



/Перевод с английского языка/

/Логотип: NACE International

The Corrosion Society/

("NACE Интернейшнл" - Международный комитет NACE по коррозии)

/NACE (National Association of Corrosion Engineers) -

NACE - Национальная ассоциация инженеров-коррозионистов/

Стандарт NACE TM0284-2003

Стандартный
метод испытаний

Оценка сталей для трубопроводов и сосудов высокого давления на сопротивляемость водородному растрескиванию

Данный международный стандарт NACE представляет собой согласованное мнение тех отдельных организаций-членов, которые просмотрели этот документ, область его применения и его положения. Его применение ни в коей мере не мешает кому бы то ни было, независимо от того, принял ли он стандарт или нет, изготавливать, продавать, покупать или использовать продукцию, технологию или методы, не соответствующие требованиям данного стандарта. Ничто, содержащееся в данном стандарте Международного комитета NACE, не подлежит толкованию как предоставление каких бы то ни было прав, косвенным или иным путём, на изготовление, продажу или применение в связи с каким бы то ни было методом, аппаратом или продукцией, защищёнными патентной грамотой, либо как освобождение кого бы то ни было от ответственности за нарушение патентной грамоты или защиту от такой ответственности. Данный стандарт предъявляет минимум требований и ни в коем случае не может восприниматься как ограничение на использование наилучших технологий и материалов. Ничто в данном стандарте не имелось в виду применять в каких бы то ни было случаях, относящихся к объекту. В особых случаях непредвиденные обстоятельства могут опорочить полезность данного стандарта. Международный комитет NACE не несёт никакой ответственности за толкование или применение данного стандарта иными сторонами и принимает на себя ответственность только за /его/ официальные толкования, изданные Международным комитетом NACE в соответствии с регламентирующей процедурой и линией поведения, которые предотвращают издание толкований отдельными лицами, не имеющими права на это.

Лица, использующие данный стандарт Международного комитета NACE, отвечают за пересмотр соответствующих регулирующих документов по охране здоровья и окружающей среды, по безопасности, а также за определение их применимости в отношении к данному стандарту до того, как начинать пользоваться им. Данный стандарт Международного комитета NACE не может непременно касаться всех проблем здоровья и безопасности или опасности для окружающей среды, связанных с применением материалов, оборудования и/или операций, описанных или упомянутых в данном стандарте. Лица, использующие данный стандарт Международного комитета NACE, отвечают также за введение в практику, до начала пользования данным стандартом, соответствующих мероприятий по охране здоровья, защите окружающей среды и безопасности, в случае необходимости после консультаций с соответствующими регламентирующими органами, с целью согласования их с любыми существующими регламентирующими требованиями.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ:

Стандарты "NACE Интернейшнл" подлежат периодическому просмотру; они могут быть пересмотрены или отменены в любое время без предварительного уведомления. Согласно её правилам повторное утверждение, пересмотр или отмена стандарта должны проводиться не позже, чем через пять лет после первой публикации стандарта. Лица, пользующиеся этими стандартами, предупреждаются о том, что они должны пользоваться их последними редакциями. Покупатели стандартов "NACE Интернейшнл" могут получить текущие сведения обо всех стандартах и других публикациях этой организации по адресу: отдел обслуживания, 1440 South Creek Drive, Houston, Texas 77084-8340 (телефон +1 [281]228-6200).

Пересмотрено 17.01.2003 г.
 Пересмотрено 30 марта 1996 г.
 Вновь подтверждено в марте 1997
 /Впервые/ утверждено в феврале 1984 г.
 NACE International
 1440 South Creek Dr.
 Houston, Texas 77084-4906
 +1 (281)228-6200

ISBN 1-57590-021-1
 © 2003, NACE International

/Стр. i оригинала/

Предисловие

Поглощение водорода, получаемого при коррозии стали во влажной среде, содержащей сульфид водорода (H_2S), может привести к некоторым следствиям, зависящим от свойств стали, характеристик окружающей среды и иных переменных величин. Одним из вредных результатов, наблюдающихся в трубопроводных и автоклавных сталях, является распространение трещин вдоль направления прокатки стали. Трещины на одной плоскости склонны к слиянию с трещинами на прилегающих плоскостях с образованием следов через всю толщину. Трещины могут уменьшать фактическую толщину стенки до тех пор, пока труба или сосуд высокого давления не окажется под пере-напряжением и не треснет. Иногда растрескивание сопровождается образованием пузырей. Некоторые повреждения поверхности, вызванные таким растрескиванием, были описаны.^{1,2}

Термины "ступенчатое растрескивание" (SWC), растрескивание под действием давления водорода", "пузырчатое растрескивание" и "ступенчатое водородное растрескивание" использовались в прошлом для описания растрескивания такого типа в трубопроводных и автоклавных сталях, однако сейчас они считаются устаревшими. Термин "водородное растрескивание" (HIC) широко использовался для описания растрескивания такого типа, и был принят Международным комитетом NACE. Поэтому в данном стандартном способе испытаний он и применяется.

Водородное растрескивание имеет отношение к водородному вспучиванию, которое с 1940-х годов было признано проблемой для сосудов, работающих с кислыми продуктами.³ Однако довольно скоро водородное растрескивание нашло широкое признание и в качестве вероятной проблемы и в трубопроводах. Вследствие аварий на трубопроводах двух компаний, произошедших в начале 1970-х годов, несколько компаний начали изучение растрескивания и опубликовали результаты испытаний различных сталей. Однако многие исследователи обнаружили, что они не могут воспроизвести опубликованные результаты испытаний. В конечном счете было определено, что отсутствие воспроизводимости в основном является следствием разницы в методах испытаний. Поэтому комитет T-1F NACE по металлургии нефтепромышленного оборудования организовал исследовательскую группу T-1F-20 для изучения этой проблемы и подготовки стандартного метода испытаний.

Этот стандарт первоначально был подготовлен в 1984 г. с целью предоставления стандартного набора условий испытаний для непротиворечивой оценки трубопроводных сталей и сравнения результатов испытаний от разных лабораторий. Позднее интерес относительно повреждения из-за водородного растрескивания обратился к толстолистовым сталям для сосудов высокого давления. Требования к толстолистовым сталям включили испытания на устойчивость к водородному растрескиванию с использованием данного стандарта. Поэтому сфера действия данного стандарта была изменена с включением испытаний автоклавных толстолистовых сталей.

Условия испытаний были разработаны не для симулирования какой бы то ни было конкретной трубопрокатной или технологической операции. Испытание направлено только на оценку стойкости к водородному растрескиванию, а не каких-либо иных неблагоприятных результатов воздействия кислой среды, таких как растрескивание под действием напряжений в сульфидсодержащей среде, точечная коррозия или потеря веса вследствие коррозии.

Испытания могут проводиться с различными целями, а использование их результатов находится за пределами сферы действия данного стандарта. Те, кто проводит испытания, должны знать, что в некоторых случаях на результаты испытаний могут влиять изменения в свойствах на различных местах одного участка трубопроводной трубы или листа, так же, как и изменения в нагреве стали. Когда испытания используются как основание для продажи, число и расположение испытываемых образцов следует тщательно обсудить.⁴ Этот стандарт предназначен только для конечных пользователей, изготовителей, заводов и испытательных лабораторий.

Данный стандарт был пересмотрен исследовательской группой T-1F-20 в 1996 г. и вновь в 2003 г. исследовательской группой 082 (прежде T-1F-20) по ступенчатому растрескиванию трубопроводных сталей и опубликован NACE под покровительством группы 32 по особым технологиям в нефтегазовом производстве – металлургии – (прежде – единый комитета T-1F по металлургии нефтепромыслового оборудования).

В стандартах NACE выражения "должен", "нужно", "стóбит" и "можно" используются в соответствии с определением этих выражений в "Руководстве по стилю публикаций NACE", 4-е издание, § 7.4.1.9. /Слова/ "должен" и "нужно" применяются для выражения обязательных требований. Термин "стóбит" применяется в тех случаях, когда говорится о желательном и рекомендуемом, но не обязательном. Термин "можно" используется для выражения факультативных положений.

/Стр.ii оригинала/

"NACE Интернейшнл"
Стандартный метод испытаний

**Оценка трубопроводных и автоклавных сталей
на сопротивляемость водородному растрескиванию**

Содержание	Страница	
	ориги- нала	пере- вода
1. Общие положения	1	4
2. Реагенты	1	4
3. Испытательная аппаратура	1	4
4. Образцы для испытаний – стали для трубопроводов	1	5
5. Образцы для испытаний – лист для сосудов высокого давления	5	7
6. Методика испытаний	7	8
7. Оценка испытательных образцов	8	9
8. Составление отчёта о результатах испытаний	9	10
Ссылки	10	11
Приложение А – Анализ безопасности – это управление токсичностью H ₂ S	10	11
Приложение В – Пояснительные заметки о методе испытаний	11	12
Приложение С – Определение концентрации H ₂ S в испытательном растворе	12	12
Рисунок 1 – Принципиальная схема типичного комплекта для испытаний	2	5
Рисунок 2 – Бесшовная труба и основной металл продольношовной сварной трубы	2	5
Рисунок 3 – Область сварного шва продольношовной сварной трубы	3	6
Рисунок 4 – Область сварного шва трубы ERW	4	6
Рисунок 5 – Основной металл спиральношовной сварной трубы	4	6
Рисунок 6 – Область сварного шва спиральношовной сварной трубы	5	6
Рисунок 7 – Место расположения образца для испытаний для листов толщиной до 30 мм включительно	6	7
Рисунок 8 – Место расположения образца для испытаний для листов толщиной свыше 30 до 88 мм включительно	6	8
Рисунок 9 – Место расположения образца для испытаний для листов толщиной свыше 88 мм	7	8
Рисунок 10 – Ориентация образцов для испытаний в сосуде высокого давления	7	8
Рисунок 11 – Образец для испытаний и размеры трещин, используемые при расчёте CSR, CLR и CTR	9	10

Раздел 1: Общие положения

1.1.

Этот стандарт устанавливает методику испытаний для оценки сопротивляемости трубопроводных и автоклавных толстолистовых сталей водородному растрескиванию, вызываемому поглощением водорода из-за сероводородной коррозии.

1.1.1.

Включены особые методики или требования для испытаний тонкостенных труб (толщина стенки - до 6 мм), труб малого диаметра (номинальный диаметр трубы от 2 до 6) труб, сваренных методом контактной сварки сопротивлением (ERW), и бесшовных трубопроводных труб. Эти тонкостенные материалы малого диаметра следует испытывать таким же образом, как и другие трубопроводные трубы, если в данном стандарте не указано иное.

1.2.

Метод испытаний заключается в том, что испытываемые ненагруженные образцы, подвергаются воздействию одного из двух стандартных испытательных растворов - либо раствора А - раствора хлорида натрия, уксусной кислоты (NaCl , CH_3COOH), насыщенного H_2S , - при комнатной температуре и давлении, либо раствора В - искусственного раствора морской воды, насыщенного H_2S , - при комнатной температуре и давлении. Через определённое время испытываемые образцы вынимают и подвергают оценке.

1.3.

Метод испытаний не предназначен для дублирования условий эксплуатации. Он рассчитан на создание воспроизводимых условий испытаний, способных за относительно короткий срок определить различие в чувствительности разных образцов стали к водородному растрескиванию.

ПРИМЕЧАНИЕ: Длительность испытаний может быть недостаточной для развития максимального растрескивания в любой данной стали, однако было обнаружено, что она является адекватной для целей данного испытания.

1.4.

Стандарт не содержит критериев приемлемости или отклонения. Методы, используемые для определения приемлемости и отклонения, для сравнения различных сталей, для сортировки сталей или в иных целях, находятся за пределами сферы действия данного стандарта.

Раздел 2: Реагенты

2.1.

Реагентами для раствора А должны быть газообразный азот для продувки, газообразный H_2S , NaCl , CH_3COOH и дистиллированная или деионизированная вода. Реагентами для раствора В должны быть газообразный азот для продувки, газообразный H_2S и искусственная морская вода.

ПРИМЕЧАНИЕ: H_2S ВЫСОКОТОКСИЧЕН, И ОБРАЩАТЬСЯ С НИМ НАДО ОСТОРОЖНО (см. Приложение А).

2.2.

NaCl и CH_3COOH должны быть химикатами реagentного сорта.

2.3.

Газы должны быть reagentного сорта или химически чистыми, а вода должна быть дистиллированной или деионизированной (см. Приложение В).

2.4.

Искусственную морскую воду следует готовить в соответствии со стандартом D 1141⁵ ASTM⁽¹⁾, основные растворы 1 и 2 (без ионов тяжёлых металлов).

Раздел 3: Испытательная аппаратура

3.1.

Испытания можно проводить в любом подходящем герметическом сосуде, достаточно большом для испытываемых образцов с условиями для продувки и введения H_2S . Ни один из материалов в испытательном комплекте не должен загрязнять испытательную среду или воздействовать на неё. Принципиальная схема типичного испытательного комплекта представлена на рис. 1.

⁽¹⁾ ASTM International (ASTM), 100 Barr Harbor Dr., West Conshohocken, PA 19428-2959.

Раздел 4: Образцы для испытаний - стали для трубопроводов

4.1. Размер

4.1.1.

Каждый образец для испытания должен быть длиной 100 ± 1 мм и шириной 20 ± 1 мм

4.1.2.

Толщина испытываемого образца должна равняться полной толщине стенки трубы до максимальной величины в 30 мм. Для стенок толще 30 мм толщина образца для испытаний должна составлять либо полную толщину стенки трубы либо быть ограничена максимальной толщиной в 30 мм, как описано в разделе 5. С каждой поверхности (т.е. внутренней и наружной) может быть удалён максимум 1 мм. Выравнивать заготовку образца не следует.

4.1.3.

Для тонкостенных, сваренных методом контактной сварки сопротивлением, и бесшовных труб малого диаметра толщина испытательного образца должна составлять не менее 80% от всей толщины стенки трубы. В таких случаях следует подвергать испытанию изогнутые образцы, вырезанные из трубопроводной трубы; заготовки образцов для испытаний изгибать не следует.

/Стр.2 оригинал

4.2. Количество, расположение и ориентация

4.2.1.

От каждой проверяемой трубы следует отобрать для испытаний три образца.

4.2.2.

Для сварных труб образцы для испытаний следует отбирать со шва, под углом 90° с шва и 180° от шва. Для бесшовных труб образцы для испытаний следует отбирать под углом 120° в стороне возле окружности.

4.2.3.

Образцы для испытаний следует отбирать от труб с продольной осью испытательных образцов:

- (a) параллельно продольной оси трубы - для бесшовных труб и основного металла продольношовных труб;
- (b) параллельно шву - для основного металла спиральношовных труб;
- (c) перпендикулярно шву - для области шва сварных труб;
- (d) параллельно шву - для области шва трубопроводных труб, сваренных методом контактной сварки сопротивлением. Шов должен находиться примерно посередине испытываемого образца.

На рис. 2-6 представлена ориентация образцов для испытаний, где их следует размещать и проверять после подвергания воздействию.

Расходомер

Цилиндр H_2S	Трап (ловушка; сепаратор - ?)	Образцы для испытаний	Трап	10%-ный раствор $NaOH$
----------------	----------------------------------	-----------------------	------	------------------------

Рис. 1

Принципиальная схема типичного испытательного комплекта

Проверяемые торцы

Продольная ось
трубы

Рис. 2

Бесшовная труба и основной металл продольношовной трубы
(все размеры - в мм)

Ось трубы и направление прокатки

Проверяемые торцы

Рис. 3
Область шва продольношовной трубы
(все размеры - в мм)

Проверяемые швы

Сварка методом контактной сварки сопротивлением

a: малый диаметр, тонкая труба

/Стр.4 оригинал

Продольная ось трубы

Проверяемые торцы

Сварка методом контактной сварки сопротивлением

b: большой диаметр

Рис. 4
Область шва трубы, полученной методом контактной сварки сопротивлением
(все размеры - в мм)

Ось трубы

Направление прокатки

Проверяемые швы

T = толщина

Рис. 5
Основной металл спиральношовной трубы
(все размеры - в мм)

/Стр.5 оригинал

Ось трубы

Проверяемые швы

Направление прокатки

T = толщина

Рис. 6
Область шва спиральношовной трубы
(все размеры - в мм)

4.3. Подготовка

4.3.1.

Заготовки для испытательных образцов можно отбирать любым подходящим способом. Если заготовка была вырезана путём пламенной резки, то поверхность, подвергнутую тепловому воздействию, следует удалить путём шлифовки, отпилки или обработки на станке.

4.3.2.

Поверхности четырёх срезанных углов каждого образца следует подвергнуть шлифовке с охлаждением или без него и окончательно отполировать бумагой с абразивом 320.

4.3.3.

Покрытие поверхностей срезанных углов не разрешается; подвергаться воздействию испытательного раствора должны все шесть поверхностей.

4.3.4.

Образцы для испытаний тонкостенных труб малого диаметра, бесшовных или полученных методом контактной сварки сопротивлением, должны иметь всю вторичную окалину, удалённую с внутренних и наружных поверхностей. Как машинная обработка, так и шлифовка (с охлаждением или без него) должна иметь результатом открытую металлическую поверхность с отделкой, эквивалентной абразиву 320. Для обработки на станке последние два прохода должны быть такими, чтобы удалить не более 0,05 мм материала.

4.4. Очистка и хранение

4.4.1.

Перед проведением испытания образцы следует обработать обезжиривающим раствором с 1,1,1-трихлорэтаном или аналогичным обезжиривающим раствором и промыть подходящим растворителем, таким как ацетон. Достаточность обезжиривающего метода следует определять испытанием посредством распылителя согласно стандарту F 21⁶ ASTM или иным аналогичным способом. Использованный способ следует отразить в отчёте.

4.4.2.

Образцы для испытаний можно хранить в сушильном шкафу не более 24 часов после обезжиривания. При более длительном хранении их перед испытанием следует обезжирить вновь.

4.4.3.

После испытания каждый образец следует очистить для удаления окалины и осадков. Очищать образцы можно моющим средством и проволочной щёткой либо путём лёгкой пескоструйной обработки. Нельзя очищать образцы кислотой или иным средством, способным привести к поглощению водорода.

Раздел 5: Образцы для испытаний - лист для сосудов высокого давления

5.1. Размер

5.1.1.

Каждый образец должен быть длиной в 100 ± 1 мм и шириной в 20 ± 1 мм.

5.1.2.

С прокатанной поверхности удалить можно не более 1 мм. Выравнивать образцы для испытаний не следует.

5.1.3.

Толщина образца должна равняться полной толщине листа, но не более 30 мм. Для листов толщиной более 30 мм образцы следует отбирать в шахматном порядке, как указано в параграфах 5.2.3 и 5.2.4.

5.2. Расположение, ориентация и количество

5.2.1.

Располагать образцы для листовой стали для сосудов высокого давления следует на одном конце, посередине листа, продольная ось образцов должна быть параллельна основному направлению прокатки листа.

5.2.2.

Для листов толщиной до 30 мм включительно следует отбирать три образца иак, как показано на рис. 7.

5.2.3.

Для листов толщиной от 30 до 88 мм включительно следует отбирать три образца, толщиной 30 мм каждый, расположенные вблизи обеих поверхностей и по центральной линии, чтобы проверить всю толщину листа, как показано на рис. 8. Перекрытие следует определить по фактической толщине листа.

/Стр.6 оригинала/

5.2.4.

Для листов толщиной более 88 мм следует отбирать пять или более образцов (нечётное число), толщиной 30 мм каждый, так, как показано на рис. 9. Минимальное перекрытие между соседними образцами должно быть 1 мм.

Основное направление прокатки

T = толщина

Рис. 7
Расположение образцов для листов толщиной до 30 мм включительно
(все размеры - в мм)

Основное направление прокатки 2 перекрытие

Рис. 8

Расположение образцов для листов толщиной от 30 до 88 мм включительно
(все размеры - в мм)

/Стр.7 оригинала/

Основное направление прокатки 2 перекрытие

Рис. 9

Расположение образцов для листов толщиной свыше 88 мм
(все размеры - в мм)

5.3. Подготовка

5.3.1.

Подготовка для испытаний образцов из листов для сосудов высокого давления должна быть такой же, как и для трубопроводных сталей, параграф 4.3.

5.4.

5.4.1.

Очистка и хранение образцов из листов для сосудов высокого давления должна быть такой же, как и для трубопроводных сталей, параграф 4.4.

Раздел 6: Методика испытаний

6.1. Воздействие на образец

6.1.1.

Для испытания образцы помещают в сосуд так, чтобы их широкие торцы располагались вертикально и были отделены от сосуда и других испытываемых образцов стеклянными или иными неметаллическими стержнями минимального диаметра 6 мм. Продольная ось образцов может быть либо вертикальной, либо горизонтальной (см. рис. 10).

Узкий торец

Стеклянные или иные неметаллические стержни

Широкий торец

Рис. 10

Ориентация образцов в сосуде высокого давления

6.1.2.

Соотношение объёма испытательного раствора и общей площади поверхности образцов должно быть не менее 3 мл/кв.см. Когда конкретное отношение объёма испытательного раствора к площади поверхности образца определено, тогда одновременно устанавливают столько образцов, сколь их поместится в сосуд при полном погружении и не касаясь друг друга.

/Стр.8 оригинала/

6.1.3

Если пользуются раствором А, то испытательный раствор должен быть приготовлен в отдельном герметичном сосуде, который был подвергнут очистке азотом не менее одного часа со скоростью 100 мл/мин. на литр испытательного раствора до того, как испытательный раствор был помещён в сосуд для испытаний. Испытательный раствор должен содержать 5,0% вес. NaCl и 0,50% вес. CH₃COOH в дистиллированной или деионизированной воде, т.е. в каждых 945 мл дистиллированной или деионизированной воды следует растворить 50,0 г NaCl и 5,00 г CH₃COOH. Исходное значение pH должно быть $2,7 \pm 0,1$. Все реагенты, добавленные в испытательный раствор, следует отмерять /в количестве/ до $\pm 1,0\%$ от заданных количеств.

6.1.4.

Если используется раствор В, то испытательный сосуд следует заполнять искусственной морской водой (см. параграф 2.4), измерить и записать величину pH испытательного раствора. Чтобы испытание было действительным, величина pH искусственной морской воды должна быть в пределах от 8,1 до 8,3. Затем сосуд следует герметично закрыть до очистки и насыщения H₂S.

6.2. Очистка и введение H_2S

6.2.1.

Очистной газообразный азот и газообразный H_2S следует вводить вблизи дна испытательного сосуда.

6.2.2.

Герметичный испытательный сосуд следует очищать воздухом с азотом не менее одного часа. Очистка должна начинаться сразу после заполнения сосуда и происходить со скоростью не менее 100 мл/мин., на литр испытательного раствора.

6.2.3.

После очистки газообразный H_2S следует барботировать /продувать пузырьками - ?/ через испытательный раствор. Скорость барботирования должна составлять не менее 200 мл/мин., на литр испытательного раствора в первые 60 мин.; после этого давление газообразного H_2S следует поддерживать на одном уровне. Концентрацию H_2S в испытательном растворе следует измерять методом йодометрического титрования, и она должна быть не менее 2.300 ppm /частей на миллион/. Приемлемая процедура йодометрического титрования подробно описана в Приложении С.

6.3. Замер величины pH

6.3.1.

pH в начале испытаний - если используется раствор А, то величину pH в начале испытаний следует измерять сразу же после насыщения H_2S , и она не должна превышать 3,3. Если используется раствор В, то величину pH следует измерять также сразу после насыщения H_2S , и она должна находиться в пределах от 4,8 до 5,4.

6.3.2.

pH в конце испытаний - в конце испытаний следует измерить величину pH испытательного раствора. Для раствора А, чтобы испытания были действительными, величина pH не должна превышать 4,0. А для раствора В, чтобы испытания были действительными, величина pH должна находиться в пределах от 4,8 до 5,4.

6.4. Продолжительность испытаний

6.4.1.

Испытания должны продолжаться 96 часов. Время отсчёта начинается сразу после окончания первых 60 мин. периода ввода H_2S (см. параграф 6.2.3).

6.5. Температура испытаний

6.5.1.

Температура испытательного раствора должна равняться $25 \pm 3^\circ C$ ($77 \pm 5^\circ F$).

Раздел 7: Оценка испытательных образцов

7.1.

После испытаний каждый образец трубы следует разрезать так, как показано на рис. 2 - 6, и проверить каждую указанную поверхность. А каждый образец сосуда под давлением следует разрезать так, как показано на рис. 2, и проверить каждую указанную поверхность.

7.2.

Каждый разрез следует отполировать металлографически и протравить, если необходимо, таким образом, чтобы все трещины можно было отличить от мелких включений, расслоений, царапин или иных нарушений непрерывности. Травление должно быть только лёгким; сильное травление может затемнить мелкие трещины. Важно использовать метод металлографической подготовки, который не загрязнит металлические поверхности в такой степени, что могут стать невидимыми даже существенные трещины. Поэтому все проверяемые торцы до окончательного металлографического полирования следует подвергнуть либо испытанию влажными магнитными частицами либо макротравлению. Другим вариантом является использование метода подготовки, который описан подробно и доказал получение результатов в виде чётко видимых трещин (если они имеются) после окончательной полировки.

7.3.

Трещины можно измерять так, как показано на рис. 11. При замере их длины и толщины трещины, трещины, расстояние между которыми менее 0,5 мм, должны считаться за одну. В подсчёт следует включать все распознаваемые трещины, видимые при увеличении в 1000 раз, кроме тех, которые находятся на расстоянии до 1,0 мм от внутренней или наружной поверхности образца. (Некоторые разрезы следует проверять при большем увеличении для выявления различия между мелкими трещинами, включениями, ямками на боковых поверхностях или иными нарушениями непрерывности).

7.4.

Для каждого разреза следует вычислить коэффициенты, показанные в формулах (1) (2) и (3), и включить их в отчёт, так же как и среднее значение для каждого испытанного образца.

$$\text{Коэффициент чувствительности трещины, CSR} = \frac{\sum (a \times b)}{(W \times T)} \times 100\% \quad (1)$$

$$\text{Коэффициент длины трещины, CLR} = \frac{\sum a}{W} \times 100\% \quad (2)$$

$$\text{Коэффициент толщины трещины, CTR} = \frac{\sum b}{T} \times 100\% \quad (3)$$

/Стр.9 оригина

где: a = длина трещины
b = ширина трещины
W = ширина разреза
T = толщина образца

ПРИМЕЧАНИЕ: В прошлом величину CSR некоторые исследователи подсчитывали как $(\sum a \times \sum b) / (W \times T)$, что является простым результатом умножения CLR и CTR, т.е. $\sum a / W \times \sum b / T$; это не даёт тот же результат, что $\sum (a \times b) / (W \times T)$.

Рис. 11

Размеры образца и трещин, используемые при вычислении CSR, CLR и CTR

Раздел 8: Составление отчёта о результатах испытания

8.1.

В отчёте должны быть указаны тип, марка и способ изготовления трубы или листа (например, API⁽²⁾ 5L⁷, марка X52, бесшовная; ASTM A 53⁸, марка B, электросварная ASTM A 53⁹, марка 70 и т.п.). В отчёт следует включить также наименование изготовителя, сведения о химическом составе, термической обработке, механических свойствах и дате изготовления листа, если они имеются.

8.2.

В отчёте должно быть указано:

- способ испытания на полноту обезжиривания испытываемого образца;
- использованный испытательный раствор (раствор А или раствор В - если раствор В - то указать "главный раствор № 1" и № 2 - для искусственной морской воды);
- pH испытательного раствора до введения H₂S - указано в параграфах 6.1.3 и 6.1.4;
- pH испытательного раствора в начале испытаний (после насыщения H₂S) - указано в параграфе 6.3.1;
- pH испытательного раствора после окончания испытаний - указано в п. 6.3.2

8.3.

Следует указать в отчёте любое условие испытаний и методику, не соответствующую данному стандарту.

8.4.

Для каждого из трёх разрезов каждого испытанного образца следует указать отдельные значения CSR, CLR и CTR, а также средние значения CSR, CLR и CTR для каждого образца.

8.5.

Для трубопроводных труб малого диаметра, тонкостенных, полученных методом контактной сварки сопротивлением и бесшовных в отчёт следует включить фактическую толщину стенки, толщину образца как процент от толщины стенки трубы.

/Стр.10 оригинала/

ССЫЛКИ

/См. оригинал/

Приложение А - Анализ безопасности при управлении токсичностью H₂S

Возможно H₂S является причиной большего числа случаев отравления, чем любое иное отдельно взятое химическое вещество. Часть таких случаев приводит к смерти. Обращаться с H₂S следует осторожно, любые опыты планировать тщательно. Согласно закону о технике безопасности и гигиене труда (OSHA) максимально допустимая концентрация H₂S в воздухе при восьмичасовом рабочем дне составляет 20 частей на миллион (ppm), что выше уровня, определяемого по запаху.¹⁰ Однако обонятельные нервы могут привыкать к запаху после 2-15 минут воздействия, в зависимости от концентрации, так что запах не является полностью надёжной системой предупреждения.

Коротко говоря, далее приводятся некоторые физиологические реакции организма человека на различные концентрации H₂S. Длительное воздействие концентраций в пределах от 150 до 200 ppm может привести к отёку лёгких. Симптомами отравления при таком уровне концентрации являются тошнота, боли в желудке, отрыжка, кашель, головная боль, головокружение и нарывы на коже. При таком подостром воздействии весьма возможны лёгочные осложнения, такие как воспаление лёгких. При /концентрации/ 500 ppm менее чем через 15 минут может наступить бессознательное состояние, а через 30 мин. - смерть. При концентрации свыше 1000 ppm к потере сознания, остановке дыхания, сердечной деятельности и смерти может мгновенно привести единственный вдох.

Дополнительные сведения о токсичности H₂S можно получить из Таблицы данных о химической безопасности SD-36¹¹ и "Опасных свойств промышленных материалов"¹².

Опасность пожара и взрыва

H₂S - горючий газ, в качестве продукта сгорания которого выделяется ядовитая двуокись серы (SO₂). К тому же пределы его взрываемости в воздухе - от 4 до 46%. Для предотвращения этих опасностей следует при конструировании предусмотреть соответствующие меры.

Рекомендуемые меры безопасности при проведении испытаний

Все испытания следует проводить в вытяжном шкафу с соответствующей вентиляцией, обеспечивающей полный отсос H₂S. Расход H₂S во время испытаний следует поддерживать низким, чтобы свести к минимуму объём вытяжки. Для дальнейшего снижения количества вытяжного H₂S можно для отходящего газа использовать 10%-ный каустический адсорбирующий раствор. Этот каустический раствор требует периодического пополнения. Следует предусмотреть профилактические меры для предупреждения противотока каустического раствора в сосуд для испытаний при остановке потока H₂S. При работе с H₂S следует пользоваться соответствующим безопасным оборудованием.

/Стр.11 оригинала/

Поскольку рабочее давление вниз по течению часто повышается, так как продукты коррозии, отходы и т.п. накапливаются и служат препятствием регулированию при низких скоростях потока, то особое внимание следует уделять давлению на выходе регуляторов давления. Цилиндры для сжатого газа следует закреплять надёжно для предотвращения опрокидывания и поломки крышки цилиндра. Так как H₂S в цилиндрах находится в жидком виде, то манометр высокого давления следует проверять часто, потому что после того, как испаряется последняя жидкость и давление падает с 1,7 МПа (250 psig - фунтов/кв. дюйм) до атмосферного, проходит весьма краткий срок. Цилиндр следует заменять тогда, когда оно достигает 0,5-0,7 МПа (75-100 psig), потому что контроль регулятора может стать ошибочным. Не должно быть

разрешено останавливать поток без закрытия клапана или отсоединения труб от испытательного сосуда, поскольку испытываемый раствор продолжает поглощать H_2S и двигаться вверх по течению в напорный трубопровод, регулятор и даже цилиндр. Проблему сможет предотвратить обратный клапан на линии, если клапан работает нормально. Однако при аварии оставшийся H_2S следует удалить так быстро и безопасно, насколько возможно, а изготовителя известить о том, что цилиндру может быть уделено особое внимание.

Приложение В - Пояснительные записки о методе испытаний

Обоснование чистоты реагента

Основные загрязнители воды - это щелочные или кислотные промежуточные составляющие, которые могут изменять pH испытательного раствора, а также органические и неорганические соединения, которые могут изменять природу коррозии. Окислительные вещества могут также превращать часть H_2S в растворимые продукты, такие как полисульфиды и полиотионовые кислоты, которые также могут оказывать воздействие на процесс коррозии.

Для обеспечения свободной текучести к товарным сортам NaCl часто добавляя щелочные материалы (карбонат магния $[MgCO_3]$, силикоалюминат натрия и др.) (или не удаляют их), что может существенно влиять на pH.

Наиболее опасными в продувочном газе являются кислородные следовые загрязнения, если с H_2S непрерывно смешивался азот (или иной инертный газ), чтобы получить меньшее парциальное давление H_2S в газе, а следовательно, и меньшую концентрацию H_2S в испытательном растворе. Продукты окисления могут накапливаться, что приводит к изменению скорости коррозии и/или скорости ввода водорода (см. ниже).

Обоснование исключения кислорода

Получение и поддержание испытательного раствора с минимальным загрязнением растворённого кислорода считается очень важным, вследствие значительных эффектов, отмеченных в полевых и лабораторных опытах, таких как:

1. Загрязнение кислорода в соляных растворах, содержащих H_2S , может повысить скорость коррозии на два порядка. Обычно кислород может также снижать выделение водорода и ввод его в металл. В литературе не отражены систематические исследования параметров, влияющих на эти явления (так как они применяются к растрескиванию под действием водорода).
2. Для снижения как коррозионного, так и водородного вспучивания иногда в водные очистительные потоки добавляют небольшие количества полисульфидов кислорода или аммония при тщательном контроле pH на уровне 8. Эффективность такой обработки приписывается изменению продукта коррозии.

При отсутствии достаточных данных по определению и объяснению влияния таких явлений на водородное растрескивание следует применять все разумные предупредительные меры для удаления кислорода. Меры предосторожности, указанные в стандарте, снижают воздействие кислорода при незначительном росте стоимости, трудностей и сложности.

/Стр.12 оригинала

Приложение С - Определение концентрации h_2s в испытательных растворах методом йодометрического титрования

Данная методика подробно описывает способ, который используется для определения концентрации H_2S в испытательных растворах путём йодометрического титрования.

Реагенты/оборудования для проведения испытаний

Стандартный раствор йода (концентрация HCl 0,1 N⁽⁴⁾ (примерно 37% вес.) HCl

Раствор крахмала

Стандартный раствор тиосульфата натрия (0,1 N⁽⁴⁾)

Пипетки на 10 и 25 мл

Коническая бутылка на 250 мл с пробкой

Кубок на 100 мл

Вклетка на 25 мл.

Следует использовать химикаты марки "Аналар" /Analar/.

Процедура

1. Пипеткой в 25 мл⁽⁴⁾ закапать стандартный раствор йода (0,1 N⁽⁴⁾) в 250-мл коническую бутылку.
2. Подкислить добавлением примерно 5 мл концентрированного NaCl.
3. Перенести примерно 50 мл испытательного раствора из сосуда для проведения и пытаний в чистый кубок, слив первые 25-50 мл.
4. Сразу же вынуть пипеткой 10 мл испытательного раствора из кубка и слить следующие 10 мл⁽⁴⁾ и перенести этот образец в коническую бутылку.
5. Добавить примерно 2 мл раствора крахмала.
6. Титровать стандартный раствор тиосульфата натрия (0,1 N⁽⁴⁾), пока конечная точка не изменится с темно-синей до бледно-желтой.
7. Подсчитать концентрацию H₂S (ppm) с помощью уравнения (A1):

$$[(A - B) \times \text{Factor}]$$

$$\text{Концентрация H}_2\text{S (ppm)} = \frac{\quad}{C} \times 17.030 \quad (\text{A1})$$

где:

A = нормальность стандартного раствора йода x использованный объем (мл)

B = нормальность стандартного раствора тиосульфата натрия x использованный объем (мл)

C = объем образца (мл)

Factor = фактор стандартизации для стандартного раствора йода (см. /раздел/ "Стандартизация" в следующих параграфах.

Стандартизация

Для использования при таком определении растворов йода и тиосульфата натрия должны быть стандартизированы.

1. Для стандартизации этих растворов закапать пипеткой 25 мл 0,1 N раствора йода в коническую бутылку и титровать 0,1 N раствором тиосульфата натрия до светлой окончательной точки.
2. Записать результат.
3. Подсчитать значение "Factor" для подсчета концентрации H₂S с использованием уравнения (A1):

$$\text{Factor} = \frac{B}{A} \quad (\text{A2})$$

где:

A = нормальность раствора йода x использованный объем (мл)

B = нормальность раствора тиосульфата натрия x использованный объем (мл)

4. Если величина Factor находится в пределах от 0,95 до 1,05, то величину Factor, подсчитанную в уравнении (A2), использовать в уравнении (A1). Эти растворы приемлемы.

Если величина Factor окажется за пределами 0,95 - 1,05, то заменить раствор йода и повторить стандартизацию.

⁽⁴⁾ Для растворов, насыщенных H₂S, содержащих 2.300-3.500 ppm H₂S, следует применять следующие концентрации и объемы стандартных растворов:

0,1 N раствор йода

0,1 N раствор тиосульфата натрия

25 мл раствора йода

10 мл раствора тиосульфата натрия

Если процесс применяется для замера концентрации H₂S в испытательных растворах, насыщенных меньшим количеством H₂S, чем 2.300 ppm, то для поддержания точности указанные величины возможно придется отрегулировать.

Погрешность измерения

Погрешность измерения для определения, основанная на концентрации H_2S в 2.500 ppm, такова:

$$\text{доверительный интервал } 95\% = \pm 4,2\%$$

ПРИМЕР: если образец в 10 мл, смешанный с 25 мл 0,1 N раствора йода, был оттитрован до конечной точки посредством 10 мл 0,1 N раствора тиосульфата натрия, с Factor 1,00, 95%-ный доверительный интервал (C1) может быть подсчитан так, как показано в уравнении (A3). Отметьте, что результат равен $\pm 4,2\%$ концентрации H_2S , подсчитанной по уравнению (A1).

$$95\% \text{ C1} = \frac{[(2,5 - 1,00) \times 1,00]}{10} \times 17.030 \times 4,2\% \quad (A3)$$

$$95\% \text{ C1} = \pm 107 \text{ ppm}$$

/Дополнение к тексту стандарта NACE TM0284-2003/

СОКРАЩЕНИЯ, ВСТРЕЧАЮЩИЕСЯ В ТЕКСТЕ ДАННОГО СТАНДАРТА

ASTM	- American Society for Testing Materials - Американское общество по испытанию материалов (ASTM)
CLR	- crack length ratio коэффициент длины трещины
CSR	- crack sensitivity ratio коэффициент чувствительности трещины
CTR	- crack thickness ratio коэффициент толщины трещины
ERW	- electric-resistance welded полученный методом контактной сварки сопротивлением
HIC	- hydrogen-induced cracking водородное растрескивание
NACE	- National Association of Corrosion Engineers Национальная ассоциация инженеров-коррозионистов (NACE)
NPS	- nominal pipe size номинальный диаметр трубы
OSHA	- Occupational Safety and Health Administration Закон о технике безопасности и гигиене труда
ppm	- parts per million частей на миллион
psig	- pound per square inch gauge фунт на квадратный дюйм
SWC	- stepwise cracking ступенчатое растрескивание

Настоящим подтверждаю, что перевод стандарта NACE TM0284-2003 соответствует оригиналу. Переводчик В.Д.Окишева

Подпись переводчика удостоверяю

Президент ЮУТПП

Ф.Л.Дегтярёв

Челябинск, 11.05.2006