



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(21) Numéro de dépôt: **92401946.6**

(51) Int. Cl.⁵: **C22C 38/38**, **C22C 38/00**,
E21B 17/16

(22) Date de dépôt: **07.07.92**

(43) Date de publication de la demande:
12.01.94 Bulletin 94/02

(84) Etats contractants désignés:
AT DE GB

(71) Demandeur: **Aubert & Duval Société anonyme**
dite:
41, rue de Villiers
F-92200 Neuilly-Sur-Seine(FR)

(72) Inventeur: **Bourrat, Jean**
Rue Les Teaux
F-63780 St-Georges-de-Mons(FR)

(74) Mandataire: **Rodhain, Claude et al**
Cabinet Claude Rodhain
30, rue la Boétie
F-75008 Paris (FR)

(54) **Acier inoxydable amagnétique à haute teneur en manganèse et chrome, résistant à la corrosion sous contrainte et utilisable pour matériels de forage, ainsi que le procédé de fabrication de barres en cet acier.**

(57) Cet acier est un acier à structure austénitique caractérisé par les proportions massiques respectives des éléments suivants :

carbone	≤ 0,025 %, de préférence ≤ 0,020 %,
manganèse	15 à 25 %,
chrome	10 à 15 %,
nickel	< 0,25 %,
molybdène	1,0 à 1,3 %,
azote	0,30 à 0,50 %,
silicium	< 1,0 %.

Le procédé de fabrication comporte les étapes suivantes : élaboration d'un lingot de départ en un acier comme ci-dessus ; premier chauffage homogène, à une température supérieure à la température de recristallisation de l'acier; ébauchage de la barre par étirage à chaud du lingot ; premier refroidissement jusqu'à température ambiante ; second chauffage homogène ; mise en forme de la barre par forgeage et dressage à la presse ; second refroidissement jusqu'à température ambiante ; et enfin usinage final.

On peut de cette manière réaliser une barre d'acier amagnétique écroui de longueur supérieure à 2,5 m présentant, sur toute sa longueur et de façon homogène, une limite élastique, en direction longitudinale, au moins égale à 760 MPa pour les produits finis de diamètres compris entre 79 et 175 mm et à 690 MPa pour les produits finis de diamètres compris entre 178 et 254 mm, et une insensibilité à la corrosion intergranulaire et à la corrosion sous contrainte.

La présente invention concerne les aciers inoxydables amagnétiques à hautes caractéristiques de résistance mécanique, ainsi que les pièces réalisées en ces aciers et leurs procédés de fabrication.

L'invention s'applique typiquement à la réalisation de pièces pour l'industrie pétrolière de forage, notamment pour les forages en mer (*off-shore*), telles que les « masses-tiges » (*drill-collars*), qui sont des pièces mécaniques amagnétiques disposées en tête du train de forage permettant le guidage de l'ensemble de la colonne, cette dernière étant constituée, pour le reste, par des éléments en acier conventionnel ferromagnétique.

Ces pièces doivent présenter à la fois des caractéristiques d'amagnétisme, de haute résistance mécanique et de haute résistance à la corrosion.

En premier lieu, la perméabilité magnétique de ces pièces doit être la plus faible possible, dans tous les cas inférieure à 1,01 et généralement inférieure à 1,005. Cette propriété physique essentielle permet de guider le train de tiges dans sa progression non rectiligne dans le milieu à forer, en combinant la composante du champ magnétique créé par un aimant logé dans la masse-tige avec celle du champ magnétique terrestre. Cette propriété d'amagnétisme est également requise pour d'autres pièces que les masses-tiges, notamment les « stabilisateurs » ou divers autres équipements de mesure ou de commande moins critiques sur le plan mécanique, mais devant néanmoins être réalisés en acier amagnétique.

La seconde exigence est l'aptitude à résister aux sollicitations auxquelles ces pièces sont soumises pendant le travail, que ces sollicitations soient en flexion, en traction ou en torsion. A cet égard, des minima imposés (*SPEC 7* du 28 mai 1984) ont été établis par l'API (*American Petroleum Institute*), prévoyant notamment, en direction longitudinale, une limite d'élasticité $E_{p\ 0,2}$ en traction d'au moins 760 MPa pour les diamètres compris entre 79 mm (3 1/8") et 175,0 mm (6 7/8") et d'au moins 690 MPa pour les diamètres compris entre 178 mm (7") et 254 mm (10").

En troisième lieu, et c'est ici que réside la difficulté la plus sérieuse, il est indispensable que les pièces réalisées offrent la plus grande résistance aux divers modes de corrosion, compte tenu des milieux agressifs dans lesquels les pièces sont amenées à travailler.

En général, le risque encouru le plus important est celui d'une fissuration par corrosion sous contrainte provoquée par la nature des terrains et des adjuvants ajoutés aux boues de forage pour accroître les vitesses de forage, qui contiennent en particulier des proportions importantes de chlorures (de sodium, de magnésium, de potassium, de calcium, notamment), particulièrement actifs compte tenu notamment des températures de travail élevées, voisines de 80 à 100 °C et quelquefois supérieures, qui exacerbent tous les mécanismes de corrosion.

Par nature, la corrosion sous contrainte se localise dans les zones fortement sollicitées du point de vue mécanique, tout particulièrement dans les alésages des pièces, où s'ajoutent aux contraintes de travail les contraintes engendrées par l'opération d'usinage sur le métal écroui ; la résultante de toutes ces contraintes peut alors largement dépasser localement la valeur de la limite élastique du métal et y provoquer la fissuration.

En outre, de nombreux puits sont des milieux typiques de corrosion différée par l'hydrogène au contact de mélanges $CINa + H_2S$, le mécanisme de corrosion pouvant être, selon la structure du métal, transgranulaire et/ou intergranulaire.

Or un métal sujet à la corrosion intergranulaire (suite à la précipitation de carbures et carbonitrures de chrome dans les joints de grains qui, associée à une zone appauvrie en chrome de part et d'autre du joint, « sensibilise » le métal à la corrosion intergranulaire) est également sensible au mécanisme de corrosion sous contrainte, qui prend sa source dans les joints de grains, et ce mécanisme peut se combiner très rapidement à la corrosion en mode transgranulaire.

La résistance à la corrosion doit donc être adaptée aux divers milieux dans lesquels seront susceptibles de travailler les outillages réalisés au moyen de ces aciers.

On sait certes réaliser des « superalliages » à base nickel présentant la totalité des propriétés voulues ; la très forte teneur en nickel (pouvant aller jusqu'à 55 %) y rend l'alliage insensible à la corrosion sous contrainte. Toutefois, en raison de leur prix très élevé, leur utilisation a été très limitée, excluant en pratique la réalisation de pièces de grandes dimensions.

La voie généralement suivie consiste plutôt à réaliser des aciers austénitiques à base manganèse-chrome contenant des quantités non négligeables (0,2 à 0,6 %) d'azote, élément durcissant par excellence des austénites et également générateur et stabilisateur de cette phase. D'autres éléments, tels que le nickel et le molybdène, y sont ajoutés, mais en moindre quantité.

Un tel acier est par exemple décrit dans le EP-A-0 277 065, qui décrit un acier comprenant des proportions massiques d'au plus 0,006 % de carbone, 19 à 26 % de manganèse, 7 à 13 % de chrome, environ 0,3 % d'azote et 0,6 % de silicium, moins de 0,2 % de nickel et moins de 0,1 % de molybdène.

Dans tous les cas, quelle que soit la nuance d'acier élaborée, cet acier est durci par écouissage à chaud.

Or cet écouissage présente l'inconvénient — et ceci pour toutes les nuances d'acier à base manganèse-chrome connues jusqu'à présent— de provoquer la précipitation de carbures et carbonitrides de chrome dans les joints de grains induisant, comme on l'a expliqué plus haut, une sensibilité à la corrosion intergranulaire et, simultanément, à la corrosion sous contrainte, qui prend naissance également dans les joints de grains.

Cet inconvénient n'existe pas avec les aciers non écrouis (métaux hypereutectiques), mais ces derniers ne présentent pas les caractéristiques mécaniques suffisantes pour les utilisations envisagées.

Pour combattre le risque de fissuration, et donc pour annihiler les effets de la corrosion consécutifs à l'écrouissage, on procédait jusqu'à présent, pour toutes les nuances d'acier, à un traitement mécanique de surface aux endroits les plus exposés aux contraintes.

Ce traitement était effectué soit par grenaillage (*shot-peening*), soit par martelage, cette opération ayant pour effet de mettre en compression la surface traitée sur une certaine profondeur (jusqu'à 1,5 mm pour le grenaillage et jusqu'à 5 mm pour le martelage), permettant alors à la pièce de résister convenablement à la corrosion sous contrainte à l'endroit ainsi traité.

Cette intervention mécanique pour le traitement de surface induisait cependant un surcoût non négligeable de la pièce réalisée.

À l'opposé, la présente invention propose une nuance d'acier qui remédie aux inconvénients précités et qui, tout en offrant les propriétés requises d'amagnétisme et de hautes performances mécaniques, soit par nature — et non après traitement de surface — résistante à la corrosion sous contrainte et à la corrosion intergranulaire. De la sorte, les pièces réalisées pourront être employées nues, directement après mise en forme, sans qu'il soit nécessaire de prévoir un traitement superficiel et local des surfaces sensibles.

En d'autres termes, l'invention propose une nuance d'acier amagnétique qui, une fois écroui, possède les propriétés mécaniques d'un acier écroui mais résiste aussi bien à la corrosion sous contrainte et à la corrosion intergranulaire qu'un métal hypereutectique, non écroui.

L'invention propose également, comme on le verra, un procédé qui se prête parfaitement à la réalisation de toute pièce amagnétique et à haute limite élastique, notamment les masses-tiges amagnétiques et les pièces analogues (stabilisateurs, notamment), qui sont des pièces typiques devant présenter ces caractéristiques et qui, en outre, sont les plus difficiles à fabriquer compte tenu de leur très grandes dimensions.

A cet effet, l'acier de l'invention est un acier à structure austénitique caractérisé par les proportions massiques respectives des éléments suivants :

carbone	$\leq 0,025 \%$, de préférence $\leq 0,020 \%$,
manganèse	15 à 25 %,
chrome	10 à 15%,
nickel	< 0,25 %,
molybdène	1,0 à 1,3 %,
azote	0,30 à 0,50 %,
silicium	< 1,0 %.

On notera en particulier, dans cette composition, la très faible teneur en carbone combinée à une faible teneur en nickel et à une forte teneur en molybdène. On exposera plus bas les raisons et les conséquences de ces choix particuliers.

En outre, comme on verra également, le choix d'une très faible teneur en carbone permet de mettre en oeuvre un procédé spécifique, particulièrement avantageux, de fabrication d'une barre homogène.

Ce procédé comprend les étapes suivantes :

- élaboration d'un lingot de départ en une nuance d'acier du type que l'on vient d'indiquer,
- premier chauffage homogène, à une température supérieure à la température de recristallisation de l'acier, typiquement entre 1240 et 1280 ° C environ,
- ébauchage de la barre par étirage à chaud du lingot,
- éventuellement, élimination des extrémités du lingot,
- premier refroidissement jusqu'à température ambiante,
- second chauffage homogène, à une température typiquement comprise entre 800 et 1000 ° C environ (suivant la section de l'ébauche et le diamètre de la pièce à fabriquer),
- mise en forme de la barre par forgeage et dressage à la presse,

- second refroidissement jusqu'à température ambiante, et
- usinage final.

Les transformations appliquées à la barre écrouissent celle-ci, de préférence, avec un facteur de corroyage d'au moins 1,5.

5 On peut prévoir en outre, après l'étape d'ébauchage ou, le cas échéant, l'étape d'élimination des extrémités du lingot, une étape supplémentaire de sectionnement du lingot ou, respectivement, de la partie subsistante du lingot, en une pluralité de longueurs distinctes, chaque longueur étant ensuite traitée individuellement par les étapes subséquentes du procédé.

10 On verra par ailleurs également que, grâce à la nuance d'acier proposée et le procédé que l'on vient d'exposer, l'invention permet la réalisation de barres d'acier amagnétique écroui de grande longueur (typiquement, supérieure à 2 ou 3 m) présentant sur toute leur longueur des caractéristiques mécaniques homogènes, notamment des caractéristiques répondant aux valeurs imposées par les recommandations API évoquées plus haut.

15 Cette propriété est à opposer notamment au cas des barres obtenues avec la nuance d'acier et le procédé décrits dans le EP-A-0 277 065 précité, qui ne permettent d'aboutir qu'à des barres présentant localement les caractéristiques voulues, aux deux extrémités et non sur la totalité de leur longueur.

20 La présente invention a donc également pour objet, à titre de produit industriel nouveau, une barre d'acier amagnétique écroui de longueur supérieure à 2,5 m, notamment pour des équipements de forage, présentant, sur toute sa longueur et de façon homogène, une résistance mécanique, en direction transverse, à la rupture en traction au moins égale à 830 MPa et une insensibilité à la corrosion intergranulaire et à la corrosion sous contrainte.

On peut ainsi obtenir soit un produit final de très grande longueur et de propriétés homogènes, soit, après coupe de la barre, des tronçons à caractéristiques homogènes, quelles que soient leur longueur et leur position dans la barre de départ.

25

Exemple

On va maintenant décrire un exemple de mise en oeuvre de l'invention.

30 On réalise, par des techniques en elles-mêmes classiques, une nuance d'acier présentant la composition suivante :

carbone	≤ 0,020 %,
manganèse	15 à 25 %,
chrome	10 à 15 %,
nickel	< 0,25 %,
molybdène	1,0 à 1,3 %,
azote	0,30 à 0,50 %,
silicium	< 1,0 %,
soufre	≤ 0,010 %,
phosphore	≤ 0,025 %.

35

40

45 On notera en particulier, dans cette composition, la faible teneur en nickel (que l'on recherche la plus basse possible) car cet élément, si on l'ajoutait en quantités croissantes dans l'acier, détériorerait d'autant la résistance à la corrosion sous contrainte dans les milieux qui la provoquent.

En revanche, la teneur en molybdène est choisie élevée car, bien que, comme pour le nickel, une teneur élevée en molybdène amoindrisse la résistance à la corrosion sous contrainte, la présence de cet élément est un facteur de résistance à la piqûration et à la corrosion caverneuse. Les propriétés de la nuance selon l'invention permettent en effet d'obtenir une résistance si élevée à la corrosion sous contrainte 50 que l'incidence négative du molybdène sur cette résistance devient négligeable. La présence de molybdène, auparavant considérée comme néfaste, devient alors avantageuse car elle procure un supplément de résistance à d'autres formes de corrosion.

Enfin et surtout, en ce qui concerne la très faible teneur en carbone, il s'agit là d'une caractéristique très importante car elle est nécessaire pour garantir une microstructure exempte de précipitations intergranulaires, notamment de précipitations intergranulaires continues. Une teneur supérieure en carbone amoindrirait la résistance à la corrosion en provoquant une précipitation excessive de carbures et carbonitrures déshomogénéisant les zones voisines des joints de grains.

55

En outre, cette faible teneur en carbone permet de mettre en oeuvre le procédé que l'on va maintenant décrire.

On prendra l'exemple de la réalisation d'une masse-tige de 9,300 m de longueur et de 203,2 mm de diamètre extérieur (généralement les diamètres de ces pièces varient de 120,6 à 279,4 mm ; l'exemple choisi correspond à une masse-tige typique, située dans le milieu de la gamme).

Ces masses-tiges sont des pièces tubulaires, filetées à leurs deux extrémités et alésées axialement, sur toute la longueur, à un diamètre compris entre 50,8 et 76,2 mm (cette valeur dépendant du diamètre extérieur).

Le métal de départ est constitué par un lingot octogonal de 10 t, de section moyenne 60 dm² environ (les poids extrêmes de lingot correspondant au plus petit et au plus grand diamètres sont respectivement de 3,5 et 10 t environ).

Ce lingot est tout d'abord chauffé dans un four à gaz à une température comprise entre 1240 et 1280 °C pendant une durée comprise entre 16 et 24 heures.

Le lingot ainsi rendu homogène en température est alors défourné et soumis à une première transformation thermomécanique consistant en une opération d'ébauchage par étirage à la presse (presse de 4500 t), permettant d'obtenir une ébauche octogonale de 290 mm sur plats.

Cette opération, dont la durée est d'une heure environ, doit nécessairement aboutir à une barre octogonale dont la longueur est inférieure à 6 m afin d'appliquer ultérieurement un corroyage minimum de 1,5 sur le produit fini.

Après ébauchage, on élimine les deux extrémités du lingot (soit environ 15 % du poids total) et on coupe en deux longueurs le restant de la barre.

Les deux tronçons ainsi coupés sont posés à terre et refroidis jusqu'à température ambiante. On fabrique alors deux masses-tiges à partir de ces deux ébauches octogonales de 290 mm, chacun d'une longueur voisine de 5,8 m.

A cet effet, on opère une seconde transformation thermomécanique, débutant par un second chauffage jusqu'à une température (dans le cas de cet exemple) de 980 à 1000 °C, la température étant fonction de la section de l'ébauche et du diamètre de la pièce à fabriquer. Ce chauffage est effectué dans un four à gaz pendant 8 heures environ, afin d'obtenir une température homogène sur toute la longueur de la barre et sur toute l'étendue de la section.

Les deux ébauches sont alors soumises, en une seule opération, à un forgeage rapide en étampes avec dressage simultané sur la presse de 4500 tonnes, ceci permettant d'obtenir une barre d'environ 230 mm de diamètre et 10 m de longueur. La barre est retournée en fin d'opération pour forger la partie extrême auparavant tenue dans les mors. Pendant cette opération, la température baisse en peau jusqu'à 750 °C.

La barre est alors posée à terre, refroidie le plus rapidement possible, puis le dressage est parachevé. Les opérations de formage thermomécanique sont alors terminées.

On peut dès lors procéder aux opérations d'usinage final comportant, de façon en elle-même classique, la mise en longueur, le dressage des faces et le forage de l'alésage à 71,4 mm de diamètre, ces différentes étapes étant assorties de contrôles intermédiaires et finals.

Les masses-tiges ainsi réalisées se sont révélées parfaitement conformes aux exigences de résistance à la corrosion aussi bien qu'à celles de tenue mécanique.

Pour évaluer la résistance à la corrosion sous contrainte, on a prélevé des éprouvettes sur des masses-tiges fabriquées industriellement comme indiqué ci-dessus.

En ce qui concerne la corrosion intergranulaire, les éprouvettes de corrosion prélevées et placées dans un milieu sulfocuprique bouillant (essai selon ASTM A 262) n'ont montré aucun début de corrosion intergranulaire.

En ce qui concerne la corrosion sous contrainte, une éprouvette en anneau (éprouvette *C-Ring* selon ASTM G 38) a été sollicitée soit en déformation constante soit en sollicitation constante et placée dans des milieux d'essais propres à provoquer la corrosion sous contrainte, dont le plus classique est un milieu CL₂Mg, 6H₂O 44% bouillant à 154 °C (essai selon ASTM G 36), ou encore en milieu d'essai à la corrosion différée par l'hydrogène, dont le plus courant est un milieu ClNa à 50 g/l tamponné par l'acide acétique glacial à pH 3 et saturé par H₂S à température ambiante (essai selon NACE TM 01-77).

Les éprouvettes, contraintes jusqu'à des sollicitations égales à 80% de la limite élastique E_{p 0,2} n'ont montré aucune rupture après 720 h d'essai, ces essais ayant d'ailleurs même été prolongés sans autres conséquences jusqu'à 1000 h.

En ce qui concerne les caractéristiques mécaniques, celles-ci sont conformes aux minima imposés figurant dans les *SPEC 7* de l'API, à savoir : pour des éprouvettes futures dans le sens longitudinal une limite élastique E_{p 0,2} à la traction supérieure à 760 MPa pour les diamètres compris entre 79 et 175 mm et

à 690 MPa pour les diamètres compris entre 178 et 254 mm. La résistance est toujours supérieure à 830 MPa, l'allongement supérieur à 13 %.

Revendications

1. Un acier inoxydable amagnétique à structure austénitique à base manganèse-chrome, caractérisé par les proportions massiques respectives des éléments suivants :

carbone	$\leq 0,025 \%$,
manganèse	15 à 25 %,
chrome	10 à 15 %,
nickel	$< 0,25 \%$,
molybdène	1,0 à 1,3 %,
azote	0,30 à 0,50 %,
silicium	$< 1,0 \%$.

2. L'acier de la revendication 1, dans lequel la proportion du carbone est au plus égale à 0,020%.

3. Un procédé de fabrication d'une barre, caractérisé par les étapes suivantes :
 - élaboration d'un lingot de départ en un acier selon la revendication 1,
 - premier chauffage homogène, à une température supérieure à la température de recristallisation de l'acier,
 - ébauchage de la barre par étirage à chaud du lingot,
 - premier refroidissement jusqu'à température ambiante,
 - second chauffage homogène,
 - mise en forme de la barre par forgeage et dressage à la presse,
 - second refroidissement jusqu'à température ambiante, et
 - usinage final.

4. Le procédé de la revendication 3, dans lequel le premier chauffage est à une température comprise entre 1240 et 1280 °C environ.

5. Le procédé de la revendication 3, dans lequel le second chauffage est à une température comprise entre 800 et 1000 °C environ.

6. Le procédé de la revendication 3, dans lequel les transformations appliquées à la barre écrouissent celle-ci avec un facteur de corroyage d'au moins 1,5.

7. Le procédé de la revendication 3, comprenant en outre, après l'étape d'ébauchage, une étape supplémentaire d'élimination des extrémités du lingot.

8. Le procédé de l'une des revendications 3 ou 7, dans lequel, après l'étape d'ébauchage ou, le cas échéant, l'étape d'élimination des extrémités du lingot, il est prévu une étape supplémentaire de sectionnement du lingot ou, respectivement, de la partie subsistante du lingot, en une pluralité de longueurs distinctes, chaque longueur étant ensuite traitée individuellement par les étapes subséquentes du procédé.

9. Une barre d'acier amagnétique écroui de longueur supérieure à 2,5 m, notamment pour des équipements de forage, caractérisée en ce qu'elle présente, sur toute sa longueur et de façon homogène, une limite élastique $E_{p0,2}$, en direction longitudinale, au moins égale à 760 MPa pour les produits finis de diamètres compris entre 79 et 175 mm et à 690 MPa pour les produits finis de diamètres compris entre 178 et 254 mm, et une insensibilité à la corrosion intergranulaire et à la corrosion sous contrainte.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 92 40 1946

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
E	FR-A-2 672 904 (ACIÉRIES AUBERT ET DUVAL) * le document en entier * ---	1-9	C22C38/38 C22C38/00 E21B17/16
A	EP-A-0 207 068 (VEREINIGTE EDELSTAHLWERKE AG) *Revendications 1-5* ---	1,3	
A	EP-A-0 111 834 (EARLE M. JORGENSEN CO.) *Revendications 1-5*	1	
A	& US-A-4 450 008 ---	1	
A	GB-A-779 591 (FORD MOTOR CO.) *Revendications 1-6, 8 ; page 2, tableau "Composition of alloys" ---	1,2	
A	GB-A-902 440 (SCHOELLER-BLECKMANN STAHLWERKE AG) * le document en entier * ---	1,2	
A	FR-A-2 071 667 (NISSHIN STEEL CO., LTD) *Revendications 1,3* -----	1	
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C22C E21B
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 26 FEVRIER 1993	Examineur LIPPENS
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			