

Научноёмкие технологии в машиностроении. 2022. №10 (136). С. 3-9.  
Science intensive technologies in mechanical engineering. 2022. №10 (136). P. 3-9.

Научная статья  
УДК 621.116  
doi:10.30987/2223-4608-2022-10-3-9

## Влияние режимов термической обработки на механические свойства и стойкость сталей нефтепромысловых труб в модельной CO<sub>2</sub>-содержащей среде

Дмитрий Сергеевич Казадаев<sup>1</sup>, ведущий инженер  
Игорь Викторович Грузков<sup>2</sup>, ведущий инженер  
Анастасия Алексеевна Маслякова<sup>3</sup>, аспирант  
<sup>1,2</sup> ООО «ИТ-Сервис», г. Самара, Россия

<sup>3</sup> Самарский Государственный Технический Университет, г. Самара, Россия

<sup>1</sup> chinon@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0000-0000-0000>

<sup>2</sup> gruzkov@its-samara.com, <https://orcid.org/0000-0000-0000-0000>

<sup>3</sup> feelya93@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0000-0000-0000>

**Аннотация.** Рассмотрено влияние режимов термической обработки на стойкость экспериментальной стали системы легирования Fe-V-Si к углекислотной коррозии в модельной CO<sub>2</sub>-содержащей среде. Полученные при исследовании результаты структурных, механических и коррозионных характеристик сплава с новым химическим составом могут сыграть важную роль в разработке новых марок сталей для производства нефтепромысловых труб, стойких в CO<sub>2</sub>-содержащих средах.

**Ключевые слова:** углекислотная коррозия, термическая обработка, коррозионная стойкость

**Для цитирования:** Казадаев Д.С., Грузков И.В., Маслякова А.А. Влияние режимов термической обработки на механические свойства и стойкость сталей нефтепромысловых труб в модельной CO<sub>2</sub>-содержащей среде // Научноёмкие технологии в машиностроении. – 2022. – №10 (136). – С. 3-9. doi: 10.30987/2223-4608-2022-10-3-9.

Original article

## Influence of heat treatment regimes on the mechanical properties and durability of oilfield pipe steels in a model CO<sub>2</sub>-containing medium

Dmitry S. Kazadaev<sup>1</sup>, lead engineer

Igor V. Gruzkov<sup>2</sup>, lead engineer

Anastasia A. Maslyakova<sup>3</sup>, graduate student

<sup>1,2</sup> PC «IT-Service», Samara

<sup>3</sup> Samara State Technical University, Samara

<sup>1</sup> chinon@yandex.ru, <sup>2</sup> gruzkov@its-samara.com, <sup>3</sup> feelya93@mail.ru

**Abstract.** The influence of heat treatment regimes on the resistance of experimental steel of the Fe-V-Si alloying system to carbon dioxide corrosion in a model CO<sub>2</sub>-containing medium is considered. The results obtained in the study of the structural, mechanical, and corrosion characteristics of an alloy with a new chemical composition can play an important role in the development of new steel grades for the production of oilfield pipes that are resistant to CO<sub>2</sub>-containing media.

**Keywords:** carbon dioxide corrosion, heat treatment, corrosion resistance

**For citation:** Kazadaev D.S., Gruzkov I.V., Maslyakova A.A. Influence of heat treatment regimes on the mechanical properties and durability of oilfield pipe steels in a model CO<sub>2</sub>-containing medium. / Science intensive technologies in Mechanical Engineering, 2022, no. 10 (136), pp. 3-9. doi: 10.30987/2223-4608-2022-10-3-9.

## Введение

В условиях постоянного развития нефте- и газодобывающей отрасли увеличиваются объемы потребления и производства трубопроводного транспорта. Основными элементами системы трубопровода являются стальные трубы, качество которых определяет надёжность и долговечность добывающей и транспортирующей системы. Среда современных нефтяных и газовых месторождений характеризуются наличием значительного количества агрессивных компонентов: углекислый газ; сероводород; хлориды; вода; бактериальная заражённость и др. Это осложняет эксплуатацию нефтедобывающего и транспортирующего оборудования происходящими процессами коррозионно-механического разрушения металла.

В работе [1] отмечается, что проблема выхода из строя нефтепромыслового оборудования в результате углекислотной коррозии в настоящее время является актуальной и требует разработки мер по ее предотвращению. По мере старения действующих и освоения новых месторождений коррозионная активность транспортируемых сред только усиливается.

Необходима разработка новых марок стали с более рациональным легированием и оптимальным выбором режимов их термической обработки, что обеспечит повышение долговечности нефтепромысловых труб в CO<sub>2</sub>-содержащих средах.

В данной работе рассмотрено влияние режимов термической обработки на механические свойства экспериментальной стали системы легирования Fe-V-Si. Проведен сравнительный анализ стойкости экспериментальной стали с широко применяемой для производства нефтепромысловых труб сталью 13ХФА в CO<sub>2</sub>-содержащей среде.

## Исследование влияния режимов термической обработки на прочностные свойства сталей для производства нефтепромысловых труб

Исследование влияния режимов термической обработки на механические свойства экспериментальной марки стали, химический состав которой представлен в табл. 1, проводилось на образцах, вырезанных из опытного проката.

### 1. Химический состав экспериментальной марки стали для производства бесшовных нефтепромысловых труб

Экспериментальная сталь	Концентрация химических элементов, %											
	C	Si	Al	Cr	V	Mn	Ni	Cu	Zr	S	P	N <sub>2</sub>
	Не более											
	0,06	0,60	0,025	0,40	0,07	0,40	0,10	0,20	0,01...0,02	0,004	0,003	0,010
Отклонения	±0,01	±0,05	±0,005	±0,05	±0,01	±0,05	±0,03	±0,05	±0,002	±0,002	±0,002	-

Перед проведением лабораторной термической обработки был проведен металлографический анализ металла проката на продольных полнотолщинных шлифах. Для выявления микроструктуры использовали травитель nital (4 %-ный спиртовой раствор азотной кислоты). Металлографический анализ проводился при помощи оптической микроскопии. Микроструктура исследуемой стали после прокатки приведена на рис. 1.

Металлографическим анализом установлено, что металл исследуемой стали характеризуется средней загрязненностью неметаллическими включениями. Размер включений составляет 5...10 мкм, что является достаточно малым размером для включений. Неметаллические включения равномерно распределены по объему и имеют округлую форму. Загрязненность по оксидам точечным не превышает 2 балла по ГОСТ 1778.

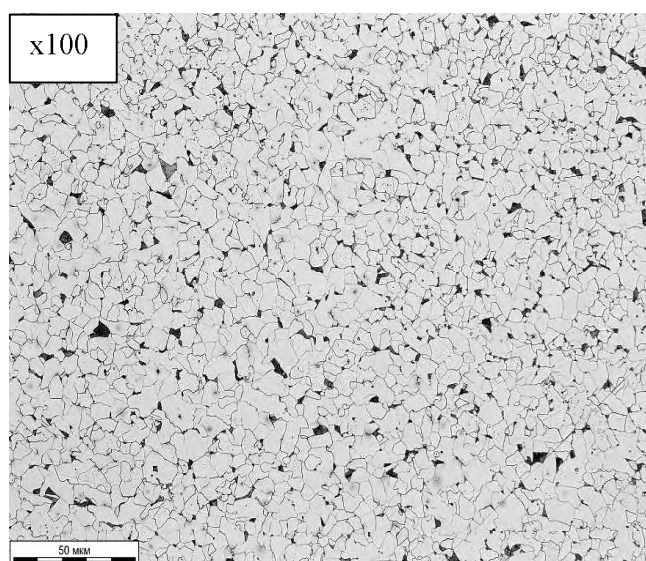


Рис. 1. Микроструктура металла проката из экспериментальной стали по толщине стенки. Оптическая микроскопия

Прокат имеет однородную мелкозернистую феррито-перлитную структуру. Средний размер ферритных зерен составляет 20...25 мкм. Внутри ферритных зерен могут наблюдаться единичные малоугловые границы. Форма ферритных зерен близка к равноосной. Доля перлита в структуре не превышает 5...7%. Цементитная составляющая перлита имеет тонкопластинчатую форму.

Стоит отметить, что наиболее технологичной термической обработкой нефтепромысловых труб в промышленных условиях является однократная закалка + отпуск. Варьируя степень закаливаемости и температурно-временные режимы отпуска, можно достичь различного уровня прочностных свойств, хладостойкости и коррозионной стойкости металла.

Лабораторная термическая обработка про-

водилась на образцах проката размером 120×20×10 мм. Охлаждение образцов осуществлялось погружением в воду комнатной температуры с интенсивным перемешиванием. Закалка в воду обеспечивает скорость охлаждения металла на уровне 140...180 °C/с в интервале температур 800...500 °C.

Режимы термической обработки включали закалку в воду из аустенитной области и последующий отпуск при температурах 400, 525 и 600 °C. Выдержка при аустенитизации и отпуске составляла 30 минут. Температура аустенитизации стали составляла 920 °C.

После термической обработки образцы металла испытывали на одноосное растяжение и проводили металлографический анализ.

Результаты механических испытаний для исследуемой стали приведены в табл. 2.

## 2. Механические свойства экспериментальной стали после различных режимов термической обработки

Режим ТО	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_{0,2}/\sigma_B$	$\delta_5$ , %	Относительное сужение $\psi$ , %	Твердость
закалка 920 °C (30 мин) в воду	710	600	0,85	22,0	-	25,0 23,0
	730	615	0,84			22,0 HRC
закалка 920 °C (30 мин) в воду + отпуск 400 °C (30 мин)	610	530	0,86	23,0	81,0	32,0 28,5 32,0 28,5 HRC
закалка 920 °C (30 мин) в воду + отпуск 525 °C (30 мин)	660	550	0,83	19,0	80,0	24,0 24,5 23,0 23,5 HRC
закалка 920 °C (30 мин) в воду + отпуск 600 °C (30 мин)	600	510	0,85	24,0	82,0	89,5 92,0
	610	520	0,85	22,5	81,0	91,0 HRB

Анализ полученных данных показал, что прочностные свойства стали после закалки имеют высокий уровень  $\sigma_B = 710...730$  МПа. С повышением температуры отпуска прочностные свойства: предел прочности и предел текучести

снижаются.

Микроструктура экспериментальной стали после закалки от 920 °C представлена феррито-бейнитной смесью (рис. 2).

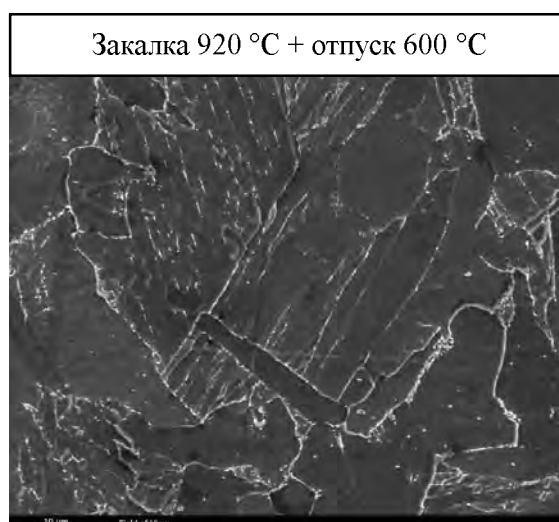
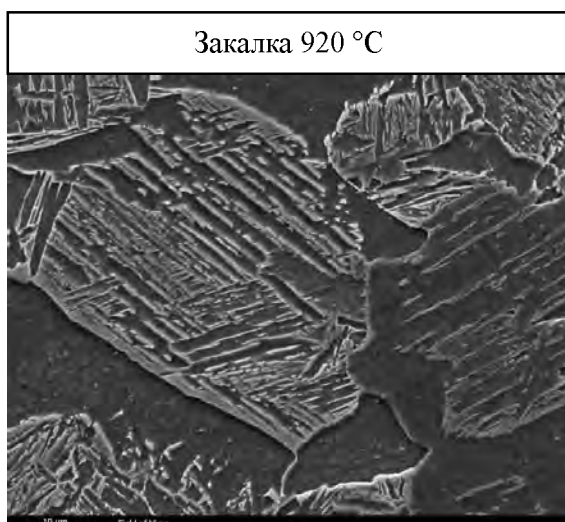


Рис. 2. Микроструктура образцов из экспериментальной стали после термической обработки

Бейнитная составляющая имеет морфологию характерную для сталей, низкоуглеродистых сталей и представлена колониями однонаправленных реек или игл, чередующихся с прослойками остаточного аустенита. Следует отметить, высокую дисперсность бейнитных реек. Доля избыточного феррита в структуре достигает 30 %. Средний размер ферритных зерен составляет 15...20 мкм.

В результате отпуска 600 °С в структуре стали прошел полный распад бейнита с образованием феррито-карбидной смеси (см. рис. 2). Некоторые зерна сохранили свою форму от закаленного состояния, но встречаются и округлые рекристаллизованные зерна феррита. Карбидная составляющая структуры выделяется как по границам ферритных реек, так и внутри зерен в виде небольших скоплений.

Сформировавшийся тип структуры обеспечивает высокий уровень как прочностных, так и пластических свойств: предел прочности 610 МПа; предел текучести 520 МПа; относительное удлинение 22 %.

### Сравнительный анализ коррозионной стойкости стали 13ХФА и экспериментальной стали в CO<sub>2</sub>-содержащей среде

Сталь марки 13ХФА является широко используемой сталью для производства нефтепромысловых труб [2 – 4]. Следовательно, данный материал выбран эталоном, необходимым для проведения сравнительного анализа коррозионной стойкости в CO<sub>2</sub>-содержащих нефтепромысловых средах с экспериментальной сталью. Химический состав стали 13ХФА приведен в табл. 3.

### 3. Химический состав стали 13ХФА

13ХФА	Концентрация химических элементов, %											
	C	Mn	Si	Cr	V	Nb	Mo	Al	Ni	Cu	S	P
	0,04	0,20	0,46	0,82	0,067	<0,01	<0,01	0,050	0,10	0,18	0,003	0,003

Для лабораторного моделирования по исследованию влияния режимов термической обработки на стойкость экспериментальной стали и стали 13ХФА в CO<sub>2</sub>-содержащей среде были изготовлены образцы из каждой марки стали после двух видов термической обработки:

- 1) закалка от 920 °С, охлаждение в воду и последующий отпуск при 400°С;
- 2) закалка от 920 °С, охлаждение в воду и последующий отпуск при 600°С.

Методика лабораторных испытаний [5] заключалась в выдержке стальных образцов в емкости с испытательной средой. Испытательная среда постоянно насыщалась CO<sub>2</sub>. Концентрация

CO<sub>2</sub> в начале испытания составляет 1,1...1,3 г/л, рН исходный 3,8...3,9. На всем протяжении лабораторных испытаний поддерживалась температура среды 65 °С, давление 1,1 атм., парциальное давление CO<sub>2</sub> – 1,1 атм. Продолжительность испытаний составляла 402 часа.

Во время испытаний каждые 24 часов регистрировались и фиксировались следующие параметры: температура; давление; рН раствора; концентрация Fe<sup>2+</sup>. Схематическое изображение экспериментальной установки приведено на рис. 3.

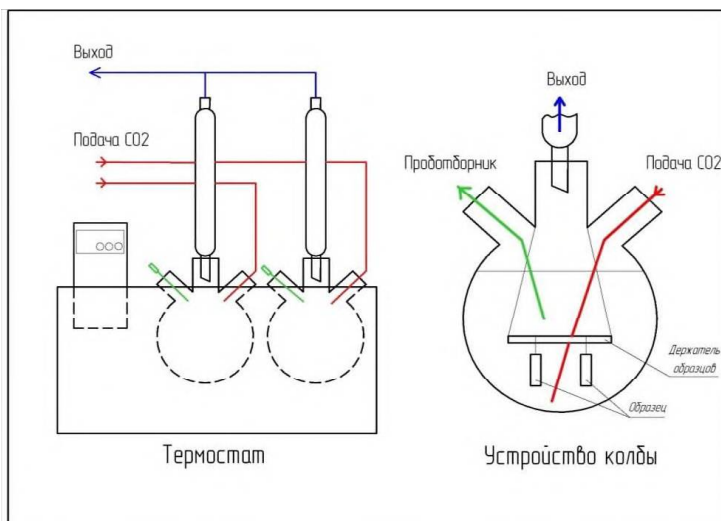


Рис. 3. Схематическое изображение экспериментальной установки

После испытания образцы извлекали из емкости с испытательной средой, промывали последовательно в дистиллированной воде, в спирте, затем в ацетоне и взвешивали на аналитических весах.

Далее с помощью оптической и электронной микроскопии проводился анализ продуктов коррозии на поверхности и в сечении промытых и высушенных образцов.

Один образец каждой марки стали подвергался очистке от продуктов коррозии щадящими методами, чтобы исключить возможность удаления металла с поверхности образцов. После очистки от продуктов коррозии образцы взвешивались повторно для расчета скорости коррозии по потере массы гравиметрическим методом. Результаты оценки скорости общей коррозии приведены в табл. 4.

#### 4. Скорость общей коррозии в модельной CO<sub>2</sub>-содержащей среде

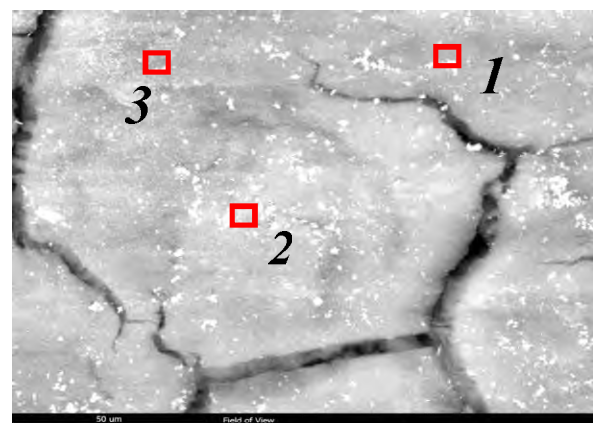
Марка стали	Режим термической обработки	Скорость коррозии, мм/год (с продуктами коррозии)	Скорость коррозии, мм/год (после очистки от продуктов коррозии)
13ХФА	Закалка 920 °С + отпуск 400 °С	1,33	1,36
	Закалка 920 °С + отпуск 600 °С	1,17	1,29
Экспериментальная сталь	Закалка 920 °С + отпуск 400 °С	1,55	1,66
	Закалка 920 °С + отпуск 600 °С	1,59	1,69

Анализ полученных данных показывает, что химический состав стали оказывает влияние на скорость коррозии в CO<sub>2</sub>-содержащей среде. Минимальные значения скорости коррозии соответствуют образцам стали 13ХФА. Данная сталь характеризуется пониженным содержанием углерода и высокой концентрацией хрома (на 0,4 % выше, чем в экспериментальной стали). В составе стали практически отсутствует марганец. Скорость коррозии экспериментальной стали незначительно выше, что связано с более низкой концентрацией хрома в химическом составе.

Металлографический анализ образцов после лабораторных испытаний на стойкость в CO<sub>2</sub>-содержащей среде включал анализ поверхности и сечения слоя продуктов коррозии. Внешний вид поверхности образцов, термообработанных по разным режимам, близкий.

На образцах из стали 13ХФА после двух режимов термической обработки кристаллические отложения карбонатов железа FeCO<sub>3</sub> не обнаружены. Поверхность образцов покрыта

ровным однородным слоем продуктов коррозии. Слой трещиноватый, тонкий (рис. 4).



**Рис. 4.** Внешний вид поверхности образца из стали 13ХФА после лабораторных испытаний на стойкость к CO<sub>2</sub>-коррозии

Локальным химическим анализом установлено, что продукты коррозии обогащаются хромом. Концентрация хрома в продуктах коррозии в несколько раз превышает его концентрацию в основном металле (табл. 5).

#### 5. Химический состав продуктов коррозии на поверхности образца из стали 13ХФА после лабораторных испытаний на стойкость к CO<sub>2</sub>-коррозии

	O	Al	Si	V	Cr	Fe
Обл. 1.	23,56	01,83	00,52	02,69	37,95	ост
Обл. 2	26,04	02,00	00,59	02,75	36,73	ост
Обл. 3	28,19	02,05	00,54	02,66	38,00	ост
Матрица	-	00,05	00,46	00,067	00,82	ост

На поверхности образцов из экспериментальной стали в процессе выдержки в лабораторной среде осели мелкие кристаллические карбонаты железа (рис. 5). Продукты коррозии многослойные, рыхлые, с большим количеством

трещин (см. рис. 5, рис. 6). В составе продуктов коррозии отмечается наличие кремния, марганца, повышенного содержания (на порядок выше, чем в основном металле) хрома, ванадия (табл. 6), а также циркония (табл. 7).

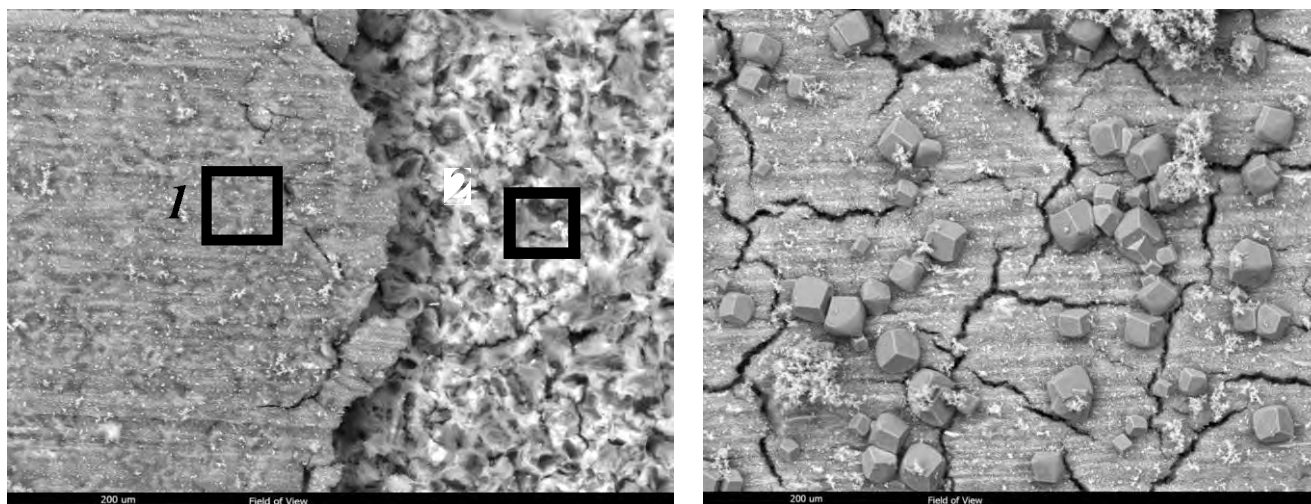


Рис. 5. Внешний вид поверхности образца из экспериментальной стали после лабораторных испытаний на стойкость к  $\text{CO}_2$ -коррозии

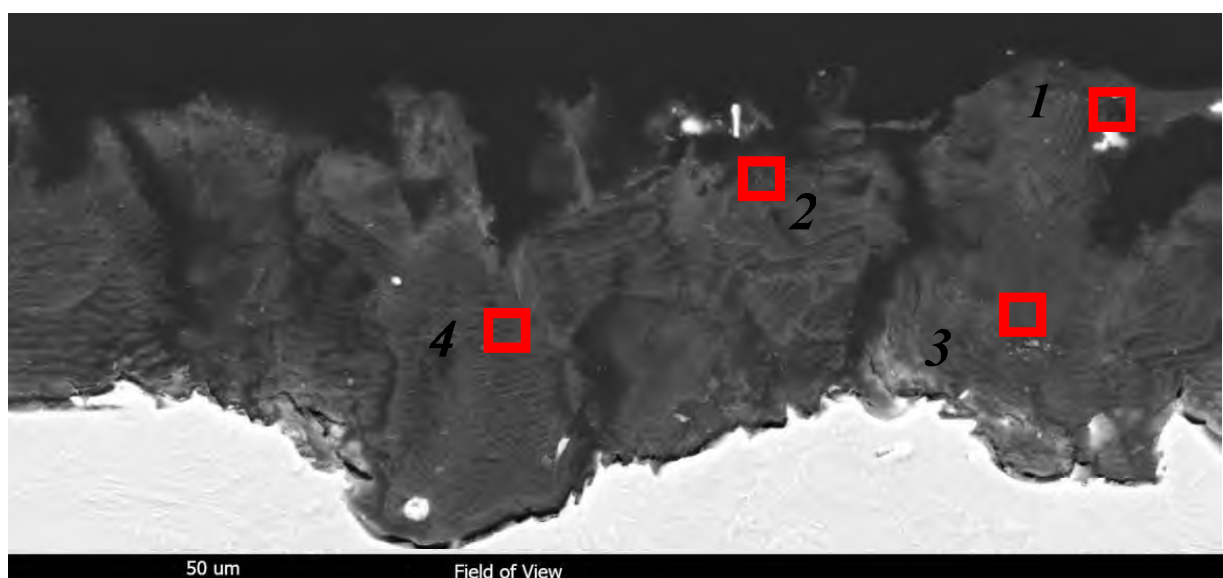


Рис. 6. Внешний вид сечения поверхности образца из экспериментальной стали после лабораторных испытаний на стойкость к  $\text{CO}_2$ -коррозии

6. Химический состав продуктов коррозии на поверхности образца из экспериментальной стали после лабораторных испытаний на стойкость к  $\text{CO}_2$ -коррозии

	C	O	Si	V	Cr	Mn	Fe
Обл. 1	02,85	25,48	00,49	02,44	03,46	00,70	ост
Обл. 2	04,14	20,19	00,31	01,48	05,71	01,15	ост
Матрица	00,04	-	00,68	00,07	00,43	00,59	ост

7. Химический состав продуктов коррозии в сечении образца из экспериментальной стали после лабораторных испытаний на стойкость к  $\text{CO}_2$ -коррозии

	O	Zr	Al	Si	V	Cr	Mn	Fe
Обл. 1	08,48	39,67	-	-	-	-	00,13	ост
Обл. 2	16,34	-	01,05	00,25	00,79	00,56	00,49	ост
Обл. 3	08,23	00,69	00,48	00,79	-	02,89	00,64	ост
Обл. 4	17,11	-	00,81	00,28	00,66	01,23	00,24	ост
Матрица	-	-	-	00,87	00,10	00,45	00,88	ост

Таким образом, проведенные лабораторные коррозионные испытания на стойкость к CO<sub>2</sub>-коррозии показали, что на поверхности образцов из исследуемых марок сталей формируется защитный однородный слой продуктов коррозии, состоящий из гидратированных карбонатов с повышенной концентрацией хрома и ванадия. У экспериментальной стали в коррозионном слое наблюдается повышенная концентрация циркония.

### Заключение

По результатам сравнительного анализа коррозионной стойкости рассматриваемых марок сталей можно сделать следующие выводы.

1. Оптимальным режимом термической обработки экспериментальной стали является закалка с охлаждением в воду и последующим отпуском. Формирующийся при данной термообработке тип структуры обеспечивает металл высоким уровнем как прочностных, так и пластических свойств.

2. Лабораторным моделированием выявлено, что минимальные значения скорости коррозии соответствуют образцам из стали 13ХФА. Данная сталь характеризуется пониженным содержанием углерода (0,04 масс. %) и повышенной концентрацией хрома (0,87 масс. %). В составе стали наблюдается низкое содержание марганца (0,20 масс. %). Скорость коррозии экспериментальной стали выше, чем у стали 13ХФА, что связано с более низкой концентрацией хрома в химическом составе (0,4 масс. %).

3. Температура выдержки при отпуске, после закалки с охлаждением в воду, оказывает влияние на стойкость сталей к общей коррозии в CO<sub>2</sub>-содержащей среде. Минимальная скорость коррозии у экспериментальной марки наблюдается после отпуска при 400 °С, у образцов из стали 13ХФА – при 600 °С.

4. Экспериментальная марка стали может служить материалом для производства нефтепромысловых труб, работающих в CO<sub>2</sub>-содержащих средах.

**Вклад авторов:** все авторы сделали эквивалентный вклад в подготовку публикации. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

**Contribution of the authors:** the authors contributed equally to this article. The authors declare no conflicts of interests.

Статья поступила в редакцию 28.04.2022; одобрена после рецензирования 03.05.2022; принята к публикации 29.07.2022.

The article was submitted 28.04.2022; approved after reviewing 03.05.2022; assepted for publication 29.07.2022

### СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Кошечева, А.А., Ревякин, В.А., Иоффе, А.В. Влияние режимов термической обработки на стойкость стали 09Г2С в средах с повышенным значением CO<sub>2</sub> // Научноёмкие технологии в машиностроении. – 2020. – №2 (104). – С. 3-9.
2. Ueda M., Ikeda A. Effect of microstructure and Cr content in steel on CO<sub>2</sub> corrosion // CORROSION 96. 1996. Paper 13.
3. Трифонова, Е.А. Влияние легирования и структуры на коррозионно-механическое разрушение труб из низкоуглеродистых сталей в H<sub>2</sub>S и CO<sub>2</sub>-содержащих средах: дис. канд. техн. Наук: 05.16.01 / Тольяттинский государственный университет. – Тольятти, 2010. – 113 с.
4. Иоффе, А.В. Научные основы разработки сталей повышенной прочности и коррозионной стойкости для производства нефтепромысловых труб: дис. доктора технических наук: 05.16.09 / Тольяттинский государственный университет. – Тольятти, 2018. – 362 с.
5. Методика № 004-2009 «Оценка скорости общей коррозии в модельной CO<sub>2</sub>-содержащей среде», ООО «Самарский Инженерно – технический Центр», 2013 г.

### REFERENCES

1. Koshcheeva A.A., Revyakin V.A., Ioffe A.V. Influence of heat treatment modes on the resistance of steel 09G2S in environments with an increased CO<sub>2</sub> value // Science Intensive Technologies in Mechanical Engineering, 2020, №2 (104), P. 3-9.
2. Ueda M., Ikeda A. Effect of microstructure and Cr content in steel on CO<sub>2</sub> corrosion // CORROSION 96. 1996. Paper 13.
3. Trifonova E.A. Influence of Alloying and Structure on Corrosion-Mechanical Fracture of Low-Carbon Steel Pipes in H<sub>2</sub>S and CO<sub>2</sub>-Containing Media: dis. cand. tech. Science: 05.16.01 / Togliatti State University. -Tolyatti, 2010, 113 p.
4. Ioffe A.V. Scientific bases for the development of high-strength and corrosion resistance steels for the production of oilfield pipes: dis. Doctor of Technical Sciences: 05.16.09 / Togliatti State University. - Tolyatti, 2018, 362 p.
5. Methodology № 004-2009 «Estimation of the general corrosion rate in a model CO<sub>2</sub>-containing environment», Samara Engineering and Technical Center LLC, 2013.