



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 38804—2020

---

## 金属材料高温蒸汽氧化试验方法

Test method for oxidation of metallic materials exposed in  
high-temperature steam

2020-06-02 发布

2020-12-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本标准起草单位：钢铁研究总院、西安热工研究院有限公司、西王金属科技有限公司、冶金工业信息标准研究院、上海发电设备成套设计研究院有限责任公司、哈尔滨锅炉厂有限责任公司、中国电力工程顾问集团东北电力设计院有限公司、中国大唐集团科学技术研究院有限公司火力发电技术研究院、神华国华(北京)电力研究院有限公司、华北电力大学。

本标准主要起草人：刘正东、包汉生、唐丽英、朱林林、戴强、王延峰、梁宝琦、刘启军、蔡文河、梁军、陈正宗、白银、李江、刘菲、马云海、张乃强、程义、王硕、湛康、杜晋峰。

# 金属材料高温蒸汽氧化试验方法

## 1 范围

本标准规定了金属材料高温蒸汽氧化试验方法的术语和定义、试验原理、试验装置及条件、试样、试验步骤、结果分析和试验报告。

本标准适用于金属材料在高温蒸汽条件下的氧化试验。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB/T 1216 外径千分尺  
 GB/T 1227 精密压力表  
 GB/T 11446.1—2013 电子级水  
 GB/T 21389 游标、带表和数显卡尺  
 GB/T 26497 电子天平  
 JJF 1637 廉金属热电偶校准规范  
 JJG 141 工作用贵金属热电偶  
 JJG 368 工作用铜-铜镍热电偶  
 JJG 2063 液体流量计量器具检定系统表

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**氧化膜** **oxide scale**

氧化试验过程中因金属材料发生氧化反应在表面形成的氧化物薄膜。

### 3.2

**剥落氧化膜** **exfoliated scale**

氧化试验过程中与试样发生剥离的氧化膜。

注:改写 DL/T 1162—1992,定义 3.6。

### 3.3

**氧化膜内层** **inner layer**

氧化过程中,氧元素向内扩散和金属元素向外扩散同时发生时,主要由氧元素向内扩散形成的氧化膜分层。

注:改写 DL/T 1162—1992,定义 3.2。

### 3.4

**氧化膜外层** **outer layer**

氧化过程中,氧元素向内扩散和金属元素向外扩散同时发生时,主要由金属元素向外扩散形成的氧

化膜分层。

注：改写 DL/T 1162—1992，定义 3.3。

3.5

内氧化区 internal oxidation zone

氧化膜中因溶解于金属材料内部的氧元素与金属元素发生内氧化过程而形成的金属与氧化物的混合区域。

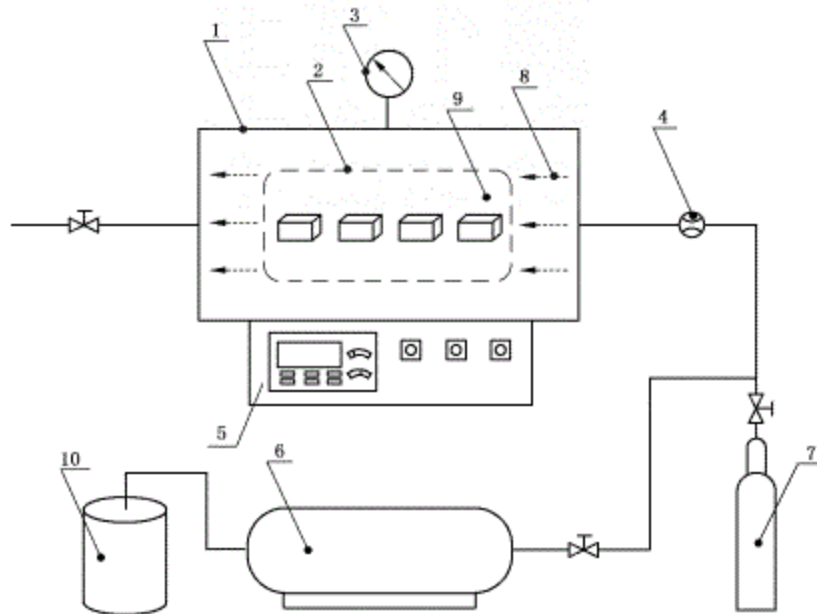
4 试验原理

金属材料试样在高温蒸汽中发生氧化反应，部分金属转变为氧化物，发生金属损失。通过试样质量或氧化膜厚度变化评价金属材料的抗高温蒸汽氧化性能。

5 试验装置及条件

5.1 一般要求

试验装置在运行时，应保证环境温度、系统压力、蒸汽流速和蒸汽组成稳定。试验装置应至少包括反应室、控温装置、压力监测装置、蒸汽发生装置及流量控制装置。试验装置示意图见图 1。反应室内蒸汽温度、压力、流速等条件稳定的区域为试验段。设备中与高温蒸汽接触部分的材料应具有良好的抗蒸汽氧化性能。



说明：

- |                 |             |
|-----------------|-------------|
| 1 —— 反应室；       | 6 —— 蒸汽发生器； |
| 2 —— 试验段；       | 7 —— 保护气体；  |
| 3 —— 压力表或压力传感器； | 8 —— 蒸汽；    |
| 4 —— 流量计；       | 9 —— 试样；    |
| 5 —— 控温装置；      | 10 —— 试验用水。 |

图 1 试验装置示意图

## 5.2 试验段温度

试验段温度同时反映蒸汽和试样的温度。试验段温度由控温装置控制,采用热电偶进行实时温度监测,热电偶的选取和使用应符合 JJG 141、JJF 1637 或 JJG 368 的规定。试验段的温度偏差应符合下列规定:

- a) 650 °C 以下应小于±3 °C;
- b) 650 °C~800 °C 应小于±4 °C;
- c) 800 °C 以上应小于±5 °C。

## 5.3 反应室压力

试验过程中采用压力表或压力传感器监测反应室的压力,压力表及压力传感器的选取和使用应符合 GB/T 1227 的规定。应尽量减小反应室的压力偏差,试验压力值大于 10 MPa 时,反应室的压力偏差应小于±2%。

## 5.4 试验蒸汽

试验蒸汽由去离子水或蒸馏水制取,试验用水应符合 GB/T 11446.1—2013 中Ⅲ级电子级水的规定。试验用水在制取蒸汽前应进行除氧处理,蒸汽或试验用水中的氧含量应在试验报告中注明。如在蒸汽中加入其他气体,最终蒸汽的气体含量配比应在试验报告中注明。

## 5.5 流量计

试验过程中应对蒸汽流速或水流量进行监测。流量计的选取和使用应符合 JJG 2063 的规定。

# 6 试样

## 6.1 形状和尺寸

6.1.1 试样的形状和尺寸由试验目的、材料性质和试验装置而定,应保证试验后试样质量变化大于称重装置的最小精度,氧化膜厚度小于试样厚度的二分之一。推荐的试样尺寸为 2.5 mm×10 mm×20 mm,其表面为线切割加工表面。无法制取推荐尺寸试样时,经供需双方协商也可采用其他尺寸试样。

6.1.2 试样保留非机加工表面(产品表面)时,其余各表面应进行线切割加工。非机加工表面与线切割加工表面的蒸汽氧化行为应分别记录。需要计算非机加工表面氧化增重时,应同时准备无非机加工表面的试样作为参考试样。

## 6.2 尺寸和质量测量

6.2.1 试样的尺寸应采用卡尺或千分尺测量并记录。卡尺或千分尺的使用和数据读取应符合 GB/T 21389 或 GB/T 1216 的规定,测量的精度应不低于 0.02 mm。

6.2.2 试样的质量应采用电子天平测量并记录。电子天平的选取和使用应符合 GB/T 26497 的规定,测量的精度应不低于 0.1 mg。

## 6.3 表面处理

### 6.3.1 机加工表面

机加工表面应磨光,去除加工变形层及边缘的毛刺,表面粗糙度为 0.8 μm。表面粗糙度明显低于

或高于该值时,均应在报告中注明。打磨后的试样在丙酮或酒精中用超声脱脂,清洗干净后烘干。如对表面进行了其他处理,应在报告中注明。

### 6.3.2 非机加工表面

非机加工表面不应打磨。表面应保持洁净,可采用丙酮、酒精等清洗剂去除油污。

## 6.4 保存

试样存放环境应保持干燥。

## 7 试验步骤

### 7.1 制备试样

试样经机加工后按 6.3 的规定进行表面处理。进行尺寸和质量测量并记录初始数值。测量中应避免用手直接接触试样。

### 7.2 放置试样

7.2.1 放置试样时,宜采用悬挂方式,使试样最大面积的表面平行于蒸汽流动方向。悬挂试样孔的直径应为 1 mm,大于 1 mm 时应在报告中注明。悬挂的各试样之间应留有足够空间,防止试样相互碰触。悬挂试样时,应减少悬挂用丝与试样的接触,推荐采用镍铬合金作为悬挂用丝。

7.2.2 因设备布局等问题无法采用悬挂试样时,可将试样平放于管式样品托内。平放试样时应尽量减少样品与样品托的接触面积,各试样应单独放置、不应相互接触,试样最大面积的表面应平行于蒸汽流动方向。样品托的材质宜为刚玉。

### 7.3 反应室除氧

试样放置于反应室后,关闭反应室,保证空气不能进入反应室,并采用惰性气体氩气或氮气对反应室进行吹扫,使反应室中的氧气含量(体积分数)低于 0.000 3%。

### 7.4 反应室升温

反应室除氧后开始加热,升温速率不应过快而导致氧化膜剥离。推荐的升温速率为 55 °C/h~220 °C/h。试验段温度与预设试验温度差值小于 50 °C 时充入蒸汽。当试验段温度达到预设温度并稳定时,视为试验计时的起始时间。如果试验需在高压下进行,应按先升温后升压的原则进行操作,温度与压力均达到预设值时为计时的起始时间。

### 7.5 反应室保温

保温阶段的时长应大于升温时间的 4 倍。保温阶段试验段的温度、压力应满足 5.2 和 5.3 的要求。推荐的每一试验阶段保温时间为 100 h、120 h 或 200 h,总保温时间大于 2 000 h。保温过程中若发生故障导致温度和/或压力超出 5.2、5.3 的要求时,试样应作废。试验装置在运行过程中产生高温或高温高压蒸汽,应做好安全防护措施。

### 7.6 反应室降温

计时结束后停止加热,停止充入蒸汽,使反应室降温。通入保护气体排出反应室中剩余的蒸汽,并保证空气无法进入反应室。降温速率不应过快而导致氧化膜剥离,也不应过慢而导致在降温阶段使氧化增重增加过多。推荐的降温速率为 60 °C/h~100 °C/h,降温速率可通过惰性气体流量进行调节。



## 7.7 取出试样

试验段温度低于 60 ℃时,打开反应室取出试样。试样应采用干燥箱烘干,烘干温度 150 ℃~200 ℃,烘干时间 1 h~2 h。

## 7.8 其他事项

试验后若发生氧化膜剥落,应尽量对剥落氧化膜进行收集,同时清洗反应室。

## 8 结果分析

### 8.1 一般要求

试验结果中应记录试样的质量变化及氧化膜厚度变化。厚度测量精度不低于 1 μm。当试样发生氧化膜剥落时,应在报告中注明。

采集增重数据时,每个试验点的试样应不少于 3 个;测定抗氧化速率稳定性时,试验点数应不少于 5 个。

分析试样抗蒸汽氧化性能时,可从氧化增重、氧化膜增厚、氧化膜形貌及剥落等方面综合分析。

### 8.2 平均单位面积增重

8.2.1 当试样各表面均为机加工表面时,试样平均单位面积增重按式(1)计算:

$$a = \frac{m_1 - m_0}{A} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$a$  ——试样的平均单位面积增重,单位为毫克每平方米(mg/cm<sup>2</sup>);

$m_1$  ——试验后试样与剥落氧化膜的总质量,单位为毫克(mg);

$m_0$  ——试验前试样的初始质量,单位为毫克(mg);

$A$  ——试验前试样的总表面积,单位为平方米(m<sup>2</sup>)。

8.2.2 当试样含有非机加工表面时,机加工表面与非机加工表面的平均单位面积增重应分别计算。取相同材料制成各面均为机加工表面的试样作为参考试样,与含非机加工表面的试样同时进行试验,按式(1)计算参考试样的平均单位面积增重  $a_1$ 。非机加工表面的平均单位面积增重按式(2)计算:

$$b = \frac{m_1 - m_0 - A_1 \times a_1}{B} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$b$  ——试样中非机加工表面的平均单位面积增重,单位为毫克每平方米(mg/cm<sup>2</sup>);

$A_1$  ——试验前试样机加工表面的总面积,单位为平方米(m<sup>2</sup>);

$a_1$  ——参考试样的平均单位面积增重,单位为毫克每平方米(mg/cm<sup>2</sup>);

$B$  ——试验前试样非机加工表面的总面积,单位为平方米(m<sup>2</sup>)。

### 8.3 氧化膜厚度

测量氧化膜厚度需要对试样进行截面观察。制备截面试样前应采用电镀、镶嵌等方式对氧化膜进行保护。采用线切割或砂纸打磨方式制取氧化膜截面,截面应与试样表面垂直。厚度测量时应考虑氧化膜截面特征,避免将边缘位置或剥落位置的氧化膜厚度作为一般厚度进行记录。记录时应至少观察 10 mm 长度的截面,应记录包括但不限于最大厚度、最小厚度和 5 个数据点以上的平均厚度。试样中如有分层现象,氧化膜的内层、外层、内氧化区及总厚度(氧化膜内层+氧化膜外层+内氧化区)应分别

记录。

#### 8.4 氧化膜形貌观察

8.4.1 氧化膜表面形貌宜采用扫描电镜进行观察和记录。典型氧化膜表面形貌参见图 A.1。

8.4.2 氧化膜截面形貌宜采用光学金相显微镜或扫描电镜背散射模式进行观察和记录。典型氧化膜截面形貌参见图 A.2。

### 9 试验报告

试验报告应包括但不限于以下内容：

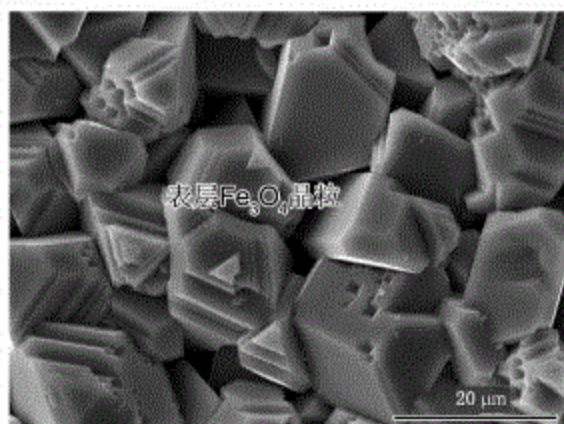
- a) 本标准编号；
- b) 材料名称、牌号、规格、批号等相关信息；
- c) 试样尺寸、表面处理方式；
- d) 试验温度、压力和蒸汽流速或水流速度；
- e) 试验用水性质和蒸汽组分；
- f) 试验用水溶解氧含量；
- g) 试验开始时间和结束时间；
- h) 反应室的升温时间和降温时间；
- i) 氧化膜剥落情况；
- j) 试样质量数据；
- k) 氧化膜厚度数据；
- l) 典型氧化膜表面和截面形貌；
- m) 其他可能影响数据结果的异常情况。



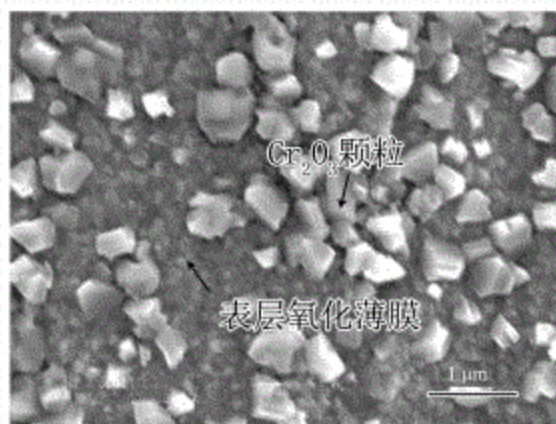
附录 A  
(资料性附录)

典型氧化膜表面和截面形貌

典型氧化膜表面和截面形貌见图 A.1 和图 A.2。

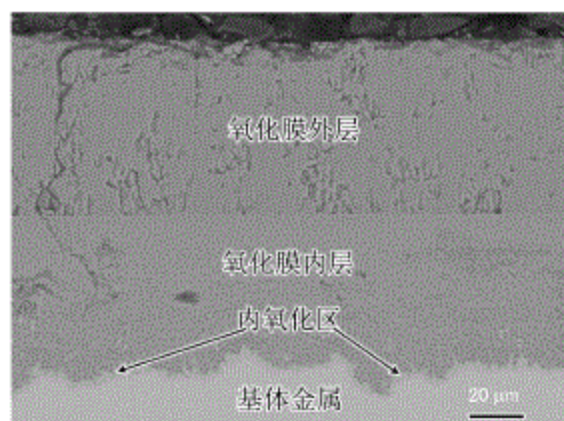


a) 08Cr18Ni11NbFG 钢

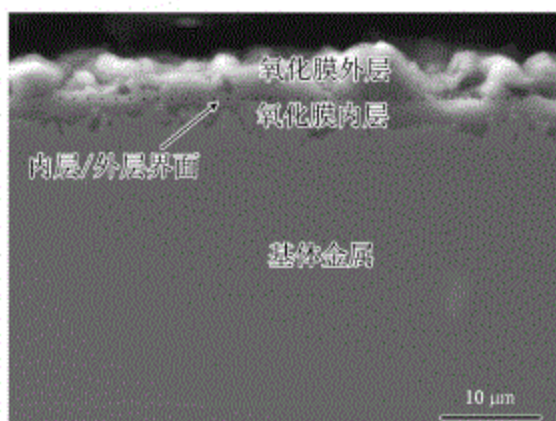


b) 0Cr25Co20Ni2Ti 合金

图 A.1 金属氧化膜表面典型形貌



a) 10Cr9MoW2VNbBN 钢



b) 07Cr25Ni21NbN 钢

图 A.2 金属氧化膜截面典型形貌

参 考 文 献

- [1] DL/T 1162—2012 火电厂金属材料高温蒸汽氧化试验方法
- 

