МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВНИИСПТнефть

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ И ОЦЕНКИ СОВМЕСТИМОСТИ С ИНГИБИТОРАМИ КОРРОЗИИ ХИМРЕАГЕНТОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В НЕФТЕДОБЫЧЕ

(РД 39 - 30 - 574 - 81)

1981

gost.e-ecolog.ru

Министерство нефтяной промышленности

УТВЕРЖДЕНА
Первым заместителем министра
нефтяной промышленности
В.И.Игревским
26 июня 1981 г.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

М Е Т О Д И К А

ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ И ОЦЕНКИ СОВМЕСТИМОСТИ С ИНГИБИТОРАМИ КОРРОЗИИ ХИМРЕАГЕНТОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В НЕФТЕДОБЫЧЕ

РД 39-30-574-81

1981

Методика предназначена для научно-исследовательских подразделений производственных объединений и предприятий, занимающихся вопросами применения химреагентов в нефтедобыче, разработана в отделе защиты металлов от коррозии ВНИИСПТнефть зав. отделом коррозии к.т.н. Низамовым К.Р., зав. лабораторией Рождественским П.Г., с.н.с. Петровым В.В., м.н.с Лубиной Л.И.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

Методика определения коррозионной агрессивности и оценки совместимости с ингибиторами коррозии химреагентов, применяемых в нефтедобыче

РД 39-30-574-81

Вводится впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности от "23" июля 1981 г. № 394

Срок введения установлен с 01.09.81

Срок действия до _____

Методика предназначена для оценки в лабораторных условиях совместимости ингибиторов коррозии с химреагентами, применяемыми в нефтедобыче. Основным параметром является изменение коррозионной агрессивности среды при добавке химреагентов.

I. ВИДЫ И ЗАДАЧИ ИСПЫТАНИЙ

I.I. Определение коррозионной агрессивности химреагентов производится с целью оценки скорости коррозии оборудования, предназначенного для их транспортировки, хранения и перекачки, а также выявления изменений коррозионной агрессивности среды, обрабатываемой химреагентом. При этом устанавливаются следующие виды испытаний.

I.I.I. Определение скорости коррозии в химреагенте в состоянии его поставки.

I.I.2. Определение скорости коррозии в рабочем растворе химреагента.

I.I.3. Оценка влияния химреагента на коррозионную активность модели сточной воды.

I.I.4. При испытании по п.п. I.I.I. и I.I.2. определяется скорость коррозии $\bar{\rho}$ по формуле

$$\bar{\rho} = \frac{\Pi}{S\tau} \left(\frac{г}{м^2 час}\right) \quad (I)$$

где $П$ - потери массы стального образца при испытании в химреагенте или в его рабочем растворе, г ;

S - площадь поверхности образца, $м^2$,

τ - продолжительность испытания, час.

I.I.5. При испытании по п. I.I.3. определяется коэффициент влияния (Кр) по формуле

$$K_p = \frac{П_2}{П_1}, \qquad (2)$$

где $П_2$ - потеря массы стального образца в модели сточной воды с добавкой химреагента, г ;

$П_1$ - потеря массы стального образца после испытания в модели сточной воды без добавки химреагента, г .

I.2. Оценка совместимости ингибиторов коррозии и химреагентов осуществляется с целью установления возможности их совместного применения и включает следующие виды испытаний.

I.2.I. Определение физической совместимости ингибиторов коррозии и химреагентов путем смешивания их в виде растворов или в состоянии поставки с последующим наблюдением за изменением цветности, осадкообразованием, газовыделением, пенообразованием, изменением температуры, коагуляцией и т.д.

I.2.2. Определение влияния химреагентов на коррозионную агрессивность модели сточной воды, содержащей оптимальную концентрацию ингибитора коррозии. При этом рассчитывается коэффициент

$$K_{инр} = \frac{П_{инр}}{П_{ин}}, \qquad (3)$$

где $П_{инр}$ - потери массы стального образца в модели сточной воды, содержащей оптимальную концентрацию ингибитора коррозии и добавки химреагентов в концентрациях, рекомендуемых или ожидаемых при практическом применении, г ;

$П_{ин}$ - потери массы стального образца в модели сточной воды, содержащей оптимальную концентрацию ингибитора коррозии, гр.

2. ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

2.1. Испытания по п.п. 1.1.3. и 1.2.2. проводят в динамических условиях. Для проведения испытаний используют установку (рис.1), в комплект которой входят двухгорлый стеклянный сосуд 4, электродвигатель с регулируемым числом оборотов 2, мешалка с магнитным приводом 3 и штатив 1.

Стеклянный сосуд (рис. 2) имеет емкость около 1 литра и состоит из двух цилиндрических камер, сообщающихся сверху и снизу. В камеру с большим диаметром помещается мешалка, в камеру меньшего диаметра - испытуемые образцы.

2.2. Контрольные образцы изготавливаются из холоднокатанной ленты (ГОСТ 503-71) стали марки 08КП (ГОСТ 1050-74) или 3КП (ГОСТ 380-71) в состоянии поставки. Образцы имеют прямоугольную форму и размеры 20 х 25 х 0,5 мм. Размеры по длине и ширине выдерживаются с точностью ± 1 мм. Для подвески образцов в них сверлится отверстие диаметром 3 мм. Образец около отверстия маркируется цифровыми клеймами с высотой цифр не более 3,5 мм. Обработка поверхности образцов до и после испытаний производится в соответствии с ОСТ 39-099-79.

2.3. Испытания по п.п. 1.1.1. и 1.1.2. проводят в статических условиях. Для проведения испытаний используют стеклянные цилиндры емкостью 1 л.

2.4. Испытания по п. 1.2.1. проводят в химических термостойких стаканах вместимостью 200 мл.

2.5. Агрессивной средой при испытании по п.п. 1.1.3. и 1.2.2. служат модели кислородосодержащей, или сероводородсодержащей сточной воды. Модель имеет следующий состав, г/л:

сернокислый кальций 2-водный ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) 1,4

хлористый кальций 2-водный ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) 23,0

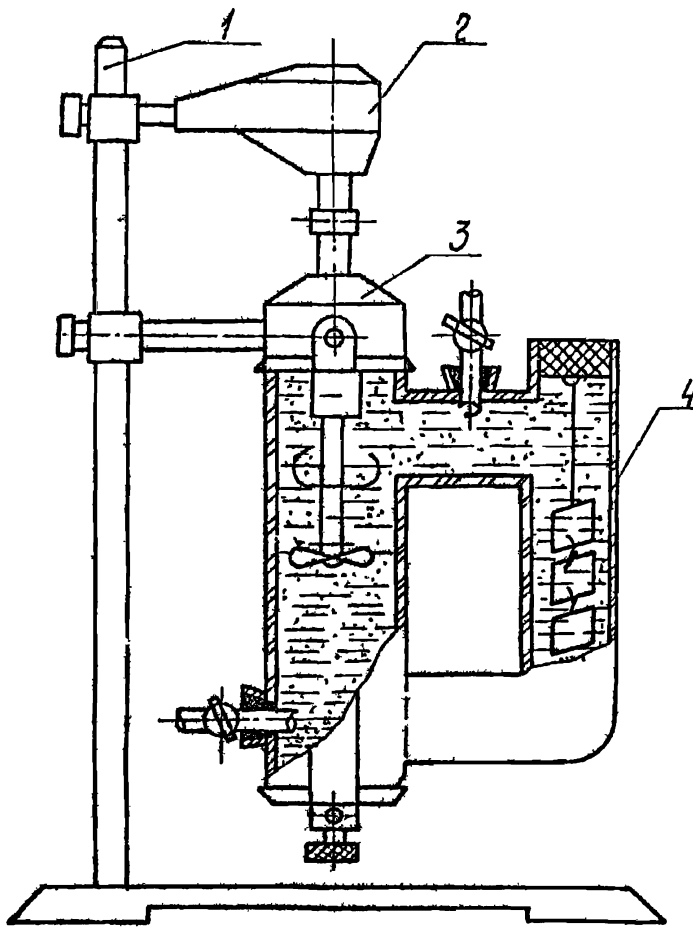


Рис. I Схема установки для коррозионных испытаний

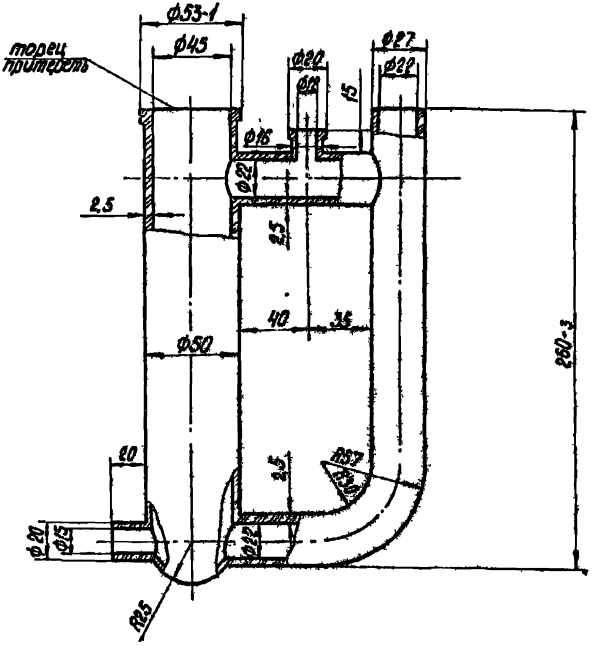


Рис. 2. Стеклянный сосуд для коррозионных испытаний.

хлористый натрий ($NaCl$) 144,3
хлористый магний 6-водный ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) 22,0
уайт-спирит 0,5

Указанные соли растворяют в дистиллированной воде. Объем раствора доводят до I л. Моделью кислородосодержащей сточной воды служит приготовленный солевой раствор. Уайт-спирит добавляют перед началом испытаний.

2.6. Модель сероводородосодержащей сточной воды готовят в следующей последовательности.

2.6.I. Приготовленный по п.2.5. раствор солей помещают в герметичный сосуд с нижним тубусом. Сосуд закрывают пробкой, снабженной двумя стеклянными трубками с отводами, служащими для насыщения раствора и удаления газа.

Освобождение от кислорода осуществляют путем пропускания через раствор азота или гелия в течение I часа. Обескислороженный раствор насыщают сероводородом. В случае, если при насыщении модели сточной воды сероводородом до высоких концентраций происходит выпадение осадка, то производят насыщение сероводородом 1% раствора хлористого натрия. Расчетное количество насыщенного сероводородом раствора хлористого натрия добавляют к модели сточной воды для получения требуемой концентрации сероводорода.

2.6.2. Для получения сероводорода смесь 3-х весовых частей предварительно измельченной серы и 2-х весовых частей полокнистого асбеста перемешивают с пятью частями расплавленного парафина. Из полученной массы готовят шарики диаметром 20-25 мм, которые помещают в колбу Кьельдаля в количестве 4-5 штук. Колба устанавливается в колбонагреватель. При нагреве шариков до 200°С в результате реакции выделяется сероводород, которым насыщают модель пластовой воды в емкости до получения концентрации сероводорода I500-2000 мг/л. Избыток сероводорода поглощается в склянках

Дрейфеля щелочью. Определение концентрации сероводорода в воде осуществляют йодометрическим методом.

2.6.3. Насыщенный сероводородом раствор солей добавляют к обескислороженной, непосредственно в сосуде для коррозионных испытаний, модели пластовой воды в таком количестве, чтобы концентрация сероводорода в объеме смеси составляла 100 ± 10 мг/л.

2.7. Агрессивной средой при испытаниях по п. I.I.I. и I.I.2 служат химреагенты в состоянии поставки или их рабочие растворы.

2.8. Испытания по п.п. I.I.3. и I.2.2. могут проводиться в пробах пластовой или сточной воды. Испытания по п. 2,8. проводят после испытаний в моделях кислородсодержащей или сероводородсодержащей сточной воды.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.I. Для проведения испытаний по п.п. I.I.I. и I.I.2. в стеклянный цилиндр вместимостью I л заливают химреагент или его рабочий раствор в количестве 0,95 л. После этого в цилиндр погружают 3-5 контрольных образцов, закрепленных на капроновой леске так, чтобы образцы располагались в средней части цилиндра. По истечении 30 суток образцы извлекают, обрабатывают (см. п.п. 2.2.) и определяют скорость коррозии по формуле (I). Оценку коррозионной агрессивности проводят в соответствии с ГОСТ I3819-68.

3.2. Испытания по п. I.I.3. проводят в следующей последовательности. Стеклянный сосуд установки (рис.I) заполняют моделью сточной воды таким образом, чтобы уровень жидкости доходил до середины штуцера верхнего перетока. Включают электродвигатель и устанавливают скорость вращения мешалки 650-700 об/мин. Добавляют в воду расчетное количество уайт-спирита, после чего на капроновой леске погружают 4-4 контрольных образца. Продолжительность опыта

непрерывном движении среды – 6 час. Температура – комнатная. окончании испытания образцы вынимают, обрабатывают (п.2.2.) и ределяют потерю их массы ($П_1$).

Для определения потери массы в среде с химреагентом ($П_2$), в уд перед погружением образцов добавляют исследуемый химреагент концентрации, ожидаемой или применяемой на практике. Расчеты изводят по формуле (2). Результаты испытания оценивают по слеей шкале.

Таблица I

ШКАЛА ДЛЯ ОЦЕНКИ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ ХИМРЕАГЕНТОВ

ачения эффициента	Характер влияния химреагента на коррозионную агрессивность модели пластовой воды
$0,96 \geq Кр \geq 0,94$	не влияет
$Кр > 1,06$	увеличивает
$Кр < 0,94$	проявляет защитный эффект

3.3. При испытании по п. I.2.I. в химическом термостойком кане вместимостью 200 мл при постоянном перемешивании производ г смешивание растворов ингибитора коррозии и химреагента при одиковых концентрациях. (Рабочие растворы готовятся в растворителях, комендованных техническими условиями на исследуемые вещества). комендуемые концентрации растворов – 1%, 10%, 25%, 50%, 100%. чинать смешивание необходимо с растворов низкой концентрации, ливая раствор химреагента к раствору ингибитора небольшими рциями.

При обнаруживании признаков химической реакции или существенного изменения физических свойств испытания прекращают. Ингибитор и химреагент признаются несовместимыми. В то же время отсутствие признаков химической реакции или изменения физических свойств не дает основания считать ингибитор и химреагент совместимыми.

3.4. Испытание по п. I.2.2. включает следующие этапы.

3.4.I. Определение потери массы контрольных образцов в модельной сточной воды без ингибитора по п. 3.2. ($П_I$).

3.4.2. Определение потери массы контрольных образцов в модельной сточной воды при различных концентрациях ингибитора ($П_2^{/}$); ход определения по п. 3.2. Перед погружением образцов в сосуд добавляется ингибитор коррозии в заданной концентрации.

3.4.3. Расчет степени защиты (Z) при каждой испытанной концентрации ингибитора (С) по формуле:

$$Z = \frac{П_I - П_2^{/}}{П_2} \cdot 100\%$$

Степень защиты должна быть более 90% как минимум при одной из испытанных концентраций.

3.4.4. Построение графика зависимости $Z=f(C)$, согласно ОСТ 39-099-79.

3.4.5. Нахождение по графику $Z=f(C)$ концентрации ингибитора соответствующей степени защиты 90%.

3.4.6. Определение потери массы контрольных образцов в модельной сточной воды, содержащей оптимальную концентрацию ингибитора коррозии и химреагент в концентрации ожидаемой или рекомендуемой при практическом применении ($Лигр$).

3.4.7. Расчет $Лик$ по формуле Пик = 0,I $П_I$.

3.4.8. Расчет коэффициента Кикр по формуле (3).

3.4.9. Оценка совместимости ингибитора коррозии с химреагентом осуществляется по данным табл.2.

Таблица 2

ШКАЛА ДЛЯ ОЦЕНКИ СОВМЕСТИМОСТИ ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ С ХИМРЕАГЕНТАМИ

I,I9 $\geqslant$ Кикр $\geqslant$ 0,8I	ингибитор совместим с химреагентом
Кикр $>$ I,I9	ингибитор не совместим с химреагентом
Кикр $<$ 0,8I	ингибитор совместим с химреагентом с синергетическим эффектом

Шкала оценки совместимости может быть использована при испытании в различных коррозионных средах.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.I. Все работы с химреагентами, а также операции по обработке поверхности контрольных образцов до и после испытаний необходимо проводить в шкафах с вытяжной вентиляцией.

4.2. Помещение, где проводятся работы с химреагентами, должны быть обеспечены противопожарными средствами и общеобменной приточно-вытяжной вентиляцией.

4.3. При работе с химреагентами должны соблюдаться правила техники безопасности, изложенные в специальных инструкциях, ГОСТах, ТУ на исследуемые вещества.

Приложение I

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ХИМРЕАГЕНТА НА КОРРОЗИОННУЮ АКТИВНОСТЬ МОДЕЛИ СТОЧНОЙ ВОДЫ

Деэмульгатор	Концентрация деэмульгатора, мг/л	Потеря массы образца в среде с деэмульгатором, г ($П_2$)	Потеря массы образца в модели сточной воды, г ($П_1$)	Коэффициент влияния (Кр)
I	2	3	4	5
Проксанол I86	50	0,0030	0,0033	0,99
	70	0,0028		0,85

При концентрации 50 мг/л Проксанол I86 не увеличивает коррозионной агрессивности модели сточной воды, но и не обладает защитой т.к. I,06 > 0,99 > 0,94.

При концентрации 70 мг/л наблюдается незначительный защитный эффект т.к. 0,85 < 0,94.

Приложение 2

ОЦЕНКА СОВМЕСТИМОСТИ ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ С ХИМРЕАГЕНТАМИ, ПРИМЕНЯЕМЫМИ В НЕФТЕДОБЫЧЕ

Определение совместимости деэмульгатора Проксанол I86 с ингибиторами коррозии ИКБ-4-В.

Концентрация Проксанола I86, мг/л	70
Концентрация ИКБ-4-В, мг/л	I00
Потеря массы образцов при оптимальной концентрации ингибитора коррозии, г (Пик)	0,0004
Потеря массы образцов при оптимальной концентрации ингибитора коррозии и деэмульгатора, г.(Пикр)	0,0026
Кикр	6,5

Проксанол I86 несовместим с ингибитором коррозии ИКБ-4-В, Кикр>I,I9.

СОДЕРЖАНИЕ

I. Общие положения. Виды и задачи испытаний
2 Оборудование, материалы, реактивы
3. Проведение испытаний Оценка результатов
4 Требования безопасности
5. Приложение I
6. Приложение 2

М Е Т О Д И К А

ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ И ОЦЕНКИ СОВМЕСТИМОСТИ С ИНГИБИТОРАМИ КОРРОЗИИ ХИМРЕАГЕНТОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В НЕФТЕДОБЫЧЕ

РД 39-30-574-81

ВНИИСПТнефть

450055, Уфа-55, просп. Октября, 144/3

Подписано к печати 16.10.1981 ПО 8498
60х90 1/16. Уч.-изд. л. 0,7 Тираж 135 экз.
Заказ 211

Ротапринт ВНИИСПТнефти

gost.e-ecolog.ru