

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9881:2013

ASTM G8:1996 (Reapproved 2010)

Xuất bản lần 1

**SƠN VÀ LỚP PHỦ BẢO VỆ KIM LOẠI – XÁC ĐỊNH ĐẶC
TÍNH CỦA LỚP PHỦ ĐƯỜNG ÓNG BẰNG PHƯƠNG
PHÁP BÓC TÁCH CATÓT**

*Paint and Coating for Metal Protection – Test Methods for
Cathodic Disbonding of Coating*

HÀ NỘI – 2013

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu tham khảo.....	5
3 Nguyên lý.....	6
4 Ý nghĩa và sử dụng.....	7
5 Thiết bị, dụng cụ.....	8
6 Hóa chất và vật liệu.....	12
7 Mẫu thử.....	12
8 Chuẩn bị mẫu thí nghiệm.....	15
9 Quy trình theo phương pháp A.....	15
10 Phương pháp B.....	16
11 Báo cáo thử nghiệm.....	17
12 Độ chụm và độ chệch.....	18
Phụ lục A (Tham khảo) Bảng số liệu và các dạng báo cáo kết quả.....	20

Lời nói đầu

TCVN 9881:2013 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM G8:1996 (Reapproved 2010) *Standard test method for cathodic disbonding of pipeline coating*.

TCVN 9881:2013 do Viện Khoa học và Công nghệ Giao thông Vận tải biên soạn, Bộ Giao thông Vận tải đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn đo lường thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sơn và lớp phủ bảo vệ kim loại – Xác định đặc tính của lớp phủ đường ống bằng phương pháp bóc tách catot.

Paints and Coating for Metal Protection – Test Methods for Cathodic Dis bonding of Coating

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này bao gồm các quy trình gia tốc xác định các đặc tính của lớp phủ trên mặt ngoài ống thép đặt ngầm dưới đất, nhằm điều chỉnh ngăn chặn hoặc giảm thiểu sự ăn mòn có thể xảy ra khi ống thép tiếp xúc với đất ẩm có hoặc không có hệ thống bảo vệ catot. Các quy trình này được áp dụng với các mẫu sản phẩm ống thép thương mại đã được sơn phủ và có thể dùng với các ống thép có lớp phủ đóng vai trò như màng cách điện.

1.2 Tiêu chuẩn này dùng để kiểm tra lớp phủ nhúng hoặc ngâm trong dung dịch thử nghiệm ở nhiệt độ thường. Trong trường hợp không thể ngâm hoặc nhúng mẫu thử thì có thể sử dụng phương pháp thử nghiệm ASTM G95, trong đó bình thử được gắn vào bề mặt của mẫu ống đã sơn phủ. Trong trường hợp cần thử nghiệm ở nhiệt độ cao thì có thể áp dụng phương pháp ASTM G42. Trường hợp yêu cầu phương pháp kiểm tra đặc biệt thì có thể sử dụng ASTM G80.

1.3 Trong tiêu chuẩn này sử dụng đơn vị đo lường hệ SI với độ chính xác tới 3 chữ số thập phân, các giá trị ghi trong dấu ngoặc đơn chỉ nhằm cung cấp thông tin.

1.4 Tiêu chuẩn này không nêu ra các quy định về an toàn trong khi sử dụng. Trách nhiệm của người áp dụng là phải sưu tầm các quy tắc về an toàn, vệ sinh thích hợp và định ra giới hạn áp dụng các quy tắc an toàn đó.

2 Tài liệu tham khảo

Các tài liệu tham khảo sau đây là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu ghi năm công bố thì áp dụng bản này. Đối với các tài liệu không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 2117:2009 (ASTM D 1193-06), *Nước thuốc thử – Yêu cầu kỹ thuật*.

ASTM D 609, *Standard Practice for Preparation of Cold Rolled Steel Panels for Testing Paint, Varnish, Conversion Coatings and Related Coating Products* (Tiêu chuẩn thực hành về chuẩn bị các

TCVN 9881:2013

tắm mẫu thử từ thép cán nguội để kiểm tra lớp sơn, vecni, các lớp trung gian và các sản phẩm lớp phủ liên quan).

ASTM E 70-07, *Standard Test Method for pH of Aqueous Solutions with the Glass Electrode* (Phương pháp xác định độ pH trong dung dịch lỏng với điện cực thủy tinh).

ASTM B 368, *Standard Test Method for Copper Accelerated Acetic Acid Salt Spray (Fog) Testing (Cass test)* (Phương pháp kiểm tra mù muối trong dung dịch muối axit axetic đồng).

ASTM G 85, *Standard Practice for Modified Salt Spray (Fog) Testing (Thử nghiệm phun mù muối sửa đổi)*.

ASTM G12, *Standard Test Method for Nondestructive measurement of film Thickness of pipeline coatings on Steel* (Phương pháp đánh giá không phá hủy xác định chiều dày màng phủ của ống dẫn thép).

ASTM G42, *Standard Test Method for Cathodic Disbonding of Pipeline Coatings Subjected to Elevated Temperatures* (Phương pháp kiểm tra bóc tách catốt các lớp phủ đường ống thép vận hành ở nhiệt độ cao)

ASTM G80, *Standard Test Method for Specific Cathodic Disbonding of Pipeline Coatings* (Phương pháp kiểm tra bóc tách catốt đặc biệt cho các lớp phủ đường ống thép).

ASTM G95, *Standard Test Method for Cathodic Disbondment Test of Pipeline Coatings (Attached Cell Method)* (Phương pháp kiểm tra bóc tách catốt các lớp phủ đường ống thép – Phương pháp bình điện hoá).

3 Nguyên lý

3.1 Trong tiêu chuẩn này mô tả hai phương pháp A và B để kiểm tra lớp phủ trên ống thép. Trong cả hai phương pháp, lớp phủ chịu một điện áp, đặt trong dung dịch điện ly kiềm có độ dẫn điện cao. Điện áp tạo ra bằng phương pháp dùng anot hy sinh magie hoặc bằng dòng điện ngoài đưa vào. Lớp phủ được khoan thủng trước khi bắt đầu kiểm tra.

3.2 Trong phương pháp A, sử dụng điện cực anot magie và không theo dõi dòng điện trong suốt quá trình kiểm tra. Xác định kết quả theo phương pháp kiểm tra vật lý sau khi kết thúc chu kỳ thử nghiệm.

3.3 Trong phương pháp B, sử dụng hoặc điện cực anot magie hoặc hệ thống dòng điện ngoài. Dùng dụng cụ điện để đo dòng điện và điện thế trong mạch của bình đo. Kiểm tra vật lý mẫu thử sau khi kết thúc chu kỳ thử nghiệm.

3.4 Đối với cả hai phương pháp, việc kiểm tra tính chất vật lý được tiến hành bằng cách so sánh độ lan rộng của diện tích bị phồng rộp hoặc bị bong ra của màng phủ tại các vị trí lỗ khoan trong vùng diện tích mẫu bị nhúng ngập, so với diện tích bị phồng rộp hoặc bị bong ra tại lỗ khoan mới trong vùng diện tích không bị nhúng ngập.

4 Ý nghĩa và sử dụng

4.1 Sau khi lắp đặt trong đất, các vết nứt hoặc các vị trí không được phủ (lỗ hở) trong lớp phủ có thể gây ăn mòn cho ống thép do tồn tại dung dịch điện ly quanh ống và sự hư hỏng màng phủ của ống dẫn hầu như không thể tránh khỏi trong quá trình vận chuyển, lắp đặt. Điện thế thông thường của đất cũng như điện thế bảo vệ catot có thể làm bong lớp phủ, bắt đầu từ mép của lỗ hở trong lớp phủ, trong một số trường hợp làm tăng kích thước của lỗ hở. Các điện thế nói trên cũng có thể làm xuất hiện lỗ hở trên lớp phủ hay sự phồng rộp màng phủ, nhưng có thể không gây nên ăn mòn mà chỉ làm tăng tốc cho sự bong tróc xảy ra và từ đó đưa ra cách đánh giá độ bền của lớp phủ dưới tác động của ứng suất điện.

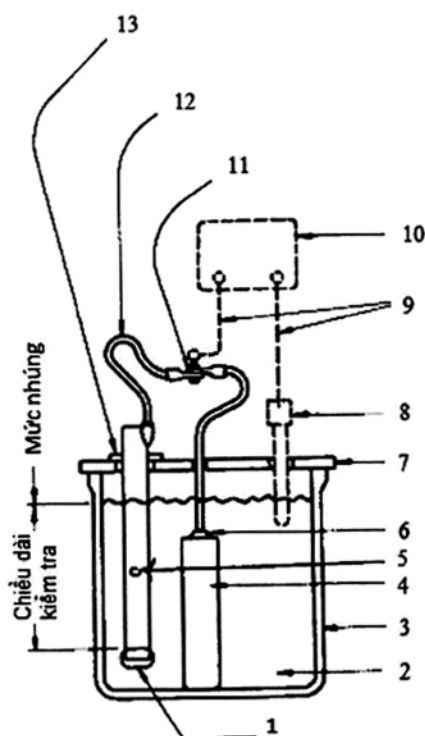
4.2 Kết quả của phép thử được đánh giá bằng phương pháp kiểm tra vật lý hoặc theo dõi sự biến thiên dòng điện, hoặc bằng cả hai phương pháp trên. Thường không tồn tại mối tương quan giữa hai phương pháp đánh giá nhưng cả hai đều hữu ích. Kiểm tra vật lý bao gồm đánh giá sự tiếp xúc hiệu quả của lớp phủ với bề mặt kim loại thông qua sự sai khác tương đối của độ bền liên kết bám dính. Thông thường diện tích vùng chịu ứng suất điện sẽ lan từ vị trí lỗ hở tới biên - nơi lớp màng phủ có liên kết yếu bị bong ra để đạt được liên kết hiệu quả. Các giả định liên quan tới kết quả thí nghiệm bao gồm:

4.2.1 Trước khi thử nghiệm bóc tách mẫu thử bằng phương pháp "lột" (bằng băng keo) tại vị trí lỗ khoan trong màng phủ ở điều diện tích không bị nhúng ngập. Kết quả được coi là độ bền bám dính tối đa của lớp phủ với ống thép. Thực hiện tương tự tại lỗ khoan ở điều diện tích bị nhúng ngập. Từ đó có thể so sánh tương đối độ bền bóc tách theo phương pháp "lột".

4.2.2 Bất kỳ diện tích nào có liên kết yếu tại vị trí lỗ khoan trong màng phủ của mẫu thử ở điều bị nhúng ngập là do ứng suất điện tạo ra mà không thể qui cho các yếu tố khác trong khi sử dụng. Khả năng bền bóc tách là tính chất cần thiết làm cơ sở so sánh, nhưng sự bong màng phủ trong thí nghiệm này có thể là chỉ thị ngược.

Ưu điểm của phương pháp thử nghiệm này là tất cả các loại màng phủ có tính chất điện môi phổ biến hiện nay đều bị bong tróc với một mức độ nào đó. Điều này cung cấp cho ta phương pháp so sánh lớp phủ này với lớp phủ khác. Đối với một số lớp phủ, độ bền liên kết là đặc tính quan trọng hơn các tính chất khác. Tuy nhiên với một mức độ bong tróc tương đương của hai lớp phủ khác nhau, sự suy giảm về khả năng bảo vệ ăn mòn có thể không như nhau.

4.2.3 Độ lớn của dòng điện trong mạch tỷ lệ với mức độ lan rộng diện tích cần được bảo vệ khỏi ăn mòn. Tuy nhiên, mật độ dòng điện xuất hiện trong thí nghiệm này thì lớn hơn nhiều so với mật độ dòng thường dùng để bảo vệ catot trong tự nhiên nói chung cũng như trong môi trường đất.



CHÚ DẪN:

- 1 Điều cuối mẫu được bịt kín
- 2 Dung dịch điện ly
- 3 Bình thử nghiệm
- 4 Anot magie
- 5 Lỗ khoan
- 6 Điều nối với anot được bọc kín khi chế tạo
- 7 Nắp cách điện
- 8 Điện cực so sánh
- 9 Dây dẫn
- 10 Vôn kế điện trở cao
- 11 Mối nối dạng bu lông
- 12 Dây dẫn nối với mẫu
- 13 Mẫu được giữ bởi chốt xuyên qua lỗ ở điều đầu mẫu không bị nhúng ngập

CHÚ THÍCH 1: Các lỗ thử tạo ra ở vùng bề mặt không bị nhúng ngập sau khi thử nghiệm không được thể hiện trên hình này (xem Hình 5).

Hình 1 – Sơ đồ lắp ráp thử nghiệm theo phương pháp A sử dụng anot magie

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Thiết bị sử dụng cho cả hai phương pháp:

5.1.1 Bình thử nghiệm nên làm bằng vật liệu cách điện hoặc bằng kim loại tráng vật liệu cách điện. Sự sắp xếp trong bình thử cần thỏa mãn các yêu cầu sau:

5.1.1.1 Mẫu được treo thẳng đứng trong bình thử nghiệm, cách đáy bình ít nhất là 25,4 mm.

5.1.1.2 Mỗi mẫu thử nghiệm cách mẫu khác, cách anot và cách thành bình ít nhất là 38,1 mm.

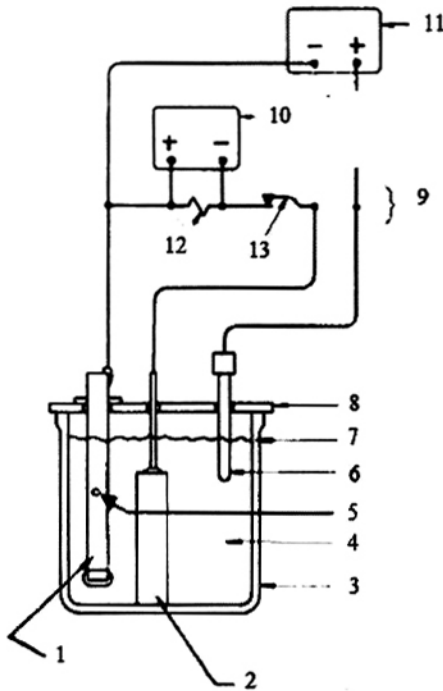
5.1.1.3 Chiều sâu của dung dịch điện ly phải đủ để nhúng ngập chiều dài thử nghiệm cần thiết của mẫu theo yêu cầu ở Điều 7.4.

5.1.1.4 Nếu dòng điện được đo theo phương pháp B, điện cực so sánh có thể được đặt ở bất kỳ vị trí nào trong bình thử nghiệm miễn là nó cách mẫu, cách anot và cách thành bình không nhỏ hơn 38,1 mm.

5.1.2 Điện cực anot làm từ hợp kim magie có thể điện cực trong khoảng $-1,45\text{ V} + -1,55\text{ V}$ so với điện cực so sánh Cu/CuSO_4 trong dung dịch điện ly (điều 6.1). Diện tích bề mặt anot không nhỏ hơn $1/3$ tổng diện tích mẫu thí nghiệm (điều diện tích mặt ngoài) nhúng trong chất điện ly. Anot được chế

tạo kết nối sẵn với dây dẫn bằng đồng được bọc cách điện, tiết diện tối thiểu 2 mm^2 . Có thể sử dụng anot chưa kết nối dây đồng nếu điện cực Mg dài vượt quá nắp bình.

5.1.3 Bộ kết nối: Dây dẫn nối từ anot đến mẫu thử nên là dây bằng đồng, tiết diện tối thiểu 2 mm^2 , được bọc cách điện. Việc gá lắp mẫu hoặc bằng cách hàn bắt vít, hàn chét hoặc bắt bulông vào điều cuối mẫu (điều không bị ngập), các vị trí gá lắp phải được phủ bằng vật liệu cách điện. Cho phép có mối nối trong dây kết nối nhưng nó phải được bắt bu lông hoặc kẹp cơ học.



CHÚ DẪN:

- 1 Mẫu thử
- 2 Anot magie
- 3 Bình thử nghiệm
- 4 Dung dịch điện ly
- 5 Lỗ khoan
- 6 Điện cực so sánh
- 7 Vạch nhúng
- 8 Nắp cách điện
- 9 Bảng điện
- 10 Vôn kế điện trở cao hoặc thiết bị đo điện thế
- 11 Vôn kế điện trở cao
- 12 Điện trở 1Ω
- 13 Kẹp cá sấu hoặc cầu dao

Hình 2 – Sơ đồ lắp ráp thiết bị thử nghiệm theo phương pháp B, sử dụng anot magie

5.1.4 Dụng cụ tạo lỗ hờ: Các lỗ hờ được tạo bằng cách khoan thông thường, đường kính lỗ khoan tùy theo yêu cầu. Đối với các mẫu ống có đường kính nhỏ, ví dụ $19,05 \text{ mm}$, cần sử dụng mũi khoan đã mài phẳng đầu côn nhọn để tránh đục thủng vỏ thép của ống dẫn. Sử dụng dao mỏng có đầu nhọn và có tay cầm an toàn để kiểm tra tính chất vật lý của mẫu.

5.1.5 Vôn kế điện trở cao: để đo dòng điện một chiều, có giá trị điện trở trong không nhỏ hơn $10 \text{ M}\Omega$ và dải đo từ $0,01 \text{ V}$ đến 5 V để đo điện thế so với điện cực so sánh.

5.1.6 Điện cực so sánh: dùng điện cực bão hòa Cu/CuSO_4 đựng trong ống thủy tinh hoặc ống nhựa thông thường với nắp xốp, đường kính không quá $19,05 \text{ mm}$, thế điện cực $-0,316 \text{ V}$ so với điện cực so sánh hydro tiêu chuẩn. Có thể sử dụng điện cực calomel, nhưng cần chuyển đổi về điện cực so sánh Cu/CuSO_4 bằng cách cộng vào giá trị điện thế đo được thêm $-0,072 \text{ V}$ khi viết vào báo cáo.

TCVN 9881:2013

5.1.7 Thước đo chiều dày Gage: để đo độ dày màng phủ theo tiêu chuẩn ASTM G12.

5.1.8 Nhiệt kế: để đo nhiệt độ chất điện ly, là loại dùng trong phòng thí nghiệm thông thường, có độ chia 1 °C, được nhúng ngập 76,2 mm.

5.2 Các thiết bị bổ sung cho phương pháp B

5.2.1 Vôn kế điện trở cao: để đo dòng một chiều, có điện trở trong không nhỏ hơn 10 MΩ và có khả năng đo được điện thế thấp nhất đến 10 μV trong mạch nhánh (mạch mắc song) của mạch thử nghiệm.

5.2.2 Điện trở dây quấn chính xác $1 \Omega \pm 1 \%$, 1 W (nhỏ nhất): sử dụng trong mạch nhánh của mạch thử nghiệm.

5.2.3 Thiết bị đo điện thế - điện trở: để kiểm tra điện trở biểu kiến ban đầu của màng phủ.

5.2.4 Điện cực kim loại: sử dụng tạm thời với thiết bị đo điện thế - điện trở, để xác định tình trạng lỗ hổng ban đầu của mẫu thử.

5.2.5 Dây nối phụ: dây dẫn bằng đồng được bọc cách điện, tiết diện tối thiểu 2 mm².

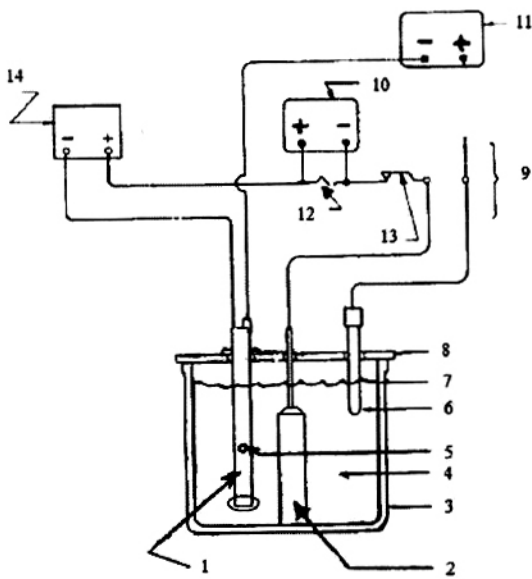
5.2.6 Thanh đồng thau: sử dụng trong bảng điện, kết hợp với kẹp cá sấu và cầu dao để đóng ngắt mạch điện.

5.2.7 Ampe kế: có khả năng đo dòng một chiều nhỏ đến 10 μA, có thể dùng được trong phương pháp khác ở điều 9.1.3 và thay cho thiết bị được mô tả trong điều 5.2.1 và 5.2.2.

5.2.8 Bộ chỉnh lưu một chiều: có khả năng cung cấp điện thế ổn định là 1,5 V ± 0.01 V, tương ứng với điện thế giữa mẫu thí nghiệm và điện cực so sánh.

5.2.9 Anot dùng dòng ngoài: dùng loại không tiêu hao, được cung cấp cùng với dây đồng cách điện, chế tạo sẵn tại nhà máy.

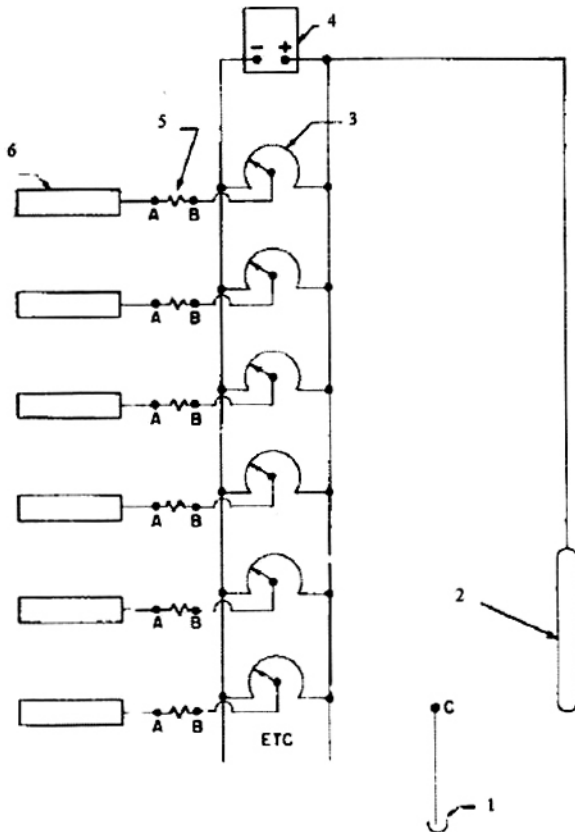
5.2.10 Thiết bị chia áp (chỉnh lưu): biến trở loại 100 Ω, 25 W, được sử dụng nếu số mẫu đo nhiều hơn 1 và được thử nghiệm theo Hình 4.



CHÚ DẪN:

- 1 Mẫu thử
- 2 Anot
- 3 Bình thử nghiệm
- 4 Dung dịch điện phân
- 5 Lỗ khoan
- 6 Điện cực so sánh
- 7 Vạch nhúng
- 8 Nắp cách điện
- 9 Bảng điện
- 10 Vôn kế điện trở cao hoặc thiết bị đo điện thế
- 11 Vôn kế điện trở cao
- 12 Điện trở
- 13 Kẹp cá sấu hoặc cầu dao
- 14 Bộ chỉnh lưu

Hình 3 – Sơ đồ lắp ráp kiểm tra theo phương pháp B sử dụng dòng ngoài với một mẫu thí nghiệm



CHÚ DẪN:

- 1 Điện cực so sánh
- 2 Anot cho dòng ngoài áp vào
- 3 Thiết bị chia điện áp 100 Ω; 25 W
- 4 Chỉnh lưu
- 5 Các điện trở 1 Ω độ chính xác ± 1 %
- 6 Mẫu thử

Hình 4 – Sơ đồ theo phương pháp B sử dụng dòng ngoài với nhiều số mẫu thử >1

6 Hóa chất và vật liệu

6.1 Chất điện ly bao gồm nước sạch (nước từ vòi có thể uống được) với 1 % khối lượng của 1 loại muối kỹ thuật khan trong số các loại sau: NaCl, Na₂SO₄ và Na₂CO₃. Mỗi lần thử nghiệm cần sử dụng dung dịch mới pha chế.

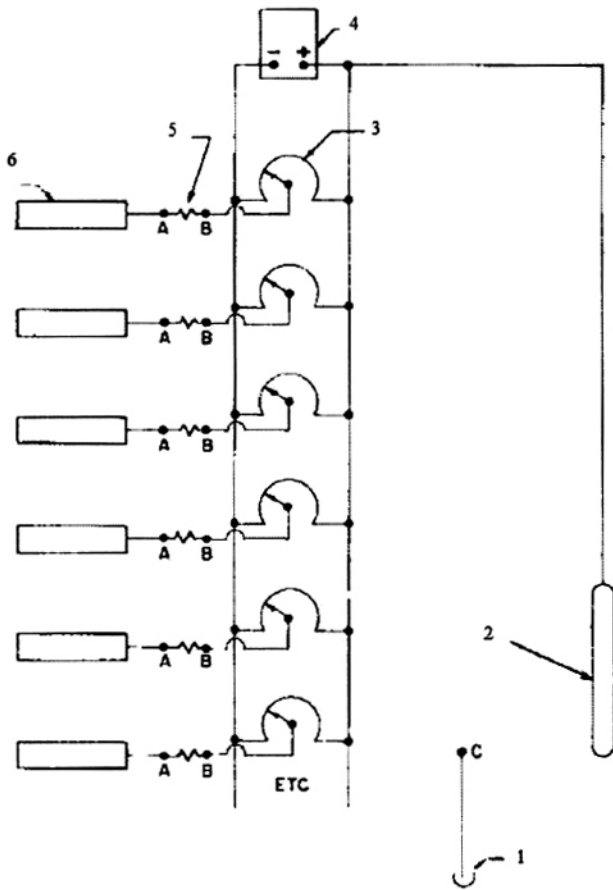
6.2 Núm để bịt kín đầu của đoạn ống mẫu thử đã có lớp phủ có thể làm từ nhựa đường, sáp, epoxy hoặc vật liệu khác như đúc từ cao su hay chất dẻo.

6.3 Gỗ dán hoặc nhựa dẻo là vật liệu thích hợp để làm nắp bình, làm thanh gá xuyên qua lỗ mẫu thử, qua lỗ điện cực. Treo mẫu thử vào nắp bình dùng chốt gỗ là thích hợp, chốt được đặt xuyên qua lỗ ở phía đỉnh của mẫu thử.

7 Mẫu thử

7.1 Mẫu thử là đoạn mẫu đại diện của ống dẫn trong lô sản phẩm đã có lớp phủ bảo vệ. Một đầu được nút kín lại hoặc đậy nắp hay bịt kín.

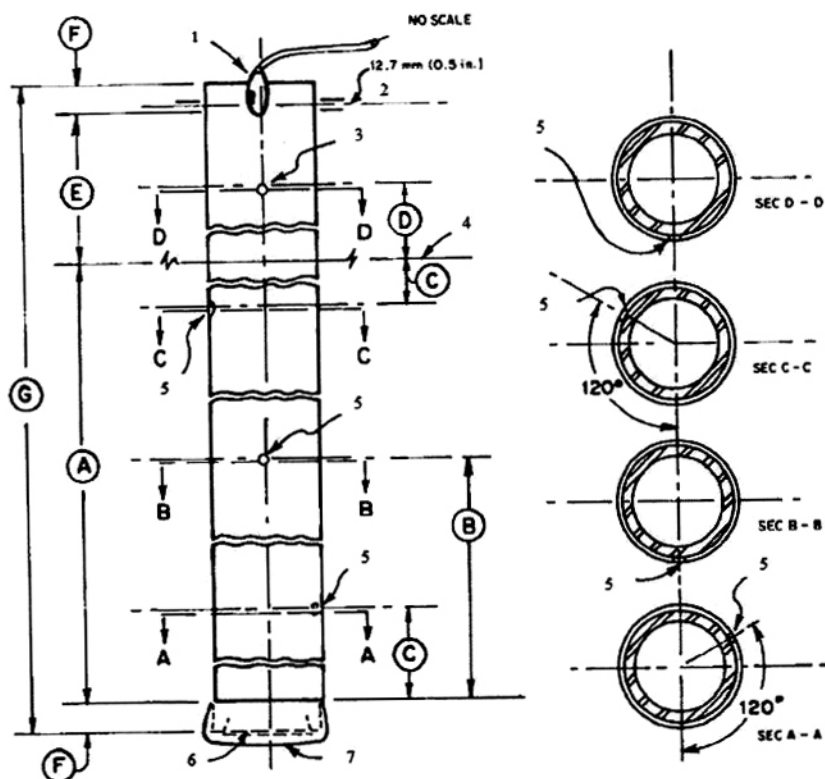
7.2 Tạo ra một hoặc ba lỗ hờ (không có màng phủ) trên mỗi mẫu, thường sử dụng ba lỗ hờ. Kích thước lỗ hờ của màng sơn được chỉ ra trên Hình 5. Đối với mẫu có một lỗ thì được khoan ở giữa chiều dài đoạn bị nhúng ngập. Nếu mẫu có ba lỗ thì các lỗ được khoan cách nhau 120°, một lỗ nằm ở trung tâm và hai lỗ còn lại ở vị trí ¼ khoảng cách từ đỉnh và đáy điều chiều dài mẫu bị nhúng ngập. Mỗi lỗ được khoan sao cho điều hình nón của mũi khoan nằm hoàn toàn vào trong thép, đáy hình trụ của mũi khoan thì chạm tới bề mặt thép. Đường kính mũi khoan không nhỏ hơn 3 lần chiều dày lớp phủ và nhất thiết phải lớn hơn 6,35 mm. Không được khoan thủng vỏ thép của ống dẫn. Nếu ống có đường kính nhỏ có thể bị khoan thủng nên lúc đầu lỗ được khoan móm bằng mũi khoan có góc hình nón là 60°, sau đó khoan kết thúc bằng mũi khoan đã mài bỏ đi điều hình nón.



CHÚ DẪN:

- 1 Điện cực so sánh
- 2 Bảng điều khiển
- 3 Điện thế phân phối 100 Ω ; 25 W
- 4 Bảng điều khiển
- 5 Điện trở suất 1 $\Omega \pm 1\%$
- 6 Mẫu thử

Hình 4 – Sơ đồ theo phương pháp B sử dụng dòng điện với nhiều hơn một mẫu thử



CHÚ DẪN:

- 1 Phủ dây nối kiểm tra
- 2 Lỗ khoan cho qua việc giữ chốt
- 3 Lỗ so sánh trong màng phủ được khoan sau kiểm tra
- 4 Vạch nhúng
- 5 Lỗ kiểm tra trong màng phủ
- 6 Chốt hoặc nắp
- 7 Lớp phủ dưới

Kích thước	mm
A	490,22 ± 12,7
B	245,11 ± 12,7
C	120,65 ± 6,35
D	114,3 ± 6,35
E	Nhỏ nhất 233,363
F	Nhỏ nhất 19,05
G	Nhỏ nhất 762

Hình 5 – Các kích thước yêu cầu cho mẫu thử

7.3 Điều đầu mẫu ống thử nhỏ lên trên mực dung dịch cần được cố định trên nắp bình và kết nối với dây dẫn điện bằng cách hàn hoặc bắt bu lông. Toàn bộ điều đo đoạn ống nhỏ lên cùng với chi tiết giữ và vị trí nối dây dẫn cần được bảo vệ và bịt kín bằng vật liệu phủ cách điện.

7.4 Diện tích mẫu ống thử tính từ gờ của nút bịt ở cuối ống đến mép dung dịch ở phía trên. Điều diện tích nút không tính vào diện tích thử nghiệm. Có thể sử dụng ống thử có đường kính bất kỳ với độ dài thích hợp nhưng diện tích điều nhúng ngập không nhỏ hơn 23,227 mm². Để thuận tiện, nên chọn diện tích là 92,900 mm².

8 Chuẩn bị mẫu thí nghiệm

8.1 Trước khi khoan lỗ hở nhân tạo của màng sơn, cần kiểm tra sự liên tục của lớp màng phủ và tình trạng bịt kín nắp ở cuối ống thử như sau:

8.1.1 Nhúng mẫu thử và điện cực kim loại vào chất điện ly. Nối một đầu của đồng hồ đo điện với mẫu thử và đầu kia với điện cực kim loại. Đo điện trở Ohm xuất hiện, xác định 2 giá trị: một giá trị khi mẫu nối với cực dương và một giá trị khi mẫu nối với cực âm của đồng hồ đo điện.

8.1.2 Ngắt kết nối mẫu với đồng hồ đo, để mẫu nhúng trong chất điện ly 15 phút. Sau đó, lại đo điện trở theo Điều 8.1.1.

8.1.3 Sự giảm đáng kể của cả hai giá trị điện trở ghi được sau 15 phút cho biết hoặc có lỗ hở trên màng phủ hoặc nắp bịt ở cuối ống dẫn bị hở. Loại bỏ mẫu nếu lớp phủ có lỗ hở. Nếu lỗ hở là do nắp bịt thì có thể sửa lại được và đo lại điện trở theo điều 8.1.1. và 8.1.2.

8.1.4 Điện trở thấp nhất sau 15 phút nhúng ngập không được nhỏ hơn 1 000 MΩ, nhưng với một giá trị ổn định dưới 1 000 MΩ có thể không phải là do lỗ hở gây ra và mẫu vẫn có thể được sử dụng cho thử nghiệm. Tất cả các giá trị điện trở đo được cần ghi vào báo cáo kết quả thí nghiệm.

8.2 Ghi lại đường kính lỗ hở ban đầu trên màng phủ.

8.3 Đo, ghi lại chiều dày lớn nhất và nhỏ nhất của lớp phủ theo tiêu chuẩn ASTM G 12 và chiều dày của lớp phủ tại vị trí sẽ tạo các lỗ hở nhân tạo.

9 Quy trình theo phương pháp A

9.1 Nhúng mẫu thử vào chất điện ly và nối với anot theo mô tả trong Hình 1. Đặt mẫu sao cho lỗ hở ở giữa hoặc lỗ hở đơn không quay về phía anot. Đặt anot so với mẫu thử như mô tả ở điều 5.1.1. Đánh dấu mức nhúng chính xác mẫu thử vào dung dịch bằng bút chì chịu dầu mỡ và duy trì mức nhúng bằng cách bổ sung hằng ngày lượng nước sạch. Tiến hành thử nghiệm ở nhiệt độ của chất điện ly từ 21 °C đến 25°C.

Đề chắc chắn mạch điện thử nghiệm đang hoạt động, tiến hành đo điện thế giữa mẫu thử và điện cực so sánh ngay sau khi bắt đầu và ngay trước khi kết thúc thử nghiệm. Sử dụng kết nối và thiết bị

TCVN 9881:2013

đo tạm thời theo như Hình 1. Điện thế đo nằm trong khoảng $-1,45\text{ V}$ đến $-1,55\text{ V}$ so với điện cực so sánh Cu/CuSO_4 . Thiết bị đo được miêu tả ở điều 5.1.5.

9.2 Thời gian của chu kỳ kiểm tra cần thiết nên là 30 ngày. Có thể chọn các chu kỳ thí nghiệm khác như 60, 90 ngày.

9.3 Việc kiểm tra cần được tiến hành ngay lúc kết thúc chu kỳ thử nghiệm, thực hiện như sau:

9.3.1 Khi kết thúc chu kỳ thử nghiệm, tháo mạch ra và rửa nhẹ nhàng điều diện tích thử nghiệm bằng nước sạch ấm. Làm khô ngay mẫu thử và kiểm tra bên ngoài toàn bộ vùng diện tích của mẫu để tìm lỗ hờ mới xuất hiện hay sự bong ra của lớp phủ tại mép của tất cả các lỗ hờ được tạo ra của màng sơn kể cả lỗ chủ ý khoan để thử nghiệm. Ghi lại tình trạng màng phủ, ví dụ màu sắc, phồng rộp, vết nứt, vết rạn, cặn bám v.v.

9.3.2 Khoan một lỗ hờ mới trong màng phủ trên điều diện tích không bị nhúng ngập làm lỗ so sánh, theo quy trình khoan như miêu tả trong điều 7.2

9.3.3 Tạo vết cắt bằng dao nhọn sắc lưỡi mỏng với góc 45° qua màng phủ và cắt qua tâm của lỗ khoan thử nghiệm (trên điều diện tích bị nhúng ngập) và lỗ so sánh (trên điều diện tích không bị nhúng ngập). Cần thận để đảm bảo màng phủ được cắt hoàn toàn đến nền thép.

9.3.4 Thử bóc lớp phủ tại cả hai vị trí lỗ so sánh và lỗ khoan thử nghiệm ngay sau khi kết thúc thí nghiệm, bằng đầu nhọn của dao lưỡi mỏng. Lấy độ bám dính của lớp phủ với nền thép tại vị trí lỗ so sánh làm mốc để đánh giá mức độ kết dính của màng phủ với nền thép tại các vị trí lỗ khoan thử nghiệm. Đo và ghi lại tổng diện tích màng phủ bị bong tróc tại các lỗ khoan thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 2: Việc sử dụng một màng trong suốt được chia thành các ô vuông nhỏ có kích thước ví dụ $2,54\text{ mm}$ mỗi cạnh dài cho thấy có hiệu quả. Đặt màng lên vùng bị bong tróc của lớp phủ sao cho ranh giới của vùng này nằm trên các ô vuông của màng. Diện tích được xác định bằng cách đếm số lượng các ô vuông trên vùng này.

10 Phương pháp B

10.1 Ngoài quy trình đưa ra trong Điều 9, việc theo dõi tiến trình thử nghiệm về mặt điện cần tuân theo theo lịch trình ở điều 10.2 như sau:

10.1.1 Nếu sử dụng anot magie - lắp đặt hệ thử nghiệm theo sơ đồ Hình 2. Nếu sử dụng dòng ngoài, với 1 mẫu thử nghiệm duy nhất - lắp đặt hệ theo sơ đồ Hình 3; nếu số mẫu thử nhiều hơn 1 - sử dụng sơ đồ Hình 4.

10.1.2 Đo điện áp phân cực E_1 (đơn vị V) bằng đồng hồ đo vạn năng mô tả ở điều 5.1.5 nối giữa mẫu thử và điện cực so sánh. Cách làm như sau:

- Ngắt dây nối điện giữa anot với mẫu thử và quan sát đồng hồ đo, khi kim đồng hồ giảm, nó sẽ dừng một chút (dao động nhỏ) ở điện áp phân cực rồi lại giảm tiếp. Điểm dừng lại đó chính là giá trị E_1 .
- Nếu sử dụng điện cực Cu/CuSO_4 thì chỉ nhúng ngập điện cực này tạm thời.

10.1.3 Đo dòng điện yêu cầu I_1 (đơn vị A), bằng cách xác định điện áp rơi trên điện trở cố định 1Ω lắp trong mạch, dùng đồng hồ đo điện miêu tả ở điều 5.2.1. Chỉ số điện áp đo được chính bằng số ampe cần đo.

CHÚ THÍCH 3: Một phương pháp khác để đo dòng điện yêu cầu có thể sử dụng sơ đồ mô tả ở điều 5.2.4. Trong phương pháp này, dây nối điện giữa mẫu thử và anot được tháo ra tạm thời và thay bằng ampe kế có điện trở bằng không. Nối lại dây nối điện nói trên ngay sau khi đo xong.

10.1.4 Đo điện thế giữa mẫu thử và điện cực so sánh E_2 (đơn vị V), bằng đồng hồ đo điện trong điều kiện không tháo kết nối anot ra khỏi mẫu thử. Sử dụng thiết bị miêu tả ở điều 5.1.5. Nếu sử dụng điện cực Cu/CuSO₄ thì chỉ nhúng ngập điện cực này tạm thời.

10.2 Lịch đo điện

10.2.1 Giá trị đo điện ban đầu thí nghiệm được quy định lấy giá trị trung bình đo được ở ngày thứ hai và thứ ba sau khi nhúng mẫu. Phép đo điện tiến hành khi nhúng mẫu để kiểm tra mạch đang hoạt động thì không sử dụng kết quả vào tính toán sự thay đổi đặc tính từ khi bắt đầu cho tới ngày kết thúc thử nghiệm.

10.2.2 Ghi giá trị đo điện ban đầu thí nghiệm và tại ngày kết thúc là ngày thứ 30. Phép thử nghiệm có thể tiếp tục với chu kỳ là 60, 90 ngày với phép đo trung gian và phép đo tương ứng.

10.2.3 Thực hiện phép đo trung gian ở thời điểm hai ngày trước khi kết thúc thử nghiệm. Giá trị trung bình của phép đo trung gian và phép đo kết thúc lấy làm giá trị kết thúc thử nghiệm.

10.2.4 Dòng chính lưu phải liên tục, bất kỳ sự gián đoạn nào cũng cần được ghi chép lại.

11 Báo cáo thử nghiệm

11.1 Báo cáo theo phương pháp A gồm các thông tin sau.

11.1.1 Toàn bộ các thông tin về mẫu thử nghiệm, bao gồm:

11.1.1.1 Tên và mã số loại màng phủ.

11.1.1.2 Kích thước và chiều dày thành ống dẫn.

11.1.1.3 Nguồn cung cấp, ngày sản xuất và số sản phẩm sản xuất.

11.1.1.4 Chiều dày lớn nhất và nhỏ nhất, chiều dày trung bình và chiều dày tại các lỗ hở.

11.1.1.5 Diện tích điều nhúng ngập của mẫu thử.

11.1.1.6 Kích thước và số lượng lỗ hở ban đầu.

11.1.1.7 Giá trị điện trở khi đo kiểm tra tính liên tục của màng phủ và tình trạng của nắp bịt ống dẫn như yêu cầu ở điều 8.1.

11.1.2 Ngày bắt đầu và kết thúc thử nghiệm.

TCVN 9881:2013

11.1.3 Tổng diện tích chỗ bị hở trong chu kỳ thử nghiệm. Diện tích có thể được báo cáo theo đơn vị mm² hoặc theo mm của đường kính vòng tròn tương đương của diện tích bị hở hoặc cả hai. Nếu có số lỗ hở > 1, có thể báo cáo giá trị diện tích trung bình/lỗ.

CHÚ THÍCH 4: Đường kính tương đương (ECD) thu được từ công thức (1):

$$ECD = (A/0,785).1/2 \quad (1)$$

Trong đó: A là diện tích lỗ hở, mm².

11.1.4 Các thông tin khác

11.2 Báo cáo theo phương pháp B bao gồm các điều:

11.2.1 Các dữ liệu yêu cầu báo cáo như theo phương pháp A.

11.2.2 Điện trở của mẫu thí nghiệm trước khi tạo ra các lỗ hở nhân tạo của màng sơn như mô tả điều 8.1.4

11.2.3 Các kết quả dòng điện lúc bắt đầu, ở giai đoạn trung gian và khi kết thúc thử nghiệm. Báo cáo các giá trị sau:

11.2.3.1 Dòng yêu cầu tính bằng μA , hoặc $-\log I$ khi I tính bằng A hoặc cả 2 giá trị.

11.2.3.2 Giá trị $\Delta E = E_2 - E_1$ tính bằng đơn vị V.

11.2.3.3 Sự thay đổi từ khi bắt đầu đến khi kết thúc thử nghiệm đối với các giá trị ở điều 11.2.3.1 và điều 11.2.3.2. Nếu số lỗ hở tạo ra > 1 thì có thể lấy giá trị thay đổi trung bình/lỗ và báo cáo các giá trị ở điều 11.2.3.1.

11.2.4 Bất kỳ thời gian nào mà dòng chính lưu bị gián đoạn.

12 Độ chụm và độ chệch

12.1 Số liệu chính xác được qui định đo từ hai mẫu liền kề nhau trên cùng một ống thép có cùng điều kiện chế tạo, có bề mặt ống thép và lớp phủ đồng nhất. Các mẫu thử không liền kề nhau trên ống thép có thể có các điều kiện chế tạo khác nhau. Các dữ liệu sau đây cần được sử dụng để đánh giá khả năng chấp nhận được của kết quả đo.

12.2 Phương pháp A

12.2.1 Độ lặp lại các kết quả sao chép lại do cùng 1 người thao tác được xem là tin cậy được trừ khi các giá trị ECD lệch nhau hơn 12,7 mm. ECD tính theo công thức (2):

$$ECD = (A/0,785).1/2 \quad (2)$$

Trong đó:

A là diện tích màng phủ bị hở phát triển từ một lỗ khoan nhân tạo của màng sơn đã thử nghiệm, (mm²).

12.2.2 Độ lặp lại kết quả báo cáo của một phòng thí nghiệm được xem là tin cậy trừ khi chúng sai khác với kết quả của phòng thí nghiệm khác lớn hơn 25 mm về giá trị ECD.

12.3 Phương pháp B

12.3.1 Độ lặp lại

12.3.1.1 Độ lặp lại kết quả do một người thí nghiệm tiến hành được xem là tin cậy, trừ khi chúng lệch nhau hơn một đơn vị tính theo hàm $(-logI)$, với I tính theo đơn vị A.

12.3.1.2 Độ lặp lại kết quả do một người thí nghiệm tiến hành được xem là tin cậy, trừ khi giá trị ECD của chúng lệch nhau lớn hơn 12,7 mm như miêu tả ở điều 12.2.1.

12.3.2 Độ tái lập

12.3.2.1 Các kết quả báo cáo của một phòng thí nghiệm được xem là tin cậy, trừ khi chúng sai khác với kết quả của phòng thí nghiệm khác nhau một đơn vị tính theo hàm $(-logI)$, với I tính theo đơn vị A.

12.3.2.2 Các kết quả báo cáo của một phòng thí nghiệm được xem là tin cậy, trừ khi chúng sai khác với kết quả của phòng thí nghiệm khác hơn 25 mm về giá trị ECD như mô tả ở điều 12.2.1

Phụ lục A

(Tham khảo)

Bảng số liệu và các dạng báo cáo kết quả

Điều I: Bảng số liệu và báo cáo kết quả bóc tách catot của lớp phủ đường ống theo phương pháp A và phương pháp B:

1. Mẫu số:.....Kết quả số:.....Ngày bắt đầu:.....Ngày kết thúc:.....

2. Ống thép:

Đường kính ngoài ống, (mm).....Độ dày ống, (mm).....Chiều dài ống, (mm).....

Nhà sản xuất.Đơn vị lắp đặt.....

3. Lớp phủ:

Tên:.....

Nhà sản xuất.....

Phương pháp chế tạo.....

Người chế tạo.....

Độ dày, (mm).....

Lớn nhất..... Nhỏ nhất..... Trung bình.....tại các lỗ hờ: Đỉnh

Thân..... Đáy.....

4. Thử nghiệm:

Thời điểm bắt đầu..... Thời điểm kết thúc.....

Diện tích kiểm tra, (mm²).....

	Đỉnh	Giữa	Cuối	Trung bình
Đường kính ban đầu của lỗ khoan, (mm)				
Diện tích chưa phủ cuối cùng, (mm ²)				
Diện tích lỗ hờ ban đầu, (mm ²)				
Diện tích bong tróc thực, (mm ²)				
Đường kính lỗ bong tróc tương đương, (mm)				

5. Kiểm chứng sơ bộ

Nhóm	Đường kính tương đương của lỗ bong tróc lớn nhất (mm)	Các lỗ hờ tự sinh	Kiểm chứng tính liên tục của lớp phủ trước khi bắt đầu thử nghiệm trên điều 7.6			
			Thử nghiệm	Độ phân cực	MΩ	
					Bắt đầu	Sau 15 phút
A	12,7					
B	25,4					
C	38,1					
D	50,8					
E	Lớn hơn 50,8					

6. Dòng điện chỉnh lưu:

Nếu dòng điện chỉnh lưu không chỉ thị liên tục, cần chỉ ra thời gian gián đoạn (phút, giờ):.....

Bảng A1 – Dạng báo cáo số liệu cho một mẫu thử theo phương pháp A và B

Điều II: Bảng số liệu và báo cáo kết quả bóc tách catot của lớp phủ đường ống theo phương pháp B:

Phương pháp B: theo đổi điện thế và dòng điện

Điện trở bắt đầu +.....-.....

Số ngày thử nghiệm đã qua, T_0	Ngày và giờ	Điện thế so sánh, V		Dòng điện thực, I_1 , (μA)	$\Delta E = E_2 - E_1$ (mV)	Giá trị trung bình		
		E_1	E_2			$\Delta E, V$	$I_1, \mu A$	$(-)\log I_1$

Bảng A2 – Dạng báo cáo đề xuất dùng để biểu diễn số liệu cho một mẫu thử theo phương pháp B