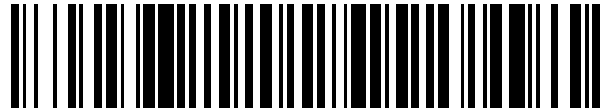


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 425 270**

51 Int. Cl.:

C10M 111/04 (2006.01)
C10M 177/00 (2006.01)
F16L 58/18 (2006.01)
F16L 15/00 (2006.01)
E21B 17/042 (2006.01)
C23C 24/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.04.2002 E 09014674 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.07.2013 EP 2154406**

54 Título: **Junta roscada para tuberías de acero y procedimiento para el tratamiento superficial de la misma**

30 Prioridad:

11.04.2001 JP 2001112884
01.05.2001 JP 2001134576

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.10.2013

73 Titular/es:

NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORPORATION (50.0%)
6-1, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8071, JP y
VALLOUREC MANNESMANN OIL&GAS FRANCE (50.0%)

72 Inventor/es:

GOTO, KUNIO

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 425 270 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 tuberías de acero y procedimiento para el tratamiento superficial de la misma

5 **Campo técnico**

La presente 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 petrolíferos. Más en particular, la presente invención se refiere a una junta roscada para tuberías de acero que tiene un recubrimiento de lubricante sólido que tiene una excelente resistencia al gripado, estanqueidad a gases, y propiedades de prevención de la oxidación, y que no requiere la aplicación de una grasa compuesta que contenga un polvo de metales pesados, cuya aplicación se llevaba a cabo de manera convencional antes de realizarse cada apriete con el fin de evitar el gripado de la junta. Se desvela un procedimiento para un tratamiento superficial capaz de formar un recubrimiento de lubricante sólido de este tipo.

15 **Antecedentes de la técnica**

Las tuberías de pozos petrolíferos, que son tuberías de acero usadas en la perforación de pozos petrolíferos, se conectan entre sí mediante una junta roscada para tuberías de acero. La junta roscada está compuesta de una espiga 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 se forma normalmente en la superficie exterior en ambos extremos de una tubería A de acero para formar una espiga 1, y una rosca 3B hembra se forma en ambos lados de la superficie interior de un elemento 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 conectado previamente a un extremo.

Una junta roscada para tuberías de acero se somete a presiones compuestas debido a las fuerzas de tensión axiales provocadas por el peso de la tubería de acero y el acoplamiento, y a presiones internas y externas subterráneas, y se somete también a calor subterráneo. Por lo tanto, se requiere una junta roscada que mantenga la estanqueidad a gases (capacidad de sellado) sin que se dañe incluso en tales condiciones. Además, durante el procedimiento de descenso de las tuberías de pozos petrolíferos, se da a menudo en caso de que una junta, una vez que se ha apretado, se afloja (se desaprieta) y a continuación vuelve a apretarse. Por lo tanto, de acuerdo con el API (American Petroleum Institute, Instituto del Petróleo Americano), es deseable que no haya incidencias de agarrotamiento severo denominado gripado y que se mantenga la estanqueidad a gases, incluso si el apriete (composición) y el aflojamiento (ruptura) se realizan diez veces en las juntas para tubos y tres veces en las juntas para carcasa.

En años recientes, con el fin de mejorar la estanqueidad a gases, han llegado a ser de uso generalizado las juntas roscadas especiales que son capaces de formar un sello de metal contra metal. En este tipo de junta roscada, cada espiga y cada caja tienen una parte de contacto metálica no roscada además de una parte roscada que tiene una rosca macho o hembra, y tanto la parte roscada como la parte de contacto metálica no roscada forman una superficie de contacto entre la espiga y la caja. Las partes de contacto metálicas no roscadas de la espiga y de la caja se ponen en estrecho contacto entre sí para formar una parte de sello de metal contra metal y contribuir a un aumento en la estanqueidad a gases.

En una junta roscada de este tipo capaz de formar un sello de metal contra metal, se ha usado una grasa lubricante con una alta lubricidad denominada grasa compuesta. Esta grasa, que es una clase de lubricante líquido, se aplica a la superficie de contacto de al menos una de entre la espiga y la caja antes del apriete. Sin embargo, esta grasa contiene una gran cantidad de polvos de metales pesados perjudiciales. Cuando la grasa que se exprime en la periferia durante el apriete se limpia con un agente de limpieza, la grasa compuesta y el agente de limpieza usado fluyen hacia fuera en el océano o el suelo y provocan contaminación medioambiental, y esto ha llegado a considerarse un problema. Además, estaba el problema de que la aplicación de la grasa y el limpiador que se repetía antes de cada apriete disminuía la eficacia del trabajo sobre el terreno.

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 se aplica un recubrimiento de lubricante sólido que comprende una resina como aglutinante y un disulfuro de molibdeno o disulfuro de tungsteno como lubricante sólido a una parte roscada y a una parte de contacto metálica no roscada (concretamente, a la superficie de contacto) de al menos uno de entre una espiga y una caja.

En estas publicaciones de patentes japonesas, con el fin de aumentar la adherencia entre el recubrimiento de lubricante sólido y el sustrato de acero, se desvela la formación, como una capa de revestimiento interior para el recubrimiento de lubricante sólido, de una capa de recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso o una combinación de una capa de nitruro y una capa de recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso o para proporcionar la superficie de contacto con una rugosidad superficial que tiene una Rmax de 5 - 40 μm . El documento JP 08-103724A desvela que un recubrimiento de lubricante sólido se forma realizando la

cocción de un recubrimiento aplicado con calentamiento durante 20 - 30 minutos en el intervalo de temperaturas de 150 - 300 °C.

5 Podría esperarse que el uso de una junta roscada en la que la superficie de contacto de una espiga y una caja tiene un recubrimiento de lubricante sólido formado mediante tratamiento superficial para proporcionar lubricidad a la misma, haría posible prescindir de la aplicación de una grasa compuesta y de este modo evitar los problemas mencionados anteriormente en relación con el medio ambiente y la eficacia del trabajo.

10 Sin embargo, con un recubrimiento de lubricante sólido convencional, no es posible lograr un efecto antigripado elevado tal como el que puede obtenerse mediante la aplicación de una grasa compuesta, y se produce un defecto de agarrotamiento denominado gripado después de que se hayan repetido varias veces el apriete y el aflojamiento. Por lo tanto, el efecto de un recubrimiento de lubricante sólido convencional para evitar el gripado era insuficiente.

15 La disminución en la resistencia al gripado y la estanqueidad a gases de una junta roscada fue significativa, en particular cuando el periodo de almacenamiento de la junta roscada desde su salida de la fábrica (es decir, desde la formación de un recubrimiento de lubricante sólido) hasta su uso real en un emplazamiento petrolífero para apretarla era largo (a veces tan largo como uno o dos años).

20 Además, recientemente, se ha deseado una junta roscada resistente al calor para tuberías de acero para su uso en pozos petrolíferos de alta temperatura en los que la temperatura alcanza 250 - 300 °C, que es mayor que la temperatura en los pozos petrolíferos convencionales, o en pozos petrolíferos de inyección de vapor en los que se inyecta vapor a una alta temperatura cercana a la temperatura crítica (por ejemplo aproximadamente 350 °C) con el fin de mejorar la recuperación del petróleo. Por lo tanto, se ha requerido una junta roscada para garantizar la resistencia al gripado y la estanqueidad a gases cuando una junta que se ha apretado se somete a un ensayo de calentamiento a una temperatura de aproximadamente 350 °C y, a continuación, se somete a aflojamiento y reapriete.

25 Con el recubrimiento de lubricante sólido convencional descrito anteriormente, era difícil garantizar estas propiedades requeridas para una junta roscada resistente al calor.

30 El documento GB 863.536 desvela una junta roscada para tuberías de acero de pozos petrolíferos que comprende una espiga y una caja, teniendo cada una de las mismas una superficie de contacto que incluye una parte roscada y una parte de contacto metálica no roscada, donde la superficie de contacto de al menos una de entre la espiga y la caja tiene un recubrimiento de lubricante sólido formado en la misma, comprendiendo el recubrimiento de lubricante sólido un polvo lubricante y una resina. El polvo lubricante puede ser polvo de cinc.

35 Otro objeto de la presente invención es proporcionar una junta roscada para tuberías de acero que pueda paliar una disminución en la resistencia al gripado y la estanqueidad a gases sin usar una grasa compuesta cuando se almacena durante un período prolongado desde la formación de un recubrimiento de lubricante sólido hasta su uso en el emplazamiento.

40 **Divulgación de la invención**

45 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 sobre la superficie de contacto de la junta roscada, seguido por el calentamiento para secar (o cocer) el recubrimiento aplicado. En el caso donde el recubrimiento aplicado se seca mediante calentamiento a una temperatura de 150 - 300 °C como el empleado en la técnica anterior, incluso si el calentamiento se realiza durante un periodo prolongado, no es posible evaporar completamente el disolvente, y una mínima cantidad de disolvente y humedad se confina en el recubrimiento secado y conduce a la formación de defectos internos, que impiden que el recubrimiento tenga la suficiente dureza y resistencia al gripado. Tal recubrimiento de lubricante sólido se desgasta cuando se repite el apriete y aflojamiento y termina desgastándose completamente, produciendo de este modo un contacto metal contra metal y provocando el gripado.

55 La presente invención se refiere a una junta roscada para tuberías de acero de pozos petrolíferos que comprende una espiga y una caja, teniendo cada una de las mismas una superficie de contacto que incluye una parte roscada y una parte de contacto metálica no roscada, donde la superficie de contacto de al menos una de entre la espiga y la caja tiene un recubrimiento de lubricante sólido formado sobre la misma antes de apretar la junta roscada, comprendiendo el recubrimiento de lubricante sólido un polvo lubricante y una resina, donde el polvo lubricante comprende, además, partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta, donde las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta son partículas finas de una o más sustancias seleccionadas a partir de óxido de titanio, óxido de cinc, y óxido de hierro, y donde las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta tienen un diámetro medio de partícula de 0,01 - 0,1 µm.

65 Una causa para una disminución en la resistencia al gripado y la estanqueidad a gases 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 de la oxidación del recubrimiento de lubricante sólido son considerablemente inferiores a las de una grasa compuesta, de manera que no es capaz de proteger completamente la superficie de contacto de la junta roscada de la oxidación durante el almacenamiento. Si se produce oxidación en la superficie de contacto de la espiga o de la caja durante el almacenamiento de tal junta roscada, la adherencia del recubrimiento de lubricante sólido de la junta disminuye considerablemente, y se produce la formación de burbujas y el despegado del recubrimiento. Además, aumenta la rugosidad de la superficie de contacto debido a la oxidación. Como resultado, cuando se conectan las tuberías de acero apretando una junta roscada, el apriete se hace inestable, conduciendo a la aparición de gripado durante el apriete o el aflojamiento y una disminución en la estanqueidad a gases.

Se ha descubierto que la oxidación durante el almacenamiento de una junta roscada que tiene un recubrimiento de lubricante sólido se produce principalmente por el envejecimiento o deterioro con el tiempo de la resina usada como aglutinante en el recubrimiento de lubricante sólido, en particular formando grietas en el recubrimiento debido al deterioro de la resina por la luz ultravioleta y permitiendo que la humedad penetre a través de las grietas. Con el fin de evitar que un recubrimiento de lubricante sólido se deteriore por la luz ultravioleta, se ha descubierto que es eficaz la adición de partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta inorgánicas, no un agente absorbente de radiación ultravioleta orgánico, y que la oxidación de una junta roscada durante un almacenamiento a largo plazo se reduce significativamente mediante un recubrimiento de lubricante sólido que contenga partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta.

Las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta son partículas finas de un diámetro medio de partícula de 0,01 - 0,1 μm y están presentes parcialmente en el recubrimiento de lubricante sólido con una relación de masa de 0,1 - 50 partes a 100 partes del aglutinante de resina.

En la presente invención, un polvo lubricante es, preferentemente, un polvo de una o más sustancias seleccionadas a partir de 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 porosa como un recubrimiento primario que subyace al recubrimiento de lubricante sólido.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un diagrama que muestra esquemáticamente un conjunto 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 parte 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 una primera etapa y de una segunda etapa de calentamiento en un procedimiento 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 una espiga, 2 es una caja, 3 es una parte roscada, 4 es una parte de contacto metálica no roscada y 5 es una parte de soporte. En la siguiente descripción, una parte de contacto metálica no roscada se denominará también simplemente parte de contacto metálica.

Como se muestra en la figura 2, una junta roscada típica está compuesta de una espiga 1 que tiene una parte 3 roscada (más precisamente una parte roscada macho) y una parte 4 de contacto metálica no roscada formada en la superficie exterior en un extremo de una tubería de acero, y una caja 2 que tiene una parte 3 roscada (más precisamente, una parte roscada hembra) y una parte 4 de contacto metálica no roscada formada en la superficie interior de un elemento de junta roscado (un acoplamiento). Sin embargo, la localización de una espiga y de una caja no se limita a lo representado. Por ejemplo, puede omitirse un acoplamiento formando una espiga en un extremo de una tubería de acero y una caja en el otro extremo de la tubería, o puede formarse una espiga (una rosca macho) en un acoplamiento con una caja que se forma en ambos extremos de una tubería de acero.

La parte 3 roscada y la parte 4 de contacto metálica (no roscada) en cada una de las espigas y cajas constituyen una superficie de contacto de la junta roscada. Se requiere que la superficie de contacto y, en particular, la parte de contacto metálica no roscada que es más susceptible al gripado tenga una resistencia al gripado. Con este fin, en la técnica anterior, se aplicaba una grasa compuesta que contenía polvo de metales pesados a la superficie de contacto, pero el uso de una grasa compuesta implica muchos problemas desde el punto de vista del medio ambiente y de la eficacia en el trabajo.

De acuerdo con la presente invención, se aplica un fluido de recubrimiento que contiene una resina aglutinante y un polvo lubricante en un disolvente a la superficie de contacto de al menos una de entre la espiga y la caja, y el

- recubrimiento aplicado se seca mediante calentamiento para formar un recubrimiento de lubricante sólido. El recubrimiento de lubricante sólido formado en la superficie de contacto de una junta roscada se somete a una alta presión de deslizamiento mientras que la junta roscada se aprieta y se afloja repetidamente, produciendo de este modo partículas de desgaste que comprenden el polvo lubricante. Se supone que estas partículas de desgaste que
- 5 contienen un polvo lubricante se distribuyen sobre toda la superficie de contacto para contribuir a la prevención del contacto metal contra metal en la superficie de contacto y al alivio de la fricción, mostrando de este modo un efecto antigripado.
- Es deseable que, previamente, se haga más rugosa la superficie de contacto de al menos una de entre la espiga y la
- 10 caja a la que se aplica el fluido de recubrimiento, de manera que la superficie tenga una rugosidad (R_{max}) de 5 - 40 μm , que es mayor que la rugosidad superficial cuando se ha mecanizado (3 - 5 μm), con el fin de mejorar adicionalmente el efecto logrado por la presente invención. Si el valor de R_{max} de la superficie que debe recubrirse es menor de 5 μm , el recubrimiento de lubricante sólido resultante puede tener una adherencia disminuida. Por otro
- 15 lado, si es mayor de 40 μm , la superficie recubierta puede producir una fricción aumentada y promover el desgaste por abrasión del recubrimiento de lubricante sólido, y el recubrimiento puede no soportar el apriete y aflojamiento repetidos de la junta. Sin embargo, el efecto de la presente invención puede obtenerse, evidentemente, incluso si la rugosidad superficial no está en el intervalo descrito anteriormente.
- El método para hacer rugosa la superficie puede ser un método para hacer rugosa la propia superficie de acero, tal
- 20 como el chorreado con arena o gravilla o la inmersión en una solución 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 primaria (subyacente) que tenga una superficie más rugosa que la superficie de acero para hacer rugosa la superficie que debe recubrirse.
- Ejemplos de un método de formación de tal capa de recubrimiento primaria incluyen un método de formación de un
- 25 recubrimiento por conversión química tal 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 puntos elevados se metalizan preferentemente de manera que la superficie aumenta ligeramente su rugosidad), un método de metalizado de
- 30 impacto en el que las partículas que tienen un núcleo de hierro recubierto con cinc o con una aleación de cinc-hierro se chorrean usando fuerza centrífuga o presión neumática para formar un recubrimiento de cinc o de una aleación de cinc-hierro, un método de nitruración suave que forma una capa de nitruro (por ejemplo, el tratamiento tufftride), un método de recubrimiento metálico compuesto en el que se forma un recubrimiento poroso que comprende
- 35 partículas finas sólidas en un metal, y similares.
- Desde el punto de vista de la adherencia de un recubrimiento de lubricante sólido, se prefiere un recubrimiento poroso, en particular un recubrimiento por conversión química formado por fosfatado (con fosfato de manganeso, fosfato de cinc, fosfato de hierro-manganeso o fosfato de cinc-calcio) o un recubrimiento de cinc o de una aleación
- 40 de cinc-hierro formado mediante metalizado por impacto. Un recubrimiento más preferido es un recubrimiento de fosfato de manganeso desde el punto de vista de la adherencia, o un recubrimiento de cinc o de una aleación de cinc-hierro desde el punto de vista de la prevención de la oxidación. Tanto el recubrimiento de fosfato formado por tratamiento de conversión química como el recubrimiento de cinc o de aleación de cinc-hierro formado mediante metalizado por impacto son porosos, de manera que pueden proporcionar un recubrimiento de lubricante sólido
- 45 formado en los mismos con una adherencia aumentada.
- Cuando se forma una capa de recubrimiento primaria, el espesor de la capa no está restringido, pero está preferentemente en el intervalo de 5 - 40 μm desde el punto de vista de la prevención de la oxidación y la adherencia. Con un espesor de menos de 5 μm , no puede lograrse una prevención de la oxidación suficiente. Un
- 50 espesor de más de 40 μm puede provocar una disminución en la adherencia de un recubrimiento de lubricante sólido formado en la misma.
- La resina presente en un recubrimiento de lubricante sólido puede ser cualquier resina capaz de funcionar como un aglutinante. Una resina que tenga una resistencia térmica y un nivel razonable de dureza y resistencia al desgaste es adecuada. Ejemplos de tales resinas incluyen las resinas termoestables tales como resinas epoxi, resinas de
- 55 poliamida, resinas de policarbono, polietersulfonas, resinas de polieteretercetona, resinas fenólicas, resinas de furano, resinas de urea y resinas acrílicas, así como resinas termoplásticas tales como resinas de poliamidamida, resinas de polietileno, resinas de silicona y resinas de poliestireno.
- Aunque el polvo lubricante puede ser cualquier polvo que muestre lubricidad, en vista de la carga elevada que se
- 60 aplica, es deseable usar un polvo de una o más sustancias seleccionadas de entre el disulfuro de molibdeno, disulfuro de tungsteno, grafito, nitruro de boro y PTFE (politetrafluoroetileno). Se prefiere, en particular, un polvo de disulfuro de molibdeno y/o disulfuro de tungsteno, proporcionando ambos una atenuación elevada del desgaste y la fricción, o una mezcla de los mismos con otro polvo o polvos lubricantes.
- 65 Preferentemente, el polvo lubricante tiene un diámetro medio de partícula en el intervalo de 0,5 - 60 μm . Si es menor de 0,5 μm , el polvo tiende a aglomerarse, y puede hacerse difícil la distribución 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 distribuido uniformemente en el mismo, dando como resultado una resistencia al gripado insuficiente. Por otro lado, si el diámetro medio de partícula del polvo lubricante es mayor de 60 μm , la resistencia del recubrimiento de lubricante sólido puede disminuir hasta tal punto que no pueda evitarse la aparición del gripado.

5 La relación del polvo lubricante con respecto al aglutinante de resina es preferentemente tal que la relación de masa del polvo lubricante con respecto al aglutinante está en el intervalo de 0,3 - 9,0 desde el punto de vista de la resistencia al gripado. Si la relación de masa del polvo lubricante con respecto al aglutinante es menor de 0,3, la cantidad del polvo lubricante en las partículas de desgaste descritas anteriormente puede ser insuficiente, y la resistencia al gripado puede hacerse pobre. Por otro lado, si la relación de masa es mayor de 9,0, el recubrimiento de lubricante sólido puede tener una resistencia insuficiente, de manera que no pueda soportar una alta presión y tenga una adherencia disminuida en la superficie del sustrato, haciendo de este modo que se deteriore la resistencia al gripado y la estanqueidad a gases. La relación de masa 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 teniendo en cuenta además la adherencia.

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

25 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 más polvos seleccionados a partir de polvo de cinc, un pigmento de cromo y alúmina. Además, puede estar presente un colorante de manera que el recubrimiento de lubricante sólido resultante esté coloreado. Si es apropiado, el fluido de recubrimiento puede contener uno o más aditivos tales como un dispersante, un agente antiespumante y un agente espesante.

30 En una realización de la presente invención, se añaden partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta al fluido de recubrimiento para formar un recubrimiento de lubricante sólido que comprende un polvo lubricante, una resina y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta. De este modo, es posible mejorar de manera significativa las propiedades de prevención de la oxidación de un recubrimiento de lubricante sólido a la vez que mantener su resistencia al gripado y la estanqueidad a gases, por lo que la superficie de contacto de la junta roscada se inhibe de la oxidación provocada por el envejecimiento del recubrimiento de lubricante sólido formado en la misma, y por lo tanto también se suprimen la aparición del gripado y la disminución en la estanqueidad a gases debidas a la oxidación. Como resultado, incluso si una junta roscada que tiene un recubrimiento de lubricante sólido formado en la misma se almacena en el exterior durante un período prolongado, se evita que sufra un deterioro significativo en sus propiedades, y se mejora significativamente su fiabilidad como producto.

40 A veces, se añade un agente orgánico absorbente de radiación ultravioleta (por ejemplo, benzotriazol o sus derivados) a las composiciones de recubrimiento con el fin de mejorar su resistencia ambiental. En la presente invención, tal agente orgánico absorbente de radiación ultravioleta no es efectivo.

45 Las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta que se usan en la presente invención no están limitadas, siempre que sean partículas finas que tengan un índice elevado de absorbencia y de refracción en la región ultravioleta (300 - 400 nm de longitud de onda) y que sean partículas finas de una o más sustancias seleccionadas a partir de óxido de titanio, óxido de cinc, y óxido de hierro.

50 El óxido de titanio, el óxido de cinc, y el óxido de hierro son ventajosos en vista de la distribución uniforme de partículas finas en un recubrimiento.

55 Como partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta, es beneficioso usar las denominadas partículas ultra finas 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 filtrado de radiación ultravioleta o el envejecimiento con el tiempo de un recubrimiento de lubricante sólido y la resistencia al gripado del mismo. Si las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta tienen un diámetro medio de partícula de menos de 0,01 μm , tienen una fuerte tendencia a la agregación y pueden distribuirse de manera desigual en un recubrimiento de lubricante sólido, y la resistencia al envejecimiento del recubrimiento puede ser insuficiente. Las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta que tengan un diámetro medio de partícula mayor de 0,1 μm pueden inhibir las propiedades antigripado de un polvo lubricante, deteriorando de este modo la resistencia al gripado de un recubrimiento de lubricante sólido.

65 El contenido de las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta en un recubrimiento de lubricante sólido es preferentemente tal que la relación de masa de las partículas con respecto a 100 partes del aglutinante está en el intervalo de 0,1 - 50, y más preferentemente de 1 - 30. Si la cantidad de partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta es menor de 0,1 partes en base a 100 partes de la resina, el efecto de filtrado de radiación ultravioleta puede ser insuficiente y el recubrimiento de lubricante sólido puede no quedar inhibido ante el envejecimiento,

5 haciendo imposible de este modo mantener las propiedades de prevención de oxidación, estanqueidad a gases y resistencia al gripado durante el apriete y aflojamiento repetidos. La adición de partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta en una cantidad de más de 50 partes en base a 100 partes de la resina puede tener un efecto adverso sustancial sobre la resistencia, la adherencia y la resistencia al gripado de un recubrimiento de lubricante sólido.

10 El fluido de recubrimiento descrito anteriormente que comprende una resina aglutinante, un polvo lubricante y opcionalmente partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta en un disolvente se aplica a la superficie de contacto (parte roscada y parte de contacto metálica no roscada) de al menos una de entre la espiga y la caja. La aplicación puede realizarse por cualquier método adecuado conocido en la técnica, incluyendo el recubrimiento con brocha, la inmersión y la pulverización con aire.

15 Es deseable que la aplicación se realice con el fin de formar un recubrimiento de lubricante sólido que tenga un espesor de al menos 5 μm y no más de 50 μm . Con un recubrimiento de lubricante sólido que tenga un espesor de menos de 5 μm , la cantidad del polvo lubricante presente en el mismo puede ser pequeña, y puede disminuirse la eficacia del recubrimiento en la mejora de la lubricidad. Cuando el espesor de un recubrimiento de lubricante sólido es mayor de 50 μm , hay casos en los que la estanqueidad a gases se disminuye debido a un ajuste insuficiente durante el apriete, o si se aumenta la presión con el fin de garantizar la estanqueidad a gases, puede producirse fácilmente el gripado, o puede despegarse fácilmente el recubrimiento de lubricante sólido.

20 Después de la aplicación, el recubrimiento aplicado se seca preferentemente mediante calentamiento para formar un recubrimiento que tenga una dureza aumentada. La temperatura de calentamiento es preferentemente de 120 °C o mayor, y más preferentemente de 150 °C a 380 °C. La duración del calentamiento puede determinarse en base al tamaño de una junta roscada para tuberías de acero, y es preferentemente de al menos 20 minutos y más preferentemente de 30 - 60 minutos.

25 De acuerdo con otra realización de la presente invención, este calentamiento para el secado de un recubrimiento aplicado se realiza mediante al menos dos etapas. De esta manera, inicialmente, la primera etapa de calentamiento se realiza a una temperatura menor para evaporar suficientemente el disolvente y la humedad del interior del recubrimiento mientras que el recubrimiento permanece fluido. A continuación de lo anterior, se realiza una segunda etapa de calentamiento en un intervalo de temperaturas que es más elevado que el de la primera etapa de calentamiento para evaporar aún más el disolvente y la humedad, haciendo posible de este modo formar un recubrimiento de lubricante sólido que tenga una alta dureza y una alta resistencia al desgaste. El recubrimiento de lubricante sólido muestra una excelente resistencia al gripado incluso en el entorno de pozos petrolíferos de alta temperatura. También posee unas excelentes propiedades de prevención de la oxidación.

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

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

40 Las figuras 3a y 3b muestran ejemplos de perfiles de temperatura (patrones de calentamiento) de las dos etapas de calentamiento que consisten en una primera y una segunda etapa de calentamiento. Como se muestra en la figura 3a, la primera etapa de calentamiento puede seguirse de una refrigeración antes de que se inicie la segunda etapa de calentamiento o, como se muestra en la figura 3b, la primera y la segunda etapa de calentamiento pueden realizarse consecutivamente.

45 Además, la primera etapa de calentamiento y/o la segunda etapa de calentamiento en sí mismas pueden realizarse mediante un calentamiento de etapas múltiples de manera que el calentamiento completo se realice a temperaturas de tres o más etapas. Sin embargo, desde el punto de vista de la economía, se prefieren dos etapas de calentamiento que consistan en una primera y en una segunda etapa de calentamiento.

50 Además, tanto la primera como la segunda etapa de calentamiento, y en particular la primera etapa de calentamiento no necesitan realizarse manteniendo una temperatura constante como se muestra en las figuras, sino

que el calentamiento puede realizarse mientras que se eleva lentamente la temperatura. En este último caso, para la primera etapa de calentamiento, si la duración del tiempo requerido para elevar la temperatura de 70 °C a 150 °C es de 20 minutos o mayor, tal calentamiento se considera como la primera etapa de calentamiento de acuerdo con la presente invención. En la técnica anterior, cuando un recubrimiento aplicado se calienta a una temperatura de 150 °C a 300 °C, por ejemplo, la duración del tiempo requerido para elevar la temperatura de 70 °C a 150 °C es generalmente de al menos 5 minutos, y esta es una diferencia clara con respecto a la presente invención.

Antes de la aplicación de un fluido de recubrimiento, es deseable calentar (es decir, precalentar) la superficie de contacto que debe recubrirse (superficie de recubrimiento) a una temperatura de 50 °C a 200 °C con el fin de aumentar la adherencia del recubrimiento de lubricante sólido resultante. El precalentamiento a una temperatura menor de 50 °C proporciona un efecto pequeño en la mejora de la adherencia. Si la temperatura de precalentamiento es mayor de 200 °C, el fluido de recubrimiento aplicado (recubrimiento aplicado) tiene una viscosidad disminuida, haciendo de este modo difícil formar un recubrimiento de lubricante sólido con un espesor suficiente, y de hecho se disminuye la adherencia del recubrimiento. La duración del precalentamiento puede determinarse de acuerdo con el tamaño de la junta roscada para tuberías de acero, y es preferible que la temperatura de la superficie de recubrimiento se mantenga en el intervalo mencionado anteriormente a lo largo de toda la aplicación del recubrimiento. Sin embargo, puede lograrse algún efecto en la mejora de la adherencia incluso si la temperatura inmediatamente anterior al inicio de la aplicación del recubrimiento está en el intervalo descrito anteriormente sin la retención de temperatura subsiguiente durante la aplicación del recubrimiento.

Tanto el precalentamiento como el calentamiento tras la aplicación del recubrimiento pueden realizarse por un método habitual conocido, tal como el calentamiento en horno o calentamiento con aire caliente. Con el fin de calentar una caja, es eficaz y económico calentarla en un horno de calentamiento para mantener la superficie a una temperatura predeterminada. Una espiga puede calentarse insertando solamente la parte de extremo roscada en un horno de calentamiento o calentándolo con aire caliente para mantener la superficie a una temperatura predeterminada. Para el calentamiento de etapas múltiples mencionado anteriormente, ya que es necesario controlar la temperatura dentro de un cierto intervalo, el calentamiento es preferentemente mediante calentamiento en horno. No se limita la atmósfera en el horno y el aire atmosférico es suficiente.

Cuando se seca un recubrimiento aplicado mediante el calentamiento de etapas múltiples mencionado anteriormente, 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 expresada como una dureza de la escala M de Rockwell prescrita por la norma JIS-K7202 (a continuación en el presente documento denominada simplemente dureza M de Rockwell). Un recubrimiento que tenga una dureza M de Rockwell menor de 70 puede provocar un aumento rápido en la cantidad de desgaste cuando se somete a la fricción de deslizamiento que se produce durante el apriete y aflojamiento repetidos de la junta roscada, dando como resultado una resistencia al gripado insuficiente. Si esta dureza del recubrimiento es mayor de 140, el desgaste es demasiado ligero para proporcionar partículas de desgaste en la superficie de contacto en una cantidad suficiente para evitar el gripado de la superficie. En vista de la resistencia al gripado, la dureza M de Rockwell 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 mediante un método de secado convencional de calentamiento de una etapa tiene una dureza M de Rockwell del orden de 50. De acuerdo con la presente invención, es posible que una junta roscada para tuberías de acero tenga un recubrimiento de lubricante sólido que contenga disulfuro de molibdeno y/o disulfuro de tungsteno como polvo lubricante para tener una dureza de recubrimiento mayor que esté en el intervalo de 70 - 140 de dureza M de Rockwell.

Se desea que el recubrimiento de lubricante sólido formado en una junta roscada para tuberías de acero tenga una excelente adherencia. Esto se debe a que el recubrimiento se somete a una tensión de corte bajo una carga elevada durante el apriete y aflojamiento de la junta, y si la adherencia es baja, el recubrimiento termina despegándose y fallando para mostrar un efecto antigripado suficiente.

Hay diversos métodos para evaluar la adherencia de un recubrimiento. Un método simple y bien conocido es el denominado ensayo de corte de rejilla (despegado de cinta adhesiva). Sin embargo, este método no puede emplearse para ensayar un recubrimiento de lubricante sólido de una junta roscada, ya que la adherencia deseada para la misma es mucho mayor que el nivel que puede medirse mediante el ensayo de corte de rejilla.

Los autores de la presente invención descubrieron que la adherencia (resistencia al despegado) de un recubrimiento de lubricante sólido formado en una junta roscada puede evaluarse cuantitativamente mediante la fuerza adhesiva medida por el método SAICAS (Surface And Interfacial Cutting Analysis System, Sistema de Análisis de Corte Superficial e Interfacial) detallado en la publicación en lengua japonesa, "Toso Gijutsu (Técnica de Recubrimiento)", de abril de 1995, págs. 123-135 y que cuando esta fuerza adhesiva de un recubrimiento de lubricante sólido es de al menos un valor determinado, se evita que el recubrimiento se despegue durante el apriete y aflojamiento incluso si tiene una dureza elevada.

De acuerdo con el método SAICAS, se fuerza un borde de corte afilado 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 de este modo el recubrimiento oblicuamente desde la superficie a la superficie de contacto con el sustrato. Después de que el borde alcance la superficie de contacto, la carga aplicada se ajusta de manera que se permite

5 que el borde de corte se mueva horizontalmente a lo largo de la superficie de contacto. La fuerza adhesiva del recubrimiento puede determinarse como la fuerza de despegado por el ancho de despegado (ancho del borde de corte) (N/m) requerido para despegar el recubrimiento mientras que el borde se mueve a lo largo de la superficie de contacto. Un dispositivo de medición para el método SAICAS se comercializa en el mercado por Daipia-Wintes bajo el nombre comercial SAICAS.

10 En una realización preferida de la presente invención, un recubrimiento de lubricante sólido formado en la superficie de contacto de una junta roscada como un sustrato tiene una fuerza adhesiva de al menos 500 N/m tal como se mide por el método SAICAS. Si la fuerza adhesiva del recubrimiento al sustrato es menor de 500 N/m, el recubrimiento puede que no muestre un efecto antigripado suficiente.

15 Un recubrimiento de lubricante sólido que se ha secado mediante un calentamiento de etapas múltiples de acuerdo con la realización mencionada anteriormente de la presente invención tiende a mostrar una fuerza adhesiva mejorada comparada con la de un recubrimiento similar que se ha secado de una manera convencional. La fuerza adhesiva puede mejorarse adicionalmente realizando la formación de rugosidad superficial anteriormente mencionada y/o el precalentamiento del sustrato, si es necesario.

20 Aunque puede aplicarse un recubrimiento de lubricante sólido a la superficie de contacto tanto de la espiga como de la caja, los objetos de la presente invención pueden lograrse aplicando el recubrimiento a solo uno de estos elementos, y esto es ventajoso en términos de coste. En tales casos, el recubrimiento de lubricante sólido se forma mediante una operación relativamente fácil si se forma en la superficie de contacto de una caja, que es más corta. El otro elemento de junta (preferentemente una espiga), al que no se aplica el recubrimiento de lubricante sólido, puede quedar sin recubrir. En particular, cuando la espiga y la caja se aprietan de manera temporal entre sí antes del transporte como se muestra en la figura 1, puede evitarse que el otro elemento de junta, por ejemplo la espiga, se oxide incluso si su superficie de contacto está sin recubrir (por ejemplo, incluso si está tal como se ha mecanizado),

25 ya que la superficie de contacto de la espiga se pone en estrecho contacto con el recubrimiento formado en la superficie de contacto de la caja mediante el apriete temporal. El recubrimiento de lubricante sólido puede aplicarse solo a una parte de la superficie de contacto, en particular solo a la parte de contacto metálica.

30 Sin embargo, cuando se conecta una caja a una espiga de una tubería de acero en un extremo de la tubería como se muestra en la figura 1, la otra espiga de la tubería de acero que está situada en el extremo opuesto de la tubería y la mitad no conectada de la caja permanecen expuestas a la atmósfera. Estas superficies de contacto expuestas de la espiga y de la caja pueden someterse a un tratamiento superficial adecuado para proporcionar una prevención contra 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 junta mencionado anteriormente.

35 Una junta roscada para tuberías de acero de acuerdo con la presente invención puede apretarse sin la aplicación de una grasa compuesta, pero, si se desea, puede aplicarse un aceite al recubrimiento de lubricante sólido o a la superficie de contacto del elemento de acoplamiento que debe conectarse. En este último caso, el aceite que se aplica no está limitado, y puede usarse cualquiera de entre un aceite mineral, un aceite de éster sintético y un aceite animal o vegetal. Se pueden añadir al aceite diversos aditivos tales como un agente de prevención de la oxidación y un agente de presión extrema que se han usado convencionalmente para aceites lubricantes. Si tal aditivo es un líquido, puede usarse solo como un aceite que debe aplicarse.

40 Los agentes de prevención de la oxidación útiles incluyen sulfonatos de metal básicos, fenatos de metal básicos, carboxilatos de metal básicos y similares. Como un agente de presión extrema, pueden usarse agentes conocidos tales como aquellos que contienen sulfuros, fosforos o cloruros y sales organometálicas. Además, pueden añadirse al aceite otros aditivos tales como un antioxidante, un depresor del punto de fluidez y un mejorante del índice de viscosidad.

45 La presente invención proporciona una junta roscada para tuberías de acero que tiene un recubrimiento de lubricante sólido en la superficie de contacto de la misma, mostrando el recubrimiento unas propiedades de resistencia al gripado, de estanqueidad a gases, de resistencia al desgaste y de prevención de la oxidación mejoradas. Como resultado, la junta roscada puede inhibirse del gripado durante el apriete y aflojamiento repetidos sin la aplicación de una grasa compuesta. Este efecto se mantiene cuando la junta se usa para taladrar un pozo de petróleo en crudo en un entorno de alta temperatura como un pozo petrolífero profundo de alta temperatura o un pozo petrolífero de inyección de vapor, o resiste cuando la junta roscada se deja en el exterior durante un periodo prolongado antes del uso de la junta en un emplazamiento de perforación.

Ejemplos

La presente invención se describirá con todo detalle mediante los ejemplos siguientes. Estos ejemplos son puramente con fines ilustrativos y no se pretende que limiten la presente invención. En la siguiente descripción, la superficie de contacto de una espiga se denomina superficie de espiga, y la superficie de contacto de una caja se denomina superficie de caja.

Ejemplos 1 - 7 (no de acuerdo con la invención) y ejemplos comparativos 1 - 4 (no de acuerdo con la invención)

La superficie de espiga y la superficie de caja de una junta roscada para tuberías de acero [diámetro exterior: 178 mm (7 pulgadas), espesor de pared: 10,4 mm (0,408 pulgadas)] fabricadas de un material seleccionado a partir de un acero A al carbono, un acero B al Cr-Mo, un acero C al 13% de Cr y un acero D de alta aleación, teniendo cada una de los mismos una composición mostrada en la tabla 1 (el gripado se produce más fácilmente con D y el gripado se hace sucesivamente 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 números del 1 a 5, según se describe a continuación para cada ejemplo. La tabla 2 muestra la rugosidad superficial en R_{max} (R) de la superficie pretratada y el espesor (t) de una capa de recubrimiento primaria (recubrimiento de pretratamiento), así como el espesor (t) de un recubrimiento lubricante, y la relación de masa de un polvo lubricante con respecto a una resina (M) (aglutinante). En estos ejemplos, se aplicó el pretratamiento a la superficie de contacto tanto de la espiga como de la caja, pero solo se formó un recubrimiento de lubricante sólido en una de entre la superficie de espiga o la superficie de caja. A la superficie de espiga o la superficie de caja en la que no se formó un recubrimiento de lubricante sólido, se le aplicó un aceite antioxidante común, disponible comercialmente, que no contenía polvo de metales pesados con el fin de evitar que se oxidara la superficie. El ensayo de apriete y aflojamiento se realizó sin retirar el aceite antioxidante.

El fluido de recubrimiento que se usó para formar el recubrimiento de lubricante sólido fue una dispersión en la que un polvo lubricante se dispersó en una solución de una resina disuelta en un disolvente. El disolvente que se usó fue 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 anterior a la aplicación del fluido de recubrimiento y el calentamiento para el secado tras la aplicación se realizaron ambos 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 que se aplicara el fluido de recubrimiento), y las condiciones de calentamiento para el secado del recubrimiento aplicado después de que se aplicara el fluido (temperatura x duración del calentamiento para la primera etapa de calentamiento y la segunda etapa de calentamiento).

Las mismas combinaciones de pretratamiento y formación de un recubrimiento de lubricante sólido que se muestran en la tabla 2 se realizaron, por separado, en una placa 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. De este modo, el pretratamiento que se realizó era el mismo que el realizado en la superficie de contacto del elemento en el que se formó un recubrimiento de lubricante sólido (es decir, la caja para los números 1 a 4 y la espiga para el número 5 en la tabla 2). Se midió la fuerza adhesiva y la dureza del recubrimiento de lubricante sólido resultante. La fuerza adhesiva del recubrimiento se midió usando un dispositivo de medición SAICAS BN-1 fabricado por Daipla-Wintex. La dureza del recubrimiento se midió en términos de la escala M de Rockwell de acuerdo con la norma JIS-K7202. Los resultados de estas mediciones también se muestran en la tabla 3.

Usando una junta roscada que se había sometido a tratamiento superficial como se ha descrito anteriormente, se realizó un ensayo repitiendo las operaciones de apriete y aflojamiento hasta 20 veces de la manera mostrada en la tabla 4 mientras se examinaba la aparición de agarrotamiento o gripado. De este modo, como se muestra en la tabla 4, se realizó el apriete y aflojamiento a temperatura ambiente para las ejecuciones primera a cuarta, sexta a decimocuarta y decimosexta a vigésima de la operación, y para las ejecuciones quinta y decimoquinta, después de realizar el apriete, la junta roscada se sometió a calentamiento durante 24 horas a 350 °C y, a continuación, se enfrió antes de realizar el aflojamiento a temperatura ambiente. Las condiciones de apriete y aflojamiento corresponden a las condiciones de uso para una junta roscada resistente al calor. La velocidad de apriete fue de 10 rpm y el par de apriete fue de 14019 N-m. Los resultados de la aparición de agarrotamiento o gripado se muestran en la tabla 5.

ES 2 425 270 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
Tipo de acero	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
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	Espiga	Molienda (R=3)	Ninguno
	Caja	Chorroado con arena (R=31)	Resina PAI ¹⁾ + MoS ₂ (M=4,0; t=30)
2	Espiga	Molienda (R=3)	Ninguno
	Caja	1. Molienda (R=4) 2. Fosfatado con Mn (t=15, R=20)	Resina epoxi + MoS ₂ + Grafito (M=4,0; t=28)
3	Espiga	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	Espiga	Molienda (R=4)	Ninguno
	Caja	1. Molienda (R=4) 2. Recubrimiento de aleación de Zn-Fe (t=7, R=18)	Resina PAI ¹⁾ + MoS ₂ (M=4,0; t=20)
5	Espiga	1. Molienda (R=4) 2. Fosfatado con Zn (t=15, R=20)	Resina PAI ¹⁾ + MoS ₂ (M=4,0; t=28)
	Caja	1. Molienda (R=4) 2. Fosfatado con Mn (t=10, R=10)	Ninguno

(Notas)
 Resina PAI¹⁾ = Resina de poliamidaimida;
 "R" indica una rugosidad superficial, R_{max} (µm);
 "t" indica el espesor de un recubrimiento (µm); y
 "M" indica la relación de masa del polvo lubricante con respecto al aglutinante.

Tabla 3

	Nº	Tipo de acero	Número de tratamiento superficial en tabla 2	Temperatura (°C) de superficie precalentada	Condiciones de calentamiento temp. x duración (°C x minutos)		Dureza del recubrimiento en la escala M de Rockwell	Fuerza adhesiva SAICAS (N/m) ¹
EJEMPLO	1	A	Nº 1	60	1ª: 100x30 2ª: 260x30		125	9820
	2	A	Nº 1	100	1ª: 100x30 2ª: 260x30		110	12010
	3	B	Nº 2	130	1ª: 100x30 2ª: 230x30		125	10520
	Nº	Tipo de acero	Número de tratamiento superficial en tabla 2	Temperatura (°C) de superficie precalentada	Condiciones de calentamiento temp. x duración (°C x minutos)		Dureza del recubrimiento en la escala M de Rockwell	Fuerza adhesiva SAICAS (N/m) ¹
	4	B	Nº 2	130	1ª: 70x30 2ª: 230x30		100	6840
	5	C	Nº 3	180	1ª: 80x20 2ª: 170x60		95	2570
	6	D	Nº 4	100	1ª: 80x30 2ª: 170x40		80	11470
COMPARATIVO	7	A	Nº 5	100	1ª: 140x20 2ª: 280x30		130	12470
	1	A	Nº 2	175		150x50	60	460
	2	A	Nº 1	180		240x50	50 ~ 125	240 ~ 10500
	3	A	Nº 2	130	1ª: 50x30 2ª: 230x30		65 ~ 100	320 ~ 6900
	4	A	Nº 1	Ninguno	1ª: 100x20 2ª: 410x30		60	350

¹ La fuerza adhesiva en los ejemplos comparativos 2 y 3 fluctuó mucho

Tabla 4

1ª a 4ª vez	apriete y aflojamiento a temperatura ambiente
5ª vez	después de apriete a temperatura ambiente, calentamiento durante 24 horas a 350 °C, a continuación refrigeración a temperatura ambiente, y aflojamiento
6ª a 14ª vez	apriete y aflojamiento a temperatura ambiente
15ª vez	después de apriete a temperatura ambiente, calentamiento durante 24 horas a 350 °C, a continuación refrigeración a temperatura ambiente, y aflojamiento
16ª a 20ª vez	apriete y aflojamiento a temperatura ambiente

Tabla 5

Nº de ejemplo ¹⁾	Aparición de agarrotamiento o gripado ¹⁾ en la ejecución del apriete numerada debajo																			
	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	Δ	Δ	Δ	Δ
Ej. 5	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
Ej. 6	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
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	Δ	x	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ej. Comp. 2	O	O	O	O	Δ	x	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Nº de ejemplo ¹⁾	Aparición de agarrotamiento o gripado ¹⁾ en la ejecución del apriete numerada debajo																			
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ej. Comp. 3	O	O	O	O	O	O	Δ	Δ	x	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ej. Comp. 4	Δ	x	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
(Notas) ¹⁾ O: No agarrotamiento; Δ: Ligero agarrotamiento (reparable); x: Gripado (irreparable); -: No realizado.																				

(Ejemplo 1)

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

10 La superficie de caja se trató previamente mediante chorreado con arena #60 con el fin de tener una rugosidad superficial de 31 μm. A continuación de lo anterior, la caja se precalentó a 60 °C y se formó en la superficie de contacto un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno y que tenía un espesor de 30 μm. El recubrimiento de lubricante sólido contenía disulfuro de molibdeno con una relación de masa de disulfuro de molibdeno con respecto a la resina de poliamidaimida de 4:1. Se realizó el secado del recubrimiento aplicado mediante una primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 100 °C y, tras la refrigeración a temperatura ambiente, mediante una segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 260 °C.

La superficie de espiga se trató solamente mediante molienda mecánica (rugosidad superficial: 3 μm).

20 En los siguientes ejemplos, no se indican los datos mostrados en la tabla 2.

(Ejemplo 2)

25 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1 excepto que la temperatura a la que se precalentó la caja antes del recubrimiento se cambió de 60 °C a 100 °C y las condiciones para el calentamiento tras la aplicación se cambiaron de tal manera que la primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 100 °C se siguió directamente por la segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 260 °C sin refrigeración.

(Ejemplo 3)

30 Una junta roscada fabricada de acero al Cr-Mo de tipo B mostrado en la tabla 1 se sometió al siguiente tratamiento superficial.

5 La superficie de caja se trató previamente, tras la molienda mecánica, mediante la formación en la misma de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso. A continuación de lo anterior, la caja se precalentó a 130 °C y se formó en la superficie un recubrimiento de lubricante sólido de una resina epoxi que contenía un polvo lubricante de una mezcla de disulfuro de molibdeno y grafito (relación de masa = 9:1). Se realizó el secado del recubrimiento aplicado mediante una primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 100 °C y, tras la refrigeración a temperatura ambiente, mediante una segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 230 °C.

La superficie de espiga se trató solamente mediante molienda mecánica.

10 (Ejemplo 4)

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

15 (Ejemplo 5)

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

20 La superficie de caja se trató previamente, tras la molienda mecánica, mediante electrometalizado para formar un recubrimiento de cobre. A continuación de lo anterior, la caja se precalentó a 180 °C, y se formó en la superficie de caja un recubrimiento de lubricante sólido de una resina fenólica que contenía un polvo lubricante de disulfuro de tungsteno. Se realizó el secado del recubrimiento aplicado mediante una primera etapa de calentamiento durante 20 minutos a 80 °C y, tras la refrigeración a temperatura ambiente, mediante una segunda etapa de calentamiento durante 60 minutos a 170 °C.

La superficie de espiga se trató solamente mediante molienda mecánica.

30 (Ejemplo 6)

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

35 La superficie de caja se trató previamente, tras la molienda mecánica, mediante metalizado por chorro para formar un recubrimiento de aleación de cinc-hierro. A continuación de lo anterior, la caja se precalentó a 100 °C y se formó en la superficie de caja un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno. Se realizó el secado del recubrimiento aplicado mediante una primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 80 °C y, tras la refrigeración a temperatura ambiente, mediante una segunda etapa de calentamiento durante 40 minutos a 170 °C.

40 La superficie de espiga se trató solamente mediante molienda mecánica.

(Ejemplo 7)

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

50 La superficie de caja se sometió solamente a un pretratamiento que se realizó mediante molienda mecánica y, a continuación, mediante la formación en la misma de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso.

55 La superficie de espiga se trató previamente, tras la molienda mecánica, mediante la formación en la misma de un recubrimiento por conversión química con fosfato de cinc. A continuación de lo anterior, solo la parte de espiga se colocó en un horno de calentamiento para precalentarla a 100 °C, y se formó en la superficie de espiga un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno. Se realizó el secado del recubrimiento aplicado mediante una primera etapa de calentamiento durante 20 minutos a 140 °C y, tras la refrigeración a temperatura ambiente, mediante una segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 280 °C, mientras que solo la parte de espiga se colocó en un horno de calentamiento durante el calentamiento.

60 Como puede observarse en la tabla 3, el recubrimiento de lubricante sólido formado en cada uno de los ejemplos 1 a 7 se endureció y tenía una dureza M de Rockwell de al menos 80. También tenía una fuerza adhesiva satisfactoria de al menos 2500 N/m como se midió con el método SAICAS. La comparación entre los ejemplos 1 y 2 muestra que una temperatura de precalentamiento más alta en el ejemplo 2 dio como resultado una dureza del recubrimiento ligeramente disminuida pero una fuerza adhesiva mejorada. La comparación entre los ejemplos 3 y 4 muestra que una temperatura más alta en la primera etapa de calentamiento en el ejemplo 3 dio como resultado un valor más alto

tanto en la dureza del recubrimiento como en la fuerza adhesiva debido a un secado más completo del recubrimiento.

5 La tabla 5 muestra que en algunas de las juntas roscadas de los ejemplos 1 - 7 se produjo un ligero agarrotamiento en las ejecuciones 15ª y siguientes de un ensayo de apriete y aflojamiento repetidos que simulaba un pozo petrolífero de alta temperatura, pero incluso en tales casos, el apriete y aflojamiento pudo repetirse 20 veces por la preparación superficial en todos los ejemplos sin problemas con respecto a la estanqueidad a gases. 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 de agarrotamiento y gripado. Si el mismo recubrimiento de lubricante sólido que en los ejemplos 5 o 6 se formase en 10 una junta roscada de acero de tipo A o B, se supone que no se produciría ningún agarrotamiento. En el ejemplo 4, ya que la temperatura de la primera etapa de calentamiento fue inferior a la establecida anteriormente, el recubrimiento resultante tuvo una dureza ligeramente menor, y por lo tanto se produjo un ligero agarrotamiento en las ejecuciones 17ª y siguientes.

15 (Ejemplo comparativo 1)

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

20 La superficie de caja se trató previamente, tras la molienda mecánica, mediante la formación en la misma de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso. A continuación de lo anterior, la caja se precalentó a 175 °C y se formó en la superficie de caja un recubrimiento de lubricante sólido de una resina epoxi que contenía un polvo lubricante de una mezcla de disulfuro de molibdeno y grafito (relación de masa = 9:1). Se realizó el secado del recubrimiento aplicado mediante una etapa de calentamiento durante 50 minutos a 150 °C.

25 La superficie de espiga se trató solamente mediante molienda mecánica.

30 Como se muestra en la tabla 5, en el ensayo de apriete y aflojamiento, se produjo un ligero agarrotamiento en la primera ejecución. Se procedió al apriete y aflojamiento para la segunda ejecución tras la preparación superficial, pero se produjo gripado (agarrotamiento severo) hasta tal punto que el aflojamiento se hizo imposible, de manera que se puso fin al ensayo.

35 Este ejemplo corresponde a un caso en el que solo se realizó la primera etapa de calentamiento de la presente invención para el secado. En este caso, aunque el disolvente y la humedad se evaporaron hasta cierto punto del interior del recubrimiento, la evaporación no fue completa ya que no se realizó la segunda etapa de calentamiento, y el recubrimiento resultante tenía una dureza menor. Además, aunque se realizó el precalentamiento, la fuerza adhesiva también fue insuficiente. Por lo tanto, la dureza y la fuerza adhesiva insuficientes del recubrimiento de lubricante sólido parecían ser responsables de la aparición prematura del gripado.

40 (Ejemplo comparativo 2)

Se repitió el procedimiento del ejemplo 1 excepto que la temperatura de precalentamiento se elevó a 180 °C y la aplicación del recubrimiento se siguió de un calentamiento que se realizó mediante una etapa de calentamiento durante 50 minutos a 240 °C.

45 Como se muestra en la tabla 5, en el ensayo de apriete y aflojamiento, se produjo un ligero agarrotamiento en la quinta ejecución. Se procedió al apriete y aflojamiento para la sexta ejecución tras la preparación superficial, pero se produjo gripado en la sexta ejecución, de manera que se puso fin al ensayo.

50 Este ejemplo ilustra un método de calentamiento convencional y corresponde a un caso en el que solo se realiza la segunda etapa de calentamiento de la presente invención. En este caso, ya que no se realizó una primera etapa de calentamiento a una temperatura más baja, el recubrimiento húmedo se solidificó rápidamente, y el disolvente y la humedad se confinaron dentro del recubrimiento, provocando de este modo una gran fluctuación en la dureza y en la fuerza adhesiva del recubrimiento de lubricante sólido resultante. Como resultado, se cree que el gripado se produjo 55 fácilmente.

(Ejemplo comparativo 3)

60 Se repitió el procedimiento del ejemplo comparativo 1 excepto que la temperatura de precalentamiento se disminuyó a 130 °C y la aplicación del recubrimiento se siguió de un calentamiento que se realizó mediante una primera etapa de calentamiento durante 30 minutos a 50 °C y, tras la refrigeración a temperatura ambiente, mediante un segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 230 °C.

65 Como se muestra en la tabla 5, en el ensayo de apriete y aflojamiento, se produjo un ligero agarrotamiento en la séptima ejecución. Se procedió al apriete y aflojamiento para la octava ejecución tras la preparación superficial, pero se produjo gripado en la novena ejecución, de manera que se puso fin al ensayo. Ya que la temperatura para la

primera etapa de calentamiento fue demasiado baja, se supone que la evaporación del disolvente y la humedad del interior del recubrimiento que se estaba solidificando se hizo insuficiente, y como en el caso del ejemplo comparativo 2 que corresponde a un método de calentamiento convencional, la dureza y la fuerza adhesiva del recubrimiento de lubricante sólido resultante fluctuó localmente, provocando de este modo el gripado.

5 (Ejemplo comparativo 4)

10 Se repitió el procedimiento del ejemplo 1 excepto que no se precalentó la caja pretratada y la aplicación del recubrimiento se siguió de un calentamiento que se realizó mediante una primera etapa de calentamiento durante 20 minutos a 100 °C y, tras la refrigeración a temperatura ambiente, mediante una segunda etapa de calentamiento durante 30 minutos a 410 °C.

15 Como se muestra en la tabla 5, en el ensayo de apriete y aflojamiento, se produjo un ligero agarrotamiento en la primera ejecución. Se procedió al apriete y aflojamiento para la segunda ejecución tras la preparación superficial, pero se produjo gripado hasta tal punto que el aflojamiento se hizo imposible, de manera que se puso fin al ensayo.

20 Este resultado parece deberse a la temperatura para la segunda etapa de calentamiento, que era demasiado alta, por lo que la evaporación del disolvente y de la humedad del interior del recubrimiento de lubricante sólido se hizo insuficiente y el propio recubrimiento de lubricante sólido se convirtió en blando y se despegó rápidamente durante el apriete en la primera ejecución.

(Ejemplos 8 - 15 y ejemplos comparativos 5 - 6 ejemplo 15 y ejemplos comparativos 5 y 6 que caen fuera del alcance de la invención)

25 La superficie de espiga y la superficie de caja de una junta roscada para tuberías de acero [diámetro exterior: 178 mm (7 pulgadas), espesor de pared: 10,4 mm (0,408 pulgadas)] fabricadas de un material seleccionado a partir de un acero A al carbono, un acero B al Cr-Mo, un acero C al 13% de Cr, y un acero D de alta aleación, teniendo cada una de las mismas una composición mostrada en la tabla 1, se sometieron a una de las combinaciones de tratamiento superficial (pretratamiento superficial y formación de un recubrimiento de lubricante sólido) mostradas en la tabla 6. Los detalles del tratamiento superficial se describen a continuación para cada ejemplo.

30 Tal como se describe a continuación, en estos ejemplos y ejemplos comparativos, se formó un recubrimiento de lubricante sólido solamente en la superficie de caja, mientras que la superficie de espiga estaba o en un estado tal como se había mecanizado o, a continuación de lo anterior, recubierta solo con una capa de recubrimiento primaria. Se aplicó a la superficie de espiga un aceite antioxidante común disponible comercialmente que no contenía polvo de metales pesados con el fin de evitar que se oxidara la superficie. Debe entenderse por los expertos en la materia que si se hubiera formado el recubrimiento de lubricante sólido solo en la superficie de espiga, se habrían obtenido los mismos resultados.

40 La tabla 6 muestra los datos del pretratamiento, es decir, la rugosidad superficial en R_{max} (R) del sustrato de acero y el espesor (t) de una capa de recubrimiento primaria, tanto para la espiga como para la caja, así como la constitución de un recubrimiento de lubricante sólido, es decir, la resina específica (aglutinante), el polvo lubricante, y las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta que se usaron, la relación de masa de polvo lubricante con respecto a la resina (M) y la relación de masa (partes de masa) de las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta con respecto a 100 partes de resina (U) en el recubrimiento de lubricante sólido, el diámetro medio de partícula de las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta (P), y el espesor (t) del recubrimiento de lubricante sólido.

El polvo lubricante que se usó tenía el siguiente diámetro medio de partícula:

50	Polvo de disulfuro de molibdeno (MoS_2):	15 μm
	Polvo de disulfuro de tungsteno (WS_2):	4 μm
	Polvo de grafito:	1 μm
	Polvo de nitruro de boro (BN):	2 μm
55	Polvo de PTFE:	0,8 μm

60 Usando una junta roscada que se trató como se ha descrito anteriormente en la que se formó un recubrimiento de lubricante sólido en la superficie de la caja pretratada y se aplicó un aceite a la superficie de espiga pretratada, la espiga y la caja se conectaron sin aplicar una fuerza de ajuste (par) y la junta se sometió a un ensayo de exposición a exteriores (temperatura promedio: 28 - 33 °C y humedad relativa promedio: 60 - 70%) durante 3 meses, mientras que la espiga y la caja estaban conectadas como anteriormente. Después de 3 meses, la espiga y la caja se desapretaron, y la caja se examinó para el agrietamiento del recubrimiento de lubricante sólido formado en la superficie de caja y para la oxidación de la superficie de caja.

65 Además, usando la junta roscada que se había sometido al ensayo de exposición a exteriores, el apriete y aflojamiento se repitieron hasta 20 veces a temperatura ambiente, sin retirar el aceite aplicado a la superficie de

espiga, para examinar la aparición de agarrotamiento o gripado. Este ensayo se realizó con una velocidad de apriete de 10 rpm y un par de apriete de 14019 N-m. La tabla 7 muestra los resultados de la aparición de agarrotamiento o gripado (en las ejecuciones sexta y siguientes) y del agrietamiento del recubrimiento y la oxidación de la superficie de contacto.

5

Tabla 6

T I P O	Nº	1TA	Espiga		Caja	
			Pretratamiento	Recubrimiento	Pretratamiento	Recubrimiento de lubricante sólido
E J E M P L O S	8	A	Molienda, R=2	Aceite ³	Chorreado con arena, R=15	Resina ₃ PAI, t=28 MoS ₂ (M=3,8) TiO ₂ (U=10,2; P=0,03)
	9	A	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Zn, t=15	Aceite ³	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Mn, t=22	Resina PAI, t=27 MoS ₂ (M=3,8) ZnO (U=10,2; P=0,02)
	10	B	Molienda, R=2	Aceite ³	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Mn, t=24	Resina epoxi, t=22 WS ₂ (M=1,0) Fe ₃ O ₄ (U=5,1; P=0,05)
	11	C	Molienda, R=2	Aceite ³	1. Molienda, R=3 2. Metalizado con Cu, t=6	Resina fenólica, t=28 MoS ₂ + grafito (M=4,0) TiO ₂ (U=25,4. P=0,01)
	12	D	1. Molienda, R=3 2. Recubrimiento de aleación Zn-Fe, t=6	Aceite ³	1. Molienda, R=3 2. Recubrimiento de aleación Zn-Fe, t=7	Resina PAI, t=28 BN (M=4,5) ZnO (U=47,5; P=0,005)
	13	A	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Zn, t=15	Aceite ³	Molienda, R=3	Resina PAI, E=25 MoS ₂ + PTFE (M=1,0) TiO ₂ (U=60,9; P=0,03)
	14	A	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Zn, t=15	Aceite ³	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Mn, t=21	Resina PAI, t=28 MoS ₂ (M=3,8) TiO ₂ (P=0,03) + ZnO (P=0,015) (U=0,08)
	15	A	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Zn, t=15	Aceite ³	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Mn, t=19	Resina PAI, t=28 MoS ₂ (M=3,8) BaSO ₄ (U=10,2, P=1,00)

T I P O	Nº	1TA	Espiga		Caja	
			Pretratamiento	Recubrimiento	Pretratamiento	Recubrimiento de lubricante sólido
2C O M P	5	A	Molienda, R=3	Aceite ³	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Mn, t=18	Resina PAI, t=30 MoS ₂ (M=4.0)
	6	A	Molienda, R=3	Aceite ³	1. Molienda, R=3 2. Fosfatado con Mn, t=18	Resina PAI, t=28 TiO ₂ (U=1,0; P=0,03)

(Notas) ¹TA: Tipo de acero; ²COMP = Ejemplos comparativos;
³Aceite: aceite antioxidante disponible en el mercado;
⁴Resina PAI = resina de poliamidaimida;
“R” indica una rugosidad superficial, Rmax (µm);
“t” indica el espesor de un recubrimiento (µm);
“M” indica la relación de masa del polvo lubricante con respecto al aglutinante;
“U” indica la relación de masa de las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta con respecto a 100 partes de resina; y
“P” indica el diámetro medio de partícula de las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta.

Tabla 7

Nº de ejemplo ³⁾	Aparición de agarrotamiento o gripado ¹⁾ en la ejecución numerada debajo															Aparición ²⁾	
	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	Agrietamientos	Oxidación
Ej. 8	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. 9	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. 10	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. 11	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. 12	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O
Ej. 13	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	Δ	Δ	Δ	O	O
Ej. 14	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	Δ	Δ	Δ	Δ	O
Ej. 15	O	O	O	O	O	O	O	O	O	O	Δ	Δ	Δ	x	-	Δ	O
Ej. Comp. 5	O	Δ	Δ	Δ	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	x	X
Ej. Comp. 6	x en la 1ª ejecución.					-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	O	O

¹⁾O: No agarrotamiento ni gripado; Δ: Ligero agarrotamiento (reparable);
x: Gripado (irreparable); -: no realizado.
²⁾Aparición de agrietamientos: O: No agrietamientos; Δ: Ligeros agrietamientos; x: Agrietamientos notables
Aparición de oxidación: O: No oxidación; Δ: Ligera oxidación pero no problemática;
x: oxidación notable (problemática).
³⁾ Ej: Ejemplo; Ej. Comp.: Ejemplo comparativo

5 (Ejemplo 8)

Una junta roscada fabricada de un acero al carbono que tenía una composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

- 10 La superficie de caja se trató previamente por chorreado de arena con arena #80 para tener una rugosidad superficial de 15 µm. Un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo

5 lubricante de disulfuro de molibdeno y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de óxido de titanio que tenían un diámetro medio de partícula de 0,03 µm se formó en la superficie de caja. El recubrimiento de lubricante sólido tenía un espesor de 28 µm, y contenía el polvo lubricante con una relación de masa de 3,8 con respecto a la resina, y las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta con una relación de masa de 10,2 con respecto a 100 partes de la resina. El recubrimiento aplicado se secó mediante calentamiento durante 30 minutos a 260 °C para endurecer el recubrimiento resultante.

La superficie de espiga estaba en un estado de mecanizado producido por molienda (rugosidad de superficie: 2 µm).

10 En los siguientes ejemplos, no se indican los datos mostrados en la tabla 6.

(Ejemplo 9)

15 Una junta roscada fabricada de un acero al carbono que tenía una composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

20 La superficie de caja se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso en esa superficie. Un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de óxido de cinc se formó en la capa de recubrimiento primaria de la misma manera que en el ejemplo 8.

25 La superficie de espiga se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de cinc en esa superficie.

(Ejemplo 10)

30 Una junta roscada fabricada de un acero al Cr-Mo que tenía una composición B se sometió al siguiente tratamiento superficial.

35 La superficie de caja se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso en esa superficie. Un recubrimiento de lubricante sólido de una resina epoxi que contenía un polvo lubricante de disulfuro de tungsteno y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de óxido de hierro se formó en la capa de recubrimiento primaria de la misma manera que en el ejemplo 8, excepto que la temperatura de calentamiento se cambió a 230 °C.

La superficie de espiga estaba en un estado de mecanizado producido por molienda.

(Ejemplo 11)

40 Una junta roscada fabricada de un acero al 13% de Cr que tenía una composición C se sometió al siguiente tratamiento superficial.

45 La superficie de caja se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante electrometalizado para formar un recubrimiento de cobre. Un recubrimiento de lubricante sólido de una resina fenólica que contenía un polvo lubricante de una mezcla de disulfuro de molibdeno y grafito y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de óxido de titanio se formó en la capa de recubrimiento primaria de la misma manera que en el ejemplo 8, excepto que la temperatura de calentamiento se cambió a 170 °C.

50 La superficie de espiga estaba en un estado de mecanizado producido por molienda.

(Ejemplo 12)

55 Una junta roscada fabricada de un acero de alta aleación que tenía una composición D se sometió al siguiente tratamiento superficial.

60 La superficie de caja se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante metalizado por chorro para formar un recubrimiento de aleación de cinc-hierro. Un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de nitrato de boro y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de óxido de cinc se formó en la capa de recubrimiento primaria de la misma manera que en el ejemplo 8.

La superficie de espiga se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante metalizado por chorro para formar un recubrimiento de aleación de cinc-hierro en esa superficie.

65

(Ejemplo 13)

Una junta roscada fabricada de un acero al carbono que tenía una composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

5 Después de que la superficie de caja se tratara previamente mediante molienda mecánica, un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de una mezcla de disulfuro de molibdeno y PTFE y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de óxido de titanio se formó en la superficie de la misma manera que en el ejemplo 8.

10 La superficie de espiga se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de cinc en esa superficie.

(Ejemplo 14)

15 Una junta roscada fabricada de un acero al carbono que tenía una composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

20 La superficie de caja se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso en esa superficie. Un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de una mezcla de óxido de titanio y óxido de cinc se formó en la capa de recubrimiento primaria de la misma manera que en el ejemplo 8.

25 La superficie de espiga se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de cinc en esa superficie.

(Ejemplo 15)

30 Una junta roscada fabricada de un acero al carbono que tenía una composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

35 La superficie de caja se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso en esa superficie. Un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno y partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de sulfato de bario se formó en la capa de recubrimiento primaria de la misma manera que en el ejemplo 8.

40 La superficie de espiga se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de cinc en esa superficie.

45 Como se muestra en la tabla 7, en el ensayo de exposición a exteriores, se observaron ligeros agrietamientos en el recubrimiento de lubricante sólido formado en la superficie de caja en los ejemplos 14 y 15. Sin embargo, en todos los ejemplos del 8 al 15, incluyendo dichos ejemplos, no se encontró oxidación. En consecuencia, se concluye que las propiedades de prevención de la oxidación de un recubrimiento de lubricante sólido pueden garantizarse mediante la adición de partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta.

50 En el ensayo de apriete y aflojamiento, no hubo aparición de gripado en los ejemplos 8 a 12 mientras que el apriete y el aflojamiento se repitieron 20 veces, y la estanqueidad a gases se mantuvo de principio a fin. En los ejemplos 13 y 14 en los que la cantidad de partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta era mayor o menor, se produjo un ligero agarrotamiento en las ejecuciones 18ª y siguientes, pero el apriete y aflojamiento pudo continuar hasta la 20ª ejecución realizando la preparación superficial. En el ejemplo 15, se produjo un ligero agarrotamiento en la 16ª ejecución, y el apriete y aflojamiento pudo continuar hasta la 18ª ejecución. Sin embargo, en la 19ª ejecución, se produjo gripado, y se puso fin al ensayo. Este resultado parece deberse a que el sulfato de bario, que tiene un efecto de filtrado de radiación ultravioleta relativamente bajo, se usó para las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta, y su diámetro medio de partícula era relativamente grueso (1 µm). Sin embargo, se considera que la resistencia al gripado en este ejemplo aún puede mejorarse, en comparación con el resultado en el ejemplo comparativo 5 que se describe a continuación.

60 (Ejemplo comparativo 5)

Una junta roscada fabricada de un acero al carbono que tenía una composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

65 La superficie de caja se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso en esa superficie. Un recubrimiento de lubricante

sólido de una resina de poliamidaimida que contenía un polvo lubricante de disulfuro de molibdeno sin partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta se formó en la capa de recubrimiento primaria de la misma manera que en el ejemplo 8.

5 La superficie de espiga estaba en un estado de mecanizado producido por molienda.

10 Como se muestra en la tabla 7, en el ensayo de exposición a exteriores, no se observaron agrietamientos graves en el recubrimiento de lubricante sólido formado en la superficie de caja. Puesto que los agrietamientos alcanzaron el sustrato, la superficie se oxidó notablemente. En el ensayo de apriete y aflojamiento, se produjo un ligero agarrotamiento en las ejecuciones 7ª y siguientes. El apriete y aflojamiento pudo continuar hasta la 8ª ejecución realizando la preparación superficial, pero se produjo gripado en la 9ª ejecución, de manera que se puso fin al ensayo.

(Ejemplo comparativo 6)

15 Una junta roscada fabricada de un acero al carbono que tenía una composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

20 La superficie de caja se trató previamente, después de la molienda mecánica, mediante la formación de un recubrimiento por conversión química con fosfato de manganeso en esa superficie. Un recubrimiento de lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contenía partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta de óxido de titanio se formó en la capa de recubrimiento primaria de la misma manera que en el ejemplo 8.

25 La superficie de espiga estaba en un estado de mecanizado producido por molienda.

30 Como se muestra en la tabla 7, en el ensayo de exposición a exteriores, no se observaron agrietamientos en el recubrimiento de lubricante sólido formado en la superficie de caja. Tampoco se observó oxidación. Sin embargo, en el ensayo de apriete y aflojamiento se produjo gripado en la primera ejecución, y se puso fin al ensayo. La ausencia de un polvo lubricante parece ser responsable de la insuficiente resistencia al gripado.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una junta roscada para tuberías de acero de pozos petrolíferos que comprende una espiga (1) y una caja (2),
teniendo cada una de las mismas una superficie de contacto que incluye una parte (3) roscada y una parte (4) de
contacto metálica no roscada,
donde la superficie de contacto de al menos una de entre la espiga (1) y la caja (2) tiene un recubrimiento de
lubricante sólido formado en la misma antes de apretar la junta roscada, comprendiendo el recubrimiento de
10 lubricante sólido un polvo lubricante y una resina, donde el polvo lubricante comprende además partículas finas de
filtrado de radiación ultravioleta, donde las partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta son partículas finas de
una o más sustancias seleccionadas a partir de óxido de titanio, óxido de cinc, y óxido de hierro, y donde las
partículas finas de filtrado de radiación ultravioleta tienen un diámetro medio de partícula de 0,01 - 0,1 μm .
- 15 2. Una junta roscada como se establece en la reivindicación 1, donde el polvo lubricante es un polvo de una o más
sustancias seleccionadas a partir de disulfuro de molibdeno, disulfuro de tungsteno, grafito, nitruro de boro, y
politetrafluoroetileno.
- 20 3. Una junta roscada como se establece en la reivindicación 1, donde las partículas finas de filtrado de radiación
ultravioleta están presentes en el recubrimiento de lubricante sólido con una relación de masa de 0,1 - 50 partes a
100 partes de la resina.
4. Una junta roscada como se establece en la reivindicación 1, donde la superficie de contacto que tiene el
recubrimiento de lubricante sólido tiene una rugosidad superficial de 5 - 40 μm Rmax.
- 25 5. Una junta roscada como se establece en la reivindicación 1, donde una capa de recubrimiento porosa está
dispuesta entre el recubrimiento de lubricante sólido y la superficie de contacto.

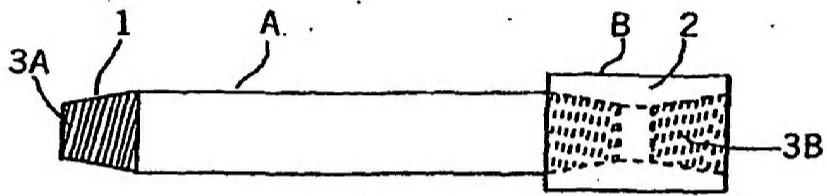


Fig. 1

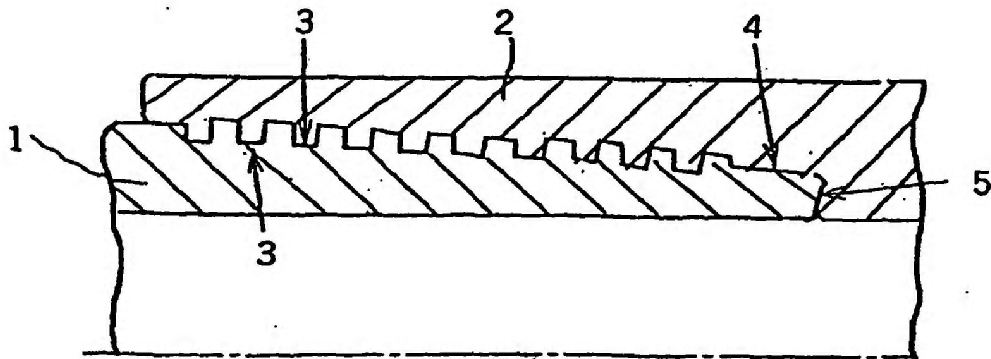


Fig. 2

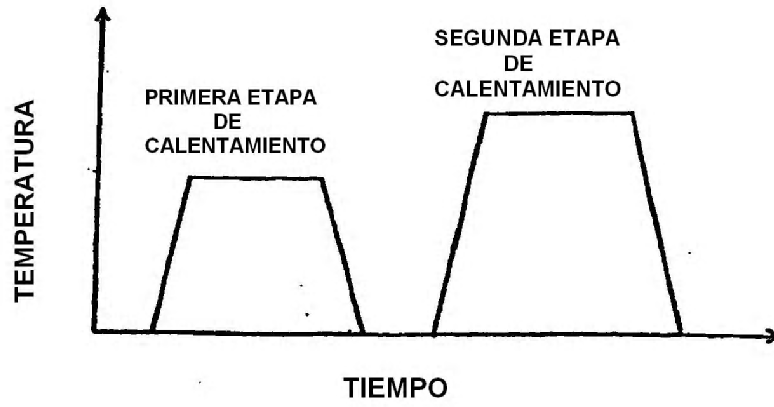


Fig. 3a

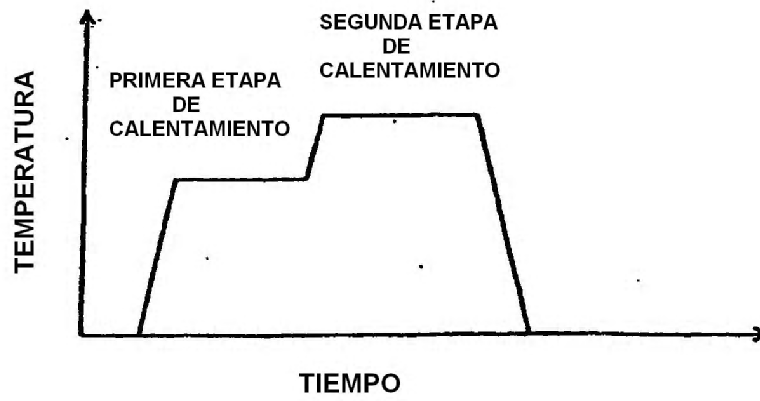


Fig. 3b