

dr Zofia Wróblewska

Metody i przyrządy do badania jakości powłok z tworzyw sztucznych

1. Wprowadzenie

Hutnictwo krajowe od kilku lat produkuje rury stalowe o średnicach od 57 do 219 mm powlekane polietylenem metodą wytłaczania. Metoda polega na nałożeniu polietylenu wychodzącego z głowicy wytłaczarki bezpośrednio na rury stalowe. Nowe pokrycia ochronne wykonane z polietylenu wymagały opracowania metod badań i przyrządów do kontroli jakości wytworzonych powłok.

Prawidłowo wykonana powłoka izolacyjna winna posiadać odpowiednie własności fizyko-mechaniczne:

- być szczelną - powłoka nie powinna posiadać pęknięć i por,
- wystarczającą przyczepność do powierzchni rury, a w przypadku braku przyczepności do ścianki rury, pokrycie winno nie dopuszczać do migracji wilgoci i powietrza pod powłokę,
- małą nasiąkliwość wodą,
- plastyczność zapewniającą ciągłość pokrycia. Pokrycie winno być dostatecznie elastyczne, aby nie pękało przy wyginaniu gazociągu w czasie montażu,
- odpowiednią wytrzymałość mechaniczną uniemożliwiającą powstawanie uszkodzeń rur w czasie transportu, przy załadunku oraz wyładunku i zapobiegającą uleganiu pękaniu w czasie montażu gazociągu.

Powłoki w trakcie eksploatacji nie powinny ulegać deformacji, natomiast winny wykazywać zdolność do przyjmowania obciążeń gruntu po ułożeniu i zakopaniu gazociągu,

- wysoką rezystancję powłoki utrudniającą przepływ prądów błądzących oraz prądów pochodzących z mikroogniw galwanicznych powstających w wyniku niejednorodności struktury metalu oraz makroogniw wywołanych zróżnicowaniem środowiska.

Dla zapewnienia właściwej jakości pokrycia winna być prowadzona kontrola powłok izolacyjnych we wszystkich fazach budowy wizualnie oraz przy pomocy przyrządów.

2. Metody badań stosowane przez Hute im. Lenina

W Polsce metody badań powłok polietylenowych zostały ujęte normą zakładową Huty im. Lenina.

Norma podaje podstawowe metody badań, a mianowicie: oznaczenia grubości, porowatości i przyczepności.

Badanie grubości przeprowadza się metodami niedestruktywnymi przy pomocy odpowiednich przyrządów umożliwiających wykonanie pomiaru z dokładnością $\pm 10\%$.

Badanie porowatości przeprowadza się wysokonapięciowym poroskopem iskrowym TPI przy napięciu probierczym dobranym odpowiednio do grubości powłoki izolacyjnej zgodnie z wzorem:

$$U = 7,84 \sqrt{t}$$

gdzie: U - napięcie probiercze, kV

t - grubość powłoki, mm

Pomiar ten pozwala na wykrycie niewidocznych gołym okiem porów i szczelin.

Przyczepność powłoki oznacza się przez nacięcie dwukrotne na całym obwodzie rury paska izolacji o szerokości 50 mm. Pasek należy przeciąć równolegle do osi rury i oderwać na obwodzie w zakresie 45° . Do paska przymocować obciążnik o masie 2 kg oraz zmniejszyć czas odrywania aż do najniższego punktu. Czas odrywania winien wynosić co najmniej 0,4 D minut, przy czym D wyraża średnicę rury w centymetrach.

Sposób oznaczania przyczepności przedstawiono na rys. 1.

Wymienione metody badań nie w pełni określają jakość pokrycia ochronnego.

Normy zagraniczne NRD, RPN i ASTM ujmują szerszy zakres badań, a mianowicie:

- wytrzymałość na uderzenie,
- odporność na wgniatanie,
- określenie nasiąkliwości wodą,
- odrywanie powłoki pod wpływem prądu ochrony katodowej.

3.1

3.1

3.2.

Podane właściwości badane są metodami, które mogą być przeprowadzone w warunkach ruchowych /dla kontroli produkcji/, i na budowie oraz w warunkach laboratoryjnych na rurach izolowanych fabrycznie.

3. Metody badań ustanowione normami zagranicznymi

3.1. Przyczepność

Metoda badań przyczepności podana przez normę ZN-80/0648-17 oparta jest o normę RPN - DIN 30670, przy czym zgodnie z normą DIN zalecana metoda odnosi się do rur o średnicy powyżej 100 mm. Dla rur o średnicy do 100 mm siłę przylegania oznacza się przez odrywanie paska izolacji przy pomocy maszyny wytrzymałościowej. Pasek o szerokości 50 mm przecięty prostopadłe do osi rury zostaje oderwany od niej na długości 20 mm i zamocowany w maszynie wytrzymałościowej, która odrywa izolację od rury z prędkością 10 mm/min. zapisując równocześnie na wykresie wartość siły odrywającej.

Przyrząd do badania siły przylegania przedstawia rys. 2. Otrzymany wykres należy splanimetrować odrzucając pierwsze i ostatnie 20 mm i obliczyć średnią wartość przyczepności:

$$M = \frac{A}{l_0} \quad \text{cm}$$

gdzie:

M - średnia wysokość wykresu, cm

A - powierzchnia, cm²

l₀ - długość cm

Norma NRD - TGL 31663 zaleca oznaczanie przyczepności przez wyznaczanie siły przylegania przy pomocy maszyny wytrzymałościowej analogicznie jak norma DIN 30670.

3.2. Wytrzymałość na uderzenie

Norma DIN 30670 zaleca wykonanie próby wytrzymałości na uderzenie przez swobodne spadanie grota z wysokości 1 m na badaną powłokę. Masa grota metalowego uzależniona jest od grubości

powłoki. Grot wykonany jest ze stali o twardości 48 HRC, czoło grota uderzające w powłokę izolacyjną rury zakończone jest czaszą kulistą o średnicy 25 mm. Minimalna praca jaką wykonać ma spadający grot wynosi 5 Nm na każdy milimetr grubości powłoki.

Normy TGL i ASTM podają podobne metody badań oparte o wyznaczenie odporności powłoki pod wpływem swobodnie spadającego grota z odpowiedniej wysokości i sprawdzeniu szczelności powłoki wysokonapięciowym poroskopem.

Pozzczególne metody badań różnią się ciężarem grota i wysokością jego spuszczenia na powłokę.

Norma TGL 31669 zaleca stosowanie grota o masie wynoszącej 1,150 kg zakończonego czaszą kulistą o promieniu 12,5 mm. Wysokość spadania grota obliczona jest z minimalnej pracy jaką wykonać ma spadający grot, tj. 12 Nm.

Norma ASTM G 14 - 69 T przyjmuje grot o masie 1,36 kg zakończony półkulistą czaszą o średnicy 15,8 mm. Grot spuszcza się na powłokę z wysokości od 0,61 m do 1,22 m. Powłoka powinna wytrzymywać energię uderzenia spadającego grota z wysokości 0,91 m. Dla ustalenia wymaganej wysokości wystarczającej do spowodowania uszkodzenia powłoki należy odpowiednio obniżyć lub podnosić wysokość zrzutów, po czym należy obniżyć o 50% wysokość zrzutu i kontynuować badanie aż do wyznaczenia wysokości, przy której nie wystąpi uszkodzenie w powłoce.

Po przeanalizowaniu powyższych metod badań stwierdzono, że norma DIN - 30670 podaje najdogodniejszą metodę badań umożliwiającą porównywanie wyników i łatwą ich interpretację. Dlatego też w oparciu o tę normę opracowano metodę badania dla krajowych pokryć polietylenowych.

Badanie przeprowadza się na przyrządzie przedstawionym na rys.3. Stosowany do badań grot posiada masę $1150 \text{ g} \pm 10 \text{ g}$. Wykonany jest ze stali o twardości 48 HRC. Czoło grota uderzające w powłokę izolacyjną rury zakończone jest czaszą kulistą o średnicy 25 mm.

Minimalna praca jaką ma wykonać spadający grot wynosi 5 Nm na każdy mm grubości powłoki. Długość badanej próbki wynosi min. 700 mm. Minimalna odległość między sąsiednimi uderzeniami grota wynosi 30 mm, a na obwodzie rury można wykonać 3 pun-

którego pomiarowe co 120° .

Dla jednego rodzaju powłoki należy wykonać 60 do 100 pomiarów. Firma zachodnoniemiecka Fusch stosuje 60 uderzeń grota.

Po wykonaniu uderzeń grota w powłokę izolacyjną rury należy poddać ją badaniu szczelności poroskopem wysokonapięciowym o napięciu 25 kV i porównać wyniki z wykresem podanym na rys. 4 sporządzonym na podstawie zasad statystyki, z którego wynika, że należy wykonać tyle uderzeń w powłokę izolacyjną rury, aby ilość uszkodzonych punktów powłoki, które wykazały negatywny wynik próby napięciowej leżała w obszarze A /Wynik pozytywny próby/ lub C /wynik negatywny/. Jeżeli liczba przebitych punktów pomiarowych leży w obszarze B, to badanie powtarza się aż do osiągnięcia obszaru A lub C.

3. 3. Odporność na wgniatanie

Odporność na wgniatanie określana jest głębokością wgniecenia grota przy odpowiednim nacisku.

Norma MRD TGL - 31670 stosuje grot o masie 2,5 kg, który zakończony jest współosiowo iglicą o średnicy 1,8 mm, wykonaną ze stali o twardości 48 HRC, przy czym czoło iglicy jest zeszlifowane. Badaną powłokę umieszcza się w przyrządzie wyposażonym w czujnik zegarowy, który służy do pomiaru głębokości wgniatania grota w powłokę izolacyjną. Czas trwania pomiaru wynosi 24 godziny, a głębokość wgniecenia nie może przekraczać 0,25 mm.

Norma RFN - DIN - 30670 zaleca przeprowadzenie badań co najmniej na pięciu rurach. Jeżeli jedna z próbek nie spełnia wymagań, badania powtarza się na dziesięciu próbkach. Stosowany grot do badań składa się z pręta metalowego o masie 250 g i dodatkowych obciążników. Na dolnym końcu pręta znajduje się współśrodkowo trzpień o średnicy 1,8 mm /o powierzchni $2,5 \text{ mm}^2$ /. Całkowity ciężar wynosi 2,5 kg, a zatem nacisk wywierany na powłokę izolacyjną wynosi 10 N/mm^2 .

Przed przystąpieniem do badań rurę poddaje się kąpeli wodnej w temperaturze 25°C i po 1 godzinie przykładają się grot z czujnikiem zegarowym do powłoki izolacyjnej rury przy nałożeniu dodatkowego ciężaru 2,25 kg. Głębokość wgniecenia

mierzy się czujnikiem zegarowym odczytując wartość po 24 godzinach.

Głębokość wgniecenia grota w powłokę nie powinna przekraczać wartości :

- * 0,3 mm dla powłok wykonanych metodą wytłaczania,
- 0,15 mm dla powłok wykonanych metodą spiekania.

Norma USA - ASTM - G 17 - 71 T podaje przyspieszoną metodę badań względnej wytrzymałości powłoki na wgniatanie pod wpływem nacisku wywieranym przez płaski pręt z określoną siłą.

Głębokość wgniatania spowodowana przez obciążony tępym końcem grota przyłożony do powłoki izolacyjnej rury stalowej jest mierzona przez określony czas przy pomocy czujnika mikrometrycznego. Odczyt głębokości dokonuje się trzykrotnie w określonych odstępach czasu.

W oparciu o podane normy została opracowana metoda badania wytrzymałości na wgniatanie dla powłok krajowych.

Przyrząd do badania odporności na wgniatanie przedstawiono na rys. 5.

Długość badanej próbki winna wynosić co najmniej 60 mm. Pomiar należy wykonać na pięciu próbkach.

Grot stosowany do badań o masie 2,5 kg jest zakończony współosiowo iglicą o średnicy 1,8 mm wykonaną ze stali o twardości 48 HRC.

Czoło iglicy zeszlifowane jest prostopadle do jego osi. Powierzchnia czoła iglicy wynosi $2,5 \text{ mm}^2$, a więc podczas badania grot wywiera nacisk na powłokę izolacyjną o wartości 10 N/mm^2 .

Badaną powłokę umieszcza się na pryzmie, na której spoczywa również statyw z czujnikiem zegarowym i uchwyt utrzymujący grot w pozycji pionowej. Na próbce leżącej w pryzmie umieszcza się nad osią rury grot w uchwycie, który zapewnia utrzymanie go w pozycji pionowej przy jednoczesnym zapewnieniu swobodnego spoczynku grota całym swoim ciężarem na powłoce izolacyjnej rury.

Natomiast końcówka czujnika zegarowego zamocowanego na statywie ma spoczywać na górnej płaszczyźnie grota, prostopa-

dziej do jego osi. Ustawiając końcówkę czujnika zegarowego na grocie należy spowodować wstępny naciąg sprężyny mechanizmu czujnika do wartości 5 mm i wyrównać.

Pomiar trwa 24 godziny, po czym należy odczytać wskazania czujnika. W przypadku przekroczenia dopuszczalnego wgniecenia przynajmniej jednej z próbek wynik badania uważa się za negatywny.

3.4. Określenie nasiakliwości wodą

Badanie nasiakliwością wodą powłok izolacyjnych podaje norma ASTM - G 9 - 69 T. Metoda polega na wyznaczeniu szybkości i głębokości penetracji wody przez powłokę izolacyjną przez pomiar pojemności elektrycznej.

Pomiar pojemności przeprowadza się przy zastosowaniu mostka Scheringa, który zasila się prądem przemiennym o częstotliwości 1 kHz i napięciu 30V.

Po określeniu średnicy rury, grubości powłoki i długości zanurzenia badanej próbki, mierzy się stałą dielektryczną powłoki K_0 . W tym celu do naczynia pomiarowego wlewa się rtęć do wysokości górnej powierzchni czapy. Czapa znajduje się w dolnej części rury odizolowując rurę od elektrolitu. Następnie włącza się mostek Scheringa pomiędzy elektrodę wykonaną z nierdzewnej stali, zanurzoną w rtęci i badaną rurę i mierzy się pojemność dolnej czapy rury C_0 . Następnie dolewa się rtęci aż do zaznaczonego poziomu zanurzenia i powtórnie mierzy się pojemność rury C_0 .

Z otrzymanych wyników pomiarów oblicza się stałą dielektryczną powłoki wg poniższego wzoru :

$$K_0 = \frac{C_0 - C_0}{NL} \ln \frac{2t_0 + d}{d}$$

gdzie :

K_0 - stała dielektryczna

C_0 - początkowa pojemność rury, pF

- C_c - pojemność czapy, pF
 d - zewnętrzna średnica rury, cm
 t_c - grubość pokrycia, cm
 L - zanurzona długość powłok, cm
 N - 0,566 współczynnik przeliczeniowy.

Po usunięciu rtęci z naczynia napełnia się go elektrolitem 1% roztworem NaCl, Na_2SO_4 i Na_2CO_3 do zaznaczonego poziomu i podłącza się zewnętrzne źródło prądu 6 V. przy czym ujemny biegun przyłącza się do rury, zaś dodatni do elektrody. Przez cały okres badań, który powinien trwać 4 - 6 miesięcy, przeprowadza się okresowo pomiary pojemności każdej badanej próbki po uprzednim odłączeniu źródła prądu stałego. Wskutek penetracji wody do powłoki izolacyjnej pojemność rur wzrasta. Z przyrostu oblicza się głębokość penetracji wody do powłoki zgodnie z poniższym wzorem :

$$t_p = t_c - \frac{d}{2} / e^M - 1 /$$

gdzie :

t_p - głębokość penetracji wody, cm

$$M = \frac{N K_o L}{C - C_o}$$

C - zmierzona pojemność rury po określonym czasie, pF.

W początkowym okresie woda penetruje szybko i częstotliwość pomiarów winna być większa, np co kilka dni, w późniejszym okresie może być mniejsza, np raz na tydzień. Gdy próbki nie wykazują już przyrostu pojemności lub wykazują ją w bardzo małym stopniu, badanie można zakończyć.

Wyniki pomiarów przedstawia się graficznie na wykresie zależności, głębokości penetracji od czasu.

3.5. Odrywanie powłok pod wpływem prądu ochrony katodowej

Metoda badania zachowania się powłok izolacyjnych pod wpływem prądu ochrony katodowej została ujęta norma ASTM G 8 - 69 T.

Ocenę odporności powłok na prąd ochrony katodowej, który może powodować odrywanie powłoki w miejscach uprzednio powstałych uszkodzeń przeprowadza się w elektrolicie na sztucznych uszkodzeniach.

Elektrolit stanowi 1% roztwór chlorku sodu, siarczanu sodu i węglanu sodu. Pomiar przeprowadza się w naczyniu z tworzywa sztucznego, w którym umieszcza się pionowo próbki z badanymi powłokami.

Próbki w dolnej części odizolowane są od elektrolitu. W naczyniu znajduje się anoda, wykonana ze stopu magnezu. Badana powłoka zostaje sztucznie uszkodzona przez nawiercenie wiertłem o średnicy większej od trzykrotnej grubości powłoki.

Badanie przeprowadza się na dwóch badanych rurach, w środku których znajduje się anoda magnezowa. Potencjał anody Mg w elektrolicie w stosunku do elektrody Cu/CuSO_4 wynosi - 1,51 V.

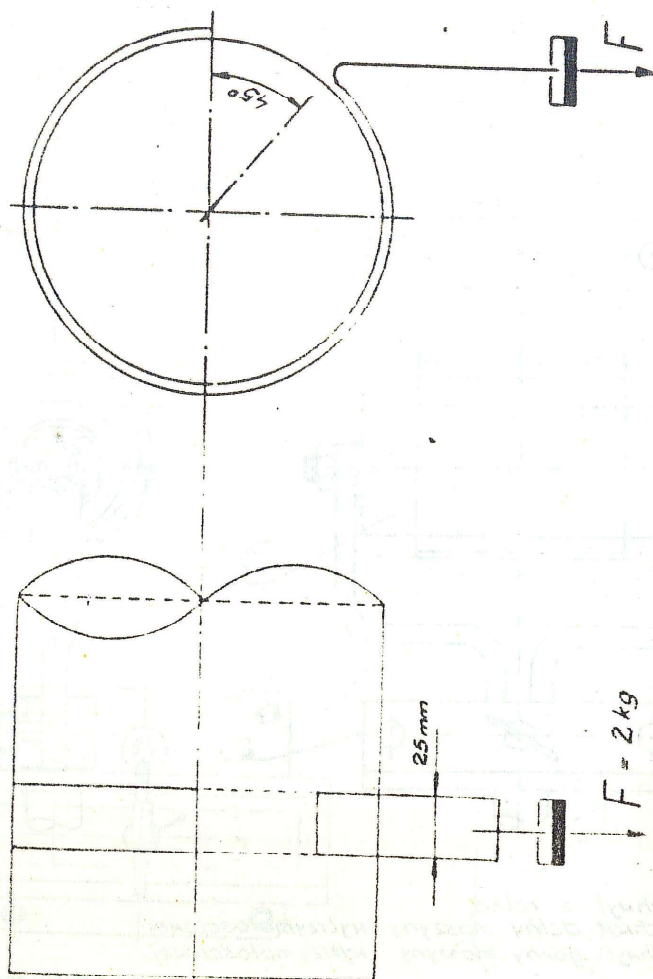
Po zmierzeniu wielkości potencjału anody łączy się przewodem obie rury z anodą na zewnątrz naczynia. Na skutek powstałego ogniwa następuje przepływ prądu. Przez cały czas badań kontroluje się pracę ogniwa mierząc prąd płynący w obwodzie rura-anoda. Po skończonym pomiarze, który powinien trwać od 1 - 3 miesięcy w miejscach sztucznych uszkodzeń zaczyna się powłokę w celu określenia wielkości powierzchni odstającej powłoki.

Technologia budowy gazociągów stosowane w Polsce polega na łączeniu na terenie budowy rur stalowych powlekanych polietylenem w hutach i izolowaniu spoin tych rur w warunkach terenowych. Do izolowania tych spoin stosuje się samoprzylepne taśmy polietylenowe nakładane na specjalne podkłady gruntujące. Metody badań powłok wykonanych z taśm samoprzylepnych są analogiczne do metod badań po-

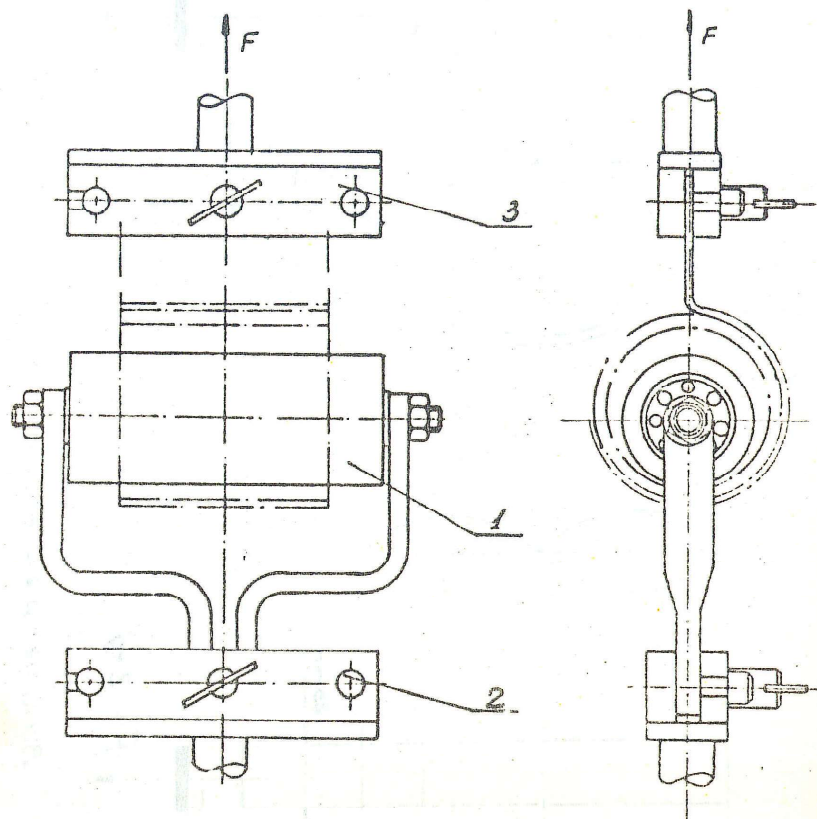
włók polietylenowych nałożonych metodą wytłaczania, przy czym stosuje się znacznie niższe kryteria a mianowicie :

- szczelność określa się przy napięciu probierczym $5 \text{ kV} + 5 \text{ kV/mm}$ grubości powłoki,
- przyczepność przez odrywanie paska izolacji siłą 2 N ,
- wytrzymałość na uderzenie przy energii uderzenia wynoszącej 2 Nm ,
- odporność na wgniecenie przy wywieraniu mniejszego nacisku $0,1 \text{ N/mm}^2$ przy zastosowaniu grota o większej powierzchni czołowej równej 100 mm^2 .

Na podstawie omówionych metod badań można w pełni ocenić jakość pokryć ochronnych z tworzyw sztucznych.



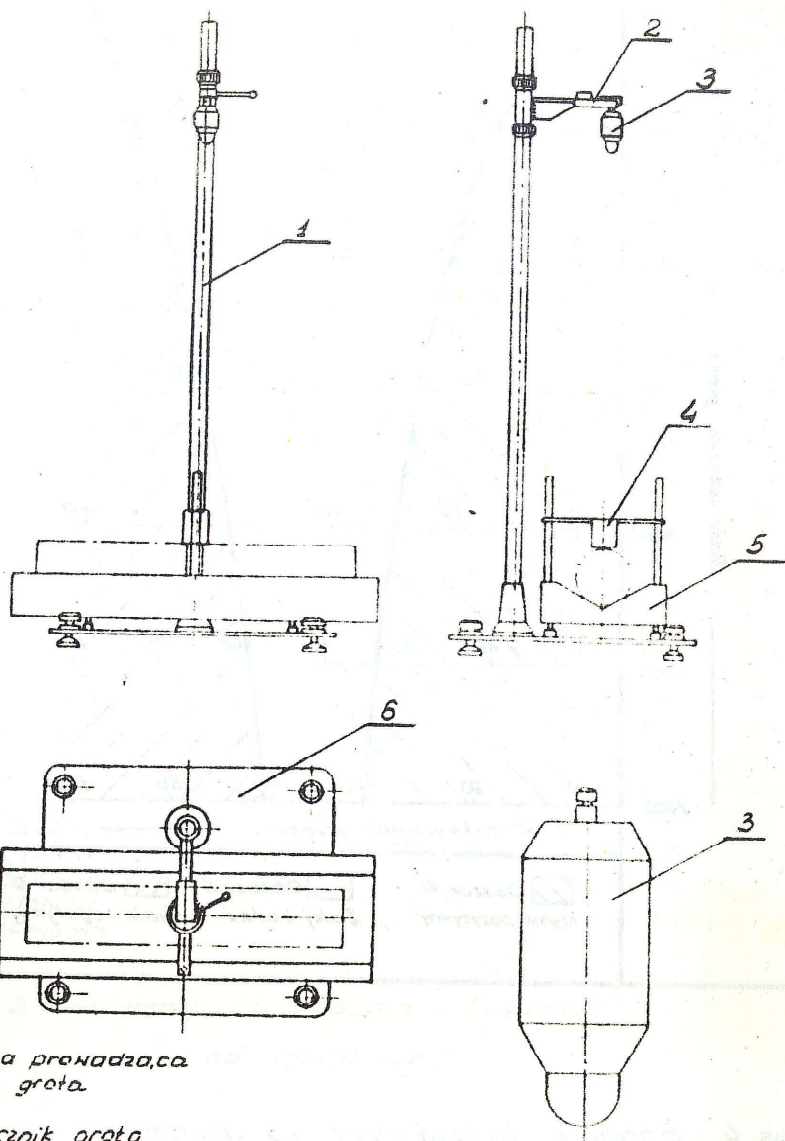
Rys. 1. Badanie przyczepności półkuli polietylenowej



1. Uchwyt z rolką
2. Uchwyt dolny maszyny wytrzymałościowej
3. Uchwyt górny maszyny wytrzymałościowej

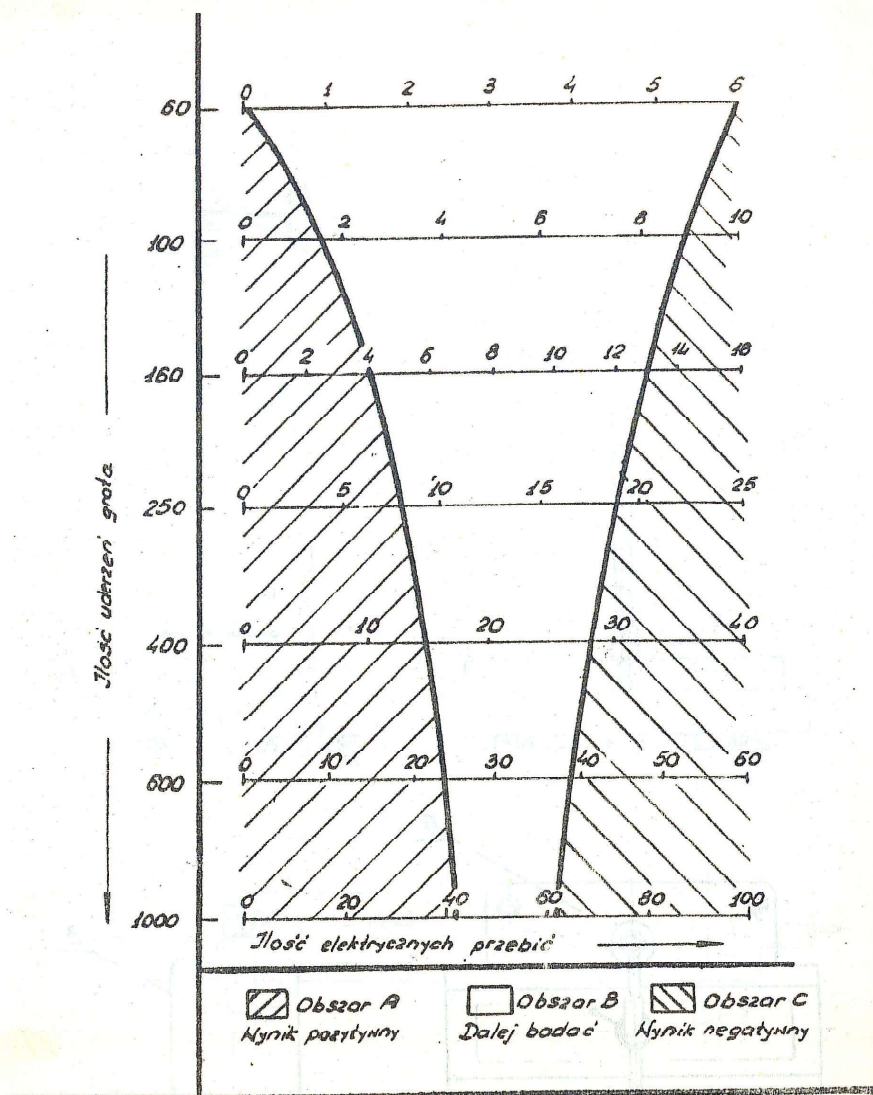
Rys. 2. Przyrząd do badania siły przylegania

1. Rolka
2. Uchwyt
3. Grot
4. Ogród
5. Przyrząd
6. Podstawa

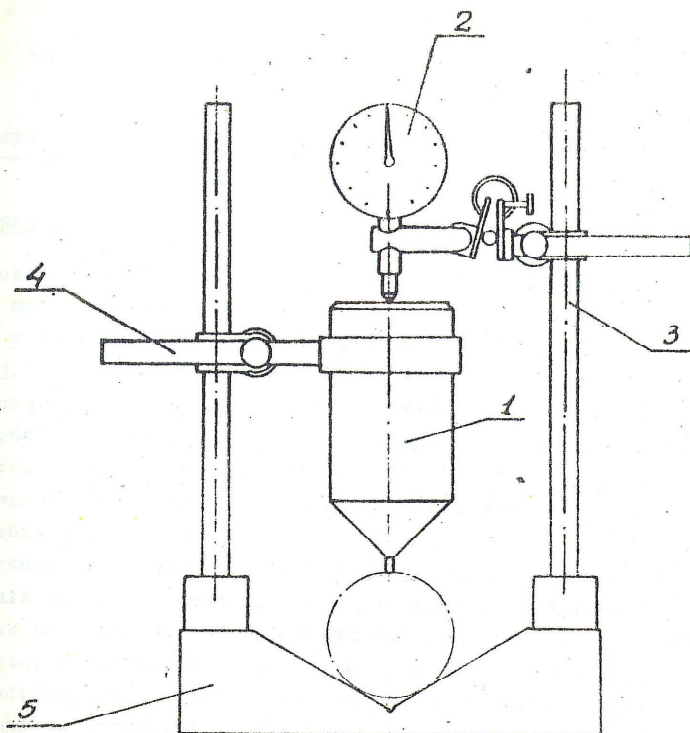


1. Kolumna prowadząca
2. Uchwyt grotu
3. Grot
4. Ogranicznik grotu
5. Pryzma
6. Podstawa

Rys. 3. Przyrząd do badania wytrzymałości na uderzenie



Rys. 4. Badanie wytrzymałości na uderzenie



1. Groź
2. Czujnik
3. Statyn
4. Uchwyt
5. Pryzma

Rys. 5. Przyrząd do badania wytrzymałości
na wgniotanie