



Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
Национальный исследовательский технологический университет
«МИСиС»

«Утверждаю»

Проректор по науке и инновациям,
проф., д.т.н.



Филонов М. Р.

22.05.2017

Заключение № 021/17-501

**«Исследование коррозионной активности кислотного раствора
и степень его влияния на коррозионную стойкость стали»**

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Научный руководитель,
заведующий кафедрой металлургии
стали и защиты металлов,
проф., д.т.н.



Дуб Алексей Владимирович

Ответственный исполнитель,
научный сотрудник



Волкова Ольга Владимировна

Исполнители:

зав. лабораторией МЗМ



Обухова Татьяна Анатольевна

доцент, к.х.н



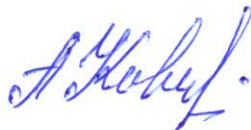
Сафонов Иван Александрович

научный сотрудник



Шевейко Ольга Владимировна

научный сотрудник



Ковалев Александр Федорович

инженер I категории

Шибасева Татьяна Владимировна

Заявитель	ООО «Сервис-нафта»
Основание для проведения испытаний	Договор № 021/17-501 от 04.04.17 г.
Задачи испытаний	Исследование коррозионной активности раствора Компонекс-21 v.3 производства ООО "НОВА Технолоджиз" при взаимодействии со сталью 36Г2С.
Описание образцов	Прямоугольные образцы 40x15x3 мм
Оборудование	<ol style="list-style-type: none"> 1. Оптико-эмиссионный анализатор металлов «Bruker Elemental»; 2. Автоклав 3. Термостат UTU-2 4. Весы 4. Бинокулярный микроскоп МБС-200. 5. Металлографический комплекс «Альтами МЕТ»
Результаты исследований	Заключение № 021/17-501

На исследование предоставлен фрагмент стальной трубы (толщина стенки 7 мм), из которой приготовлены образцы прямоугольной формы 50x25x3 мм, и раствор Компонекс-21 v.3 производства ООО "НОВА Технолоджиз".

Отбор фрагмента трубы для исследования проводился представителями Заказчика; изготовление образцов - Исполнителем.

Цель работы: оценка коррозионной активности раствора Компонекс-21 v.3 и степени его влияния на стойкость низколегированной стали.

При исследовании были выполнены следующие работы:

- спектральный анализ;
- ускоренные коррозионные испытания: экспериментальное моделирование воздействия раствора Компонекс-21 v.3 при температурах 150 °С и 200 °С;
- анализ внешнего состояния поверхности деталей;
- металлографический анализ.

Результаты исследования

В результате *спектрального анализа* установлено, что материал, поступивших на исследование образцов, соответствует стали марки 36Г2С в соответствии с ГОСТ 51245-99 «Трубы бурильные стальные универсальные. Общие технические требования». Химический состав сталей и результаты спектрального анализа приведены в таблице 1.

Таблица 1. Химический состав сталей, % масс.

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Co
Образец	0.41	0.47	1.66	0.021	0.009	0.11	0.09	0.018	0.22	0.02
36Г2С	0.32-0.40	0.4-0.7	1.5-1.8	<0.040	<0.045	<0.3	<0.4			

Содержание остальных элементов (Al, Mg, Nb, Ti) находится на уровне тысячных значений.

Подготовку поверхности образцов перед коррозионными испытаниями проводили по ГОСТ Р 9.905-2007 «Методы коррозионных испытаний. Общие требования» и включала в себя: механическое шлифование, промывку, обезжиривание, сушку на воздухе. Образцы перед экспериментом выдерживались в эксикаторе с хлоридом кальция в течение суток.

Для выявления склонности исследуемой стали к коррозии проводили лабораторные испытания в растворе Компонекс-21 v.3 при:

- температуре 150 °С и давлении 1 атм.;
- температуре 200 °С и давлении 16 атм.

Образцы выдерживали при полном погружении и отсутствии доступа воздуха к экспериментальным растворам в течение 15-ти суток с периодическим (1, 3, 5, 10, 15 суток) извлечением образцов для определения кинетики коррозионного разрушения (экспериментальные растворы обновлялись каждые 24 часа).

Исследования проводили с использованием гравиметрического и металлографического методов. В ходе эксперимента были изучены зависимости скорости коррозии исследуемых сталей от температуры и времени выдержки.

Исследование внешнего состояния поверхностей образцов в процессе и после испытаний проводили визуально и методом оптической фрактографии с использованием бинокулярного микроскопа МБС-200. Оценку коррозионных повреждений проводили после удаления продуктов коррозии по ГОСТ Р 9.907-2007 ЕСЗКС. «Металлы, сплавы, покрытия металлические. Методы удаления продуктов коррозии после коррозионных испытаний» химическим методом.

В результате анализа установлено, что при температуре 150 °С и давлении 1 атм. на исследуемых образцах выявлены коррозионные повреждения в виде растравливания поверхностей с множественными неупорядоченно расположенными коррозионными язвами, что характерно для неравномерной коррозии стали, проникающей с неодинаковой скоростью на различных участках поверхности металла (рис. 1а).

Под микроскопом (рис. 1б) после суток испытаний на поверхности образцов выявлены множественные язвенные повреждения округлой и продолговатой формы размером не более 100 мкм, площадь которых составляет порядка 50% от всей поверхности образцов. При увеличении времени воздействия агрессивной среды размер и количество язв возрастает и составляет после 15 суток ~ 1 мм, которые занимают до 90 % поверхности.

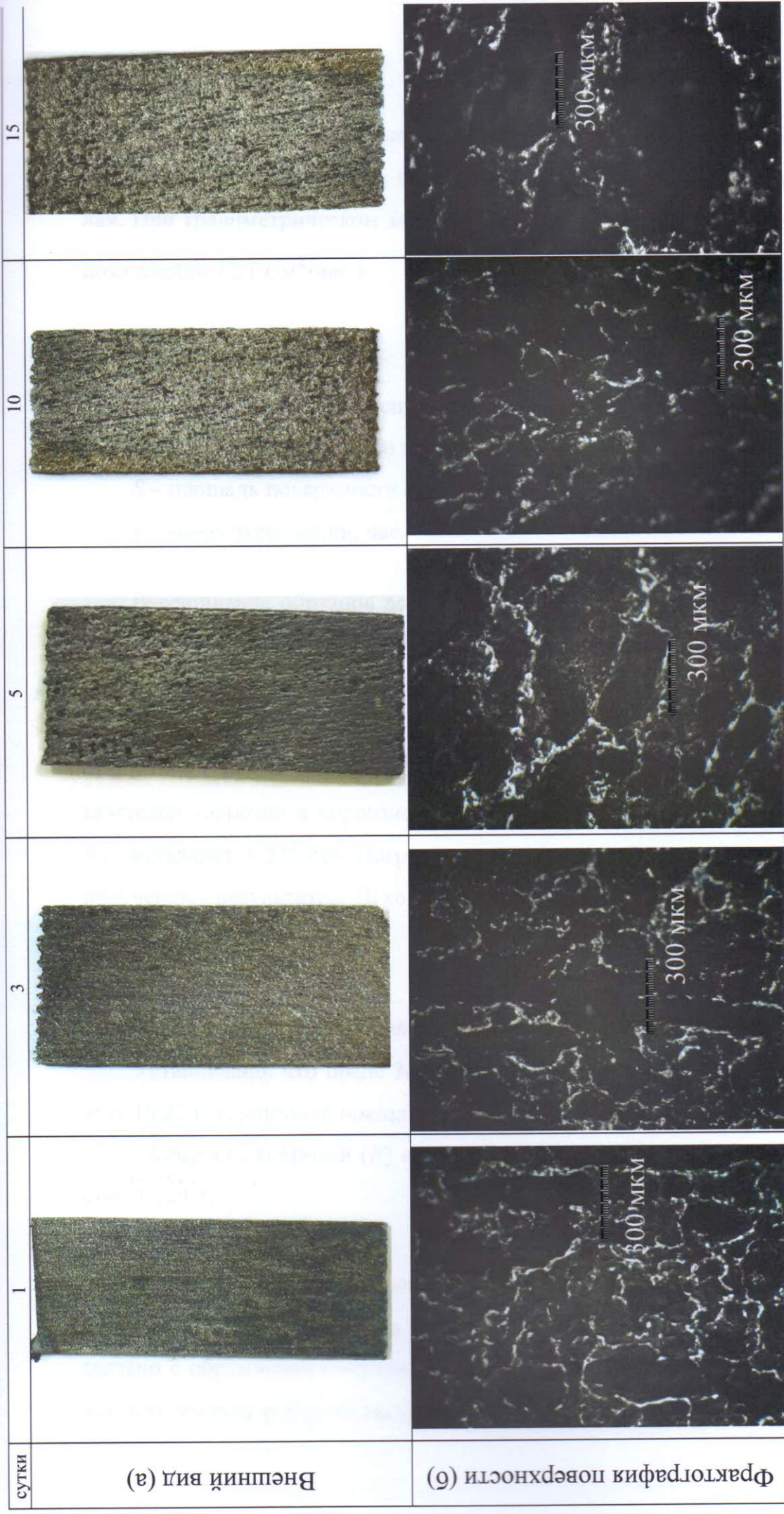


Рис.1 Внешний вид поверхностей образцов (а) и состояние поверхности при увеличении (б) после выдержки в растворе Компонекс-21 v.3 при температуре 150 °С и давлении 1 атм (термостат)

Гравиметрический метод. Сущность метода заключается в определении потери массы металлических образцов за время их пребывания в испытываемых средах. При гравиметрическом методе скорость коррозии характеризуется массовым показателем K_m (г/м²·час)

$$K_m = \frac{m_1 - m_2}{S \cdot \tau}$$

где m_1 – масса образца до испытания, г;

m_2 – масса образца после испытания, г;

S – площадь поверхности образца, 0.001584 м²;

τ – время экспозиции, час.

Взвешивание образцов до и после проведения коррозионных испытаний проводилось после удаления с их поверхности продуктов коррозии на аналитических весах с погрешностью измерения ± 0.002 г. Геометрические размеры образцов в ходе испытаний измеряли при помощи штангенциркуля. Расчеты проводили в соответствии с ГОСТ 9.908-85 ЕСЗКС «Металлы и сплавы. Методы определения показателей коррозии и коррозионной стойкости». Ошибка в расчете и определении K_m составляет $\pm 5\%$ отн. Погрешность незначительна и показывает правомерность полученных результатов. Исходя из значений K_m , рассчитывали глубинный показатель коррозии K_n , (мм/год):

$$K_n = (K_m \cdot 8.760) / \rho_{Fe}$$

где ρ_{Fe} – плотность железа, равная 7.874 г/см³.

Установлено, что после 360 часов испытаний, потеря массы образцов составляет 10.23 г; глубинный показатель коррозии исследуемой стали $K_n = 19.95$ мм/год.

Скорость коррозии (K) образцов рассчитана из графика по формуле на участке 0-120 ч:

$$K = tg\alpha$$

Из рис. 3 видно, что первые 5 суток (120 ч) скорость коррозии составляет 0.0514 г/ч. Далее наблюдается снижение коррозионного растворения образцов, что связано с образованием на поверхностях образцов пузырьков водорода, препятствующих доступу рабочего раствора.

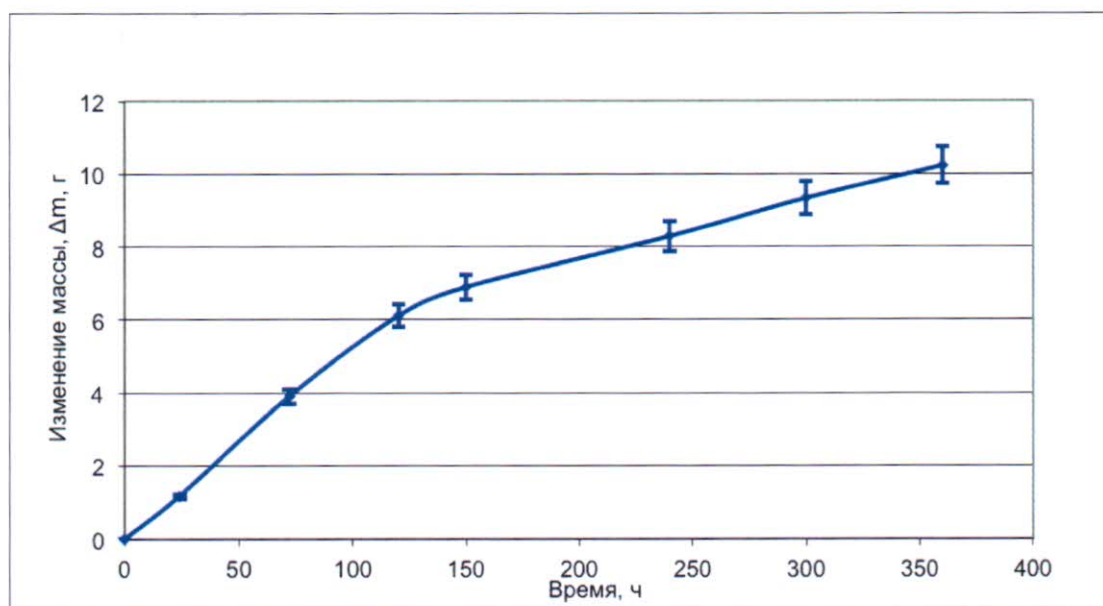


Рис.3 Зависимость изменения массы образцов стали 36Г2С от времени коррозионных испытаний при температуре 150 °С и давлении 1 атм.

Металлографический анализ проводили с целью оценки состояния материала исследуемых образцов вблизи поверхностей, а также определения глубины и характера коррозионных повреждений.

Исследование проводили на образцах, взятых выборочно, после испытаний в течение 1, 3, 5, и 10 суток. Шлифы были приготовлены в поперечном сечении стенки трубы.

В результате анализа установлено, что после выдержки в растворе при температуре 150 °С в течение 1 суток в материале образцов выявлена равномерная коррозия с отдельными язвенными повреждениями общей глубиной до 115 мкм.

После 3-х суток испытаний в материале образцов наблюдается неравномерная коррозия с множественными язвенными повреждениями общей глубиной до 190 мкм.

При увеличении времени испытаний глубина коррозионного разрушения составляет более 220 мкм (рис.4).

Вид и характер коррозионных повреждений характерен для неравномерной язвенной коррозии низколегированной стали с ферритно-перлитной структурой.

На основании результатов металлографического анализа была рассчитана средняя скорость коррозии исследуемой стали по изменению толщины образцов (рис.5).

Средняя скорость коррозии образцов за период испытаний составляет:

$$K_{\text{средн}} = \frac{\Delta h}{\Delta t}$$

где $K_{\text{средн}}$ – средняя скорость коррозии, мм/год;

Δh_0 – средняя глубина язвенных повреждений, мм;

Δt – период эксплуатации, года.

Таким образом, средняя скорость коррозии углеродистой стали 36Г2С при температуре 150 °С и давлении 1 атм. и воздействии экспериментального раствора составляет более 19 мм/год.

После 1 суток испытаний при температуре 200 °С и давлении 16 атм максимальная глубина язв (рис. 4) составляет порядка 230 мкм, соответственно скорость коррозии составляет 43 мкм/сут. По литературным данным скорость коррозии увеличивается с повышением температуры экспоненциально, что согласуется с полученными экспериментальными данными при температуре 150 °С и давлении 1 атм. (25-28 мкм/сут).

Таблица 2. Изменение массы, показатели и скорости коррозии образцов стали 36Г2С

№ п/п	Условие испытания	Эксперимент	Масса образца, г	Время экспозиции, час	Потеря массы образца, г	Массовый показатель коррозии, г/(м ² *час)	Глубинный показатель коррозии, мм/год	Скорость коррозии
1	150 °С, 1 атм	m0	15.1359	0	-	-	-	19-21
2		m1	13.9648	24	1.1711	30.8055	17.1359	
3		m2	11.2287	72	3.9072	34.2593	19.0571	
4		m3	9.0264	120	6.1095	32.1417	17.8792	
5	200 °С, 16 атм	m0	15.6890	0	-	-	-	32

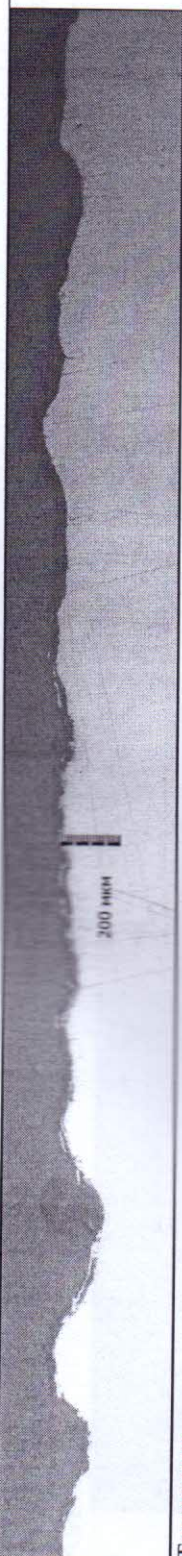
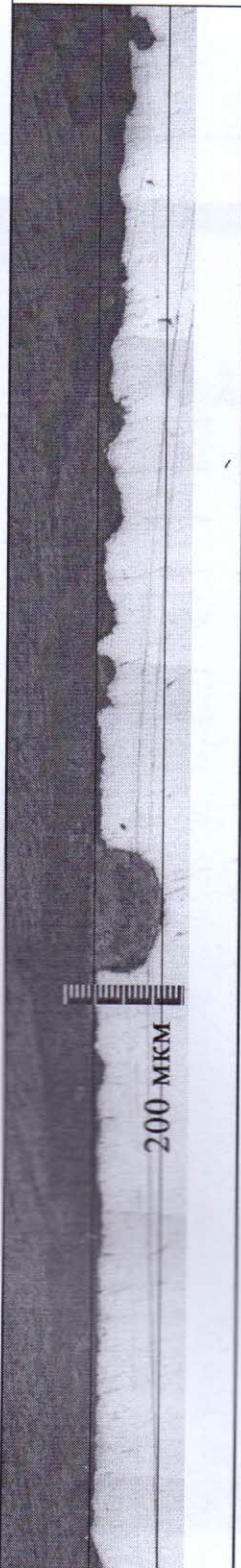
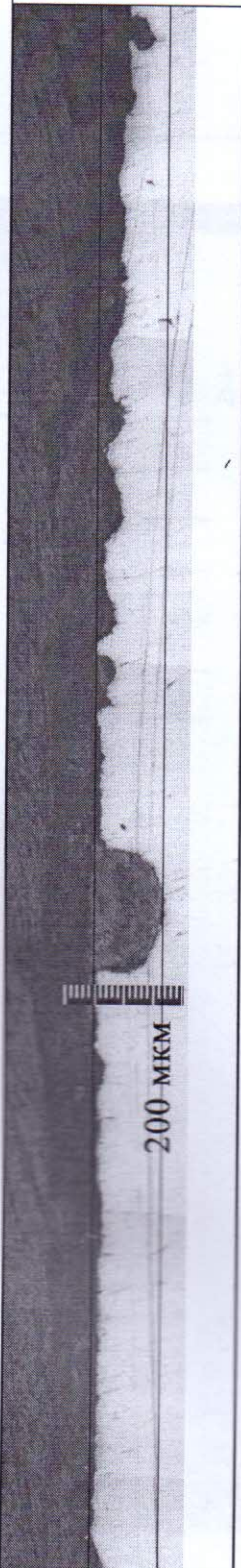
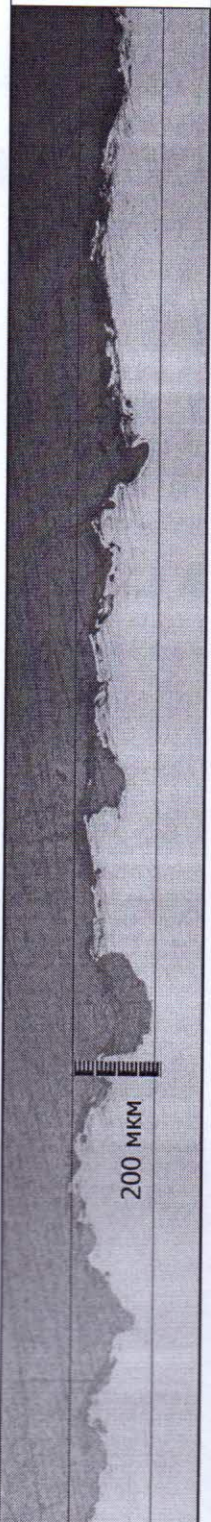
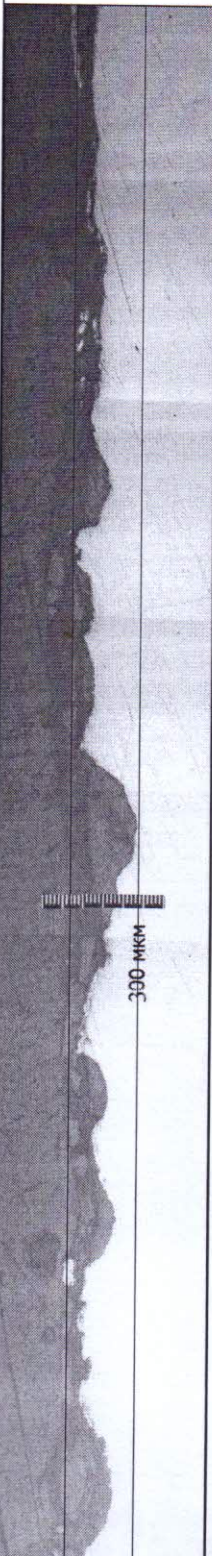
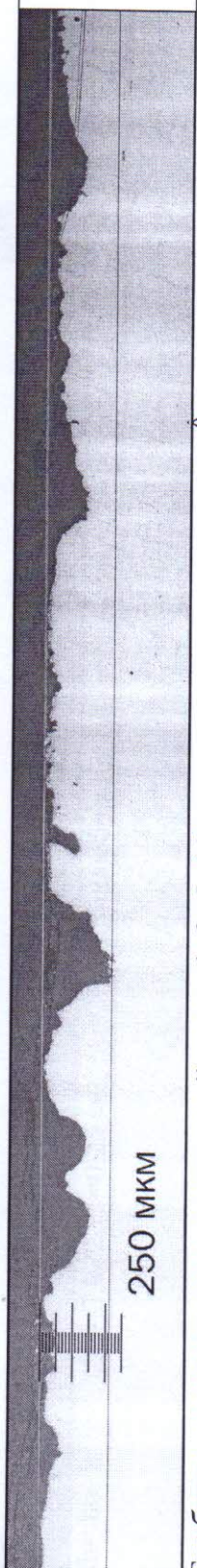
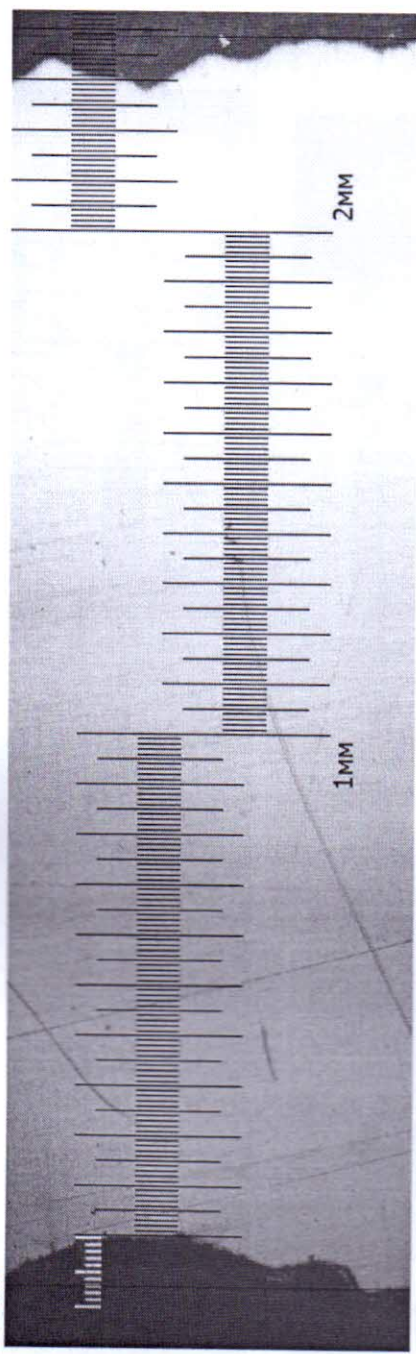
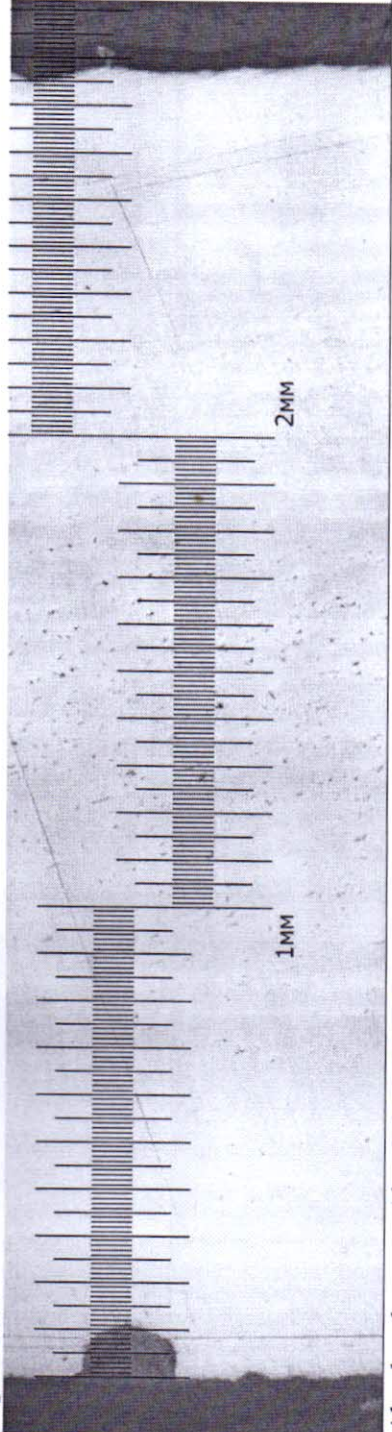
сут	Автоклав	Термостат	Максимальная глубина язв	мкм
1				230
1				115
3				190
5				200
10				220

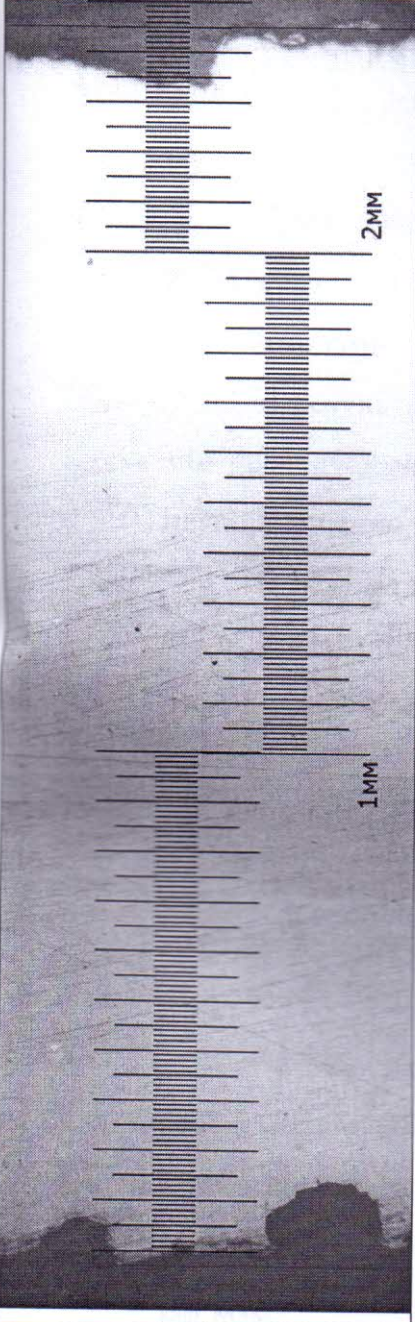
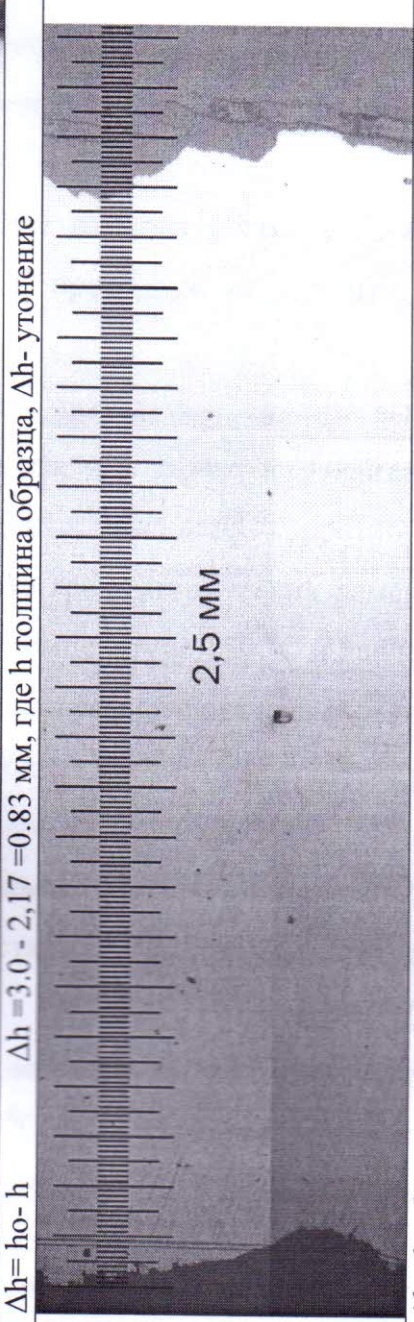
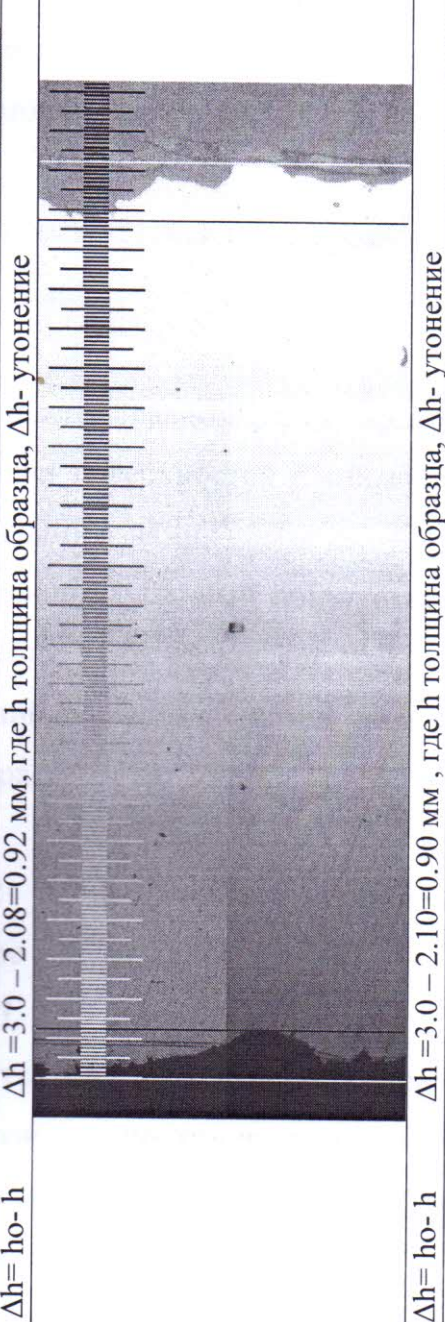
Рис. 4 Глубины коррозионных поражений после 1, 3, 5, 10 суток при температуре 150 °С и давлении 1 атм (термостат) и после 1 суток при температуре 200 °С и давлении 16 атм (автоклав).

Таблица 2 – Изменение толщины стенки и скорость коррозии образцов в процессе испытаний при температуре 150 °С и давлении 1 атм (термостат) и после 1 суток при температуре 200 °С и давлении 16 атм (автоклав).

сут	Толщина стенки образца	Скорость коррозии, мм/год
1	<p>Автоклав</p> 	32
1	<p>Термостат</p> 	25

$\Delta h = h_0 - h$ $\Delta h = 3.0 - 2.57 = 0.43$ мм, где h толщина образца, Δh - утонение

$\Delta h = h_0 - h$ $\Delta h = 3.0 - 2.75 = 0.25$ мм, где h толщина образца, Δh - утонение

3		28
5		19
10		16
	$\Delta h = h_0 - h$ $\Delta h = 3.0 - 2.17 = 0.83$ мм, где h толщина образца, Δh - утонение	
	$\Delta h = h_0 - h$ $\Delta h = 3.0 - 2.08 = 0.92$ мм, где h толщина образца, Δh - утонение	
	$\Delta h = h_0 - h$ $\Delta h = 3.0 - 2.10 = 0.90$ мм, где h толщина образца, Δh - утонение	

Анализ результатов исследований

Целью работы является оценка коррозионной активности раствора Компонекс-21 v.3 и степени его влияния на стойкость труб из низколегированной стали.

По результатам *спектрального анализа* установлено, что материал, поступившей на исследование трубы, соответствует стали марки 36Г2С.

На процесс возникновения коррозионных повреждений исследуемой стали при эксплуатации труб могут влиять такие факторы как состав коррозионной среды, температура, давление и др., которые определяют вид коррозии, ответственный за разрушение труб.

В данной работе исследована коррозионная активность раствора Компонекс-21 v.3 на коррозионную стойкость исследуемой стали в зависимости от температуры.

Исследование влияния раствора Компонекс-21 v.3 на коррозионную стойкость стали 36Г2С проводили визуальным, гравиметрическим и металлографическим методами.

В результате визуального анализа выявлен неравномерный характер коррозии исследуемой стали в виде растравливания поверхностей с множественными неупорядоченно расположенными коррозионными язвами.

В результате гравиметрических измерений глубинный показатель коррозии стали 36Г2С при температуре 150 °С и давлении 1 атм составляет 19.95 мм/год; по результатам металлографических исследований скорость коррозии стали превышает 19 мм/год. При повышении температуры раствора до 200 °С скорость коррозии стали увеличится до 32 мм/год и более.

Таким образом, раствор Компонекс-21 v.3 является коррозионноактивным по отношению к стали 36Г2С при температуре 200 °С.

ВЫВОД.

Раствор Компонекс-21 v.3 производства ООО "НОВА Технолоджиз" при температуре 200 °С является коррозионноактивным по отношению к низколегированной трубной стали 36Г2С, скорость коррозии стали составит более 32 мм/год.



НИТУ «МИСиС»

Сброшировано и прогумеровано
13 стр.