

中华人民共和国国家标准

钢的抗氧化性能测定方法

GB/T 13303—91

Steels—Determination
method of oxidation resistance

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用减重法或增重法测定钢及合金在高温下气体介质中抗氧化性能试验的设备、试样、试验过程及抗氧化性能的评定。

本标准适用于钢及合金在高温下气体介质中抗氧化性能的测定。在高温下其他腐蚀性气体介质中抗蚀性能的测定亦可参照使用。

2 试验设备

2.1 抗氧化试验用的高温炉应符合以下要求：

2.1.1 炉子试验区域内各点温度应均匀，与规定温度的偏差不得超过 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

2.1.2 高温炉使用的温度调节装置及测温仪表应精确。其测温精确度为 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

2.1.3 试样在空气介质中进行试验时，炉门上应设有专门的小孔，以便空气自由进入。在特殊气体介质中试验时，应保证通往各试样气体的速度不变。

2.2 称量试样用的天平其精度在 0.0001g 以上。

2.3 根据试验温度的不同，应分别采用高质量且具有足够容积的瓷坩埚、高铝坩埚、石英坩埚或铂金坩埚，以便试样完全装入而防止在试验过程中腐蚀产物落于坩埚外面。

2.4 试样的放置与保温时间的确定

2.4.1 试样放置在坩埚内应尽量少接触坩埚壁，避免面接触。试验时将坩埚放于耐火砖上准备装炉。各坩埚间应根据炉膛的大小相隔一定的距离，以保证有均匀和足够的气流通过试样各面。

2.4.2 炉温升至预定温度后，即进行装炉，当炉温再次达到预定温度后即开始计算保温时间。

2.5 为了保证试验数据准确，坩埚必须在高于试验温度 50°C 的温度下焙烧以去除其中的水分及杂质。焙烧步骤规定如下：

2.5.1 坩埚用水洗净并用无水乙醇洗涤去除油污。此后即禁止直接用手触摸。

2.5.2 洗净的坩埚用墨水或铁钉等编号后放入 $150\sim 200^{\circ}\text{C}$ 的烘干箱内除去水分，然后放在干燥器中冷却备用。

2.5.3 准备好的坩埚随炉升温至所需的温度，保温 $5\sim 8\text{h}$ ，立即取出放在干燥器内，待冷至室温后称重。

2.5.4 称重后的坩埚在同一温度下进行第2次焙烧。保温 $3\sim 4\text{h}$ 取出冷却称重。如此重复上述操作直至恒重为止(偏差不大于 0.0003g)，然后放入干燥器内以备使用。

注： 1200°C 以上延长焙烧时间不需提高温度。

3 试样

3.1 板状试样为长 60mm 、宽 30mm 的矩形试样。试样厚度，根据钢材厚度决定，不作具体规定。一般

国家技术监督局1991-12-13批准

1992-10-01实施

GB/T 13303—91

可为 2.5~5 mm。

如钢材尺寸不允许时,也可做成 30 mm×15 mm 或 30 mm×10 mm 的小型试样。

3.2 测定棒材或零件抗氧化性能时,试样亦可制成圆柱形,其尺寸如下:

φ10 mm×20 mm

φ15 mm×30 mm

φ25 mm×50 mm

3.3 试样应厚薄均匀、形状规矩,表面应磨光,表面粗糙度 R_a 为 0.8 μm,所有边棱都应打磨圆滑。

试样测量精度应为 0.02 mm,至少测量 3 点,并取其平均值。

3.4 试样于试验前用无水乙醇或乙醚去油后,即放入 150~200℃ 烘干箱内保温 1 h 以上,然后取出放入干燥器内冷却至室温后称重。

4 试验过程

4.1 应先根据有关技术条件或双方协议确定试验温度及保温时间。每批钢材,每一试验条件下的试样数量,至少为 3 个。

4.2 为了测定钢及合金的抗氧化速度稳定性,至少做五个试验点。建议对碳素钢及低合金钢,试验总持续时间应不小于 250 h,称重时间分别为 50、100、150、200 和 250 h;对中合金钢及高合金钢总持续时间不小于 500 h,称重时间分别为 100、200、300、400 和 500 h。在这段时间内,应定期取出试样,冷却至室温后称重。如有需要总持续时间也可增加到 1 000 h 或更多。

4.3 如有需要时,试验的总持续时间为 100 h。称重时间分别为 20、40、60、80 和 100 h。

注:试验中途发生故障致使温度发生变化时,此试验应作废。

5 钢及合金的抗氧化性能评定

5.1 根据氧化过程的稳定速度来测定钢及合金的抗氧化性能,测定方法有下列两种:

a. 减重法;

b. 增重法。

5.2 当用上述方法鉴定抗氧化性能时,采取最后 2 个时间间隔的试样的质量损失或增加。对于碳素钢或低合金钢是从 200~250 h,而对中合金钢及高合金钢则是从 400~500 h。

根据所得的差值来计算氧化速度($g/m^2 \cdot h$)。

注:若持续时间超过 1 000 h,可在平稳阶段任取一时间间隔的质量损失或增加计算氧化速度。

5.3 用减重法来确定抗氧化性能时,应从试样表面彻底清除所形成的腐蚀产物,清除腐蚀产物后应保证用肉眼或十倍放大镜检查不能发现腐蚀产物痕迹为止。将已清除腐蚀产物和冲洗后的试样在干燥器中放置 1 h,然后称重。清除腐蚀产物的方法可参照附录 B(参考件)。

5.4 按式(1)计算氧化速度:

$$K^- = \frac{m_0^- - m_1^-}{S_0 \cdot t} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: K^- —— 单位面积单位时间质量的变化, $g/m^2 \cdot h$;

m_0^- —— 试验前试样质量, g;

m_1^- —— 清除腐蚀产物后试样质量, g;

S_0 —— 试样原表面积, m^2 ;

t —— 时间, h。

5.5 用增重法来测定钢的抗氧化性能时,应注意当试样到达规定时间后即连同托板自炉内取出,及时用干燥过的盖复盖坩埚,待冷却至 100℃ 左右放入干燥器内,冷却至室温后将盖取掉,并将试样与坩埚一

GB/T 13303—91

起称重,称重时应注意所有腐蚀产物必须全部保留在试样上及坩埚内。

注:根据双方协议到达规定温度后,试样可随炉冷至一定温度再出炉冷却称重。

5.6 根据5.2测定氧化速度时按式(2)计算:

$$K^+ = \frac{m_1^+ - m_0^+}{S_0 \cdot t} \dots\dots\dots(2)$$

式中: K^+ —— 单位面积单位时间质量的变化, $\text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{h}$;

m_1^+ —— 试验后试样和坩埚的质量, g ;

m_0^+ —— 试验前试样和坩埚的质量, g ;

S_0 —— 试样原表面积, m^2 ;

t —— 时间, h 。

5.7 除计算氧化速度外,应记录试样表面氧化的程度、腐蚀产物脱落情况、膜的特征。必要时可进行显微观察氧化的深度、内氧化及冷弯试验。

5.8 氧化速度($\text{g}/\text{m}^2 \cdot \text{h}$)是评定钢及合金抗氧化性的指标,也可按附录 A(补充件)换算成深度指标并加以评级。

GB/T 13303—91

附录 A
有关氧化评级的说明
(补充件)

A1 根据增重法来测定抗氧化性能时,只有准确地知道腐蚀产物化学成分的情况下,方可把质量指标 $\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$ 换算成深度指标 mm/a (毫米/年)。

A2 根据本标准第5.2条方法计算出的浸蚀速度的质量指标来确定氧化速度的深度指标。深度指标 R 以质量指标为依据按下公式 A1 计算:

$$R = 8.76 \frac{K}{\rho} \quad \dots\dots\dots(\text{A1})$$

式中: R ——氧化速度的深度指标, mm/a ;

K ——按稳定速度计算的质量损失或增加, $\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$;

ρ ——金属密度, g/cm^3 ;

8.76 ——常数,由 $\frac{24 \times 365}{1000}$ 而来。

试验结果按表 A1 评定钢及合金的抗氧化性级别:

表 A1

级 别	氧化速度, $\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$	抗氧化性分类
1	<0.1	完全抗氧化性
2	0.1~1.0	抗氧化性
3	1.0~3.0	次抗氧化性
4	3.0~10.0	弱抗氧化性
5	>10.0	不抗氧化性

注: 抗氧化性允许级别可在有关技术条件或双方协议中规定。

附录 B
清除腐蚀产物的方法
(参考件)

B1 清除碳素钢及低合金钢的腐蚀产物,建议用电化学法进行。即在掺有缓蚀剂(乌洛托品或其他)的 10% 的硫酸溶液中进行阴极处理。

试样作阴极,铅板作阳极,电流密度为 $10\sim 15 \text{ A}/\text{dm}^2$,在室温下进行。电解时间为 10 min 或更多一些,直至完全去掉腐蚀产物为止。

为确定是否完全去掉腐蚀产物,在电解过程中将试样从槽中取出,用水冲洗,并按 5.3 条规定进行检查。

B2 清除中合金钢和高合金钢的腐蚀产物,建议用电化学法在熔化的混合物中进行。混合物的成分为:无水碳酸钠 ~60% 及氢氧化钠 ~40%。

GB/T 13303—91

把两种组合物仔细地磨细、搅拌均匀,然后放在450~500℃的金属槽中熔化。试样作阴极,钢板作阳极,电流密度为25~50 A/dm²,去掉腐蚀产物的时间为1~5 min。

B3 根据 B1和 B2去掉腐蚀产物后,试样在流水中用硬刷仔细刷洗,并用滤纸拭净,然后用无水乙醇冲洗并使其干燥。

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院和抚顺钢厂负责起草。

本标准主要起草人韩桂春、刘长秋。

自本标准实施之日起,原中华人民共和国冶金工业部发布的标准 YB 48—64《钢的抗氧化性能试验法》作废。

本标准水平等级标记 GB/T 13303—91 I