



**VYSOKÁ ŠKOLA
CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ
V PRAZE**

FUNKČNÍ VZOREK

Rezistometrická sonda pro kontinuální
monitoring komponent



Kontaktní osoba

doc. Ing. Jan Stoužil, Ph.D.

tel: +420220443789

stouzilj@vscht.cz

Pracoviště

Vysoká škola chemicko – technologická v Praze

Fakulta chemicko – technologická

Ústav kovových materiálů a korozního inženýrství

Technická 5, Praha 6, 166 28

FUNKČNÍ VZOREK
„Rezistometrická sonda pro kontinuální monitoring komponent“

Autoři: Stoulil Jan, Bureš Richard, Kučera Daniel, Barták Zdeněk

Zhotoveno v rámci projektu: NCK MESTEC TN01000071

Číslo výsledku TAČR: TN01000071/05-V6

Interní číslo funkčního vzorku: 106-2020-FV-002

Jazyk výsledku: CZE

Hlavní obor: JK – Koroze a povrchové, úpravy materiálů

Abstrakt k výsledku česky: Kyselina dusičná se používá především při výrobě hnojiv a výbušnin. Problémem při její výrobě je volba vhodných materiálů, kdy se musí zohlednit jejich vlastnosti, korozní odolnost ale i cena. V dnešní době jsou používány austenitické oceli série 300 (304L, 310L, 316L), které se nachází ve stavu pasivity a dále také titan nebo zirkonium pro části v agresivnějším oxidačním prostředí. Pro hodnocení odolnosti kovů *in-situ* je vhodná rezistometrická metoda, která sleduje změnu elektrického odporu v závislosti na úbytku tloušťky materiálu exponovaném v korozním prostředí. Tělo sondy je vyrobené z PTFE. Nepropustné oddělení pracovní části od elektrických vodičů záznamového zařízení zajišťuje těsnění z fluorokačukového materiálu FPM (Viton®). Tato část sondy je stěžejní, protože běžné těsnící tmely nejsou do prostředí horké kyseliny dusičné vhodné. Výhodou konstrukce rezistometrické sondy je možnost výměny měrné části za požadovaný testovaný materiál.

Abstrakt k výsledku anglicky: Nitric acid is mainly used in the production of fertilizers and explosives. The problem in its production is the choice of suitable materials, which must take into account their properties, corrosion resistance but also the price. Today, austenitic steels of the 300 series (304L, 310L, 316L) are used, which are in the passive state, as well as titanium or zirconium for parts in more aggressive oxidizing environments. To evaluate the resistance of metals *in-situ*, a resistometric method is suitable, which monitors the change in electrical resistance depending on the loss of thickness of the material exposed in a corrosive environment. The body of the probe is made of PTFE. The seal made of FPM (Viton®) material ensures the impermeable separation of the working part from the electrical wires of the recording device. This part of the probe is crucial because conventional sealants are not suitable for hot nitric acid environments. The advantage of the design of the resistometric probe is the possibility of exchanging the specific part for the required tested material.

Klíčová slova česky: rezistometrie, *in-situ* měření, korozní odolnost

Klíčová slova anglicky: resistometry, *in-situ* measurement, corrosion resistance

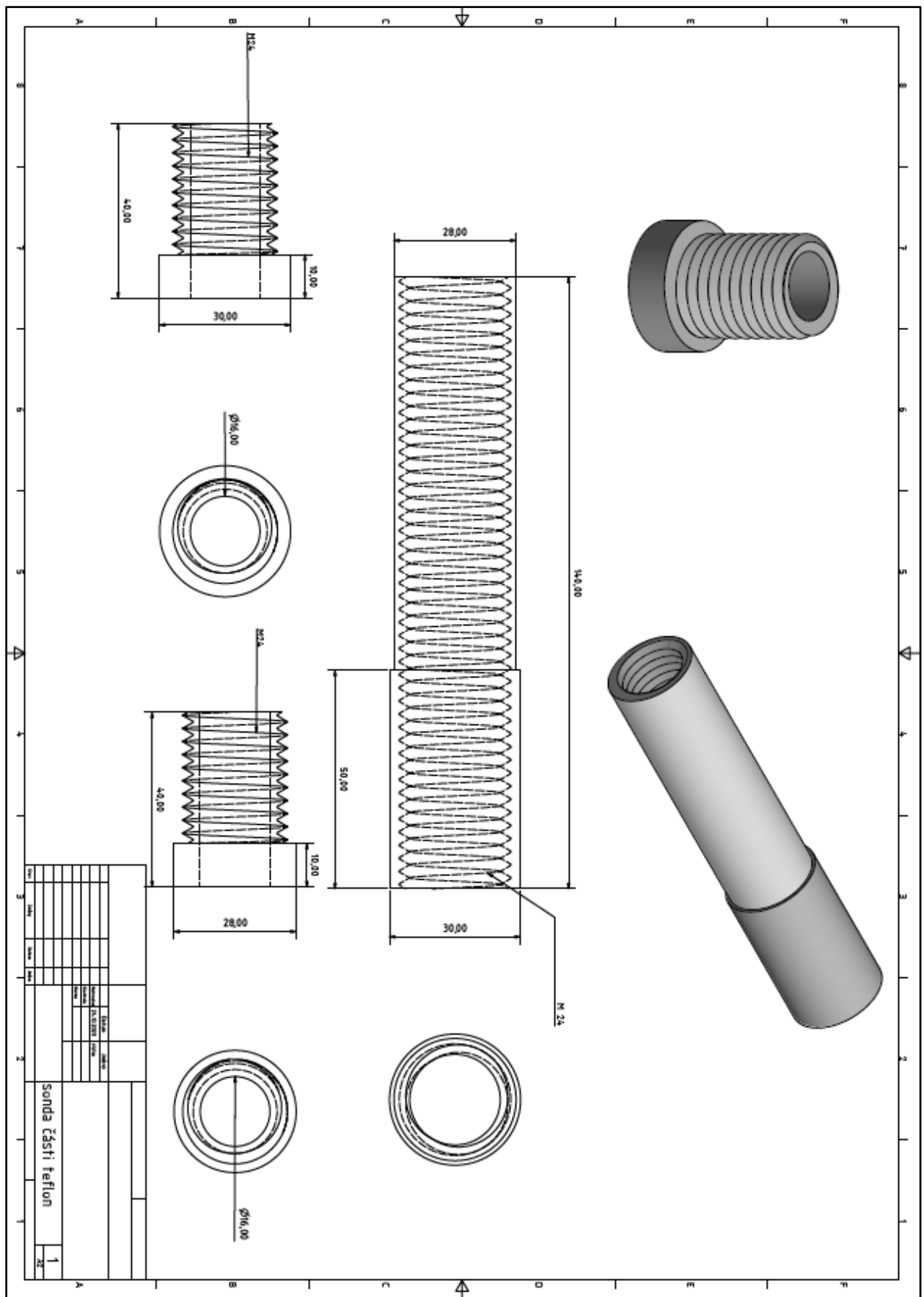
Vlastník výsledku: VŠCHT Praha

IČ vlastníka výsledku: 60461373

Technické parametry: Funkční vzorek sestává z těla sondy (140 mm) vyrobeného z PTFE a dvou průchodek těsnění z fluorokaučukového polymeru FPM (Viton®). Měrná část je v případě funkčního vzorku vyrobena z korozivzdorné oceli FeCr18Ni10 (AISI 304, EN 1.4301), ke které je připojen propojovací kabel mezi sondou a záznamovým zařízením.



Obr. 1. Rezistometrická sonda.



Obr. 2. Nákres rezistometrické sondy.

Podstata technického řešení: Nové technické řešení rezistometrické sondy, která pracuje na změně elektrického odporu měrné části v průběhu expozice, umožňuje testování různých materiálů in-situ. Měrnou částí je drát kruhového průřezu ze zvoleného materiálu. Se známým referenčním odporem (R_{ref}) při dané teplotě je možné spočítat změnu průměru měrné části na základě změny elektrického odporu, která je nepřímo úměrná, a následně i korozní rychlost ze směrnice lineární části křivky závislosti úbytku materiálu. Měření rezistometrickou sondou je citlivé i na mezikrystalovou korozi, které se v případě gravimetrické metody projeví na výsledku monitoringu až po dlouhé době.

$$r = \sqrt{\frac{R_{ref}^i \times R_{měr}^0}{R_{měr}^i \times R_{ref}^0}} \cdot r_{ref}$$

r – poloměr během expozice [mm]

r_{ref} – poloměr před expozicí [mm]

$R_{měr}$ – odpor během expozice [$m\Omega$]

R_{ref} – odpor před expozicí [$m\Omega$]

„0“ – index pro počáteční hodnotu

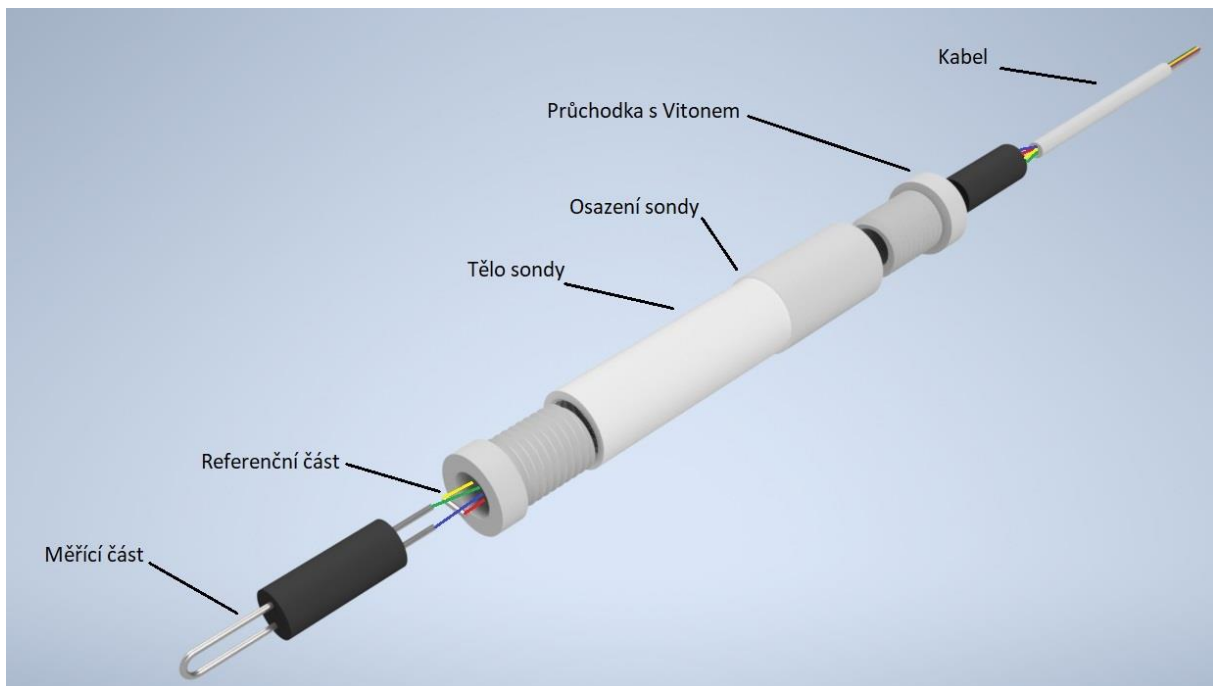
„i“ – index pro hodnotu v čase i

$$v_{kor} = 8760 \cdot a$$

v_{kor} – korozní rychlost [$\mu\text{m/a}$]

a – směrnice lineární části křivky závislosti úbytku materiálu

Popis funkčního vzorku: Rezistometrická sonda se skládá celkem ze sedmi částí a tří různých materiálů. Hlavní část má délku 140 mm a na každém konci je průchodka, která se do hlavní části šroubuje přes závit M24. Tyto části jsou vyrobeny z PTFE. Propojovací kabel a měřicí část jsou v průchodkách utěsněny pomocí dílů z materiálu FPM (Viton), které byly nalisovány do otvoru v průchodce o průměru o 1 mm menším než je průměr FPM tyče.

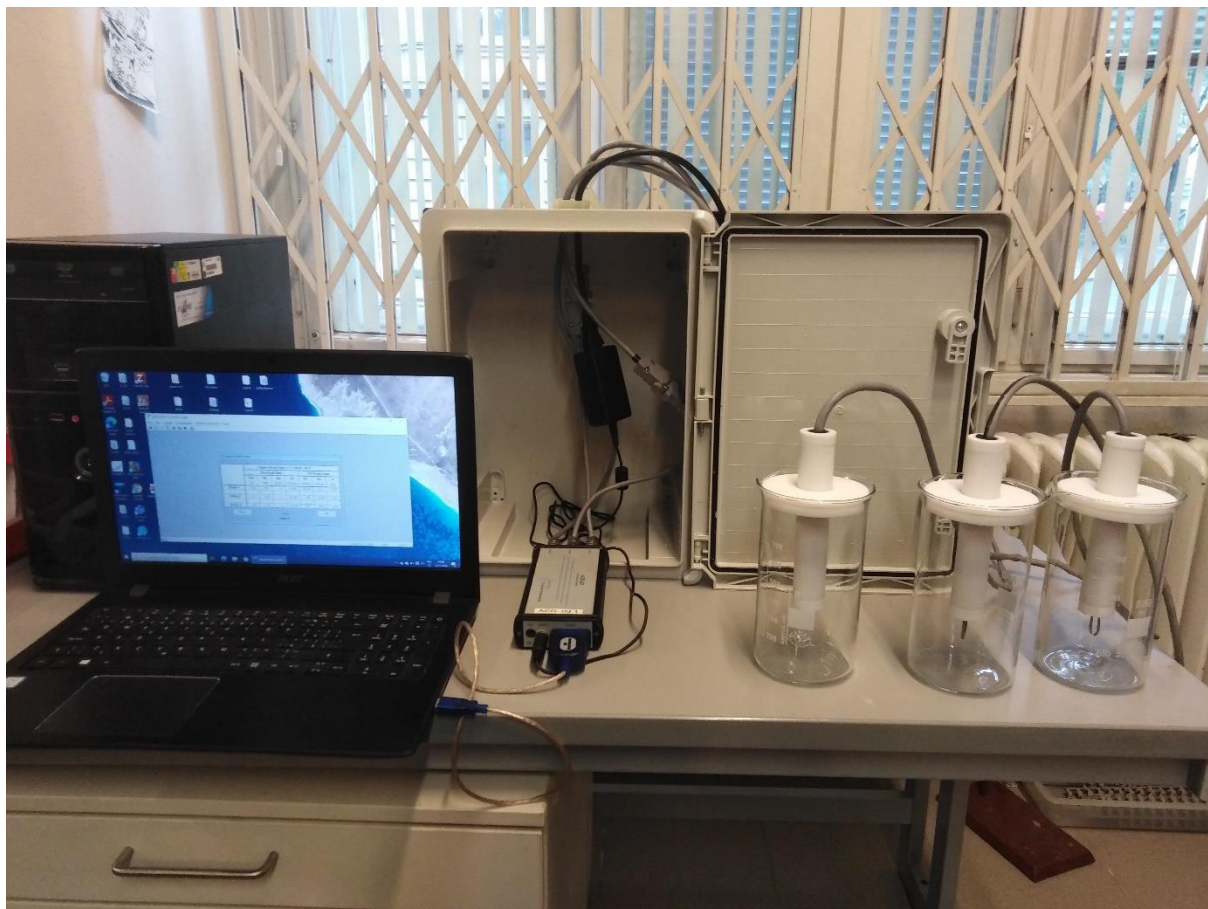


Obr. 3. Popis částí sondy.

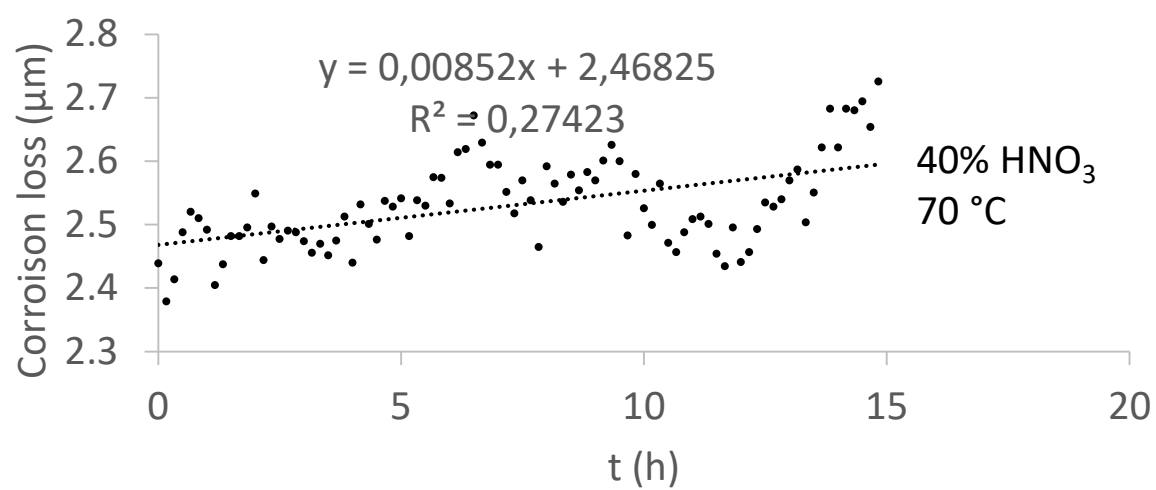


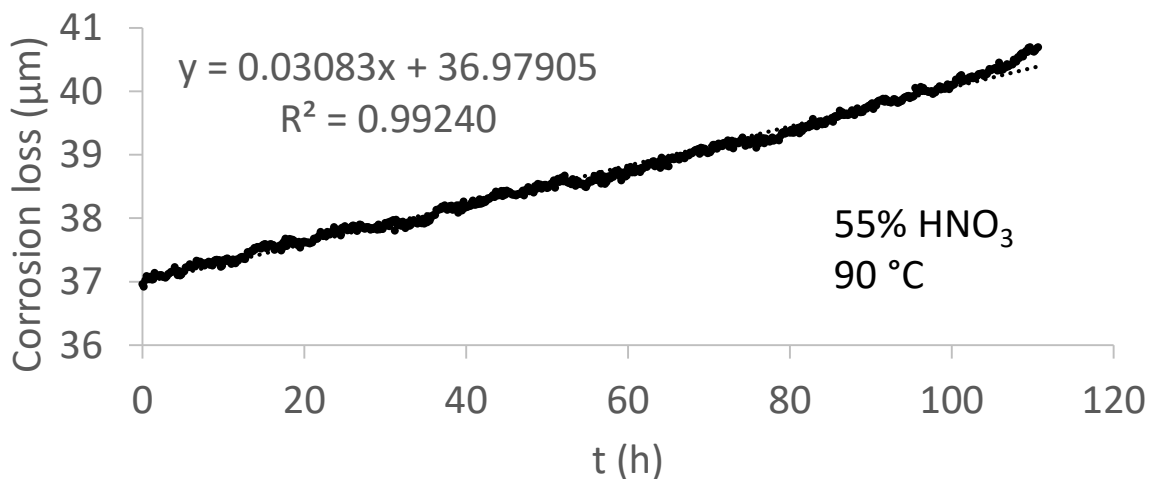
Obr. 4. Měrná část sondy z drátu korozivzdorné oceli FeCr18Ni10.

Popis měření: Během měření je měrná část sondy kompletně ponořena v kyselině. Elektrický odpor byl zaznamenáván pomocí data loggeru fy. Metricorr, typ ACD-03 a softwaru Interference Corrosion Logger v4.0. Během testování v laboratoři byly prováděny testy s proměnlivou koncentrací HNO_3 a vždy za konstantní teploty 50, 70 nebo 90°C. Testy probíhaly po dobu 1 nebo 5 dní. Na obrázku 6 jsou uvedeny příklady záznamu měření. I při konstantní teplotě je v komoře výkyv teplot cca ± 1 °C, což vede k rozkolísání zaznamenávaného signálu. Referenční část uvnitř sondy totiž reaguje na změny teploty pomaleji. Nicméně v agresivnějším prostředí (vyšší koncentrace kyseliny a vyšší teplota) po delším čase záznamu je již možné velmi přesně určit směrnici a korozní rychlost materiálu.



Obr. 5. Testování měřicího systému v laboratoři.



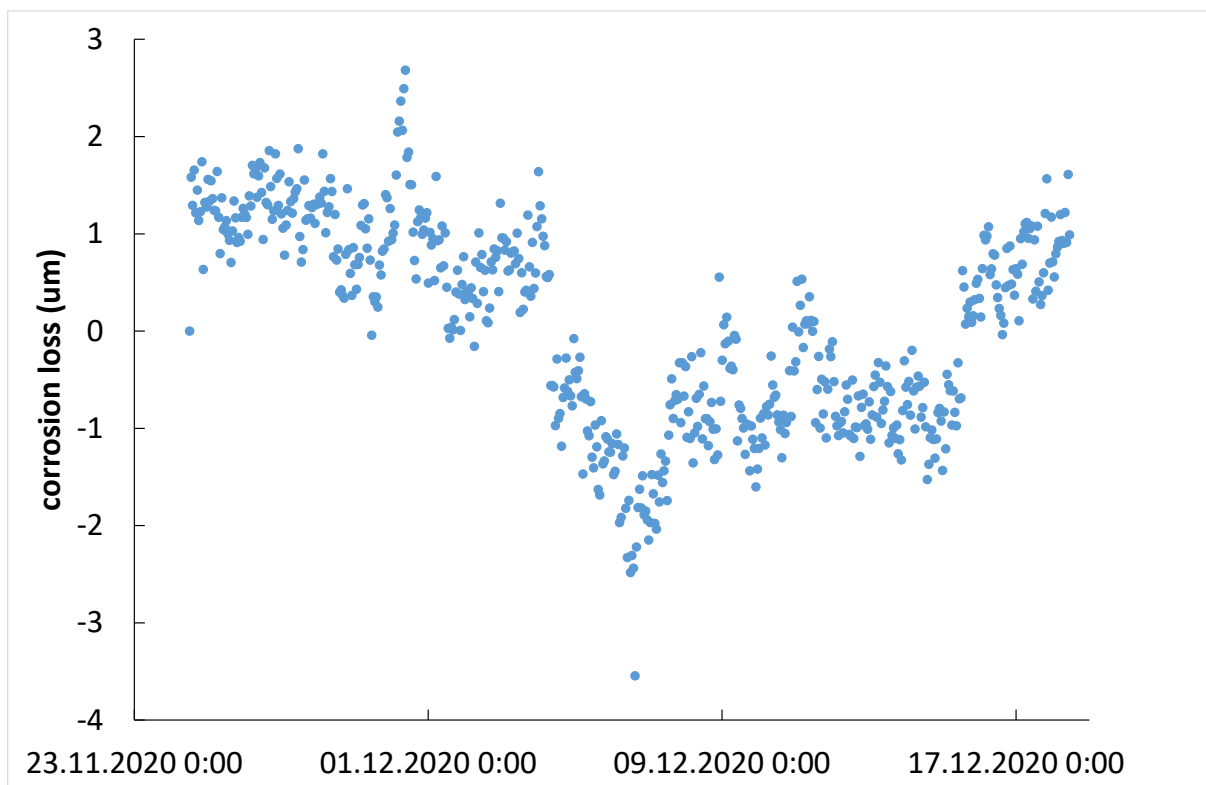


Obr. 6. Příklady výsledků testování měřicího systému v laboratoři.

Popis měření: V listopadu 2020 započalo testování in-situ v areálu fy. Lovochemie a. s. Sondy byly nasazeny prozatím na drenáži absorbéru. Nasazení proběhlo během odstávky na výměnu nového kotle, která doposud probíhá. Sondy jsou tedy prozatím exponovány v čisté chemikálii. Nízká okolní teplota s velkými výkyvy má za následek malý úbytek, který je kvůli rozkolísání signálu v podstatě neměřitelný (viz Obr. 8).



Obr. 7. Instalace sond na drenáži absorbéru v Lovochemii a.s.



Obr. 8. Příklad výsledku měření z provozního měření sond na drenáži absorbéru v Lovochemii a.s.

Výsledky použití funkčního vzorku: Hlavním cílem práce bylo navrhnout kombinaci vhodných materiálů a konstrukce rezistometrické sondy pro in-situ testování v kyselině dusičné. Odolné materiály (PTFE, FPM) ve spojení s efektivní konstrukcí sondy poskytly nástroj pro testování, ve kterém je jednak zajištěno dobré odizolování a ochránění elektrických vodičů a zároveň jednoduchá výměna testovaného materiálu.

Před vývojem prototypu v následujícím období projektu budou ještě testovány sondy v in-situ podmínkách fy Lovochemie a.s. Budou testována agresivnější prostředí o vyšší teplotě a budou vyzkoušeny sondy s menším průměrem drátu pro vyšší citlivost i v méně agresivnějších prostředích.