

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Numéro de publication:

**0 277 065
B1**

(12)

FASCICULE DE BREVET EUROPEEN

(45)

Date de publication du fascicule du brevet:
25.07.90

(51)

Int. Cl.⁵: **C22C 38/38**

(21)

Numéro de dépôt: **88400112.4**

(22)

Date de dépôt: **19.01.88**

(54)

Acier amagnétique au manganèse et au chrome et élément tubulaire d'une colonne de forage réalisé en acier.

(30)

Priorité: **23.01.87 FR 8700810**

(43)

Date de publication de la demande:
03.08.88 Bulletin 88/31

(45)

Mention de la délivrance du brevet:
25.07.90 Bulletin 90/30

(84)

Etats contractants désignés:
AT DE ES FR GB IT SE

(56)

Documents cités:
**EP-A- 0 111 834
DE-C- 728 159
FR-A- 1 259 186
FR-A- 1 336 555**

(73)

Titulaire: **S.M.F. INTERNATIONAL, 7 rue des
Frères-Lumière, F-58200 Cosne-sur-Loire(FR)**

(72)

Inventeur: **Houvion, Jean-Paul, 46 rue Gambetta,
58200 Cosnes-sur-Loire(FR)**

(74)

Mandataire: **Bouget, Lucien et al, Cabinet
Lavoix 2, Place d'Estienne d'Orves, F-75441 Paris
Cédex 09(FR)**

EP 0 277 065 B1

Il est rappelé que: Dans un délai de neuf mois à compter de la date de publication de la mention de la délivrance du brevet européen toute personne peut faire opposition au brevet européen délivré, auprès de l'Office européen des brevets. L'opposition doit être formée par écrit et motivée. Elle n'est réputée formée qu'après paiement de la taxe d'opposition (Art. 99(1) Convention sur le brevet européen).

Description

L'invention concerne un acier amagnétique au manganèse et au chrome, résistant à la corrosion sous contrainte en milieu chloruré et un élément tubulaire d'une colonne de forage réalisé avec cet acier.

5 On connaît des éléments tubulaires d'une colonne de forage, tels que des drill-collars, des stabilisateurs ou d'autres équipements de mesure ou de commande qui sont réalisés en acier amagnétique. Ces éléments doivent d'autre part résister à la corrosion sous contrainte dans les boues de forage qui renferment de fortes proportions de chlorure.

10 On utilise assez couramment, pour des applications dans le domaine du forage pétrolier, des aciers amagnétiques au nickel-chrome ou au chrome-nickel-manganèse. Cependant, les éléments réalisés en ces aciers qui sont sollicités d'une part en fatigue et d'autre part en corrosion par les boues de forage ne présentent pas une résistance suffisante à la corrosion sous contrainte, si bien que des ruptures de ces pièces interviennent, après une utilisation de plus ou moins longue durée dans le puits. Ces ruptures entraînent des arrêts d'exploitation et nécessitent des réparations extrêmement coûteuses.

15 L'exploitation de matériels de mesure et de commande dans la colonne de forage nécessite d'autre part l'utilisation d'aciers amagnétiques dont la perméabilité ne doit pas excéder 1,005 pour les éléments tubulaires supportant ces matériels. Les aciers utilisés pour la réalisation des éléments de la colonne de forage mentionnés ci-dessus doivent donc présenter une structure austénitique.

20 Lorsque de tels aciers austénitiques sont soumis à la corrosion sous tension, c'est-à-dire à des contraintes dans un milieu corrosif tel que la boue de forage fortement chargée en chlorure, leur résistance à cette forme de corrosion est principalement obtenue par le fait que ces aciers développent à leur surface une couche de passivation dont la composition résulte de l'interaction du milieu corrosif avec la surface de l'élément en acier dont la composition est choisie pour qu'on puisse obtenir une couche passive satisfaisante. Cependant, les microdéformations provoquées dans l'élément en acier par des contraintes mécaniques même relativement faibles, se traduisent par des glissements qui débouchent à la surface et entraînent une rupture mécanique de la couche passive, si bien qu'il apparaît des zones de la surface où le métal est mis à nu. La région ainsi dépassivée devient active et présente un potentiel anodique vis-à-vis du reste de la surface qui est restée passive.

30 A la suite de cette dépassivation localisée, trois cas peuvent se présenter, en fonction de la nature du matériau constituant l'élément soumis à la corrosion sous contrainte.

Si la vitesse de repassivation du matériau est très lente et en particulier beaucoup plus lente que la vitesse de dissolution anodique, la marche de glissement ayant fait apparaître une zone dépassivée est le point de départ d'une corrosion qui s'étend rapidement, de proche en proche, à toute la surface. La corrosion n'est donc plus localisée et le matériau est soumis à une corrosion généralisée.

35 Si la vitesse de repassivation du métal mis à nu est très rapide, et en particulier supérieure à la vitesse de dissolution anodique active, la couche passive se reforme immédiatement et aucune fissuration ne peut se produire. Cependant, une vitesse de repassivation suffisante ne peut être obtenue qu'en utilisant des alliages à très fortes teneurs en nickel, au moins égales à 35 %. De tels alliages sont insensibles à la corrosion sous contrainte, dans la plupart des milieux corrosifs habituels mais ne peuvent être utilisés de façon courante, pour des éléments d'une colonne de forage dont les dimensions sont généralement importantes, à cause de leur prix de revient trop élevé.

40 Enfin, si la vitesse de dissolution anodique et la vitesse de repassivation du matériau sont analogues, la zone dépassivée reste localisée et se trouve ainsi stabilisée. La fissure qui a pris naissance dans cette zone peut cependant se propager et conduire à une rupture. Les aciers amagnétiques au nickel-chrome et au chrome-nickel-manganèse utilisés pour la réalisation des éléments d'une colonne de forage sont généralement détruits suivant ce processus.

45 En particulier, on utilise couramment, pour certains éléments d'une colonne de forage, un acier au chrome-nickel-manganèse dont la composition est la suivante (en masse %) : carbone < 0,07, manganèse ≈ 18, chrome ≈ 12, nickel ≈ 2, molybdène ≈ 0,5, azote ≈ 0,3, silicium ≈ 0,6, soufre < 0,005, phosphore < 0,035. La structure d'un tel acier est austénitique et ses caractéristiques mécaniques minimales obtenues après écrouissage à chaud aux environs de 700° sont les suivantes :

- limite élastique = 730 N/mm²,
- résistance à la rupture = 880 N/mm²,
- allongement à la rupture : 23%,
- 55 - Striction à la rupture = 50%
- KCV = 50 J.

60 Les éléments de colonnes de forage réalisés en cet acier, dont le comportement à la corrosion sous contrainte s'apparente au troisième type décrit ci-dessus, ont tendance à subir une fissuration pouvant aller jusqu'à la rupture complète, sous l'effet de la corrosion sous contrainte dans les conditions qui sont celles du forage en milieu chloruré.

Le but de l'invention est donc de proposer un acier amagnétique au manganèse et au chrome résistant à la corrosion sous contrainte en milieu chloruré qui permette de réaliser des éléments tubulaires pour colonnes de forage dont la susceptibilité à la fissuration et à la rupture soit nettement limitée.

Dans ce but, l'acier suivant l'invention comporte (en masse) :

65 - au plus 0,06% de carbone, de 19 à 26% de manganèse, de 7 à 13% de chrome, environ 0,3% d'azote et

0,6% de silicium et des teneurs résiduelles en nickel et molybdène, inférieures à 0,2% en ce qui concerne le nickel et à 0,1% en ce qui concerne le molybdène, le reste, à l'exception des impuretés inévitables, étant constitué par du fer.

L'invention concerne également un élément tubulaire d'une colonne de forage réalisé en un acier suivant l'invention.

Afin de bien faire comprendre l'invention, on va maintenant décrire, à titre d'exemples non limitatifs, deux types d'alliages suivant l'invention ainsi que les essais réalisés sur des échantillons en ces aciers et un mode d'élaboration d'éléments pour colonne de forage réalisés en acier suivant l'invention.

La figure unique est un diagramme donnant la contrainte à la rupture en milieu chloruré d'aciers suivant l'invention et de l'acier suivant l'art antérieur.

Exemple 1 :

On a élaboré un acier dont la composition est la suivante (en masse %) :

carbone < 0,06, manganèse = 19,20, chrome = 12, azote = 0,3, silicium = 0,6, soufre < 0,005, phosphore < 0,035 nickel < 0,2, molybdène < 0,1, le solde pour arriver à 100 % étant constitué, à l'exception d'impuretés inévitables, par du fer.

La structure d'un tel acier est austénitique et ses caractéristiques mécaniques après écrouissage à chaud aux environs de 700°C sont équivalentes à celles de l'acier suivant l'art antérieur décrit ci-dessus.

La perméabilité magnétique de l'acier, inférieure à 1005, satisfait d'autre part les exigences en ce qui concerne son utilisation pour des supports de dispositifs de mesure et de commande pour colonnes de forage.

L'acier suivant l'invention, de manière tout-à-fait surprenante, présente une très bonne tenue à la corrosion sous contrainte, ainsi qu'il sera montré plus loin, bien qu'il ne renferme pas d'éléments passivants tels que le nickel et le molybdène, en des teneurs significatives.

Jusqu'ici, pour augmenter la tenue à la corrosion sous contrainte de tels aciers amagnétiques au manganèse et au chrome, on cherchait à augmenter la teneur en éléments passivants tels que le nickel, le molybdène et le chrome, dans des limites permises en fonction d'un prix de vente acceptable de l'acier.

Dans le cas de l'acier suivant l'invention, les éléments passivants nickel et molybdène ont été complètement supprimés, et l'élément passivant chrome a été maintenu à une valeur proche de sa valeur habituelle.

Exemple 2 :

On a élaboré un second acier dont la composition est la suivante (en masse %) :

carbone < 0,06, manganèse = 25, chrome = 8, azote = 0,3, silicium = 0,70, soufre < 0,005, phosphore < 0,035.

Comme dans l'acier de l'exemple 1, le nickel et le molybdène sont maintenus à l'état d'éléments résiduels.

Dans le cas de cet acier selon l'exemple 2, non seulement les éléments passivants nickel et molybdène ont été supprimés mais encore le chrome a été abaissé à une teneur très inférieure à la teneur habituelle.

Pour obtenir une structure satisfaisante et donc des propriétés magnétiques convenables de l'acier, il est nécessaire de respecter certaines relations entre ces principaux éléments d'alliage.

Dans le cas des aciers suivant l'invention, les teneurs en carbone, azote, silicium, manganèse et chrome (en masse %) doivent satisfaire les relations suivants :

$A = 497 - 462 (C + N) - 9,2 Si - 8,1 Mn - 13,7 Cr$, avec $A < 15$.

Essais de corrosion

On a effectué des essais de corrosion sous contrainte sur des éprouvettes en acier suivant l'art antérieur dont la composition est donnée ci-dessus, en acier suivant l'exemple 1 et en acier suivant l'exemple 2 de l'invention.

Les essais de corrosion ont été réalisés dans une solution dont la composition se rapproche de celle de la boue de forage la plus corrosive rencontrée et utilisée en forage.

Les teneurs en chlorure d'une telle boue de forage sont les suivantes :

MgCl₂ 310 g/l

NaCl 110 g/l.

turée en oxygène par bullage d'air pour ne pas bloquer le processus cathodique.

On a réalisé trois types d'essais.

- 1^o/ des essais à charge constante.
- 2^o/ des essais en traction lente.
- 3^o/ des essais de fatigue corrosion.

1°/ Essais à charge constante :

Pour chacune des nuances d'acier faisant l'objet des essais, on prépare une éprouvette de traction conforme à la norme NACE TM 01-77 et on immerge cette éprouvette dans la solution corrosive maintenue à 110°C. On applique successivement à ces éprouvettes une charge correspondant à 90, 75 et 50% de la limite élastique et on note le temps de rupture dans ces conditions. Les résultats de l'essai sont présentés dans le tableau I ci-dessous.

Tableau I

	Charge	Nuance selon l'art antérieur	Nuance Ex. 1	Nuance Ex. 2
Temps de rupture	50%	10 H	> 1000 H	> 1000 H
	75%	6 H	> 100 H	> 1000 H
	90%	1 H	500 H	> 1000 H

Il apparaît donc que les nuances d'acier suivant l'invention présentent de façon tout-à-fait inattendue une résistance à la corrosion sous contrainte très supérieure à celle de la nuance selon l'art antérieur.

De manière encore plus inattendue, la nuance correspondant à l'exemple 2 à faible chrome présente les meilleures caractéristiques de résistance à la corrosion.

2°/ Essais en traction lente :

La vitesse de déformation lors de l'essai est maintenue à une valeur égale à : $1 \times 10^{-7} \Delta L/L \text{ sec}^{-1}$,

avec $\Delta L/L$ = allongement relatif de l'éprouvette lors de l'essai.

Les résultats des essais pour la nuance selon l'art antérieur et pour les nuances selon l'invention des exemples 1 et 2 sont donnés sur la Figure annexée, sous forme d'un histogramme représentant, de façon comparative, les contraintes à la rupture en traction lente des éprouvettes.

On voit que les nuances suivant l'invention présentent des caractéristiques de tenue comparables, dans les conditions de l'essai, ces caractéristiques étant très supérieures à celles de la nuance selon l'art antérieur.

De plus, l'essai permet de déterminer de façon quantitative l'action de la corrosion sous contrainte, par comparaison de la résistance à la traction dans le milieu corrosif et dans l'air, cette résistance dans l'air étant obtenue par l'essai de traction habituel.

La résistance à la traction dans le milieu corrosif peut être considérée comme un paramètre tout-à-fait représentatif de la résistance à la corrosion.

3°/ Essai de fatigue corrosion :

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à une flexion rotative dans la solution de chlorure mentionnée ci-dessus. La vitesse de rotation est de 120 tours par minute. Dans une première série d'essais, on applique une charge égale à 75% de la limite élastique du matériau et, dans une deuxième série d'essais, une charge égale à 50% de cette limite élastique. On note à chaque fois le nombre de cycles à la rupture.

Les résultats d'essais, pour chacune des séries de mesure et pour la nuance selon l'art antérieur et les deux nuances suivant l'invention sont donnés aux tableaux II et III, respectivement.

Tableau II

Acier	Nombre de cycles
Nuance selon l'art antérieur	76 000
Nuance n° 1 selon l'invention	250 000
Nuance n° 2 selon l'invention	375 000

Tableau III

Acier	Nombre de cycles
Nuance selon l'art antérieur	21 000
Nuance n° 1 selon l'invention	30 000
Nuance n° 2 selon l'invention	31 000

Les essais montrent que les nuances suivant l'invention ont une tenue très supérieure à la nuance selon l'art antérieur, pour une sollicitation en fatigue corrosion, dans un milieu chloruré.

Les essais montrent également que la seconde nuance suivant l'invention, à faible chrome, présente des caractéristiques un peu supérieures à celles de la première nuance à plus fort chrome, lors des essais en fatigue corrosion.

40/ Traitement et mise en forme de pièces tubulaires pour colonne de forage.

Les deux nuances selon l'invention ont été utilisées pour l'élaboration de pièces tubulaires pour colonnes de forage et en particulier pour la fabrication de drill-collars. Ces pièces tubulaires ont une grande longueur (9 à 10 mètres) et présentent des filetages de raccordement à chacune de leurs extrémités.

Des caractéristiques mécaniques des aciers selon l'invention au moins équivalentes aux caractéristiques mécaniques des aciers selon l'art antérieur sont obtenues par écrouissage à chaud à une température comprise entre 700 et 800°C, avec un taux d'écrouissage de 20 à 30%. La température de forgeage des produits tubulaires est choisie de façon à se situer, par rapport à la courbe de précipitation dans l'acier, dans une zone correspondant au "nez de précipitation".

On évite ainsi une précipitation grossière de carbonitrides aux joints de grains qui pourrait entraîner un mécanisme de fissuration intergranulaire.

Au cours des essais, dans des boues de forage dont le pH est compris entre 6 et 8, on n'a pas observé ce type de fissuration. En outre, les boues de forage sont généralement à des pH compris entre 10 et 12.

Les conditions du forgeage des pièces tubulaires telles qu'elles ont été définies plus haut correspondent à une température de forgeage de 680 à 650°C.

Il s'est avéré impossible de maintenir la température du produit à 680°C pendant toute opération de forgeage et de maintenir cette température constante sur toute la longueur du produit.

On a donc mis au point une technique originale de forgeage pour les pièces tubulaires de grandes longueurs en acier selon l'invention. Cette technique consiste à forger tout d'abord le milieu de la barre à une température correspondant à un point situé au-dessus de la zone de précipitation ; cette température est supérieure à 830°C. On définit le taux d'écrouissage pour obtenir à cette température de forgeage les caractéristiques mécaniques requises, puis on finit de forger la barre à ses extrémités (sur une longueur d'environ 1,5 mètre) à une température correspondant à un point situé en-dessous de la zone de précipitation.

L'opération de forgeage est donc réglée en fonction de la courbe de refroidissement à l'air ambiant de l'acier, pour éviter de forger dans la zone critique de précipitation.

On obtient ainsi un élément tubulaire de grande longueur pour colonne de forage présentant des caractéristiques mécaniques satisfaisantes, une bonne résistance à la fissuration intergranulaire et, de manière générale, une très bonne résistance à la corrosion dans les boues de forage chlorurées.

L'invention ne se limite pas aux deux nuances qui ont été décrites ci-dessus et, en particulier, les teneurs en manganèse et en chrome de l'acier suivant l'invention peuvent être différentes des teneurs mentionnées ci-dessus. Toutefois, pour obtenir des propriétés satisfaisantes de l'acier, la teneur en manganèse doit être supérieure ou égale à 19 % et inférieure ou égale à 26 % ; de même, la teneur en chrome doit être supérieure ou égale à 7 % et inférieure ou égale à 13 %. Pour les teneurs en chrome se situant vers la limite inférieure du domaine de composition, la corrosion localisée, par exemple sous l'effet de sollicitations alternées, n'apparaît plus et seule la corrosion généralisée de l'acier peut être observée.

Revendications

1.- Acier amagnétique au manganèse et au chrome résistant à la corrosion sous contrainte en milieu chloruré caractérisé par le fait qu'il comporte (en masse), au plus 0,06 % de carbone, de 19 à 26 % de manganèse, de 7 à 13 % de chrome, environ 0,3 % d'azote et 0,6 % de silicium et des teneurs résiduelles en nickel et molybdène inférieures à 0,2 et 0,1 % respectivement, le reste, à l'exception des impuretés inévitables, étant constitué par du fer.

2.- Acier amagnétique suivant la revendication 1 caractérisé par le fait qu'il renferme (en masse) à peu près 19,2 % de manganèse et 12 % de chrome.

3.- Acier amagnétique suivant la revendication 1 caractérisé par le fait qu'il renferme (en masse) à peu près 25 % de manganèse et 8 % de chrome.

4.- Acier amagnétique suivant l'une quelconque des revendications 2 et 3 caractérisé par le fait qu'il renferme moins de 0,005 % de soufre et 0,035 % de phosphore.

5.- Acier amagnétique suivant la revendication 1 caractérisé par le fait que ses teneurs en carbone C, en azote N, en silicium Si, en manganèse Mn et en chrome Cr sont telles qu'elles respectent la relation suivante :

497 - 462 (C + N) - 9,2 Si - 8,1 Mn - 13,7 Cr < 15.

6.- Élément tubulaire pour colonne de forage caractérisé par le fait qu'il est réalisé en un acier com-

portant (en masse), au plus 0,06% de carbone, de 19 à 26% de manganèse, de 7 à 13% de chrome, environ 0,3% d'azote et 0,6% de silicium et des teneurs résiduelles en nickel et molybdène inférieures à 0,2% et 0,1% respectivement,

le reste, à l'exception des impuretés inévitables, étant constitué par du fer.

- 5 7.- Élément tubulaire suivant la revendication 6, d'une grande longueur, de l'ordre de 10 mètres, caractérisé par le fait qu'il est obtenu par une opération de forgeage d'une barre consistant à forger, dans un premier temps, la partie centrale de la barre à une température située au-dessus de la zone de précipitation dans l'acier et, dans un deuxième temps, à forger les extrémités de la barre, à une température située en-dessous de la zone de précipitation dans l'acier.

10

Patentansprüche

1. Amagnetischer Mangan-Chrom-Stahl, der gegen Korrosion unter Belastung einer chlorhaltigen Umgebung beständig ist, dadurch gekennzeichnet, daß er (in Gew.-%) höchstens 0,06% Kohlenstoff, 19 bis 26% Mangan, 7 bis 13% Chrom, etwa 0,3% Stickstoff, 0,6% Silicium und Restgehalte an Nickel und Molybdän von jeweils weniger als 0,2 und 0,1% enthält, wobei der Rest mit Ausnahme von unvermeidlichen Verunreinigungen aus Eisen besteht.

2. Amagnetischer Stahl gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er (in Gew.-%) etwa 19,2% Mangan und 12% Chrom enthält.

- 20 3. Amagnetischer Stahl gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß er (in Gew.-%) etwa 25% Mangan und 8% Chrom enthält.

4. Amagnetischer Stahl gemäß irgendeinem der Ansprüche 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß er wenigstens 0,005% Schwefel und 0,035% Phosphor enthält.

- 25 5. Amagnetischer Stahl gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß seine Gehalte an Kohlenstoff C, Stickstoff N, Silicium Si, Mangan Mn und Chrom Cr denen des folgenden Verhältnisses entsprechen:

$497-462(C+N) - 9,2 Si - 8,1 Mn - 13,7 Cr < 15$.

6. Röhrenförmiges Element eines Bohrturms, dadurch gekennzeichnet, daß es hergestellt wird aus einem Stahl, enthaltend (in Gew.-%) höchstens 0,06% Kohlenstoff, 19 bis 26% Mangan, 7 bis 13% Chrom, etwa 0,3% Stickstoff, 0,6% Silicium und Restgehalte an Nickel und Molybdän von jeweils weniger als 0,2% und 0,1%, wobei der Rest mit Ausnahme von unvermeidlichen Verunreinigungen aus Eisen besteht.

7. Röhrenförmiges Element gemäß Anspruch 6 mit einer großen Länge in der Größenordnung von 10 m, dadurch gekennzeichnet, daß es durch Schmieden einer Stange erhalten wird, das in einer ersten Stufe aus Schmieden des zentralen Teils der Stange bei einer Temperatur, die oberhalb des Bereichs der Ausscheidung innerhalb des Stahls liegt, und in einer zweiten Stufe aus Schmieden der Enden der Stange bei einer Temperatur, die unterhalb des Bereichs der Ausscheidung innerhalb des Stahls liegt, besteht.

Claims

- 40 1. A non-magnetic manganese and chromium steel resistant to corrosion under stress in a chlorinated medium, characterized in that it comprises by weight at the most 0.06% carbon, 19-26% manganese, 7-13% chromium, about 0.3% nitrogen and 0.6% silicon and residual nickel and molybdenum contents lower than 0.2% and 0.1% respectively, the remainder being formed by iron, apart from the unavoidable impurities.

- 45 2. A non-magnetic steel according to claim 1, characterized in that it contains by weight almost 19.2% manganese and 12% chromium.

3. A non-magnetic steel according to claim 1, characterized in that it contains by weight almost 25% manganese and 8% chromium.

- 50 4. A non-magnetic steel according to one of claims 2 and 3, characterized in that it contains less than 0.005% sulphur and 0.035% phosphorus.

5. A non-magnetic steel according to claim 1, characterized in that its carbon (C), nitrogen (N), silicon (Si), manganese (Mn) and chromium (Cr) contents are such as to respect the following relation:
 $497 - 462(C+N) - 9.2 Si - 8.1 Mn - 13.7 Cr < 15$.

- 55 6. A tubular element for a drilling column, characterized in that it is made from a steel comprising by weight at the most 0.06% carbon, 19-26% manganese, 7-13% chromium, about 0.3% nitrogen and 0.6% silicon and residual nickel and molybdenum contents lower than 0.2% and 0.1% respectively, the remainder being formed by iron, apart from the unavoidable impurities.

7. A very long tubular element according to claim 6, of the order of 10 metres, characterized in that it is obtained by a bar forging operation consisting in forging in a first stage the central portion of the bar at a temperature above the zone of precipitation in the steel, and in forging in a second stage the ends of the bar at a temperature below the zone of precipitation in the steel.

65

