
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
(проект,
первая редакция)

**МЕТАЛЛОПРОДУКЦИЯ ИЗ НЕЛЕГИРОВАННЫХ И
ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ**
Методика определения коррозионной стойкости

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению
до утверждения*

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом 375 «Металлопродукция из черных металлов и сплавов»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 202 №

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 В настоящем стандарте использован Патент Российской Федерации N 2554659 на изобретение "Способ оценки коррозионной стойкости углеродистых и низколегированных трубных сталей и труб, изготовленных из них". Патентообладатели: Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина») и Акционерное Общество «Выксунский металлургический завод» (АО «ВМЗ»)

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона "О стандартизации в Российской Федерации". Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в годовом (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе "Национальные стандарты", а официальный текст изменений и поправок - в ежемесячно издаваемом информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет (www.gost.ru).

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕТАЛЛОПРОДУКЦИЯ ИЗ НЕЛЕГИРОВАННЫХ И ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ

Методика определения коррозионной стойкости

Metal products from unalloyed and alloy steels. Test method for determination
of corrosion resistance

Дата введения –

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику определения коррозионной стойкости нелегированных и легированных сталей электрохимическим методом в хлоридсодержащих водных средах.

Методика может быть использована при аттестационных испытаниях, при выходном контроле металлопродукции на металлургических предприятиях или входном контроле у потребителя, а также в научно-исследовательских целях.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 166 Штангенциркули. Технические условия

Проект, первая редакция

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2789 Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики

ГОСТ 4209 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 5272–68 Коррозия металлов. Термины

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 19300 Средства измерений шероховатости поверхности профильным методом. Профилографы-профилометры контактные. Типы и основные параметры

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 8.568 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ Р ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил и/или классификаторов) в информационной системе общего пользования - на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта (документа) с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта (документа) с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт (документ) отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

коррозионная стойкость: Способность металла сопротивляться коррозионному воздействию среды.

[ГОСТ 5272–68, статья 8]

3.2 потенциостатическая выдержка: Выдержка образца стали в коррозионной среде при постоянном значении потенциала.

3.3 потенциал выдержки: Потенциал, подаваемый на испытуемый образец стали.

3.4 рабочая поверхность образца: Площадь образца, подвергаемая испытанию.

3.5 сила тока насыщения: Значение силы тока в системе при потенциостатической выдержке, не изменяющееся или мало изменяющееся с течением времени.

3.6 плотность тока насыщения: Сила тока насыщения, отнесенная к единице площади рабочей поверхности образца.

3.7 рабочий электрод: Исследуемый образец.

3.8 вспомогательный электрод: Электрод, образующий с рабочим электродом цепь протекания тока в системе.

3.9 электрод сравнения: Электрод, относительно которого задается потенциал на поверхности рабочего электрода.

3.10 потенциостат: Прибор, поддерживающий на поверхности рабочего образца заданное значение потенциала и измеряющий силу тока.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

- потенциостат, обеспечивающий поддержание потенциала минус 300 мВ и

ГОСТ Р
(проект, первая редакция)

измерение силы тока в диапазоне от минус 500 мА до плюс 500 мА с относительной погрешностью не более $\pm 1\%$;

- ячейка стеклянная трехэлектродная электрохимическая, вмещающая (100-300) см³ испытательного раствора или химический стакан того же объема;

- электрод сравнения – хлоридсеребряный или каломельный электрод сравнения;

- электрод вспомогательный – платиновый, графитовый, углеситалловый или стеклоуглеродный;

- весы лабораторные аналитические с наибольшим пределом взвешивания 210 г и допускаемой абсолютной погрешностью не более $\pm 0,001$ г, ГОСТ OIML R 76-1 или аналогичные;

- секундомер СОПр-2, цена деления 1 с;

- штангенциркуль ШЦ-1-100 мм, цена деления 0,02 мм, погрешность $\pm 0,02$ мм, по ГОСТ 166;

- профилометр контактный по ГОСТ 19300;

- термометр ртутный с диапазоном измерений от 0 до 50°C по ГОСТ 28498;

- термостат жидкостный с диапазоном температур от 0 до 100 °С и погрешностью поддержания температуры не более $\pm 0,5$ °С;

- колбы мерные лабораторные стеклянные 2-1000-2 по ГОСТ 1770;

- натрий хлористый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4233;

- магний хлористый, квалификации «х.ч.» по ГОСТ 4209;

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

- парафин для лабораторных целей;

- электрохимические маски для образцов, ограничивающие рабочую поверхность площадью 1 см² (факультативно).

Примечание – Допускается использование других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Средства измерений должны быть поверены, иметь техническую документацию, свидетельства о поверке по [1], а испытательное оборудование – аттестаты по ГОСТ Р 8.568.

5 Сущность метода

В основе методики определения коррозионной стойкости сталей лежит потенциостатический метод, при котором определяемым параметром является величина плотности тока, зависящая от интенсивности анодного растворения стали, протекающего на поверхности образца при его потенциостатической выдержке в коррозионной среде.

Методика позволяет уже на этапе производства металлопродукции оценивать уровень коррозионной стойкости изделия.

6 Метод измерений

6.1 Измерение коррозионной стойкости выполняют методикой, основанной на измерении плотности тока насыщения анодного растворения стали при потенциостатической выдержке образца в испытательной хлоридсодержащей водной среде, имитирующей пластовые воды нефтяных месторождений хлоридно-кальциевого типа, в которых отсутствуют сульфаты.

Плотность тока насыщения, установившаяся при потенциостатической выдержке образца в растворе электролита, зависит от интенсивности коррозионных процессов на его поверхности, что позволяет использовать данную величину как характеристику коррозионной стойкости.

Типичный график изменения плотности тока во времени при постоянном потенциале (E) равном минус 300 мВ (н.х.с.э.) приведен на рисунке 1.

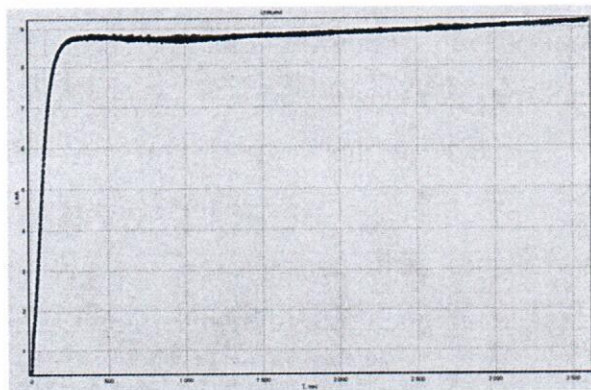


Рисунок 1 – График изменения плотности тока во времени (3600 с)
 $i = f(t)$ при потенциостатической выдержке равной минус 300 мВ (н.х.с.э.)

Сразу после включения потенциостатической поляризации рабочего электрода, ток в системе интенсивно растет, что связано с протеканием процессов растворения железа и других соединений на поверхности образца. Через некоторое время ток перестает возрастать с течением времени, или возрастает незначительно. Установившееся значение тока названо «током насыщения» и отражает состояние наибольшей интенсивности анодного растворения исследуемого образца в данных условиях. Указанная величина, отнесенная к площади рабочей поверхности образца, называется плотностью тока насыщения и является результатом проведения измерений и параметром оценки коррозионной стойкости образца.

6.2 Значение потенциала выдержки (E) принято равным минус 300 мВ (н.х.с.э.), поскольку при данном потенциале отчетливо проявляется влияние содержащихся в трубных сталях коррозионно-активных неметаллических включений (КАНВ), содержание которых (вкл/мм²), наряду с химическим составом и состоянием структуры, является одной из основных характеристик, определяющих коррозионную стойкость нелегированных и легированных сталей. Именно при использовании такого потенциала получена наилучшая корреляция значения плотности тока насыщения и скорости коррозии сталей в эксплуатационных условиях.

Продолжительность выдержки образца в испытательной коррозионной среде должна быть достаточной для достижения тока насыщения. Максимальное время выдержки образца составляет 3600 с. Время выдержки может быть уменьшено в случае, если достижение тока насыщения произойдет за меньшее время. Если в течение 1000 с плотность тока изменяется (по модулю) менее, чем на 0,10 мА/см², то максимальная плотность тока достигнута и измерения можно прекращать. При этом фиксируют последнее из измеренных значений.

Заключение о коррозионной стойкости исследуемой стали делают на основе сопоставления результата измерения плотности тока насыщения с пороговым значением плотности тока насыщения. Пороговое значение плотности тока насыщения составляет 6,5 мА/см². В случае, если результат измерения оказывается выше граничного значения, результат испытаний признают неудовлетворительным. Граничные значения плотности тока определены эмпирически в результате учета факторов, наиболее сильно влияющих на коррозионную стойкость нелегированных и легированных сталей.

6.3. При получении неудовлетворительных результатов испытаний допускается проведение повторных испытаний на удвоенном количестве образцов.

При отрицательных результатах повторных испытаний, всю партию (плавку) изделий бракуют.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений коррозионной стойкости соблюдают следующие требования.

7.1 При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.1.005.

7.2 Обучение работников правилам безопасности труда проводят согласно ГОСТ 12.0.004.

7.3 При выполнении измерений с использованием потенциостата соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7.4 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

8 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним образованием, владеющих техникой вольтамперометрического анализа.

9 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают условия, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование влияющей величины	Номинальное значение	Предельные отклонения
температура воздуха, °С	25	± 5
температура раствора, °С	22	± 0,5
относительная влажность воздуха при температуре 25 °С, не более, %	90	-

Окончание таблицы 1

Наименование влияющей величины	Номинальное значение	Предельные отклонения
атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.)	от 84,0 до 106,7 (от 630 до 500)	-
напряжение в сети, В	220	+ 22 - 33
частота переменного тока, Гц	50	± 1

10 Подготовка образцов для контроля

10.1 Вид образца для проведения измерений представлен в приложении А.

10.2 Образцы вырезают из проката или готовой трубы. Место отбора образцов определяется требованиями нормативных документов на соответствующий тип металлопродукции.

10.3 Поверхность образца готовят путем шлифования (ручного или автоматического) до значений шероховатости, указанных в таблице 2, при этом толщина удаляемого в процессе шлифования слоя металла со стороны рабочей поверхности не должна превышать 0,5 мм.

Таблица 2 – Значение шероховатости поверхности образцов по ГОСТ 2789 при проведении электрохимических измерений

Способ измерения	Шероховатость поверхности Ra, мкм
Перпендикулярно линиям неровностей поверхности после шлифования	0,040-0,070

Участок образца, взаимодействующий непосредственно с коррозионной средой, называется рабочей поверхностью и формируется на стороне проката, соответствующей внутренней поверхности трубы в случае испытания проката, или на внутренней поверхности трубы - в случае испытания труб. Площадь рабочей поверхности образца должна составлять не менее 1,00 см².

10.4 Остальную поверхность образца изолируют с помощью жидкого парафина или другого диэлектрика, исключая контакт коррозионной среды с металлом. Расплавленный парафин (или его заменитель) наносят на образец с помощью кисти или любым другим способом. Для ограничения площади рабочей поверхности образца допускается также применять электрохимические маски.

Поверхность образца перед нанесением парафина обезжиривают этанолом или ацетоном.

П р и м е ч а н и е – Изолирование рабочей поверхности образца и крепление его держателем необходимо при использовании электрохимических ячеек типа ЯС-1 и лабораторных стаканов. При использовании ячеек других типов, в зависимости от конструктивных особенностей, изоляция образца может не требоваться.

10.5 После изоляции образца проводят измерение площади полученной рабочей поверхности с точностью до сотых долей см^2 (нет необходимости при применении электрохимических масок с фиксированной площадью рабочей поверхности).

Конечную форму и размеры образца определяют по типу используемой ячейки, при этом требование к минимальной площади рабочей поверхности образца выполняется в каждом случае.

11 Подготовка к выполнению измерений

11.1 Приготовление испытательного раствора

Для приготовления испытательного раствора взвешивают $(9,926 \pm 0,001)$ г хлорида натрия (NaCl) и $(3,416 \pm 0,001)$ г шестиводного хлорида магния ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Навески растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в герметично закрытой посуде. Срок хранения раствора – 30 суток.

11.2 Подготовка электрохимической установки

Перед проведением измерений собирают установку (см. приложение Б), состоящую из трехэлектродной электрохимической ячейки с комплектом электродов, образца, представляющего рабочий электрод, и потенциостата.

Подготовку потенциостата и его подключение к электрохимической ячейке проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

Подготовку используемой электрохимической ячейки, электрода сравнения и вспомогательного электрода проводят в соответствии с их эксплуатационной документацией.

Электрохимическую ячейку или химический стакан заполняют электролитом в количестве $(75 \pm 5) \text{ см}^3$, после чего устанавливают электрод сравнения и вспомогательный электрод (приложение Б, рисунок Б1 и Б2). Образец (рабочий электрод),

закрепленный в специальном держателе, погружают в электролит и устанавливают так, чтобы рабочая поверхность образца была обращена к электроду сравнения, а расстояние между ними составляло (27 ± 2) мм. К вспомогательному электроду образец должен быть обращен противоположной изолированной стороной. Расстояние между рабочим и вспомогательным электродом составляет от 3 до 5 мм. Электроды с помощью специальных проводов подключают к соответствующим разъемам потенциостата.

Потенциостат подключают к персональному компьютеру (ПК) с установленным программным обеспечением (поставляется в комплекте с потенциостатом).

12 Проведение измерений

Потенциостат включают в сеть и поляризуют рабочий электрод в потенциостатическом режиме при потенциале выдержки (E) равным минус 300 мВ (н.х.с.э.), фиксируя, при этом, величину протекающего в системе тока. Выдержку образца при заданном потенциале проводят в течение 3600 с или менее (см. пункт 6.2) до момента установления тока насыщения, значение которого фиксируют.

13 Обработка результатов измерений

13.1 Плотность тока насыщения образца j , мА/см², рассчитывают по формуле:

$$j = \frac{I}{S}, \quad (1)$$

где I – сила тока насыщения, мА;

S – площадь рабочей поверхности образца, см².

13.2 Выполнение измерений проводят на трех образцах в рамках одной партии (плавки) металлопродукции (труб, проката) и вычисляют плотность тока насыщения j по 13.1, получая соответственно значения (j_1, j_2, j_3) мА/см².

13.3 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов трех параллельных измерений, рассчитанное по формуле:

$$\bar{j} = \frac{j_1 + j_2 + j_3}{3} \quad (2)$$

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\bar{j} \pm \delta, \quad (3)$$

где \bar{j} – среднее арифметическое значение результатов n измерений, мА/см²;

$\pm \delta$ – стандартное отклонение, рассчитанное по формуле:

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum (j_i - \bar{j})^2}{2}} \quad (4)$$

14 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

14.1 Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики выполняют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (пункт 6.2.3). Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

14.2 Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

14.3 Рекомендуются устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

14.4 При систематических неудовлетворительных результатах контроля, выясняют причины этих отклонений, в том числе, проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Приложение А (обязательное)

Внешний вид образца для проведения электрохимических измерений

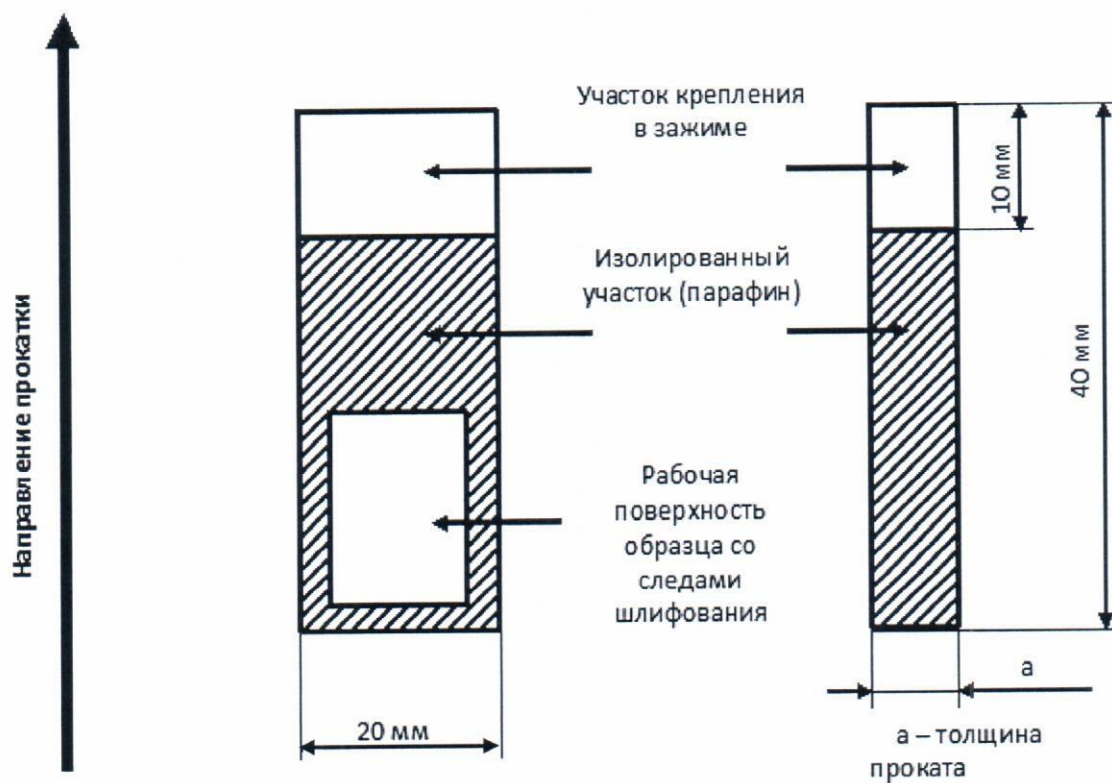


Рисунок А.1 – Внешний вид образца для проведения электрохимических испытаний

Образец для измерений готовят так, чтобы после установки в ячейку направление прокатки совпадало с длинной осью образца.

Приложение Б (справочное)

Примеры установки для проведения измерений

Б.1 Использование трехэлектродной электрохимической ячейки типа ЯС-1 представлено на рисунке Б.1.

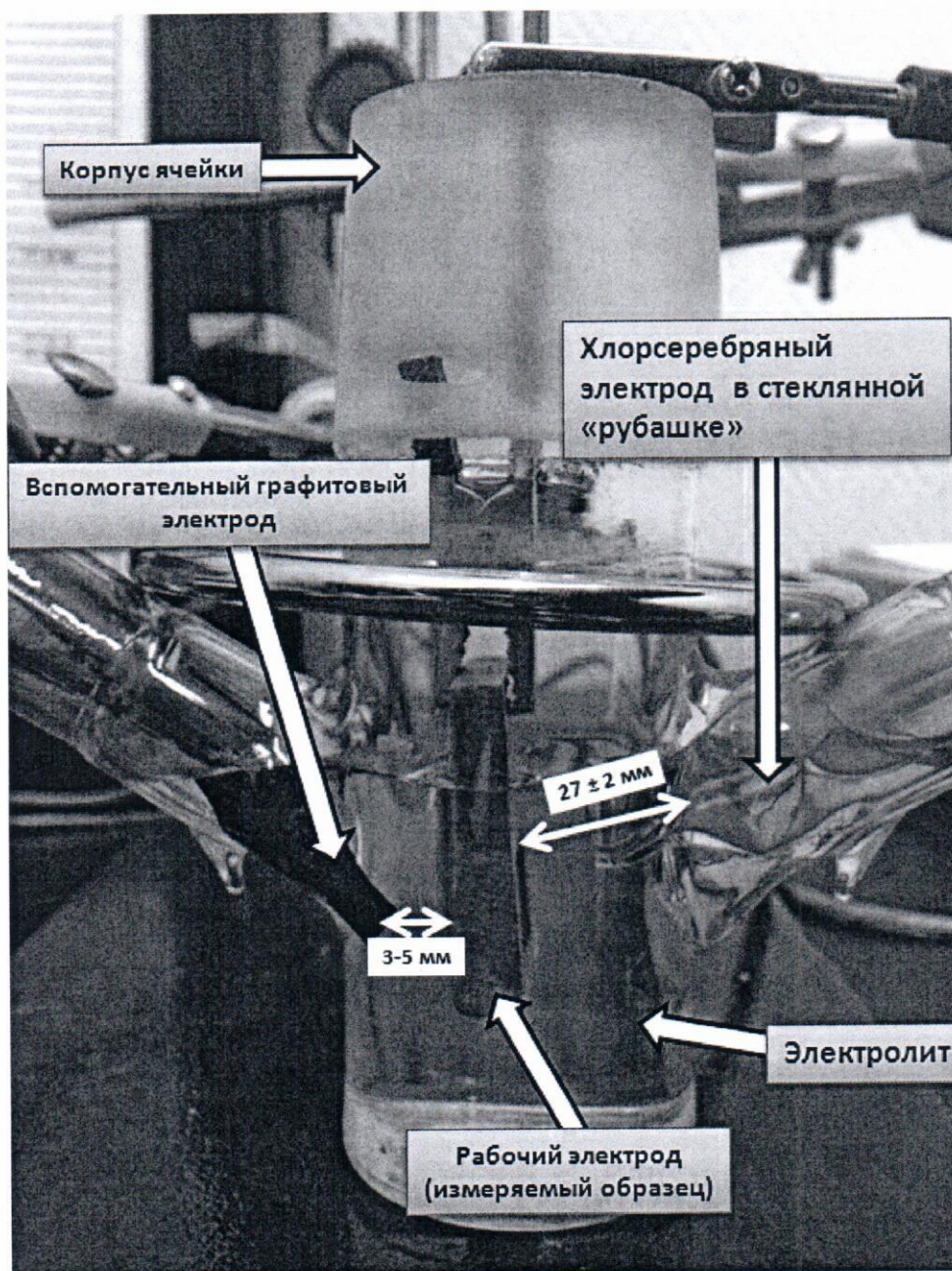


Рисунок Б.1 – Электрохимическая ячейка типа ЯС-1

Б.2 Использование в качестве электрохимической ячейки мерного стакана представлено на рисунке Б.2.

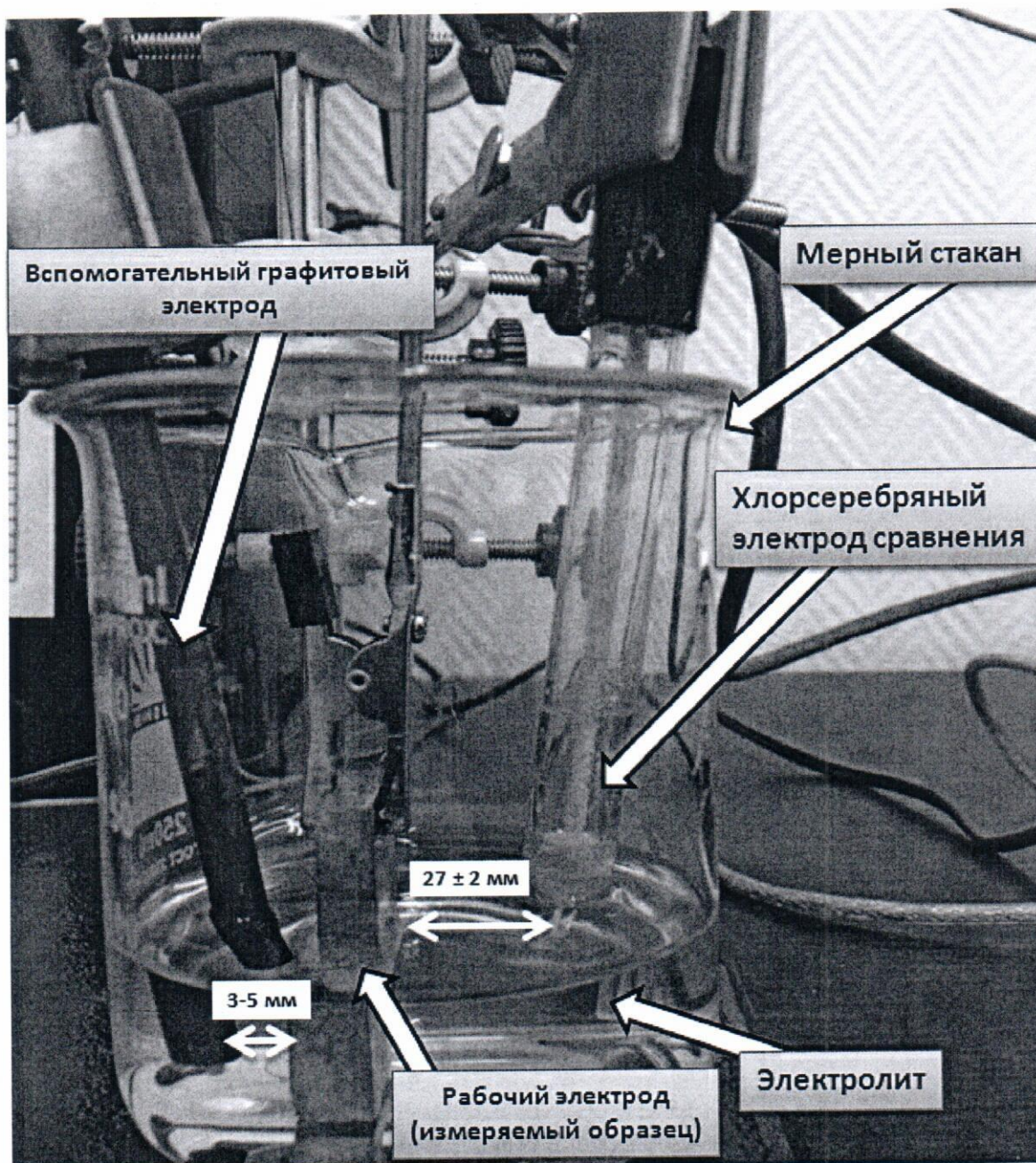


Рисунок Б.2 – Вид рабочей установки с использованием в качестве электрохимической ячейки мерного стакана

Библиография

- [1] Приказ Минпромторга РФ от 31 июля 2020 г. №2510 Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке

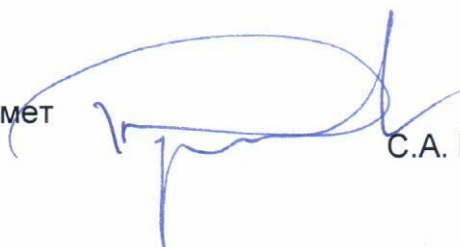
УДК 669.14-122:006.354

МКС 77.140.50

77.140.70

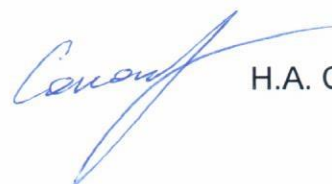
Ключевые слова: нелегированные и легированные стали, коррозионная стойкость, электрохимический метод, потенциал выдержки, плотность тока насыщения, рабочий электрод, потенциостат, требования безопасности и охраны окружающей среды

Директор ЦССМ ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет
им. И.П. Бардина»



С.А. Горшков

Зав. сектором нелегированных и легированных сталей ЦССМ
ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»



Н.А. Соколова

Старший научный сотрудник сектора нелегированных и легированных сталей ЦССМ
ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»



Л.С. Чуднова

Младший научный сотрудник сектора нелегированных и легированных сталей ЦССМ
ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»



Р.Н. Хадиева