



Zachodniopomorski Uniwersytet Technologiczny  
w Szczecinie  
**KATEDRA TECHNOLOGII MATERIAŁOWYCH**

Temat: **Korozja międzykrystaliczna**

**Cel ćwiczenia:**

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się metodami badań odporności na korozję międzykrystaliczną oraz metodami oceny tych badań.

**Wstęp:**

Korozja międzykrystaliczna charakteryzuje się selektywnym niszczeniem metalu wzdłuż granic ziaren. Warunkiem koniecznym zachodzenia korozji międzykrystalicznej jest nierównocенność elektrochemiczna granicy międzyziarnowej i obszaru granicy ziarna. Jeżeli obszar między ziarnami ma charakter anodowy względem reszty ziarna, to ze względu na niekorzystny stosunek powierzchni (wielokrotnie mniejsza anoda, w porównaniu z katodą) następuje silne rozpuszczenie obszaru anodowego. Najczęściej spowodowane jest to wydzielaniem się na granicy ziaren faz międzymetalicznych, co pociąga za sobą zubożenie roztworu stałego przylegającego do granicy w jeden ze składników.

**Przebieg ćwiczenia:**

Badanie odporności na korozję międzykrystaliczną przeprowadza się metodami chemicznymi lub metodą elektrochemicznego trawienia anodowego. Metodę badań wybiera się stosownie do gatunku stali i przewidywanych warunków jej stosowania.

**Badanie korozyjne w środowisku kwasu azotowego (V) przez pomiar ubytku masy (próba Hueva)**

1. W celu zwiększająca podatność stali na korozję międzykrystaliczną w pierwszej kolejności należy wykonać obróbkę cieplną polegającą na przetrzymaniu próbki przez 30 min w temp.  $700^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  i szybkim chłodzeniu w wodzie.
2. Powierzchnię próbki należy oczyścić papierem ściernym lub wytrawić w roztworze o składzie:
  - 50 objętości HCl, 5 objętości HNO<sub>3</sub>, 50 objętości H<sub>2</sub>O – 1 godz, temp. od 50 °C do 60°C
  - 50 objętości HCl, 50 objętości H<sub>2</sub>O – 1 godz, temp. otoczeniaIlość roztworu – przynajmniej 20 ml na 1 cm<sup>3</sup> powierzchni próbki.
3. Próbkę odtłuścić w środku nie zawierającym chloru, opłukać, wysuszyć, policzyć pole powierzchni i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

4. Próbkę zanurzyć w stężonym HNO<sub>3</sub>, doprowadzić do wrzenia i utrzymać przez 48 godz. Po zakończeniu wyjąć, opłukać, wysuszyć, ponownie zważyć i wyliczyć ubytek masy. Czynność należy powtórzyć pięciokrotnie.
5. Efekt działania roztworu korozyjnego określa się ubytkiem masy uzyskanym w pojedynczym okresie gotowania oraz otrzymanym łącznie dla wszystkich okresów badań według wzorów:

$$V = \frac{87600 \cdot m}{s \cdot d \cdot t} [mm \cdot rok^{-1}]$$

$$V = \frac{10000 \cdot m}{s \cdot t} [g \cdot m^{-2} \cdot h^{-1}]$$

t – czas gotowania roztworu [h]

s – pole powierzchni próbki [cm<sup>2</sup>]

m – średni ubytek masy w okresie badania [g]

d – gęstość próbki [g/cm<sup>3</sup>]

### **Badanie korozyjne w środowisku zawierającym kwas siarkowy (VI) przez próbe zginania**

1. W celu zwiększająca podatność stali na korozję międzykrystaliczną w pierwszej kolejności należy wykonać obróbkę cieplną polegającą na przetrzymaniu próbki przez 30 min w temp. 700 ± 10°C lub przez 10 min w temp. 650 ± 10°C i szybkim chłodzeniu w wodzie.
2. Powierzchnię próbki należy oczyścić papierem ściernym lub wytrawić w roztworze o składzie:
  - 50 objętości HCl, 5 objętości HNO<sub>3</sub>, 50 objętości H<sub>2</sub>O – 1 godz, temp. od 50 °C do 60°C
  - 50 objętości HCl, 50 objętości H<sub>2</sub>O – 1 godz, temp. otoczenia
 Ilość roztworu – przynajmniej 10 cm<sup>3</sup> na 1 cm<sup>2</sup> powierzchni próbki.
3. Próbkę odłuszczyć w środku nie zawierającym chloru, opłukać, wysuszyć.
4. Wybrać jedną z trzech metod badań:
 

Metoda 1- badanie w 16% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> i CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O (próba Straussa)

 Próbkę umieścić na dnie kolby na kawałkach/opiłkach miedzi i zalać zimnym roztworem o składzie: 100g CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O, 184 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O do 1000 cm<sup>3</sup>, doprowadzić do wrzenia i utrzymać przez 20 ± 5 godz. Ilość miedzi powinna wynosić przynajmniej 50 g/dm<sup>3</sup>.

Metoda 2 - badanie w 35% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> i CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O

 Próbkę umieścić na dnie kolby na kawałkach/opiłkach miedzi i zalać zimnym roztworem o składzie: 750 cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O, 250 cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 110g CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O doprowadzić do wrzenia i utrzymać przez 20 ± 5 godz. Ilość miedzi powinna wynosić przynajmniej 50 g/dm<sup>3</sup>.

Metoda 3 - badanie w 40% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> i Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·xH<sub>2</sub>O

 Próbkę umieścić na dnie kolby na kawałkach/opiłkach miedzi i zalać zimnym roztworem o składzie: 720 cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O, 280 cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 25g Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·xH<sub>2</sub>O doprowadzić do wrzenia i utrzymać przez 20 ± 5 godz. Ilość miedzi powinna wynosić przynajmniej 50 g/dm<sup>3</sup>.
6. Po zakończeniu badania korozyjnego próbki cylindryczne lub płaskie należy poddać próbie zginania pod kątem co najmniej 90°. Próbki w kształcie rury należy poddać próbie spłaszczenia.
7. Następnie próbki należy odłuszczyć w acetonie oraz zastosować zestaw do badań penetracyjnych: penetrant i wywoływacz (np. zestaw Diffu Therm), postępując według instrukcji

8. Ocena wyników badań polega na obserwacji detekcji pęknięć na zgięciu próbki przy niewielkim powiększeniu (około x10-20). Nie zaleca się uwzględniania pęknięć przy krawędzi próbki, ani brania pod uwagę obecności śladów odkształcenia, gdy nie ma pęknięć lub szczelin.

### **Badanie korozyjne metodą trawienia anodowego**

1. Próbkę odtłuścić w środku nie zawierającym chloru, opłukać, wysuszyć i zamontować w naczynku ołowianym (będącym częścią specjalnego zestawu), które za pośrednictwem gumowego łącznika przykłada się do badanej próbki.
2. Do naczynka wlać 3-5 cm<sup>3</sup> 60% roztworu kwasu siarkowego (VI) z dodatkiem urotropiny w ilości 0,5% wag. Ustawić prąd stały o napięciu 5-9 V i gęstości 0,65 A/cm<sup>2</sup>. Badanie przeprowadzić w temp. około 20 °C w ciągu 1-2 min.
3. Po zakończeniu badania próbkę opłukać wodą, wysuszyć i przeprowadzić badanie mikroskopowe powierzchni poddanej działaniu odczynnika.

Sprawozdanie z ćwiczenia powinno zawierać:

1. Gatunek stali.
2. Opis zastosowanej metody badań.
3. Sposób przygotowania próbek przed badaniem (mechaniczny, chemiczny).
4. Wyniki i wnioski.