

 PETROBRAS	ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA		Nº: ET-3010.00-1260-010-PNG-062			
	CLIENTE: E&P			FOLHA: 1 de 17		
	PROGRAMA: -					
	ÁREA: -					
TÍTULO: QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE CORROSÃO PARA APLICAÇÃO EM SISTEMAS DE ÓLEO E GÁS			GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ			
			PÚBLICO			
ÍNDICE DE REVISÕES						
REV.	DESCRIÇÃO E/OU FOLHAS ATINGIDAS					
0	Revisão Original.					
N	Inclusão de texto sobre flexibilização de metodologia no item 2.3.3.					
P	Revisão dos itens 2.1, 2.2.3, 2.2.4, e do texto do item 2.3.2.					
Q	Revisão da tabela IV, Revisão do texto do item 2.2.3 para melhor entendimento do critério de aprovação, melhoria na redação do item 2.2.4, inclusão do teor de bicarbonato na condição de teste do cenário de oleoduto na tabela VII e remoção do cenário de reinjeção.					
R	Substituição do termo "cenário" por "aplicação".					
S	Revisão geral na ordem numérica dos itens. Redução da vazão do gás no teste de espuma de 100 L/h para 50 L/h. Revisão das dosagens no ensaio de formação de emulsão. Revisão do item 4.3 (Ensaio de Eficiência) com a inclusão do "bubble teste" para a aplicação 6 (multifásico), revisão na tabela VIII (condições dos testes), revisão no texto e figuras do item 4.3.3 (dedo frio). Inclusão na tabela do item 4.6 dos critérios de aceitação para a aplicação 6 (multifásico) no "bubble teste".					
T	Inclusão do ensaio de corrosividade (item 4.2.5).					
H	Correções: temperatura do item 2.2.3; tensão de cisalhamento no item 2.3.4; critério de aceitação no cenário 3 da tabela IX.					
J	Alteração no critério de aceitação do item 2.2.1.					
K	Melhoria no texto do item 2.2.1; correção em referências às tabelas no item 2.3.2 e 2.3.3.					
L	Alteração da temperatura do cenário 4 na Tabela VI.					
M	Correção da numeração das normas ASTM G31 e G96. Revisão do item 2.4 e do título do item 2.5. Inclusão do item 3.					
	REV. 0	REV. Q	REV. R	REV. S	REV. T	REV. P
DATA	19/12/2019	10/05/2022	12/05/2022	20/09/2023	26/06/2024	25/01/2022
EXECUÇÃO	B97J	EK6A	EK6A	BENO, BE3W	BE3W, M300	B97J
VERIFICAÇÃO	EK6A	BENO	U400	EK6A, CXKX	UP9J, BENO	BENO
APROVAÇÃO	CLJ1	CJCL	CJCL	CJCL	EK6A	CJCL
DE ACORDO COM A DI-1PBR-00337, AS INFORMAÇÕES DESTES DOCUMENTOS SÃO PROPRIEDADE DA PETROBRAS, SENDO PROIBIDA A UTILIZAÇÃO FORA DA SUA FINALIDADE.						
FORMULÁRIO PADRONIZADO PELA NORMA PETROBRAS N-381-REV.M.						

**SUMÁRIO**

1. Introdução.....	3
2. Referências normativas.....	3
3. Requisitos iniciais	3
4. Requisitos para qualificação do inibidor de corrosão	4
4.1. Requisitos do produto para aplicação em sistemas de gás.....	4
4.2. Ensaios de compatibilidade	5
4.2.1. Ensaio de solubilidade	5
4.2.2. Ensaio de avaliação da formação de espuma.....	6
4.2.3. Ensaio de avaliação da formação de emulsão.....	7
4.2.4. Ensaio de estabilidade térmica	9
4.2.5. Ensaio de corrosividade.....	9
4.3. Ensaios de eficiência.....	9
4.3.1. Procedimento de teste para "bubble test" a 1 bar(a).....	10
4.3.2. Procedimento de teste de corrosão em carrossel rotatório.....	11
4.3.3. Procedimento de teste de corrosão do tipo "dedo frio"	13
4.3.4. Procedimento de teste de corrosão do tipo "jato impingimento"	15
4.4. Cálculo da eficiência pela perda de massa e apresentação dos resultados.....	16
4.5. Análise e apresentação dos resultados de taxa de corrosão por RPL.....	17
4.6. Critério de aceitação dos testes de eficiência.....	17



1. INTRODUÇÃO

Este documento define os requisitos de qualificação de INIBIDOR DE CORROSÃO para injeção em gasodutos (escoamento bifásico; supercrítico; com corrosão de topo e com alta velocidade), sistemas de produção multifásicos (óleo, gás e água) e oleodutos.

2. REFERÊNCIAS NORMATIVAS

Os documentos relacionados a seguir são citados no texto e contêm prescrições válidas para a presente especificação técnica.

- ABNT NBR 14725: Produtos químicos - Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente - Aspectos gerais do Sistema Globalmente Harmonizado (GHS), classificação, FDS e rotulagem de produtos químicos;
- ASTM D92: *Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester*;
- ASTM G1: *Standard Practice for Preparing, Cleaning and Evaluating Corrosion Test Specimens*;
- ASTM G31-21: *Standard Guide for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals*;
- ASTM G96-90(2018): *Standard Guide for Online Monitoring of Corrosion in Plant Equipment (Electrical and Electrochemical Methods)*;
- ASTM G184-06: *Standard Practice for Evaluating and Qualifying Oil Field and Refinery Corrosion Inhibitors Using Rotating Cage*.

Para referências não datadas, aplicam-se as edições mais recentes dos referidos documentos (incluindo emendas).

3. REQUISITOS INICIAIS

O fornecedor deve apresentar relatório de testes com o inibidor de corrosão de acordo com a metodologia descrita nessa especificação técnica. Além dessas informações, o relatório deve conter, no mínimo:

- Identificação do responsável técnico pela realização dos ensaios;
- Dados da instituição responsável pela execução dos ensaios;
- Data de emissão do relatório;
- Identificação do produto avaliado.

Caso haja necessidade de entrega de amostra do produto para realização de testes pela PETROBRAS, conforme oportunidade, os seguintes requisitos devem ser atendidos:

- Entregar 1L (divididos em dois frascos de 500 mL) de amostra em recipiente compatível com o fluido, íntegro, sem vazamentos, estufamento ou qualquer tipo de degradação;
- O rótulo do produto químico deve ser confeccionado em material que resista às condições normais de uso, transporte e armazenagem dentro do prazo de validade do produto;



- Todas as informações de segurança constantes no rótulo de produto químico comercializado no mercado nacional devem estar redigidas no idioma nacional;
- De acordo com a NR-26, a rotulagem de produto químico deve seguir a norma ABNT NBR 14725;
- Incluir no rótulo do recipiente o número sequencial do cenário de pré-qualificação/licitação definido na oportunidade a que a amostra se relaciona;
- Providenciar a assinatura do protocolo de recebimento de amostras pelo responsável da PETROBRAS, coletando assinatura e a data da entrega;
- Entregar cópia da Ficha com Dados de Segurança (FDS), em conformidade com a norma ABNT NBR 14725.

Após o recebimento, a amostra deverá ser verificada visualmente quanto à formação de borras, precipitados, turvação e separação de fases. Caso alguma dessas características seja identificada, o produto será reprovado.

4. REQUISITOS PARA QUALIFICAÇÃO DO INIBIDOR DE CORROSÃO

4.1. Requisitos do produto para aplicação em sistemas de gás

Os inibidores de corrosão para aplicação em gasoduto (escoamento bifásico, supercrítico, com corrosão de topo e com alta velocidade) que apresentem água na sua composição, devem ser formulados com uma quantidade mínima de inibidor termodinâmico de hidratos (etanol ou monoetilenoglicol - MEG), conforme estabelecido na Tabela I.

Tabela I - Teor mínimo de inibidor termodinâmico de hidratos de produtos químicos que contenham água na formulação.

Massa de inibidor de hidratos / massa de água	
Etanol	MEG
4	1,9

Os requisitos devem ser apresentados no relatório de teste do fornecedor conforme Tabela II.

Tabela II - Modelo para apresentação da comprovação do requisito do inibidor termodinâmico de hidratos.

Nome do produto	Possui água na composição?	Inibidor de hidratos termodinâmico?	Massa de inibidor de hidratos / massa de água
	() Sim	() Etanol () MEG	
	() Não	Não se aplica	Não se aplica

4.2. Ensaios de compatibilidade

A depender da aplicação do inibidor de corrosão, conforme oportunidade, devem ser realizados os testes de compatibilidade conforme descrito na Tabela III.

Tabela III - Testes de compatibilidade a serem realizados conforme a aplicação do inibidor de corrosão.

Ensaios de Compatibilidade		APLICAÇÃO					
		1	2	3	4	5	6
		Gasoduto bifásico	Gasoduto supercrítico	Gasoduto com alta velocidade	Gasoduto com corrosão de topo	Oleoduto	Multifásico
Solubilidade	Heptano	X	X	X	X	X	X
	Etanol	X	X	X	X		
	Monoetilenoglicol	X	X	X	X		
	Salmoura cloretos *	X	X	X	X		
	Salmoura completa **					X	X
Espuma		X	X	X	X	X	X
Emulsão		X	X	X	X	X	X
Estabilidade térmica		X	X	X	X	X	X
Corrosividade		X	X	X	X		

* salmoura contendo 1.000 mg/L de cloretos;

** salmoura com a composição informada na Tabela IX.

4.2.1. Ensaio de solubilidade

Esse ensaio deve ser realizado com os solventes conforme informado na Tabela III, de acordo com a aplicação informada na oportunidade. Para cada solvente, adicionar 1mL de inibidor de corrosão em 10 frascos de vidro transparentes, tipo tubo de ensaio (Figura 1). Adicionar em cada frasco, respectivamente: 1mL, 2mL, 3mL, 4mL, 5mL, 6mL, 7mL, 8mL, 9mL e 10mL de solvente, agitando o tubo levemente. Avaliar a solubilidade do inibidor de corrosão em cada proporção de mistura com o solvente, fazendo registro fotográfico e classificando o produto como "totalmente solúvel" (não há separação de fases), "parcialmente solúvel" (há separação de fases, sem turvação ou formação de depósitos) ou "insolúvel" (há separação de fases, com turvação e/ou formação de depósitos) em cada solvente avaliado. Os resultados devem ser apresentados conforme Tabela IV.

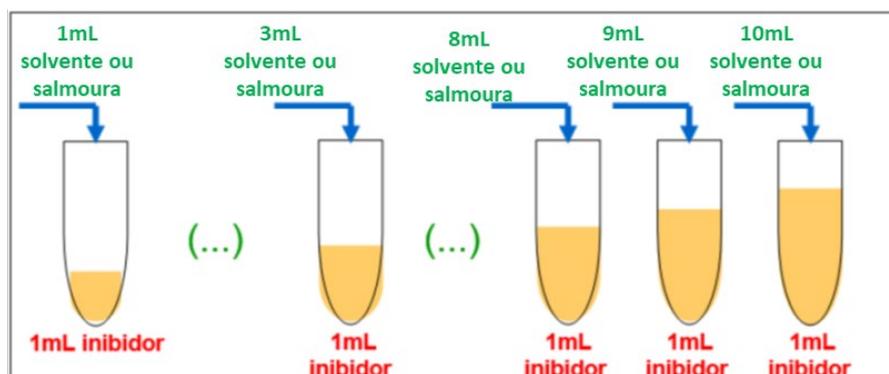


Figura 1 - Desenho esquemático do ensaio de solubilidade do inibidor de corrosão.

**ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA**Nº: **ET-3010.00-1260-010-PNG-062**REV. **T**CLIENTE: **E&P**FOLHA: **6 de 17**TÍTULO: **QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE CORROSÃO PARA
APLICAÇÃO EM SISTEMAS DE ÓLEO E GÁS**

GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ

PÚBLICO

O inibidor de corrosão deve atender aos critérios de aceitação conforme a aplicação descrita na Tabela III:

- (a) para as aplicações 1, 2, 3 e 4 o produto deve ser totalmente solúvel em etanol nas diluições testadas, com tolerância de turvação nas proporções avaliadas, sem formação de precipitados ou separação de fases. Para as demais fases líquidas solicitadas na Tabela III (heptano, MEG e salmoura), informar o resultado;
- (b) para as aplicações 5 e 6 o produto deve ser totalmente solúvel ou na salmoura, ou em heptano nas diluições testadas, com tolerância de turvação nas proporções avaliadas, sem formação de precipitados ou separação de fases. Na fase em que não for totalmente solúvel, informar o resultado.

Tabela IV - Modelo para apresentação dos resultados de solubilidade de inibidores de corrosão.

PROPORÇÃO (solvente:produto)	SOLUBILIDADE (informar se: totalmente solúvel / parcialmente solúvel / insolúvel)	OBSERVAÇÕES (informar se: apresentou turbidez / precipitação / separação de fases / formação de borras)	FOTO
1:1			
1:2			
1:3			
1:4			
1:5			
1:6			
1:7			
1:8			
1:9			
1:10			

4.2.2. Ensaio de avaliação da formação de espuma

- (a) Colocar em uma proveta de 250 mL (diâmetro externo de 45 mm e altura da parte graduada de 225 mm), 100 mL da mesma salmoura informada na Tabela III para os testes de solubilidade, de acordo com a aplicação informada na oportunidade, e 1.000 ppm do inibidor de corrosão;
- (b) Instalar um borbulhador de gás (tubo de vidro com um cilindro de vidro sinterizado de porosidade média – P160), que deve ser inserido no centro da proveta e ficar imerso numa profundidade de 50 mL a partir da interface do líquido com o ar;
- (c) Borbulhar N₂ ou ar comprimido na proveta controlando a vazão através de um rotâmetro em 50 L/h durante 2 minutos;
- (d) Medir o volume de espuma que se forma e o tempo de quebra da mesma (preencher Tabela V);
- (e) Fotografar o aspecto da solução antes do teste iniciar (0 min), após 1 minuto de borbulhamento e depois do ensaio, conforme Figura 2. Incluir as fotografias no relatório de análises com comentários e observações ocorridas no ensaio (tamanho de bolhas, características da espuma, formação de borra etc.);
- (f) Repetir o mesmo teste, mas sem adicionar o inibidor de corrosão (branco);
- (g) Reportar os resultados conforme indicado na Tabela V.

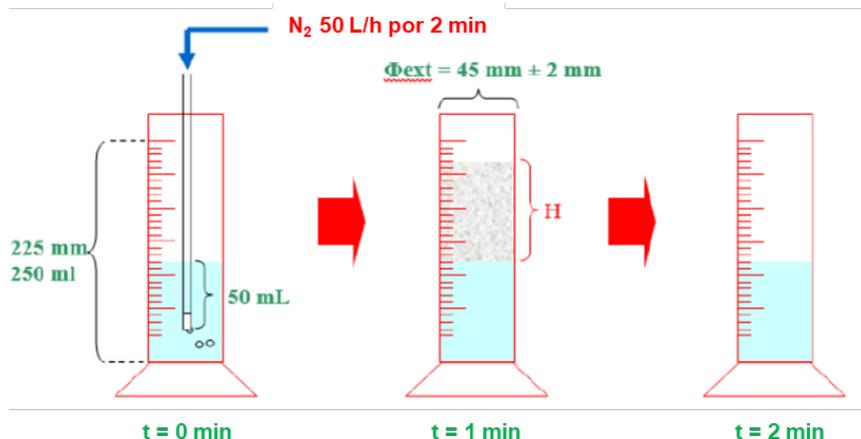


Figura 2 - Desenho esquemático do ensaio de avaliação da formação de espuma com inibidor de corrosão. H = altura da espuma.

O inibidor de corrosão será considerado aprovado no ensaio de tendência à formação de espuma quando:

- Altura máxima da espuma (H) durante o borbulhamento não ultrapassar 50 % do volume inicial, ou seja, altura máxima total (líquido + espuma) de 150 mL;
- Tempo de quebra da espuma, após o término do borbulhamento, deverá ser de até 2 minutos.

Os resultados do ensaio de avaliação da formação de espuma devem ser apresentados conforme exemplos da Tabela V.

Tabela V - Representação dos resultados de avaliação da formação de espuma do inibidor de corrosão.

Amostra	Volume de Espuma (mL)		Tempo total de quebra de espuma (min)
	Após 1 min durante o borbulhamento	Após 2 min de borbulhamento	
Branco			
Inibidor de corrosão			

4.2.3. Ensaio de avaliação da formação de emulsão

Colocar em um béquer de 250 mL, 100 mL uma salmoura contendo a composição conforme indicado na Tabela III, adequada ao cenário informado na oportunidade, e 100 mL de uma fase orgânica (por exemplo: heptano, querosene de aviação etc.). Adicionar inibidor de corrosão na dosagem de 0,4 mL (para as aplicações 1, 2, 3 e 4) ou 0,2 mL (para as aplicações 5 e 6). Colocar o béquer em um agitador mecânico com hélice de 2 pás ($\Phi = 40$ mm, ver Figura 3) e misturar por 30 segundos, na velocidade de 2400 RPM (o aumento da velocidade deve ser gradual). Transferir para uma proveta e anotar as alturas das fases água, óleo, em intervalos de tempo de 1min, 5min, 10min e 20min, observando se há a formação de uma terceira fase que caracteriza uma emulsão estável entre as fases água e óleo, ou se há turvação de alguma das fases (Figura 3). Fotografar o aspecto da solução nos intervalos de tempo citados e preencher a Tabela VI.

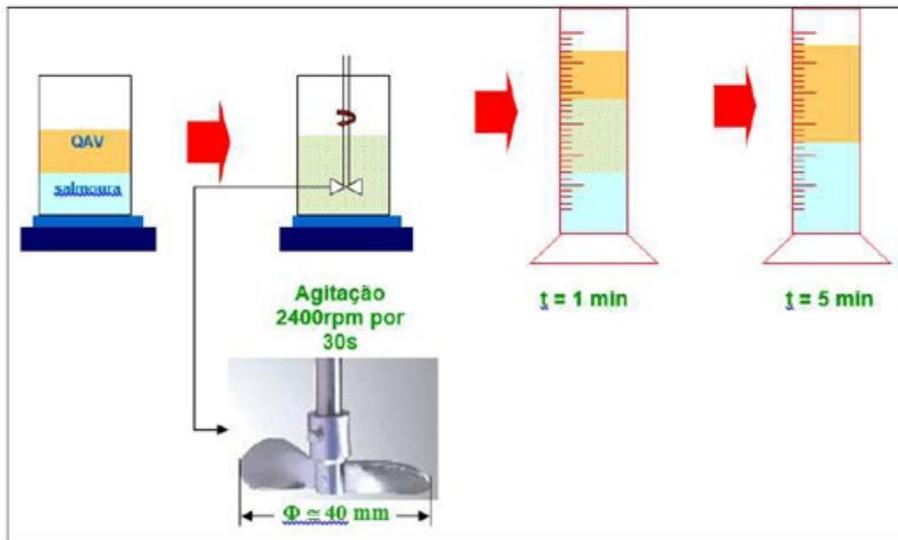


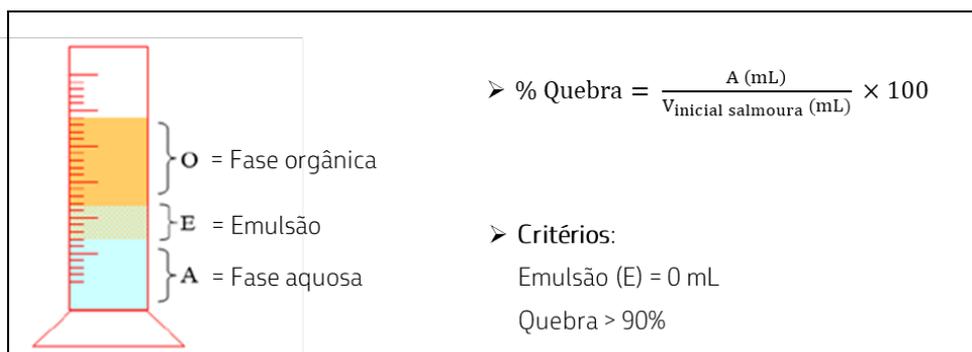
Figura 3 - Desenho esquemático do ensaio de avaliação da formação de emulsão do inibidor de corrosão.

O inibidor de corrosão testado deve apresentar pelo menos 90 % de quebra de emulsão (Figura 4), avaliado após 20 minutos depois de interrompida a agitação, sem formação de precipitados ou borras e sem presença de emulsão estável após os mesmos 20 minutos (E = 0, ver Figura 4).

Nota 1: A turvação de cada fase separadamente não deve ser considerada formação de emulsão, devendo ser essa característica atribuída à partição do produto.

Tabela VI - Representação dos resultados de avaliação da formação de emulsão com inibidor de corrosão.

AMOSTRA	Fase (Figura 4)	Tempo (min)			
		1	5	10	20
Branco	A				
	E				
	O				
	% quebra				
	observações				
Inibidor	A				
	E				
	O				
	% quebra				
	observações				


 Figura 4 - Representação do critério de avaliação do teste de emulsão: % Quebra = percentual de quebra da emulsão e $V_{\text{inicial salmoura}}$ = Volume inicial da fase aquosa.



4.2.4. Ensaio de estabilidade térmica

Preparar uma salmoura contendo a composição conforme indicado na Tabela IX, adequada ao cenário informado na oportunidade, e dosar 1.000 ppm de inibidor de corrosão. Colocar 100 mL desta solução em um recipiente conectado a um condensador vertical. Purgar a solução continuamente com CO₂ a uma taxa de aproximadamente 100 mL/min por 1 hora. Aquecer o recipiente, a 120 °C por 2 dias. Terminado esse período, resfriar à temperatura ambiente e diluir a solução com a mesma salmoura até que a concentração do inibidor seja de 100 ppm (diluir 10 vezes) e realizar o teste de avaliação da formação de espuma (conforme item 4.2.2), aplicando os mesmos critérios para aprovação do produto e apresentando os resultados conforme descrição do item. Além disso, não pode haver formação de borras ou resíduos.

4.2.5. Ensaio de corrosividade

A avaliação da corrosividade do produto puro deve ser realizada segundo a norma ASTM G31-21 nas condições apresentadas na Tabela VII.

Tabela VII – Condições de ensaio para o teste de corrosividade do inibidor de corrosão.

Condições do teste de corrosividade	
Material dos corpos-de-prova	Aço carbono de baixa resistência (ex. ASTM A36)
Temperatura	40 °C
Duração do teste	30 dias

Nota 2: A PETROBRAS, conforme cenário da oportunidade, poderá solicitar que outros materiais metálicos sejam testados.

Cada material deve ser testado pelo menos em triplicata, sendo que os corpos-de-prova devem estar totalmente imersos no produto e acondicionados em um recipiente inerte lacrado. Ao fim do ensaio, a taxa de corrosão deve ser determinada pela perda de massa do corpo-de-prova conforme a norma ASTM G31-21. Realizar o registro fotográfico dos corpos-de-prova antes e ao final do teste.

O produto inibidor de corrosão será considerado aprovado no ensaio de corrosividade com o material metálico quando:

- Taxa de corrosão medida por perda de massa inferior a 0,025 mm/ano;
- Ausência de corrosão na superfície dos corpos-de-prova.

Apresentar no relatório de testes as fotografias com comentários e observações ocorridas no ensaio.

4.3. Ensaio de eficiência

A depender da aplicação informada na oportunidade, devem ser realizados os testes de eficiência do inibidor de corrosão definidos na Tabela VIII, nas condições indicadas nas Tabela IX.

**ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA**Nº: **ET-3010.00-1260-010-PNG-062**REV. **T**CLIENTE: **E&P**FOLHA: **10 de 17**TÍTULO: **QUALIFICAÇÃO DE INIBIDOR DE CORROSÃO PARA
APLICAÇÃO EM SISTEMAS DE ÓLEO E GÁS**

GPP-E&P/EAEP/PMPQ/GIPQ

PÚBLICO

Tabela VIII – Testes de eficiência a serem realizados conforme a aplicação do inibidor de corrosão.

ENSAIOS DE EFICIÊNCIA	APLICAÇÃO					
	1	2	3	4	5	6
	Gasoduto bifásico	Gasoduto supercrítico	Gasoduto com alta velocidade	Gasoduto com corrosão de topo	Oleoduto	Multifásico
Bubble test	X				X	X
Carrossel rotatório		X				X
Jato impingimento			X			
Dedo frio				X		

Tabela IX – Condições dos testes de eficiência a serem realizados conforme a aplicação do inibidor de corrosão: composição do gás, temperatura e salinidade da água sintética.

APLICAÇÃO	Composição do gás			Temperatura [°C]	Salinidade em íons cloreto [mg/L]	Bicarbonato [mg/L]	BSW [%]
	Pressão parcial de CO ₂ [bar(a)]	Teor de H ₂ S [ppmv]	Pressão de CH ₄ [bar(a)]				
Gás bifásico (1)	1	30	-	40	1.000	-	30
Gás supercrítico (2)	5	-	100	40	1.000	-	100
Gasoduto com alta velocidade (3)	1	-	-	40	1.000	-	30
Gasoduto com corrosão de topo (4)	5	-	-	50	1.000	-	100
Oleoduto (5)	1	100	-	30	60.000	60	30
Multifásico (6) – Carrossel Rotatório	5	-	100	40	60.000	60	80
Multifásico (6) – Bubble test	1	100	-	40	60.000	60	50

As condições da aplicação 6 da Tabela VIII serão informadas na oportunidade específica do processo de contratação dessa especialidade.

A seguir são apresentados procedimentos de forma a orientar a realização dos ensaios de eficiência de inibidores de corrosão. Onde não estiverem definidos detalhes, tais como dimensionamento do aparato experimental e/ou de corpos-de-prova, é permitido que esses sejam selecionados pelo fornecedor, que deve informá-los em seu relatório.

4.3.1. Procedimento de teste para “bubble test” a 1 bar(a)

Nesse teste a eficiência do inibidor de corrosão deve ser avaliada em ensaio do tipo “bubble test” (Figura 5), em que a taxa de corrosão do aço carbono deve ser avaliada pelas técnicas de perda de massa e técnica eletroquímica de Resistência de Polarização Linear (RPL) conforme norma ASTM G96-90 (2018), medidas simultaneamente na mesma célula de teste. Para a avaliação da taxa de corrosão por RPL, o sistema deve ser composto por um eletrodo de trabalho em aço carbono baixa liga, um contra-eletrodo em Hastelloy®, e um eletrodo de referência também em Hastelloy®. Para a avaliação da taxa de corrosão por perda de massa, corpos-de-prova de aço carbono baixa liga devem ser testados em duplicata, e a taxa de corrosão determinada conforme a norma ASTM G31-21.

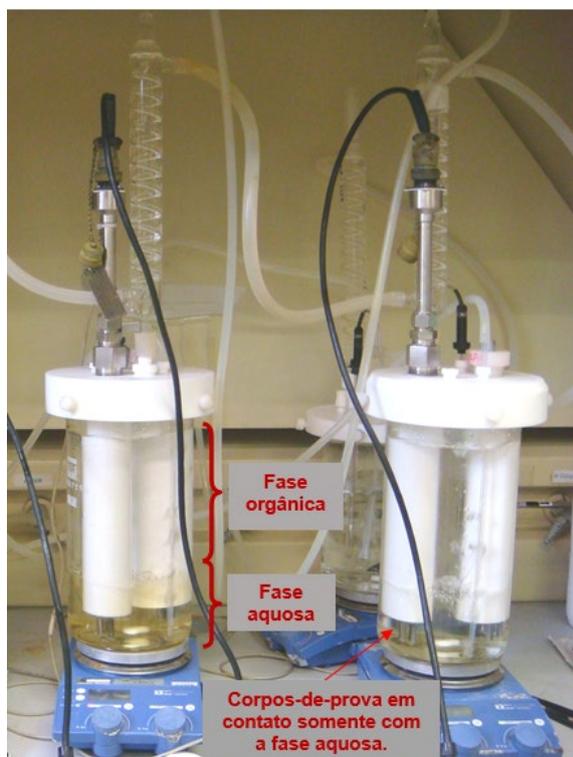


Figura 5 - Exemplo de montagem do ensaio tipo "bubble test".

O ensaio deve ser realizado à pressão atmosférica com borbulhamento contínuo do gás de teste. A composição do gás utilizado no ensaio deve ser tal, que reproduza a pressão parcial de CO_2 , H_2S conforme Tabela IX. O gás deve ser purgado continuamente até saturação da amostra. A fase líquida do ensaio deve ser composta de uma salmoura contendo a composição conforme indicado na Tabela IX, adequada ao cenário informado na oportunidade, e de uma fase orgânica (por exemplo: heptano, querosene de aviação etc.), na proporção entre as fases aquosa e orgânica (BSW) conforme indicada na Tabela IX. A célula de teste deve ser preenchida com as fases líquidas e purgadas continuamente com a fase gasosa, até que o sistema esteja totalmente saturado com o gás de teste.

Somente após a saturação do sistema os corpos-de-prova metálicos do teste eletroquímico de RPL devem ser instalados na célula de teste, evitando que entrem em contato com a fase orgânica (sugere-se a inserção dos corpos-de-prova via tubos de Teflon®, conforme demonstrado na Figura 5). Iniciar as medições de Resistência de Polarização (R_p) a cada 30 minutos, e mantê-las pelo período de 1 hora, quando então deve-se adicionar sobre a fase orgânica o inibidor de corrosão, na dosagem recomendada pelo fornecedor, instalando imediatamente em seguida os corpos-de-prova de perda de massa (sugere-se a inserção dos corpos-de-prova via tubos de Teflon®, conforme demonstrado na Figura 5). Manter as medidas de R_p a cada 30 minutos pelo período de 48 horas.

Repetir o teste sem a dosagem de inibidor de corrosão (branco).

4.3.2. Procedimento de teste de corrosão em carrossel rotatório

Esse teste deve ser feito para aplicações de escoamento de gás na condição supercrítica, e de escoamento multifásico de óleo, gás e água produzida.

A eficiência do inibidor de corrosão deve ser avaliada em ensaio do tipo “carrossel rotatório”, conforme descrito na norma ASTM G184-06. Vários corpos-de-prova retangulares são fixos em um suporte giratório (Figura 6 e Figura 7), que roda com velocidade controlada.

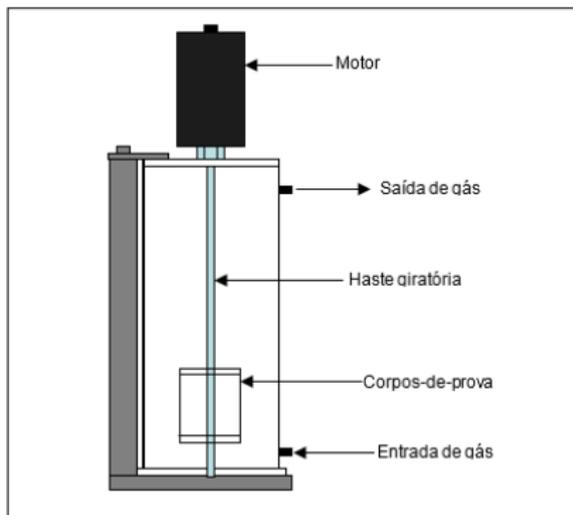


Figura 6 - Esquema simplificado do ensaio tipo “carrossel rotatório”.

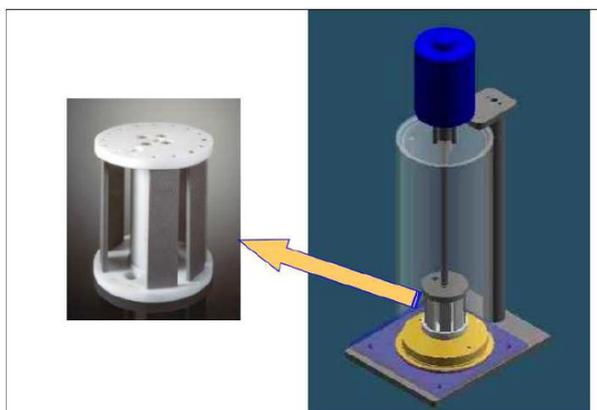


Figura 7 - Ilustrações de uma célula usada no ensaio de carrossel rotatório. Detalhe da fixação dos corpos-de-prova.

A taxa de corrosão do aço carbono baixa liga deve ser avaliada pela técnica de perda de massa, determinada conforme a norma ASTM G31-21. O ensaio deve ser realizado nas condições indicadas na Tabela IX ou na oportunidade, adequadas ao cenário informado, com borbulhamento contínuo do gás de teste, conforme informado na Tabela IX ou na oportunidade.

Nesse ensaio, todos os corpos-de-prova devem ser montados na autoclave vazia, que deve ser desaerada e purgada continuamente com o gás a ser utilizado no ensaio, antes de preenchê-la com o líquido.

A fase líquida do ensaio deve ser composta de uma salmoura contendo a composição conforme indicado na Tabela IX ou na oportunidade, adequada ao cenário informado, e de uma fase orgânica (por exemplo: heptano, querosene de aviação etc.), na proporção entre as fases aquosa e orgânica (BSW) conforme indicada na Tabela IX ou na oportunidade. Essas soluções devem ser misturadas e desaeradas com a mistura gasosa de teste em um recipiente (célula 1), na pressão atmosférica e temperatura ambiente. Após saturação da mistura de soluções com o gás, dosar o inibidor de corrosão na célula 1 e transferir o conteúdo da célula 1 para a autoclave, acondicionando-a na pressão parcial de CO₂, completando a

pressão com metano, e na temperatura de teste. Durante o teste o sistema deve mantido pressurizado, sem necessidade de purga contínua de gás. O teste deve ter duração de 48 h. Repetir o teste sem a dosagem de inibidor de corrosão (branco).

Os testes devem ser realizados na tensão de cisalhamento informada na Tabela X. No relatório de testes devem ser informadas as condições utilizadas no ensaio: diâmetro do carrossel, velocidade de rotação, distância entre os corpos de prova.

Tabela X - Tensão de cisalhamento dos testes no carrossel rotatório.

Aplicação	Tensão de Cisalhamento (Pa)
Gasoduto Supercrítico	30
Multifásico	100

4.3.3. Procedimento de teste de corrosão do tipo “dedo frio”

O teste de corrosão de topo deve ser realizado em autoclave do tipo “dedo-frio” (Figura 8 e Figura 9), simulando a condensação da fase líquida na fase gás. Esse sistema deve possuir um dispositivo de resfriamento externo na tampa, de modo que um corpo-de-prova de aço carbono baixa liga seja instalado na parte interna (corpo-de-prova de topo), com uma das faces em contato com a fase gasosa, e a face oposta seja resfriada pela troca de calor com um líquido frio, que circula pelo lado externo da autoclave.

A temperatura interna deve ser conforme estabelecido na Tabela IX e a temperatura de resfriamento aplicada no corpo-de-prova localizado no topo da autoclave deve ser de 25 °C. Nessa mesma autoclave deve-se conectar corpos-de-prova de perda de massa, que devem ser imersos na fase líquida (corpo-de-prova de fundo) para determinação da taxa de corrosão em solução.

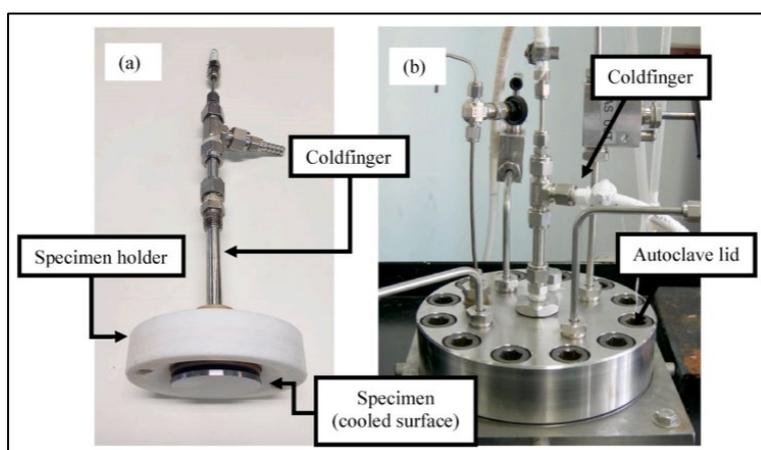


Figura 8 - Exemplo de corpo-de-prova de aço carbono instalado no “dedo frio”. (a) corpo de prova tipo “cold finger”. (b) Tampara da autoclave com conexões para teste. Fonte: Freitas, D.S., Gonçalves, I.L.M., Vaz, G.L., 2021. *The effect of ethanol added to the natural gas stream on the top of line corrosion: An approach on vapor phase condensation and carbonic acid generation yield*. *J. Nat. Gas Sci. Eng.* 96, 1-15. <https://doi.org/10.1016/j.jngse.2021.104297>.

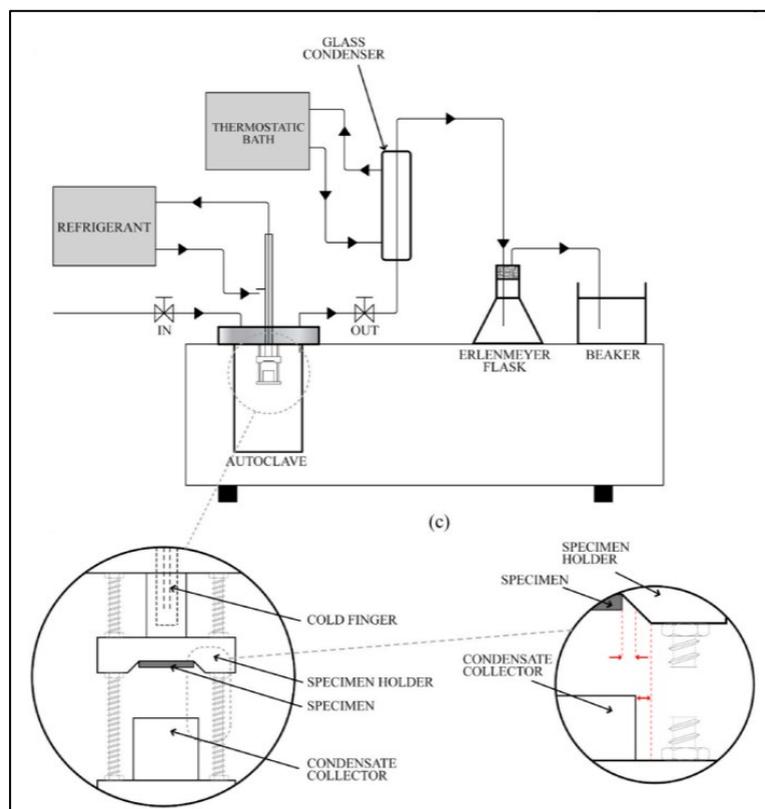


Figura 9 - Exemplo de montagem do teste de determinação da taxa de condensação. Fonte: Freitas, D.S., Gonçalves, I.L.M., Vaz, G.L., 2021. *The effect of ethanol added to the natural gas stream on the top of line corrosion: An approach on vapor phase condensation and carbonic acid generation yield.* **J. Nat. Gas Sci. Eng.** 96, 1-15. <https://doi.org/10.1016/j.jngse.2021.104297>.

Instalar os corpos-de-prova de topo e de fundo na autoclave vazia e fechar o sistema. A solução de teste deve ser desaerada separadamente em um recipiente, que deve ser conectado à autoclave. O inibidor de corrosão deve ser dosado na solução neste recipiente. Iniciar a desaeração dos vasos e das linhas de transferência purgando durante 15 minutos com nitrogênio gasoso e por 45 minutos de CO₂ conforme Tabela IX, mantendo-se a pressão do sistema a 1 bar. Pode-se usar um condensador na saída de gás da autoclave durante a desaeração (a saída do condensador deve ser ligada a um recipiente contendo a mesma solução da autoclave, para manter a pressão de vapor do sistema), para evitar a perda de fase líquida por arraste ou volatilização. Após desaeração do sistema, transferir a solução do recipiente para dentro da autoclave e iniciar a pressurização até a pressão de teste. Após pressurização da autoclave, ajustar a temperatura do banho e iniciar o teste após estabilização da temperatura do sistema no valor informado na Tabela IX por 48 h.

A taxa de corrosão dos corpos-de-prova deve ser determinada pela perda de massa dos corpos-de-prova conforme ASTM G1. O corpo-de-prova de topo deve ser inspecionado visualmente com microscópio ótico com aumento de 50x quanto à presença de corrosão localizada. Todos os ensaios devem ser realizados em duplicata.

Deve-se realizar um teste sem dosagem de inibidor de corrosão (branco). Reportar a taxa de corrosão dos corpos-de-prova inseridos na fase líquida apenas para fins comparativos.

É aceitável uso de metodologia diferente da descrita neste item, desde que represente uma situação de condensação de fluido no corpo-de-prova instalado no topo do dispositivo de teste, e desde que a taxa

de condensação seja entre 0,15 e 0,25 mL/m²/s. Nesse caso, a metodologia adotada deve ser detalhadamente descrita.

4.3.4. Procedimento de teste de corrosão do tipo “jato impingimento”

Esse teste deve ser realizado em autoclave com capacidade de direcionamento do fluxo em jato de alta velocidade, de modo que a tensão de cisalhamento seja de 200 Pa. O sistema deve ter capacidade para realização de medidas eletroquímicas de Resistência de Polarização Linear (RPL), devendo ser composto por um eletrodo de trabalho em aço carbono baixa liga, um contra-eletrodo em Hastelloy®, e um termopar.

O eletrodo de trabalho deve ser um corpo-de-prova plano no formato de disco, colocado dentro de um suporte de material isolante. Posicionar o corpo-de-prova no centro do fluxo de jato e a uma distância de aproximadamente 3,5 mm. A fase líquida do teste deve ser a salmoura conforme indicado na Tabela IX e hidrocarboneto (petróleo ou querosene) na proporção (BSW) indicada na Tabela IX. O sistema deve ser isolado para evitar perdas de calor (Figura 10).

Instalar os eletrodos na autoclave e purgar o ar do seu interior de CO₂ conforme Tabela IX. Preencher um vaso de transferência (ou desaerador) com a fase líquida, fechar e desaerar de CO₂ conforme Tabela IX até a saturação na pressão atmosférica. Transferir a solução desaerada do vaso de transferência para a autoclave, pressurizá-la e aquecê-la até a temperatura do teste (Tabela IX). Dosar o inibidor de corrosão com auxílio de uma micro-bomba dosadora. Os testes devem ser realizados na tensão de cisalhamento de 200 Pa. Iniciar as medidas de RPL 1 h após a transferência da solução e manter uma medida a cada 30 minutos por 48 h.

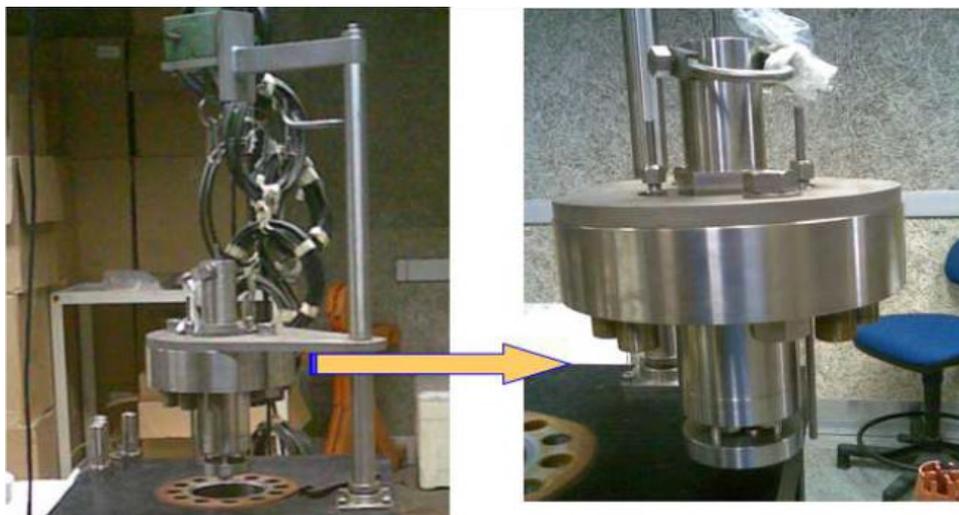


Figura 10 - Exemplo de aparato experimental para ensaio de jato impingimento.

Ao fim do ensaio, a taxa de corrosão deve ser determinada pela perda de massa do corpo-de-prova conforme a norma ASTM G31-21.

Deve-se realizar um teste sem dosagem de inibidor de corrosão (branco). Cada teste deve ser realizado em duplicata.



4.4. Cálculo da eficiência pela perda de massa e apresentação dos resultados

A eficiência do inibidor de corrosão deve ser calculada conforme equação 1, pelas taxas de corrosão médias determinadas com os cupons de perda de massa dos ensaios descritos no item 4.3.

$$E(\%) = \frac{(TC_s - TC_c)}{TC_s} \times 100 \quad \text{Eq. (1)}$$

Onde:

E(%) é a eficiência do inibidor de corrosão;

TC_s é a taxa de corrosão média determinada pela perda de massa do ensaio sem inibidor de corrosão (branco);

TC_c é a taxa de corrosão média determinada pela perda de massa do ensaio com inibidor de corrosão.

Os resultados devem ser apresentados conforme a Tabela XI (valores de massa inicial corpo de prova (CP), massa final, área exposta do CP, tempo total de imersão do CP, taxas de corrosão e eficiência) e Tabela XII (aspecto visual dos corpos de prova).

Tabela XI - Análise dos resultados de perda de massa do produto (inserir nome comercial) para o cenário (inserir número do cenário). CP = corpo-de-prova.

Ensaio	CP	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Perda de massa (g)	Tempo (h)	Área Exposta do CP (cm ²)	Taxa Corrosão (mm/ano)	Taxa Corrosão Média (mm/ano)	Eficiência (%)
Branco	1								
	2								
Nome comercial do produto (informar dosagem em ppm)	1								
	2								

Tabela XII - Aspecto visual dos corpos-de-prova (CPs) após o ensaio de perda de massa do produto (inserir nome comercial) para o cenário (inserir cenário).

Ensaio	CP	Aspecto visual do CP após ensaio
Branco	1	Foto da superfície do corpo-de-prova com aumento entre 10 e 50 vezes
	2	Foto da superfície do corpo-de-prova com aumento entre 10 e 50 vezes
Nome comercial do produto (informar dosagem em ppm)	1	Foto da superfície do corpo-de-prova com aumento entre 10 e 50 vezes
	2	Foto da superfície do corpo-de-prova com aumento entre 10 e 50 vezes



4.5. Análise e apresentação dos resultados de taxa de corrosão por RPL

Deve-se apresentar o gráfico da taxa de corrosão medida eletroquimicamente por Resistência de Polarização Linear (RPL) em relação ao tempo de teste, sinalizando o momento da injeção do inibidor de corrosão, conforme demonstrado no exemplo da Figura 11.

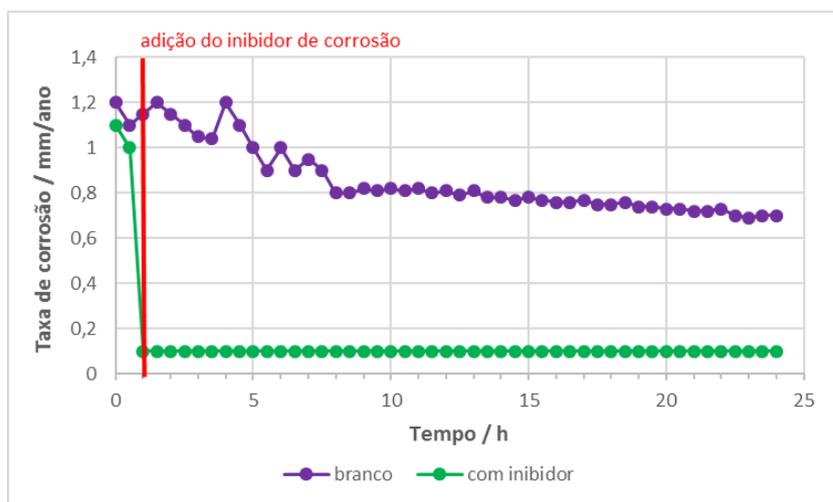


Figura 11 - Exemplo de apresentação de resultados de taxa de corrosão determinada por RPL em meio com inibidor de corrosão e sem inibidor de corrosão (branco).

4.6. Critério de aceitação dos testes de eficiência

Os critérios de aceitação para as aplicações de 1 a 6 definidos na Tabela VIII estão descritos na Tabela XIII. O produto será considerado aprovado para uso em campo se atender os requisitos definidos para o respectivo cenário de qualificação.

Tabela XIII - Critérios de aceitação dos testes de eficiência de inibidor de corrosão.

Critérios de aceitação do teste de eficiência	APLICAÇÃO					
	1	2	3	4	5	6
	Gasoduto bifásico	Gasoduto supercrítico	Gasoduto com alta velocidade	Gasoduto com corrosão de topo	Oleoduto	Multifásico
Eficiência da inibição pela perda de massa (%)	> 90	> 90	> 90	> 90	> 90	> 90 *
Tempo para redução de 90 % da taxa de corrosão medida por RPL (h)	< 1	NA	< 1	NA	< 1	< 1 **
Taxa de corrosão média medida por RPL (mm/ano) ***	≤ 0,1	NA	NA	NA	≤ 0,1	NA
Dosagem máxima do produto (ppm)	200	200	200	250	50	150

NA = não aplicável;

* Para os testes de "bubble test" e Carrossel Rotatório;

** Apenas para o teste de "bubble test";

*** Taxa calculada pela média da taxa de corrosão do teste com inibidor de corrosão considerando o período inicial a medida obtida após 1 hora da injeção do produto até o tempo final de ensaio.