



中华人民共和国国家标准

GB/T 15970.11—2022/ISO 7539-11:2013

金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第 11 部分：金属和合金氢脆 和氢致开裂试验指南

Corrosion of metals and alloys—Stress corrosion cracking—Part 11:
Guidelines for testing the resistance of metals and alloys to hydrogen
embrittlement and hydrogen-assisted cracking

(ISO 7539-11:2013, IDT)

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 15970《金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验》的第 11 部分。GB/T 15970 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：试验方法总则；
- 第 2 部分：弯梁试样的制备和应用；
- 第 3 部分：U 型弯曲试样的制备和应用；
- 第 4 部分：单轴加载拉伸试样的制备和应用；
- 第 5 部分：C 型环试样的制备和应用；
- 第 6 部分：恒载荷或恒位移下的预裂纹试样的制备和应用；
- 第 7 部分：慢应变速率试验；
- 第 8 部分：焊接试样的制备和应用；
- 第 9 部分：渐增式载荷或渐增式位移下的预裂纹试样的制备和应用；
- 第 10 部分：反向 U 型弯曲试验方法；
- 第 11 部分：金属和合金氢脆和氢致开裂试验指南。

本文件等同采用 ISO 7539-11:2013《金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第 11 部分：金属和合金氢脆和氢致开裂试验指南》。

本文件增加了“术语和定义”一章。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本文件起草单位：青岛钢研纳克检测防护技术有限公司、冶金工业信息标准研究院、国核锆铪理化检测有限公司、中车青岛四方机车车辆股份有限公司、安科工程技术研究院(北京)有限公司。

本文件主要起草人：杨万国、侯捷、董彩常、王家斌、韩晓辉、王修云、付婷、田子健、张天广、李刚卿、李倩、杨志文。

引 言

GB/T 15970《金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验》是全国钢标准化技术委员会金属和合金的腐蚀分技术委员会(以下简称“委员会”)负责制修订的应力腐蚀试验方法标准之一。GB/T 15970 旨在评定金属和合金的耐应力腐蚀性能等。

GB/T 15970 由十二个部分构成。

- 第 1 部分:试验方法总则。目的在于评定金属和合金的耐应力腐蚀性能,给出了各种试验方法的选择、使用和含义解释的一般指导原则。
- 第 2 部分:弯梁试样的制备和应用。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀的敏感性,给出了弯梁试样的设计、制备和使用程序。
- 第 3 部分:U 型弯曲试样的制备和应用。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀的敏感性,给出了 U 型试样的设计、制备和使用程序。
- 第 4 部分:单轴加载拉伸试样的制备和应用。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀的敏感性,给出了单轴加载拉伸试样的设计、制备和使用程序。
- 第 5 部分:C 型环试样的制备和应用。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀的敏感性,给出了 C 型环试样的设计、制备、加载、暴露及检查等方法,提供了 C 型环试样应力状态和分布的分析。
- 第 6 部分:恒载荷或恒位移下的预裂纹试样的制备和应用。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀的敏感性,给出了预裂纹试样的设计、制备和使用建议。
- 第 7 部分:慢应变速率试验。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀破裂和氢致开裂的敏感性,给出了慢应变速率试验程序。
- 第 8 部分:焊接试样的制备和应用。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀的敏感性,给出了进行应力腐蚀试验焊接试样的制备及要考虑的附加因素,特别对试样和试验方法的选择提出了建议,以确定金属焊接状态下抗应力腐蚀性能。
- 第 9 部分:渐增式载荷或渐增式位移下的预裂纹试样的制备和应用。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀的敏感性,给出了金属在渐增式载荷或渐增式位移下应力腐蚀裂纹敏感性的预裂纹试样的设计、制备和应用等。
- 第 10 部分:反向 U 型弯曲试验方法。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀的敏感性,给出了反向 U 型弯曲试验方法的原理、试样、试验程序、结果评定和试验报告等。
- 第 11 部分:金属和合金氢脆和氢致开裂试验指南。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀破裂和氢致开裂的敏感性,给出了设计和进行金属或其合金抗氢脆和氢致开裂试验时应考虑的关键特性。
- 第 12 部分:大气应力腐蚀开裂指南。目的在于研究金属和合金对应力腐蚀破裂和氢致开裂的敏感性,给出了设计和进行测试以评估金属和合金在大气暴露条件下对应力腐蚀开裂敏感性时应考虑的一般事项。

金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验

第 11 部分:金属和合金氢脆 和氢致开裂试验指南

1 范围

本文件提供了设计和进行金属或其合金抗氢脆和氢致开裂试验时需考虑的关键特性的指导。

注:本文件不涉及具体测试方法,具体测试方法可参照参考文献中给出的其他文件。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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。

ISO 7539-7 金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第 7 部分:慢应变速率试验(Corrosion of metals and alloys—Stress corrosion testing—Part 7: Method for slow strain rate testing)

注:GB/T 15970.7—2000 金属和合金的腐蚀 应力腐蚀试验 第 7 部分:慢应变速率试验(ISO 7539-7:1989, IDT)。

ISO 17081 氢渗透的测量方法和用电化学法测定金属中的氢吸收和迁移(Method of measurement of hydrogen permeation and determination of hydrogen uptake and transport in metals by an electrochemical technique)

注:GB/T 30074—2013 用电化学技术测量金属中氢渗透(吸收和迁移)的方法(ISO 17081:2004, MOD)。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 氢脆和氢致开裂试验中需考虑的因素

4.1 动态塑性应变

4.1.1 表面膜会显著减少吸氢,例如钝化膜或碳钢表面在 H₂S 环境中生成的硫化物膜。薄膜破裂将增强局部吸氢,这意味着动态塑性应变和应变速率尤其重要。在这种情况下,通过氢渗透试验测得的吸氢与开裂之间通常没有关系,因为吸氢仅位于局部膜破裂的位置。当焊缝中可能存在与残余应力或微观化学相关的显著亚表面敏感区时是例外的。此时,在测试之前宜进行焊缝的详细表征。

4.1.2 如某些双相不锈钢,在静载荷下,如果存在明显的蠕变,可能会引起动态塑性应变。

4.1.3 在腐蚀活跃的合金测试中,开裂与合金吸氢量之间通常存在相关性。在这种情况下,动态塑性应变可能对吸氢量的影响较小。

4.1.4 在各种合金中,动态塑性应变和应变速率在氢的位错输运中可能是较为重要的。氢原子的迁移

及其在位错处的俘获意味着位错可以输送氢(尽管受到微观结构边界的限制),并且可能在敏感部位(例如晶界处)聚集氢。

4.2 试验时间和吸氢

4.2.1 氢原子是可移动的,并且可以扩散到与主要来源位置有一定距离的潜在敏感位点。一个基本的问题是,实验室测试宜进行多长时间才能确保吸氢量足以反映服役时的行为,在服役状态下,其暴露时间通常以年为计。关键因素是开裂位置与氢的主源的相对距离。如果距离较远,则测试时间需要考虑这一点。因此,氢的扩散系数和测试时间是很重要的。例如,在氢致延迟断裂中,可能需要分析氢在浓度梯度和应力梯度下随时间的分布,以评估服役期间出现开裂的可能性。

4.2.2 裂纹的位置取决于整体情况。它可能与中心偏析的低合金碳钢管的厚度中心位置有关。如果使用预制裂纹试样,开裂位置显然是局限于预制裂纹尖端。在焊缝中,裂纹可能会在亚表面出现。

4.2.3 如果测试的耐蚀合金处于钝态,那么氢的主要来源位置很可能是在局部应变区域,因为钝化膜破裂处为氢渗入提供了主要通道。

在这种情况下,除非在点蚀(或缝隙腐蚀)条件下进行测试,否则测试时间可能要相对适中。与点蚀和缝隙腐蚀相关的局部侵蚀性化学物质,以及保护膜的溶解,将促进氢的吸收。如果裂纹起源于点蚀,蚀坑尺寸可能是一个影响因素,因此,暴露时间在此条件下可能存在特定影响。尽管应力可能对暴露时间的选择有影响,如果不超过临界点蚀/缝隙腐蚀温度时,开裂可能并不发生。

4.2.4 对于没有保护膜的材料体系,氢的主要来源受溶液成分和外加电位的复杂影响。如果在溶液中存在促进氢生成和吸收但在裂纹中匮乏的物质,则氢的主要来源是暴露于溶液的外表面的部分。例如,酸性溶液和含有 H_2S 的溶液。然而,在 H_2S 环境中,随着暴露时间的延长,在暴露的外表面上形成硫化铁膜使氢的吸收量逐渐减少,并可能使氢的主要来源位置变为裂纹尖端处。

在“侵蚀性”较低的环境或气相环境中,氢吸收可能倾向于发生在裂纹尖端。在阴极保护电位下使用预制裂纹试样时,由于电位下降和裂纹中化学变化,氢主要来源于外表面。

4.3 温度

4.3.1 脆化常常与氢捕获有关。提高温度趋向于使氢陷阱占据率降低,但对大多数材料而言这可能会由氢生成动力学和氢溶解度的提高所补偿。扩散系数也会随着温度的升高而增加,当比较不同温度下的试验结果时,如果吸氢不是处于稳态且不考虑氢侵入程度的不同,就可能会出现对敏感性的错误认知。对于处于钝化状态的无保护耐腐蚀合金,只有在温度高于 4.2.3 中提到的局部腐蚀临界温度时,才可能会发生开裂。此外,由于金属的塑性倾向于随着温度的升高而增加,因此温度会对脆化有复杂的影响。

4.3.2 测试条件应反映合金在服役中预期使用的温度范围。重要的是需要认识到,对于阴极保护的合金,最严酷的温度可能是最低温度,因为低温会促进氢捕获。

4.3.3 对温度瞬时变化的影响了解有限。如果冷却速率高于氢从金属中逸出的速率,这些信息就非常重要。对于多数合金来说,随着温度升高,氢在晶格中的溶解度升高,氢陷阱占有率下降,塑性增加。因此,在足够高的温度下,可能出现存在显著的吸氢但是不发生开裂的现象。然而,如果冷却速度相对于氢扩散速度更快,则会出现问题。在某些钢中,氢可能以分子氢的形式在界面从晶格析出,从而诱发氢压导致的开裂;通常,晶格中的氢原子会落入氢陷阱位置。再加上塑性降低,更容易开裂。

5 试验方法的选择

5.1 概述

目前已经发展了多种较为通用的试验方法,可用来评估材料对氢脆和氢致裂纹的敏感性。氢渗透

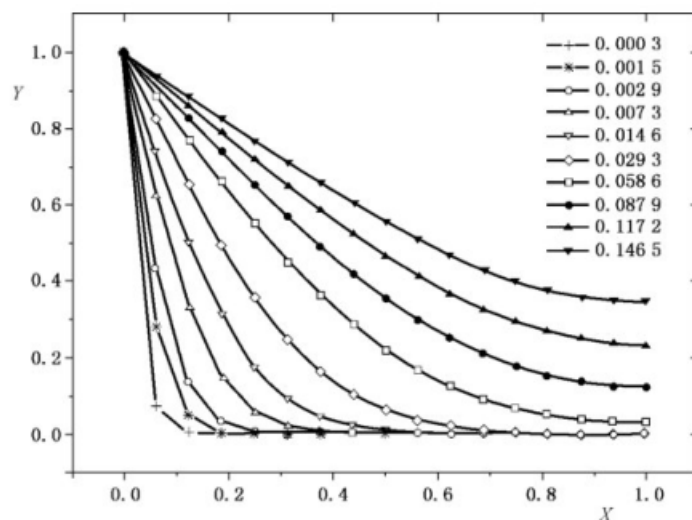
的电化学方法(ISO 17081)在测量吸氢量和氢扩散方面具有指导性。与氢脆和氢致开裂有关的其他试验方法,主要用于系统特定的应用,可见参考文献的补充列表。在许多应用中,负载和环境暴露条件足够简单,标准的目的也受到限制,因此附加的测试准则并不关键。然而,对于非规范性的测试方法,在定义测试时需要考虑第4章中提出的问题。

5.2 试样类型

试样类型的采用取决于与预期的显著表面缺陷及其随时间演变有关的设计和维护理念。超出屈服强度的高局部应力外,缺口或预裂试样还有一个附加静应力分量使氢局部化。因此,氢的浓度是局部增加的。然而,缺口在深度、根部半径是各种各样的,在焊接的情况下,根部相对于热影响区(HAZ)的位置也是不定的。关于这种测试的研究还不够充分,也没有任何指南。关于缺口细节,目前没有氢脆测试国家标准,也没有可用的指南。缺口明显会增加失效的可能性。预制裂纹试样可用于分级,但通常还是用于获得临界应力强度因子和裂纹扩展数据。

5.3 试验时间

5.3.1 测试持续时间宜基于4.2中的原则和考虑因素,但为确保有充分的吸氢,需要进行适当的预充氢。在某些情况下,如阴极极化,利用含有效扩散系数的菲克第二定律,可以相对直接地获取氢浓度随时间的近似变化。图1展示了阴极充氢过程中典型的慢应变速率拉伸圆柱形试样中氢浓度随时间的变化。其中, a 为圆柱半径, r 为至表面的距离, C 为 r 处的平均氢浓度, C_0^s 为表面氢浓度, τ 是无量纲时间($t \cdot D_{\text{eff}}/a^2$), D_{eff} 是有效扩散系数, t 为时间。



标引符号说明:

Y —— C/C_0^s ;

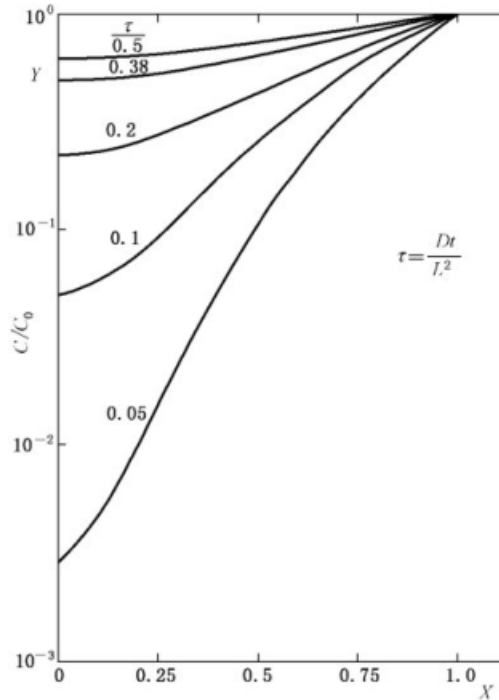
X —— r/a 。

图1 基于菲克定律的实心圆柱试样中氢在归一化深度下的分布

这些曲线显示了归一化时间 $\tau(t \cdot D_{\text{eff}}/a^2)$, 其中 a 是圆柱半径)的不同值。

测试持续时间或预充氢时间可能是为了达到稳态氢浓度,但由于在这些类型的测试中裂纹通常从表面开始,裂纹失稳扩展的临界缺陷尺寸可能较小,在 r/a 为 0.2 时,可选择与表面某一距离(如 80%)接近的值。后者有一个判断因素代表了保守和实际测试时间之间的平衡。图2展示了基于菲克定律的板状试样中的浓度分布。在忽略裂纹的情况下,这些曲线可用作评估紧凑拉伸试样的全厚度充氢程度

的基础。这可以用来指导预充氢。



标引符号说明：

Y —— C/C_0 ；

X —— x/L ；

D —— 扩散系数(本文中指有效扩散系数)；

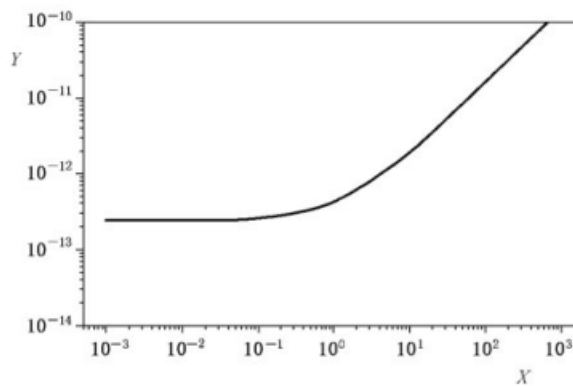
L —— 试样的一半厚度；

t —— 时间。

注：试样的厚度中心在 $X=0$ 的位置。

图2 在 $X=1.0$ 位置处,氢主要来自外表面的板状试样中的归一化氢浓度分布,可用于紧凑拉伸试样

5.3.2 氢在金属中的有效扩散系数是吸氢的函数,如图3所示,由于氢陷阱占据率不同,因此也与暴露条件有关。测量宜在与实际相近的暴露条件和温度下进行,而不能随意从文献中摘录。ISO 17081 给出了测量指南。



标引符号说明：

Y —— $D_{\text{eff}}/\text{m}^2\text{s}^{-1}$ ；

X —— $C_0/(10^{-3}\text{ mg/L})$ 。

图3 23 °C下 super 13Cr 不锈钢的 D_{eff} 计算值随亚表面氢浓度 C_0 的变化曲线

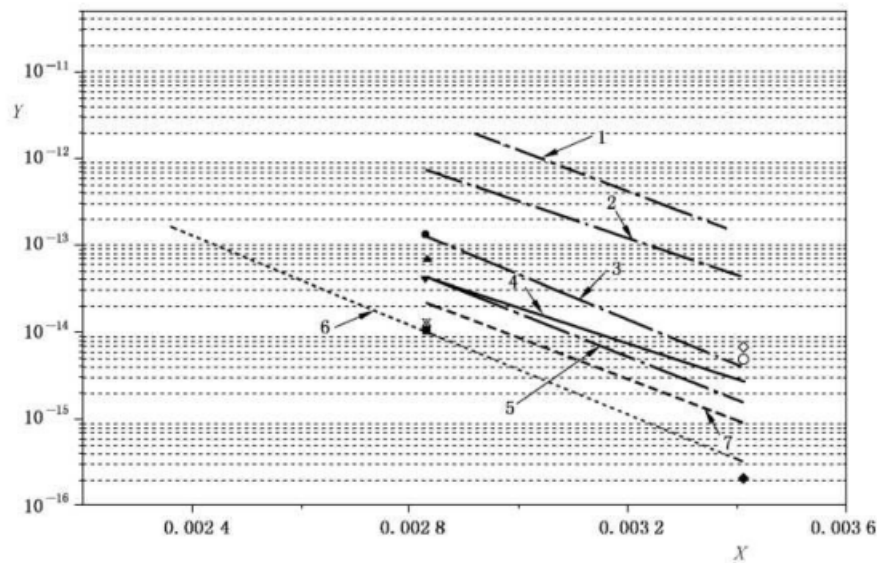
5.3.3 表 1 给出了在室温下一些低合金钢在阴极保护条件下的氢扩散系数。

表 1 室温下低合金钢阴极保护条件下的氢扩散系数

材料	$D_{eff}/(m^2 \cdot s^{-1})$
纯铁	7.2×10^{-9}
BS 4360 50D (S355J2G3, 1.0577)	1.7×10^{-10}
AISI 4340 (1.6565)	1.7×10^{-11}
3.5% Ni-Cr-Mo-V	5.3×10^{-12}

对于 25 mm 厚的预制裂纹试样,低扩散系数合金,例如 3.5% Ni-Cr-Mo-V 钢,其稳态充氢时间可达近 1 年。因此,预先暴露是恰当的。在保证平面应变条件下,为了减少测试时间,可使用相对较薄的试样进行测试。例如,使用“半厚度”双悬臂梁(DCB)试样测试用于酸性油和气的碳钢。

5.3.4 有关合金的扩散系数数据宜参考文献。对于某些在阴极保护下的耐蚀合金,图 4 给出了典型数值。活化能不是固有的,其数值受暴露条件影响,所以这些数据只能作为一个粗略的指导。如果在局部产生氢,这些数据可能不那么相关,比如有在高温下大量吸氢但系统随后被冷却的情况。此外,建议预充氢后测试,以验证是否为局部吸氢。



标引序号和符号说明:

Y — $D_{eff}/m^2 s^{-1}$;

X — $1/T, in K^{-1}$;

1 — super 13 Cr;

2 — Ni;

3 — alloy G;

4 — 22Cr;

5 — C-276;

6 — AISI300;

7 — 25Cr;

■ — 245SMO;

◆ — 82T SS;

● — alloy 600;

○ — alloy 600;

▲ — alloy 750 SA;

△ — alloy 750 DirA;

◇ — alloy 750 SA;

▼ — alloy 718 SA;

▽ — alloy 718 DirA.

图 4 阴极保护下各种耐蚀合金有效扩散系数的温度相关性,用于说明不同合金类型的有效扩散系数范围

5.3.5 在实测材料中计算吸氢量,可能要考虑非均匀充氢。例如,在酸性环境中低合金和碳钢管道内部会发生氢致开裂,通常发生在 MnS 夹杂中心偏析区域,现代炼钢逐渐在消除偏析。在测试这类管道材料时,宜考虑到需要达到的稳态充氢条件,并且管道内外表面的充氢条件应反映使用条件。后者强调的是,输送含硫原油或天然气的管道外表面可能受到阴极保护或者可能有腐蚀产物。两者均会影响氢浓度梯度,可能需要在测试中进行模拟。

5.3.6 例如,在电镀或焊接后暴露在良性环境的试样,氢可以长期迁移到局部残余应力高的位置。当焊接与暴露于外部氢源的情况相结合时,确定适当的测试时间就更为困难。最好的办法是根据预期的扩散系数进行计算,并检查测试时间(或预加载保持时间)对敏感性的影响。

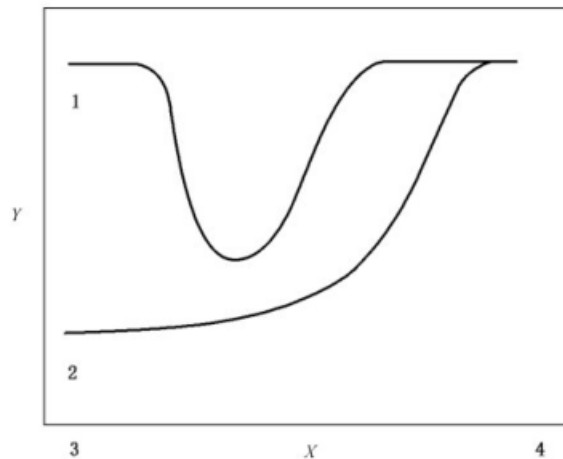
5.4 加载方式

5.4.1 概述

载荷宜反映使用中可能的条件,但还宜考虑到可能的扰动。在氢脆测试中,动态塑性应变通常作为一种严苛的分级测试而应用,但很容易忽略的是,这种动态应变可能在服役过程中产生,至少是暂时的,其来源也是多种多样的,包括压力容器的热瞬态、管道受土壤或海床移动的影响等。循环载荷通常更为明显,并且在 ISO 11782-1 和 ISO 11782-2 中得到了有效的处理。实验室测试中的问题是如何适应在使用中可能遇到的通常定义不明确的动态应变。因为脆化的敏感性可能因加载方式不同而不同,在适当的情况下可能需要特别注意多向载荷的情况。

5.4.2 普通试样(包括焊缝)

5.4.2.1 测试宜参照 ISO 7539-7 或 NACE/TM 0198,并以渐增位移形式(或某些情况下渐增载荷形式)进行。如图 5 所示,尽管开裂对体系敏感,但应变速率仍是十分关键的参量。



标引序号和符合说明:

Y——断面收缩率(%)；

X——应变速率；

1——例 1；

2——例 2；

3——低应变速率；

4——高应变速率。

图 5 普通试样测试结果与应变速率的相关性示意图
(例 1 与应力腐蚀环境更相关,例 2 与充氢环境更相关)

在图 5 中,应变速率的影响取决于材料和暴露条件。例 1 是典型的应力腐蚀开裂,但同时显示氢脆也是失效机制的情况,即腐蚀在产生氢的过程中起着关键作用。例 2 可能与阴极保护系统更相关,尽管尚不清楚当应变速率更低时曲线是否会出现一定的升高。

5.4.2.2 在较低的应变速率下,测试时间较长。当大量吸氢发生时,随着测试时间的增长,充氢时间增加,这是一个潜在重要影响因素。因此,有必要区分暴露时间和应变速率的影响。在区分这些影响时,宜考虑用预先暴露的试样进行试验。

5.4.2.3 用 ISO 7539-7 给出的普通试样或者缺口试样进行测试时,通常使用 10^{-6} s^{-1} 的应变速率来评估材料的相对敏感性或比较环境的相对侵蚀性。虽然没有普遍认可的标准,但如果试样在接近屈服时断裂,则该材料将被视为敏感的。

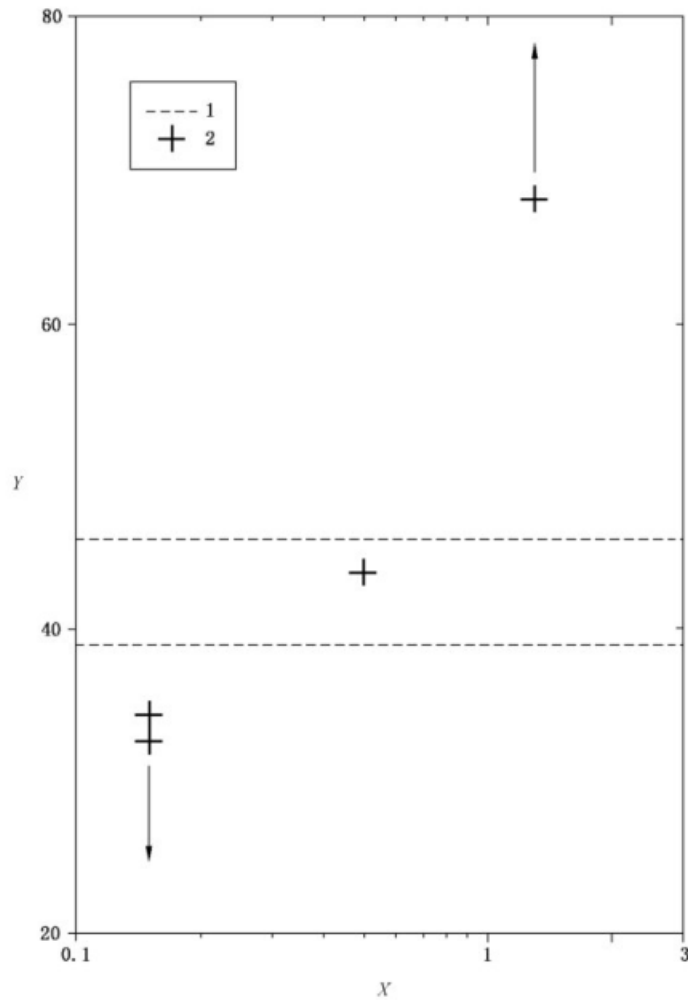
5.4.2.4 在许多情况下,试样断裂时的相对应变可能非常大,并且超过在服役中可能经历的应变。在存在预期风险的情况下,谨慎的做法是在更低的应变速率下进行测试。对于阴极保护条件下的耐蚀合金,宜考虑 10^{-8} s^{-1} 下进行试验。为加速试验进程,可在弹性区采用相对高的应变速率 10^{-6} s^{-1} ,然后在接近屈服时切换到更低的应变速率。通常为 30 d 的试验将导致超过 2% 的塑性应变,这可以视为允许的暂态服役应变上限。如果没有断裂,则宜对试样进行金相观察检测是否有显微裂纹。

5.4.2.5 在评估慢应变速率数据对服役的重要性时,系统的服役经历是较为重要的。如果材料在使用过程中的位移速率(和总应变值)导致了塑性应变,但没有萌生裂纹,则可能出现加工硬化。相应地,如果材料随后经历非常慢的位移速率,导致塑性变形的应力可能更大,则该材料将更抗裂纹萌生。

5.4.3 断裂力学试样

5.4.3.1 大多数试验是基于 I 型裂纹模式的,但宜认识到,脆化对加载模式很敏感,II 和 III 型裂纹模式下的剪切分量可能导致不同的结果。用断裂力学试样测试 K_{ISCC} 或 K_{IH} (I 型裂纹模式)时,其中 K_{ISCC} 是应力腐蚀开裂的临界应力强度因子, K_{IH} 是氢致应力开裂的临界应力强度因子,其通常随着裂纹口张开位移速率的减小而减小,并趋于一个应变速率不敏感值。在铝合金中已观察到这种现象,但没有足够的测试数据用于概括。

图 6 展示了 AISI 4340 钢在海水中腐蚀的位移速率敏感性。对于该系统,氢的来源极有可能在裂纹尖端,所以不能用增加的测试时间来解释在最低应变速率下的阈值较低。如果对同一种钢进行阴极保护试验,氢的主要来源可能在裂纹外表面,应变速率和暴露时间都较为重要。预充氢将具有针对性。



标引符号说明:

Y —— K_{ISCC} , 单位为兆帕二分之一一次方米 ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$);

X —— 裂纹口的位移速率, 单位为微米每小时 ($\mu\text{m}/\text{h}$);

—— 恒载荷试验;

+ —— 渐增位移测试。

注: 试验参照 ISO 7539-9。

图 6 20 °C ASTM 海水中 AISI 4340 钢的 K_{ISCC} 随加载线位移速率的变化

5.4.3.2 采用预制裂纹试样在渐增位移或载荷条件下进行测试并不少见,但由于需要使用更复杂的试样和仪器,因此成本更高。该试验宜选取在服役中预计存在重大缺陷的地方,并在一系列的裂纹口张开位移速率下进行,以获得最小的 K_{ISCC} (K_{IH})。阶梯渐增载荷试验是一个有用的初步测试,可以给出阈值的近似值。这给出了缓慢增加位移或增加载荷试验开始时初始 K 值的指导。

在这些测试中,需要确定 K_{ISCC} 可接受值。与缺口试样相同,焊缝试样中预制裂纹的位置可能非常关键,并且可能需要系统地进行检查。

5.4.3.3 值得注意的是, K_{ISCC} (K_{IH}) 的测定可以用 DCB 或楔形张开式加载 (WOL) 试样这种 K 值减小的试样进行。在这里,裂纹尖端存在与裂纹扩展过程本身相关的固有动态塑性应变。当然,这是不可控的,不能反映服役中的暂态加载问题。

5.4.3.4 当所施加的应力相对于材料的屈服强度较高,且塑性应变超过线性弹性断裂力学的假设时,基于线性弹性断裂力学 (LEFM) 概念的分析是不适用的。作为近似方法,可以使用 K_{QSCC} (当未完全满足

平面应变条件时临界应力强度因子的暂定值,当完全满足平面应变条件的有效性准则时,该值等于 K_{ISCC} (见 ISO 7539-6 和 ISO 7539-9)。然而,这要求测试条件与服役状况相当,如试样厚度。更合适的处理方式是采用弹塑性断裂力学参数,如裂纹尖端张开位移 CTOD(如直接测量 δ_5 的形式,见 BS 7448-1), J 积分或裂纹尖端张开角度(ψ),以及裂纹萌生时的 CTOD 和/或 J 积分的临界值。这些参数通常用于表征材料在空气或惰性环境下的断裂行为,并且代替应力强度因子 K_I 使用。裂纹扩展速率 Δa 可作为 δ_5 或 J 的函数。采用 δ_5 的一个优势是其适用于 LEFM,并且可以通过实验室样品直接测量,对不可用 K 值法的构件也可以进行评估。此外,在这种情况下,构件的厚度不产生影响。

5.5 预充氢及氢逸出

5.5.1 各种标准涵盖了环境控制的一般性内容。与氢脆有关的一个独特方面是进行预充氢的程度以及预充氢期间和之后的保持状态。预充的时间宜根据合金中氢的演变与开裂位置的关系来评估(见 5.3)。

5.5.2 预充氢仅宜在试样将要暴露的试验条件下进行。预充氢是在无载荷的情况下进行,通常多个试样在一个电解池中同时进行。在大多数情况下,采用阴极极化的方式,但也可以在暴露于氢气或自腐蚀条件下进行。预充氢后的关键阶段是移出试样并在测试环境中进行加载。在某些低合金碳钢中,扩散引起的氢逸出很快。如果测试是在相同的测试环境中进行的,那么这种损失将很快恢复,不会成为问题。

5.5.3 如果热充氢之后在空气中测试,氢的逸出可能就很明显。这种氢逸出对各种合金制成的断裂力学试件都是如此。由于氢浓度梯度较大,同时重要区域的尺寸只有几 μm ,所以可能出现裂纹尖端的氢逸出。裂纹尖端应变破坏表面膜(包括镀镉膜),使得氢更容易逸出并复合成氢分子。氢的逸出在整个测试过程中是连续的。这会导致结果具有误导性。

5.5.4 在对应于服役中最高温度中的高温预暴露,在低温下的力学测试(充分快速冷却),适用于一些残留氢无法从材料中快速排出的情况。

5.6 焊缝试验

5.6.1 焊缝抗氢脆试验在氢吸收、试样类型和残余应力方面提出了具体的挑战。

5.6.2 如果存在诸如微裂纹之类的亚表面缺陷,那么在表面生成的氢可能需要一些时间才能传输到缺陷处。对于一些氢扩散系数非常低的耐蚀合金,如双相不锈钢,这可能需要数年的时间。由于氢在焊缝金属、热影响区和母材中的扩散系数和溶解度不同,测试时间也难以预计。时间很长的测试是不现实的,只能通过识别缺陷及位置来避免,因此可以制造带有近表面缺陷的试样。但这并不容易,因为这意味着在测试之前对每个焊缝进行非破坏性评估是不太可能的。热预充氢是无用的,因为吸氢无法代表服役环境。因此,在某些焊接耐蚀合金的性能表征中可能存在局限性。

5.6.3 试样

5.6.3.1 在选择使用普通试样(即完全机加工),还是使用相关表面处于焊接状态的试样,或者采用缺口试样或预制裂纹试样的问题上,目前还没有共识。

5.6.3.2 普通的完全机加工的焊接试样可以用于性能的比较,这里的关键因素是重现性。这不是一种令人满意的合格性测试。在测试前宜进行详细的硬度和组织表征,以评估变化的程度,用于对试样的制备提供指导,并确定任何可能对测试结果产生影响的因素。残余应力也可能随试样厚度而变化。因此,宜以一致的方式从来源材料(例如管道)中取样。表面宜按照与相关方商定的方式处理,以达到重复性良好的表面粗糙度,通常 $R_a \leq 0.25 \mu\text{m}$ 。加工试样时,应保持合适的加工速度,以避免表面过热和不必要的冷加工。如果使用润滑剂,会影响试样的表面化学性质。宜使用合适的溶剂清洗试样表面以去除润滑剂,并在冷空气中干燥。

5.6.3.3 当用一个处于焊接状态的表面进行测试时,仅从一侧进行加工通常会导致焊缝两侧的厚度发

生变化,宜当记录这种变化的程度。这种厚度变化将导致试样的非均匀应变。这种测试的优点是它保留了表面的特性,即氧化物性质以及从焊缝到母材的过渡或小缺陷相关的应力集中因素。表面建议用合适的溶剂清洗,但宜反映使用条件。这种测试通常用于四点弯曲、C形环或平板拉伸试样。平板拉伸试样特别适用于慢应变速率试验,在定义应力和应变时,给出结果前宜着重考虑试样的厚度变化。

5.6.3.4 部分人支持使用待缺口的普通焊接试样,因为它会产生可控缺陷。然而,缺口深度或根部半径没有标准化。此外,宜考虑缺口尖端的位置。就微观结构而言,该缺口位于最敏感的区域;否则,可能会出现误导性结果。这可能只能通过在不同位置对缺口尖端进行系统测试来确定。

5.6.3.5 采用断裂力学方法(见 5.4.3)与缺口试样的理由一致,同时还具有清晰的分析流程。其问题就像焊缝一样,主要是裂纹的位置。还有一个经常被忽略的因素,即裂纹深度与材料硬度和残余应力的变化有关。

6 试验后评估

在相关文件中详细介绍了不同类型试验后评估的通用程序。氢的独特之处在于试验结束后,即使试样从测试环境中移出后,氢仍留在试样中。如果试样处于载荷状态(如 DCB 试样),裂纹可能继续生长。

在 GB/T 4157 中,DCB 测试在规定的时间内进行。然后将试样从溶液中取出,在一段时间内可以不卸载。此时残留的氢,可能导致裂纹进一步扩展,这需要与试样在溶液中的裂纹扩展区分开来。拉伸试样至断裂时,保持足够的加载速率以确保氢致开裂不会发生。

在其他实验中,DCB 测试可持续进行到裂纹扩展速率减低到阈值以下。经验表明,当高温下测试达到阈值条件时,温度恢复到常温后的一段时间内,裂纹可能加速扩展。因此,在相应的温度下,宜尽快将试样从溶液中移出,冲洗干净后标记该温度下裂纹前沿的位置。试样宜尽快卸载,然后快速拉伸至断裂。

同样,将暴露后拉伸或弯曲试样拉至失效时,应变速率应为 10^{-3} s^{-1} 的数量级,以确保不会进一步诱发与残余氢相关的氢致裂纹扩展。

检查失效件的断口形貌也很有意义,因为在焊接方面,其可以指示出一些亚表面缺陷,并可在对比服役过程中其他失效时提供参考作用。

参 考 文 献

- [1] ISO 3690 Welding and allied processes—Determination of hydrogen content in arc weld metal
- [2] ISO 7539-6 Corrosion of metals and alloys—Stress corrosion testing—Part 6: Preparation and use of precracked specimens for tests under constant load or constant displacement
- [3] ISO 7539-9 Corrosion of metals and alloys—Stress corrosion testing—Part 9: Preparation and use of pre-cracked specimens for tests under rising load or rising displacement
- [4] ISO 11782-1 Corrosion of metals and alloys—Corrosion fatigue testing—Part 1: Cycles to failure testing
- [5] ISO 11782-2 Corrosion of metals and alloys—Corrosion fatigue testing—Part 2: Crack propagation testing using precracked specimens
- [6] ISO/TC 2 Fasteners
- [7] ISO/TC 2/SC 1 Mechanical properties of fasteners
- [8] ISO 15330 Fasteners—Preloading test for the detection of hydrogen embrittlement—Parallel bearing surface method
- [9] ISO/TC 26 Copper and copper alloys
- [10] ISO 2626 Copper—Hydrogen embrittlement test
- [11] ISO/TC 44 Welding and allied processes
- [12] ISO/TC 44/SC 10 Unification of requirements in the field of metal welding
- [13] ISO/TS 17844 Welding—Collection of methods for avoidance of hydrogen cracking
- [14] ISO/TC 58 Gas cylinders
- [15] ISO 11114-4 Transportable gas cylinders—Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents—Part 4: Test methods for selecting metallic materials resistant to hydrogen embrittlement
- [16] ISO/TC 107 Metallic and other inorganic coatings
- [17] ISO/TC 107/SC 2 Test Methods
- [18] ISO 10587 Metallic and other inorganic coatings—Test for residual embrittlement in both metallic-coated and uncoated externally-threaded articles and rods—Inclined wedge method
- [19] ISO 15724 Metallic and other inorganic coatings—Electrochemical measurement of diffusible hydrogen in steels—Barnacle electrode method
- [20] ISO/TC 107/SC 3 Electrodeposited coatings and related finishes
- [21] ISO 9587 Metallic and other inorganic coatings—Pretreatment of iron or steel to reduce the risk of hydrogen embrittlement
- [22] ISO 9588 Metallic and other inorganic coatings—Post-coating treatments of iron or steel to reduce the risk of hydrogen embrittlement
- [23] ISO 12683 Mechanically deposited coatings of zinc—Specification and test methods
- [24] NACE TM0284-96 Evaluation of Pipeline and Pressure Vessel Steels for Resistance to Hydrogen-Induced Cracking
- [25] NACE TM0177-96 Laboratory testing of metals for resistance to sulphide stress cracking and stress corrosion cracking in H₂S environment
- [26] NACE TM0198-2004 Slow Strain Rate Test Method for Screening Corrosion-Resistant Alloys (CRAs) for Stress Corrosion Cracking in Sour Oilfield Service

- [27] ASTM A1032-04 Standard test method for hydrogen embrittlement resistance for steel wire hard drawn used for prestressing concrete pipe
- [28] ASTM B577-93(2004) Standard test methods for detection of cuprous oxide (hydrogen embrittlement susceptibility) in copper
- [39] ASTM B839-04 Standard test method for residual embrittlement in metallic coated, externally threaded articles, fasteners and rod-inclined wedge method
- [30] ASTM F326-96(2006) Standard test method for electronic measurement for hydrogen embrittlement from cadmium-electroplating processes
- [31] ASTM F519-08 Standard test method for mechanical hydrogen embrittlement evaluation of plating/coating processes and service environments
- [32] ASTM F606-07 Standard test methods for determining the mechanical properties of externally and internally threaded fasteners, washers, direct tension indicators, and rivets
- [33] ASTM F1459-06 Standard test method for determination of the susceptibility of metallic materials to gaseous hydrogen embrittlement
- [34] ASTM F1624-06 Standard test method for measurement of hydrogen embrittlement threshold in steel by the incremental step loading technique
- [35] ASTM F2078-08a Standard terminology relating to hydrogen embrittlement testing
- [36] ASTM G142-98(2004) Standard test method for determination of susceptibility of metals to embrittlement in hydrogen containing environments at high pressure, high temperature, or both
- [37] ASTM G146-01(2007) Standard practice for evaluation of disbanding of bimetallic stainless alloy/steel plate for use in high-pressure, high-temperature refinery hydrogen service
- [38] BS 7448-1 Fracture mechanics toughness tests, Method for determination of K_{Ic} , critical CTOD and critical J values of metallic materials
- [39] Hydrogen Diffusion in Corrosion Resistant Alloys, Paper 04469, NACE International, Alan Turnbull and Gareth Hinds, CORROSION 2004, March 28-April 1, 2004, New Orleans, La
- [40] GB/T 4157—2017 金属在硫化氢环境中抗硫化物应力开裂和应力腐蚀开裂的实验室试验方法
-