**Общество с ограниченной ответственностью**
**«Технопарк Надежность»**
**ИНН/КПП 5609175817/560901001**
**ОГРН 1155658009605**

**460048, г. Оренбург, ул. Монтажников, д. 32, помещение 2, телефон (3532) 23-20-71**

Утверждаю
Директор ООО «Технопарк Надежность»
_____В.М. Кушнаренко
«23» 12 2019 г.

# ОТЧЕТ

**по теме:**

**«Проведение испытаний в сероводородсодержащей среде NACE TM 0177 стали AISI 316Ti, из которой изготовлены детали датчика влагомера FIZEPR-SW100, контактирующие с сероводородсодержащей средой, а также уплотнительных материалов из АГ-4 и полиэфирэфиркетона»**

Оренбург – 2019

# 1 Проведение испытаний в сероводородсодержащей среде образцов из стали AISI 316Ti на сероводородное растрескивание по NACE TM 0177

## 1.1 ОБЪЕКТ И ЦЕЛЬ ИССЛЕДОВАНИЙ

Объектом исследований являлись цилиндрические образцы из стали AISI 316Ti (отечественное обозначение указанной стали: 10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) сертификаты (паспорта) качества № 338550 от 04.10.2018; № 934905-Н от 26.01.2019; № 156/08 от 26.08.2019 (приложения 1 - 3), вырезанные из заготовок для изготовления деталей датчика влагомера FIZEPR-SW100 (рисунок 1) ООО "Конструкторское бюро Физэлектронприбор".

Цель исследований: оценить сопротивление металла образцов сероводородному растрескиванию под напряжением в коррозионной среде NACE в соответствии с требованиями стандарта NACE TM 0177 [1].

## 1.2 МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЙ

Коррозионные испытания проводили согласно NACE TM0177 [1] и СТО Газпром 2-5.1-148-2007 [2]. В качестве коррозионной среды применяли водный раствор NACE: 5% NaCI + 0,5% $CH_3COOH$, насыщенный $H_2S$, pH $\leq$ 3,5, температура раствора T=24 $\pm$ 3˚C.

Сероводород получали на установке из сернистого натрия и соляной кислоты (1:1). Для приготовления коррозионной среды использовали дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72 с pH = 5,4-6,6; хлористый натрий по ГОСТ 4233-77 и ледяную уксусную кислоту по ГОСТ 61-75 марки ХЧ; газообразный азот не ниже 1 сорта и сероводород, содержащий примесей не более 0,5%.

При испытаниях в сероводородсодержащей среде коррозионные камеры, систему подачи раствора и сероводорода продували азотом в течение 5 ÷ 10 минут для удаления кислорода. После этого камеры

заполняли коррозионным раствором и продували азотом в течение не менее 1 часа при расходе азота не менее 100 см$^3$/мин на литр раствора. Затем через

Рисунок 1 - Анализатор влажности (влагомер) FIZEPR-SW100

раствор пропускали сероводород с расходом в течение первого часа испытаний не менее 200 см$^3$/мин на литр раствора, а в течение остального времени испытаний - не менее 10 см$^3$/мин на литр раствора. Рабочую часть образцов обезжиривали органическими растворителями, нитротолуолом ГОСТ 23487-79 и промывали этиловым спиртом по ГОСТ 18300-87, после

чего брали их только за нерабочую часть. Затем образцы помещали в ячейку (объем коррозионной ячейки обеспечивает удельный объем коррозионной среды не менее 30 $см^3$ на 1 $см^2$ неизолированной рабочей поверхности образца) и подводили коррозионную среду NACE.

Испытания образцов проводили на установке ПН-16-4 для коррозионных испытаний материалов при постоянной нагрузке согласно СТО Газпром 2-5.1-148-2007 [2].

## 1.3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

Согласно данным сертификатов (паспортов) качества № 338550 от 04.10.2018; № 934905-Н от 26.01.2019; № 156/08 от 26.08.2019 и результатам проведенных контрольных измерений твердость металла представленных образцов из стали AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) составляет 167-174НВ, что соответствует требованиям стандарта NACE MR0175 [3] для стальных конструкций, контактирующих с сероводородсодержащими средами. Минимальный предел текучести стали AISI 316Ti составляет 250 МПа.

Результаты испытаний образцов из стали AISI 316Ti на сероводородное коррозионное растрескивание при постоянном напряжении $0,8*\sigma_{0,2}$ (0,8*250=200 МПа) представлены в протоколе № 133/12 СКРН от 17.12.2019г.

Образцы из стали AISI 316Ti выдержали базовое время испытаний, следовательно, материал обладает стойкостью к сероводородному коррозионному растрескиванию.

Согласно полученным результатам испытаний и п.5.5.8 СТО Газпром 2-4.1-223-2008 [4] по стойкости металла к сероводородному растрескиванию под напряжением сталь AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) относится к группе стойкости С-1.

## 2 Проведение испытаний в сероводородсодержащей среде образцов из стали AISI 316Ti на водородное расслоение по NACE TM 0284

### 2.1 ОБЪЕКТ И ЦЕЛЬ ИССЛЕДОВАНИЙ

Объектом исследований являлись образцы в количестве 3 штуки из стали AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т), вырезанные из заготовок для изготовления деталей датчика влагомера FIZEPR-SW100 ООО "Конструкторское бюро Физэлектронприбор".

Цель исследований - оценить сопротивление стали AISI 316Ti водородному растрескиванию (ВР).

### 2.2 МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЙ

Испытания на ВР образцов из стали AISI 316Ti проводили согласно NACE TM0284 [5] и СТО Газпром 2-5.1-148-2007 [2] при температуре $24 \pm 2^{\circ}$С.

Оценивали сопротивление материала образцов ВР, вызванному абсорбцией металлом ионизированного водорода, выделяющегося в процессе коррозии металла в наводороживающих средах, и последующим образованием молекулярного водорода в микронесплошностях металла.

Испытания образцов на водородное растрескивание проводили в течение 96 ч в среде NACE без приложения к образцам внешних нагрузок.

Методика приготовления раствора NACE и обработка образцов представлены в пункте 1.2.

Напряжения возникают от давления водорода, молизовавшегося в микронесплошностях металла образцов. В последующем определяли степень повреждения металла образцов трещинами ВР.

После испытаний образцы разрезали на три части длиной по 33,3 мм. Каждую часть в месте реза полировали и травили так, чтобы можно было отличить ВР от включений, царапин и других дефектов. Измерение геометрических параметров зоны трещин проводили при 100-кратном увеличении в трех поперечных сечениях каждого образца.

Сопротивление сталей и сварных соединений ВР оценивали по величине: коэффициента длины зоны трещин ВР (КЛР) и коэффициента высоты зоны трещин ВР (КТР) вычисляемых по формулам:

$$КЛР = \frac{\sum a}{B} \cdot 100\ \%, \qquad КТР = \frac{\sum b}{T} \cdot 100\ \%,$$

где а – длина зоны трещин ВР, мм;

b – высота зоны трещин ВР, мм;

B – ширина стандартного образца для испытания на ВР, мм;

T - толщина стандартного образца для испытания на ВР, мм.

## 2.3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

Результаты испытаний образцов из стали AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) на ВР представлены на рисунке 2 и в протоколе № 134/12 ВР от 17.12.2019г. В сечениях металла испытуемых образцов при 100-кратном увеличении не обнаружены трещины водородного растрескивания.

Материал испытуемых образцов, согласно СТО Газпром 2-4.1-1019-2015 [6] (таблица 1), имеет высокое сопротивление ВР.

Таблица 1 - Стойкость металла труб и СДТ против сероводородного коррозионного растрескивания под напряжением (СКРН) и водородного растрескивания типа расслоения (ВР)

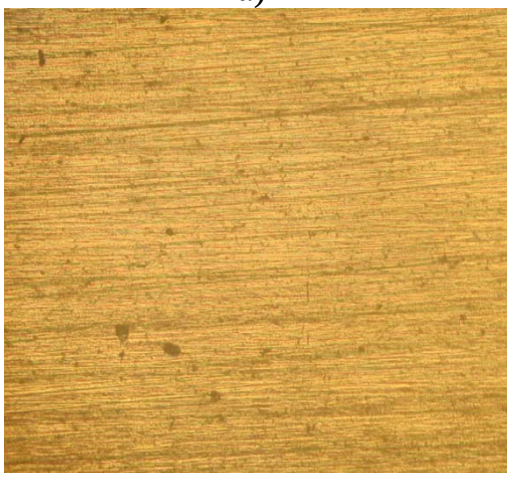
| Группы стойкости | Показатели стойкости | | |
|---|---|---|---|
| | СКРН | ВР* | |
| | $\sigma_{пор}$ в долях от $\sigma_{0,2}$ мин не менее | КЛР, % не более | КТР, % не более |
| С-1 | 0,8 | 3 | $\rightarrow 0_1$ |
| С-2 | 0,7 | 6 | 1 |
| С-3 | 0,6 | 12 | 2 |
| С-4 | 0,5 | 20 | 3 |

Примечание:
* Имеющиеся отдельные мелкие трещины расположены в одной плоскости или, располагаясь в плоскостях, разноудалённых от поверхности, не соединяются поперечной трещиной между собой с образованием ступенек и удалены друг от друга на расстоянии более 0,5мм.

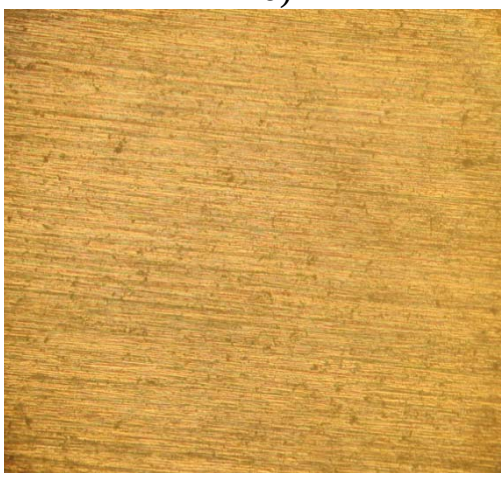
Согласно полученным результатам материал испытуемых образцов из стали AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) стойкий к СКРН, а также к водородному растрескиванию и относится к группе стойкости С-1. Изделия из указанной стали могут применяться в средах, содержащих сероводород до 10% объёмных, при условии выполнения качественных сварных соединений.

а)

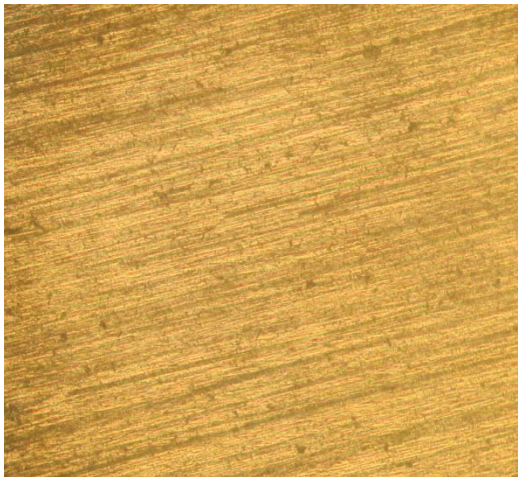
б)



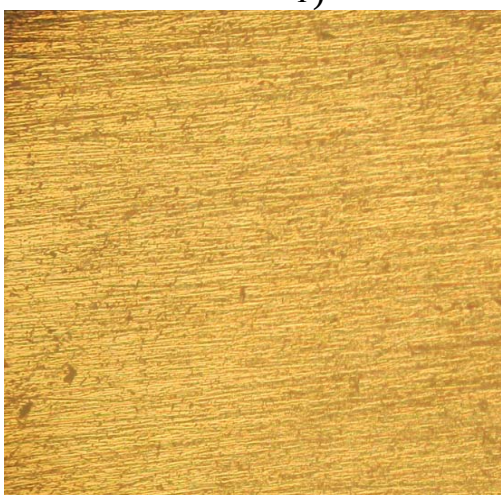
в)



г)



д)



е)

Рисунок 2 – Плоскости сечений образцов (а,б,в,г,д,е) из стали AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) после испытаний на водородное растрескивание, х 100

## 3. Проведение испытаний на набухание в сероводородсодержащей среде NACE TM 0177 втулок из АГ-4 (ГОСТ 20437-89) и полиэфирэфиркетона

Испытания на набухание материала втулок из АГ-4 и из полиэфирэфиркетона - заготовки для изготовления уплотнительных деталей датчика влагомера FIZEPR-SW100 - проводили в водном растворе NACE: 5% NaCI + 0,5% $CH_3COOH$, насыщенный $H_2S$, pH $\leq$ 3,5, температура раствора 24 $\pm$ 3˚С.

Степень набухания (%) определяли после 720-часовой выдержки втулок в сероводородсодержащем растворе NACE TM0177.

Образцы уплотнительных материалов помещали в ячейки (объем коррозионной ячейки обеспечивает удельный объем коррозионной среды не менее 30 $см^3$ на 1 $см^2$ неизолированной рабочей поверхности образца) и подводили коррозионную среду.

Перед испытаниями, а также после испытаний и протирки фильтровальной бумагой, образцы взвешивали на воздухе на аналитических весах с точностью до 4-го знака и определяли степень набухания материала образца по изменению его массы в процентах:

$$\Delta M = [(M_2 - M_1) / M_1] * 100 ,$$

где $M_1$ – масса до испытаний, г;
$M_2$ – масса после испытаний, г.

Анализ результатов испытаний втулок из АГ-4 и из полиэфирэфиркетона, выдержанных до 720 часов в сероводородсодержащем растворе NACE при температуре раствора 24 $\pm$ 3˚С и атмосферном давлении, проводили с учетом критериев оценки степени набухания уплотнительных материалов, указанных в стандарте Norsok M-710 [7].

Согласно результатам испытаний после 720-часовой выдержки в сероводородсодержащем растворе NACE: меньшую степень набухания до 0,13% имеют образцы из полиэфирэфиркетона; степень набухания до 2,96 % имеют образцы материала марки АГ-4 (таблица 2).

Степень набухания материала АГ-4 и полиэфирэфиркетона меньше допускаемого для стойких материалов критерия изменения степени набухания **+5/-1%.**

Таблица 2 - Степень набухания испытуемых материалов

| № | Масса начальная, г | Масса конечная, г | Изменение массы, г | Степень набухания,% |
|---|---|---|---|---|
| Втулки из АГ-4 | | | | |
| А1 | 10,0473 | 10,3450 | 0,2977 | 2,96 |
| А2 | 11,0169 | 11,2910 | 0,2741 | 2,49 |
| А3 | 17,8932 | 18,3450 | 0,4518 | 1,4 |
| А4 | 12,9963 | 13,4672 | 0,4709 | 2,3 |
| | | | | |
| Втулки из полиэфирэфиркетона | | | | |
| 1 | 18,6149 | 18,6340 | 0,0191 | 0,10 |
| 2 | 18,5642 | 18,5850 | 0,0208 | 0,11 |
| 3 | 18,4573 | 18,4702 | 0,0129 | 0,07 |
| 4 | 18,4655 | 18,4900 | 0,0245 | 0,13 |
| | | | | |

Коррозионные повреждения и изменения цвета материала АГ-4 и полиэфирэфиркетона после 720-часовой выдержки в сероводородсодержащем растворе NACE не обнаружены.

## ВЫВОД

На основании анализа результатов испытаний образцов стали AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) и образцов уплотнительных материалов АГ-4 и полиэфирэфиркетона, предназначенных для изготовления деталей датчика влагомера FIZEPR-SW100 ООО "Конструкторское бюро Физэлектронприбор", сталь AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т), при твердости до 180НВ, и уплотнительные материалы АГ-4 и полиэфирэфиркетона могут применяться в средах, содержащих сероводород до 10,0 % объемных, при условии выполнения требований соответствующих нормативных документов по контролю качества и промышленной безопасности.

# СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ


1. ANSI/NACE TM0177-2016. Стандартный метод испытаний. Лабораторные испытания металлов на устойчивость к сульфидному растрескиванию под напряжением и коррозионному растрескиванию под напряжением в среде $H_2S$.

2. СТО Газпром 2-5.1-148-2007. Методы испытаний сталей и сварных соединений на коррозионное растрескивание под напряжением.

3. Международный стандарт ANSI/NACE MR0175/ISO15156-3:2015. Нефтяная, нефтехимическая и газовая промышленность - Материалы для применения в средах, содержащих сероводород, при добыче нефти и газа- Часть 3: CRA (коррозионностойкие сплавы) и другие сплавы, стойкие к растрескиванию.

4. СТО Газпром 2-4.1-223-2008 Документы нормативные для проектирования, строительства и эксплуатации объектов ОАО «Газпром». Технические требования к электросварным сероводородостойким трубам.

5. NACE TM0284-2016. Метод испытания. Оценка сталей для трубопроводов и сосудов под давлением на стойкость к водородному растрескиванию.

6. СТО Газпром 2-4.1-1019-2015. Детали соединительные в сероводородостойком исполнении. Общие технические условия.

7. Norsok M-710. Qualification of non-metallic sealing materials and manufacturers. Rev 3. September 2014.

8 . Федеральный закон «О промышленной безопасности опасных производственных объектов». Постановление Госгортехнадзора России от 21.07.97г. №116-ФЗ в ред. от 02.07.2013г.

9. Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила безопасности в нефтяной и газовой промышленности». 12.03.2013 г.

10. Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности опасных производственных объектов, на которых используется оборудование, работающее под избыточным давлением». Утв. приказом Ростехнадзора № 116 от 25.03.2014г.

ПРОТОКОЛ №133/12 СКРН от 17.12.2019г.

ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ СТАЛИ AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) НА СЕРОВОДОРОДНОЕ КОРРОЗИОННОЕ РАСТРЕСКИВАНИЕ ПОД НАПРЯЖЕНИЕМ (СКРН)

| | | |
|---|---|---|
| Материал образцов | - | Сталь AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) |
| НД на изделие | - | |
| Изготовитель, поставщик | - | ООО "Конструкторское бюро Физэлектронприбор" |
| Предел текучести стали, $\sigma_т$ /твердость стали | - | • 250 МПа / до 180 НВ |
| НД на СКРН | - | СТО Газпром 2-5.1-148-2007 (ГОСТ 9.901.1, ГОСТ 9.901.4, NACE Standard TM 0177-2005 метод А). |
| Стандартный образец для испытания на СКРН /Количество образцов | - | Согласно приложению А к СТО Газпром 2-5.1-148-2007 / 4 шт с рабочим диаметром Ø6 мм. |
| Среда и условия испытаний на сероводородное коррозионное растрескивание под напряжением | - | Согласно приложению В (вторая строка) к СТО Газпром 2-5.1-148-2007 ($H_2O^{H2S}$ + 0,5% NaCl + 0,5% $CH_3COOH$ по ГОСТ 19814) на типовой установке для испытаний на СКРН при постоянной нагрузке (рисунок Б.1 в СТО Газпром 2-5.1-148-2007). |
| Величина напряжений в металле – $\sigma_и = 0{,}8\sigma_т$ | - | 200 МПа |
| Условия испытаний | - | Водородный показатель pH: в начале теста 3,42; в конце теста 3,57<br>Концентрация $H_2S$: 2730 ppm<br>Температура, °С: 24 ± 2 |
| Длительность испытаний | - | 720 часов |
| Результат испытаний | - | Разрушение образцов не произошло. |

**Заключение:** образцы стали AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) ООО "Конструкторское бюро Физэлектронприбор" выдержали испытания на СКРН. Изделия из данной стали, при твердости до 180НВ, могут применяться в средах содержащих сероводород до 10% объёмных.

Ответственный исполнитель Печеркин В.В.

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ «ЛНК» «ТЕХНОПАРК НАДЕЖНОСТЬ» «ЛРИ» РОССИЯ, г.ОРЕНБУРГ

ПРОТОКОЛ № 134/12 ВР от 17.12.2019г.
ПРОВЕДЕНИЯ Н.I.С. ТЕСТА НА ОПРЕДЕЛЕНИИ СКЛОННОСТИ СТАЛИ AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) К ВОДОРОДНОМУ РАСТРЕСКИВАНИЮ

| | | |
|---|---|---|
| Материал образцов на Н.I.С. тест | - | Сталь AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) |
| НД на изделие | - | |
| Изготовитель, поставщик | - | ООО "Конструкторское бюро Физэлектронприбор" |
| Количество образцов | - | 3 шт. |
| НТД на Н.I.С. тест | - | NACE TM 0284-11 sol A (методика)/NACE TM0177(среда) |
| Состав раствора (среда) | - | $H_2O^{H2S}$ + 5% NaCl + 0,5% $CH_3COOH$. |
| Условия теста | - | Водородный показатель pH: в начале теста 2,75; в конце теста 3,73. Концентрация $H_2S$ 2740 ppm. Температура, °С 25 ± 3. |
| Объём раствора мл, приходящийся на см$^2$ поверхности образца | - | 5,0 мл/см$^2$ |
| Длительность теста | - | 96 часов |

Результаты теста

| Образец 1 | | | | Образец 2 | | | | Образец 3 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | сечение 1.1 | сечение 1.2 | сечение 1.3 | | сечение 2.1 | сечение 2.2 | сечение 2.3 | | сечение 3.1 | сечение 3.2 | сечение 3.3 |
| CLR, % | 0 | 0 | 0 | CLR, % | 0 | 0 | 0 | CLR, % | 0 | 0 | 0 |
| CTR, % | 0 | 0 | 0 | CTR, % | 0 | 0 | 0 | CTR, % | 0 | 0 | 0 |
| CSR, % | 0 | 0 | 0 | CSR, % | 0 | 0 | 0 | CSR, % | 0 | 0 | 0 |

**Заключение:** образцы стали AISI 316Ti (10Х17Н13М2Т / 08Х17Н13М2Т) ООО "Конструкторское бюро Физэлектронприбор" успешно выдержали Н.I.С. тест согласно NACE TM 0284-03 sol A /NACE TM0177.

Ответственный исполнитель Печеркин В.В.

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ «ЛНК» «ТЕХНОПАРК НАДЕЖНОСТЬ» «ЛРИ» РОССИЯ, г.ОРЕНБУРГ