



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 49665

(13) A

(51) B G01N27/416

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ ДИФУЗІЙНО-РУХЛИВОГО ВОДНЮ В МЕТАЛІ

1

2

(21) 2002020993

(22) 07 02 2002

(24) 16 09 2002

(46) 16 09 2002, Бюл. № 9, 2002 р.

(72) Желавський Сергій Григорович, Ведь Марина
Віталівна, Сахненко Микола Дмитрович(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
"ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"

(57) Пристрій для визначення кількості дифузійно-

рухливого водню (ДРВ) у металі, що містить корпус з діелектричного матеріалу, допоміжний електрод і шунтуючий електричний опір, що електрично з'єднує електрод з металевою поверхнею контрольованого об'єкта, який відрізняється тим, що корпус пристрою з поверхнею контрольованого об'єкта утворює герметичну камеру, заповнену електролітом

Винахід відноситься до області контрольовано-вимірювальної техніки і може бути використаний для контролю устаткування нафтогазової, хімічної та інших галузей промисловості.

Відомо [1] використання подвійної комірки з тонкостінною металевою мембраною для оцінки проникнення водню крізь метали. Атомарний водень генерується на вихідній стороні мембрани за рахунок її вільної корозії або катодної поляризації. Атомарний водень, що продифундував через мембрану, електрохімічно окислюється на вихідній стороні мембрани за рахунок анодної поляризації від потенціостата. За величиною анодного струму розраховують потік водню, виходячи з того, що густині струму іонізації ДРВ, рівній 1 мкА/см^2 згідно з законом Фарадея відповідає потік продифундуваного крізь метал водню, рівний $1,16 \cdot 10^{-7} \text{ см}^3/\text{см}^2 \cdot \text{с}$

$$P_H = 1,16 \cdot 10^{-7} \frac{I}{S}, \text{ де}$$

P_H - потік ДРВ - в $\text{см}^3/\text{см}^2 \cdot \text{с}$,

I - струм іонізації водню, що реєструється пристроєм - в мкА,

S - площа, що контролюється пристроєм - в см^2

Даний пристрій вимагає використання складних і коштовних потенціалзадаючих і контрольовано-вимірювальних приладів, а самі випробування проводяться в лабораторних умовах з використанням металевих мембран, із яких виготовлено промислове обладнання, та штучних агресивних середовищ. Екстраполяція даних, отриманих у таких умовах, на експлуатаційні середовища й

умови уявляється некоректною. До того ж цей пристрій не може бути застосований для тривалого в часі процесу встановлення стаціонарного потоку водню, що може спостерігатися для товстошароих металевих мембран (наприклад, для вуглецевих сталей - більш 1-2мм) або малоагресивних середовищ. Дане обмеження обумовлене максимально припустимим часом безупинної роботи потенціалзадаючих приладів.

Компанія Metal Samples, що входить у корпорацію Alabama Specialty Products, Inc (ASPI), розробила систему моніторингу водневої проникності MS3112 [2], що складається з портативного приладу MS3112 і електрохімічного датчика НУУ00330100. Прилад MS3112 являє собою потенціостат з реєструючим устаткуванням. При цьому прилад MS3112 дозволяє обробляти сигнали від 12 електрохімічних пристроїв, які виконані у вигляді трохелектродної електрохімічної комірки з палладієвою мембраною. Допоміжний електрод і електрод порівняння виготовлені зі сплаву Hastelloy В, електролітом є 96%-на сірчана кислота. Основним недоліком даної системи моніторингу водневої проникності MS3112 є висока вартість як самого приладу, так і електрохімічного пристрою, що містить палладієву мембрану. До недоліків можна віднести і використання в датчику сильноагресивного електроліту.

Найбільш близьким аналогом пристрою, що заявляється, вибраним як прототип, є електрохімічний пристрій для визначення ДРВ у металі [3], що реалізує потенціостатичний спосіб контролю водневої проникності металів. Пристрій являє собою діе-

(13) A

(11) 49665

(19) UA

лектричний корпус, заповнений електролітом, що включає допоміжний потенціалзадаючий металоксидний електрод і проникну стосовно атомарного водню металеву мембрану. Металева мембрана виготовляється з паладію або вуглецевої сталі, вкритої з боку камери шаром паладію. Мембрана та допоміжний електрод електрично з'єднані через шунт, що дозволяє контролювати струм іонізації ДРВ за спадом напруги на шунті. Для усунення нещільності контакту мембрани пристрою з поверхнею контрольованого об'єкта рекомендовано використовувати силіконове вакуумне змащення. Загальною суттєвою ознакою відомого і пристрою, що заявляється, є проміжна металева мембрана, на виході з якої реєструється потік проникаючого ДРВ - у заявляемому пристрої роль мембрани виконує безпосередньо поверхня контрольованого об'єкта.

При роботі відомого пристрою визначення потоку ДРВ на шляху руху атомарного водню металевою мембраною створюється додатковий бар'єр, що знижує точність і достовірність вимірів. Крім того, використання силіконового вакуумного змащення також знижує надійність результатів вимірів. До числа недоліків відноситься наявність у металевій мембрані неконтрольованої кількості дефектів кристалічної структури, здатних до зв'язування ДРВ у газоподібному вигляді. Крім того, у випадку використання в конструкції датчика сталеві паладовані мембрани товщиною 1 мм час установлення стаціонарного потоку водню зростає до двох днів і, як наслідок, збільшується тривалість моніторингу.

В основу винаходу поставлена задача вдосконалення пристрою для визначення ДРВ у метали, у якому шляхом модифікації конструкції забезпечується підвищення точності і достовірності виміру вихідного сигналу пристрою.

Поставлена задача вирішується тим, що в пристрій для визначення кількості ДРВ у метали, що містить корпус з діелектричного матеріалу, допоміжний електрод і шунтуючий електричний опір, що електрично з'єднує електрод з металевою поверхнею контрольованого об'єкта. Відповідно до винаходу, корпус пристрою з поверхнею контрольованого об'єкта утворює герметичну камеру, заповнену електролітом.

Запропонована конструкція забезпечує підвищення точності і достовірності виміру вихідного сигналу пристрою за рахунок того, що зменшено кількість міжфазових меж та можливих порожнин, здатних до зв'язування ДРВ у газоподібному виді - усунуто нещільність між пристроєм і контрольованою поверхнею та дефекти кристалічної структури, які мали місце у металевій мембрані пристрою-прототипа.

Запропонована конструкція дозволяє зменшити час, необхідний для подолання ДРВ усього шляху від моменту його сорбції на робочій поверхні контрольованого об'єкта до моменту його електрохімічного окиснення в пристрої для визначення кількості ДРВ у метали. При цьому зменшується вартість пристрою за рахунок використання в конструкції благородних електродних матеріалів, що позитивно позначиться на його економіч-

ності.

Пропонований пристрій може знайти широке застосування для контролю устаткування нафтогазової і хімічної промисловості, тому що при моніторингу ДРВ в умовах експлуатації використовуються прилади, що серійно випускаються промисловістю.

Суть запропонованого винаходу пояснюється кресленням, на якому зображена схема пристрою для визначення кількості ДРВ у метали.

Контрольована металева поверхня (1) утворює із пристроєм, що включає діелектричний корпус (2), герметичний відсік, заповнений електролітом (3). Допоміжний електрод (4) через постійний електричний опір (5) з'єднаний з контрольованим об'єктом (1) для створення короткозамкненої електрохімічної системи. Струм, що перебігає в електричному ланцюзі, контролюється за спадом напруги на опорі (5) за допомогою багатоомного вольтметра (6).

Пристрій працює таким чином.

На поверхні досліджуваного об'єкта (1) герметично закріплюють неелектропровідний корпус (2) з допоміжним електродом (4), заповнюють його електролітом (3) і за допомогою вольтметра В7-35 (6) реєструють хронограму спадання напруги на електричному опорі (5) до стабілізації його значень.

З використанням допоміжного електрода (4) на металевій поверхні (1) у контакті з електролітом (3) підтримується потенціал, необхідний для іонізації водню, що протифундував крізь стінку контрольованого об'єкта. При іонізації атомарного водню в ланцюзі контрольована поверхня-електричний опір-електрод (1-5-4) виникає струм, що є кількісною мірою потоку ДРВ, що проходить через метал.

Для виміру струму іонізації ДРВ до складу електричного ланцюга вводять постійний електричний опір (5), що дозволяє використовувати спадання напруги на опорі як вихідний сигнал і виключає з вимірювального ланцюга мікроамперметр. При цьому система моніторингу ДРВ складається на базі одного вольтметра і n-ої кількості пристроїв, що заявляється. Використання опорі (5) також підвищує точність виміру струму іонізації, так при використанні опорі 1кОм спадання напруги 1мВ відповідає струму іонізації водню 1мкА. По сталому в часі значенню напруги можна судити про стаціонарність потоку ДРВ, що проникає через сталеву поверхню контрольованого устаткування.

Приклад

Достовірність даних, отриманих з використанням пристрою, що заявляється, встановлена на підставі порівняльного аналізу з результатами незалежних іспитів, виконаних волюмометриєю (вимір об'єму протифундуваного скрізь метал водню) і електрохімічним дифузійним методом водородопроникності (ЕДМВ) [1]. Вимір потоку водню, що проникає через метал, було проведено на пластинах зі сталі Ст20 товщиною 1мм при їхній вільній корозії в 2,5М-ном розчині сірчаної кислоти. Зіставлення даних, отриманих з використанням пристрою, що заявляється, волюмометричних вимірів і методу ЕДМВ, наведено в таблиці.

Таблиця

Сопоставления результатов измерения потока ДРВ

Метод виміру	Пристрій, що заявляється	Волюмометрія	ЕДМВ
Струм іонізації ДРВ J_i , мкА/см ²	2,2410,11	2,23±0,25	2,27±0,12
Поток ДРВ $P_H 10^7$, см ³ /см ² с	2,60±0,13	2,59±0,29	2,63±0,14

Добра кореляція результатів, отриманих з використанням різних методів визначення кількості ДРВ у метали, свідчить про достовірність результатів, отриманих з використанням пристрою, що заявляється

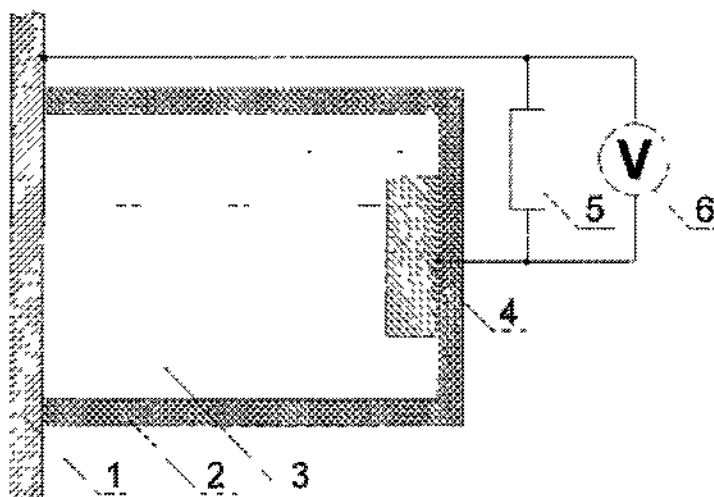
Джерела інформації

1 Devanathan M A V , Stachurski Z The adsorp-

tion and diffusion of electrolytic hydrogen in palladium // Proc Roy Soc - 1962 - Vol A270, N1340 - P 90-102

2 Metal Samples Corrosion Monitoring Systems catalog, CD catalog, Web page www.alspi.com

3 Meron M et al // Metal Progress - 1981 - July - P 52-56



Фіг.

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)

вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна

(044) 456 – 20 – 90

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»

вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна

(044) 216 – 32 – 71