ICS 77.120.20
H 61
备案号：8178—2001

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 0095—2000

埋地镁牺牲阳极试样试验室评价的试验方法

Test method for laboratory evaluation of magnesium sacrificial anode test specimens for underground applications

2000－12－25 发布　　2001－06－01 实施

国家石油和化学工业局　发布

目　次

前言 …… Ⅵ
1　范围 …… 1
2　引用标准 …… 1
3　方法提要 …… 1
4　仪器和设备 …… 1
5　试剂 …… 1
6　试样制备 …… 3
7　试验步骤 …… 4
8　计算和报告 …… 5
9　精确度与偏差 …… 5

前　言

为规范埋地镁牺牲阳极性能的测试方法，特制定本标准。本标准等效采用ASTM G97—89《埋地镁牺牲阳极试样试验室评价的标准试验方法》(1995年确认)。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由中国石油天然气股份有限公司规划总院归口。

本标准起草单位：中国石油天然气管道工程有限公司、天津大学。

本标准起草人　胡士信　孟宪级　李永亮　薛致远

本标准委托中国石油天然气管道工程有限公司负责解释。

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 0095—2000

埋地镁牺牲阳极试样试验室评价的试验方法

Test method for laboratory evaluation of magnesium sacrificial anode test specimens for underground applications

1 范围

1.1 本标准规定了一种试验室的试验方法，用于测定镁牺牲阳极（以下简称镁阳极）试样在饱和硫酸钙及饱和氢氧化镁环境中的两项基本性能：即电极的氧化电位和消耗单位试样质量而获得的电量（Q）值。用于地下的镁阳极通常被填包料所包裹。填包料最典型的配方是：75%的石膏粉（$CaSO_4 \cdot 2H_2O$）、20%的膨润土和5%的硫酸钠（Na_2SO_4）。本标准采用硫酸钙、氢氧化镁电解液，用于模拟埋设于石膏—膨润土—硫酸钠填包料中的长期环境条件。

1.2 阳极制造商或阳极用户可使用本标准对镁阳极的质量进行鉴别。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12336—1990 腐蚀数据统计分析标准方法

GB/T 13671—1992 不锈钢缝隙腐蚀电化学试验方法

3 方法提要

使已知直流电流通过串联连接的若干测试单元，每个测试单元包括一个预称质量的镁阳极试样、一个钢罐兼作阴极和已知成分的电解液。在14d的试验期中，多次测定试样的氧化电位，试验结束断电1h后再测一次，测出通过测试单元的总电量（Q）值。试验结束后，清理每个试样并称质量，同时计算所消耗的单位试样质量的电量（q）值。

4 仪器和设备

4.1 直流电源，至少能提供2mA电流和12V电压。

4.2 钢罐，其构造如图1所示。

4.3 铜库仑计（其构造如图2所示）或电子库仑计。

4.4 饱和甘汞参比电极。

4.5 电位计，输入阻抗大于或等于$10^7\Omega$。

4.6 天平，最大称量100g，感量0.1mg。

4.7 烘箱，工作温度可至110℃。

5 试剂

5.1 测试用电解液：将5.0g的$CaSO_4 \cdot 2H_2O$和0.1g的$Mg(OH)_2$加入1000mL GB/T 6682—1992

国家石油和化学工业局2000－12－25批准　　2001－06－01实施

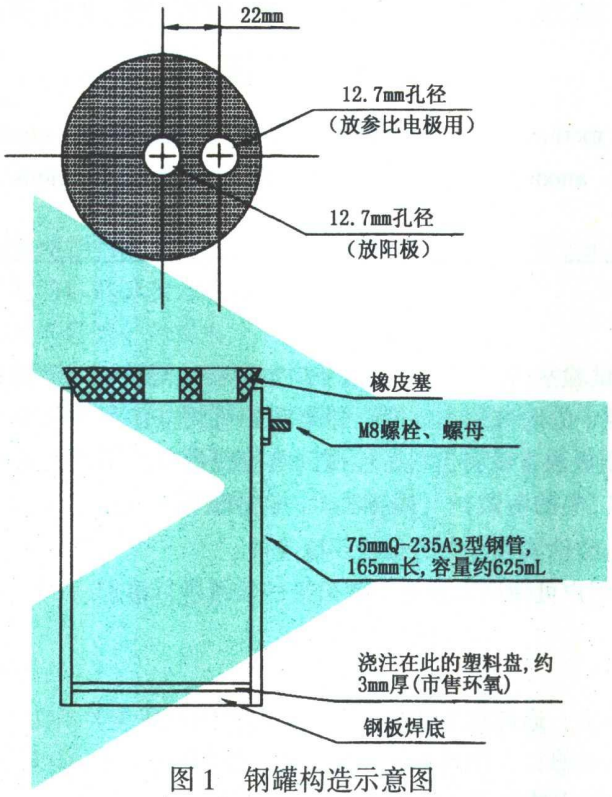


图 1　钢罐构造示意图

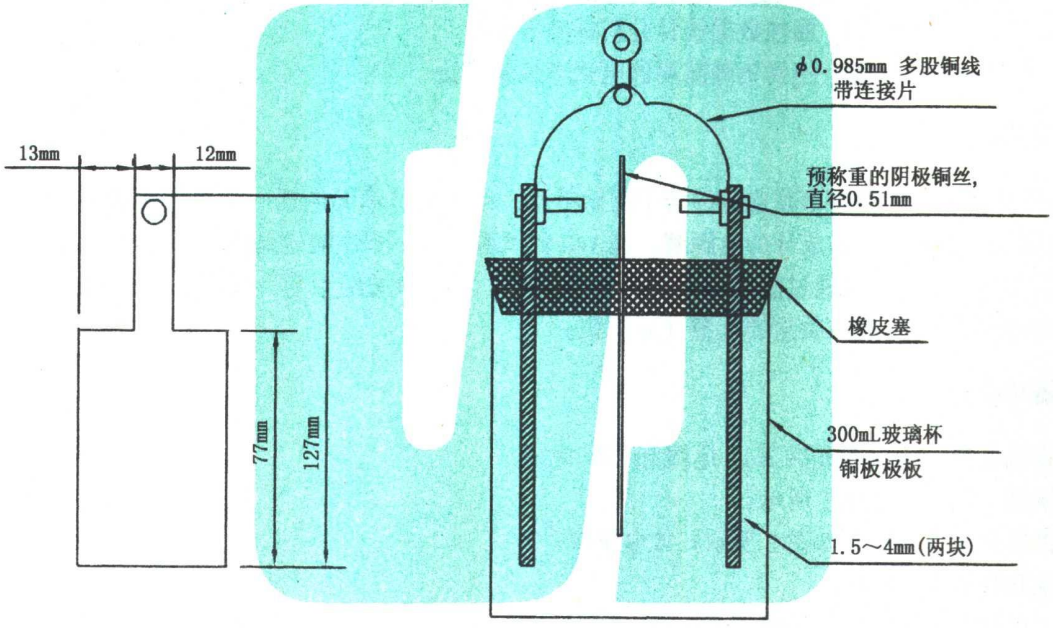


图 2　铜库仑计构造示意图

中规定的三级水中。

5.2　库仑计溶液：将 235g 的 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$，27mL 98% 的 H_2SO_4 和 $50cm^3$ 无水乙醇加入 900mL GB/T 6682—1992 中规定的三级水或更高等级的分析室用水中。

5.3　阳极清洗液：将 250g 的 CrO_3 加入 1000mL GB/T 6682—1992 中规定的三级水或更高等级的分析室用水中。

注：操作使用库仑计溶液和清洗液时，需注意保护眼睛及皮肤，试样的清洗应在通风橱中进行。

6 试样制备

6.1 按图 3 所示选取和制备铸造阳极的试样，取样部位应距底面 13mm。首先采用锯割方式获取 180mm×16mm×16mm 的毛坯，并在毛坯样的一个端面打上永久的标号。然后采用车床干加工制备 ϕ 12.7mm 的正式试样。车床操作参数为：车速 800r/min，走刀速度 0.5mm/r，切割深度小于或等于 1.9mm。车好的试样在非标号一端按 152mm 长度切断，并对端面进行精加工。

当供测试用的阳极按 6.1 的规定取样有困难时，可根据实际情况取样。

注：切割和车加工操作作业时，镁屑有起火的危险，应严加注意。

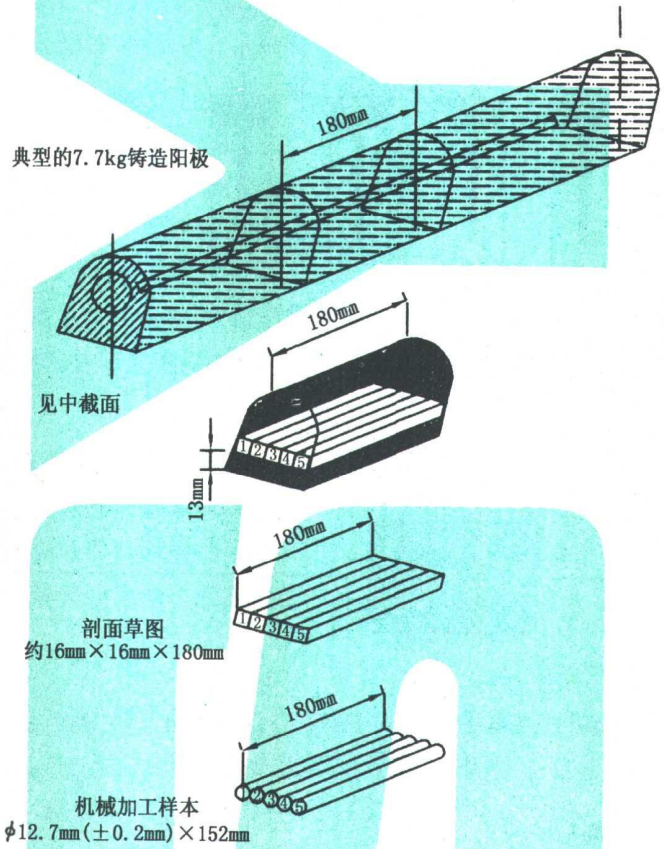


图 3 从铸造阳极制取试样

6.2 用蒸馏水清洗每个机加工的试样，然后用丙酮清洗，在 105℃ 的烘箱（见 4.7）内干燥 30min，冷却后称质量精确至 0.1mg。

注：经丙酮清洗后的试样，取放时操作人员应戴上干净的手套，以防污染试样。

6.3 用绝缘胶带屏蔽称质量后的试样，从底面 100mm 以上开始缠绕至顶端 13mm 处，暴露在电解液（见 5.1）中的面积是底面加上 100mm 长度的侧面，面积为 41.2cm^2。试验回路的电流为 1.60mA，阳极电流密度为 0.039mA/cm^2。

6.4 用软塑料毛刷擦拭钢罐（见 4.2）。如果钢罐（见 4.2）内表面已经被一层高电阻覆盖层遮覆，应采取喷砂、钢丝刷、刮擦，除去表面的坚硬附着物。

6.5 铜库仑计（见 4.3）按图 2 制备。用细磨料（00 号细度或更细）抛光库仑计用的铜丝，在 105℃ 的烘箱（见 4.7）中干燥 15min，随后冷却、称重。铜丝浸入在库仑计溶液（见 5.2）中的长度为 10～50mm。铜板阳极在装入库仑计（见 4.3）之前应予清洗，铜丝及铜片的纯度应大于或等于 99.9%。

6.6 图 4 是整个试验回路接线示意图。截面积为 0.985mm^2 的绝缘多股铜导线，每线两端均带鳄鱼

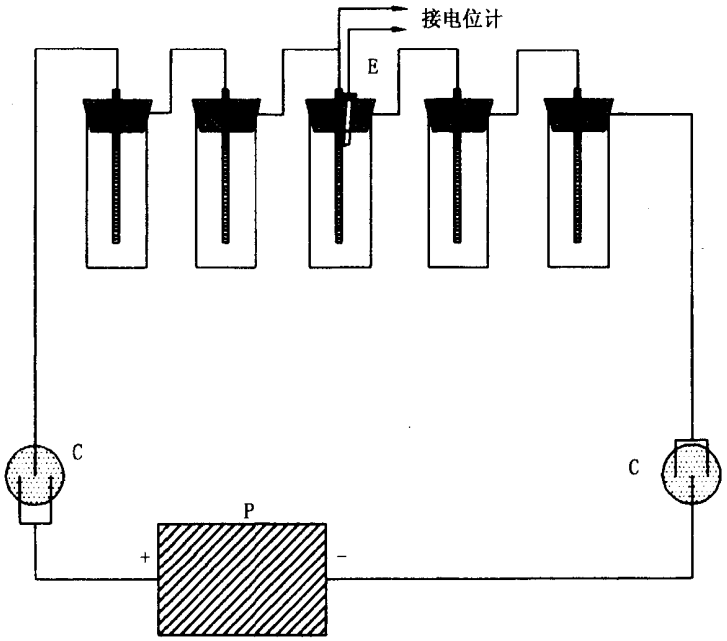
夹或接线片。饱和甘汞电极（见 4.4）仅在测定氧化电位时使用。

7 试验步骤

7.1 向兼作阴极的钢罐（见 4.2）中加注阳极测试用电解液（见 5.1），至距顶部 15mm 为止。

7.2 将试样插入钢罐（见 4.2）的橡皮塞中，再将带试样的橡皮塞装在兼作阴极用的钢罐（见 4.2）上。

7.3 按图 4 接线。



P—直流电源；C—$Cu/CuSO_4$ 库仑计；E—甘汞电极

图 4 试验回路接线示意图

7.4 接通电源（见 4.1），调节电流至 1.60mA。

7.5 在第 1 天、第 7 天和第 14 天，用饱和甘汞电极（见 4.4）及电位计（见 4.5）测定每个试样的闭路电位（如图 4）；根据 GB/T 13671 的规定，测定时甘汞电极（见 4.4）尖端距试样表面应在 10mm 之内。

7.6 试验期间，电解液（见 5.1）温度应为 22℃ ±5℃。

7.7 14d 后，切断电源；断电 1h 后，测定试样的开路电位，测定方法与闭路电位的测定（见 7.5）相同。

7.8 拆去试样上的连接导线，从钢罐（见 4.1）上取下橡皮塞，并从塞中取出试样，除去试样上的胶带。

7.9 将一空白试样放在已预热至 60～80℃的清洗液（见 5.3）中，放置 10min 后用自来水漂洗并在 105℃的烘箱（见 4.7）中干燥 30min。如果空白试样失重大于 5mg，则将清洗液（见 5.3）倒掉。如果空白试样失重小于 5mg，则将试样和空白试样同时放入 60～80℃的清洗液（见 5.3）中，放置 10min 后用自来水漂洗，在 105℃的烘箱（见 4.7）中干燥 3h。如果空白试样的失重大于 5mg，重新进行上述试验。

7.10 可供选择的另一种清洗方法是，将空白试样放在 60～80℃的清洗液（见 5.3）中浸泡 10min 改为在温室下的清洗液（见 5.3）中浸泡 30min。

注：使用过的化学废液应按照国家环境保护法规中的有关规定进行处理。

7.11 如果使用的是铜库仑计（见 4.3），从铜库仑计（见 4.3）上拆下的铜丝应用自来水漂洗，并在 105℃的烘箱（见 4.7）中干燥 30min。

7.12 从烘箱（见 4.7）中取出试样、空白试样、库仑计（见 4.3）铜丝，冷却至室温，称重精确至 0.1mg。

注：为避免试样和铜库仑计（见 4.3）的铜丝受到污染，称重时应戴上干净的手套操作。

8 计算和报告

8.1 计算和报告 14d 试验期内通过试验单元的电量（Q）值。

8.1.1 如果用的是铜库仑计（见 4.3），则电量（Q）值的计算见式（1）：

$$Q = K(M_2 - M_1) \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：Q ——通过试验单元的电量，A·h；

K ——铜的电化当量，0.8433A·h/g；

M_2 ——库仑计的铜丝试验后的质量，g；

M_1 ——库仑计的铜丝试验前的质量，g。

8.1.2 如果使用电子库仑计，电量（Q）值可以从电子库仑计上直接读取。

8.2 按式（2）计算和报告每个消耗试样单位质量所产生的电量（q）：

$$q = Q/(M_{mg1} - M_{mg2}) \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：q ——单位质量产生的电量，A·h/g；

M_{mg1} ——镁阳极试样的初始质量，g；

M_{mg2} ——镁阳极试样试验后的质量，g。

8.3 报告各试样的开路和闭路电位测定值。

9 精确度与偏差

9.1 依据 GB/T 12336 的规定，按下列数据评价所得结果是否在 5%的置信范围内。

9.1.1 重复性：由同一操作人员得出 5 个试样（试样完全等同）的平均值比平行的另 5 个试样平均值的差大于下列数值，则应认为测定结果是不可信的：

q 值	0.06A·h/g
最终的闭路电位	0.01V
开路电位	0.02V

9.1.2 再现性：如果某一试验室提交的 5 个试样（试样完全等同）的平均值比另一试验室的 5 个试样的平均值之差大于下列数值，则应认为测定结果是不可信的：

q 值	0.15A·h/g
最终的闭路电位	0.05V
开路电位	0.08V

9.1.3 由于铸件本身的不均匀性，由同一铸件上截取的几个试样，可能并不完全等同。确保被评估试样完全等同的一个办法是对同一个试样的重复测试。应在重复试验之前，用机加工的办法，重新整平试样的表面。量出新的直径值，并将测试电流密度调整到 0.039mA/cm^2。

9.2 按本标准得到的电位值及消耗单位质量的电量数，可能与现场应用所得的结果不一致。现场的结果一般小于本标准的测定值。