

## TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6874-4:2013

ISO 11114-4:2005

CHAI CHỨA KHÍ - TÍNH TƯƠNG THÍCH CỦA VẬT LIỆU LÀM CHAI VÀ LÀM VAN VỚI KHÍ CHỨA -  
PHẦN 4: PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỂ LỰA CHỌN VẬT LIỆU KIM LOẠI CHỊU ĐƯỢC SỰ GIÒN DO  
HYDRO

*Gas cylinders - Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents - Part 4: Test methods for selecting metallic materials resistant to hydrogen embrittlement*

### Lời nói đầu

TCVN 6874-4:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 11114-4:2005.

TCVN 6874-4:2013 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn Quốc gia TCVN/TC58 *Chai chứa khí* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 6874 (ISO 11114), *Chai chứa khí - Tính tương thích của vật liệu làm chai và làm van với khí chứa* bao gồm các phần sau:

- Phần 1: *Vật liệu kim loại;*
- Phần 2: *Vật liệu phi kim loại;*
- Phần 3: *Thử độ tự bốc cháy đối với vật liệu phi kim loại trong môi trường oxy;*
- Phần 4: *Phương pháp thử để lựa chọn vật liệu kim loại chịu được sự giòn do hydro.*

CHAI CHỨA KHÍ - TÍNH TƯƠNG THÍCH CỦA VẬT LIỆU LÀM CHAI VÀ LÀM VAN VỚI KHÍ CHỨA  
- PHẦN 4: PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỂ LỰA CHỌN VẬT LIỆU KIM LOẠI CHỊU ĐƯỢC SỰ GIÒN DO  
HYDRO

*Gas cylinders - Compatibility of cylinder and valve materials with gas contents - Part 4: Test methods for selecting metallic materials resistant to hydrogen embrittlement*

### 1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp thử và đánh giá các kết quả từ các thử nghiệm này để chứng nhận chất lượng các thép thích hợp cho sử dụng trong sản xuất các chai chứa khí (có dung tích nước đến 3000 L) dùng chứa các khí gây giòn do hydro và các khí gây giòn khác.

Tiêu chuẩn này chỉ áp dụng đối với chai chứa khí bằng thép không hàn.

Không áp dụng các yêu cầu của tiêu chuẩn nếu một trong các điều kiện sau đối với dịch vụ cung cấp khí được đáp ứng1).

- Áp suất làm việc của khí gây giòn được nạp nhỏ hơn 20% so với áp suất thử của chai;

- Áp suất riêng phần của khí gây giòn được nạp của hỗn hợp khí nhỏ hơn 5 MPa (50 bar) trong trường hợp các khí gây giòn do hydro và các khí gây giòn khác ngoại trừ hydro sunfua và metyl mecaptan, trong trường hợp này áp suất riêng phần không được vượt quá 0,25 MPa (2,5 bar).

## 2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn có ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản đã nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 6874-1 (ISO 11114-1), *Chai chứa khí - Tính tương thích của vật liệu làm chai và làm van với khí chứa - Phần 1: Vật liệu kim loại*;

TCVN 7388-1 (ISO 9809-1) *Chai chứa khí - Chai chứa khí bằng thép không hàn nạp lại được - Thiết kế, kết cấu và thử nghiệm - Phần 1: Chai chứa khí bằng thép tôi và ram có giới hạn bền kéo nhỏ hơn 1100 MPa*;

TCVN 7388-2 (ISO 9809-2) *Chai chứa khí - Chai chứa khí bằng thép không hàn nạp lại được - Thiết kế, kết cấu và thử nghiệm - Phần 2: Các chai bằng thép tôi và ram có giới hạn bền kéo lớn hơn hoặc bằng 1.100 MPa*;

TCVN 7388-3 (ISO 9809-3) *Chai chứa khí - Chai chứa khí bằng thép không hàn nạp lại được - Thiết kế, kết cấu và thử nghiệm - Phần 3: Các chai bằng thép thường hóa*;

TCVN 8286-1:2009 (ISO 7539-1:1987) *Ăn mòn kim loại và hợp kim - Thử ăn mòn ứng suất - Phần 1: Hướng dẫn quy trình thử chung*;

ISO 4287, *Geometrical product specification (GPS) - Surface texture: Profile method - Terms, definitions and surface texture parameters (Đặc tính hình học của sản phẩm (GPS) - Cấu trúc bề mặt: Phương pháp profil - Thuật ngữ, định nghĩa và các thông số của cấu trúc)*;

ISO 7539-6:2003, *Corrosion of metals and alloys - Stress corrosion testing - Part 6: Preparation and use of pre-cracked specimens for test under constant load or constant displacement (Ăn mòn của kim loại và hợp kim - Thử ăn mòn có ứng suất - Phần 6: Chuẩn bị và sử dụng các mẫu thử có vết nứt trước cho thử nghiệm với tải trọng không đổi hoặc chuyển vị không đổi)*;

ISO 11120, *Gas cylinders - Refillable seamless steel tubes for compressed gas transport, of water capacity between 150 l and 3 000 l - Design, construction and testing (Chai chứa khí - Ống thép không hàn nạp lại được dùng để vận chuyển khí nén có dung tích nước giữa 150L và 3000 L - Thiết kế, cấu tạo và thử nghiệm)*.

## 3. Thuật ngữ, định nghĩa và ký hiệu

### 3.1. Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau. Một số định nghĩa được sử dụng dựa trên các định nghĩa trong TCVN 8286-1:2009 (ISO 7539-1:1987).

### 3.1.1. Khí gây giòn (embrittling gases)

Các khí được liệt kê trong TCVN 6874-1:2013 (ISO 11114-1:2012), A.4, nhóm 2 và nhóm 11.

### 3.1.2. Áp suất phá hủy của hydro (hydrogen rupture pressure), $P_{H_2}$

Áp suất lớn nhất ghi được trong quá trình thử áp suất phá hủy của hydro.

### 3.1.3. Áp suất phá hủy của heli (helium rupture pressure), $P_{He}$

Áp suất lớn nhất ghi được trong quá trình thử áp suất phá hủy của heli.

### 3.1.4. Chỉ số giòn do hydro (hydrogen embrittlement index)

Giá trị lớn nhất của tỷ số  $p_{He}/p_{H_2}$  như là một phương trình của tốc độ tăng áp suất.

### 3.1.5. Sự tạo thành vết nứt do môi trường (environmentally - assisted cracking)

Tác dụng hỗ trợ lên kim loại gây ra bởi tác động đồng thời của một môi trường riêng và một ứng suất kéo tĩnh danh nghĩa dẫn đến việc tạo thành vết nứt.

### 3.1.6. Ứng suất giới hạn (threshold stress)

Ứng suất mà trên ứng suất này, đối với các điều kiện thử quy định, vết nứt sẽ bắt đầu và phát triển.

### 3.1.7. Hệ số cường độ ứng suất biến dạng phẳng (plane strain intensity factor), $K_1$

Hàm số của tải trọng tác dụng, chiều dài vết nứt và hình học của mẫu thử có các kích thước bằng ứng suất chiều dài.

CHÚ THÍCH:  $K_1$  xác định một cách duy nhất cường độ trường ứng suất đàn hồi tại đỉnh của một số vết nứt chịu các chuyển vị dạng hở.

### 3.1.8. Hệ số cường độ ứng suất giới hạn nhạy cảm với tạo thành vết nứt do môi trường (threshold stress intensity for susceptibility to environmentally-assisted cracking), $K_{1H}$

Hệ số cường độ ứng suất mà trên hệ số này, vết nứt do môi trường sẽ bắt đầu và phát triển đối với các điều kiện thử quy định trong trạng thái chịu biến dạng dẻo cao, nghĩa là trong trạng thái biến dạng phẳng là chủ yếu.

### 3.1.9. Sự tạo thành vết nứt do hydro (hydrogen assisted cracking - HAC)

Vết nứt được tạo thành do hydro

## 3.2. Ký hiệu

Tiêu chuẩn này sử dụng các ký hiệu sau:

$a$  Chiều dài hiệu quả của vết nứt được đo từ đỉnh vết nứt tới mặt phẳng chất tải.

$a_0$  Giá trị trung bình của  $a$ .

$B$  Chiều dày mẫu thử.

$e_m$  Chiều dày trung bình của đĩa.

$E$  Modun đàn hồi.

$K_{APP}$  Cường độ ứng suất đàn hồi áp dụng.

$K_{IH}$  Hệ số cường độ ứng suất mất giới hạn.

$m$  Chuyển vị đàn hồi trên đơn vị tải trọng  $m$ .

$P$  Tải trọng áp dụng.

$P_r$  Áp suất phá hủy thực.

$P_r$  Áp suất phá hủy hiệu chỉnh.

$P_{rH_2}$  Áp suất phá hủy hiệu chỉnh của hydro.

$P_{rHe}$  Áp suất phá hủy lý thuyết của heli tương đương với tốc độ tăng áp suất tương tự như đối với thử nghiệm hydro được tính toán bằng phép hồi qui từ áp suất phá hủy hiệu chỉnh của heli.

$R_m$  Giá trị thực của giới hạn bền dẻo.

$R_{P0,2}$  Giá trị trung bình của giới hạn chảy đo được của ba mẫu từ chai thử đại diện cho vị trí của mẫu thử HAC ở nhiệt độ phòng.

$V$  Chuyển vị của khe hở miệng nứt (CMOD) được định nghĩa là dạng 1 (cũng được gọi là dạng khe hở), thành phần của chuyển vị vết nứt do biến dạng đàn hồi và biến dạng dẻo, được đo ở vị trí trên một bề mặt vết nứt có chuyển vị đàn hồi lớn nhất trên một đơn vị tải trọng,  $m$ .

$W$  Chiều rộng hiệu quả của một mẫu thử rắn chắc được đo từ mặt sau (lưng) tới mặt phẳng chất tải.

$Y$  Hệ số của hệ số cường độ ứng suất thu được từ phân tích ứng suất đối với một dạng hình học riêng của mẫu thử liên kết hệ số cường độ ứng suất cho chiều dài đĩa cho của vết nứt với tải trọng và các kích thước của mẫu thử.

#### 4. Quy định chung

Các phương pháp thử được mô tả trong Điều 5 có hiệu lực đối với áp suất làm việc tới 300 bar. Đối với các áp suất làm việc cao hơn phải có sự kiểm tra bổ sung. Phải thực hiện các thử nghiệm để lựa chọn các loại thép cho các chai chứa khí hydro. Các loại thép crom-molipden được tối ưu và ram đảm bảo giới hạn bền kéo thực lớn nhất 950 MPa mà không cần thiết phải qua thử nghiệm và có thể được sử dụng một cách

an toàn cho kết cấu của chai chứa hydro. Đối với các thép cacbon-mangan có thể áp dụng các giới hạn khác [xem TCVN 7388-1 (ISO 9809-1)].

Các thử nghiệm được mô tả trong Điều 5 là các “thử nghiệm cấp chứng chỉ” cho một loại thép đã cho. Điều này có nghĩa là không cần phải lặp lại các thử nghiệm này cho mỗi kiểu chai một khi thép đã được chứng nhận hoặc cấp chứng chỉ cho một mức độ bền thiết kế riêng.

Các mẫu thử phải được lấy từ các chai đại diện hoặc từ một chi tiết của ống (đối với các chai dài theo ISO 11120) đại diện cho quá trình chế tạo có liên quan bao gồm cả xử lý nhiệt.

Các mẫu thử phải có độ bền cơ học không thấp hơn giới hạn bền kéo lớn nhất được dự định sử dụng cho các chai chứa khí được chế tạo. Nếu sau đó độ bền lớn nhất của thép được dự định tăng lên thì phải thực hiện thử nghiệm cấp chứng chỉ hoặc chứng nhận mới.

Về sự thay đổi có thể có của thành phần hóa học, phải ghi lại thành phần hóa học của thép được thử trong báo cáo thử nghiệm cấp chứng chỉ và sự khác biệt về thành phần hóa học đối với các thép được sử dụng trong thực tế cho các chai chứa khí không được vượt quá “độ chênh lệch cho phép” theo TCVN 7388-2(ISO 9809-2). Ngoài ra, đối với sunfua và photpho, các độ chênh lệch cho phép này được giới hạn tới 0,005 % và 0,010 %. Trong bất cứ trường hợp nào hàm lượng photpho của các chai được cấp chứng chỉ hoặc các chai trong sản xuất cũng không được vượt quá 0,015 %.

Về xử lý nhiệt, nhà sản xuất phải quy định các nhiệt độ và thời gian có liên quan, và các điều kiện về tôi (nếu thích hợp). Bất cứ sự cải tiến nào về xử lý nhiệt cần đến sự phê duyệt kiểu mới đều phải qua thử nghiệm cấp chứng chỉ mới.

Để cấp chứng chỉ cho một loại thép đã cho dùng để chế tạo các chai chứa khí, có thể sử dụng phương pháp A, B hoặc C (xem 5.1, 5.2 và 5.3). Ngoài ra phải thực hiện các phép thử kéo (xem 5.4).

## 5. Phương pháp thử

### 5.1. Thử đĩa (phương pháp A)

#### 5.1.1. Nguyên lý thử

Một mẫu thử có dạng đĩa được đưa vào lắp để thử áp suất khí tăng lên với tốc độ tăng áp suất không đổi tới khi mẫu thử bị nổ hoặc nứt vỡ. Hiệu ứng giòn do hydro là bằng chứng để so sánh các áp suất phá hủy của hydro  $P_{H_2}$  với các áp suất phá hủy của heli  $P_{He}$  được chọn làm khí chuẩn.

Phải xác định tỷ số  $P_{He}/P_{H_2}$

Tỷ số này càng thấp thì thép có độ bền càng cao với sự hiện diện của hydro. Tỷ số này phụ thuộc vào tốc độ tăng áp suất và phải được giữ không thay đổi trong toàn bộ quá trình thử.

CHÚ THÍCH 1: Các áp suất phá hủy của hydro cũng phụ thuộc vào độ tinh khiết của khí hydro. Oxy hoặc các vết hơi nước có thể dùng kim hãm một phần hiệu ứng giòn do hydro.

CHÚ THÍCH 2: Có thể thực hiện thử nghiệm với bất cứ khí hoặc hỗn hợp gây giòn khác (ví dụ  $H_2S$ , các hydrua). Chỉ số giòn của khí được xem xét sau đó sẽ được xác định một cách tương tự.

#### 5.1.2. Điều kiện và quy trình thử

### 5.1.2.1. Đĩa mẫu thử

Đĩa mẫu thử phải phẳng và được mài (hoặc được gia công cơ tót độ nhẵn bề mặt tương đương) và phải có các đặc tính sau:

- Đường kính:  $58 \begin{smallmatrix} 0 \\ -0,5 \end{smallmatrix}$  mm;
- Chiều dày:  $0,75 \text{ mm} \pm 0,005 \text{ mm}$ ;
- Độ phẳng: nhỏ hơn độ võng (biến dạng)  $1/10 \text{ mm}$ .

Trạng thái bề mặt (cả hai mặt):

- Độ nhám: trị số Ra (xem ISO 4287) nhỏ hơn  $0,001 \text{ mm}$ . Độ nhám bề mặt của các mẫu thử dùng cho các thử nghiệm với  $\text{H}_2$  và  $\text{H}_e$  phải như nhau;
- Không có vết oxit.

Phải thực hiện các nguyên công sau để kiểm tra chất lượng mẫu thử:

- Ngay sau khi chuẩn bị lần cuối cùng và trước khi thử nghiệm, bảo quản các mẫu thử trong môi trường khô, ví dụ tủ sấy;
- Làm sạch dầu mỡ cho mẫu thử và kiểm tra chiều dày tại 4 điểm cách nhau  $90^\circ$  để xác định chiều dày trung bình;
- Xác định độ cứng của đĩa (ví dụ, độ cứng Vicker) trên chu vi ngoài của đĩa để xác minh rằng quá trình gia công có không làm thay đổi các tính chất ban đầu của vật liệu.

### 5.1.2.2. Thiết bị và dụng cụ khác

Thiết bị thử (xem Hình 1) gồm có hai chi tiết dạng bích bằng thép không gỉ được gắn với đĩa. Ở bên dưới đĩa có thể tích khoảng  $5 \text{ cm}^3$ . Ở phía trên có lắp một vòng bằng thép độ bền cao ( $R_m \geq 1100 \text{ MPa}$ ). Đường kính trong của vòng là  $25,5 \text{ mm}$  và bán kính cong của vòng tại mức đường kính lắp là  $0,5 \text{ mm}$ .

Sự xả khí có thể xảy ra sau khi hai đĩa bị nổ hoặc qua lỗ xả của chi tiết dạng bích ở phía trên hoặc phía dưới ra khí quyển. Kết cấu này cho phép rút khí ra khỏi thiết bị thử và kiểm tra độ tinh khiết của hydro và tình trạng không bị ảnh hưởng bởi oxy ( $\text{O}_2 < 1 \text{ ml/l}$ ) hoặc hơi nước ( $\text{H}_2\text{O} < 3 \text{ ml/l}$ ). Kết cấu này cũng cho phép điều chỉnh lưu lượng khí và điều chỉnh tốc độ tăng áp.

Bộ phận bít kín phải là một vòng O đàn hồi dùng cho thử nghiệm với heli và cho thử nghiệm với hydro ở các tốc độ lớn hơn  $10 \text{ bar/min}$ . Đối với thử nghiệm với hydro ở các tốc độ vượt quá  $10 \text{ bar/min}$ , phải sử dụng các vòng O bằng indi. Để lắp ráp chi tiết dạng bích, nên sử dụng mười bulông bằng thép có độ bền cao, có kích thước điển hình là M10 hoặc tương đương. Momen xiết chặt phải là  $30 \text{ N.m}$  đối với các vòng O đàn hồi và  $100 \text{ N.m}$  đối với các vòng O bằng indi. Hydro và heli phải được bảo quản trong các bình chịu áp lực cao được nối với thiết bị thử. Phải sử dụng van điều chỉnh lưu lượng giữa bình chịu áp lực cao và thiết bị để điều chỉnh tốc độ tăng áp suất.

### 5.1.2.3. Quy trình thử

Để thỏa mãn kết quả của tiến trình thử nghiệm, phải thực hiện các nguyên công sau:

- Rút khí (tạo chân không) của thiết bị thử bằng cách bơm để loại bỏ bất cứ các vết (lượng nhỏ) không khí hoặc hơi ẩm nào được hấp thụ bởi các thành. Làm sạch bằng khí được sử dụng, cũng có thể bằng bơm chân không để nâng cao hiệu quả làm sạch.
- Kiểm tra độ tinh khiết của khí trước khi thử.
- Điều chỉnh lưu lượng khí để đạt được tốc độ tăng áp suất thích hợp.
- Cách ly thiết bị thử (lúc bắt đầu tăng áp suất).

Tốc độ tăng áp suất phải được giám sát trong toàn bộ quá trình thử. Tốc độ tăng áp suất phải ổn định và được giữ cho không thay đổi khi bỏ qua hệ số nén của khí có áp.

Các áp suất phá hủy phải được ghi chép lại từ các số đọc ghi được tại lúc kết thúc thử nghiệm. Áp kế phải có độ chính xác đến  $\pm 2\%$  đối với áp suất phá hủy đo được.

Phải thực hiện các thử nghiệm với hydro (về chất lượng xem 5.2.2.3) và với heli ( $H_2O < 3\text{ ml/l}$ ) đối với dải tốc độ tăng áp suất được phân bố đều từ 0,1 bar/min đến 1000 bar/min. Khi sử dụng các tốc độ tăng áp suất này phải xác lập giá trị nhỏ nhất của áp suất phá hủy (xem Hình 2). Phải sử

dụng giá trị nhỏ nhất này để tiến hành thử nghiệm còn lại. Thường qui định rằng 6 thử nghiệm với heli và 9 thử nghiệm với hydro (nghĩa là tổng số 15 thử nghiệm) là đủ cho toàn bộ việc đánh giá về vật liệu.

### 5.1.3. Xử lý và giải thích các kết quả thử

#### 5.1.3.1. Chiều dày của đĩa

Áp suất phá hủy  $P_r$  phải được hiệu chỉnh có hệ thống đối với sai lệch so với giá trị "lý tưởng" tương đương với thử nghiệm đĩa có chiều dày tiêu chuẩn.

Áp suất phá hủy được hiệu chỉnh  $P_r'$  phải được xác định theo công thức:

$$P_r' = \frac{P_r \times 0,75}{e_m}$$

trong đó

$e_m$  là chiều dày trung bình của đĩa.

#### 5.1.3.2. Trình bày và giải thích các kết quả thử

Các áp suất phá hủy, được hiệu chỉnh như đã chỉ dẫn trong 5.1.3.1, phải được vẽ thành đồ thị tương ứng với tốc độ tăng áp suất trung bình (áp suất phá hủy thực chia cho thời gian thử) được biểu thị bằng bar/min (xem Hình 2).

Đối với mỗi thử nghiệm hydro, tính toán tỷ số:

$$P_{rHe}/P_{rH_2}$$

trong đó

$P_{rHe}$  là áp suất phá hủy lý thuyết của heli tương đương với tốc độ tăng áp suất tương tự như đối với thử nghiệm hydro, được tính toán bằng phép hồi qui từ áp suất phá hủy được hiệu chỉnh của heli.

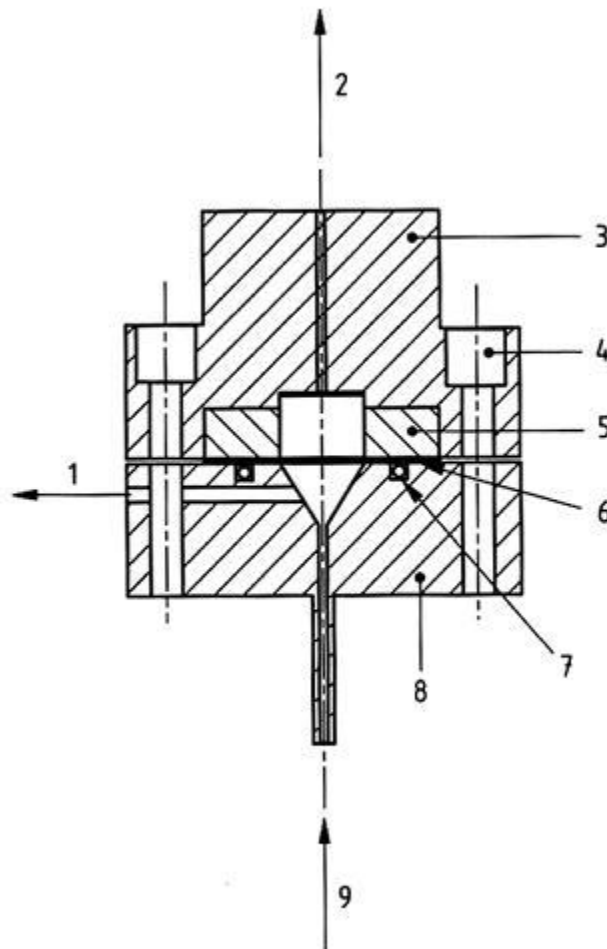
$P_{rH_2}$  là áp suất phá hủy được hiệu chỉnh của hydro.

Các tỷ số  $P_{rHe}/P_{rH_2}$  phải được vẽ thành đồ thị với tốc độ tăng áp suất (xem Hình 3).

Các kết quả thử phải được giải thích với lưu ý rằng chỉ số giòn của một vật liệu là giá trị lớn nhất của tỷ số đã nêu trên và vật liệu phải được xem là thích hợp đối với các chai chứa hydro được nén nếu chỉ số này nhỏ hơn hoặc bằng 2.

#### 5.1.4. Báo cáo thử

Phải báo cáo các điều kiện thử chi tiết (độ tinh khiết của khí, áp suất phá hủy, độ cứng của mẫu thử, tỷ số  $P_{rHe}/P_{rH_2}$ , chỉ số giòn) và bản vẽ thiết kế của chai bao gồm cả các tính chất của vật liệu, thành phần hóa học và các điều kiện xử lý nhiệt của chai đựng thử.

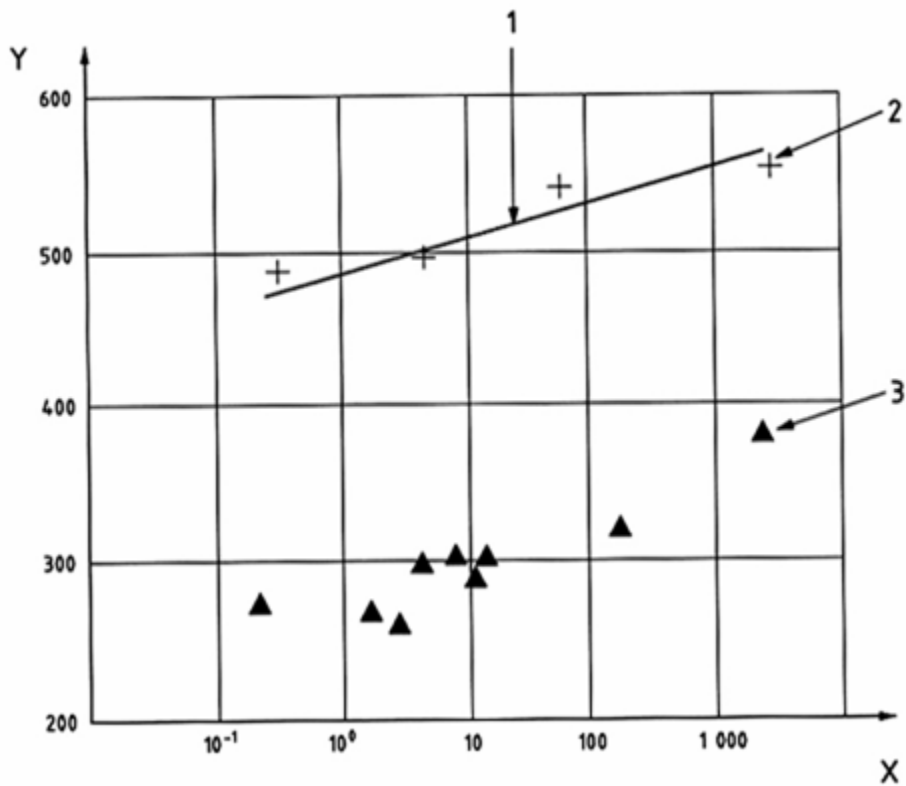




CHÚ DẪN:

- 1 Lỗ để hút khí và điều chỉnh lưu lượng.
- 2 Lỗ xả.
- 3 Chi tiết dạng bích ở phía trên.
- 4 Lỗ bulông.
- 5 Vòng bằng thép có độ bền cao.
- 6 Đĩa.
- 7 Vòng O.
- 8 Chi tiết dạng bích phía dưới.
- 9 Đường vào của khí.

Hình 1 - Thiết bị thử



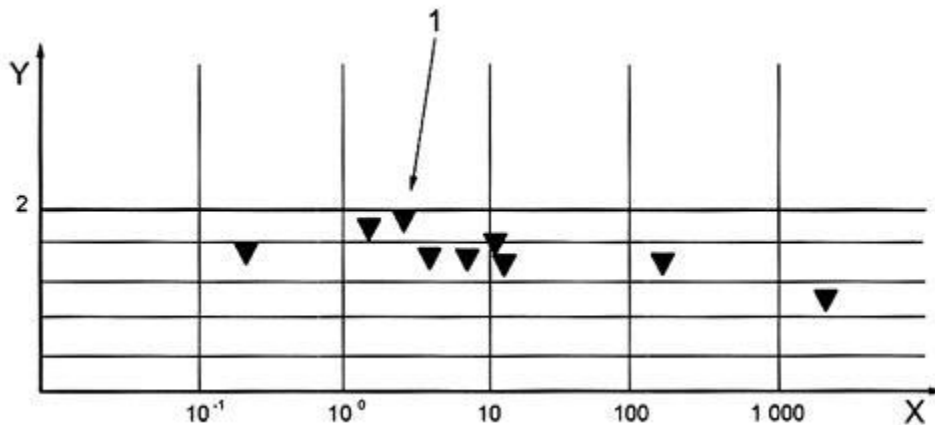
X Tốc độ tăng áp suất (bar/min).

Y Áp suất phá hủy được hiệu chỉnh (bar).

CHÚ DẪN:

- 1 Đường cong hồi qui.
- 2 Áp suất phá hủy được hiệu chỉnh của heli ( $P_{rHe}$ ).
- 3 Áp suất phá hủy được hiệu chỉnh của hydro ( $P_{rH_2}$ ).

Hình 2 - Ví dụ về các áp suất phá hủy được hiệu chỉnh của heli và hydro là một hàm số của tốc độ tăng áp suất



X Tốc độ tăng áp suất (bar/min).

Y  $P_{rHe}/P_{rH_2}$ .

CHÚ DẪN:

- 1 Chỉ số giòn do hydro.

Hình 3 - Ví dụ về tỷ số  $P_{rHe}/P_{rH_2}$  là một hàm số của tốc độ tăng áp suất

## 5.2. Thử phá hủy cơ học

### 5.2.1. Nguyên lý của phương pháp thử

Điều này quy định phương pháp xác định hệ số cường độ ứng suất giới hạn ( $K_{1H}$ ) đối với khả năng dễ bị nứt của các vật liệu kim loại trong thử khí hydro.

Quy trình bao hàm việc sử dụng các mẫu thử kéo đặc được gia công cơ như đã mô tả trong ISO 7539-6 để xác định hệ số cường độ ứng suất giới hạn như đã mô tả trong TCVN 8286-1:2009 (ISO 7539-1:1987).

Phép thử yêu cầu phải có một mẫu thử chứa một rãnh được gia công cơ. Rãnh này được kéo dài bởi sự tạo thành vết nứt mỗi với tải trọng kéo gia tăng trong quá trình tiếp xúc với môi trường khí hydro có áp. Mục tiêu của thử nghiệm là định lượng các điều kiện trong đó có thể xảy ra sự lan truyền của vết nứt có sự hỗ trợ của môi trường.

Nếu các mẫu thử vượt qua được các yêu cầu của thử nghiệm thì vật liệu được xem là thích hợp đối với các chai chứa khí được nạp hydro có áp.

## 5.2.2. Tiến hành thử

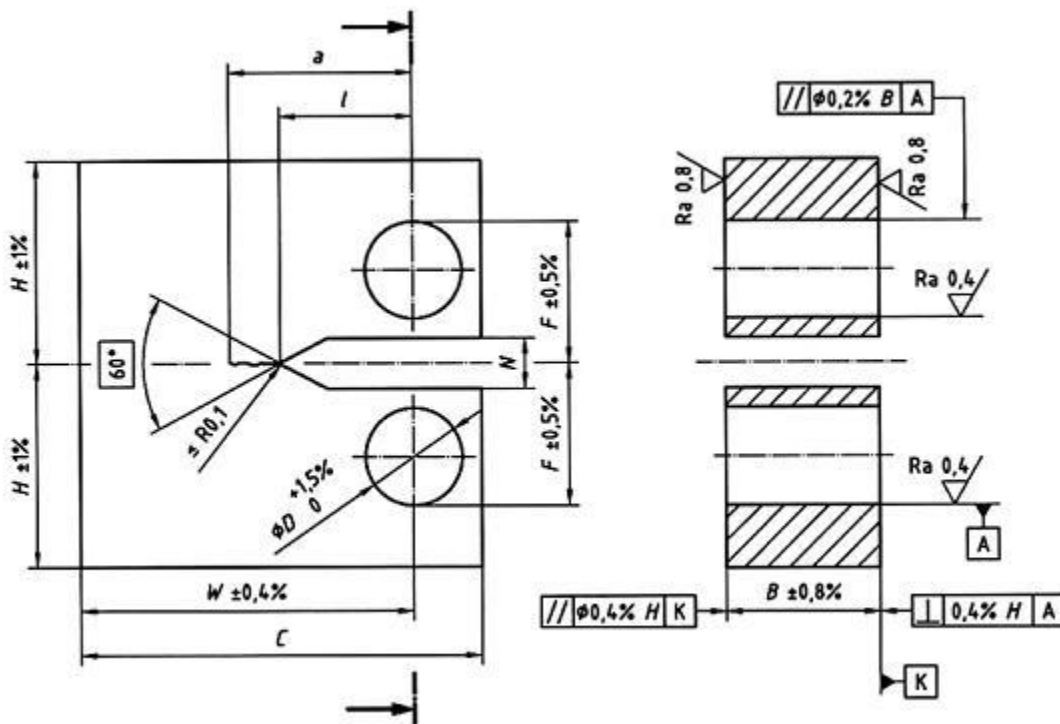
### 5.2.2.1. Kiểu mẫu thử

Phép thử yêu cầu phải sử dụng một mẫu thử kéo đặc (CT) phù hợp với dạng hình học được cho trên Hình 4 (Hình 3 của ISO 7539-6:2003) có kích thước  $W = 26 \text{ mm}$  và  $B$  bằng chiều dày lớn nhất cho phép bởi độ cong thành chai và chiều dày nhưng không nhỏ hơn 85% chiều dày thiết kế của chai được cấp chứng chỉ. Sự định hướng (Y-X) của mẫu thử so với đường trục của chai được chỉ dẫn trên Hình 5.

Phải thử ít nhất là 2 mẫu thử đối diện nhau theo đường kính từ thành chai. Không cho phép làm phẳng các mẫu thử. Nếu chiều dày mẫu thử không thể đáp ứng được các yêu cầu có hiệu lực của ISO 7539-6 thì phải thử mẫu thử dày nhất như đã quy định ở trên.

Kích thước tính bằng milimét

Các giá trị nhám bề mặt tính bằng micromet



CHÚ DẪN:

Chiều rộng thực =  $W$ .

Chiều rộng tổng,  $C = 1,25W$ , nhỏ nhất.

Chiều dày,  $B = 0,5W$ .

Một nửa chiều cao,  $H = 0,6 W$ .

Đường kính lỗ,  $D = 0,25 W$ .

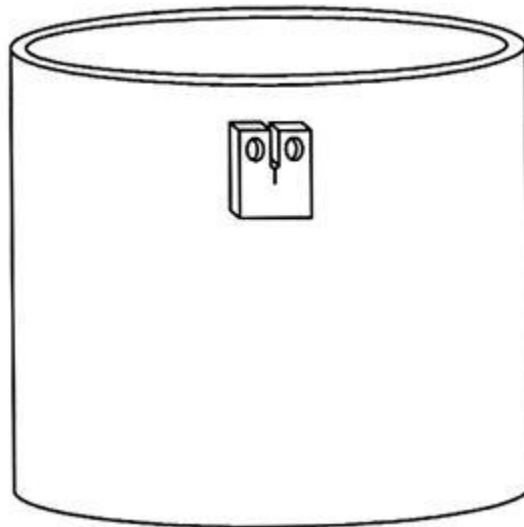
Một nửa khoảng cách giữa các mép ngoài của lỗ,  $F = 1,6 D$ .

Chiều rộng vành,  $N = 0,065 W$ , lớn nhất.

Chiều dài hiệu dụng của rãnh,  $l = 0,25 W$  đến  $0,40 W$ .

Chiều dài hiệu dụng của rãnh,  $a = 0,45 W$  đến  $0,55 W$ .

**Hình 4 - Các kích thước có tỷ lệ và dung sai của các mẫu thử kéo đặc**



**Hình 5 - Mẫu thử: kiểu và sự định hướng**

#### 5.2.2.2. Chuẩn bị mẫu thử

Trước khi tạo thành vết nứt mỗi sơ bộ (ban đầu), tất cả các tiếp điểm và dây dẫn điện yêu cầu cho giám sát vết nứt phải được gắn vào mẫu thử. Mẫu thử phải được làm sạch hoàn toàn khỏi dầu mỡ, đặc biệt là đối với vùng đỉnh của rãnh.

Trong các nguyên công tiếp sau, đặc biệt đối với vết nứt mỗi sơ bộ, mẫu thử không được bị nhiễm bẩn để bảo đảm cho mặt trước của vết nứt phải sạch. Phải tiến hành tạo vết nứt mỗi sơ bộ trong buồng thử có môi trường hydro và các yêu cầu chung được chi tiết hóa trong Điều 6 của ISO 7539-6:2003 về sự bắt đầu và lan truyền vết nứt mỗi phải được đáp ứng. Tải trọng tạo ra vết nứt sơ bộ lớn nhất cuối cùng phải sinh ra cường độ ứng suất lớn nhất cuối cùng thấp hơn cường độ ứng suất ban đầu được yêu cầu cho thử nghiệm.

Khi hoàn thành việc tạo vết nứt mỗi sơ bộ, mẫu thử phải được đo như đã chi tiết hóa trong Điều 7 của ISO 7539-6: 2003 để xác định chiều dày  $B$ , chiều rộng  $W$  và chiều dài trung bình của vết nứt mỗi sơ bộ (ban đầu) trên các bề mặt mẫu thử. Phải sử dụng giá trị cuối cùng trong các giá trị này để đánh giá tải trọng cần thiết để tạo ra cường độ ứng suất ban đầu được yêu cầu.

Để ngăn ngừa sự oxy hóa tại đỉnh vết nứt, mẫu thử phải được đưa ngay vào thử nghiệm. Nếu vì bất cứ lý do nào yêu cầu này không thể thực hiện được thì mẫu thử phải được bảo quản trong môi trường sạch, khô cho tới khi sẵn sàng cho mẫu thử.

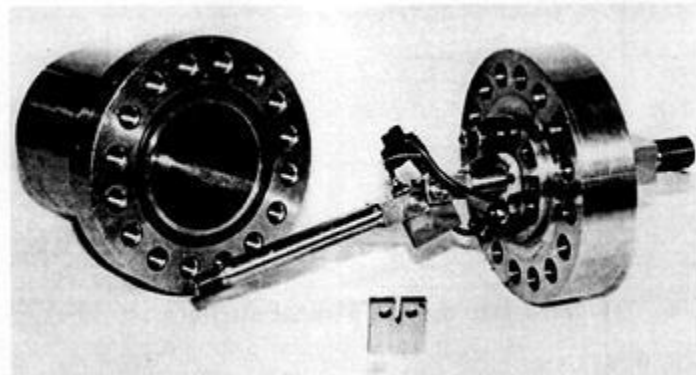
### 5.2.2.3. Áp suất và độ tinh khiết của khí

Áp suất của hydro trong buồng thử phải là 150 bar với độ sạch của hydro tối thiểu phải là 99,9999 % và  $O_2 \leq 3 \text{ ml/l}$ . Khí này phải được bảo hiểm bởi chứng chỉ của lô về sự phù hợp.

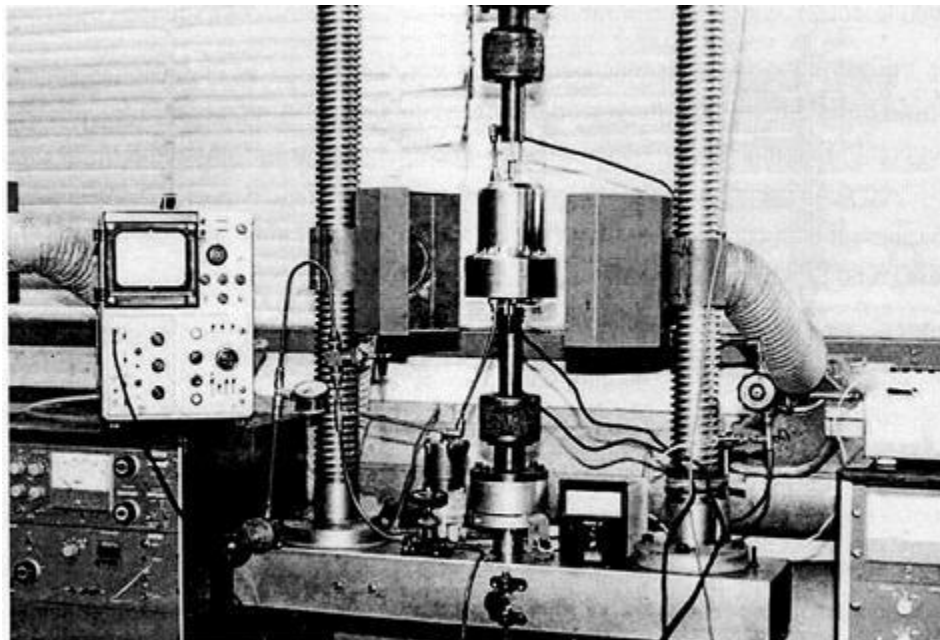
Theo cách khác, có thể sử dụng khí có độ sạch 99,9999 % ( $O_2 \leq 0,1 \text{ ml/l}$  và  $H_2O \leq 0,5 \text{ ml/l}$ ) và được bảo hiểm với chứng chỉ riêng về sự phù hợp.

### 5.2.2.4. Thiết bị thử

Các thử nghiệm phải được tiến hành trong một buồng bằng thép không gỉ, được chỉ dẫn cùng với các thanh chất tải và mẫu thử trên Hình 6 và được lắp đặt trên máy thử thủy lực secvo (Hình 7).



Hình 6 - Buồng bằng thép không gỉ có chỉ dẫn các thanh chất tải và mẫu thử.



### Hình 7 - Máy thử thủy lực secvo

Sau khi lắp đặt mẫu thử, buồng thử phải được rút khí (tạo chân không) tới áp suất < 130 Pa trước khi dẫn khí hydro vào. Độ tinh khiết của môi trường khí trong buồng thử phải theo quy định trong 5.2.2.3.

Phải phát hiện và giám sát sự bắt đầu và phát triển tiếp sau của vết nứt bằng phương pháp sụt thế của dòng điện một chiều (DCPD).

#### 5.2.2.5. Phương pháp thử

Nếu không có sự hiểu biết trước về hệ số cường độ ứng suất giới hạn của vật liệu thì phép thử phải được bắt đầu bằng sử dụng một tải trọng để tạo ra hệ số cường độ ứng suất 1 MPa.m<sup>0.5</sup> tại đỉnh vết nứt. Mặt khác, có thể bắt đầu thử nghiệm ở một số cường độ ứng suất tương đương với, nhưng không vượt quá 50 % hệ số cường độ ứng suất thu được từ công trình trước đây.

Phải ghi lại tải trọng tác dụng một cách liên tục. Mẫu thử phải được giữ ở tải trọng ban đầu trong thời gian tối thiểu là 20 min để cho phép vết nứt phát triển ở nhiệt độ phòng. Nếu không phát hiện được sự phát triển của vết nứt tại lúc kết thúc giai đoạn tải trọng được minh chứng bằng đoạn băng trên đường cong sụt thế thì tải trọng phải được tăng lên với tốc độ có kiểm soát tới mức tương đương với độ tăng của hệ số cường độ ứng suất tại đỉnh vết nứt 1 MPa.m<sup>0.5</sup> và giữ mẫu thử ở tải trọng này thêm 20 min nữa. Quy trình này phải tiếp tục tới khi xảy ra sự phá hủy với tải trọng thích hợp được ghi trên tờ dữ liệu thử.

Tải trọng phải được tăng lên tại lúc kết thúc giai đoạn duy trì tải trọng bằng bộ điều khiển secvo với tốc độ không thay đổi  $2 \times 10^{-3} \text{ kNs}^{-1}$ , tới khi đạt được cường độ ứng suất yêu cầu tại đỉnh vết nứt cho giai đoạn duy trì tải trọng tiếp sau. Điều này có thể dẫn đến độ tăng có kiểm soát của hệ số cường độ ứng suất tại đỉnh vết nứt tổng cộng là 1MPa.m<sup>0.5</sup> trong khoảng thời gian xấp xỉ 1 mm, với chiều dày mẫu thử 7 mm và a/W bằng 0,5.

#### 5.2.2.6. Đo mẫu thử

Mẫu thử phải được kiểm tra lại phù hợp với ISO 7539-6 với các phép đo thích hợp được thực hiện tới 0,01 mm bằng đường kính hiển vi dịch chuyển.

### 5.2.3. Kết quả thử

#### 5.2.3.1. Phân tích và các chuẩn (tiêu chí) nghiệm thu

Việc tính toán kết quả thử phải theo quy định trong ISO 7539-6 thông qua mối quan hệ có dạng

$$K_{1H} = YP/BW^{0.5}$$

Tải trọng  $P$  được sử dụng trong tính toán là tải trọng tác dụng lên mẫu thử trước độ tăng cuối cùng gây ra phá hủy.

Với điều kiện là các giá trị  $K_{1H}$  của cả hai mẫu thử CT lớn hơn hoặc bằng  $(60/950) \times R_m$  (MPa.m<sup>0.5</sup>), vật liệu được cấp chứng chỉ cho giới hạn bền kéo dài lớn nhất ( $R_m$ ) bằng giá trị trung bình của hai giá trị giới hạn bền kéo thu được trong 5.4. Nếu không đáp ứng được yêu cầu có hiệu lực bắt buộc của 5.2.2.1 thì vật liệu thích hợp đến chiều dày thiết kế của chai chứa khí được thử.

#### 5.2.3.2. Báo cáo thử

Phải báo cáo các điều kiện thử chi tiết [độ tinh khiết và áp suất của khí, bản ghi chép về độ sụt thể của dòng điện một chiều (DCPD) và kích thước của mẫu thử,  $K_{1H}$  và  $R_m$  (xem 5.4) và bản vẽ thiết kế của chai], bao gồm cả tính chất của vật liệu và thành phần hóa học và các điều kiện xử lý nhiệt của chai chứa khí được thử.

### **5.3. Phương pháp thử để xác định độ bền chống tạo thành vết nứt do hydro của chai chứa khí bằng thép (phương pháp C)**

#### **5.3.1. Quy định chung**

Một mẫu thử có vết nứt mỗi sơ bộ được chất tải với một tải trọng không đổi hoặc phương pháp chuyển vị không đổi tới khi cường độ ứng suất  $K_{IAPP}$  bằng một giá trị xác định. Mẫu thử được giữ ở trạng thái có tải trọng một thời gian quy định trong khí hydro có áp, ở nhiệt độ phòng. Sau giai đoạn thử nghiệm, mẫu thử được kiểm tra xem vết nứt mỗi ban đầu có phát triển hay không phát triển.

Nếu mẫu thử có lượng tăng trưởng vết nứt nhỏ hơn hoặc bằng giá trị quy định thì vật liệu được xem là thích hợp cho các chai chứa khí về yêu cầu độ bền chống tạo thành vết nứt do hydro (HAC).

Phải tiến hành thử nghiệm bằng việc sử dụng các qui tắc áp dụng của ISO 7539-6 và các qui tắc bổ sung được quy định trong tiêu chuẩn này. Không cần thiết phải thỏa mãn các qui tắc được đưa ra trong ISO 7539-6 về môi trường ăn mòn. Một số ký hiệu sử dụng trong phương pháp này được cho trong Điều 3 của ISO 7539-6:2003.

#### **5.3.2. Các dạng mẫu thử và số lượng các thử nghiệm**

##### **5.3.2.1. Mẫu thử đứt gãy**

**5.3.2.1.1.** Phải sử dụng dạng hình học của mẫu thử kéo đặc (CT) được cho trên Hình 4 (Hình 3 của ISO 7539-6:2003). Chiều dày của mẫu thử không được nhỏ hơn 85 % chiều dày thiết kế của chai chứa khí đã được cấp chứng chỉ.

**5.3.2.1.2.** Mẫu thử phải được định hướng theo Y-X trên Hình 15 của ISO 7539-6:2003, đối với tiết diện hình chữ nhật.

**5.3.2.1.3.** Phải thử ít nhất là ba mẫu thử được lấy cách nhau  $120^\circ$  từ thành hình trụ của chai chứa khí. Không cho phép làm phẳng các phôi mẫu thử.

**5.3.2.1.4.** Nếu chiều dày mẫu thử không đạt được từ vị trí hoặc các vị trí quy định để đáp ứng các yêu cầu có hiệu lực của 5.3.4.6 thì phải tiến hành thử nghiệm với mẫu thử có chiều dày lớn nhất tới mức có thể.

##### **5.3.2.2. Mẫu thử kéo**

Phải sử dụng ba mẫu thử kéo theo chiều dọc được lấy liền kề với các mẫu thử CT từ vùng thành chai theo TCVN 7388-1 (ISO 9809-1).

#### **5.3.3. Tạo thành vết nứt mỗi sơ bộ (ban đầu)**

Phải đáp ứng tất cả các qui tắc được đưa ra trong Điều 6 của ISO 7539-6:2003.

#### **5.3.4. Phương pháp thử mẫu**

**5.3.4.1.** Tất cả các qui tắc trong Điều 7 của ISO 7539-6:2003 phải được đáp ứng trừ các qui tắc trong 7.2.2, 7.2.6, 7.5.1, 7.5.2, 7.5.4 và 7.5.5.

**5.3.4.2.** Chất tải cho các mẫu thử có vết nứt mỗi sơ bộ để đạt tới cường độ ứng suất  $K_{IAPP} = (60)^*(R_m/950)$ .

Các mẫu thử có thể được chất tải bằng phương pháp chuyển vị không đổi hoặc tải không đổi thích hợp,

**5.3.4.3.** Các mẫu thử có thể được chất tải bằng phương pháp chuyển vị không đổi, phải xác định tải trọng bằng phương pháp sau:

a) Tại lúc kết thúc thử nghiệm, ghi lại chuyển vị của khe hở miệng vết nứt (CMOD) trước khi dỡ tải.

b) Dỡ tải mẫu thử

c) Chất tải lại cho mẫu thử tới khi chuyển vị của khe hở miệng vết nứt (CMOD) đo được trong một thiết bị thích hợp cho đo tải trọng. Ghi lại tải trọng này và sử dụng tải trọng này trong các tính toán  $K_{IAPP}$ . Trị số  $K_{IAPP}$  được tính toán này phải bằng hoặc lớn hơn trị số  $K_{IAPP}$  được tính toán từ 5.3.4.2.

#### **5.3.4.4. Chất tải bằng chuyển vị không đổi**

Để thử nghiệm các mẫu thử kéo đặc (CT) với sự chất tải bằng chuyển vị không đổi cần sử dụng các phương trình sau:

$$V = \frac{K_{IAPP} \sqrt{w}}{E f(x) \sqrt{B/B_w}}$$

trong đó

$$f(x) = (1-x)^{0.5} (0,748 - 2,176x + 3,53x^2 - 2,55x^3 + 0,62x^4)$$

$$x = \frac{a}{w}$$

#### **5.3.4.5. Điều kiện chất tải không đổi**

Phải sử dụng các phương trình hệ số cường độ ứng suất được đưa ra trong ISO 7539-6 trong thử nghiệm các mẫu thử CT với phương pháp thử tải trọng không đổi.

**5.3.4.6.** Tất cả các mẫu thử phải đáp ứng các yêu cầu có hiệu lực được quy định trong 7.6.6 e) của ISO 7539-6:2003, ngoại trừ các điều kiện đã được miễn trừ trong 5.3.4.1.

### **5.3.5. Tiến hành thử**

**5.3.5.1.** Đặt các mẫu thử trong một buồng thử có áp suất cao

**CHÚ THÍCH:** Các khoảng thời gian kéo dài sau khi chất tải và trước khi tiếp xúc với khí hydro có thể ảnh hưởng đến các kết quả cuối cùng.



Rút khí (làm chân không) cho buồng thử có thể loại bất cứ các vết không khí hoặc hơi ẩm nào do các thành buồng hấp thụ. Có thể sử dụng việc làm sạch với khí thử bằng bơm chân không để nâng cao hiệu quả làm sạch.

Tăng áp cho buồng thử có khí hydro tới áp suất tối thiểu là 150 bar. Hàm lượng O<sub>2</sub> trong khí hydro không được vượt quá 1 ml/l và hàm lượng nước không được vượt quá 3 ml/l.

**5.3.5.2.** Các mẫu thử phải được thử trong thời gian ít nhất là 1000h ở nhiệt độ phòng.

### **3.5.6. Kiểm tra sự phát triển của vết nứt**

**5.3.6.1.** Sau khoảng thời gian thử quy định, dỡ tải cho mẫu thử và đánh dấu sự tăng trưởng của tạo thành vết nứt do hydro (HAC) khi sử dụng một trong các phương pháp sau:

a) Tạo mẫu bằng nhiệt cho mẫu thử ở khoảng 300 °C trong thời gian 30 min.

b) Thực hiện chu trình ứng suất mỗi ở hệ số cường độ ứng suất lớn nhất không vượt quá 0,6  $K_{IAPP}$ . Làm tăng vết nứt lên ít nhất là 1 mm.

c) Phá hủy mẫu thử có nhiệt độ rất thấp như nhiệt độ của nitơ lỏng.

**5.3.6.2.** Đo độ tăng trưởng của vết nứt bằng kính hiển vi điện tử quét. Các số đo phải được lấy ở vị trí vuông góc với vết nứt ban đầu tại 25%, 50% và 75% của B. Tính toán giá trị trung bình của ba giá trị này.

**5.2.6.3.** Nếu độ tăng trưởng trung bình đo được của vết nứt không vượt quá 0,25 mm thì mẫu thử vượt qua được thử nghiệm.

### **5.3.7. Cấp chứng chỉ vật liệu làm chai**

**5.3.7.1.** Nếu tất cả các mẫu thử vượt qua được thử nghiệm, vật liệu được cấp chứng chỉ đối với giới hạn bền kéo lớn nhất bằng giá trị trung bình của ba giá trị giới hạn bền kéo thu được từ 5.3.3.2.

**5.3.7.2.** Nếu không đáp ứng được yêu cầu có hiệu lực bắt buộc của 5.3.4.6 thì vật liệu phải thích hợp với chiều dày thiết kế của thành chai.

### **5.3.8. Báo cáo thử nghiệm**

Phải báo cáo các thông tin được mô tả trong ISO 7539-6:2003, Điều 8, trừ 8e). Báo cáo phải chỉ ra các tiêu chí có hiệu lực có được đáp ứng hay không và phải bao gồm các ảnh chụp cấu trúc tế vi trên kính hiển vi điện tử quét. Báo cáo phải được lưu trữ lâu dài trên tệp tin (file) như là hồ sơ về vật liệu chai đã được thử nghiệm và được chấp nhận.

### **5.4. Thử kéo**

Phải thử nghiệm hai mẫu thử kéo theo chiều dọc được lấy liền kề với các mẫu thử CT (nếu có thể áp dụng được) từ vùng thành chai phù hợp với TCVN 7388-1 (ISO 9809-1).

---

1) Trong các trường hợp này, các chai có thể được thiết kế dùng cho các khí thông thường (không gây giòn).

2)  $1\text{ml/l} = 1\text{ ppm}$ . Việc sử dụng ppm không được chấp nhận.