

钛镍基超弹性合金作为油井管密封材料的可行性研究

王新虎, 王 鹏

(油气钻采输送装备全国重点实验室, 中国石油集团工程材料研究院有限公司, 陕西 西安 710077)

摘 要: 针对目前特殊螺纹接头不能有效确保油井管的密封问题, 选取 Ti-56Ni 以及 Ti-55.5Ni-0.5V 形状记忆合金, 经过锻造及不同温度水淬处理, 进行拉伸加载与卸载试验, 循环压缩加载与卸载试验。结果表明, 合金的拉伸与压缩弹性应变量可以达到 5% 以上, 表现出良好的超弹性, 证明 Ti-56Ni 以及 Ti-55.5Ni-0.5V 钛镍基超弹性合金可以用做机械设备的密封材料, 为密封技术发展及钛镍基形状记忆合金应用提供了新方向。

关键词: Ti-Ni 基合金; Ti-Ni-V 合金; 形状记忆合金; 超弹性; 油井管; 密封

中图分类号: TF823, TE28

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2025)03-0065-05

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2025.03.011

开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID):



听
语
音
与
作
者
互
动
聊
科
研

Feasibility study of titanium-nickel based super elastic alloy as the sealing material for oil well tubing and casing

WANG Xinhui, WANG Peng

(State Key Laboratory of Oil and Gas Equipment, Tubular Goods Research Institute of China National Petroleum Corporation(CNPC), Xi'an 710077, Shaanxi, China)

Abstract: In response to the current problem that premium connections cannot effectively ensure the sealing of oil and gas well tubing string, the titanium nickel and titanium nickel vanadium shape memory alloys were selected. These alloys were subjected to forging and water quenching at different temperatures, followed by tensile loading-unloading tests and cyclic compressive loading-unloading tests. The results indicate that the elastic strain of the alloys under both tensile and compressive conditions can exceed 5%, demonstrating excellent superelasticity. It is proven that the titanium-nickel-based Ti-56Ni and Ti-55.5Ni-0.5V superelastic alloys can be used as sealing materials for mechanical equipment, providing a new direction for the development of sealing technology and the application of Ti-Ni based superelastic shape memory alloys.

Key words: Ti-Ni based alloy, Ti-Ni-V alloy, shape memory alloy, superelasticity, oil well tubing and casing, seal

0 引言

阀门、螺纹连接件、传动轴、管件接头等构件

的密封具有很重要的意义, 特别是在石油天然气开发行业更为重要, 例如很多高温高压天然气井的井筒泄露, 环空带压作业, 其中油管、套管螺纹泄漏是

收稿日期: 2024-12-04

基金项目: 中国石油天然气集团公司基础研究和战略储备技术研究基金项目(2017Z-03)。

作者简介: 王新虎, 1962 年出生, 陕西扶风人, 硕士, 教授级高级工程师, 长期从事石油专用管失效分析与石油工程材料研究。E-mail: wangxh66@163.com。

主要原因。在塔里木、川渝等油气田使用了多种气密封结构的特殊螺纹油管,井筒各管柱之间环空压力仍然升高,用特殊螺纹接头也不能确保油气井管柱的密封性^[1-2]。大多数机械装备依靠橡胶等高分子密封圈实现密封,而石油专用管接头没有采用密封圈结构,只依靠接头本身金属对金属的接触压力实现密封。因此,进行密封材料研究,发展新的密封方法,是提高石油专用管螺纹气密封性能的新途径。

石油专用管的密封系统有多种结构及方法^[3]。螺纹脂密封方法主要用于 API 标准螺纹,只能密封液体。金属对金属接触压应力密封是特殊螺纹接头的主要特征,其设计方法是接触压应力设计法^[4-5],通过有限元模拟,优化密封面形状及尺寸,在密封面上形成足够压应力及合理的压应力分布,实现密封。经验证明,即使加工质量符合要求,也可能因光滑度不够,粗糙度过大,导致密封性无法保证。受成本及加工技术限制,密封面形状与尺寸偏差及粗糙度不能控制太严格。研究发现,即使密封面接触压应力明显高于气体压力,仍然可能存在不可控制的制造缺陷,而出现小的泄漏通道^[6-7]。

在油井管柱下井作业中,即使螺纹上紧曲线符合要求,扭矩适当,但管柱可能会遇阻,需要多次上提下放,甚至违规进行旋转操作,可能导致螺纹松动。在油气生产过程中,不稳定天然气流导致油管柱发生较大振动,甚至共振,螺纹也可能松动,使密封面无法保持足够接触,接触压应力下降甚至消失,出现泄漏^[8]。

深入研究密封材料对石油专用管密封性的作用具有重要意义。橡胶等非金属材料高温强度低,容易老化,所以超弹性金属材料可能是石油专用管的良好密封材料。超弹性形状记忆合金在外力作用下发生变形,当外力大于某个临界值时,应力就会诱发马氏体相变,应变随着应力逐渐增大,合金形状发生改变。相反当应力减少时,马氏体又逐渐向母相奥氏体转变,形变也随之逐渐消失,直到外加载荷消失时,合金又恢复到母相奥氏体的形状^[9-10]。该形变远大于普通合金的弹性极限,因此被称为超弹性。一些合金的超弹性应变可高达 7%~8%,有可能作为石油专用管的密封材料。超弹性合金的拉伸应力应变试验研究比较多,而与密封性能相关的压缩应力应变性能研究比较少,为此,笔者开展了超弹性合金的压缩应力循环加载与卸载试验,以验证超弹性合金作为密封材料的可行性。

1 试验材料及方法

为了优选出符合要求的超弹性形状记忆合金,选取合金 Ti-56Ni 以及合金 Ti-55.5Ni-0.5V 进行拉伸应力应变试验,重点进行压缩应力应变试验。拉伸试样尺寸为 $\varnothing 12\text{ mm}\times 100\text{ mm}$,压缩试样尺寸为 $\varnothing 8\text{ mm}\times 12\text{ mm}$ 。

合金 Ti-56Ni 与 Ti-55.5Ni-0.5V 的原材料为轧制态(R),规格为 $150\text{ mm}\times 100\text{ mm}\times 100\text{ mm}$,将原材料分三部分,采用线切割方法在其中一份原料上切取拉伸试样与压缩试样,试样分别标记为 TiNi-R 与 TiNi-0.5V-R;将另一份余料在 $845\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热保温 1 h,然后进行三镦三拔锻造,每镦变形量为 45%,用线切割方法切取拉伸试样与压缩试样,分别标记为 TiNi-845 与 TiNi-0.5V-845;将剩余一份料在 $810\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热保温 1 h,然后进行三镦三拔锻造,每镦变形量为 40%,用线切割方法切取拉伸试样与压缩试样,分别标记为 TiNi-810 与 TiNi-0.5V-810;将上述全部试样在 $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热 7 min,随后进行水淬处理,3 种状态试样分别标记为 TiNi-R-450、TiNi-845-450、TiNi-810-450,以及 TiNi-0.5V-R-450、TiNi-0.5V-845-450、TiNi-0.5V-810-450。

2 试验结果及讨论

2.1 合金的拉伸与压缩变形特性

对合金 Ti-56Ni 的 3 种状态试样进行应变量为 6% 的拉伸与卸载应力应变试验,设定 6% 的拉伸应变变量,获得的应力应变曲线如图 1 所示。6% 应变变量对应着最大拉伸应力,该值范围在 $250\sim 500\text{ MPa}$,除了 TiNi-R-450 的拉伸残余应变较大(为 3.452%)之外,其余 2 种状态的 TiNi 合金试样残余应变均较小,分别为 0.406%、0.106%,几乎都能够恢复到变形前尺寸,表现出良好超弹性能。2 种状态合金的马氏体相变诱发临界应力 σ_{MS} 介于 $300\sim 400\text{ MPa}$,所有性能均满足密封技术指标要求。将合金 Ti-55.5Ni-0.5V 的 3 种状态试样在室温进行拉伸与卸载应力应变试验,设定 6% 的拉伸应变变量,获得应力应变曲线如图 2 所示。从图 2 中可以看出 6% 的拉伸应变变量对应的拉伸应力值为 $500\sim 700\text{ MPa}$,卸载后残余应变变量均 $<1\%$ 。在拉伸应变不超过 6% 情况下,合金的超弹性比较好。

试验结果说明经过锻造的材料强度更高,残余应变变量最小,超弹性更好。分析认为经过锻造,材料组织致密性好,成分更加均匀,晶粒度更细小。

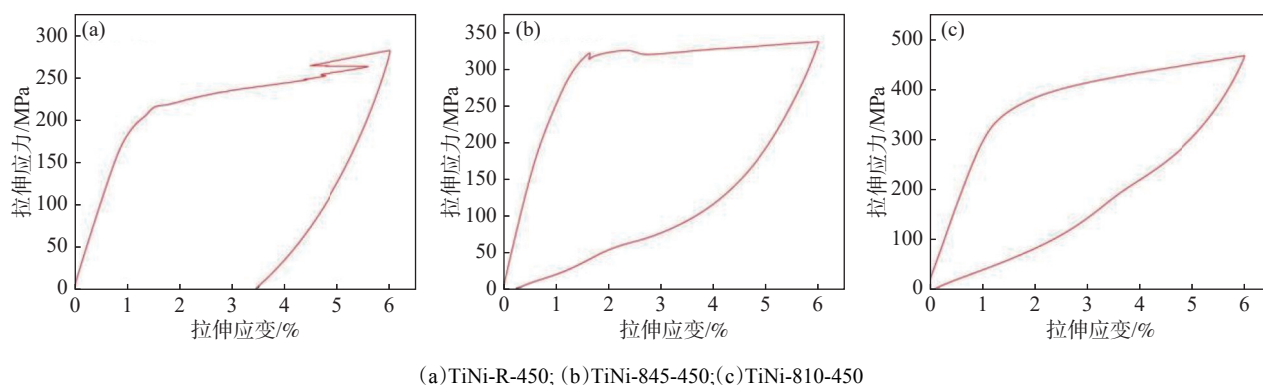


图1 合金 Ti-56Ni 不同热加工状态试样拉伸应力-应变曲线

Fig. 1 Tensile stress-strain curves of Ti-56Ni alloy specimens in different hot working states

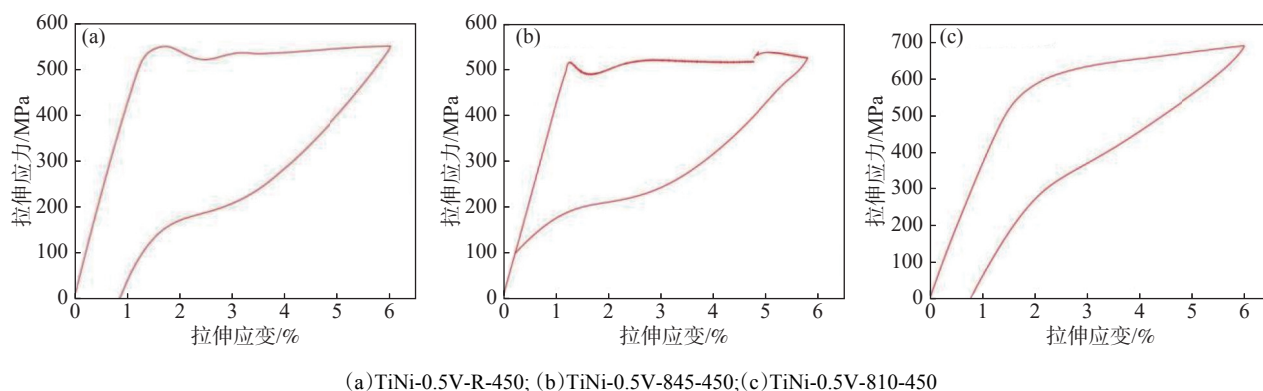


图2 合金 Ti-55.5Ni-0.5V 不同热加工状态试样拉伸应力-应变曲线

Fig. 2 Tensile stress-strain curves of Ti-55.5Ni-0.5V alloy specimens in different hot working states

由于密封圈不仅要承受拉伸应力,还要在工作时主要承受压缩应力,所以对3种状态的合金试样进行最大应变量为6%的压缩及卸载试验。

对合金 Ti-56Ni 的试验结果表明(如图3所示),当压缩应变 $<1\%$ 时,是母相奥氏体的弹性变形阶段;当应变介于 $1\% \sim 4\%$ 时,应力应变呈近似线性关系,为应力诱发马氏体相变阶段,应力值维持着缓慢上升的平台;当应变 $>4\%$ 时,应力应变曲线出现拐点,明显向上,说明奥氏体转变马氏体完毕,开始发生马氏体塑性应变,应力值急剧上升,最高达

到1500 MPa。卸载后马氏体又发生奥氏体相变,逐渐回到原始奥氏体状态,弹性应变消失,但塑性应变残留下来,试样 TiNi-845-450 和 TiNi-810-450 的压缩残余应变分别为0.543%以及0.049%,合金表现出良好超弹性,符合密封要求。试样 TiNi-R-450 的压缩残余应变量为3.737%,不符合密封要求。但如果将合金最大应变控制在4%以内,合金将不会发生马氏体塑性应变,只发生母相奥氏体的弹性变形与应力诱发马氏体相变,这样残余应变会很小,就可以满足密封要求。

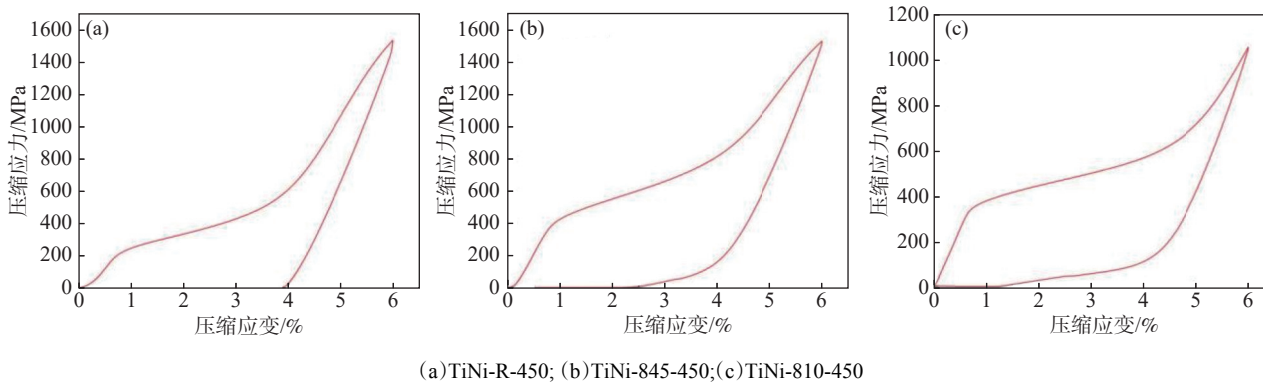


图3 合金 Ti-56Ni 不同热加工状态试样压缩应力-应变曲线

Fig. 3 Compression stress-strain curves of Ti-56Ni alloy specimens in different hot working states

如图4所示,当合金 Ti-55.5Ni-0.5V 的压缩应变量小于 1.5% 时,是母相奥氏体的弹性变形阶段;当应变量介于 1%~5% 时,应力应变呈近似线性关系,为应力诱发马氏体相变阶段,应力值维持着缓慢上升的平台;当应变量超过 5% 时,应力应变曲线出现拐点向上发展,说明发生了马氏体材料塑性应变,

应力值显著上升,压缩变形量达到 6% 时,应力值达到约 1 200 MPa,完全卸载后,残余压缩应变约 1%~2%。如果将合金的最大压缩变形量限制在 5% 以内,合金将不会发生马氏体塑性应变,只发生母相奥氏体的弹性变形与应力诱发马氏体相变,这样残余应变会很小,表现出良好超弹性,可以满足密封要求。

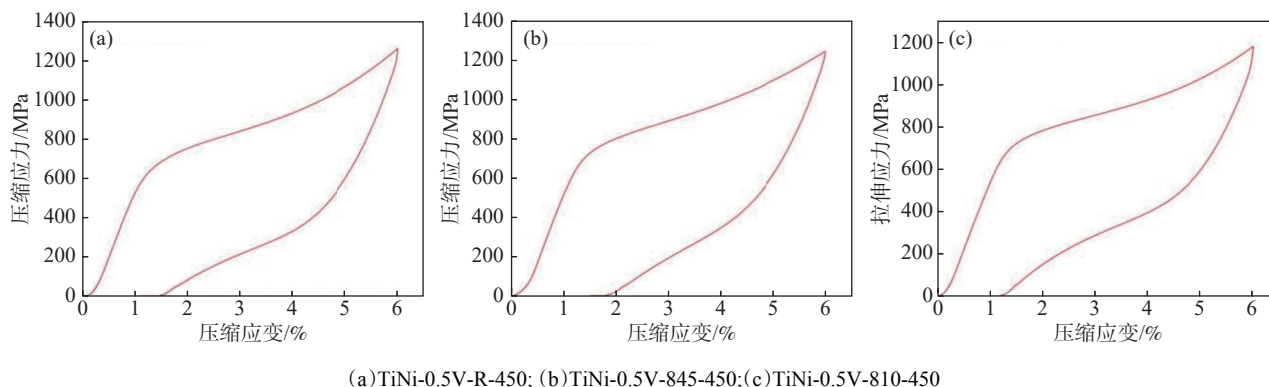


图4 合金 Ti-55.5Ni-0.5V 不同热加工状态试样压缩应力-应变曲线

Fig. 4 Compression stress-strain curves of Ti-55.5Ni-0.5V alloy specimens in different hot working states

石油专用管螺纹接头应能经得起多次上卸扣考验,密封材料也应在经受多次应力应变后保持足够弹性。根据上述试验结果,选取合金 Ti-56Ni 的 TiNi-810-450 试样,进行了最大应变量为 5% 的 11 次压缩加载与卸载循环应力-应变试验,结果如图 5(a) 所示,第一次压缩加载对应的最大应力值为 582 MPa,卸载后残余应变量为 0.277%。随着压缩循环次数的增加,最大压缩应力值先逐次增大到 640 MPa 后逐渐减小至约 600 MPa,并趋于一致。残余应变逐渐增大,但都小于 1.0%,表现出良好超弹性符合密封材料压缩应力应变要求。

将合金 Ti-56Ni 的 TiNi-810-450 试样进行最大应变量为 6% 的 3 次拉伸加载与卸载循环应力-应变试验,结果如图 5(b) 所示,最大拉伸应力值由 410 MPa 逐次增大到 908 MPa,卸载后拉伸残余应变由 0.14% 逐次增大到 1.718%,随着应力应变循环次数的增加,曲线向上拐点越来越提前,越来越陡峭,说明应变诱发奥氏体向马氏体的相变越来越提前发生,马氏体塑性应变也越来越提前发生,导致残余应变越来越大,但前两次的残余应变都很小。因为密封环只在安装时发生拉伸应变,以后服役时只承受压应力循环应变,所以合金的残余应变符合密封要求。

2.2 油井管密封验证试验

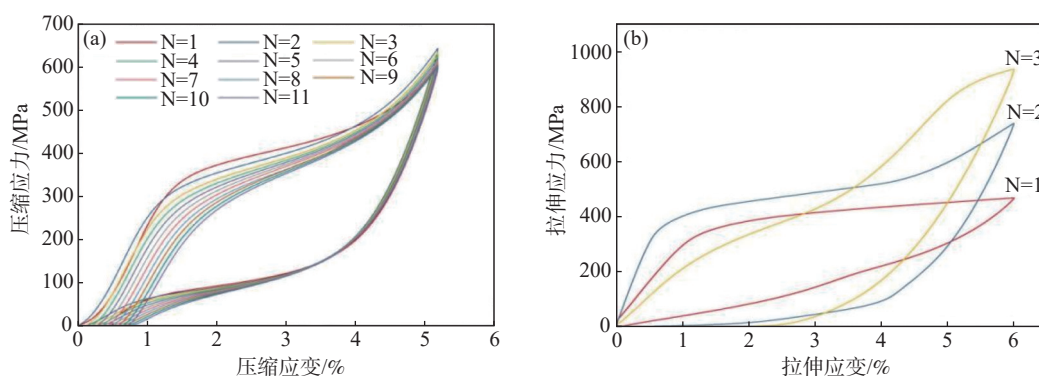
试验表明,钛镍类形状记忆合金经过适当热加工处理,具有良好的拉伸及压缩超弹性。将密封件的最大拉伸及压缩应变量限定在 5% 以内,合金 Ti-56Ni 及 Ti-55.5Ni-0.5V 就可能作为一些机械装备

密封件的制造材料,例如合金 Ti-56Ni 可用于制造中低钢级石油专用管的密封件,合金 Ti-55.5Ni-0.5V 可用于高钢级石油专用管。笔者选择合金 Ti-56Ni 的 TiNi-810-450 试样,用于中等强度的 P110 钢级油井管密封验证试验。

石油套管的钢级为 P110,规格为 $\Phi 139.7 \text{ mm} \times 9.17 \text{ mm}$,用合金 Ti-56Ni 制成如图 6(a) 所示的锥形密封环。外螺纹接头端部被加工成有阶梯台肩的锥形圆柱,内螺纹接头相应部位也加工成锥形圆柱结构。密封环内径稍微小于外螺纹锥形圆柱的外径,将密封环套装在外螺纹接头端部的锥形圆柱上,密封环将发生不超过 5% 的环向拉伸应变,这样密封环与外螺纹接头端部的锥形圆柱表面就形成紧密配合。密封环长度稍微大于锥形圆柱体的长度,密封环外径稍微大于内螺纹锥形圆柱的内径。当内外螺纹接头旋接上紧在一起后,密封环在轴向发生压缩弹性变形,在壁厚方向也发生弹性压缩变形,密封环四个外表面与内外螺纹接头过盈接触,便形成了如图 6(b) 所示的超弹性应变密封结构^[11]。

按照标准 API RP 5C5 规定的 CAL III & IV 级 B 系气体密封试验要求进行了套管的气体密封试验。最大试验载荷达到了 95% 的管体屈服应力包络线,最高试验温度 180 $^{\circ}\text{C}$,管内气体最高压力达到 90 MPa,试验结果显示密封性良好。

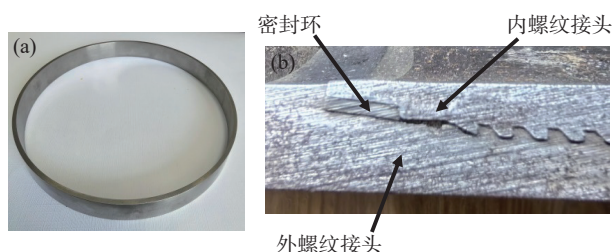
虽然超弹性合金密封试验取得成功,但是小批量密封环加工制造成本较高,采取合理的加工方法,优化加工工艺,降低成本,是超弹合金应用的关键。



(a) 压缩应力应变; (b) 拉伸应力应变

图5 应变量为5%的TiNi-810-450试样应力应变循环曲线

Fig. 5 Stress-strain cycle curve of TiNi-810-450 specimen with a strain of 5%



(a) 密封环; (b) 密封结构剖面

图6 石油套管超弹性合金密封环及结构

Fig. 6 Superelastic alloy sealing structure of oil casing

3 结论

1) Ti-Ni 以及 Ti-Ni-V 形状记忆合金经过适当热加工处理, 可以达到 5% 以上超弹性应变, 特别是具有多次循环压缩与卸载超弹性能。

2) 油井套管超弹性合金密封试验成功验证了钛镍基超弹性形状记忆合金可以用于制造机械装备的密封件, 为密封技术发展及新材料应用提供了新方向。

参考文献

- [1] YANG X T, LÜ S L, XIE J F, *et al.* Cause analysis on leakage of special thread joint oil tube for high pressure gas well[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part A: Physical Testing, 2018, 54(7): 519-522.
(杨向同, 吕拴录, 谢俊峰, 等. 某高压气井特殊螺纹接头油管泄漏原因分析[J]. 理化检验 (物理分册), 2018, 54(7): 519-522.)
- [2] DING L L, YANG X T, ZHANG H, *et al.* Design and application of annular pressure management charts for high pressure gas wells[J]. Natural Gas Industry, 2017, 37(3): 83-88.
(丁亮亮, 杨向同, 张红, 等. 高压气井环空压力管理图版设计与应用[J]. 天然气工业, 2017, 37(3): 83-88.)
- [3] JELLISON M J, DAVILA M A, How to evaluate and select Premium casing connectors[M]. IADC/SPE drilling Conference, New Orleans, Louisiana, USA, 12-15 March 1996.
- [4] BRADLEY A B, NAGASAKU S, VERGY E, Premium connection design, testing, and installation for HPHT sour wells[M]. SPE High Pressure-High Temperature Sour Well Design Applied Technology Workshop, The Woodlands, Texas, USA, 17-19 May 2005.
- [5] SUGINO M, NAKAMURA K, YAMAGUCHI S, *et al.* Development of an innovative high-performance premium threaded connection for OCTG[M]. Offshore Technology Conference, Houston, Texas, USA, 3-6 May 2010.
- [6] XIE J, MATTHEWS C, HAMILTON A, A Study of sealability evaluation criteria for casing connections in thermal wells[M]. SPE Canada Heavy Oil Technical Conference, Calgary, Alberta, Canada, 7-9 June 2016.
- [7] HAMILTON K, WAGG B, ROTH T, Using ultrasonic techniques to accurately examine seal-surface-contact stress in premium connections[J]. SPE Drill & Compl 2009, 24 (4): 696-704.
- [8] WANG X H, LÜ Y P, WANG J D, *et al.* Review on the thread connection seal method and mechanism of oil country tubular goods[J]. Petroleum Tubular Goods & Instruments. 2020, 6(1): 6-10.
(王新虎, 吕永鹏, 王建东, 等. 油井管接头密封方法及机理综述[J]. 石油管材与仪器, 2020, 6(1): 6-10.)
- [9] HE Z R. Superelasticity of Ti-Ni-V shape memory alloys[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2015, 44(7): 1639-1642.
(贺志荣. Ti-Ni-V 形状记忆合金超弹性研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2015, 44(7): 1639-1642.)
- [10] ZHUANG P, XUE S D, WEI J L, *et al.* Research on mechanical performance of superelastic NiTi shape memory alloy bars[J]. Journal of Architecture and Civil Engineering, 2015, 32(1): 96-103.
(庄鹏, 薛素铎, 韦捷亮, 等. 超弹性 NiTi 形状记忆合金棒力学性能研究[J]. 建筑科学与工程学报, 2015, 32(1): 96-103.)
- [11] WANG X H, WANG J D, WANG P, *et al.* The design and manufacturing method, encapsulating method of the sealing structure of oil-well pipe joint, China, ZL201810250603.5[P], 2020-09-04.
(王新虎, 王建东, 王鹏, 等. 油井管接头的密封结构的设计与制造方法、密封方法, 中国: ZL201810250603.5[P]2020-09-04.)