

PRILOGA II

KOROZIJSKI PRESKUSI

1. PRESKUSI ZA UGOTAVLJANJE ODPORNOSTI NA INTERKRISTALNO KOROZIJO

V nadaljevanju opisana metoda obsega sočasno namakanje vzorcev, vzetih iz preskušanih izgotovljenih jeklenk, v dve korozivni raztopini, ugotavljanje morebitnih znakov interkristalne korozije po predpisanem času jedkanja ter ugotavljanje značilnosti in stopnje take korozije. Napredovanje interkristalne korozije ugotavljamo metalografsko na poliranih površinah prereza, prečno na jedkano površino.

1.1. ODVZEM PRESKUŠANCEV

Preskušance odvezamo iz vratu jeklenke, stene valjastega plašča in dna jeklenke (slika 1), tako da lahko preskuse z raztopino A, definirano v 1.3.2.1., ali raztopino B, definirano v 1.3.2.2., izvedemo na kovini iz treh delov jeklenke.

Vsak preskušanec mora imeti približno takšno obliko in velikosti, kakršne prikazuje slika 2.

Ploskve a1 a2 a3 a4, b1 b2 b3 b4, a1 a2 b2 b1, a4 a3 b3 b4 odrežemo s tračno žago in nato pazljivo zgladimo s fino pilo. Ploskvi a1 a4 b4 b1 in a2 a3 b3 b2, ki ustrezata notranji oziroma zunanji površini stene posode, pustimo v stanju, kot sta bili izdelani.

1.2. PRIPRAVA POVRŠINE PRED KOROZIVNIM JEDKANJEM

1.2.1. Potrebne snovi:

- HNO_3 za analize, gostota 1,33,
- HF za analize, gostota 1,14 (pri 40 %),
- deionizirana voda.

1.2.2. Postopek

V čaši pripravite naslednjo raztopino:

- HNO_3 : 63 cm^3 ,
- HF : 6 cm^3 ,
- H_2O : 929 cm^3

Segrejte raztopino na temperaturo 95°C .

Vsak preskušanec, obešen na aluminijasto žico, potopite v to raztopino za eno minuto.

Operite ga pod tekočo vodo, nato še v deionizirani vodi.

Preskušanec potopite v dušikovo kislino, definirano v 1.2.1., za eno minuto pri sobni temperaturi, da se odstranijo vse morebitne usedline bakra.

Sperite v deionizirani vodi.

Da preskušanci ne bi oksidirali, jih morate potopiti v njim namenjeno korodirno kopel (glej 1.3.1.) takoj, ko so pripravljeni.

1.3. IZVEDBA PRESKUSA

1.3.1. Uporabljena naj bo ena od naslednjih korozivnih raztopin, po presoji inšpekcijskega organa: eno sestavlja 57 g/l natrijevega klorida in 3 g/l vodikovega peroksida (raztopina A), drugo pa 30 g/l natrijevega klorida in 5 g/l klorovodikove kisline (raztopina B).

1.3.2. Priprava korozivnih raztopin

1.3.2.1. Raztopina A

1.3.2.1.1. Potrebne sestavine:

- NaCl v kristalni obliki, za analize,
- H₂O₂ od 100 do 110 volumskih enot - medicinski,
- KMnO₄ za analize,
- H₂SO₄ za analize, gostota 1,83,
- deionizirana voda.

1.3.2.1.2. Titracija vodikovega peroksida

Ker vodikov peroksid ni preveč stabilen, je treba pred vsako uporabo preveriti njegov titer. Zato: s pipeto odzemetite 10 cm³ vodikovega peroksida, ga razredčite na 1000 cm³ (v menzuri) v deionizirani vodi, tako da dobite raztopino vodikovega peroksida, ki jo bomo imenovali raztopina C.

S pipeto vnesite v erlenmajerico:

- 10 cm³ raztopine vodikovega peroksida C,
- približno 2 cm³ žveplene kisline gostote 1,83.

Za titracijo uporabite raztopino permanganata 1,859 g/l, ki je hkrati indikator.

1.3.2.1.3. Razlaga titracije

Reakcijo permanganata z vodikovim peroksidom v žveplnem mediju opisuje enačba:



kar pomeni ekvivalenco: 316 g KMnO₄ = 170 g H₂O₂.

Torej 1 g čistega vodikovega peroksida reagira s 1859 g permanganata; zato je uporabljena raztopina permanganata 1,859 g/l za nasičenje enake prostornine 1 g/l vodikovega peroksida. Ker je bil vodikov peroksid že na začetku 100-kratno razredčen, torej 10 cm³ preskusnega vzorca ustreza 0,1 cm³ izvirnega vodikovega peroksida.

Z množenjem števila kubičnih centimetrov permanganatove raztopine, uporabljene za titracijo, s faktorjem 10, dobimo titer T izvirnega vodikovega peroksida, v g/l.

1.3.2.1.4. Priprava raztopine

Postopek za pripravo 10 litrov:

Razredčite 570 g natrijevega klorida v deionizirani vodi do skupne prostornine približno 9 litrov. Dodajte spodaj izračunano količino vodikovega peroksida. Premešajte, nato dolijte deionizirano vodo do skupne prostornine 10 litrov.

Izračun prostornine vodikovega peroksida, ki ga je treba dodati v raztopino

Potrebna količina čistega vodikovega peroksida: 30 g.

Če vodikov peroksid vsebuje T gramov H₂O₂ na liter, je potrebna prostornina, izražena v kubičnih centimetrih:

$$\frac{1000 \cdot 30}{T}$$

T

1.3.2.2. Raztopina B

1.3.2.2.1. Potrebne sestavine:

- NaCl v kristalni obliki, za analize,
- HCl, čista in koncentrirana, 37 % HCl,
- deionizirana voda.

1.3.2.2.2. Priprava raztopine

Postopek za pripravo 10 litrov:

razredčite 300 g natrijevega klorida in 50 g HCl (50 g = 0,5 %) v 9 litrih deionizirane vode, dobro premešajte in dolijte deionizirano vodo do skupne prostornine 10 litrov.

1.3.3. Pogoji jedkanja

1.3.3.1. Jedkanje v raztopini A

Korozivno raztopino nalijte v kristalizirko (ali morda v veliko čašo), to pa postavite v vodno kopel. Vodno kopel mešate z magnetnim mešalnikom, njeno temperaturo pa vzdržujete s pomočjo kontaktnega termometra.

Preskušanece bodisi potopite v korozivno raztopino, obešenega na aluminijevo žico, bodisi ga položite vanjo tako, da stoji le na enem od svojih vogalov; drugi način je bolj priporočljiv. Čas jedkanja je šest ur, pri stalni temperaturi $30 \pm 1^{\circ}\text{C}$. Pazite, da zagotovite vsaj 10 cm^3 reagenta na cm^2 površine preskušanca.

Po jedkanju preskušanece operete v vodi, ga nato za približno 30 sekund potopite v 50-odstotno dušikovo kislino, spet operete v vodi in posušite s komprimiranim zrakom.

1.3.3.2. Sočasno lahko jedkate več preskušancev, če so vsi iz iste vrste zlitine in se med seboj ne dotikajo. Seveda je treba tudi paziti, da je zagotovljena ustrezna najmanjša količina reagenta na enoto površine preskušancev.

1.3.3.3. Jedkanje v raztopini B

Korozivno raztopino nalijte v ustrezno stekleno posodo (npr. čašo). Preskus izvajate pri sobni temperaturi. Če ni mogoče preprečiti nihanj sobne temperature med preskusom, je bolj priporočljivo narediti preskus v vodni kopeli, katere temperaturo vzdržujete na 23°C s termostatom. Čas jedkanja je 72 ur.

Pritrditev preskušancev v korozivni raztopini je v skladu z 2.3.1. Po jedkanju preskušance zelo skrbno operite z deionizirano vodo in posušite s komprimiranim zrakom, ki ne vsebuje olja.

Vsekakor pa pazite, da je zagotovljeno razmerje med količino korozivne raztopine in površino preskušanca, izraženo v ml/cm^2 , enako 10 : 1 (glej 2.3.1.).

1.4. PRIPRAVA PRESKUŠANCEV ZA PREGLED

1.4.1. Potrebne sestavine in oprema:

- ulivne posodice, npr. naslednjih velikosti:
 - zunanji premer: 40 mm,
 - višina: 27 mm,
 - debelina stene: 2,5 mm,
- araldit DCY 230 (ali ekvivalenten)
- trdilec HY 951 (ali ekvivalenten)

1.4.2. Vsak preskušanec položite navpično v ulivno posodico, tako da leži na ploskvi a1 a2 a3 a4. Okoli preskušanca nalijte zmes araldita DCY 230 in trdilca HY 951 v razmerju 9 : 1.

Čas strjevanja je približno 24 ur.

S ploskve a1 a2 a3 a4 odstranite določeno količino materiala, najbolje s stružnico, tako da ploskev a'1 a'2 a'3 a'4 pri pregledu pod mikroskopom ne kaže korozije na ploskvi a1 a2 a3 a4. Razdalja med ploskvama a1 a2 a3 a4 in a'1 a'2 a'3 a'4, t.j. debelina odstranjene plasti, mora biti najmanj 2 mm (sliki 2 in 3).

Ploskev pripravite za pregled z mehanskim poliranjem, najprej s polirno glinico na papirni podlagi, nato pa s polirno glinico na filcu.

1.5. MIKROGRAFSKI PREGLED PRESKUŠANCEV

Pregled obsega ugotovitev jakosti interkristalne korozije na delu oboda prereza, ki bo pregledan v skladu z 1.6. Pri tem upoštevajte lastnosti kovine tako na zunanji kot na notranji površini stene jeklenke, pa tudi po debelini stene.

Prerez najprej preglejte pri majhni povečavi (npr. 40 ×), da poiščete najbolj korodirana področja, nato pa pri večji povečavi (običajno 300 ×), da ugotovite vrsto in stopnjo korodiranosti.

1.6. INTERPRETACIJA MIKROGRAFSKEGA PREGLEDA

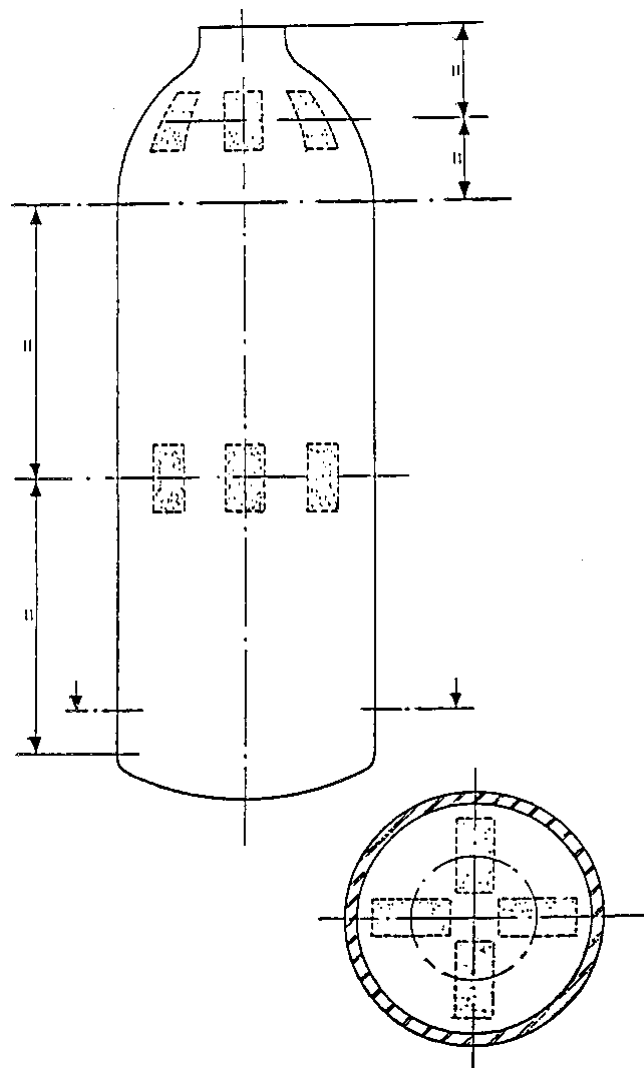
Ta interpretacija obsega preverjanje, ali je interkristalna korozija površinska:

1. pri zlitinah z ekviaksialno kristalizacijo globina korozije po celotnem obodu prereza ne sme presegati višje od naslednjih dveh vrednosti:
 - tri kristalna zrna v smeri, pravokotni na pregledovano površino,
 - 0,2 mm.

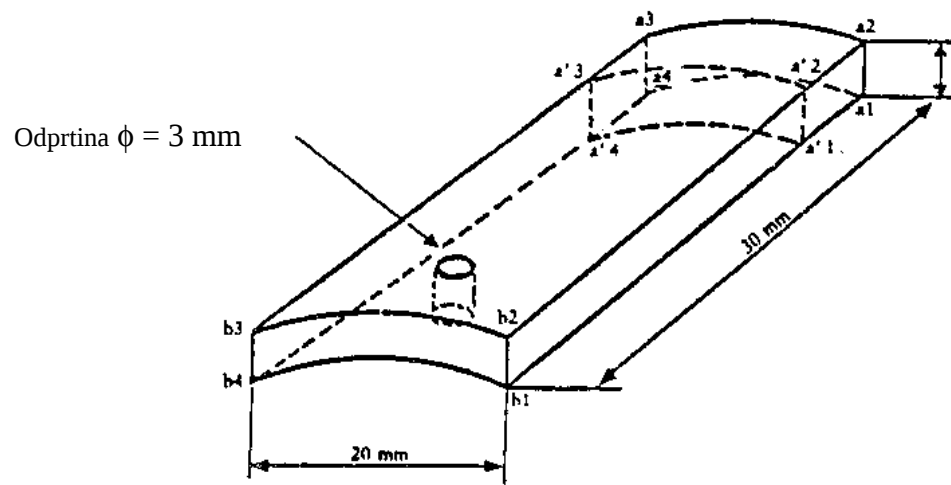
Globina lahko lokalno presega ti dve vrednosti, če se preseganje ne pojavi na več kot štirih poljih, pregledovanih pri povečavi 300 ×.

2. pri zlitinah, pri katerih je zaradi preoblikovanja v hladnem kristalizacija osno usmerjena, globina korozije na nobeni od ploskev, ki ustrezata zunanji in notranji površini stene posode, ne sme presegati 0,1 mm.

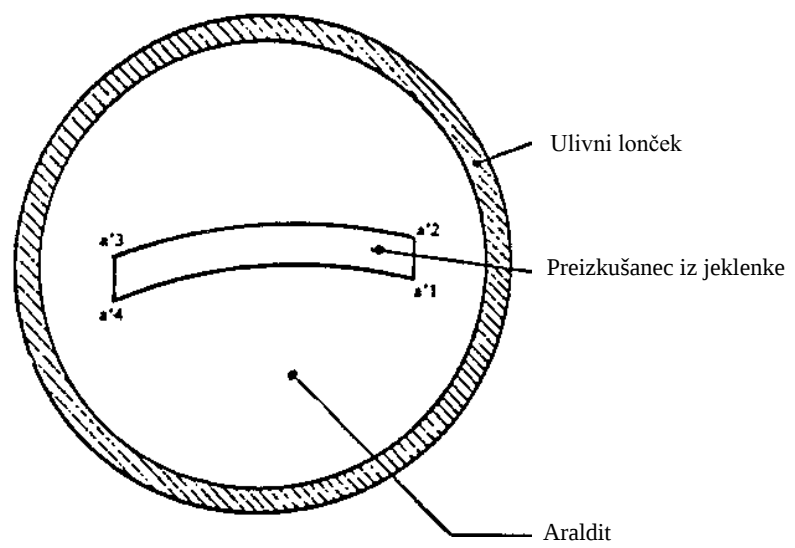
Slika 1



Slika 2



Slika 3



2. PRESKUSI ZA UGOTOVITEV ODPORNOSTI NA NAPETOSTNO KOROZIJO

V nadaljevanju opisani postopek obsega 30 dni ponavljajoče se cikle izpostavitve prstanov, izrezanih iz valjastega dela jeklenke, napetosti, njihove potopitve v slanico za določen čas, nato odliva slanice in izpostavitve preskušanca zraku za daljši čas. Če se po teh 30 dneh na prstanih ne pojavijo razpoke, je zlitina sprejemljiva kot gradivo za izdelavo plinske jeklenk.

2.1. JEMANJE VZORCEV

Iz valjastega dela jeklenke je treba izrezati šest prstanov širine 4a ali 25 mm, kar je več (glej sliko 4). Preskušanci morajo biti izrezani pod kotom 60° in morajo biti napetostno obremenjeni z vijakom in dvema maticama (glej sliko 5).

Niti notranja niti zunanja površina preizkušanca ne sme biti obdelana.

2.2. PRIPRAVA POVRŠINE PRED PRESKUSOM KOROZIJE

Z ustreznim topilom je treba odstraniti vse sledi maščob, olja in lepil, uporabljenih pri nateznem preskusu (glej 2.3.2.4.).

2.3. IZVEDBA PRESKUSA

2.3.1. Priprava korozivne raztopine

2.3.1.1. Slanico pripravimo tako, da raztopimo $3,5 \pm 0,1$ masnega deleža natrijevega klorida v 96,5 masnega deleža vode.

2.3.1.2. Vrednost pH sveže pripravljene raztopine mora biti od 6,4 do 7,2.

2.3.1.3. Vrednost pH je dovoljeno popravljati le z uporabo razredčene klorovodikove kisline ali razredčene sode.

2.3.1.4. Raztopine ni dovoljeno dopolnjevati z dodajanjem solne raztopine, opisane v 2.3.1.1., ampak le z dolivanjem destilirane vode do izhodiščne ravni v posodi. Če je treba, lahko tako dolivamo vodo vsak dan.

2.3.1.5. Raztopino morate v celoti zamenjati vsak teden.

2.3.2. Napetostno obremenjevanje prstanov

2.3.2.1. Trije prstani morajo biti obremenjeni na tlak, tako da so obremenjene njihove zunanje površine.

2.3.2.2. Trije prstani morajo biti obremenjeni na nateg, tako da so obremenjene njihove notranje površine.

2.3.2.3. Vrednost napetosti mora biti enaka največji dovoljeni napetosti v steni posode po naslednjem izračunu:

$$\frac{R_e}{1,3},$$

kjer je R_e zjamčena najmanjša vrednost dogovorne napetosti tečenja pri 0,2 % v N/mm^2 .

2.3.2.4. Dejansko napetost lahko merimo električno z merilnimi lističi.

2.3.2.5. Napetost lahko tudi izračunamo po naslednji enačbi:

$$D^1 = D \pm \frac{\pi \cdot R \cdot (D - a)^2}{4 \cdot E \cdot a \cdot z},$$

kjer so:

D^1 = premer stisnjenega (oziroma raztegnjenega) prstana,

D = zunanji premer jeklenke, v mm,

a = debelina stene jeklenke, v mm,

$$R = \frac{R_e}{1,3} \text{ N/mm}^2$$

E = elastični modul v $\text{N/mm}^2 = 70.000 \text{ N/mm}^2$

z = korekcijski faktor (slika 6).

2.3.2.6. Pomembno je, da so vijaki in matice električno izolirani od prstanov in zavarovani pred korozivnimi učinki raztopine.

2.3.2.7. Šest prstanov je treba popolnoma potopiti v solno kopel za 10 minut.

2.3.2.8. Potem jih vzememo iz raztopine in za 50 minut izpostavimo zraku.

2.3.2.9. To ponavljajmo 30 dni oziroma do zloma prstana.

2.3.2.10. Vizualno pregledamo, ali so se na preskušancih pojavile razpoke.

2.4. INTERPRETACIJA REZULTATOV

Zlitina je primerna za izdelavo jeklenk, če se na nobenem od prstanov, izpostavljenih napetosti, ne pojavijo razpoke, vidne s prostim očesom ali pri majhni povečavi (od 10 do 30) do konca preskusa, to je v 30 dneh.

2.5. MOŽNI METALOGRAFSKI PREGLED

2.5.1. Če dvomimo o razpokah (npr. pri jamičasti koroziji v nizu), lahko odpravimo negotovost z dodatnim metalografskim pregledom prereza, pravokotnega na os prstana, na spornih območjih. Pri tem primerjamo obliko (transkristalna ali interkristalna korozija) in globino prodora korozije na čelnih ploskvah prstana, izpostavljenega natezni in tlačni obremenitvi.

2.5.2. Zlitina je primerna, če je korozija na obeh čelnih ploskvah prstana podobna.

Če ploskev prstana, izpostavljena natezni napetosti, kaže izrazito globlje razpoke interkristalne korozije kot stran, izpostavljena tlačni napetosti, prstan ni uspešno preстал preskusa.

2.6. POROČILA

2.6.1. Navedeno mora biti ime zlitine in/ali številka standarda, po katerem je izdelana.

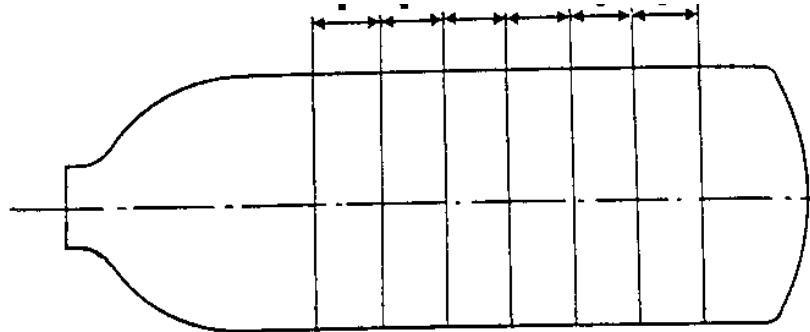
2.6.2. Navedene morajo biti mejne vrednosti kemične sestave zlitine.

2.6.3. Navedena mora biti dejanska šaržna analiza, iz katere so izdelane jeklenke.

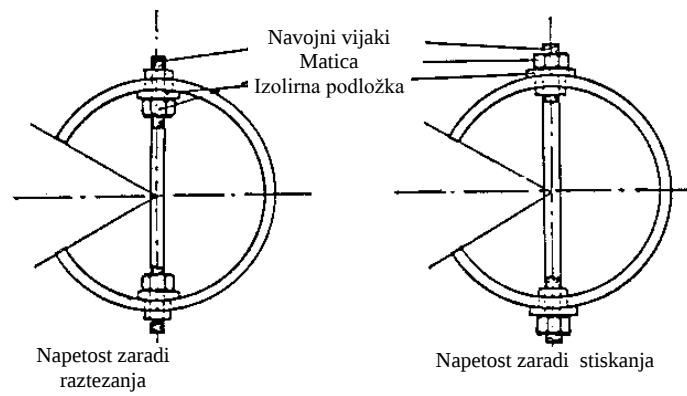
2.6.4. Navedeno mora biti poročilo o dejanskih mehanskih lastnostih zlitine, vključno z minimalnimi zahtevanimi mehanskimi vrednostmi.

2.6.5. Navedeni morajo biti rezultati preskusov.

Slika 4



Slika 5



Slika 6

