

# SY

## 中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/ T 5405—1996

---

### 酸化用缓蚀剂性能试验方法及 评价指标

1996-12-15 发布

1997-06-30 实施

---

中国石油天然气总公司 发布

# 目 次

## 前言

|                                 |        |
|---------------------------------|--------|
| 1 范围 .....                      | ( 1 )  |
| 2 引用标准 .....                    | ( 1 )  |
| 3 常压静态腐蚀速率、缓蚀率测定方法及议价指标 .....   | ( 1 )  |
| 4 高温高压动态腐蚀速率、缓蚀率测定方法及评价指标 ..... | ( 6 )  |
| 5 乏酸中缓蚀剂防腐蚀测定方法及评价指标 .....      | ( 7 )  |
| 6 缓蚀剂溶解分散性测定方法及评价指标 .....       | ( 10 ) |
| 7 缓蚀剂对岩心渗透率损害试验方法 .....         | ( 11 ) |
| 8 恒电位极化曲线法测定缓蚀剂的缓蚀率及评价指标 .....  | ( 13 ) |
| 附录 A (提示的附录) 试验数据记录表格式 .....    | ( 17 ) |

## 酸化用缓蚀剂性能试验方法及评价指标

### 1 范围

本标准规定了油（气）田盐酸及土酸酸化用缓蚀剂性能的试验方法及评价指标。

本标准适用于油（气）田盐酸及土酸酸化用缓蚀剂的筛选和评价。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则

SY/T 5336—1996 岩心常规分析方法

### 3 常压静态腐蚀速率、缓蚀率测定方法及评价指标

#### 3.1 方法原理

采用挂片失量法。在常压、温度不高于 90℃ 条件下，将已称量的试片分别放入恒温的未加和加有缓蚀剂的酸溶液中，浸泡到预定时间后，取出试片，清洗、干燥处理后称量，计算失量、平均腐蚀速率及缓蚀率。

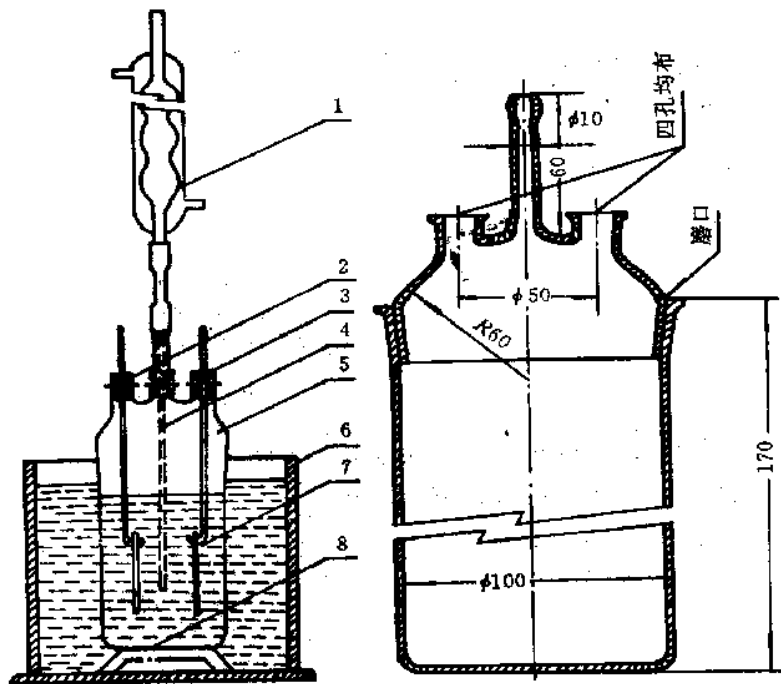
#### 3.2 仪器及试剂

##### 3.2.1 仪器：

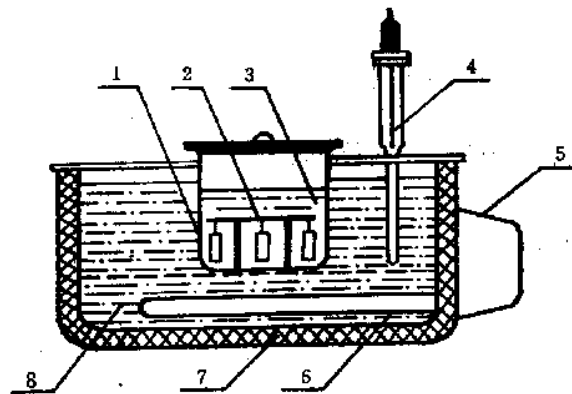
- a) 常压静态腐蚀试验装置（见图 1、图 2）；
- b) 分析天平：感量 0.1mg；
- c) 恒温水浴：工作温度为室温~95℃，控温精度为±1℃；
- d) 游标卡尺：精度 0.02mm；
- e) 反应容器（玻璃瓶、塑料瓶）；
- f) 干燥器。

##### 3.2.2 试剂：

- a) 盐酸：质量分数为 36%~38%，化学纯；
- b) 氢氟酸：质量分数为 40%，化学纯；
- c) 丙酮：化学纯；
- d) 石油醚：化学纯；
- e) 无水乙醇：化学纯；
- f) 缓蚀剂：工业品；
- g) 氢氧化钠标准溶液：0.5mol/L；
- h) 甲基橙指示液：1g/L；
- i) 酚酞指示液：10g/L。



1—回流冷凝器；2—胶塞；3—挂钩；4—温度计；  
5—反应容器；6—恒温水浴；7—试片；8—反应容器支架  
图1 盐酸酸化用常压静态腐蚀试验装置



1—塑料杯；2—试片及试片架（聚四氟乙烯）；3—酸液；  
4—水银接触温度计；5—电源；6—电加热器；7—保温套；8—水浴  
图2 土酸酸化用常压静态腐蚀试验装置

### 3.3 试片制备

#### 3.3.1 试片加工:

选用 N—80 油管作试片材料，试片加工时，严禁热处理、锻压及敲打。

#### 3.3.2 试片尺寸:

试片的形状及尺寸，见图3。

#### 3.3.3 试片打磨:

试片用 350<sup>#</sup>或 400<sup>#</sup>金相砂纸打磨，除去斑痕和毛刺，打磨后仍有缺陷的试片不应使用。

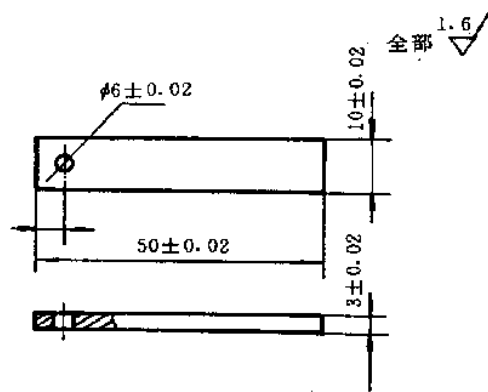


图3 室内测定试片

### 3.3.4 试片清洗和称量:

3.3.4.1 将已打磨的试片用镊子夹持, 在丙酮或石油醚中用软刷清洗除去油污。

3.3.4.2 在无水乙醇中浸泡约 1min 后取出用冷风吹干或晾干, 放入干燥器内待称量。

3.3.4.3 放入干燥器 20min 后称量 (精确至 0.0001g) 并作记录, 再储存于干燥器内待用。

### 3.4 酸的配制

#### 3.4.1 盐酸的配制:

根据测定要求, 按公式 (1) 和 (2) 计算配制一定体积、一定质量分数的盐酸所需要的浓盐酸和蒸馏水用量。配制时, 边搅拌, 边将浓盐酸缓慢加入蒸馏水中, 搅拌均匀。用滴定法测定其实际浓度, 测定误差不超过  $\pm 0.2\%$ 。最后加入缓蚀剂。

浓盐酸用量按公式 (1) 计算:

$$V_0 = \frac{V \cdot \rho \cdot W}{\rho_0 \cdot W_0} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V_0$ ——浓盐酸用量,  $\text{cm}^3$ ;

$\rho_0$ ——浓盐酸密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ;

$W_0$ ——浓盐酸质量分数, %;

$V$ ——所配制的盐酸体积,  $\text{cm}^3$ ;

$\rho$ ——所配制的盐酸密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ;

$W$ ——所配制的盐酸质量分数, %。

蒸馏水用量按公式 (2) 计算:

$$V_{\text{水}} = (V \cdot \rho - V_0 \cdot \rho_0) / \rho_{\text{水}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $V_{\text{水}}$ ——蒸馏水用量,  $\text{cm}^3$ ;

$\rho_{\text{水}}$ ——室温下水的密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$ 。

#### 3.4.2 土酸的配制:

根据测定要求, 按公式 (3)、(4) 和 (5) 计算配制一定体积、一定质量分数的土酸所需的浓盐酸、浓氢氟酸及蒸馏水用量。配制时需用塑料容器, 按先蒸馏水, 后浓盐酸, 再浓氢氟酸的顺序缓慢、搅拌加入, 配好后搅拌均匀; 用滴定法测定其实际浓度, 测定误差不超过  $\pm 0.2\%$ ; 最后加入缓

蚀剂。

浓盐酸用量按公式 (3) 计算:

$$V_1 = \frac{V' \cdot \rho' \cdot W'}{\rho_1 \cdot W_1} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $V_1$ ——所配土酸中浓盐酸用量,  $\text{cm}^3$ ;  
 $V'$ ——所配土酸体积,  $\text{cm}^3$ ;  
 $\rho'$ ——所配土酸密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ;  
 $W'$ ——所配土酸中盐酸质量分数, %;  
 $\rho_1$ ——浓盐酸密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ;  
 $W_1$ ——浓盐酸质量分数, %。

浓氢氟酸用量按公式 (4) 计算:

$$V_2 = \frac{V' \cdot \rho' \cdot W'}{\rho_2 \cdot W_2} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $V_2$ ——所配土酸中浓氢氟酸用量,  $\text{cm}^3$ ;  
 $\rho_2$ ——浓氢氟酸密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ;  
 $W_2$ ——浓氢氟酸质量分数, %。

蒸馏水用量按公式 (5) 计算:

$$V'_{\text{水}} = (V' \cdot \rho' - V_1 \cdot \rho_1 - V_2 \cdot \rho_2) / \rho_{\text{水}} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:  $V'_{\text{水}}$ ——所配土酸中蒸馏水用量,  $\text{cm}^3$ 。

### 3.5 常压静态腐蚀速率及缓蚀率测定步骤

#### 3.5.1 试片标记:

取已制备的试片, 用游标卡尺测量其尺寸, 将塑料线系在试片孔上, 以塑料线的打结数作为同组试片的编号, 并将其几何尺寸、质量记在附录 A (提示的附录) 表 A1 中。

#### 3.5.2 测定条件:

测定条件在表 1 中给出。

3.5.3 根据每平方厘米试片表面积酸液用量  $20\text{cm}^3$ , 把按 3.4 配制的酸液倒入反应容器, 按图 1 或图 2 接好装置, 将反应容器放入恒温水浴, 打开水浴加热电源, 使反应容器中的酸液升温至所需测定温度范围内。

3.5.4 将试片单片吊挂, 三片一组, 分别放入未加、加有缓蚀剂的各两份平行酸液中, 保证试片全部表面与酸液相接触, 记录反应开始时间。

3.5.5 反应到预定时间, 切断电源取出试片, 观察腐蚀状况并作详细记录。

3.5.6 观察后将试片立即用水冲洗, 再用软毛刷刷洗; 剪掉塑料线, 同时将编号记在干净的滤纸上; 最后用丙酮、无水乙醇逐片洗净, 并将试片放在编了号的滤纸上。

#### 3.5.7 试片称量:

用冷风吹干, 放在干燥器内干燥 20min 后称量, 精确至  $0.0001\text{g}$ 。

### 3.6 计算

#### 3.6.1 腐蚀速率按公式 (6) 计算:

$$v_i = \frac{10^6 \Delta m_i}{A_i \cdot \Delta t} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:  $v_i$ ——单片腐蚀速率,  $g/(m^2 \cdot h)$ ;  
 $\Delta t$ ——反应时间, h;  
 $\Delta m_i$ ——试片腐蚀失量, g;  
 $A_i$ ——试片表面积,  $mm^2$ .

表1 常压静态腐蚀速率测定条件及缓蚀剂评价指标

| 酸液类型 | 试验温度<br>℃ | 反应时间<br>h | 酸液质量分数<br>% |         | 缓蚀剂<br>质量分数<br>% | 缓蚀剂评价指标               |        |        |        |
|------|-----------|-----------|-------------|---------|------------------|-----------------------|--------|--------|--------|
|      |           |           | HCl         | HF      |                  | 一级                    | 二级     | 三级     |        |
|      |           |           |             |         |                  | g/(m <sup>2</sup> ·h) |        |        |        |
| 盐酸   | 60        | 4         | 15          | —       | 0.3~1.0          | 2~3                   | >3~4   | >4~5   |        |
|      |           |           | 20          |         |                  | 3~4                   | >4~5   | >5~8   |        |
|      | 15        |           | 0.5~1.0     |         | 3~4              | >4~5                  | >5~10  |        |        |
|      | 20        |           |             |         | 3~5              | >5~10                 | >10~15 |        |        |
| 90   | 7.5       |           | 1.5         | 0.3~0.5 | 0.5~1            | >1~3                  | >3~8   |        |        |
|      | 12        |           | 3           |         | 2~3              | >3~5                  | >5~10  |        |        |
| 土酸   | 60        |           | 4           | 7.5     | 1.5              | 0.5~1.0               | 2~3    | >3~5   | >5~10  |
|      |           |           |             | 12      | 3                |                       | 3~5    | >5~10  | >10~15 |
|      | 90        | 7.5       |             | 1.5     | 0.5~1.0          | 2~3                   | >3~5   | >5~10  |        |
|      |           | 12        |             | 3       |                  | 3~5                   | >5~10  | >10~15 |        |

## 3.6.2 试片表面积按公式(7)计算:

$$A_i = (L \cdot a + a \cdot b + b \cdot L) \cdot 2 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:  $L$ ——试片长, mm;  
 $a$ ——试片宽, mm;  
 $b$ ——试片厚, mm.

## 3.6.3 平均腐蚀速率按公式(8)计算:

$$\bar{v} = \frac{v_1 + v_2 + v_3}{3} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:  $\bar{v}$ ——每组平行样平均单片腐蚀速率,  $g/(m^2 \cdot h)$ ;  
 $v_1, v_2, v_3$ ——分别为同组的三块试片的腐蚀速率,  $g/(m^2 \cdot h)$ .

在同一试验条件下, 应作两次平行试验, 所取算术平均值为总平均腐蚀速率; 测空白酸的腐蚀速率时, 不加缓蚀剂.

## 3.6.4 缓蚀率按公式(9)计算:

$$\eta = \frac{\bar{v}_0 - \bar{v}}{\bar{v}_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:  $\eta$ ——缓蚀率, %;

$\bar{v}_0$ ——未加缓蚀剂的总平均腐蚀速率,  $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ ;

$\bar{v}$ ——加有缓蚀剂的总平均腐蚀速率,  $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 。

### 3.6.5 试验数据相对误差规定:

试验数据相对误差规定在表 2 中给出。

### 3.6.6 评价指标:

评价指标在表 1 中给出。

表 2 试验数据相对误差规定

| 平均腐蚀速率<br>$\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ | 相对误差<br>% |
|--|-----------|
| 0.5~10   | $\pm 15$  |
| >10~20   | $\pm 10$  |
| >20~40   | $\pm 6$   |
| >40  | $\pm 3$   |

## 4 高温高压动态腐蚀速率、缓蚀率测定方法及评价指标

### 4.1 方法原理

采用高温高压动态腐蚀仪, 按测定温度、压力, 应用挂片失量法进行测定。

### 4.2 仪器及试剂

#### 4.2.1 仪器:

高温高压动态腐蚀测定仪 (见图 4)。

a) 工作温度:  $0 \sim 200^\circ\text{C}$ , 精度  $\pm 1^\circ\text{C}$ ;

b) 工作压力:  $0 \sim 20\text{MPa}$ , 精度  $\pm 0.1\text{MPa}$ ;

c) 转速:  $0 \sim 600\text{r}/\text{min}$ 。

#### 4.2.2 试剂:

所用试剂按 3.2.2 中给出的细则。

### 4.3 试片制备

试片制备按 3.3。

### 4.4 酸的配制

酸的配制按 3.4。

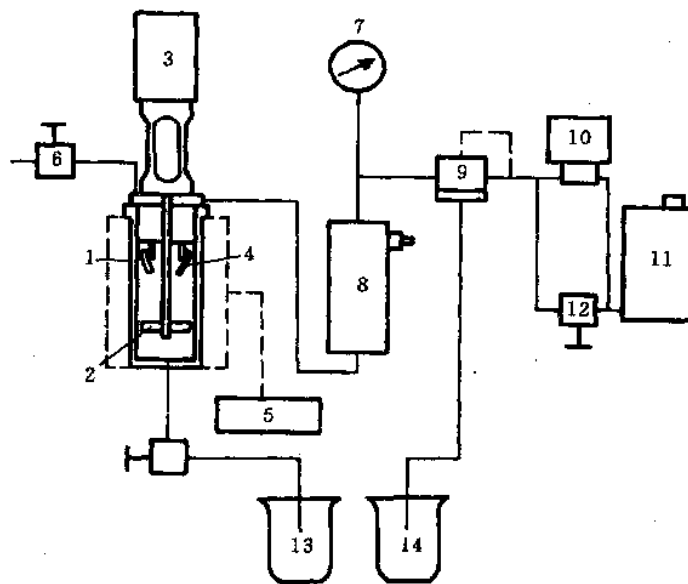
### 4.5 高温高压动态腐蚀测定步骤

#### 4.5.1 试片标记:

试片标记按 3.5.1 给出的细则。

#### 4.5.2 测定条件:





1—高压釜；2—搅拌器；3—磁耦合电机；4—试片；5—温控器；  
6—卸压阀；7—压力表；8—调压室；9—背压溢流阀；10—气动液  
泵；11—储油池；12—卸压阀；13—塑料烧杯(残酸收集)；14—塑料烧杯(溢流液收集)

图4 高温高压动态腐蚀测定仪

测定条件在表3中给出。

#### 4.5.3 装调仪器：

根据每平方厘米试片表面积酸液用量  $20\text{cm}^3$ ，把按3.4制备的定量酸液倒入高压釜体内，将试片吊在挂片器上，安装搅拌，密封、挂片组件并拧紧，接好管线。开启测定仪电源，以仪器最快升温速率设置加热程序及所需测定温度。

4.5.4 打开高压氮气源阀门，调节气压阀，启动泵，使釜内压力略低于测定压力。

4.5.5 当温度达到测定所需温度，通过卸压阀调节反应容器压力为测定所需压力，启动搅拌马达，调节到测定所需转速，记录测定开始时间。

4.5.6 反应到预定时间，切断电源。卸去酸液，迅速取出试片，观察腐蚀状况并作详细记录。

#### 4.5.7 试片清洗：

试片清洗按3.5.6给出的细则。

#### 4.5.8 试片称量：

试片称量按3.5.7给出的细则。

### 4.6 计算

计算按3.6。

#### 4.7 试验数据相对误差规定

试验数据相对误差规定在表2中给出。

#### 4.8 评价指标

评价指标在表3中给出。

## 5 乙酸中缓蚀剂防腐蚀测定方法及评价指标

### 5.1 方法原理

#### 5.1.1 乙酸中缓蚀剂防平均腐蚀的测定方法原理：

采用静态、动态腐蚀速率、缓蚀率测定方法，测定酸化施工后期，酸液 pH 值下降到 3~4 时乏酸的平均腐蚀速率。

表 3 高温高压动态腐蚀速率测定条件及缓蚀剂评价指标

| 酸液类型 | 试验温度<br>℃ | 试验压力<br>MPa | 搅拌速度<br>r/min | 反应时间<br>h | 酸液质量分数<br>% |        | 缓蚀剂<br>质量分数<br>% | 缓蚀剂评价指标               |         |          |     |         |     |       |        |
|------|-----------|-------------|---------------|-----------|-------------|--------|------------------|-----------------------|---------|----------|-----|---------|-----|-------|--------|
|      |           |             |               |           | HCl         | HF     |                  | 一级                    | 二级      | 三级       |     |         |     |       |        |
|      |           |             |               |           |             |        |                  | g/(m <sup>2</sup> ·h) |         |          |     |         |     |       |        |
| 盐酸   | 100       | 16.0        | 60            | 4         | 15          | —      | 1.0~2.0          | 3~5                   | >5~10   | >10~15   |     |         |     |       |        |
|      |           |             |               |           | 20          |        |                  | 5~10                  | >10~15  | >15~20   |     |         |     |       |        |
|      | 120       |             |               |           | 15          |        | 1.0~2.0          | 10~20                 | >20~30  | >30~40   |     |         |     |       |        |
|      |           |             |               |           | 20          |        |                  | 20~30                 | >30~40  | >40~50   |     |         |     |       |        |
|      | 140       |             |               |           | 15          |        | 2.0~3.0          | 30~40                 | >40~50  | >50~60   |     |         |     |       |        |
|      |           |             |               |           | 20          |        |                  | 40~50                 | >50~60  | >60~70   |     |         |     |       |        |
|      | 160       |             |               |           | 15          |        | 3.0~4.0          | 70~80                 | >80~90  | >90~100  |     |         |     |       |        |
|      |           |             |               |           | 20          |        |                  | 60~70                 | >70~80  | >80~100  |     |         |     |       |        |
|      | 180       |             |               |           | 15          |        | 4.0~5.0          | 70~80                 | >80~100 | >100~120 |     |         |     |       |        |
|      |           |             |               |           | 20          |        |                  | 70~80                 | >80~100 | >100~120 |     |         |     |       |        |
|      | 土酸        |             |               |           | 100         |        | 16.0             | 60                    | 4       | 7.5      | 1.5 | 1.0~1.5 | 3~5 | >5~7  | >7~15  |
|      |           |             |               |           |             |        |                  |                       |         | 12       | 3   |         | 4~7 | >7~12 | >12~20 |
| 120  |           | 7.5         | 1.5           | 1.5~2.0   | 10~15       | >15~25 |                  |                       |         | >25~30   |     |         |     |       |        |
|      |           | 12          | 3             |           | 15~20       | >20~30 |                  |                       |         | >30~40   |     |         |     |       |        |
| 140  |           | 7.5         | 1.5           | 2.0~3.0   | 20~25       | >25~30 |                  |                       |         | >30~40   |     |         |     |       |        |
|      |           | 12          | 3             |           | 25~30       | >30~40 |                  |                       |         | >40~50   |     |         |     |       |        |
| 160  |           | 7.5         | 1.5           | 3.0~4.0   | 30~40       | >40~50 |                  |                       |         | >50~60   |     |         |     |       |        |
|      |           | 12          | 3             |           | 35~50       | >50~60 |                  |                       |         | >60~70   |     |         |     |       |        |
| 180  |           | 7.5         | 1.5           | 4.0~5.0   | 50~70       | >70~80 |                  |                       |         | >80~100  |     |         |     |       |        |
|      |           | 12          | 3             |           | 60~80       | >80~90 |                  |                       |         | >90~110  |     |         |     |       |        |

### 5.1.2 乏酸中缓蚀剂防点蚀测定方法原理:

用点蚀测深仪测量点蚀深度，用实体显微镜测点蚀直径以检测腐蚀试验后试片表面腐蚀状况，及缓蚀剂防点蚀性能。

## 5.2 仪器及试剂

### 5.2.1 仪器:

- 岩心粉碎机;
- 标准筛: SSW 0.15/0.1;
- WS 型数显袖珍 pH 计 (测量范围 0.0~14.0pH, 准确度:  $\pm 0.2$ pH) 或同类产品;

d) 点蚀测深仪: 测量范围 0~5mm, 精度 0.02mm;

e) 实体显微镜: 放大倍数 200 倍;

f) 其余按 3.2.1、4.2.1 给出的细则。

### 5.2.2 试剂:

a) 碳酸钙, 化学纯;

b) 现场岩心;

c) 其余与 3.2.2 同。

### 5.3 乏酸的制备

5.3.1 直接取现场施工返排乏酸 (测定时不另加缓蚀剂)。

5.3.2 用现场岩样制备乏酸:

5.3.2.1 取现场岩样粉碎, 使 80% 以上岩样碎屑通过 SSW 0.15/0.1 标准筛网, 取筛下岩样粉末供试验用。

5.3.2.2 取一定量的按 3.4 配制的测定所需浓度的盐酸 (碳酸盐岩) 或土酸 (砂岩), 加入所需浓度的缓蚀剂, 搅匀; 边搅拌边加入过筛岩样粉末, 使反应液的 pH 值为 3.5 (用 pH 计测定), 过滤, 滤液用作试验。

5.3.3 用碳酸钙制备盐酸酸化时的乏酸:

取一定量的测定所需浓度的盐酸与相应数量完全反应的碳酸钙反应, 搅拌, 反应后, 用 6mol/L 盐酸调至 pH 为 3.5 (用 pH 计测定), 再加所需用量的缓蚀剂。

### 5.4 试验步骤

5.4.1 常压静态试验按 3.5, 高温高压动态试验按 4.5, 其中反应时间皆为 24h~48h。

5.4.2 用点蚀测深仪, 观测静态或动态腐蚀试验后的试片, 并在整个试片表面上找出最大点蚀深度 ( $h_{max}$ )。

5.4.3 用实体显微镜, 在整个试片表面上找出点蚀最严重的区域, 统计, 记录该区域 1cm<sup>2</sup> (正方形) 内的点蚀孔数 ( $N$ ) 和最大点蚀面积 ( $S$ ), 记录在附录 A (提示的附录) 表 A2 中。

### 5.5 结果计算及表述

5.5.1 平均腐蚀速率按 3.6.1、3.6.2 给出的细则计算。

5.5.2 金属点蚀的程度用点蚀因数表述; 按公式 (10) 计算:

$$f = \frac{h_{max}}{\bar{h}} \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:  $f$ ——点蚀因数, 无量纲;

$h_{max}$ ——最大点蚀深度, mm;

$\bar{h}$ ——平均点蚀深度, mm。

平均点蚀深度按公式 (11) 计算:

$$\bar{h} = \frac{10^{-3} \Delta m}{\rho_g \cdot A} \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:  $\bar{h}$ ——平均点蚀深度, mm;

$\Delta m$ ——腐蚀失量, g;

$\rho_g$ ——(N-80) 钢的密度, g/cm<sup>3</sup>;

$A$ ——试片面积, mm<sup>2</sup>。

## 5.6 评价指标

## 5.6.1 乏酸中缓蚀剂防平均腐蚀评价指标:

防平均腐蚀评价指标在表 4 中给出。

表 4 乏酸中缓蚀剂防腐蚀评价指标

| 温度<br>℃ | 一级                              | 二级       | 三级       |
|---------|---------------------------------|----------|----------|
|         | 平均腐蚀速率<br>g/(m <sup>2</sup> ·h) |          |          |
| 60      | 0.1~0.2                         | >0.2~0.3 | >0.3~0.5 |
| 90      | 0.3~0.5                         | >0.5~0.7 | >0.7~1.0 |
| 100     | 0.5~0.7                         | >0.7~1.0 | >1.0~1.5 |
| 120     | 1.5~2                           | >2~4     | >4~6     |
| 140     | 2.5~3                           | >3~5     | >5~7     |
| 160     | 3~4                             | >4~6     | >6~8     |
| 180     | 5~6                             | >6~9     | >9~12    |

## 5.6.2 乏酸中缓蚀剂防点蚀评价指标:

防点蚀评价指标在表 5 中给出。

表 5 乏酸的点蚀评价指标

| 等级 | 点蚀孔数<br>个/m <sup>2</sup> | 最大点蚀面积<br>mm <sup>2</sup> | 最大点蚀深度<br>mm | 点蚀因数 |
|----|--------------------------|---------------------------|--------------|------|
| 1  | $2.5 \times 10^3$        | 0.5                       | 0.4          | 160  |
| 2  | $1.0 \times 10^4$        | 2.0                       | 0.8          | 320  |
| 3  | $5 \times 10^4$          | 8.0                       | 1.6          | 640  |

## 6 缓蚀剂溶解分散性测定方法及评价指标

## 6.1 方法原理

通过观测缓蚀剂溶解分散状况, 评价缓蚀剂与酸液体系的配伍性。

## 6.2 仪器及试剂

## 6.2.1 仪器:

- 玻璃恒温水浴: 工作温度为室温~95℃, 控温精度为±1℃;
- 具塞比色管: 100mL;
- 具塞透明带刻度塑料筒: 100mL;
- 注射器或移液管: 5.0mL。

## 6.2.2 试剂:

与 3.2.2 同。

## 6.3 测定步骤

## 6.3.1 按 3.4.1, 3.4.2 配制备一定体积所需质量分数的酸液:

6.3.2 接通恒温水浴电源，升温至测定温度（控温精度： $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ）。

6.3.3 将已配好的酸液 100mL 倒入具塞比色管（盐酸）或透明塑料筒（土酸）中，然后用注射器或移液管向具塞比色管或透明塑料筒中，加入质量分数为酸化设计时的 1.2 倍的缓蚀剂，盖上瓶盖，摇动 5min 混合均匀。

6.3.4 将已混合均匀含缓蚀剂的酸液瓶放入已恒温的水浴中，并保持酸液液面低于恒温水浴水平面。

6.3.5 在测定温度下，定时观察酸液外观的变化情况并作详细定性描述，记录在附录 A（提示的附录）表 A2 中，主要内容是：酸液体系是否透明清亮均相分散、是否有乳化絮凝、是否有液/液相分层、是否有固相沉淀等现象，观察时间视需要为 24h~48h。

#### 6.4 评价指标

评价指标在表 6 中给出。

表 6 缓蚀剂溶解分散性评价指标

| 指标 | 观察时间<br>h | 溶解分散状况                             |
|----|-----------|------------------------------------|
| 一级 | 24~48     | 酸液透明清亮，无液/液相分层，无液/固相分离             |
| 二级 |           | 酸液不透明，但仍是均匀的液体，并在试验时间内液体稳定，无分层，无沉淀 |

## 7 缓蚀剂对岩心渗透率损害试验方法

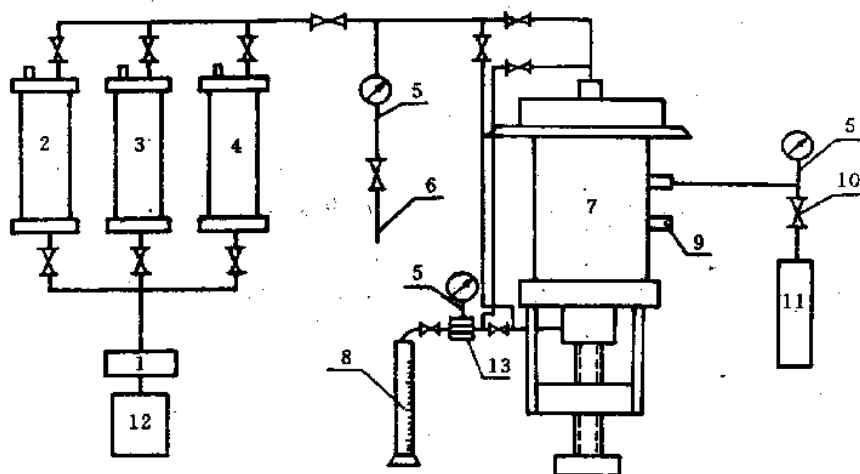
### 7.1 方法原理

将缓蚀剂水溶液挤入天然岩心，用煤油测量挤入缓蚀剂水溶液前、后天然岩心的渗透率，比较渗透率的变化，测定缓蚀剂对岩心渗透率损害的程度。

### 7.2 仪器及材料

#### 7.2.1 仪器：

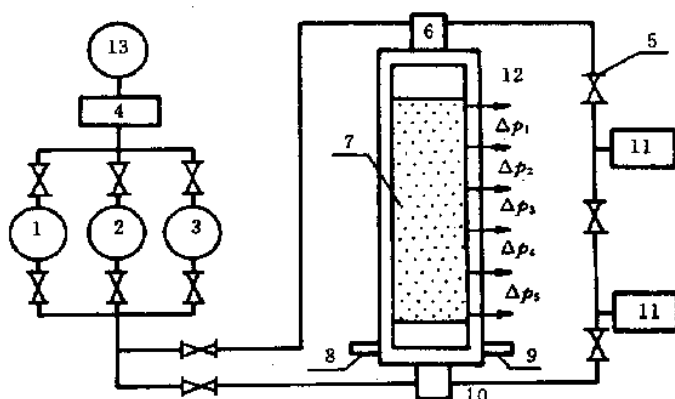
a) 短岩心流动试验仪（见图 5）；



1—恒流泵；2—氯化钾水溶液高压容器；3—缓蚀剂溶液高压容器；4—煤油高压容器；  
5—压力表；6—放空；7—岩心夹持器；8—量筒；9—温控器；10—阀门；11—手动高压泵；  
12—盛水容器；13—回压调节器

图 5 短岩心流动仪

- b) 长岩心流动试验仪 (见图 6);
- c) 岩心钻取装置;
- d) 岩心端面研磨装置;
- e) 岩心洗油装置;
- f) 岩心气测渗透率装置;
- g) 恒温干燥箱, 300℃ (控温精度:  $\pm 2^\circ\text{C}$ );
- h) 毛细管粘度计;
- i) 游标卡尺, 200mm (精度 0.01mm);
- j) 秒表。



1—氯化钾水溶液高压容器; 2—缓蚀剂溶液高压容器; 3—煤油高压容器; 4—恒流泵;  
5—电动阀门; 6—正向注入端; 7—岩心夹持器; 8—围压调节接口; 9—温度接口; 10—反向注入端;  
11—回压调节器; 12—压力接口; 13—盛水容器

图 6 长岩心流动仪

### 7.2.2 材料:

- a) 岩心;
- b) 氯化钾: 化学纯;
- c) 煤油: 工业品, 脱水、脱色;
- d) 缓蚀剂: 工业品。

### 7.3 岩心的制备和处理

7.3.1 钻取与地层流体流动方向相同的圆柱状岩心, 两端面磨平且与圆柱面垂直, 直径 $(2.54 \pm 0.02)\text{cm}$ , 长度 $5.00 \sim 7.00\text{cm}$ 。

7.3.2 岩心的清洗、孔隙体积测定及气体渗透率的测定按 SY 5336—1996 中第 3~5 章之规定执行。

7.3.3 选择气体渗透率不小于  $10 \times 10^{-3} \mu\text{m}^2$  的岩心供试验, 岩心用质量分数为 2% 的氯化钾水溶液饱和。

### 7.4 测定步骤

7.4.1 用毛细管粘度计测量试验温度下的煤油粘度。

7.4.2 配制质量分数为 2% 氯化钾水溶液和一定缓蚀剂浓度的质量分数为 2% 氯化钾水溶液两种试验液体。

7.4.3 短岩心测定步骤:

7.4.3.1 准确测量岩心长度  $L$  及直径  $\phi$ 。

7.4.3.2 按图 5 接好装置。

7.4.3.3 正向挤入质量分数为 2% 氯化钾水溶液至流量、压力稳定后，正向挤入煤油，至流量、压力稳定，并将流量、压力记录于附录 A（提示的附录）表 A4 中。

7.4.3.4 将含有试验所需浓度缓蚀剂的质量分数为 2% 氯化钾水溶液反向挤入岩心，至少挤入 20 倍岩心总孔隙体积，直至流量、压力稳定。

7.4.3.5 正向挤入煤油，流量、压力稳定后记录于表 A4 中。

7.4.4 长岩心测定步骤：

7.4.4.1 选配已加工的岩心 3~5 段，准确测量长度  $L$  及直径  $\phi$ 。

7.4.4.2 将岩心装入岩心夹持器中，按图 6 连接并调试长岩心流动试验仪，记录各段岩心长度于表 A4。

7.4.4.3 按 7.4.3.3 操作，记录流量和各段压差。

7.4.4.4 将 20 倍总岩心孔隙体积的含一定浓度缓蚀剂的质量分数为 2% 氯化钾水溶液反向挤入岩心。

7.4.4.5 按 7.4.3.5 操作，记录流量和各段压差。

7.5 试验测定结果计算

7.5.1 短岩心和各段长岩心渗透率按公式 (12) 计算：

$$K_i = 10^2 \times \frac{Q \cdot \mu \cdot L_i}{\Delta p \cdot A_y} \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中：  $K_i$ ——岩心渗透率， $10^{-3} \mu\text{m}^2$ ；

$Q$ ——液体流量， $\text{mL/s}$ ；

$L_i$ ——岩心段长度， $\text{cm}$ ；

$A_y$ ——岩心段横截面积， $\text{cm}^2$ ；

$\mu$ ——液体粘度， $\text{mPa} \cdot \text{s}$ ；

$\Delta p$ ——岩心段液体压差， $\text{MPa}$ 。

7.5.2 缓蚀剂对短岩心、各段长岩心渗透率的损害率按公式 (13) 计算：

$$\eta_i = \frac{K_0 - K_i}{K_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中：  $\eta_i$ ——岩心渗透率的损害率， $\%$ ；

$K_0$ 、 $K_i$ ——缓蚀剂水溶液注入前、后煤油所测渗透率， $10^{-3} \mu\text{m}^2$ ；

长岩心试验时： $i=1, 2, 3, 4, 5$ 。

## 8 恒电位极化曲线法测定缓蚀剂的缓蚀率及评价指标

### 8.1 基本原理

对于钢片在盐酸/土酸体系中的腐蚀，将阴极极化曲线的塔菲尔线性段外推至自然腐蚀电位  $E_c$  处，求得自然腐蚀电流密度。由未加和加有缓蚀剂时的自然腐蚀电流密度计算缓蚀率。

### 8.2 极化曲线测定装置

#### 8.2.1 仪器：

a) 恒电位仪：HDV-7C 型或同类产品；

b) 辅助电极：Pt 电极；

- c) 参比电极: 饱和甘汞电极;
- d) 恒温水浴: 工作温度为室温~95℃, 控温精度±1℃;
- e) 盐桥 (带鲁金毛细管);
- f) 游标卡尺: 精度 0.02mm.

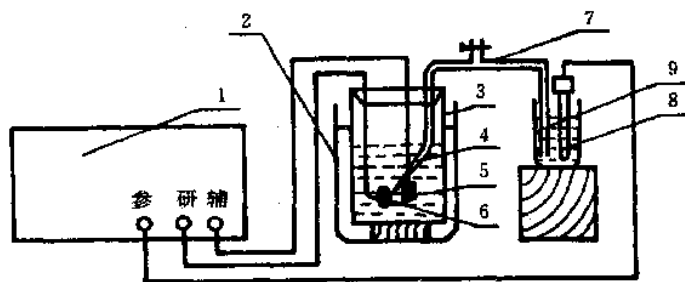
### 8.2.2 恒电位极化曲线测定装置:

恒电位极化曲线测定装置见图 7.

### 8.2.3 试剂:

- a) 氯化钾: 化学纯;
- b) 其余按 3.2.2 给出的细则.

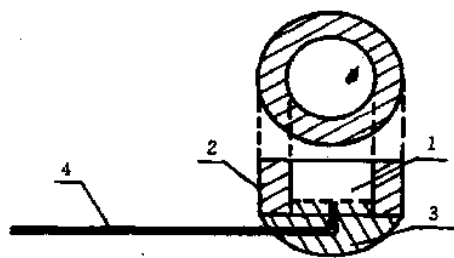
### 8.3 研究电极的制备



1—恒电位仪; 2—恒温槽; 3—电解池 (盐酸用玻璃烧杯, 土酸用塑料烧杯);  
4—鲁金毛细管 (土酸用塑料毛细管); 5—辅助电极; 6—研究电极; 7—三通盐桥;  
8—饱和甘汞电极; 9—饱和 KCl 溶液

图 7 恒电位极化曲线测定装置

将 N-80 钢片加工成直径  $(1.13 \pm 0.02)$  cm 或  $(0.80 \pm 0.02)$  cm, 厚  $(0.50 \pm 0.02)$  cm 的小圆柱, 焊上直径约 1mm 的铜导线, 用丙酮擦去油污及残留焊药后, 将其镶嵌于聚四氟乙烯中, 用环氧树脂封住焊点端面 (见图 8), 待固化后, 用 01—03 金相砂纸将工作面磨至镜面 (工作面积为  $1\text{cm}^2$  或  $0.5\text{cm}^2$ ), 再用无水乙醇、丙酮擦洗, 晾干或用冷风吹干后备用。



1—N-80 钢; 2—聚四氟乙烯; 3—环氧树脂; 4—铜导线

图 8 研究电极

### 8.4 酸的配制

酸的配制按 3.4.

### 8.5 试验条件

除试验时间 (由试验过程本身稳定状态控制) 外, 其余在表 1 中给出.

### 8.6 恒电位极化曲线测定步骤



8.6.1 按图 7 接好装置。

8.6.2 将恒电位仪电源开关置“自然”位置，进行预热；打开恒温槽电源，将恒温槽温度调至所需温度。

8.6.3 量取 200mL 酸液倒入电解池中，用吸耳球在盐桥三通处导通酸液和参比体系的饱和氯化钾溶液。

8.6.4 研究电极浸入酸液约 15min，自然腐蚀电位稳定后（2min 内自然腐蚀电位  $E_k$  变化 3mV），记下自然腐蚀电位  $E_k$ ，并将恒电位仪工作电源开关置于“极化”，工作选择置于“恒电位”，电位测量选择置于“给定”，调节电位调节旋钮给定极化电位为  $(E_k - 10)$  mV，2min 后记录极化电位和相应的极化电流，再依次降低极化电位 10mV，2min 后记录极化电位 ( $E$ ) 及对应的电流值 ( $I$ )，直至极化电位为  $(E_k - 200)$  mV。

8.6.5 待测得极化电位  $(E_k - 200)$  mV 时的极化电流值后，将恒电位仪选择开关转向“自然”，待自然腐蚀电位恢复到  $(E_k \pm 3)$  mV 时，再按 8.6.4 作一次阴极极化测定，试验完后拆除装置。

## 8.7 数据处理

8.7.1 极化电流密度按公式 (15) 计算：

$$J = \frac{I}{A_D} \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中： $J$ ——极化电流密度，mA/cm<sup>2</sup>；

$I$ ——极化电流，mA；

$A_D$ ——研究电极的表面积，cm<sup>2</sup>。

8.7.2 将测得的自然腐蚀电位 ( $E_k$ )、极化电位 ( $E$ )、极化电流密度 ( $J$ ) 绘于半对数坐标上，纵坐标为极化电位  $E$ ，横坐标为极化电流密度的对数  $\lg J$ 。

8.7.3 将阴极极化曲线的塔菲尔线性段外推至自然腐蚀电位  $E_k$  处，求得自然腐蚀电流密度 ( $J_k$ )，如图 9。取二次试验测得的自然腐蚀电流密度算术平均值，即为该条件下的自然腐蚀电流密度。

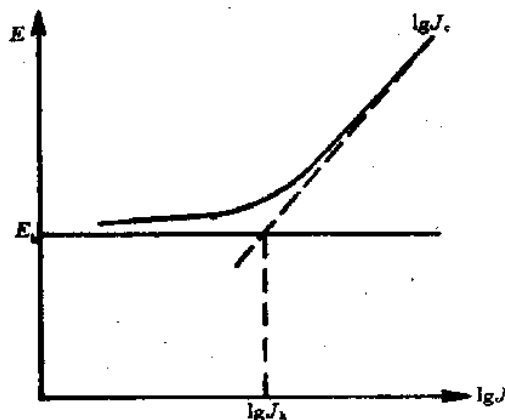


图 9 极化电位与极化电流密度的关系

8.7.4 腐蚀速率按公式 (16) 计算：

$$v_D = \frac{1.8 \times 10^4 J_k \cdot M}{F} \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:  $v_D$ ——腐蚀速率,  $\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ ;  
 $J_k$ ——自然腐蚀电流密度,  $\text{mA}/\text{cm}^2$ ;  
 $F$ ——法拉第常数,  $96484.6\text{C}/\text{mol}$ ;  
 $M$ ——铁的摩尔质量,  $55.847\text{g}/\text{mol}$ .

#### 8.7.5 缓蚀率计算:

按公式(9)计算。

#### 8.7.6 缓蚀剂评价指标:

缓蚀剂评价指标在表 1 中给出。

试验数据记录表格式

表 A1 腐蚀速率测定记录表 (格式)

试验日期:            年   月   日

|                               |                               |                               |                               |
|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 试验日期                          | 年   月   日                     | 试片材料                          |                               |
| 试验温度<br>℃                     |                               | 试验开始时间                        |                               |
| 试验压力<br>MPa                   |                               | 试验结束时间                        |                               |
| 酸液配方                          |                               | 试验时间<br>h                     |                               |
| 搅拌速度<br>r/min                 |                               | 酸液用量<br>mL                    |                               |
| 缓蚀剂及质量分数<br>%                 |                               |                               |                               |
| 试片长、宽、高<br>mm                 | $L_1 =$<br>$a_1 =$<br>$b_1 =$ | $L_2 =$<br>$a_2 =$<br>$b_2 =$ | $L_3 =$<br>$a_3 =$<br>$b_3 =$ |
| 试验前质量<br>g                    | $m_1 =$                       | $m_2 =$                       | $m_3 =$                       |
| 试验后质量<br>g                    | $m_1' =$                      | $m_2' =$                      | $m_3' =$                      |
| 腐蚀量<br>g                      | $\Delta m_1 =$                | $\Delta m_2 =$                | $\Delta m_3 =$                |
| 腐蚀速率<br>$g / (m^2 \cdot h)$   | $v_1 =$                       | $v_2 =$                       | $v_3 =$                       |
| 平均腐蚀速率<br>$g / (m^2 \cdot h)$ | $\bar{v} =$                   |                               |                               |
| 试片表面变化情况描述                    |                               |                               |                               |
| 备            注                |                               |                               |                               |

试验人:

复核人:

审核人:

表 A2 乙酸点蚀试验记录表 (格式)

试验日期: 年 月 日

| 试片编号 | 点蚀孔数<br>个/m <sup>2</sup> | 最大点蚀面积<br>mm <sup>2</sup> | 最大点蚀深度<br>mm | 平均腐蚀速度<br>g/(m <sup>2</sup> ·h) |
|------|--------------------------|---------------------------|--------------|---------------------------------|
|      |                          |                           |              |                                 |
|      |                          |                           |              |                                 |
|      |                          |                           |              |                                 |
|      |                          |                           |              |                                 |
|      |                          |                           |              |                                 |

表 A3 缓蚀剂溶解分散性试验记录表 (格式)

试验日期: 年 月 日

| 编号           |     |  |  |  |
|--------------|-----|--|--|--|
| 缓蚀剂名称<br>及浓度 | 名称  |  |  |  |
|              | 浓度  |  |  |  |
| 酸液类型<br>及浓度  | 类型  |  |  |  |
|              | 浓度  |  |  |  |
| 试验温度<br>℃    |     |  |  |  |
| 溶解分散性<br>描述  | 0h  |  |  |  |
|              | 1h  |  |  |  |
|              | 2h  |  |  |  |
|              | 4h  |  |  |  |
|              | 8h  |  |  |  |
|              | 12h |  |  |  |
|              | 24h |  |  |  |
|              | 48h |  |  |  |

试验人:

复核人:

审核人:

表 A4 岩心流动试验记录表 (格式)

试验日期: 年 月 日

|                                    |     |            |    |                      |  |  |
|------------------------------------|-----|------------|----|----------------------|--|--|
| 岩心编号 (或段)                          |     |            |    |                      |  |  |
| 孔隙度<br>%                           |     |            |    |                      |  |  |
| 气测渗透率<br>$10^{-3}\mu\text{m}^2$    |     |            |    |                      |  |  |
| 缓蚀剂及质量分数<br>%                      |     |            |    |                      |  |  |
| 缓蚀剂溶液挤入总量<br>mL                    |     |            |    |                      |  |  |
| 缓蚀剂                                | 注入前 | 压力<br>MPa  |    |                      |  |  |
|                                    |     | 流量<br>mL/s |    |                      |  |  |
|                                    | 注入后 | 压力<br>MPa  |    |                      |  |  |
|                                    |     | 流量<br>mL/s |    |                      |  |  |
| 煤油粘度<br>mPa·s                      |     |            |    |                      |  |  |
| 处理前煤油渗透率<br>$10^{-3}\mu\text{m}^2$ |     |            |    |                      |  |  |
| 处理后煤油渗透率<br>$10^{-3}\mu\text{m}^2$ |     |            |    |                      |  |  |
| 渗透率损害率<br>%                        |     |            |    |                      |  |  |
| 岩心来源                               | 井号  | 井深         | 层位 | 规格                   |  |  |
|                                    |     |            |    | 长度<br>cm             |  |  |
|                                    |     |            |    | 截面积<br>$\text{cm}^2$ |  |  |

试验人:

复核人

审核人: