器的进出口两端应加上阀门以防止试验溶液被氧污染。

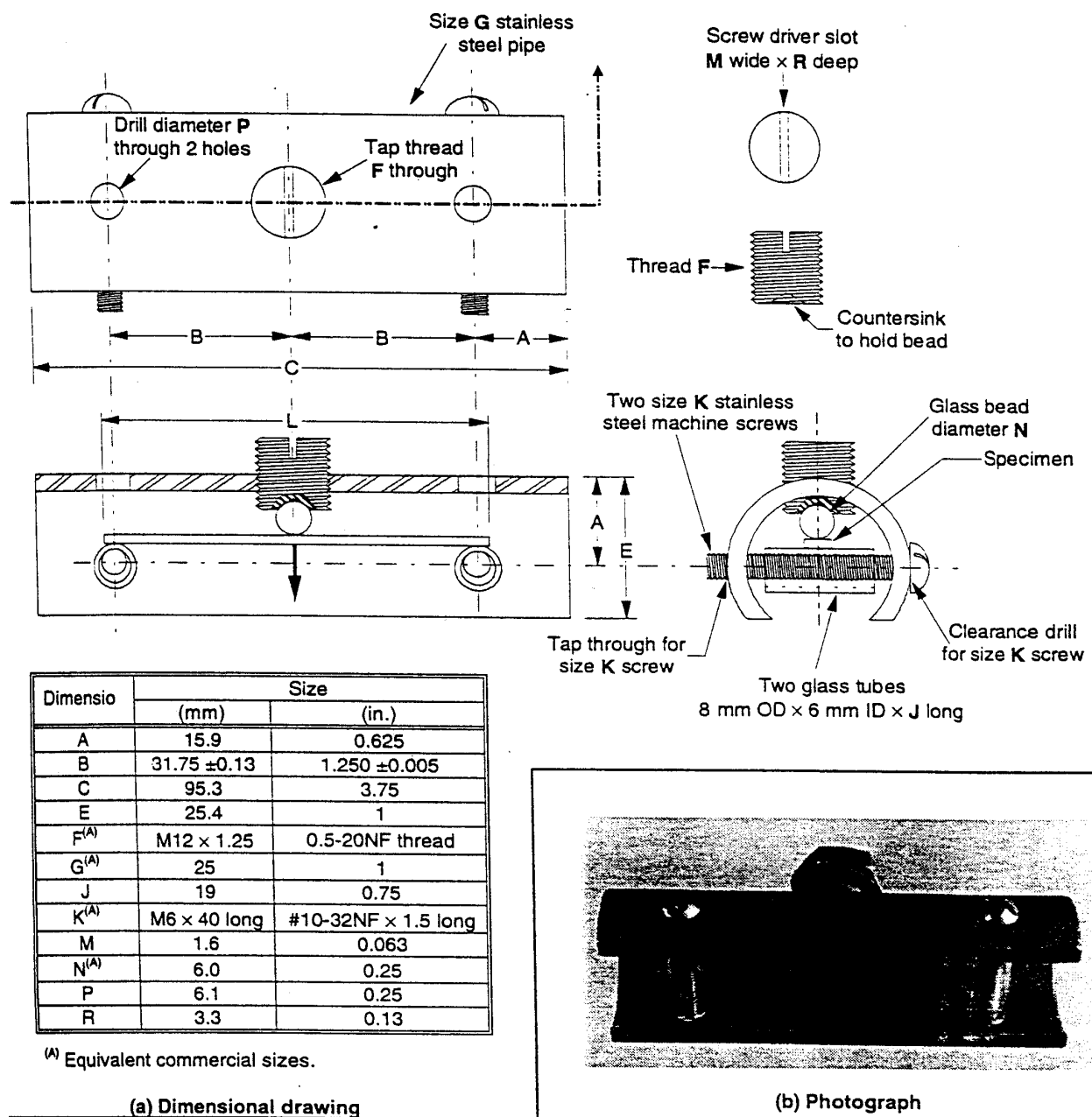


图 8 弯梁试验的典型应力夹具

9.4.5.3 应采用烧结的多孔玻璃吹泡器，将惰性气体和 H_2S 气体从试件排列的下方充入。鼓泡不能冲击试件。

9.5 挠度计算

9.5.1 用材料的估计的虚拟应力来计算梁的挠度。对碳钢和低合金钢而言，硬

度在 24HRC 时，Sc 值一般是在 69 ~ 97kPa (10 ~ 14 × 10⁴psi) 范围之内。随着硬度增加，Sc 值通常要降低。

9.5.2 用公式 (3) 计算每个虚拟应力值对应的试件挠度：

$$D=SL^2/6Et \quad (3)$$

式中：D=挠度；

S=虚拟应力；

L=梁的长度；

E=弹性模量；

t=梁的厚度。

图 7 给出了 L 和 t 的值。此公式只呈现了弹性条件而忽略了应力集中孔的影响和试件在高应力水平的塑性变形。

9.6 试验顺序

9.6.1 测量试件尺寸，按要求的虚拟应力水平计算挠度。

9.6.2 试件在夹具上被加载，，用千分表和夹具将试件弯曲到最接近 0.0025mm(0.00010in)。

9.6.2.1 应当小心施加挠度，避免超过要求的挠度值。如果超过要求的挠度，试验应在更高的挠度水平进行或报废。

9.6.3 清洗已加力的试件并放入试验容器中。

9.6.4 应立即将脱氧试验溶液注入试验容器并密封。脱氧试验溶液应在一个密闭的容器中制备，用惰性气体以最小 100mL/min 的速度赶氧，每升溶液最少赶氧 1 小时。试验溶液一旦注入试验容器中，应用惰性气体赶氧至少 20 分钟。然后用 H₂S 以 100 ~ 200mL/min 的速度充至饱和，每升溶液充 20 分钟。

9.6.4.1 试验容器中 H₂S 应定期鼓泡补充，以 100 ~ 200mL/min 的速度每升溶

液充 20 ~ 30 分钟，试验期间每周三次。建议在每周的第一、第三和第五天补充 H_2S 。

9.6.5 试验在 720 小时或当所有试件都断裂后结束，以先发生者为准。

9.6.6 为得到更精确的 Sc 值，有必要增加试件和重复试验。

9.7 破坏检测

9.7.1 用低倍双目显微镜目视确定裂纹的存在。如果试件仅有一条或几条裂纹时，可使劲弯曲试件使其明显变形，这对帮助识别开裂的试件起重要作用。然而，如果试件存在很多裂纹，就不必使其明显变形。因为腐蚀产物的可能会覆盖裂纹，所以必须仔细地检查。在这种情况下为了查明裂纹有必要对试件采用机械清洗或金相磨片。

9.7.2 试件开裂即为破坏。因此，经暴露后，试件表面应清洗干净并用手弯成 20 度后，用 10 倍放大镜目视检查开裂痕迹。发现含有裂纹的试件将被视为破裂。

9.8 试验结果报告

9.8.1 破裂/不破裂数据和虚拟应力值应报告，破坏的时间可自由选择报告与否。

9.8.2 用公式（4）计算临界应力（ SC ）：

$$SC (psi) = (\sum S (psi) / 10^4 + 2 \sum T) / n \quad (4)$$

式中： S =名义外层构造虚拟应力，用于计算梁挠度；

T =试验结果（+1 表示通过，-1 表示破裂）；

n =试验的试件总数。

注意：如果要求用公制单位，应首先采用 psi 单位计算，然后再根据要求进行转换。

当采用本公式时，将去除所有比 $SC \times 10^4$ 大 $\pm 210\text{Pa}$ ($\pm 3.0 \times 10^4\text{psi}$) 的虚假应力数据。

9.8.3 化学成分。热处理、机械性能和其它获得的数据都应报告。

9.8.4 建议采用表 2 的格式报告数据。

表 2 NACE 材料试验的统一报告格式（第一部分）

按照 NACE TM-177-96 试验^(A)

方法 B——弯梁试验

委托公司:

委托人:

合金牌号:

化学成分

电话:

委托日期:

试验实验室:

一般的材料类型:

化学成分	编号					
C						
Mn						
Si						
P						
S						
Ni						
Cr						
Mo						
V						
Al						
Nb						
N						
Cu						
其它						
产品形状						
材料处理过程 熔 化 方 法 (OH、BOF、 EF、AOD) ^(B)						
热处理 (每个循环过 程中的时间， 温度，冷却方 法。)						
其它机械，热， 化学或涂层处 理 ^(C)						

(A): 如不按照 NACE TM-177-96, 必须详细叙述试验方法。

(B): 熔化方法: 平炉 (OH), 氧气顶吹炉 (BOF), 电炉 (EF), 氩-氧脱碳 (AOD)。

(C): 冷作, 电镀, 渗氮, 预应变等。

表 2 NACE 材料试验的统一报告格式 (第二部分)

按照 NACE TM-177-96 试验^(A)

方法 B——弯梁试验

材料的试验日期:

试件几何尺寸: ☐ 标准 ☐ 非标准

标称尺寸:

长度:

试验仪器 ☐ 使用统计 Sc 方法:化学: ☐ 溶液 A ☐ 溶液 B ☐ 其它试验溶液☐ 出口通集隔离氧 ☐ 温度 $24\pm 3^{\circ}\text{C}$ ($75\pm 5^{\circ}\text{F}$) ☐ 温度: $\pm 3^{\circ}\text{C}$ ($\pm 5^{\circ}\text{F}$)

材料编号	试验特性							虚拟应力值						溶液 PH		热处理	备注（表面情况和 H2S 含量）
	位置 ^(B)	方向 ^(C)	屈服强度 ^(D) ()	极限抗拉强度 ()	延伸率 (%)	断 面 伸 缩 率 (%)	硬 度 ()							开始	结束		
								破坏时间（小时） NF=720 小时未破坏									

(A) 如不按照 NACE TM-177-96, 必须详细叙述试验方法。

(B) 试件的位置: 管材—外径 (OD), 中部 (MW), 内径 (ID); 实心—表面 (S), 四分之一厚 (QT), 半径 (MR), 中心 (C), 边缘 (E)。

(C) 方向是纵向或横向。

(D) 括号内必须填入公制或英制单位; 屈服强度假设为 0.2% 的残余变形除非另外说明。

(E) 如果汇总数据, 就填入在最高应力时非破坏试件的试验的 PH 值。

第 10 章 方法 C—NACE 标准 C 型环试验

10.1 方法 C, NACE 标准 C 形环试验, 评价金属在园周载荷 (环向应力) 作用下的抗 EC 的性能。特别适用于管子和棒材的横向试验。C 形环试件通常用试验期间的断裂所需的时间来确定 EC 敏感性。C 形环将试件弯曲至一特定的外层构造应力水平, 以得到破裂/不破裂的结果。当对多个试件在不同的应力等级下的试验后, 就能获得一个明显的 EC 门限应力值。

10.1.1 本章规定了在室温大气压下的试验程序。高温高压下试验的特殊要求在第 7 章中作了规定。

10.2 试件

10.2.1 应采用按照 ASTM G38⁽¹⁰⁾ 要求的无缺口 C 形环。C 形环的尺寸范围很宽, 但是, 建议不使用外径小于 15.9mm(0.625in)的 C 形环, 因为会增加机加工的难度并降低试验精度。图 9 给出一种常用的环试件。

10.2.2 园周应力可能沿 C 形环的宽度变化, 此变化程度取决于 C 形环的宽度与厚度 (w/t) 比和直径与厚度 (d/t)。 w/t 应在 2 到 10 间, d/t 应在 10/100 之间。

10.2.3 螺栓夹具用材应与试样材料相同, 或与试件电绝缘使电流效应降至最小, 除非明确要求有电流效应。

10.2.4 机加工应按下列步骤: 最后两次进刀量总共不得超过材料的 0.05mm(0.002in), 最后的切削应使主表面的精度为 $0.81\ \mu\text{m}$ (32 μin)或更高。机加工后, 试件应保存在干燥器中或未加缓蚀剂的油中以备试验。

⁽¹⁰⁾ ASTM G38 (最新版本) 制作和使用环形应力腐蚀试件的标准作法 West Conshohocken, PA: ASTM)

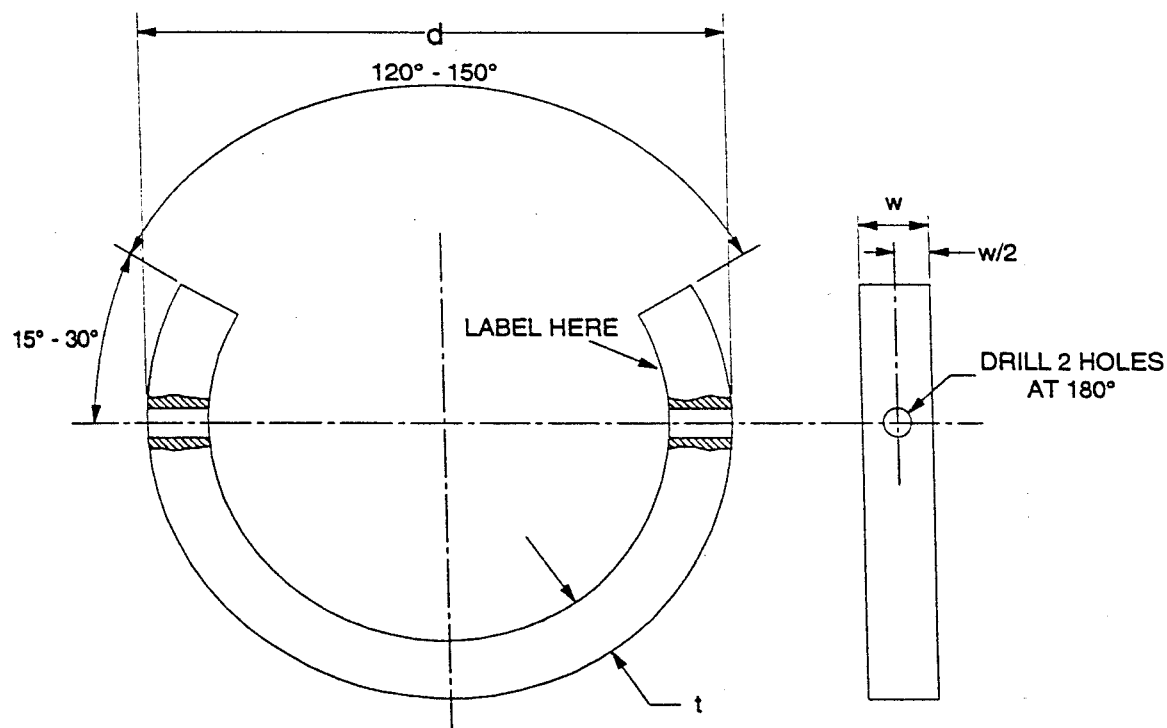


图 9 C 形环试件的尺寸图

10.2.4.1 腐蚀试验通常要求高质量的机加工表面。然而，管材和棒料在轧制态下的表面也可用 C 形环试件来评价。采用与机加工不同的任何最后加工工艺都必须与试验数据一起报告。

10.2.5 试件标记

10.2.5.1 可以用打印或振动型喷刷版在试件的端部打记号。

10.2.6 试件清洗

10.2.6.1 试验前，试件必须用溶剂除油，然后用丙酮漂清。

10.2.6.2 清洗后，试件的测试部位不能用手接触或被污染。

10.3 试验溶液

10.3.1 试验溶液 A 是由 5.0%（体积百分比）NaCl 和 0.5%(体积百分比)的冰乙酸溶解在蒸馏水或去离子水中组成。如 50.0g 的 NaCl 和 5.0g 的冰乙酸溶解在 945g 蒸馏水或去离子水中。除非要求具有（下面的）试验溶液 B 的参数，

否则将使用试验溶液 A。

10.3.2 试验溶液 B 的初始 PH 值在 3.4 和 3.6 之间，由 5.0%（体积百分比）的 NaCl，0.4%（体积百分比）的乙酸钠 0.23%（体积百分比）的冰乙酸溶解在蒸馏水或去离子水中组成。溶液应用与试验溶液 A 相同的过程充 H₂S 至饱和。

10.4 试验装置

10.4.1 对 C 形环试件施加应力的必要试验装置应包括测径规或测量精度能达到 0.025mm(0.0010in)的相当装置，与所用的螺栓夹具尺寸相配的扳手，以及夹紧装置。

10.4.1.1 在用螺栓夹具或对 C 形环两端施加应力过程中，C 形环试件的中心试验部分不能被夹紧。

10.4.2 试件被夹紧的方式，应是使其受应力部位只与腐蚀介质相接触。

10.4.2.1 紧固夹具应用与试验介质相容的材料制造。

10.4.2.2 应避免试件、紧固平具，以及试验容器之间的电池效应。例如，用绝缘套管或垫圈可使 C 形环与紧固夹具电绝缘。

10.4.3 试验容器

10.4.3.1 试验容器的大小应能使溶液体积和试件表面积的比保持 $30 \pm 10\text{mL/cm}^2$ 。

10.4.3.2 应采用烧结的多孔玻璃吹泡器将惰性气体和 H₂S 气体从试件排列的下方充入。鼓泡不能冲击试件。

10.5 挠度计算

10.5.1 为在 C 形环试件获得所要求的应力，可应用公式（5）计算所需加的挠度：

$$D = \pi d(d-t)S/4tE$$

式中：D=试件横穿螺栓孔的挠度

d=试件的外径

t=试件厚度

S=要求的外层构造应力

E=弹性模量

10.5.1.1 用公式（5）所计算的挠度必须被限制在应力低于材料的弹性极限。

对大多数 CRAS，其弹性极限正好低于 0.2%补偿屈服强度。超过弹性极限的挠度值可以通过材料的应力-应变曲线和所用 C 形环的具体几何构造的应变-挠度特性曲线进行计算。

10.5.1.2 公式（5）可用于计算试件承受 100%的 0.2%补偿屈服强度（ S_Y ）时所需的挠度，只需用 $S_Y + E(0.002)$ 代替原公式中的 S。这个关系并不是对所有的合金体系都有效，除碳钢和低合金钢外的其他材料，在使用前应进行校验。

10.5.1.3 使试件承受的应力值在材料的弹性极限和其 0.2%补偿屈服强度之间所需加挠度值的计算公式不存在。

10.5.2 可直接用电阻应变仪测量外加到 C 形环上的挠度。

10.5.2.1 测量每个 C 形环外径上的与 C 形环螺栓轴中心成 90° 的对应点上的应变。通过监测应变仪的信号输出将螺栓拧紧到相应的应变程度，然后移走应变仪并去除残余的胶水。然后用与 10.2.6 节中指定的相同程序重新清洗 C 形环。

10.6 试验顺序

10.6.1 测量试件尺寸，计算相应 C 形环的挠度值。

10.6.2 C 形环试件应用拧紧螺栓装置施加应力到计算的挠度，测量精确到

0.025mm(0.0010in)。

10.6.2.1 挠度值应在螺栓夹具的中心线上测量。这些测量结果可以取自外径、内径或壁厚中心，只要注意保持测量点固定不变。如果超过了要求的挠度，试验应在新的挠度值下进行或者报废。

10.6.3 试件应清洗并放入试验容器。

10.6.4 试验容器应装上脱氧试验溶液并密封。脱氧试验溶液应在密闭容器中制备，用惰性气体以最小 100mL/min 的速度吹扫，每升溶液最少吹扫 1 小时。试验溶液一旦装入试验容器中，应用惰性气体吹扫至少 20 分钟。

10.6.5 试验期间， H_2S 气流连续通过试验容器并保持以一个低流速（每分钟少许的泡）进入出口捕集器，这样可以保持 H_2S 的浓度和微小的正压以防止空气从小的泄漏处进入试验容器。

10.6.6 试验周期为 720 小时或直致所有试件都断裂为止，以先发生者为准。

10.7 破裂检查

10.7.1 承受高应力的合金 C 形环对 EC 相当敏感破裂趋向于穿过整个厚度或者开裂在一定程度上特别明显。然而，对较抗 EC 的合金而言，裂纹生成常常很缓慢并难以查出。小裂纹可能会在很多部位发生并被腐蚀产物遮盖。如果在 10× 放大镜下检测，最好报告最先查出的裂纹，作为破裂的依据。在暴露之后，一种可供选择的揭露 C 形环上裂纹的方法是在 C 形环上，施加超过试验应力水平的应力。由 EC 引起的裂纹与机械导致的裂纹的差别在于开裂表面的腐蚀特征。

10.8 结果报告

10.8.1 应报告每一个应力等级的破坏/不破坏数据。如果记录了破坏时间，则应报告。

10.8.2 化学成分、热处理、机械性能和其它获得的数据都应报告。

10.8.3 建议采用表 3 的格式报告数据。

表 3 NACE 材料试验的统一报告格式（第一部分）

按照 NACE TM-177-96 试验^(A)

方法 C——C 形环试验

委托公司:

委托日期:

委托人:

电话:

试验实验室:

合金牌号:

一般的材料类型:

化学成分	编号					
C						
Mn						
Si						
P						
S						
Ni						
Cr						
Mo						
V						
Al						
Nb						
N						
Cu						
其它						
产品形状						
材料处理过程 熔 化 方 法 (OH、BOF、 EF、AOD) ^(B)						
热处理 (每个循环过 程中的时间， 温度，冷却方 法。)						
其它机械，热， 化学或涂层处 理 ^(C)						

(A): 如不按照 NACE TM-177-96, 必须详细叙述试验方法。

(B): 熔化方法: 平炉 (OH), 氧气顶吹炉 (BOF), 电炉 (EF), 氩-氧脱碳 (AOD)。

(C): 冷作, 电镀, 渗氮, 预应变等。

表 3 NACE 材料试验的统一报告格式（第二部分）

按照 NACE TM-177-96 试验^(A)

方法 C——C 形环试验

材料的试验日期:

试件几何尺寸:

外径:

厚度:

宽度:

试验仪器

☐

螺栓材料与试件相同

☐

螺栓强度校正

化学: ☐ 溶液 A☐ 溶液 B☐ 其它试验溶液☐ 出口通集隔离氧☐ 温度 $24\pm3^{\circ}\text{C}$ ($75\pm5\text{F}$)☐ 温度: $\pm3^{\circ}\text{C}$ ($\pm5\text{F}$)

材料编号	试验特性							施加应力（%屈服强度）						溶液 PH		热处理	备注（表面情况和 H2S 含量）
	位置 ^(B)	方向 ^(C)	屈服强度 ^(D) ()	极限抗拉强度 ()	延伸率 (%)	断面伸缩率 (%)	硬度 ()	破坏时间（小时）						开始	结束		
								NF=720 小时未破坏									

(A) 如不按照 NACE TM-177-96, 必须详细叙述试验方法。

(B) 试件的位置: 管材—外径 (OD), 中部 (MW), 内径 (ID); 实心—表面 (S), 四分之一厚 (QT), 半径 (MR), 中心 (C), 边缘 (E)。

(C) 方向是纵向或横向。

(D) 括号内必须填入公制或英制单位; 屈服强度假设为 0.2% 的残余变形除非另外说明。

(E) 如果汇总数据, 就填入在最高应力时非破坏试件的试验的 PH 值。

第 11 章 方法 D——NACE 标准双悬臂梁试验 (DCB)

11.1 方法 D——NACE 标准 DCB (双悬臂梁) 试验, 是用于测量金属材料抗 EC 扩展, 用临界应力强度系数来表示, $K_{I\text{SSC}}$ 用于 SSC 而 $K_{I\text{EC}}$ 用于其它情况的 EC, 是一种开裂—停止型的断裂力学试验。方法 D 不依赖不确定的蚀坑和或起始裂纹, 因为在有效试验中总是要引发一个裂口。对于抗 SSC 的碳钢和低合金这种方法需要的时间短。方法 D 给出了一个直接用数字表示的抗裂纹扩展的额定值, 而不取决于破裂/不破裂结果的评价⁽¹¹⁾。抗 EC 的断裂力学试验的课题, 目前由 NACE 委员会的 T-1F-9 和 T-1F-9C 以及 ASTM 委员会的 E 8.06.02 和 G 1.06.04 正处于研究之中。本标准的使用者应与这些小组和他们的技术活动保持联系以了解当前的试验技术发展水平。

11.1.1 本章规定了在室温和大气压下 DCB 的试验程序和测定 $K_{I\text{SSC}}$ 的操作。当按第 7 章规定的特定条件进行高温高压试验观测时, 计算的应力强度系数应写为 $K_{I\text{EC}}$ 。计算 $K_{I\text{EC}}$ 的公式与下叙的计算 $K_{I\text{SSC}}$ 的公式相同。然而, 下叙的在 SSC 条件下材料性能的说明对更普遍的 EC 条件可能不准确。

11.2 试件

11.2.1 DCB 试件被选定为标准试件, 它的结构形状如图 10 (a) 所示。对试件加载使用的是一个双斜面的楔形块 (见图 10 (b))。这个双斜面楔形块应用与试件相同或与试样材料同等级的材料制作。这个楔形块材料可以经热处理或冷加工增加它的硬度, 从而有助于防止楔形块在嵌入期间, 出现塑变。楔形块可以用聚四氟乙烯 (PTFE) 带保护以降低嵌入面的腐蚀。

(11) R.B.Heady, 低合金钢抗硫化物腐蚀开裂的评价, 腐蚀 33, 3 (1997): P.98。

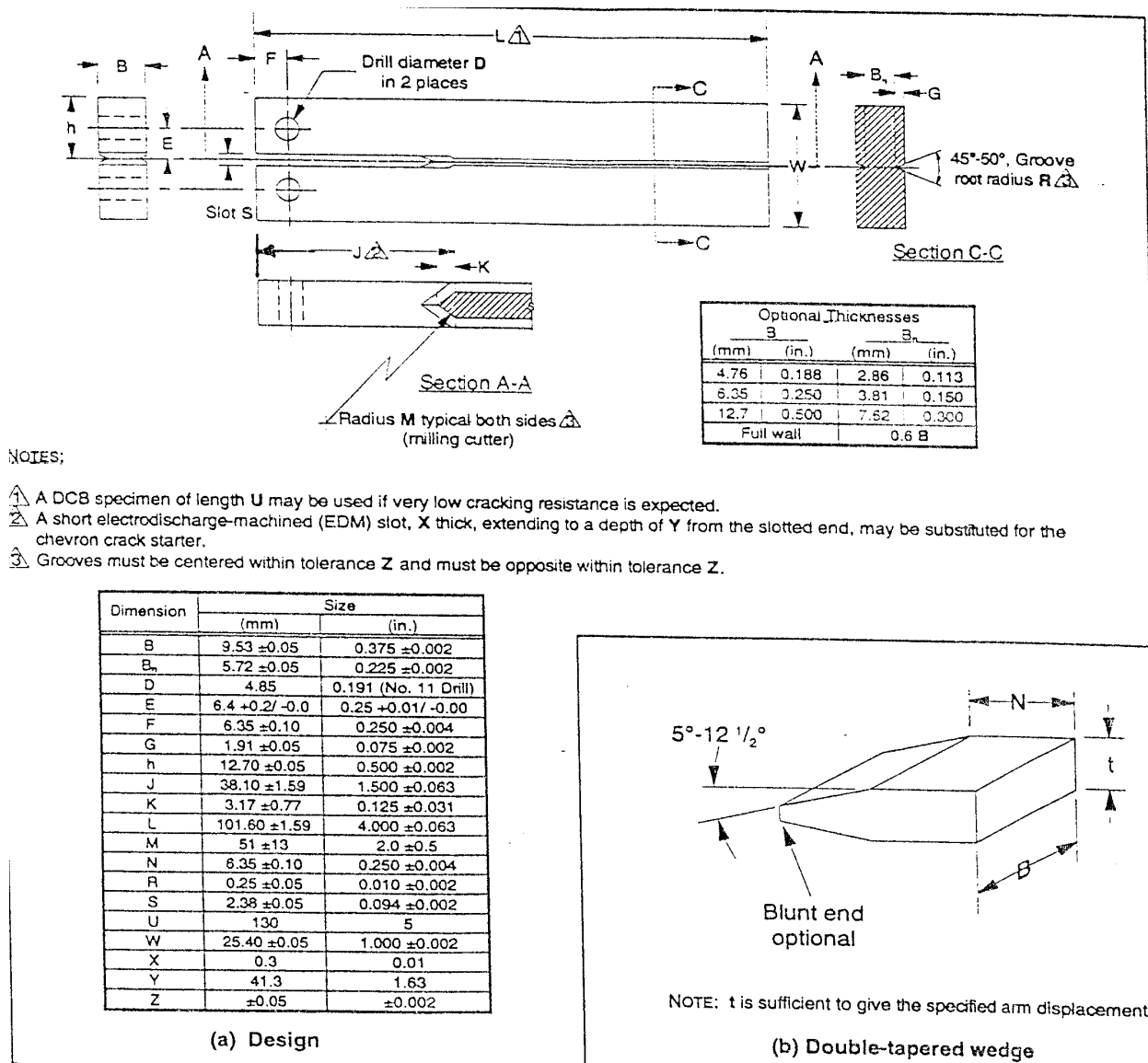


图 10 DCB 试件

11.2.2 标准试件的厚度为 9.35mm (0.375in); 图 10 (a) 中给出的是整体尺寸。当被试验的材料太薄以致不能满足这一要求时, 可以考虑图中标注的其它厚度。有些碳钢和低合金钢的非标试件可能给出比标准试件低的 K_{Isc} 值, 观测到的偏差高达 37%。这种尺寸影响有必要作进一步研究。

11.2.3 对于管外径与壁厚之比大于 10 的管材, 可以制作全壁厚试件。侧壁切槽深应为壁厚的 20%, 这样可保持梁腹厚度 (B_n) 等于壁厚的 60%。

11.2.4 该侧壁切槽必须精心地加工以避免过热和过冷加工。机加工最后两个工序切削掉金属的总量为 0.05mm(0.002in)。如果抛光工艺过程不会硬化材料,

也是容许的。

11.2.5 当测试低 K_{ISSC} （低于 22 到 27MPa $\sqrt{m}$ (20 到 25ksi $\sqrt{in}$)）的材料或发生开裂困难的材料，例如：低屈服强度材料时，采用电切割机加工图 10（a）中所示的切槽或用疲劳预制裂纹，对避免边缘开裂和帮助 SSC 的发生都是很有益的。

11.2.5.1 对于标准尺寸试件，疲劳裂纹的预制可以在控制频率低于 30Hz，载荷变化从 310N 至 3110N（70 至 7001bf）的情况下进行。为了避免残余压应力，预制裂纹期间 K_I 的峰值不要超过由楔形块传递的预定的初始 K_I 的 70%。

11.2.6 试件标记

11.2.6.1 DCB 试件的每一侧臂都应用打印或振动型喷刷版作标记，或靠近两个孔或是在非楔形加载端。

11.2.7 核查尺寸

11.2.7.1 测量 B, B_n , 2h 和试件近端孔心的距离（测量 B_n 时应采用刀形千分尺）。记录下位于图 10（a）所示范围以外的尺寸，为了稍后用来计算 K_{ISSC} 值（见 11.6.3 段）。

11.2.8 试件清洗

11.2.8.1 试件必须用溶剂除油，然后用丙酮漂清。

11.3 试验溶液

11.3.1 试验溶液由 5.0%（体积百分比）的 NaCl 和 0.5%（体积百分比）的冰乙酸溶解在蒸馏水或去离子水中组成。如 50.0g 的 NaCl 和 5.0g 冰乙酸溶液溶解在蒸馏水或去离子水中。尽管初始 PH 值没有规定，但还是要求其范围在 2.6 到 2.8 之间。除非特殊要求具有下面的试验溶液 B 的参数，否则将使用试验溶液 A。

11.3.2 试验溶液由 5.0%（体积百分比）的 NaCl，0.4%（体积百分比）的乙酸钠和 0.23%（体积百分比）的冰乙酸溶解在蒸馏水或去离子水中组成。此溶液的初始 PH 值在 3.4 和 3.6 之间。

注意：在高 PH 值环境中，对于高抗开裂材料建议采用疲劳预制裂或提供较大的原始臂位移。

11.3.3 随后，试验溶液（A 或 B）应用 11.5.7 条描述的方法冲 H₂S 至饱和。

11.4 试验装置

11.4.1 试验容器容积要能容纳每个试件大约有 1 升的试验溶液，容器试验溶液体积与试件表面积之比为 10 到 15mL/cm²。为了便于溶液充饱和，容器的最大容积应当为 10 升。

11.4.2 推荐使用开槽基板或其它的试件夹持器（电绝缘）来保证试件位置和方向不变。

11.4.3 可以把一小楔形块加载装置固定在台钳座的虎钳上并夹紧，这样便于楔形块完全插入与试件端齐平。

11.4.4 应采用烧结的多孔玻璃吹饱器将惰性气体和 H₂S 气体从试件排列的下方充入。鼓泡不能冲击试件。

11.5 试验程序

11.5.1 按照 11.2.8.1 条的要求清洗试件。

11.5.2 用 11.2.5.1 条给出的方法准备 DCB 试件并预制裂纹（如果要求）。

11.5.3 测量切口厚度。为了测量这个尺寸推荐使用测隙规。因为初始应力的强度要影响碳钢和低合金钢的最终 K_{ISSC}⁽¹²⁾，所以楔形块壁厚，将按能达到上述这些钢的抗 SSC 等级的表 4 中的悬臂位移来选择。每个等级的悬臂位移不能超过列表中的此等级的上限。

表 4 中列出的容许悬臂位移对用于碳钢和低合金钢的其它试验等级的楔形块的选择也可提供指导。表 5 对挑选用于其它类型合金的楔形块厚度提供指导。当测试屈服强度低于 550MPa(80ksi)的钢种时，可以用公式 (6) 计算悬臂位移 (δ)，式中 YS 表示屈服强度：

$$\delta (\text{mm}) = (2.02 - \text{YS}(\text{MPa})/530 \pm 0.13\text{mm})$$

$$\delta (\text{in}) = (0.080 - \text{YS}(\text{ksi})/1953 \pm 0.005\text{in})$$

11.5.3.1 通过测量试件上加载孔的初始间距，来确定真实的悬梁位移。

11.5.3.2 因为要获得精确的悬臂位移是困难的，所以只能选则楔形块厚度能在要求的范围的中间给出期望的位移。

11.5.3.3 将楔形块压入切槽，与试件端齐平。

11.5.3.4 重新测量孔的间距，然后计算真实的悬臂位移 (δ)。对于表 5 中的抗 SSC 碳钢和低合金钢，如果该真实的悬臂位移，低于预计的范围，可以插入一新的楔形块获得一个认可的位移。如果该真实悬臂位移高于预计的范围，应移走楔形块，且在试件重新加载之前，EDM 切槽或疲劳预裂纹将被延伸至材料的整个塑性变形区。

11.5.4 试件应用溶剂除油并用丙酮漂洗。

注意：疲劳预制裂纹试件，应用擦抹方法清洗，不能使用浸泡清洗。

11.5.5 把试件放入试验容器。

11.5.6 将脱氧试验溶液装入试验容器，脱氧试验溶液可在一个密闭的容器中配制，用流量至少为 100mL/min 的惰性气体对试验溶液吹扫，每升溶液最少吹扫 1 小时。试验溶液一旦装入试验容器，在密封试验容器之后，应用惰性气体至少吹扫 20 分钟。用惰性气体吹扫目的是为了确保试验溶液在充入 H_2S 之前驱除氧（见附录 B）。只要能达到在充入 H_2S 之前，为完全脱氧的环境，其

他的脱氧和转换方法都是可以接受的。当 H_2S 气体进入试验容器时，氧污染的一个明显现象是试验溶液会变浑浊（不透明）。当 H_2S 进入试验溶液时，溶液变浑浊就不能用于试验。试件应取出并清洗，重新按程序配制溶液，转换和脱氧。

表 4 API⁽¹³⁾ 和其它等级的油田用管材的悬臂位移

等级 ^(A)	屈服强度范围		认可的悬臂位移 (δ)	
	MPa	ksi	mm	0.001in.
L-80	552-655	80-95	0.71-0.97	28-38
C-90	621-724	90-105	0.64-0.89	25-35
C-95,T-95	655-758	95-110	0.58-0.84	23-33
100 级 ⁽⁸⁾	689-793	100-115	0.51-0.76	20-30
105 级 ⁽⁸⁾	724-827	105-120	0.46-0.71	18-28
110 级 ⁽⁸⁾	758-862	110-125	0.38-0.64	15-25
P-110	758-965	110-140	0.25-0.64	10-25
Q-125	862-1030	125-150	0.25-0.51	10-20

(A) API 等级除非特别提到其它的；

(B) 非 API 等级

表 5 建议选则的合金的悬臂位移和强度水平

材料的屈服强度		悬臂位移 (δ), mm(0.001in.) ^(A)									
MPa	ksi	低合金钢 ^(B)		CA-6NM		双相不锈钢		C-276		Ti-3-8-6-4-4	
		mm	0.001in.	mm	0.001in.	mm	0.001in.	mm	0.001in.	mm	0.001in.
552	80	0.71-1.07	28-42	0.64-0.89	25-35	—	—	—	—	—	—
621	90	0.58-0.89	23-35	0.46-0.71	18-28	—	—	—	—	—	—
689	100	0.48-0.79	19-31	0.20-0.46	8-18	—	—	—	—	—	—
827	120	0.33-0.58	13-23	—	—	0.89-1.02	35-40	—	—	—	—
965	140	0.20-0.46	8-18	—	—	0.64-0.89	25-35	—	—	1.02-1.52	40-60
1100	160	0.18-0.38	7-15	—	—	—	—	1.27-1.78	50-70	—	—
1240	180	0.15-0.30	6-12	—	—	—	—	1.02-1.27	40-50	—	—

(A) 这些值对应于单个的屈服强度，而不覆盖一屈服强度范围。因此，用户应插入或外推使用的合金的真实屈服强度。

(B) 油田管材用表 4。

11.5.6 用流量至少为 100mL/min 的 H_2S 充入试验溶液至饱和，每升试验溶液至少充 20 分钟。试验容器至排气口捕集器，在试验期间 H_2S 将保持以一低流量连续流过。这样可以保持 H_2S 的浓度和微小的正压以防止空气从小的泄漏处进入试验容器。

注 13: 美国石油学会 (API), 1220 L ST. NW, Washington, DC 20005.

11.5.8 碳钢和低合金钢的试验周期为 14 天。对于不锈钢，Ni-，Ni/Co-，Ti-，或 Zr-基合金要求较长的试验周期，以确保开裂已经停止生长。这些材料的试验周期至少是 30 天。此试验周期应由所有有性趣的团体共同决定并与试验结果一起报告。

11.5.9 用蒸汽磨，轻度喷丸或喷砂清除试件表面的腐蚀产物，或者采用其他方法，只要金属损失量不显著。

11.5.10 得到载荷对位移的曲线并移走楔形块。在这 “lift-off” 曲线斜率突变位置找出平衡楔形块载荷 (P)。

11.5.11 移走楔形块后，应用机械方法 DCB 法打开试件，暴露其开裂表面。这一过程可能需要拉力机。对铁素体钢而言，使用液氮急冷后，再用锤子和凿子劈开悬臂梁的方法，可能比较容易。

11.6 确定 Kissc

11.6.1 检测断口表面是否具有下列特征：

(a) 断口表面应显示出裂纹生长至少超出 V 型缺口、EDM 切口或预制裂纹 2.5mm(0.10in)。

(b) 如果开裂端部断口是非平面的，则该凸形表面不能凸出超过切槽边缘的 “V” 部分。

(c) 开裂端部没有被内部裂纹和裂缝阻断。

(d) 开裂端部将不受集中在试件较厚部位一开裂平面上的二次裂纹干扰。

(e) 开裂不应分岔至测臂的一侧或两侧（侧裂）。

(f) 开裂端部离未切槽端至少为 25mm(1.0in)。

(g) 全厚度弧形试件的开裂端部必须不致诱使断口表面边界靠近管状内表面。

11.6.2 如果断口表面满足 11.6.1 条中所有款项，该试验将被视为有效。用刻

度卡尺测量试件开槽端到开裂端部中间位置的距离。此距离减去 6.35mm (0.250in.) 得到开裂长度 (a)。如果有疑问, 可以在侧臂分开前用着色法, 或在分开后用扫描电子显微镜检查 SSC/鼓泡 (超载) 断口的位置。

11.6.3 扁平试件 SSC 的应力强度系数应用公式 (7) 计算:

$$K_{I\text{SSC}} (\text{扁平 DCB 试件}) = \frac{Pa(2\sqrt{3} + 2.38h/a)(B/B_n)^{1/\sqrt{3}}}{Bh^{3/2}} \quad (7)$$

式中:

$K_{I\text{SSC}}$ =SSC 的临界应力强度系数;

P=平衡 (最终的) 楔形块的载荷, 加载面上的实测值;

a=开裂长度, 如在 11.6.2 中所述;

h=每一悬臂的高度;

B=试件厚度;

B_n =腹板厚度。

(对在 11.2.7.1 条中测得的超出规定公差的任何尺寸, 计算 $K_{I\text{SSC}}$ 应使用这一实测尺寸, 而不是标准尺寸。)

11.6.3.1 计算检验

数据 $B=9.53\text{mm}(0.375\text{in})$

$B_n=5.72\text{mm}(0.225\text{in})$

$h=12.7\text{mm}(0.50\text{in})$

$P=1870\text{N}(4211\text{bf})$

$a=46.48\text{mm}(1.830\text{in})$

$K_{I\text{SSC}}=35.3\text{Mpa}\sqrt{\text{m}}(32.1\text{ksi}\sqrt{\text{in}})$

11.6.4 全壁厚弧形试件的 SSC 应力强度系数将使用公式 (8)⁽¹⁴⁾ 计算:

$$K_{I_{SSC}}(\text{弧形 DCB 试件}) = \left[\frac{3I}{Bh^3} \right]^{1/2} K_{I_{SSC}}(\text{扁平 DCB 试件})$$

式中:

$K_{I_{SSC}}$ (扁平 DCB 试件)用公式(7)计算;

参数 I 用下列公式(9)计算:

$$I = -\frac{h}{4} \left(\frac{D^2}{4} - h^2 \right)^{3/2} + \frac{D^2 h}{32} \left(\frac{D^2}{4} - h^2 \right)^{1/2} + \frac{D^4}{128} \sin^{-1} \left(\frac{2h}{D} \right) + \frac{h}{4} \left[\left(\frac{D}{2} - B \right)^2 - h^2 \right]^{3/2} - \frac{h}{8} \left(\frac{D}{2} - B \right)^2 \left[\left(\frac{D}{2} - B \right)^2 - h^2 \right]^{1/2} - \frac{1}{8} \left(\frac{D}{2} - B \right)^4 \sin^{-1} \left(\frac{2h}{D - 2B} \right)$$

式中: B 和 h 取值于 11.6.3 条。

D =圆管外径。

数字分析和试验结果显示对弧形试件的系数修定结果使 $K_{I_{SSC}}$ 值至多增加几个百分点。

11.6.4.1 计算检验

数据 $D=193.7\text{mm}(7.625\text{in})$

其它数据同 11.6.3.1 条中的一样。

结果:

$$K_{I_{SSC}}=35.4\text{MPa}\sqrt{\text{m}}(32.2\text{ksi}\sqrt{\text{in}})$$

11.7 试验结果报告:

11.7.1 对每一组试件,所有有效试件的每一个 $K_{I_{SSC}}$ 值都应报告。每一试件的悬臂位移都应报告。

11.7.2 应报告化学成分,热处理制度,机械性能和取得的其它数据。

11.7.3 建议用表 6 的格式报告数据。

注(14): S. W. Ciaraldi, 用双悬臂梁试件评价高合金钢管的抗应力腐蚀性(修斯顿 TX: NACE, 1983)

表 4 NACE 材料试验的统一报告格式 (第一部分)

按照 NACE TM-177-96 试验^(A)

方法 D——双悬臂梁试验

委托公司:

委托人:

合金牌号:

化学成分

电话:

委托日期:

试验实验室:

一般的材料类型:

化学成分	编号					
C						
Mn						
Si						
P						
S						
Ni						
Cr						
Mo						
V						
Al						
Nb						
N						
Cu						
其它						
产品形状						
材料处理过程 熔 化 方 法 (OH、BOF、 EF、AOD) ^(B)						
热处理 (每个循环过 程中的时间, 温度, 冷却方 法。)						
其它机械, 热, 化学或涂层处 理 ^(C)						

(A): 如不按照 NACE TM-177-96, 必须详细叙述试验方法。

(B): 熔化方法: 平炉 (OH), 氧气顶吹炉 (BOF), 电炉 (EF), 氩-氧脱碳 (AOD)。

(C): 冷作, 电镀, 渗氮, 预应变等。

表 4 NACE 材料试验的统一报告格式 (第二部分)

按照 NACE TM-177-96 试验^(A)

方法 D——双悬臂梁试验

材料的试验日期:

试件几何尺寸:

☐
☐
☐

标准

☐

非标准: 厚度:

☐

疲劳预制裂纹

☐

E D W 预开裂

高度 (2 h):

长度:

化学: ☐ 溶液 A☐ 溶液 B☐ 其它试验溶液☐ 出口通集隔离氧☐ 温度 24±3℃ (75±5F)☐ 温度:

±3℃ (±5F)

材料编号	试验特性							有效试验数据								溶液 PH		热处理	备注(表面情况和 H2S 含量)
	位置 ^(B)	方向 ^(C)	屈服强度 ^(D) ()	极限抗拉强度 ()	延伸率 (%)	断面伸 缩率 (%)	硬度 ()	悬臂位移 (δ) ()				K _{ISSC} K _{IEC} ()				开始	结束		
								1	2	3	4	1	2	3	4				

(A) 如不按照 NACE TM-177-96, 必须详细叙述试验方法。

(B) 试件的位置: 管材—外径 (OD), 中部 (MW), 内径 (ID); 实心—表面 (S), 四分之一厚 (QT), 半径 (MR), 中心 (C), 边缘 (E)。

(C) 方向是纵向或横向。

(D) 括号内必须填入公制或英制单位; 屈服强度假设为 0.2% 的残余变形除非另外说明。

附录 A 硫化氢操作的安全考虑

硫化氢所造成的工业中毒事故可能比任何其他单一化学药品要多。因此，应小心处理硫化氢。用硫化氢进行的任何试验都必须仔细计划。根据职业卫生管理局⁽¹⁵⁾的规定，对于 8 小时工作制的场所，空气中的最大允许浓度为 20ppm，远高于嗅觉能觉察出来的浓度，但是，嗅觉神经在这种浓度下会在 2-15 分钟后变得迟钝，因此，嗅觉不是一种安全可靠的报警系统。

下面是人类对不同硫化氢浓度的主要生理反应。较长时期处于 150 ~ 200ppm 的浓度范围中会引起肺气肿，伴随有打嗝、胃疼、恶心、咳嗽、头痛和起泡等中毒病症和征兆，暴露在这种较高浓度下，极可能引起肺的并发症，例如肺炎。暴露在 500ppm 下 30 分钟以内通常会失去知觉和导致严重中毒反应。在 700 ~ 1000ppm 范围内，不到 15 分钟会引起昏迷，在 30 分钟内会发生死亡。在 1000ppm 以上，会发生单肺在瞬间失去知觉，接着因呼吸完全被破坏和心跳停止而迅速死亡。

关于 H₂S 的毒性的进一步资料可查询由制造商或销售商提供的材料安全数据以及原始资料，如 N. Irving Sax 写的“工业材料的危险性”⁽¹⁶⁾，“门限值文献”⁽¹⁷⁾，“NIOSH/OSHA 化学危险品的健康指南”⁽¹⁸⁾。

火灾和爆炸的危险

硫化氢是一种可燃气体，燃烧产物是有毒的二氧化硫。此外，硫化氢在空气中的爆炸极限范围为 4.0% (V) ~ 46% (V)，应采取适当的预防措施来防止这些危险的发生。

经验建议

所有试验应该在通风橱内进行以排出所有的硫化氢。充硫化氢气体时应

当保持低流量，使硫化氢的排出量可减小到最少。为了进一步限制 硫化氢的排放量可以采用 10%的碱溶液吸收流出气体，此溶液需要定期更换。应当采取措施防止碱液在硫化氢中断时倒流回试验容器。凡工作中采用硫化氢时，应备有适当的安全设备。

应特别注意压力调节阀的出口压力，因为腐蚀产物、残渣等物常常使下游压力升高，干扰了低流速调节。气瓶应牢固地固定住，防止钢瓶翻倒和瓶头破损。由于硫化氢在钢瓶内是以液态存在，当最后一点点液体蒸发完以后，压力从 1.71Mpa (250psi) 降到大气压所经历的时间较短，因此，应经常检查瓶上的高压表，通过称瓶重来测量消耗量。当压力降到 0.52 ~ 0.69Mpa (75-100psi) 时，调节器的控制可能出现波动，应更换钢瓶。不允许在不关闭阀门或未断开进气管路的情况下，停止气流，因为溶液会继续吸收硫化氢并向上倒流入管线、调节阀，甚至进入硫化氢钢瓶中。应在管线上装一止回阀，可防止上述问题的发生。如果发生了这样的事故，应尽可能迅速、安全地排出剩余的硫化氢，并通知制造厂特别注意这个钢瓶。

注 (15) : OSHA 规章制度 (Federal Register, Vol. 37, NO. 202, Part 2, 1972/10/18)

(16): N. Irving Sax “工业材料的危险性” (New York, NY. Reinhold 书籍出版公司, 1984)

(17) “门限值文献” (Cincinnati, OH 有限公司国家工业卫生学会美国会议, 1969)

(18) NIOSH/OSHA 化学危险品的健康指南” (刊号 NU81-123, 美国政府印刷办公室)

附录 B 试验方法注释的说明

试剂纯度要求的原因（见第 2 章）

水中的碱性和酸性缓冲成分能影响试验溶液的 pH 值，有机和无机化合物能改变腐蚀反应的性质，氧化剂能把部分硫化氢转变为可溶性产物，如聚硫化物和连多硫酸，它们也会影响腐蚀过程。

工业级的氯化钠中常常含碱性物质（如碳酸镁、硅铝酸钠等）保持流动性，这能大大地影响溶液的 pH 值。

如果为了获得气体中较低的硫化氢分压及溶液中较低的硫化氢浓度，需用氮气（或其他惰性气体）与硫化氢不断混合，这样氮气或其他惰性气体中的痕量杂质氧就要求更严格，因为氧化产物能积聚导致腐蚀率或氢进入金属中的速率发生变化。（参见附录 B，除氧的原因）

试件的准备

应当强调所有的机械加工应小心和缓慢地进行，以避免过热、过量切割、冷加工等影响材料的原物理性质。抗硫化物应力开裂试验对试件表面的均匀条件要求十分苛刻。

除氧的原因

在现场和试验室的研究中，已经注意到氧的重要影响。因此，认为取得并保持具有最少溶解氧污染的环境非常重要。

1. 在含硫化氢的卤水中，氧污染能使腐蚀速率剧增二个数量级。一般说来，氧还能减少氢析出和进入到金属。但是影响这些现象（如对 SSC）的因素的系统研究在文献中未有报导。

2. 有时将少量少量的氧或多硫化胺加入到含水的炼油厂气流中，并仔细地将 pH 值控制到接近 8 使腐蚀和氢鼓泡减少。从腐蚀产物的改变可看到效果。

在缺乏充分的数据足以确定和阐明这些现象对硫化物应力破裂影响的情况下，认为应采取一切合理的预防措施来除氧。在本试验方法中提出的措施会减少氧的影响而稍微增加一些费用、困难和复杂性。

警告提示

如 1.1.1—三氯乙烷、丙酮和其它碳氢液这样的清洁剂是有害的如果其蒸汽通过皮肤吸入或吸收。必须小心不要使用氯化碳氢化合物，因怀疑其是至癌的和可再生的毒性物质。