



Laboratorní práce č. 7: Hodnocení vnitřního povrchu kotlových trubek

Cíl práce

Stanovení hmotnosti oxidické vrstvy na metr čtvereční povrchu vzorku. Vizuální a grafické zhodnocení vlastností korozních zplodin.

Teoretický úvod

Pro bezporuchový chod elektrárenských bloků a zajištění jejich dostatečné energetické účinnosti je potřeba provádět analýzy oxidických vrstev vznikajících na teplosměnných površích energetických zařízení. Vznikající korozní zplodiny často narušují celkovou hydrodynamiku kotle, podporují skrývání solí a svými tepelně-vodivostními vlastnostmi zhoršují přestup tepla. Na charakter vznikající oxidické vrstvy má vliv především teplota, podkladový materiál a chemický režim. Běžná komplexní analýza oxidické vrstvy sestává ze stanovení hmotnosti oxidu na metr čtvereční povrchu, prvkové a fázové analýzy vrstvy a stanovení tloušťky a pórovitosti oxidu metalografickou analýzou.

Jestliže jsou korozní zplodiny hutné a k povrchu základního kovu špatně adhezivní, stačí pro jejich odstranění („odmoření“) často pouhé očištění hustým nekovovým kartáčem pod tekoucí vodou. Pokud i poté na zkoumaném vzorku zůstává oxidická vrstva, je třeba přistoupit k některému z normovaných postupů moření. Ideální postup by měl odstraňovat pouze oxidickou vrstvu, a to bez způsobení úbytku podkladového kovu.

Postup ČSN ISO 8407 C.3.1

Tento postup využívá Clarkova mořicího roztoku (20 g/l Sb_2O_3 a 50 g/l SnCl_2 v 37% HCl). Vzorek je do roztoku o laboratorní teplotě vložen a v pravidelných intervalech 1–25 minut vyjmut, očištěn, osušen a zvážen, dokud není rozdíl jeho dvou po sobě jdoucích hmotností dostatečně malý. Poté je stav oxidické vrstvy vizuálně zkontrolován. Postup je vhodný pro odstraňování méně odolných magnetitových a hematitových vrstev.

Postup ČSN ISO 8407 C.3.4

Tento postup moření určený pro odstraňování korozních zplodin z železa a ocelí spočívá ve vložení vzorku do vodného roztoku hydrogencitrátu amonného o koncentraci 200 g/l ohřátého na 75–90 °C. Vzorek se v konstantních časových intervalech 20 minut z roztoku vyjme a zváží, dokud nedojde k ustálení hmotnosti. Postup je vhodný pro odstraňování méně odolných magnetitových a hematitových vrstev.

Postup ČSN ISO 8407 E.1.3

Do roztoku hydrogencitrátu amonného o koncentraci 100 g/l je při laboratorní teplotě vložen vzorek, který je jako katoda připojen ke zdroji stejnosměrného proudu. Jako anoda se užívá uhlíková nebo platinová elektroda. V systému poté probíhá čištění vzorku zatíženého katodickým galvanostatickým pulsem 100 A/m². Vzorek je každých pět minut vážen podle stejného návodu, jaký byl uveden v postupu C.3.1. Postup je vhodný zejména pro odstraňování méně odolných magnetitových a hematitových vrstev.

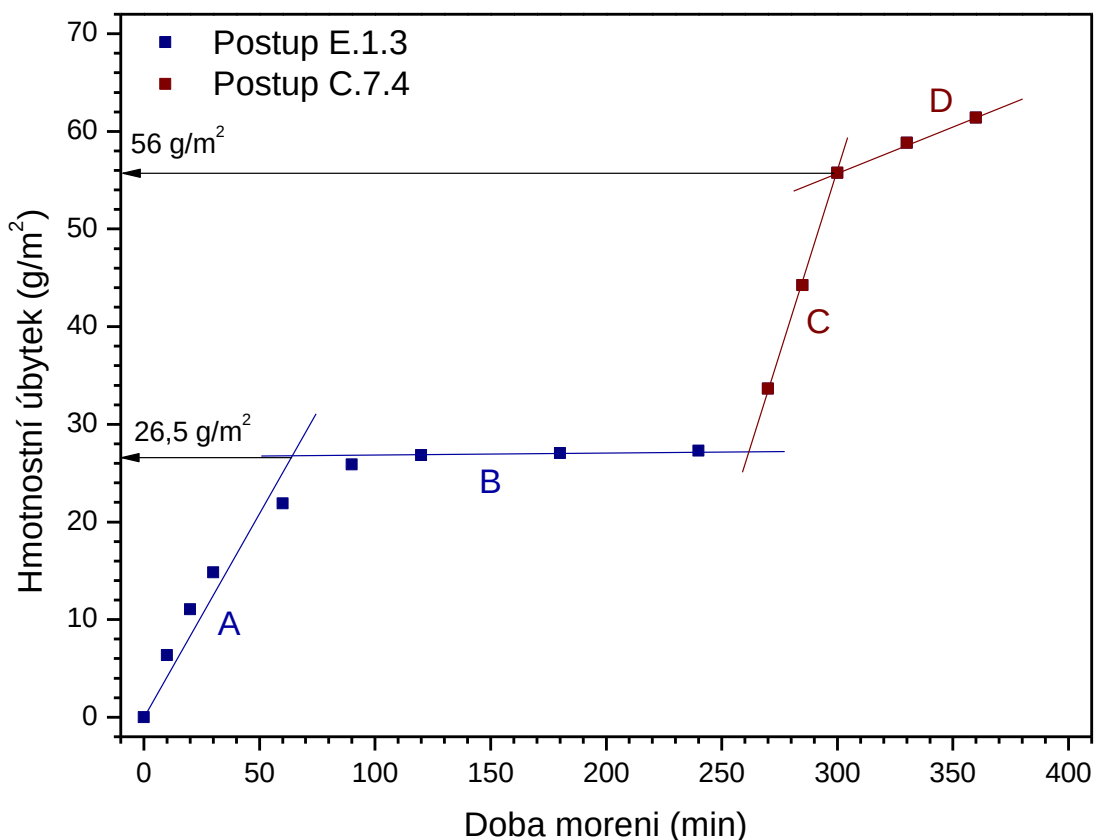


NÁVODY PRO LABORATOŘE ENERGETIKY

Postup ČSN ISO 8407 C.7.4 (modifikace)

Postup moření ČSN ISO 8407 C.7.4 využívá střídavého vkládání vzorku do dvou roztoků. Prvním je vodný roztok 200 g/l NaOH s 30 g/l KMnO_4 . Druhý roztok obsahuje 100 g/l hydrogencitrátu amonného. Oba tyto roztoky jsou přivedeny k varu a vzorek je vložen do prvního z nich na 40 minut. Po jejich uplynutí je vzorek z roztoku vyjmut, očištěn ve vroucí vodě a na 3–5 minut vložen do roztoku hydrogencitrátu amonného. Vzorek je poté z roztoku vyjmut, znovu mechanicky očištěn nekovovým kartáčem a do roztoku hydrogencitrátu amonného vložen na dalších 3–5 minut. Nakonec je opláchnut demineralizovanou vodou a acetonem, osušen a zvážen. Postup se opakuje do ustálení hmotnosti vzorku. Tento postup je vhodný pro odstraňování nejodolnějších a nejadhezivnějších oxidických vrstev tvořených zejména Cr–Fe spinelem.

Při volbě postupu je nutné dbát i na vlastnosti základního kovu, společné rozpouštění oxidické vrstvy a samotného kovu vede ke zkreslení hodnot hmotnostních úbytků. Kombinací postupu ČSN ISO 8407 E.1.3 a ČSN ISO 8407 C.7.4 lze kvantifikovat hmotnost subvrstev, kde vnější vrstvou je magnetit (v kombinaci s maghemitem, popřípadě hematitem) a vnitřní Cr–Fe spinel.



Obrázek 1: Selektivní moření a kvantifikace hmotnosti vnější a vnitřní oxidické subvrstvy

Oblast A: rozpouštění vnější oxidické vrstvy (hematit, maghemit, málo adhezivní magnetit)

Oblast B: velmi pomalé rozpouštění vnitřní oxidické vrstvy (postup ČSN ISO 8407 E.1.3 již není účinný)

Oblast C: rozpouštění vnitřní oxidické vrstvy (Fe–Cr spinel)

Oblast D: rozpouštění podkladového kovu (nežádoucí)



Pracovní postup

1. Na analytických vahách zvažte poskytnutý vzorek výřezu trubky z parovodního cyklu a změřte plochu povrchu jeho vodní strany, obě veličiny запиšte.
2. Hustým nekovovým kartáčem očistěte pod proudem tekoucí vody vodní stranu poskytnutého vzorku trubky od málo adhezivních a objemných korozních zplodin.
3. Vizually zhodnoťte stav a povahu oxidické vrstvy (popř. základního kovu), po dohodě s asistentem zvolte z postupů uvedených v teoretickém úvodu postup vhodný k odstranění korozních zplodin.
4. Připravte potřebný roztok (respektive roztoky) a dále pokračujte dle Vámi zvoleného postupu.
5. Pokračujte do ustálení hmotnostního úbytku.

Vyhodnocení výsledků

Zhotovte tabulku a graf závislosti hmotnostního úbytku oxidické vrstvy vztaženého na čtvereční centimetr plochy vodní strany poskytnutého vzorku kotlové trubky na době moření (popř. počtu mořících cyklů). Je-li to možné, z grafu odečtěte celkovou hmotnost oxidické vrstvy, v opačném případě hmotnost vrstvy, kterou se podařilo odmořit. Ze závislosti v grafu dále odečtěte různé oblasti, kterými vzorek během moření procházel (odmoření vnějšího oxidu, rozpouštění kovu atd.). Rozhodněte, zda byl zvolený postup normy ČSN ISO 8407 vhodný z hlediska povahy oxidické vrstvy a interakce mořícího roztoku s podkladovým kovem.

Literatura

ČSN ISO 8407. Odstraňování korozních zplodin ze vzorků podrobených korozním zkouškám. Praha: Český normalizační institut, 1995. 9 p.

Doporučená literatura

BYSTRÍANSKÝ, V. *Studium oxidických vrstev z energetických parovodních okruhů: diplomová práce*. Praha: VŠCHT Praha, 2. 6. 2015.