



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 352 653**

51 Int. Cl.:

F16L 15/00 (2006.01)

E21B 17/042 (2006.01)

C23C 24/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02717105 .7**

96 Fecha de presentación : **11.04.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1378699**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.01.2004**

54 Título: **Junta roscada para tubería de acero y método para el tratamiento superficial de la junta roscada.**

30 Prioridad: **11.04.2001 JP 2001-112884**
01.05.2001 JP 2001-134576

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.02.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.02.2011

73 Titular/es: **SUMITOMO METAL INDUSTRIES, Ltd.**
5-33, Kitahama 4-chome
Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 541-0041, JP

72 Inventor/es: **Goto, Kunio**

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 352 653 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Junta roscada para tubería de acero y método para el tratamiento superficial de la junta roscada.

5 **Campo técnico**

Esta invención se refiere, en general, a una junta roscada para tuberías de acero, para su uso en la conexión entre sí de tuberías de pozos de petróleo. Más particularmente, esta invención se refiere a una junta roscada para tuberías de acero que tiene un recubrimiento de lubricante sólido que tiene excelente resistencia al gripado, estanqueidad al gas y propiedades de prevención del óxido y que no requiere la aplicación de una grasa compuesta que contenga un polvo de metal pesado, cuya aplicación se llevaba a cabo convencionalmente antes de realizar cada vez el apriete con el fin de evitar el gripado de la junta. La invención se refiere a un proceso para el tratamiento superficial que puede formar dicho recubrimiento de lubricante sólido.

15 **Técnica anterior**

Las tuberías de pozos de petróleo que son tuberías de acero usadas en la perforación de pozos de petróleo están conectadas entre sí por una junta roscada para tuberías de acero. La junta roscada está compuesta por un perno que tiene una rosca macho y una caja que tiene una rosca hembra.

Como se muestra esquemáticamente en la Figura 1, una rosca 3A macho está normalmente formada sobre la superficie externa en ambos extremos de una tubería A de acero para formar un perno 1, y una rosca 3B hembra está formada en ambos lados de la superficie interna de un miembro de junta separado en forma de un acoplamiento B con forma de manguito para formar una caja 2: Como se muestra en la Figura 1, la tubería A de acero se transporta normalmente en un estado en el que un acoplamiento B está previamente conectado a un extremo.

Una junta roscada para tuberías de acero está sometida a presiones compuestas debido a las fuerzas de tracción axial producidas por el peso de la tubería de acero y el acoplamiento y las presiones internas y externas subterráneas, y también está sometida a calor subterráneo. Por tanto, se requiere que una junta roscada mantenga la estanqueidad al gas (sellabilidad) sin dañarse incluso en tales condiciones. Además, durante el proceso de bajada de las tuberías de pozos de petróleo es frecuente el caso en el que una junta que ha sido apretada una vez se afloje (se suelte) y luego se vuelva a apretar. Por tanto, de acuerdo con el API (Instituto Americano del Petróleo), se desea que no haya casos de agarrotamiento grave, llamado gripado, y que se mantenga la estanqueidad al gas incluso si el apriete (enroscado) y el aflojamiento (desenroscado) se llevan a cabo diez veces para juntas para entubado y tres veces para juntas para encamisado.

En los últimos años, con el fin de mejorar la estanqueidad al gas, se ha introducido generalmente el uso de juntas roscadas especiales que pueden formar un sellado metal-metal. En este tipo de junta roscada, cada uno de un perno y una caja tienen una porción de contacto metálica no roscada, además de una porción roscada que tiene una rosca macho o hembra, y tanto la porción roscada como la porción de contacto metálica no roscada forman una superficie de contacto entre el perno y la caja. Las porciones de contacto metálicas no roscadas del perno y la caja se ponen en contacto íntimo entre sí para formar una porción de sellado metal-metal y contribuir a un aumento en la estanqueidad al gas.

En dicha una junta roscada que puede formar un sellado metal-metal se ha usado una grasa lubricante con alta lubricidad, llamada grasa compuesta. Esta grasa, que es un tipo de lubricante líquido, se aplica a la superficie de contacto de al menos uno del perno y la caja antes del apriete. Sin embargo, esta grasa contiene una gran cantidad de polvos de metal pesado nocivos. Cuando la grasa que se sale fuera a la periferia durante el apriete se limpia con un agente de limpieza, la grasa compuesta y el agente de limpieza usado fluyen al océano o la tierra y producen contaminación medioambiental, y esto ha llegado a considerarse un problema. Además, existía el problema de que la aplicación de grasa y la limpieza que se repetían antes de cada apriete disminuían la eficiencia de trabajo en el campo.

Como juntas roscadas para tuberías de acero que no necesitan la aplicación de una grasa compuesta, los documentos JP 08-103724A, JP 08-233163A, JP 08-233164A y JP 09-72467A desvelan juntas roscadas en las que un recubrimiento de lubricante sólido que comprende una resina como aglutinante y disulfuro de molibdeno o disulfuro de tungsteno como lubricante sólido se aplica a una porción roscada y una porción de contacto metálica no roscada (concretamente a la superficie de contacto) de al menos uno de un perno y una caja.

En estas publicaciones de patente japonesas, con el fin de aumentar la adhesión entre el recubrimiento de lubricante sólido y el sustrato de acero se desvela cómo formar, como capa de pintura base para el recubrimiento de lubricante sólido, una capa de recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso o una combinación de una capa de nitrato y una capa de recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso, o proporcionar a la superficie de contacto de una rugosidad superficial que tiene una $R_{\text{máx}}$ de 5-40 μm . El documento JP 08-103724A desvela que un recubrimiento de lubricante sólido se forma realizando el secado al horno de un recubrimiento aplicado con calentamiento durante 20-30 minutos en el intervalo de temperatura de 150-300°C.

Puede esperarse que el uso de una junta roscada en la que la superficie de contacto de un perno y una caja tiene un recubrimiento de lubricante sólido formado por el tratamiento superficial para proporcionar lubricidad a la misma haría posible prescindir de la aplicación de una grasa compuesta y, por tanto, evitar los problemas anteriormente mencionados con respecto al entorno y la eficiencia de trabajo.

Sin embargo, con un recubrimiento de lubricante sólido convencional no es posible obtener un alto efecto anti-gripado tal como puede obtenerse mediante la aplicación de una grasa compuesta, y un defecto por agarrotamiento llamado gripado se produce después de repetirse varias veces el apriete y el aflojamiento. Por tanto, el efecto de un recubrimiento de lubricante sólido convencional era insuficiente para prevenir el gripado.

La disminución en la resistencia al gripado y la estanqueidad al gas de una junta roscada era significativo, particularmente cuando el periodo de almacenamiento de la junta roscada desde su transporte desde la fábrica (es decir, desde la formación de un recubrimiento de lubricante sólido) hasta su uso real en un sitio de perforación para el apriete era largo (algunas veces dura más de uno o dos años).

Además, recientemente se ha deseado una junta roscada resistente al calor para tuberías de acero para uso en pozos de petróleo a alta temperatura en los que la temperatura alcanza 250-300°C, que es superior a la temperatura en pozos de petróleo convencionales, o en pozos de petróleo de inyección de vapor en los que se inyecta vapor a una alta temperatura próxima a la temperatura crítica (por ejemplo, aproximadamente 350°C) con el fin de mejorar la recuperación de petróleo. Por tanto, se ha requerido una junta roscada para garantizar la resistencia al gripado y la estanqueidad al gas cuando una junta que ha sido apretada se somete a un ensayo de calentamiento a una temperatura de aproximadamente 350°C y luego se somete a un aflojamiento y se vuelve a apretar. Con el recubrimiento de lubricante sólido convencional descrito anteriormente era difícil asegurar estas propiedades requeridas para una junta roscada resistente al calor.

El documento US 6.027.145 desvela un proceso de acuerdo con el preámbulo de la reivindicación 1.

Un objeto de esta invención es proporcionar un proceso para el tratamiento térmico de una junta roscada para tuberías de acero que pueda formar un recubrimiento de lubricante sólido que tenga excelente resistencia al gripado, que pueda suprimir eficazmente la aparición de gripado tras el apriete y el aflojamiento repetidos, incluso con una junta roscada resistente al calor para tuberías de acero.

Es otro objeto de esta invención proporcionar una junta roscada para tuberías de acero que pueda aliviar una disminución en la resistencia al gripado y la estanqueidad al gas sin usar una grasa compuesta cuando se almacena durante un periodo prolongado desde la formación de un recubrimiento de lubricante sólido hasta su uso en el sitio.

Descripción de la invención

De acuerdo con un aspecto, la presente invención es un proceso para el tratamiento superficial de una junta roscada para tuberías de acero que comprende un perno y una caja, teniendo cada uno una superficie de contacto que incluye una porción roscada y una porción de contacto metálica no roscada, en el que el proceso comprende la etapa de:

aplicar un fluido de recubrimiento que contiene un aglutinante de resina y un polvo lubricante en un disolvente a la superficie de contacto de al menos uno del perno y la caja, y

caracterizado por comprender además:

secar el recubrimiento aplicado mediante calentamiento en múltiples etapas que incluye, al menos, una primera etapa de calentamiento en el intervalo de temperatura de 74°C a 150°C y una segunda etapa de calentamiento en el intervalo de más de 150°C a 380°C para formar un recubrimiento de lubricante sólido sobre la superficie de contacto.

El proceso puede incluir adicionalmente, antes de la etapa de aplicación del recubrimiento, una etapa de calentamiento de la superficie de contacto que va a recubrirse hasta una temperatura de 50°C a 200°C.

El recubrimiento de lubricante sólido formado de acuerdo con el proceso de la presente invención puede poseer una dureza de 70-140 en la escala de Rockwell M y una fuerza de adherencia de al menos 500 N/m como se determina por el método de SAICAS (Sistema de Análisis de Corte Superficial e Interfacial).

Se ha encontrado que una causa de resistencia al gripado insuficiente de un recubrimiento de lubricante sólido convencional formado sobre la superficie de contacto de una junta roscada para tuberías de acero es una dureza insuficiente del recubrimiento que se produce por un secado insuficiente del recubrimiento.

Un recubrimiento de lubricante sólido para una junta roscada se forma, en general, aplicando un fluido de recubrimiento que contiene una resina y un polvo lubricante (por ejemplo, polvo de disulfuro de molibdeno) en un disolvente volátil a la superficie de contacto de la junta roscada, seguido de calentamiento para secar (o secar en horno) el recubrimiento aplicado. En el caso en el que el recubrimiento aplicado se seque mediante calentamiento a una temperatura

ES 2 352 653 T3

de 150-300°C como se empleaba en la técnica anterior, aunque el calentamiento se lleve a cabo durante un periodo prolongado, no es posible evaporar completamente el disolvente, y una mínima cantidad del disolvente y la humedad están confinados en el recubrimiento secado y conduce a la formación de defectos de intervalo, que evitan que el recubrimiento tenga suficiente dureza y resistencia al gripado. Dicho recubrimiento de lubricante sólido se quita cuando se repiten el apriete y el aflojamiento, y termina gastándose completamente, produciéndose así el contacto metal-metal y causando el gripado.

De acuerdo con el proceso de la presente invención descrito anteriormente, el secado se completa realizando el secado mediante al menos dos etapas que comprenden una primera etapa de calentamiento a una menor temperatura y una segunda etapa de calentamiento a una mayor temperatura, dando como resultado la formación de un recubrimiento de lubricante sólido que tiene una dureza mayor que la obtenida en el caso en el que el secado se realice calentando a una temperatura fijada, como se empleaba en la técnica anterior, y que está mejorado con respecto a la resistencia al gripado, resistencia al desgaste, adhesión y propiedades de prevención del óxido y adaptada incluso al entorno de pozos de petróleo a alta temperatura.

Una causa para una disminución en la resistencia al gripado y la estanqueidad al gas encontrada en una junta roscada convencional que tiene un recubrimiento de lubricante sólido que comprende una resina y un polvo lubricante sobre la superficie de contacto de la misma, cuando la junta se almacena durante un largo periodo, es que las propiedades de prevención del óxido del recubrimiento de lubricante sólido son notablemente inferiores a las de una grasa compuesta, de manera que no puede proteger completamente la superficie de contacto de la junta roscada de la oxidación durante el almacenamiento. Si se produce óxido sobre la superficie de contacto del perno o la caja durante el almacenamiento de dicha junta roscada, la adhesión del recubrimiento de lubricante sólido de la junta disminuye notablemente, y se produce la formación de burbujas y el pelado del recubrimiento. Además, la rugosidad de la superficie de contacto aumenta debido al óxido. Como resultado, cuando las tuberías de acero se conectan apretando una junta roscada, el apriete se vuelve inestable, conduciendo a la aparición de gripado durante el apriete o el aflojamiento y a una disminución en la estanqueidad al gas.

Se encontró que la oxidación durante el almacenamiento de una junta roscada que tiene un recubrimiento de lubricante sólido se produce principalmente por el envejecimiento o el deterioro con el tiempo de la resina usada como aglutinante en el recubrimiento de lubricante sólido, formándose particularmente fisuras en el recubrimiento debido al deterioro de la resina por luz ultravioleta y permitiendo que la humedad penetre por las fisuras. Con el fin de prevenir que un recubrimiento de lubricante sólido se deteriore por la luz ultravioleta se ha encontrado que es eficaz la adición de partículas inorgánicas finas de apantallamiento de ultravioleta, no un agente absorbente de ultravioleta orgánico, y que la oxidación de una junta roscada durante el almacenamiento a largo plazo se suprime significativamente por un recubrimiento de lubricante sólido que contiene partículas finas de apantallamiento de ultravioleta.

Preferentemente, las partículas finas de apantallamiento de ultravioleta son partículas finas de una o más sustancias seleccionadas entre óxido de titanio, óxido de cinc y óxido de hierro, y tienen un diámetro medio de partícula de 0,01-0,1 μm y están presentes en el recubrimiento de lubricante sólido con una proporción másica de 0,1-50 partes con respecto a 100 partes del aglutinante de resina.

En la presente invención, un polvo lubricante es preferentemente un polvo de una o más sustancias seleccionadas entre disulfuro de molibdeno, disulfuro de tungsteno, grafito, nitruro de boro y politetrafluoroetileno.

También se prefiere que la superficie de contacto sobre la que se forma un recubrimiento de lubricante sólido tenga una capa de recubrimiento poroso como un recubrimiento primario subyacente al recubrimiento de lubricante sólido.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un diagrama que muestra esquemáticamente un montaje típico de una tubería de acero y un acoplamiento roscado en el momento del transporte de la tubería de acero.

La Figura 2 es un diagrama que muestra esquemáticamente una porción de conexión de una junta roscada para tuberías de acero de acuerdo con la presente invención.

Las Figuras 3a y 3b son diagramas que muestran ejemplos del patrón de calentamiento (perfil de temperatura) de la primera etapa de calentamiento y la segunda etapa de calentamiento en un proceso para el tratamiento superficial de una junta roscada para tuberías de acero de acuerdo con la presente invención.

Descripción detallada de la invención

La Figura 2 es un diagrama que muestra esquemáticamente la estructura de una junta roscada típica para tuberías de acero. En la Figura, 1 es un perno, 2 es una caja, 3 es una porción roscada, 4 es una porción de contacto metálica no roscada y 5 es una porción sobresaliente. En la siguiente descripción, una porción de contacto metálica no roscada también se denominará simplemente en lo sucesivo como porción de contacto metálica.

ES 2 352 653 T3

Como se muestra en la Figura 2, una junta roscada típica está compuesta por un perno 1 que tiene una porción 3 roscada (más precisamente, una porción de rosca macho) y una porción 4 de contacto metálica no roscada formada sobre la superficie exterior en un extremo de una tubería de acero, y una caja 2 que tiene una porción 3 roscada (más precisamente, una porción de rosca hembra) y una porción 4 de contacto metálica no roscada formada sobre la superficie interna de un miembro de junta roscada (un acoplamiento). Sin embargo, la localización de un perno y una caja no se limita a la descrita. Por ejemplo, puede omitirse un acoplamiento formando un perno en un extremo de una tubería de acero y una caja en el otro extremo de la tubería, o puede formarse un perno (una rosca macho) sobre un acoplamiento estando una caja formada en ambos extremos de una tubería de acero.

La porción 3 roscada y la porción 4 de contacto metálica (no roscada) sobre cada uno del perno y la caja constituyen una superficie de contacto de la junta roscada. Se requiere la superficie de contacto, y particularmente la porción de contacto metálica no roscada que es más susceptible al gripado, para tener resistencia al gripado. Para este fin, en la técnica anterior, una grasa compuesta que contiene un polvo de metal pesado se aplicó a la superficie de contacto, pero el uso de una grasa compuesta implica muchos problemas desde los puntos de vista del entorno y de la eficiencia de trabajo.

De acuerdo con la presente invención, un fluido de recubrimiento que contiene una resina aglutinante y un polvo lubricante en un disolvente se aplica a la superficie de contacto de al menos uno del perno y la caja, y el recubrimiento aplicado se seca mediante calentamiento para formar un recubrimiento de lubricante sólido. El recubrimiento de lubricante sólido formado sobre la superficie de contacto de una junta roscada se somete a alta presión de deslizamiento mientras que la junta roscada se aprieta y se afloja repetidamente, produciéndose así partículas de desgaste que comprenden el polvo lubricante. Se supone que estas partículas de desgaste que contienen un polvo lubricante se distribuyen por toda la superficie de contacto para contribuir a la prevención del contacto metal-metal en la interfaz de contacto y al alivio de fricción, presentándose así un efecto anti-gripado.

Es deseable que la superficie de contacto de al menos uno del perno y la caja a la que se aplica un fluido de recubrimiento se haga rugosa previamente, de forma que la superficie tenga una rugosidad ($R_{\text{máx}}$) de 5-40 μm , que es superior a la rugosidad superficial tal y como se ha mecanizado (3-5 μm), con el fin de mejorar adicionalmente el efecto logrado por la presente invención. Si el valor de $R_{\text{máx}}$ de la superficie que va a recubrirse es inferior a 5 μm , el recubrimiento lubricante sólido resultante puede haber disminuido la adhesión. Por otro lado, si es superior a 40 μm , la superficie recubierta puede producir una fricción elevada y promover el desgaste abrasivo del recubrimiento de lubricante sólido, y el recubrimiento puede no resistir al apriete y al aflojamiento repetidos de la junta. Sin embargo, desde luego que el efecto de la presente invención puede obtenerse, incluso aunque la rugosidad superficial no esté en el intervalo descrito anteriormente.

El método de hacer rugosa la superficie puede ser un método de hacer rugosa la propia superficie del acero, tal como chorreando con arena o granalla y sumergiendo en una disolución de ácido fuerte, tal como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico o ácido fluorhídrico para hacer rugosa la superficie. Otro método posible es formar una capa de recubrimiento (subyacente) primaria que tenga una superficie más rugosa que la superficie de acero para hacer rugosa la superficie que va a recubrirse.

Los ejemplos de un método para formar dicha una capa de recubrimiento primaria incluyen dicho método de formación de un recubrimiento de conversión química como un tratamiento con fosfato, oxalato o borato (en el que la rugosidad superficial de la capa cristalina aumenta a medida que crecen los cristales que se forman), un método de electrometalizado con un metal tal como cobre o hierro (en el que los picos o los puntos elevados se metalizan preferentemente, de manera que la superficie sea ligeramente rugosa), un método de metalizado por impacto en el que las partículas que tienen un núcleo de hierro recubierto con cinc o una aleación de cinc-hierro se chorrean usando fuerza centrífuga o presión neumática para formar un recubrimiento de cinc o una aleación de cinc-hierro, un método de nitruración suave que forma una capa de nitruro (por ejemplo, tratamiento con Tufftride), un método de recubrimiento metálico compuesto en el que se forma un recubrimiento poroso que comprende partículas finas sólidas en un metal, y similares.

Desde el punto de vista de la adhesión de un recubrimiento de lubricante sólido se prefiere un recubrimiento poroso, particularmente un recubrimiento de conversión química formado fosfatando (con fosfato de manganeso, fosfato de cinc, fosfato de hierro-manganeso o fosfato de cinc-calcio) o un recubrimiento de cinc o una aleación de cinc-hierro formado por metalizado por impacto. Un recubrimiento más preferido es un recubrimiento de fosfato de manganeso desde el punto de vista de la adhesión o un recubrimiento de cinc o de aleación de cinc-hierro desde el punto de vista de la prevención del óxido. Tanto un recubrimiento de fosfato formado por tratamiento de conversión química como un recubrimiento de cinc o de aleación de cinc-hierro formado por metalizado por impacto son porosos, de forma que pueden proporcionar un recubrimiento de lubricante sólido formado sobre la misma con un aumento de la adhesión.

Cuando se forma una capa de recubrimiento primaria, el espesor de la capa no está limitado, pero está preferentemente en el intervalo de 5-40 μm desde los puntos de vista de la prevención del óxido y la adhesión. Con un espesor inferior a 5 μm no puede lograrse una prevención del óxido suficiente. Un espesor superior a 40 μm puede producir una disminución en la adhesión de un recubrimiento de lubricante sólido formado sobre la misma.

ES 2 352 653 T3

La resina presente en un recubrimiento de lubricante sólido puede ser cualquier resina que pueda funcionar como aglutinante. Una resina que tiene resistencia térmica y un nivel razonable de dureza y resistencia al desgaste es adecuada. Los ejemplos de dicha resina incluyen resinas termoestables, tales como resinas epoxis, resinas de poliimida, resinas de polycarbodiimida, poliétersulfonas, resinas de poliéter-éter-cetona, resinas fenólicas, resinas de furano, resinas de urea y resinas acrílicas, además de resinas termoplásticas tales como resinas de poliamidaimida, resinas de polietileno, resinas de silicona y resinas de poliestireno.

Aunque el polvo lubricante puede ser cualquier polvo que presente lubricidad, en vista de la alta carga que se aplica, es deseable usar un polvo de una o más sustancias seleccionadas entre disulfuro de molibdeno, disulfuro de tungsteno, grafito, nitruro de boro y PTFE (politetrafluoroetileno). Particularmente se prefiere un polvo de disulfuro de molibdeno y/o disulfuro de tungsteno, proporcionando ambos una alta relajación del desgaste y la fricción, o una mezcla de los mismos con otro polvo o polvos lubricantes.

Preferentemente, el polvo lubricante tiene un diámetro medio de partícula en el intervalo de 0,5-60 μm . Si es inferior a 0,5 μm , el polvo tiende a agregarse y puede ser difícil la dispersión uniforme del polvo en un fluido de recubrimiento. Como resultado, hay casos en los que no se forma un recubrimiento de lubricante sólido deseado que tenga un polvo lubricante uniformemente disperso en él, dando como resultado una resistencia al gripado insuficiente. Por otra parte, si el diámetro medio de partícula del polvo lubricante es superior a 60 μm , la resistencia del recubrimiento de lubricante sólido puede disminuirse hasta un grado tal que no pueda evitarse la aparición de gripado.

La proporción del polvo lubricante con respecto al aglutinante de resina es preferentemente tal que la proporción másica de polvo lubricante con respecto al aglutinante esté en el intervalo de 0,3-9,0, desde el punto de vista de la resistencia al gripado. Si la proporción másica del polvo lubricante con respecto al aglutinante es inferior a 0,3, la cantidad de polvo lubricante en las partículas de desgaste anteriormente descritas puede ser insuficiente, y la resistencia al gripado puede llegar a ser escasa. Por otro lado, si la proporción másica es superior a 9,0, el recubrimiento de lubricante sólido puede tener una resistencia insuficiente, por lo que no puede resistir una alta presión y tiene una disminución de la adhesión a la superficie del sustrato, provocando así que se deterioren la resistencia al gripado y la estanqueidad al gas. La proporción másica del polvo lubricante con respecto al aglutinante está preferentemente en el intervalo de 0,5-9,0, en vista de la resistencia al gripado y más preferentemente en el intervalo de 1,0-8,5, considerándose adicionalmente la adhesión.

Un disolvente que se usa para formar un fluido de recubrimiento puede ser un único disolvente o un disolvente mixto seleccionado entre diversos disolventes de bajo punto de ebullición, que incluyen hidrocarburos (por ejemplo, tolueno) y alcoholes (por ejemplo, alcohol isopropílico). Preferentemente, el disolvente tiene una temperatura de ebullición de 150°C o inferior.

El fluido de recubrimiento usado para formar un recubrimiento de lubricante sólido puede contener un constituyente o constituyentes adicionales, además de un disolvente, una resina y un polvo lubricante. Por ejemplo, pueden añadirse uno o más polvos seleccionados entre polvo de cinc, un pigmento de cromo y alúmina. Además, puede estar presente un colorante de forma que el recubrimiento de lubricante sólido resultante sea coloreado. Si es apropiado, el fluido de recubrimiento puede contener uno o más aditivos, tales como un dispersante, un agente antiespumante y un espesante.

En una realización de la presente invención, se añaden partículas finas de apantallamiento de ultravioleta al fluido de recubrimiento para formar un recubrimiento de lubricante sólido que comprenda un polvo lubricante, una resina y partículas finas de apantallamiento de ultravioleta. Por tanto, es posible mejorar significativamente las propiedades de prevención del óxido de un recubrimiento de lubricante sólido, a la vez que se mantienen su resistencia al gripado y la estanqueidad al gas, por lo que se inhibe la oxidación de la superficie de contacto de una junta roscada producida por el envejecimiento del recubrimiento de lubricante sólido formado sobre la misma, y de ahí que también se supriman la aparición de gripado y una disminución en la estanqueidad al gas debido a la oxidación. Como resultado, aunque una junta roscada que tiene un recubrimiento de lubricante sólido formada sobre la misma se almacene al aire libre durante un periodo prolongado, se evita que sufra un deterioro significativo en las propiedades, y mejora significativamente su fiabilidad como producto.

Algunas veces se añade un agente orgánico absorbente de ultravioleta (por ejemplo, benzotriazol o su derivado) a las composiciones de recubrimiento con el fin de mejorar su alterabilidad a la intemperie. En la presente invención, dicho agente orgánico absorbente de ultravioleta no es eficaz.

Las partículas finas de apantallamiento de ultravioleta que se usan en la presente invención no están limitadas con tal que sean partículas finas que tengan una alta absorbancia e índice de refracción en la región ultravioleta (300-400 nm de longitud de onda). Los ejemplos de materiales de tales partículas finas incluyen óxido de titanio, óxido de cinc, óxido de hierro, sulfato de bario, sílice, partículas compuestas de circonia y una poliamida, y mica sintética en la que se incluye hierro.

Por motivo de un efecto menos adverso sobre la resistencia al gripado se prefieren óxido de titanio, óxido de cinc, óxido de hierro, sulfato de bario y sílice. Son más preferidos óxido de titanio, óxido de cinc y óxido de hierro en vista de la dispersabilidad uniforme de las partículas finas en un recubrimiento.

ES 2 352 653 T3

Como las partículas finas de apantallamiento de ultravioleta es preferible usar las denominadas partículas ultrafinas, que tienen un diámetro medio de partícula en el intervalo de 0,01-0,1 μm , desde el punto de vista del equilibrio entre las propiedades de apantallamiento de ultravioleta o el envejecimiento con el tiempo de un recubrimiento de lubricante sólido y la resistencia al gripado del mismo, aunque pueden usarse partículas más grandes hasta aquellas que tienen un diámetro medio de partícula del orden de 2 μm . Si las partículas finas de apantallamiento de ultravioleta tienen un diámetro medio de partícula inferior a 0,01 μm , tienen una fuerte tendencia hacia la agregación y pueden distribuirse irregularmente en un recubrimiento de lubricante sólido, y la resistencia al envejecimiento del recubrimiento puede ser insuficiente. Las partículas finas de apantallamiento de ultravioleta que tienen un diámetro medio de partícula superior a 0,1 μm pueden inhibir las propiedades de anti-gripado de un polvo lubricante, deteriorándose así la resistencia al gripado de un recubrimiento de lubricante sólido.

El contenido de partículas finas de apantallamiento de ultravioleta en un recubrimiento de lubricante sólido es preferentemente tal que la proporción másica de las partículas con respecto a 100 partes del aglutinante esté en el intervalo de 0,1-50 y, más preferentemente, 1-30. Si la cantidad de partículas finas de apantallamiento de ultravioleta es inferior a 0,1 partes basadas en 100 partes de la resina, el efecto de protección ultravioleta puede llegar a ser insuficiente, y el recubrimiento de lubricante sólido puede no inhibir el envejecimiento, haciendo así imposible mantener propiedades de prevención del óxido, estanqueidad al gas y resistencia al gripado durante el apriete y el aflojamiento repetidos. La adición de partículas finas de apantallamiento de ultravioleta en una cantidad superior a 50 partes basadas en 100 partes de la resina puede tener un efecto adverso sustancial sobre la resistencia, la adhesión y la resistencia al gripado de un recubrimiento de lubricante sólido.

El fluido de recubrimiento descrito anteriormente que comprende una resina aglutinante, un polvo lubricante y opcionalmente partículas finas de apantallamiento de ultravioleta en un disolvente, se aplica a la superficie de contacto (porción roscada y porción de contacto metálica no roscada) de al menos uno del perno y la caja. La aplicación puede realizarse por cualquier método adecuado conocido en la técnica, incluyendo recubrimiento mediante cepillo, inmersión y pulverización con aire.

Es deseable que la aplicación se realice de manera que se forme un recubrimiento de lubricante sólido que tenga un espesor de al menos 5 μm y no superior a 50 μm . Con un recubrimiento de lubricante sólido que tiene un espesor inferior a 5 μm , la cantidad del polvo lubricante presente en el mismo puede ser pequeña, y la eficacia del recubrimiento para mejorar la lubricidad puede disminuir. Si el espesor del recubrimiento de lubricante sólido es superior a 50 μm , hay casos en los que la estanqueidad al gas disminuye debido al ajuste insuficiente durante apriete, o si la presión aumenta con el fin de garantizar la estanqueidad al gas, el gripado puede producirse fácilmente, o el recubrimiento de lubricante sólido puede pelarse fácilmente.

Después de la aplicación, el recubrimiento aplicado se seca mediante calentamiento para formar un recubrimiento que tiene un aumento de la dureza. La temperatura de calentamiento es de 150°C a 380°C. La duración del calentamiento puede determinarse basándose en el tamaño de una junta roscada para tuberías de acero, y es preferentemente al menos 20 minutos y más preferentemente 30-60 minutos.

De acuerdo con la presente invención, este calentamiento para secar un recubrimiento aplicado se realiza mediante al menos dos etapas. Por tanto, inicialmente, la primera etapa de calentamiento se lleva a cabo a una menor temperatura para evaporar suficientemente el disolvente y la humedad del interior del recubrimiento mientras que el recubrimiento permanece fluido. Después, la segunda etapa de calentamiento se realiza en un intervalo de temperatura que es superior al de la primera etapa de calentamiento para evaporar adicionalmente el disolvente y la humedad, haciéndose así posible la formación de un recubrimiento de lubricante sólido que tiene una alta dureza y una alta resistencia al desgaste. El recubrimiento de lubricante sólido presenta excelente resistencia al gripado incluso en el entorno de pozos de petróleo a alta temperatura. También posee excelentes propiedades de prevención del óxido.

Específicamente, un recubrimiento aplicado se seca mediante calentamiento de múltiples etapas que incluye, al menos, la primera etapa de calentamiento en el intervalo de temperatura de 70°C a 150°C y la segunda etapa de calentamiento en el intervalo de más de 150°C a 380°C. El periodo de calentamiento (duración de la retención de temperatura) para cada etapa de calentamiento puede determinarse dependiendo del tamaño de una junta roscada para tuberías de acero, y es preferentemente al menos 20 minutos y más preferentemente 30-60 minutos.

La primera etapa de calentamiento que se realiza a una temperatura inferior a 70°C no es suficientemente eficaz para evaporar el disolvente y la humedad del interior del recubrimiento aplicado. Si se realiza a una temperatura superior a 150°C, el recubrimiento aplicado se solidifica, mientras que el disolvente y la humedad todavía permanecen dentro, dando como resultado un endurecimiento insuficiente del recubrimiento. Con respecto a la temperatura para la segunda etapa de calentamiento, si es 150°C o inferior, es difícil eliminar completamente el disolvente y la humedad del recubrimiento, y si es superior a 380°C, no puede obtenerse una dureza adecuada en vista de la resistencia al calor del propio recubrimiento de lubricante sólido. El intervalo de temperatura para la primera etapa de calentamiento es preferentemente 80°C-140°C desde el punto de vista de la facilidad de evaporación del disolvente y la humedad, y el intervalo de temperatura para la segunda etapa de calentamiento es preferentemente 180°C y 350°C en vista de la dureza del recubrimiento.

Las Figuras 3a y 3b muestran ejemplos de perfiles de temperatura (patrones de calentamiento) del calentamiento de dos etapas que está constituido por la primera y la segunda etapa de calentamiento. Como se muestra en la Figura

ES 2 352 653 T3

3a, la primera etapa de calentamiento puede ir seguida de un enfriamiento antes de empezar la segunda etapa de calentamiento, o como se muestra en la Figura 3b, la primera y la segunda etapa de calentamiento pueden llevarse a cabo consecutivamente.

5 Además, la propia primera etapa de calentamiento y/o la propia segunda etapa de calentamiento pueden realizarse mediante calentamiento de múltiples etapas de manera que todo el calentamiento se realice a temperaturas de tres o más etapas. Sin embargo, desde el punto de vista de la economía se prefiere el calentamiento de dos etapas constituido por la primera y la segunda etapa de calentamiento.

10 Además, tanto la primera como la segunda etapa de calentamiento, y particularmente la primera etapa de calentamiento, no necesitan realizarse manteniendo una temperatura constante como se muestra en las figuras, pero el calentamiento puede realizarse mientras que se sube lentamente la temperatura. En éste último caso, para la primera etapa de calentamiento, si la duración de tiempo requerida para subir la temperatura de 70°C a 150°C es 20 minutos o más, dicho calentamiento se considera la primera etapa de calentamiento de acuerdo con la presente invención. En 15 la técnica anterior, cuando un recubrimiento aplicado se calienta a una temperatura de 150°C a 300°C, por ejemplo, la duración de tiempo requerida para subir la temperatura de 70°C a 150°C es generalmente como máximo 5 minutos, y ésta es claramente diferente de la presente invención.

Antes de la aplicación de un fluido de recubrimiento es deseable calentar (es decir, precalentar) la superficie de 20 contacto que va a recubrirse (superficie de recubrimiento) a una temperatura de 50°C a 200°C con el fin de aumentar la adhesión del recubrimiento de lubricante sólido resultante. El precalentamiento a una temperatura inferior a 50°C proporciona poco efecto sobre la mejora de la adhesión. Si la temperatura de precalentamiento es superior a 200°C, el fluido de recubrimiento aplicado (recubrimiento aplicado) tiene una viscosidad disminuida, haciéndose así difícil formar un recubrimiento de lubricante sólido con un espesor suficiente, y de hecho disminuye la adhesión del 25 recubrimiento. La duración del precalentamiento puede determinarse de acuerdo con el tamaño de la junta roscada para tuberías de acero, y se prefiere que la temperatura de la superficie de recubrimiento se mantenga en el intervalo anteriormente mencionado durante toda la aplicación del recubrimiento. Sin embargo, puede obtenerse algún efecto sobre la mejora de la adhesión aunque la temperatura inmediatamente antes del comienzo de la aplicación del recubrimiento esté en el intervalo descrito anteriormente sin posterior retención de la temperatura durante la aplicación del 30 recubrimiento.

Tanto el precalentamiento como el calentamiento después de la aplicación del recubrimiento pueden llevarse a cabo por un método habitual conocido tal como calentamiento en horno o calentamiento con aire caliente. Con el fin de calentar una caja, es eficiente y económico calentarla en un horno de calentamiento para mantener la superficie a una temperatura predeterminada. Un perno puede calentarse insertando sólo la porción del extremo roscado en un 35 horno de calentamiento o mediante calentamiento con aire caliente para mantener la superficie a una temperatura predeterminada. Para el calentamiento de múltiples etapas anteriormente mencionado, como es necesario controlar la temperatura dentro de un cierto intervalo, el calentamiento es preferentemente mediante calentamiento en horno. La atmósfera en el horno no está limitada y es suficiente aire atmosférico.

40 Cuando un recubrimiento aplicado se seca mediante el calentamiento de múltiples etapas anteriormente mencionado puede formarse un recubrimiento de lubricante sólido bien endurecido. Preferentemente, el recubrimiento de lubricante sólido resultante tiene un valor de dureza en el intervalo de 70-140 expresado como una dureza en la escala de Rockwell M recomendada por JIS-K7202 (a continuación simplemente denominada en lo sucesivo una dureza Rockwell M). Un recubrimiento que tiene una dureza Rockwell M inferior a 70 puede producir un rápido aumento en la cantidad de desgaste cuando se somete a una fricción por deslizamiento que se produce durante el apriete y el aflojamiento repetidos de la junta roscada, produciendo una resistencia al gripado insuficiente. Si esta dureza del recubrimiento es superior a 140, el desgaste es demasiado ligero para proporcionar partículas de desgaste a la superficie de contacto en una cantidad suficiente para prevenir el gripado de la superficie. En vista de la resistencia al gripado, la 50 dureza Rockwell M del recubrimiento está más preferentemente en el intervalo de 90-140.

Un recubrimiento de lubricante sólido que contiene disulfuro de molibdeno y/o disulfuro de tungsteno como polvo lubricante y que se ha secado por un método de secado convencional de calentamiento de una etapa tiene una dureza Rockwell M del orden de 50. De acuerdo con la presente invención, es posible que una junta roscada para tuberías de 55 acero que tiene un recubrimiento de lubricante sólido que contiene disulfuro de molibdeno y/o disulfuro de tungsteno como polvo lubricante tenga una mayor dureza de recubrimiento que está en el intervalo de 70-140 de la dureza Rockwell M.

Se desea que un recubrimiento de lubricante sólido formado sobre una junta roscada para tuberías de acero tenga 60 excelente adhesión. Esto es porque el recubrimiento se somete a tensión de cizalla bajo una alta carga durante el apriete y el aflojamiento de la junta, y si la adhesión es baja, el recubrimiento termina pelándose y dejando de presentar un suficiente efecto anti-gripado.

Hay diversos métodos para evaluar la adhesión de un recubrimiento. Un método simple y muy conocido es el 65 llamado ensayo de corte de rejilla (pelado de cinta adhesiva). Sin embargo, este método no puede emplearse para probar un recubrimiento de lubricante sólido de una junta roscada ya que la adhesión deseada para el mismo es mucho mayor que el nivel medible por el ensayo de corte de rejilla.

ES 2 352 653 T3

Los presentes inventores encontraron que la adhesión (resistencia al pelado) de un recubrimiento de lubricante sólido formado sobre una junta roscada puede evaluarse cuantitativamente mediante la fuerza de adherencia medida por el método de SAICAS (Sistema de Análisis de Corte Superficial e Interfacial) detallado en la revista en lengua japonesa, "Toso Gijutsu (Técnica de Recubrimiento)", abril de 1995, pág. 123-135, y que cuando esta fuerza de adherencia de un recubrimiento de lubricante sólido está a al menos un cierto valor se previene el pelado del recubrimiento durante el apriete y el aflojamiento, aunque tenga una alta dureza.

De acuerdo con el método de SAICAS, una arista de corte afilada se fuerza contra la superficie de un recubrimiento bajo una carga, mientras que el sustrato al que se adhiere el recubrimiento se mueve en una dirección horizontal, cortando así oblicuamente el recubrimiento desde la superficie hasta la interfaz con el sustrato. Después de que la arista alcance la interfaz, la carga aplicada se ajusta de manera que la arista de corte pueda moverse horizontalmente a lo largo de la interfaz. La fuerza de adherencia del recubrimiento puede determinarse como la fuerza de pelado por anchura de pelado (anchura de la arista de corte) (N/m) requerida para pelar el recubrimiento, mientras que la arista se mueve a lo largo de la interfaz. Un dispositivo de medición para el método de SAICAS se comercializa en el mercado por Daipha-Wintes bajo el nombre comercial SAICAS.

En una realización preferida de la presente invención, un recubrimiento de lubricante sólido formado sobre la superficie de contacto de una junta roscada como sustrato tiene una fuerza de adherencia de al menos 500 N/m como se mide por el método de SAICAS. Si la fuerza de adherencia del recubrimiento para el sustrato es inferior a 500 N/m, el recubrimiento puede no presentar un efecto anti-gripado suficiente.

Un recubrimiento de lubricante sólido que se ha secado mediante calentamiento de múltiples etapas de acuerdo con la realización anteriormente mencionada de la presente invención tiende a presentar fuerza de adherencia mejorada en comparación con un recubrimiento similar que se ha secado de un modo convencional. La fuerza de adherencia puede mejorarse adicionalmente realizando el engrosamiento superficial descrito anteriormente y/o precalentando el sustrato, si fuera necesario.

Aunque un recubrimiento de lubricante sólido puede aplicarse a la superficie de contacto tanto del perno como de la caja, los objetos de la presente invención pueden lograrse aplicando el recubrimiento a sólo uno de estos elementos, y esto es ventajoso en términos de coste. En dichos casos, el recubrimiento de lubricante sólido se forma mediante una operación relativamente fácil si se forma sobre la superficie de contacto de una caja, que es más corta. El otro elemento de la junta (preferentemente un perno) al que no se aplica el recubrimiento de lubricante sólido puede estar sin recubrir. En particular, cuando el perno y la caja están temporalmente apretados entre sí antes del transporte como se muestra en la Figura 1, puede prevenirse que el otro elemento de la junta, por ejemplo, el perno, se oxide aunque su superficie de contacto esté sin recubrir (por ejemplo, aunque esté tal y como se ha mecanizado), ya que la superficie de contacto del perno se pone en contacto íntimo con el recubrimiento formado sobre la superficie de contacto de la caja mediante el apriete temporal. El recubrimiento de lubricante sólido puede aplicarse a sólo una parte de la superficie de contacto, particularmente sólo a la porción de contacto metálica.

Sin embargo, cuando una caja está conectada a un perno de una tubería de acero en un extremo de la tubería como se muestra en la Figura 1, el otro perno de la tubería de acero que se localiza en el extremo opuesto de la tubería y la mitad sin conectar de la caja quedan expuestos a la atmósfera. Estas superficies de contacto expuestas del perno y la caja pueden someterse a un tratamiento superficial adecuado para proporcionar la prevención de la oxidación con o sin lubricidad, y/o pueden protegerse mediante la unión de un protector adecuado. Tal tratamiento superficial puede aplicarse a la superficie de contacto del otro elemento de la junta anteriormente mencionado.

Una junta roscada para tuberías de acero de acuerdo con lo anterior puede apretarse sin aplicar una grasa compuesta, pero puede aplicarse un aceite al recubrimiento de lubricante sólido o a la superficie de contacto del elemento de unión que va a conectarse, si se desea. En el último caso, el aceite que se aplica no está restringido y puede usarse cualquiera de un aceite mineral, un aceite de éster sintético y un aceite animal o vegetal. Al aceite pueden añadirse diversos aditivos tales como un agente que previene el óxido y un agente de presión extrema que se han usado convencionalmente para aceites lubricantes. Si dicho un aditivo es un líquido, puede usarse solo como un aceite que va a aplicarse.

Los agentes de prevención del óxido útiles incluyen sulfonatos de metales básicos, fenatos de metales básicos, carboxilatos de metales básicos y similares. Como agente de presión extrema pueden usarse agentes conocidos tales como aquellos que contienen azufre, fósforo o cloro y sales organometálicas. Además, al aceite pueden añadirse otros aditivos tales como un antioxidante, un depresor del punto de congelación y un mejorador del índice de viscosidad.

Lo anterior proporciona una junta roscada para tuberías de acero que tiene un recubrimiento de lubricante sólido sobre la superficie de contacto de la misma, presentando el recubrimiento resistencia al gripado, estanqueidad al gas, resistencia al desgaste y propiedades de prevención del óxido mejoradas. Como resultado, la junta roscada puede inhibir el gripado durante el apriete y el aflojamiento repetidos sin aplicación de una grasa compuesta. Este efecto se mantiene cuando la junta se usa para excavar un pozo de petróleo crudo en un entorno de alta temperatura, tal como un pozo de petróleo profundo a alta temperatura o un pozo de petróleo de inyección de vapor, o dura cuando la junta roscada se deja al aire libre durante un periodo prolongado antes del uso de la junta en un sitio de perforación.

ES 2 352 653 T3

Ejemplos

La presente invención se describirá más completamente mediante los siguientes ejemplos. Estos ejemplos son puramente para fines ilustrativos y no pretenden restringir la presente invención. En la siguiente descripción, la superficie de contacto de un perno se denomina en lo sucesivo una superficie de perno, y la superficie de contacto de una caja se denomina en lo sucesivo una superficie de caja.

Ejemplos 1-7 y Ejemplos comparativos 1-4

La superficie de perno y la superficie de caja de una junta roscada para tuberías de acero [diámetro externo: 7 pulgadas (178 mm), espesor de pared: 0,408 pulgadas (10,4 mm)] hechas de un material seleccionado de un acero al carbono A, un acero de Cr-Mo B, un acero al 13% de Cr C y un acero de alta aleación D que tienen cada una una composición mostrada en la Tabla 1 (produciéndose el gripado más fácilmente con D, y siendo el gripado sucesivamente cada vez más difícil con C, B y A) se sometieron a una de las combinaciones de tratamiento superficial (pretratamiento superficial y opcionalmente formación de un recubrimiento de lubricante sólido) mostradas en la Tabla 2 como N° 1 a 5 como se describen más adelante para cada ejemplo. La Tabla 2 muestra la rugosidad superficial en $R_{\text{máx}}$ (R) de la superficie pretratada y el espesor (t) de una capa de recubrimiento primaria (recubrimiento de pretratamiento), además del espesor de un recubrimiento lubricante (t) y la proporción másica de un polvo lubricante con respecto a una resina (aglutinante) (M). En estos ejemplos, el pretratamiento se aplicó a la superficie de contacto de cada uno del perno y la caja, pero se formó un recubrimiento de lubricante sólido sobre uno de la superficie de perno o la superficie de caja. A la superficie de perno o la superficie de caja sobre la que no se formó un recubrimiento de lubricante sólido se aplicó un aceite común que previene la oxidación comercialmente disponible que no contenía polvo de metal pesado con el fin de prevenir la oxidación de la superficie. El ensayo de apriete y de aflojamiento se llevó a cabo sin eliminar el aceite de prevención de la oxidación.

El fluido de recubrimiento que se usó para formar el recubrimiento de lubricante sólido era una dispersión en la que un polvo lubricante estaba disperso en una disolución de una resina disuelta en un disolvente. El disolvente que se usó era un disolvente mixto de etanol/tolueno (50/50) para una resina de poliamidaimida, N-metil-2-pirrolidona/xileno (65/35) para una resina fenólica y tetrahidrofurano/ciclohexano (50/50) para una resina epoxi. El precalentamiento del sustrato antes de la aplicación del fluido de recubrimiento y el calentamiento para secar después de la aplicación se llevaron ambos a cabo en aire atmosférico usando un horno de calentamiento. La Tabla 3 muestra un número para el tipo de tratamiento superficial (en la Tabla 2), la temperatura de precalentamiento del sustrato (temperatura del sustrato antes de aplicar el fluido de recubrimiento) y las condiciones de calentamiento para el secado del recubrimiento aplicado después de aplicarse el fluido (temperatura X duración del calentamiento para la primera etapa de calentamiento y la segunda etapa de calentamiento).

Por separado, las mismas combinaciones de pretratamiento y formación de un recubrimiento de lubricante sólido como se muestra en la Tabla 2 se realizaron en una chapa de acero (10 mm X 50 mm X 2 mm de espesor) que tenía la misma composición que la tubería de acero usada como sustrato. Por tanto, el pretratamiento que se realizó fue el mismo que se realizó sobre la superficie de contacto del elemento sobre la que se formó un recubrimiento de lubricante sólido (es decir, caja para N° 1 a 4 y perno para N° 5 en la Tabla 2). El recubrimiento de lubricante sólido resultante se midió para la fuerza de adherencia y la dureza. La fuerza de adherencia del recubrimiento se midió usando un dispositivo de medición SAICAS BN-1 fabricado por Daipia-Wintes. La dureza del recubrimiento se midió en términos de la escala de Rockwell M de acuerdo con JIS-K7202. Los resultados de estas mediciones también se muestran en la Tabla 3.

Usando una junta roscada que había sido sometida a tratamiento superficial como se ha descrito anteriormente se llevó a cabo una prueba repitiendo las operaciones de apriete y de aflojamiento hasta 20 veces en el modo mostrado en la Tabla 4 a la vez que se examinaba la aparición de agarrotamiento o gripado. Por tanto, como se muestra en la Tabla 4, el apriete y el aflojamiento se llevaron a cabo a temperatura ambiente para las series primera a cuarta, sexta a decimocuarta y decimosexta a vigésima de operación, y para las series quinta y decimoquinta, después de llevarse a cabo el apriete, la junta roscada se sometió a calentamiento durante 24 horas a 350°C y luego se enfrió antes de llevarse a cabo el aflojamiento a temperatura ambiente. Las condiciones de apriete y de aflojamiento se correspondieron con las condiciones de uso para una junta roscada resistente al calor. La velocidad de apriete era 10 rpm y el par de apriete era 14 kN m (10340 pie-libra). Los resultados de la aparición de agarrotamiento o gripado se muestran en la Tabla 5.

ES 2 352 653 T3

TABLA 1

(% en masa)									
Tipo de acero	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
A	0,24	0,30	1,30	0,02	0,01	0,04	0,07	0,17	0,04
B	0,25	0,25	0,80	0,02	0,01	0,04	0,05	0,95	0,18
C	0,19	0,25	0,80	0,02	0,01	0,04	0,10	13,0	0,04
D	0,02	0,30	0,50	0,02	0,01	0,50	7,00	25,0	3,20

TABLA 2

Nº	Sustrato	Pretratamiento	Recubrimiento de lubricante sólido
1	Perno	Molienda (R=3)	Ninguno
	Caja	Chorro de arena (R=31)	Resina PAI" + MoS ₂ (M=4,0, t=30)
2	Perno	Molienda (R=3)	Ninguno
	Caja	1. Molienda (R=4) 2. Fosfatación con Mn (t=15, R=20)	Resina epoxi + MoS ₂ + grafito (M=4,0, t=28)
3	Perno	Molienda (R=3)	Ninguno
	Caja	1. Molienda (R=4) 2. Metalizado con Cu (t=10, R=11)	Resina fenólica + WS ₂ (M=4,0, t=32)
4	Perno	Molienda (R=4)	Ninguno
	Caja	1. Molienda (R=4) 2. Recubrimiento con aleación de Zn-Fe (t=7, R=18)	Resina PAI" + MoS ₂ (M=4,0, t=20)
5	Perno	1. Molienda (R=4) 2. Fosfatación con Zn (t=15, R=20)	Resina PAI" + MoS ₂ (M=4,0, t=28)
	Caja	1. Molienda (R=4) 2. Fosfatación con Mn (t=10, R=10)	Ninguno
(Notas) Resina PAI" = resina de poliamidaimida; "R" indica una rugosidad superficial. R _{máx} (μm): "t" indica el espesor de un recubrimiento (μm); y "M" indica la proporción másica de polvo lubricante con respecto al aglutinante.			

ES 2 352 653 T3

TABLA 3

	Nº	Tipo de acero	Tratamiento superficial Número en la Tabla 2	Temp. (°C) de la superficie precalentada	Condiciones de calentamiento Temp. X duración (°C X minutos)	Dureza en la escala de Rockwell M del recubrim.	Fuerza de adherencia SAICAS (N/m) ¹
E J E M P L O	1	A	Nº 1	60	1º: 100X30 2º: 260X30	125	9820
	2	A	Nº 1	100	1º: 100X30 2º: 260X30	110	12010
	3	B	Nº 2	130	1º: 100X30 2º: 230X30	125	10520
	4	B	Nº 2	130	1º: 70X30 2º: 230X30	100	6840
	5	C	Nº 3	180	1º: 80X20 2º: 170X60	95	2570
	6	D	Nº 4	100	1º: 80X30 2º: 170X40	80	11470
	7	A	Nº 5	100	1º: 140X20 2º: 280X30	130	12470
C O M P A R A T I V O	1	A	Nº 2	175	150X50	60	460
	2	A	Nº 1	180	240X50	50~125	240~ 10500
	3	A	Nº 2	130	1º: 50X30 2º: 230X30	65~100	320~ 6900
	4	A	Nº 1	Ninguno	1º: 100X20 2º: 410X30	60	350
¹ La fuerza de adherencia en los Ejemplos comparativos 2 y 3 fluctuó enormemente.							

TABLA 4

1ª a 4ª veces	apriete y aflojamiento a temperatura ambiente
5ª vez	después del apriete a temperatura ambiente, calentar durante 24 horas a 350°C, luego enfriar hasta temperatura ambiente y aflojar
6ª a 14ª veces	apriete y aflojamiento a temperatura ambiente
15ª vez	después del apriete a temperatura ambiente, calentar durante 24 horas a 350°C, luego enfriar hasta temperatura ambiente y aflojar
16ª a 20ª veces	apriete y aflojamiento a temperatura ambiente

Tabla 5

Ejemplo Nº 3)	Aparición de agarrotamiento o gripado ¹⁾ en la serie de apriete numerada a continuación																			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ej. 1	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. 2	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. 3	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. 4	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	△	△	△	△
Ej. 5	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	△	△	△	△	△	△
Ej. 6	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	△	△	△	△	△	△
Ej. 7	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. Comp. 1	△	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ej. Comp. 2	O	O	O	O	O	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ej. Comp. 3	O	O	O	O	O	O	△	△	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ej. Comp. 4	O	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

(Notas) ¹⁾ O: Sin agarrotamiento; △: Ligero agarrotamiento (reparable);
X: Gripado (irreparable); -: No realizado.

ES 2 352 653 T3

Ejemplo 1

Una junta roscada hecha de un acero al carbono de tipo A mostrado en la Tabla 1 se sometió al siguiente tratamiento superficial.

La superficie de caja se pretrató chorreando con arena del N° 60 de manera que tuviera una rugosidad superficial de 31 μm . Después, la caja se precalentó hasta 60°C y sobre la superficie de contacto se formó un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaímda que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno y que tenía un espesor de 30 μm . El recubrimiento de lubricante sólido contuvo disulfuro de molibdeno con una proporción másica de disulfuro de molibdeno con respecto a resina de poliamidaímda de 4 : 1. El secado del recubrimiento aplicado se realizó por la primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 100°C y, después de enfriarse hasta temperatura ambiente, por la segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 260°C.

La superficie de perno se trató sólo por molienda a máquina (rugosidad superficial: 3 μm).

En los siguientes ejemplos no se indican los datos mostrados en la Tabla 2.

Ejemplo 2

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que la temperatura a la que la caja se precalentó antes del recubrimiento se cambió de 60°C a 100°C y las condiciones para el calentamiento después de la aplicación se cambiaron de tal forma que la primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 100°C fue directamente seguida por la segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 260°C sin enfriamiento.

Ejemplo 3

Una junta roscada hecha de un acero de Cr-Mo de tipo B mostrado en la Tabla 1 se sometió al siguiente tratamiento superficial.

La superficie de caja se pretrató, después de la molienda a máquina, formándose un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso sobre la misma. Después, la caja se precalentó hasta 130°C y sobre la superficie se formó un recubrimiento de lubricante sólido de una resina epoxi que contenía un polvo lubricante de una mezcla de disulfuro de molibdeno y grafito (proporción másica = 9 : 1). El secado del recubrimiento aplicado se realizó por la primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 100°C y, después de enfriarse hasta temperatura ambiente, por la segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 230°C.

La superficie de perno sólo se trató mediante molienda a máquina.

Ejemplo 4

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 3, excepto que la temperatura para la primera etapa de calentamiento después de la aplicación del recubrimiento se cambió de 100°C en el Ejemplo 3 a 70°C.

Ejemplo 5

Una junta roscada hecha de un acero al 13% de Cr de tipo C mostrado en la Tabla 1 se sometió al siguiente tratamiento superficial.

La superficie de caja se pretrató, después de la molienda a máquina, mediante electrometalizado para formar un recubrimiento de cobre. Después, la caja se precalentó hasta 180°C y sobre la superficie de caja se formó un recubrimiento de lubricante sólido de una resina fenólica que contenía un polvo lubricante de disulfuro de tungsteno. El secado del recubrimiento aplicado se realizó por la primera etapa de calentamiento durante 20 minutos a 80°C y, después de enfriarse hasta temperatura ambiente, por la segunda etapa de calentamiento durante 60 minutos a 170°C.

La superficie de perno sólo se trató mediante molienda a máquina.

Ejemplo 6

Una junta roscada hecha de un acero de alta aleación de tipo D mostrado en la Tabla 1 se sometió al siguiente tratamiento superficial.

La superficie de caja se pretrató, después de la molienda a máquina, mediante metalizado por chorreado para formar un recubrimiento de aleación de cinc-hierro. Después, la caja se precalentó hasta 100°C y sobre la superficie de

ES 2 352 653 T3

caja se formó un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno. El secado del recubrimiento aplicado se realizó por la primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 80°C y, después de enfriarse hasta temperatura ambiente, por la segunda etapa de calentamiento durante 40 minutos a 170°C.

La superficie de perno sólo se trató mediante molienda a máquina.

Ejemplo 7

Una junta roscada hecha de un acero al carbono de tipo A mostrado en la Tabla 1 se sometió al siguiente tratamiento superficial.

La superficie de caja sólo se sometió a pretratamiento que se realizó por molienda a máquina y luego formando un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso sobre la misma.

La superficie de perno se pretrató, después de la molienda a máquina, formándose un recubrimiento de conversión química de fosfato de cinc sobre la misma. Después, sólo la porción de perno se colocó en un horno de calentamiento para precalentarla hasta 100°C y sobre la superficie del perno se formó un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno. El secado del recubrimiento aplicado se realizó por la primera etapa de calentamiento durante 20 minutos a 140°C y, después de enfriarse hasta temperatura ambiente, por la segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 280°C, mientras que sólo la porción de perno se colocó en un horno de calentamiento durante el calentamiento.

Como puede verse a partir de la Tabla 3, el recubrimiento de lubricante sólido formado en cada uno de los Ejemplos 1 a 7 se endureció y tenía una dureza Rockwell M de al menos 80. También tenía una fuerza de adherencia satisfactoria de al menos 2500 N/m como se mide por el método de SAICAS. La comparación entre los Ejemplos 1 y 2 muestra que una mayor temperatura de precalentamiento en el Ejemplo 2 produjo una ligera disminución de la dureza del recubrimiento, pero una mejora de la fuerza de adherencia. La comparación entre los Ejemplos 3 y 4 muestra que una mayor temperatura para la primera etapa de calentamiento en el Ejemplo 3 produjo un mayor valor en tanto la dureza del recubrimiento como la fuerza de adherencia debido al secado más completo del recubrimiento.

La Tabla 5 muestra que en algunas de las juntas roscadas de los Ejemplos 1-7 se produjo un ligero agarrotamiento en las series 15ª y posteriores de un ensayo de apriete y de aflojamiento repetidos que simuló un pozo de aceite a alta temperatura, pero incluso en tales casos el apriete y el aflojamiento pudo repetirse 20 veces por el revestimiento superficial en todos los ejemplos sin problemas con respecto a la estanqueidad al gas. La aparición de un ligero agarrotamiento en los Ejemplos 5 y 6 se debió al material de acero de la junta roscada, que es susceptible a agarrotamiento y gripado. Si se formara el mismo recubrimiento de lubricante sólido que en el Ejemplo 5 ó 6 sobre una junta roscada del tipo de acero A o B, se supone que no se produciría agarrotamiento. En el Ejemplo 4, como la temperatura para la primera etapa de calentamiento era inferior como se ha expuesto anteriormente, el recubrimiento resultante tuvo una dureza ligeramente baja y, por tanto, se produjo un ligero agarrotamiento en las series 17ª y posteriores.

Ejemplo Comparativo 1

Una junta roscada hecha de un acero al carbono de tipo A mostrado en la Tabla 1 se sometió al siguiente tratamiento superficial.

La superficie de caja se pretrató, después de la molienda a máquina, formándose un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso sobre la misma. Después, la caja se precalentó hasta 175°C y sobre la superficie de caja se formó un recubrimiento de lubricante sólido de una resina epoxi que contenía un polvo lubricante de una mezcla de disulfuro de molibdeno y grafito (proporción másica = 9 : 1). El secado del recubrimiento aplicado se realizó por un calentamiento de una etapa durante 50 minutos a 150°C.

La superficie de perno sólo se trató mediante molienda a máquina.

Como se muestra en la Tabla 5, en el ensayo de apriete y de aflojamiento se produjo un ligero agarrotamiento en la primera serie. El apriete y el aflojamiento para la segunda serie transcurrió después del revestimiento superficial, pero el gripado (agarrotamiento grave) se produjo hasta tal punto que el aflojamiento fue imposible, por lo que se finalizó el ensayo.

Este ejemplo se corresponde con un caso en el que sólo se realizó la primera etapa de calentamiento en la presente invención para el secado. En este caso, aunque el disolvente y la humedad se evaporaron hasta cierto grado del interior del recubrimiento, la evaporación no se completó ya que no se realizó la segunda etapa de calentamiento, y el recubrimiento resultante tenía una baja dureza. Además, aunque se realizó el precalentamiento, la fuerza de adherencia también era insuficiente. Por tanto, la insuficiente dureza y fuerza de adherencia del recubrimiento de lubricante sólido parecieron ser las responsables de la aparición prematura de gripado.

ES 2 352 653 T3

Ejemplo Comparativo 2

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que la temperatura de precalentamiento se aumentó a 180°C y la aplicación del recubrimiento fue seguida del calentamiento que se realizó por un calentamiento de una etapa durante 50 minutos a 240°C.

Como se muestra en la Tabla 5, en el ensayo de apriete y de aflojamiento se produjo un ligero agarrotamiento en la quinta serie. El apriete y el aflojamiento para la sexta serie avanzó después del revestimiento superficial, pero el gripado se produjo en la sexta serie, por lo que se finalizó el ensayo.

Este ejemplo ilustra un método de calentamiento convencional y se corresponde con un caso en el que sólo se realizó la segunda etapa de calentamiento en la presente invención. En este caso, como no se realizó la primera etapa de calentamiento a una menor temperatura, el recubrimiento húmedo solidificó rápidamente, y el disolvente y la humedad se confinaron dentro del recubrimiento, causando así una gran fluctuación en la dureza y la fuerza de adherencia del recubrimiento de lubricante sólido resultante. Como resultado, se cree que el gripado se produjo fácilmente.

Ejemplo Comparativo 3

Se repitió el procedimiento del Ejemplo Comparativo 1, excepto que la temperatura de precalentamiento se redujo a 130°C y la aplicación del recubrimiento fue seguida del calentamiento que se realizó por la primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 50°C y, después de enfriarse hasta temperatura ambiente, por la segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 230°C.

Como se muestra en la Tabla 5, en el ensayo de apriete y de aflojamiento se produjo un ligero agarrotamiento en la séptima serie. El apriete y el aflojamiento para la sexta serie avanzó después del revestimiento superficial, pero el gripado se produjo en la novena serie, por lo que se finalizó el ensayo. Como la temperatura para la primera etapa de calentamiento era demasiado baja, se supone que la evaporación del disolvente y la humedad del interior del recubrimiento que estaba solidificando fue insuficiente y, como en el caso del Ejemplo Comparativo 2 que se corresponde con un método de calentamiento convencional, la dureza y la fuerza de adherencia del recubrimiento de lubricante sólido resultante fluctuaron localmente, causando así el gripado.

Ejemplo Comparativo 4

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que la caja pretratada no se precalentó y la aplicación del recubrimiento fue seguida del calentamiento que se realizó por la primera etapa de calentamiento durante 20 minutos a 100°C y, después de enfriarse hasta temperatura ambiente, por la segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 410°C.

Como se muestra en la Tabla 5, en el ensayo de apriete y de aflojamiento se produjo un ligero agarrotamiento en la primera serie. El apriete y el aflojamiento para la segunda serie avanzó después del revestimiento superficial, pero el gripado se produjo hasta tal punto que el aflojamiento fue imposible, por lo que se finalizó el ensayo.

Este resultado parecía deberse a la temperatura para la segunda etapa de calentamiento, que era demasiado alta, por lo que la evaporación del disolvente y la humedad del interior del recubrimiento de lubricante sólido era insuficiente y el propio recubrimiento de lubricante sólido se volvió blando y se peló rápidamente durante el apriete en la primera serie.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para el tratamiento superficial de una junta roscada para tuberías de acero que comprende un perno (1) y una caja (2), teniendo cada uno una superficie de contacto que incluye una porción roscada (3) y una porción de contacto metálica no roscada (4),

en el que el proceso comprende la etapa de:

aplicar un fluido de recubrimiento que contiene una resina y un polvo lubricante en un disolvente a la superficie de contacto de al menos uno del perno y la caja, y **caracterizado** por comprender además:

secar el recubrimiento aplicado mediante calentamiento de múltiples etapas que incluye, al menos, la primera etapa de calentamiento en el intervalo de temperatura de 70°C a 150°C y la segunda etapa de calentamiento en el intervalo de más de 150°C a 380°C, para formar un recubrimiento de lubricante sólido sobre la superficie de contacto.

2. Un proceso como se expone en la reivindicación 1, en el que el proceso incluye adicionalmente, antes de la etapa de aplicación del recubrimiento, una etapa de calentamiento de la superficie de contacto que va a recubrirse hasta una temperatura de 50°C a 200°C.

3. Un proceso como se expone en la reivindicación 1 ó 2, en el que el recubrimiento de lubricante sólido que se forma tiene una dureza de 70-140 en la escala de Rockwell M.

4. Un proceso como se expone en la reivindicación 1 ó 2, en el que el recubrimiento de lubricante sólido formado tiene una fuerza de adherencia de al menos 500 N/m como se determina por el método de SAICAS (Sistema de Análisis de Corte Superficial e Interfacial).

5. Un proceso como se expone en la reivindicación 1 ó 2, en el que el polvo lubricante es un polvo de una o más sustancias seleccionadas de disulfuro de molibdeno, disulfuro de tungsteno, grafito, nitruro de boro y politetrafluoroetileno.

6. Un proceso como se expone en la reivindicación 1 ó 2, en el que la superficie de contacto a la que se aplica el fluido de recubrimiento tiene una rugosidad superficial de 5-40 μm de $R_{\text{máx}}$.

7. Un proceso como se expone en la reivindicación 1 ó 2, en el que la superficie de contacto a la que se aplica el fluido de recubrimiento tiene una capa de recubrimiento poroso formada por pretratamiento.

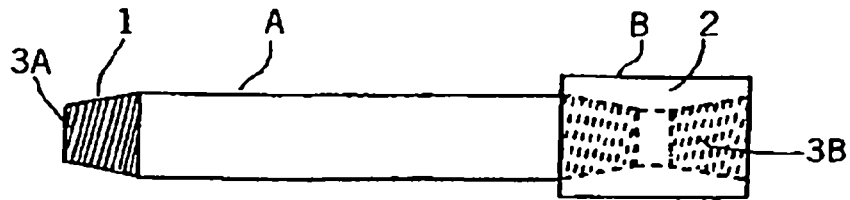


Fig. 1

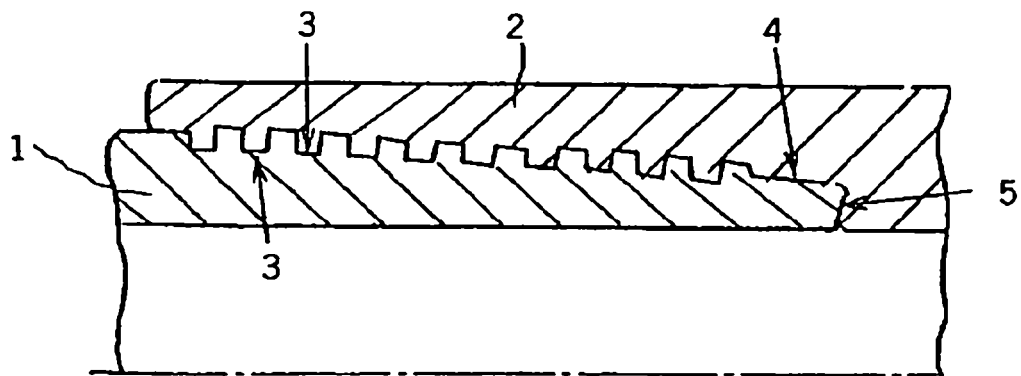


Fig. 2

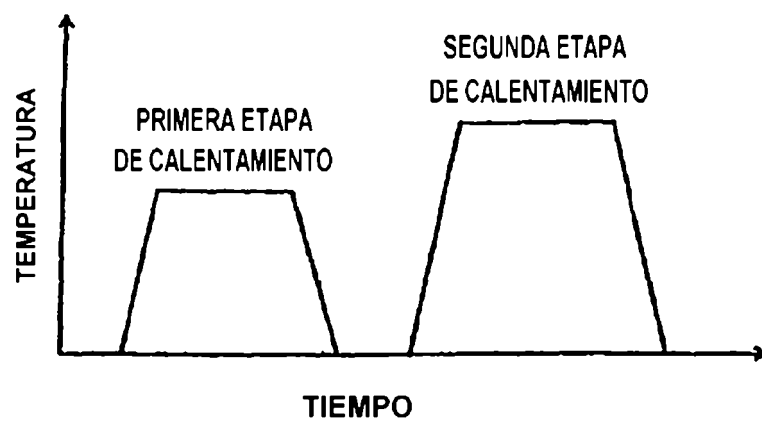


Fig. 3a

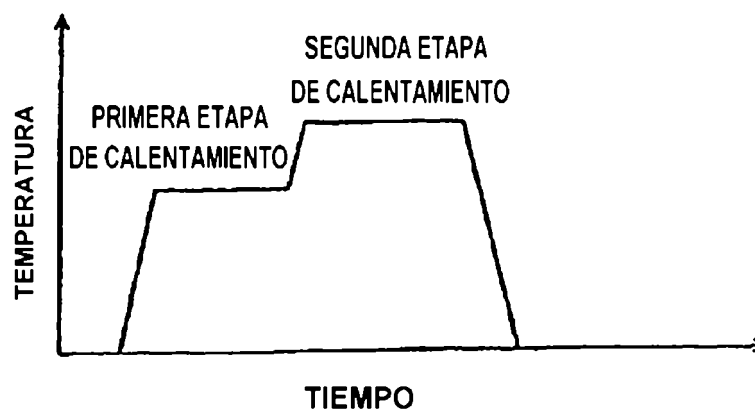


Fig. 3b