



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

**ESPAÑA** 

 $\bigcirc$  Número de publicación:  $2\ 307\ 732$ 

(51) Int. Cl.:

F16L 15/00 (2006.01) F16L 58/08 (2006.01)

F16L 58/18 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

Т3

- 96 Número de solicitud europea: 02710333 .2
- 96 Fecha de presentación : **23.01.2002**
- 97 Número de publicación de la solicitud: 1365183 97 Fecha de publicación de la solicitud: 26.11.2003
- (54) Título: Junta roscada para tuberías de acero; dotadas de una presión y resistencia excelente.
- (30) Prioridad: 25.01.2001 JP 2001-17257
- (73) Titular/es: Sumitomo Metal Industries Limited 5-33, Kitahama 4-chome Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 541-0041, JP
- Fecha de publicación de la mención BOPI: 01.12.2008
- (72) Inventor/es: Goto, Kunio y Anraku, T.
- (45) Fecha de la publicación del folleto de la patente: 01.12.2008
- 74) Agente: Ungría López, Javier

ES 2 307 732 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; dotadas de una presión y resistencia excelente.

Junta roscada para tuberías de acero que tienen resistencia a excoriación y propiedades para evitar la oxidación mejoradas.

#### Campo técnico

Esta invención se refiere a una junta roscada para tuberías de acero y en particular tuberías de pozo petrolífero que tienen una resistencia a excoriación, propiedades para evitar la oxidación y hermeticidad a gas mejoradas, y que puede usarse sin necesidad de aplicar una grasa lubricante líquida que contiene un polvo de metal pesado tal como una grasa compuesta.

#### Técnica anterior

Las tuberías de pozo petrolífero tales como tubos y cubiertas usados en la perforación de pozos de petrolíferos están conectadas entre sí mediante juntas roscadas. En el pasado, la profundidad de los pozos petrolíferos era típicamente de 2.000 a 3.000 metros, aunque más recientemente, la profundidad de los pozos petrolíferos puede alcanzar los 8.000 a 10.000 metros en campos de petróleos submarinos y otros pozos profundos. Una junta roscada para tuberías de pozo petrolífero se ve sometida a diversas fuerzas en su entorno de uso, incluyendo cargas tales como fuerzas de tracción axial provocadas por el peso de la tubería del pozo petrolífero y la junta roscada, la combinación de presiones interna y externa, y el calor geotérmico que aumenta cuando aumenta la profundidad. Por lo tanto, se necesita una junta roscada para mantener la hermeticidad a gas que no se rompa en dichos entornos.

25

Durante el proceso de bajar el tubo o cubierta al pozo, una junta que se sujeta una vez para conexión a menudo es necesario aflojarla y después volver a apretarla. El API (Instituto de Petróleo Americano) requiere que no ocurra excoriación que es un defecto irrecuperable, y se mantenga la hermeticidad a gas incluso si se repite el anclaje (montaje) y aflojado (desenroscado) diez veces para una junta de tubo y tres veces para una junta de cubierta.

30

Las tuberías de pozo petrolífero generalmente se conectan usando una junta roscada con una estructura de elementos hembra y elementos macho que tiene una parte de contacto metal a metal que forma un buen sellado. En esta junta roscada, típicamente, se forma un elemento macho en la superficie externa de cada extremo de una tubería de pozo petrolífero, teniendo el elemento macho una parte roscada externamente y una parte de contacto metálica sin roscas. Dicha parte de contacto metálica se denomina en lo sucesivo en este documento "parte de contacto metálica no roscada". Un elemento hembra de ajuste se forma en la superficie interna de un miembro de acoplamiento separado, con forma de manguito, y tiene una parte roscada internamente y una parte de contacto metálica no roscada para ajustarse con las partes roscada y no roscada correspondientes del elemento macho. Cuando el elemento macho se atornilla al elemento hembra para el anclaje, las partes de contacto metálicas no roscadas del elemento macho y el elemento hembra se ponen en contacto ajustado entre sí para formar un sello metálico.

40

Para garantizar propiedades de sellado adecuadas entre el sello metálico de una junta roscada en el entorno de una tubería de pozo petrolífero, una presión superficial extremadamente alta que puede superar el límite de fluencia del material para la junta roscada debe aplicarse a las partes de contacto metálicas no roscadas durante el anclaje. Esta alta presión facilita que tenga lugar la excoriación. Por lo tanto, antes del anclaje, una grasa lubricante denominada grasa compuesta, que es un líquido viscoso, fluido, se aplica a las partes de contacto metálicas y las roscas para conferir una resistencia a excoriación y hermeticidad a gas aumentadas. Como la grasa compuesta tiene buenas propiedades para evitar la oxidación, frecuentemente se aplica a una junta roscada antes de transportar la junta para evitar que la junta se oxide antes de usarla en el pozo petrolífero.

50

Se ha propuesto en la técnica anterior someter una junta roscada a un tratamiento superficial para mejorar la retención de una grasa compuesta y conferir una menor fricción.

60 q

Por ejemplo, la Publicación de Patente No Examinada Japonesa Nº 61-79797 (1986) describe una junta roscada que tiene una parte roscada metalizada con Zn o Sn y un sello metálico (parte de contacto metálica no roscada) metalizada con oro o platino. La Publicación de Patente Examinada Japonesa Nº 3-78517 (1991) describe una junta de tubería que tiene un recubrimiento de una resina sintética que contiene el 20-90% de disulfuro de molibdeno que tiene un diámetro de partícula de 10 micrómetros o menor disperso en su interior. La Publicación de Patente No Examinada Japonesa Nº 8-103724 (1996) describe un método para el tratamiento superficial de una junta de tubería de acero que comprende formar un recubrimiento inferior de conversión química de fosfato de manganeso y un recubrimiento superior de resina que contiene disulfuro de molibdeno. La Publicación de Patente No Examinada Japonesa Nº 8-105582 (1996) describe un método para el tratamiento superficial de una junta tubería que comprende formar una primera capa de nitruro, una segunda capa metalizada de hierro o aleación de hierro, y un tercer recubrimiento, por encima de todos, de resina que contiene disulfuro de molibdeno.

65

La Publicación de Patente No Examinada Japonesa Nº 62-258283 (1987) (US 4.871.194) describe una junta para tuberías de pozo petrolífero que tiene un recubrimiento metalizado poroso de cinc o una aleación de cinc al menos sobre la superficie de su parte de sello metálico, estando formado el recubrimiento por metalizado por chorro que

se realiza emitiendo un chorro de partículas que tienen un núcleo de hierro o una aleación de hierro recubierta con una capa de cinc o aleación de cinc. Se describe allí que el recubrimiento metalizado no sufre la fractura retrasada provocada por fragilización de hidrógeno y tiene una buena retención de lubricante debido a su naturaleza porosa, dando como resultado la ventaja de que la hermeticidad a gas y la resistencia a excoriación pueden obtenerse incluso con tuberías de pozo petrolífero de acero de alta resistencia, altamente aleado. De esta manera, el recubrimiento formado por metalizado por chorro se contempla usando una grasa compuesta como lubricante.

Todas las juntas roscadas descritas en las publicaciones de patente mencionadas anteriormente se supone que se usan con una grasa compuesta para asegurar una resistencia a excoriación suficiente. Sin embargo, el uso de una grasa compuesta implica problemas con respecto al entorno y hermeticidad a gas a alta temperatura como se describe a continuación.

Una grasa compuesta contiene una gran cantidad de un polvo de un metal pesado tal como plomo, cinc, o cobre. Como una parte de una grasa compuesta aplicada a una junta roscada se descarga al entorno circundante por lavado o agotado durante el anclaje, el uso de una grasa compuesta aumenta la preocupación de provocar contaminación medioambiental. Además, la aplicación de una grasa compuesta empeora el entorno de trabajo.

Recientemente, han aumentado los pozos petrolíferos de alta temperatura que tienen una temperatura tan alta como 250-300°C debido a un aumento de la profundidad, así como los pozos petrolíferos inyectados con vapor, a los que se inyecta vapora a una alta temperatura cerca de la temperatura crítica, (por ejemplo, aproximadamente 350°C) para mejorar la recuperación de crudo. Se requiere que las juntas roscadas para pozos petrolíferos que se usan en dicho entorno de alta temperatura tengan una buena resistencia al calor, como se pone de evidencia manteniendo la hermeticidad a gas en un ensayo donde una junta que se ha anclado se mantiene a una temperatura por encima de 350°C durante un cierto periodo y después se somete a aflojado y re-anclaje. Con una grasa compuesta, la lubricidad puede disminuir a una temperatura tan alta debido a la evaporación de uno o más constituyentes de la grasa, conduciendo de esta manera a un fallo para obtener una hermeticidad a gas deseada cuando la junta aflojada se vuelve a anclar en el ensayo.

Para eliminar la necesidad de aplicar una grasa compuesta, se ha propuesto una junta roscada que tiene un recubrimiento lubricante sólido. Por ejemplo, una junta roscada que tiene un recubrimiento lubricante sólido que comprende una resina tal como una resina epoxi que tiene disulfuro de molibdeno como lubricante sólido disperso en su interior se describe en las Publicaciones de Patente No Examinadas Japonesas Nº 8-233163 (1996), 8-233164 (1996), y 9-72467 (1997). Las juntas roscadas que tienen recubrimientos de lubricante sólido se mencionan también en los documentos JP 11-173471, JP 2000-130654 y US 4.630.849. Los lubricantes sólidos se usan para miembros deslizantes en el documento JP-03-247777.

Sin embargo, dicho recubrimiento de lubricante sólido es inferior en relación con una grasa compuesta respecto a la capacidad para proteger una junta roscada de oxidación en condiciones de campo durante el transporte de la junta roscada al sitio de uso de la misma en un pozo petrolífero. Por lo tanto, la junta roscada es apta para oxidarse y de esta manera formar ampollas o provocar la desunión en el recubrimiento de lubricante sólido, que a su vez hace que el anclaje de la junta sea inestable, conduciendo a la aparición de excoriación o una disminución en la hermeticidad a gas.

El documento JP 04-110396 se refiere a un método para obtener un sulfonato cálcico puro, altamente básico. Los documentos JP 10-158676 y JP 11-050078 describen lubricantes que incluyen sales de metal alcalinotérreo altamente básicas

#### Descripción de la invención

15

Un objeto de la presente invención es proporcionar una junta roscada para tuberías de acero que tienen resistencia a excoriación, hermeticidad a gas, y propiedades para evitar la oxidación mejoradas, que pueden asegurar la hermeticidad a gas en su parte de sello metálico después de someterlas a anclaje y aflojado repetidamente sin aplicación de una grasa lubricante líquida que contiene polvo de metal pesado tal como una grasa compuesta.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar una junta roscada para tuberías de acero que tienen resistencia a excoriación mejorada, hermeticidad a gas, y propiedades para evitar la oxidación, que pueden asegurar hermeticidad a gas en su parte de sello metálico después de someterlas a anclaje y aflojarlas repetidamente, incluso se usa para anclar tuberías de un pozo petrolífero situadas en un entorno a alta temperatura, tal como el que se encuentra en los pozos petrolíferos profundos a alta temperatura o pozos petrolíferos inyectados con vapor y/o incluso si está hecha de cualquier amplia variedad de aceros incluyendo desde acero al carbono hasta un acero altamente aleado.

Los presentes inventores han descubierto estos objetos pueden conseguirse formando, sobre la superficie de una parte roscada y una parte de contacto metálica no roscada de una junta roscada, una capa inferior o de sub-recubrimiento de un recubrimiento poroso de cinc o aleación de cinc que tiene una rugosidad superficial de 5 a 40  $\mu$ m indicada por Rmax, tal como la formada por metalizado por impacto, por ejemplo, tal como metalizado por chorro y un recubrimiento lubricante sólido superior o un recubrimiento lubricante líquido sin polvo de metal pesado basado en una sal metálica de un ácido orgánico altamente básica.

Aunque no se pretende ceñirse a una teoría, el mecanismo para ésta se considera que es el siguiente.

Un recubrimiento metalizado por chorro de cinc o aleación de cinc puede formarse sobre la superficie de una junta roscada para tuberías de acero independientemente del material de acero para la junta que incluye desde acero al carbono hasta acero altamente aleado que contiene más del 13% en peso de Cr empleando, como material para el chorro, partículas que tienen un núcleo basado en hierro cuya superficie está cubierta con cinc o una aleación de cinc como se describe en la Publicación de Patente Examinada Japonesa Nº 59-9312 (1984).

A diferencia de un recubrimiento electrometalizado, el recubrimiento metalizado por chorro resultante es poroso. Por lo tanto, cuando un recubrimiento lubricante sólido o líquido se forma sobre la misma, el recubrimiento metalizado por chorro inferior puede mejorar la adhesión del recubrimiento lubricante sólido o la retención del recubrimiento lubricante líquido. Como resultado, es posible aprovechar el recubrimiento lubricante hasta el máximo de su rendimiento y de esta manera obtener una resistencia a excoriación y hermeticidad a gas mejoradas sin usar una grasa compuesta.

El cinc presente en la capa inferior es un metal básico y se ioniza preferentemente respecto al hierro que constituye el sustrato de junta roscada y de esta manera presenta un efecto de protección de sacrificio para evitar la corrosión de la junta. Sin embargo, debido a que el recubrimiento poroso de la capa inferior incluye numerosos huecos y tiene una gran área superficial, el efecto de protección de sacrificio de esta capa tiende a perderse pronto si la capa inferior ya no se trata más. La formación del recubrimiento lubricante superpuesto sirve para sellar los huecos de la capa inferior y permite que la capa inferior tenga un efecto de protección sostenida para conseguir las propiedades de oxidación mejoradas. En particular, cuando el recubrimiento superpuesto es un recubrimiento lubricante sólido, puede obtenerse una mejora aún mayor en la resistencia a excoriación, propiedades para evitar la oxidación, y hermeticidad a gas, haciendo posible de esta manera proporcionar una junta roscada que tiene un rendimiento mejorado incluso en un entorno a alta temperatura.

De esta manera, para mejorar la resistencia a excoriación, las propiedades para evitar la oxidación, y la hermeticidad a gas, es importante que un recubrimiento lubricante líquido o preferiblemente sólido se forme sobre una capa porosa inferior de cinc o aleación de cinc.

La presente invención es una junta roscada para tuberías de acero que comprende un elemento macho y un elemento hembra capaces de ajustarse entre sí, teniendo el elemento macho una parte roscada externamente y una parte de contacto metálica no roscada como superficie de ajuste, y teniendo el elemento hembra una parte roscada internamente y una parte de contacto metálica no roscada como superficie de ajuste, caracterizado por que la superficie de ajuste de al menos uno del elemento macho y el elemento hembra se recubre con una capa inferior porosa de cinc o aleación de cinc que tiene una rugosidad superficial de 5 a 40 µm indicado por Rmax y un recubrimiento lubricante superior seleccionado entre un recubrimiento lubricante sólido y un recubrimiento líquido sin polvo de metal pesado basado en una sal metálica de ácido orgánico altamente básica.

Una junta roscada de acuerdo con una realización de la presente invención tiene la capa porosa de cinc o aleación de cinc y el recubrimiento lubricante superpuesto en la superficie de ajuste de sólo uno del elemento macho y el elemento hembra. En esta realización, la otra superficie de ajuste puede estar no recubierta o recubierta con uno o más recubrimientos seleccionados entre una capa porosa de cinc o aleación de cinc, un recubrimiento metalizado metálico, un recubrimiento de fosfato, un recubrimiento de oxalato, y un recubrimiento de borato.

#### Breve descripción de los dibujos

25

45

50

55

La Figura 1 es un diagrama esquemático que muestra la estructura ensamblada de una tubería de acero y un miembro de acoplamiento roscado conectado a la tubería en el momento del transporte.

La Figura 2 es un diagrama esquemático que muestra una junta roscada para tuberías de acero.

#### Descripción de las realizaciones de la invención

Como se ilustra en la Figura 1, una tubería de acero típica para usar en una tubería de pozo petrolífero se transporta en un estado en el que la tubería de acero A tiene un miembro de acoplamiento con forma de manguito B conectado previamente a un extremo de la misma. La tubería de acero A tiene una parte roscada externamente 3A en la superficie externa en cada extremo para formar un elemento macho 1. El miembro de acoplamiento roscado B tiene una parte roscada internamente 3B en su superficie interna en cada lado para formar un elemento hembra 2. El elemento macho 1 y el elemento hembra 2 tienen formas tales que son capaces de ajustarse entre sí.

En principio, una tubería de acero A puede tener un elemento macho formado en uno de sus extremos y un elemento hembra formada en su extremo opuesto de manera que dos tuberías de acero pueden conectarse entre sí sin usar un miembro de acoplamiento diferente. También es posible que una tubería de acero A tenga una rosca interna formada en la superficie interna en cada extremo para definir un elemento hembra y que un miembro de acoplamiento B tenga una rosca externa en la superficie externa en cada lado para definir un elemento macho.

La Figura 2 muestra esquemáticamente la estructura de una junta roscada para tuberías de acero que comprende un elemento macho y un elemento hembra, cada uno de los cuales tiene una parte de sello metálico. Un elemento macho 1, que se forma típicamente sobre la superficie externa de una tubería de acero en cada uno de sus extremos, está compuesto por una parte de contacto metálica no roscada 4 localizada en la punta de la tubería y una parte roscada externamente 3A que se extiende hacia dentro desde la parte de contacto metálica 4. Por otro lado, un elemento hembra 2, que se forma típicamente sobre la superficie interna de un miembro de acoplamiento roscado en cada lado y que es capaz de ajustarse con el elemento macho 1, está compuesta por una parte roscada internamente 3B que se extiende hacia dentro desde la punta del miembro y una parte de contacto metálica no roscada 4 localizada hacia adentro de la parte roscada 3B. Las partes roscadas 3A y 3B y las partes de contacto metálicas no roscadas 4 del elemento macho 1 y el elemento hembra 2 constituyen superficies de ajuste.

Se requiere que las superficies de ajuste del elemento macho y el elemento hembra de una junta roscada tengan resistencia a excoriación, hermeticidad a gas, y propiedades para evitar la oxidación. De acuerdo con la presente invención, la superficie de ajuste de al menos uno del elemento macho y el elemento hembra de una junta roscada se recubre con una capa inferior porosa de cinc o aleación de cinc y un recubrimiento lubricante sólido superior o recubrimiento lubricante líquido sin polvo de metal pesado, haciendo posible de esta manera proporcionar a la superficie de ajuste con todas las propiedades descritas anteriormente requeridas por la misma sin aplicación de una grasa compuesta. Al contrario del caso cuando una grasa compuesta se aplica a la superficie de ajuste, la superficie de ajuste recubierta de una manera descrita anteriormente puede presentar estas propiedades eficazmente incluso en un entorno a alta temperatura.

La capa inferior porosa de cinc o aleación de cinc formada sobre la superficie de ajuste de una junta roscada puede ser cualquier recubrimiento poroso de cinc o aleación de cinc que tenga una buena adhesión a la superficie de acero de la junta roscada. Dicho recubrimiento poroso puede formarse mediante un método de metalizado por impacto que es uno de los métodos de metalizado con proceso en seco. El metalizado por impacto produce un recubrimiento metalizado compuesto por partículas metálicas que se unen una a otra y se enlazan fuertemente a la superficie del sustrato. El recubrimiento metalizado incluye numerosos huecos pequeños distribuidos uniformemente entre las partículas. El método de metalizado por impacto incluye metalizado mecánico en el que las partículas se hacen chocar sobre un objeto a metalizar en un tambor rotatorio y el metalizado por chorro en el que las partículas se hacen chocar sobre un objeto a metalizar mediante un aparato de emisión de chorro.

Como sólo es necesario metalizar la superficie de ajuste de una junta roscada de acuerdo con la presente invención, es adecuado el metalizado por chorro que es capaz de metalizado local. Los aparatos de emisión de chorro que puede usarse para el metalizado por chorro incluyen un aparato de emisión de chorro con fluido a alta presión en el que se emite un chorro de partículas usando un fluido a alta presión tal como aire comprimido y un aparato de emisión de chorro mecánico que usa una paleta rotatoria tal como un impulsor. Pueden emplearse ambos aparatos.

Las partículas para usar en el metalizado por impacto, tal como metalizado por chorro de acuerdo con la presente invención, son partículas metálicas que tienen cinc o una aleación de cinc al menos en la superficie de las mismas. Aunque las partículas pueden estar compuestas totalmente de cinc o una aleación de cinc, se prefieren partículas para emisión de chorro descritas en la Publicación de Patente Examinada Japonesa Nº 59-9312 (1984). Las partículas de emisión de chorro son partículas que tienen un núcleo de hierro o una aleación de hierro que está recubierta con una capa de cinc o aleación de cinc que forma una capa de aleación hierro-cinc entre ellas.

Dichas partículas pueden prepararse, por ejemplo, por recubrimiento de un polvo de hierro o una aleación de hierro como núcleo con cinc o una aleación de cinc (por ejemplo, un aleación Zn-Fe-Al) mediante metalizado electrolítico o no electrolítico seguido de tratamiento térmico para formar una capa de aleación de hierro-cinc interfacial, o por un método de aleación mecánica. Están disponibles en el mercado con el nombre comercial "Hierro Z" de Dowa Teppun Kogyo, Japón. Preferiblemente, estas partículas tienen un contenido de cinc o una aleación de cinc en el intervalo del 20 al 60% en peso y un tamaño de partícula de 0,2 a 1,5 mm.

45

50

Cuando las partículas que tienen un núcleo basado en hierro recubiertas con cinc o una aleación de cinc se emiten en chorro sobre un sustrato, sólo el cinc o la aleación de cinc con la que está recubierto el núcleo se adhiere al sustrato, formando de esta manera un recubrimiento de cinc o de aleación de cinc sobre el sustrato. El método de metalizado por chorro puede formar un recubrimiento metalizado poroso que tiene una buena adhesión sobre una superficie de acero independientemente de la composición del acero. Por lo tanto, es posible formar una capa porosa de cinc o aleación de cinc que tenga una buena adhesión sobre una superficie de ajuste de una junta roscada de cualquiera de una amplia variedad de materiales de acero, desde un acero al carbono hasta un acero altamente aleado.

Se evita que una junta roscada de acuerdo con la presente invención se oxide incluso en un entorno a alta temperatura, y a alta humedad, debido a la capa inferior de recubrimiento metalizado poroso que contiene cinc capaz de presentar una buena protección de sacrificio. Esta protección mediante la capa inferior del recubrimiento que contiene cinc poroso se sostiene cubriéndola con un recubrimiento superior lubricante sólido o líquido. La naturaleza porosa de la capa de sub-recubrimiento permite al recubrimiento lubricante tener una buena adhesión cuando es sólido o una buena retención cuando es líquido.

El espesor de la capa inferior de cinc o aleación de cinc es preferiblemente de 5 a 40 micrómetros en vista de las propiedades para evitar la oxidación y adhesión. No pueden asegurarse unas propiedades suficientes para evitar la

oxidación con un espesor menor de 5 micrómetros. Un espesor mayor de 40 micrómetros puede disminuir la adhesión del recubrimiento lubricante sólido o líquido superpuesto. El espesor es más preferiblemente de 5 a 30 micrómetros y aún más preferiblemente de 10 a 25 micrómetros.

En vista de la adhesión de la capa inferior, es preferible que la superficie de ajuste del sustrato de una junta roscada sobre la que se forma la capa inferior tenga de una rugosidad superficial de 3 a 30 micrómetros indicada por Rmax. La adhesión suficiente no puede asegurarse con una rugosidad superficial de menos de 3 micrómetros indicada por Rmax. Por otro lado, una rugosidad superficial del sustrato que es mayor de 30 micrómetros (Rmax) provoca que la junta roscada tenga un aumento de fricción, como resultado de lo cual la capa inferior puede tender a romperse o separarse por fallo para soportar una fuerza de cizalla o una fuerza de compresión generada por una alta presión aplicada durante el anclaje de una junta roscada.

Para ajustar la rugosidad superficial de la superficie de ajuste de una junta roscada al intervalo de 3 a 30 micrómetros (Rmax), la superficie de ajuste puede someterse a un pretratamiento adecuado tal como decapado o inyección de chorro antes de la formación de la capa inferior de cinc o aleación de cinc por impacto. El pretratamiento es ventajoso también en el sentido de que expone una superficie activa reciente, aumentando de esta manera la adhesión de la capa inferior formada sobre la superficie. La emisión de chorro puede realizarse por cualquier técnica conocida tal como chorro de arena, chorro de disparo, chorro de grava, chorro de hilo metálico, o similares. Aunque se prefiere realizar el pretratamiento de la superficie de ajuste como se ha descrito anteriormente, los objetos de la presente invención pueden conseguirse formando la capa de cinc o aleación de cinc mediante metalizado por impacto sobre la superficie sin dicho pretratamiento.

La capa porosa de cinc o aleación de cinc formada sobre la superficie de ajuste de una junta roscada tiene una rugosidad superficial de 5 a 40 micrómetros en Rmax en los casos donde el recubrimiento lubricante se forma sobre la misma. Si tiene un Rmax de menos de 5 micrómetros, el recubrimiento lubricante puede tener una adhesión o retención insuficiente. Por otro lado, si tiene un Rmax mayor de 40 micrómetros, la junta roscada puede tener un aumento de fricción y la capa inferior puede tender a romperse o separarse por fallo para soportar una fuerza de cizalla o una fuerza compresiva generada por una alta presión aplicada durante el anclaje de una junta roscada. En una realización donde sólo uno o un primer elemento del elemento macho y el elemento hembra se somete a tratamiento superficial de acuerdo con la presente invención mientras que el otro segundo elemento se trata superficialmente para formar la capa porosa de cinc o aleación de cinc en solitario, la capa de cinc o aleación de cinc formada sobre el segundo elemento preferiblemente tiene una rugosidad superficial menor de 1 a 10 micrómetros en Rmax para asegurar la durabilidad del recubrimiento lubricante formado sobre el primer elemento. La rugosidad superficial de una capa de cinc o aleación de cinc formada por metalizado por chorro puede controlarse mediante el diámetro o el espesor del recubrimiento de las partículas emitidas en chorro y la velocidad del chorro.

En la capa inferior de un recubrimiento poroso metalizado con cinc o aleación de cinc, se forma un recubrimiento lubricante sólido, o un recubrimiento lubricante líquido que está libre de polvo de metal pesado. El recubrimiento lubricante normalmente se forma por aplicación, que puede realizarse por cualquier método conocido en la técnica incluyendo recubrimiento por cepillado, inmersión, y pulverización al aire o sin aire. Como la capa inferior es porosa, puede proporcionar el recubrimiento lubricante sólido o superpuesto con buena adhesión o retención, respectivamente.

Un recubrimiento lubricante sólido está constituido básicamente por un aglutinante y un polvo que presenta una acción de lubricación de sólido (en lo sucesivo en este documento dicho polvo se denomina "polvo de lubricación") distribuido en el aglutinante. Dicho recubrimiento puede formarse a partir de una composición de recubrimiento que comprende un polvo lubricante disperso en un fluido que contiene aglutinante. En el recubrimiento lubricante sólido resultante, el polvo lubricante se enlaza a la junta roscada mediante el aglutinante, aunque puede estirarse para hacerlo fino mediante la presión aplicada durante el anclaje de una junta roscada para ejercer su lubricidad.

Los ejemplos de polvo lubricante incluyen, aunque sin limitación, polvos de disulfuro de molibdeno, disulfuro de volframio, compuestos de molibdeno orgánicos (por ejemplo, dialquiltiofosfatos de molibdeno y dialquiltiocarbonatos de molibdeno), PTFE (politretafluoroetileno) y BN (nitruro de boro). Puede usarse uno o más de éstos.

El aglutinante puede ser una resina orgánica o un compuesto polimérico inorgánico.

Una resina orgánica que tiene resistencia térmica y un nivel moderado de dureza y resistencia al desgaste es adecuada para usarla como aglutinante. Los ejemplos de dicha resina incluyen resinas termoestables tales como resinas epoxi, poliamidas, poliamidas, poliamidas, resinas fenólicas y resinas de furano, así como resinas termoplásticas tales como polietersulfonas, polietercetonas, polietilenos, y resinas de silicona. Se prefiere una resina termoestable.

Se dispersa un polvo lubricante en un fluido de resina, que comprende una resina orgánica disuelta o dispersa en un disolvente adecuado, para formar una composición de recubrimiento. El disolvente puede ser una o más clases seleccionas entre diversos disolventes de bajo punto de ebullición incluyendo hidrocarburos (por ejemplo, tolueno) y alcoholes (por ejemplo, alcohol isopropílico), dependiendo de la resina usada.

La composición de recubrimiento se aplica sobre la capa inferior descrita anteriormente formada sobre la superficie de ajuste de una junta roscada y se seca para retirar el disolvente para formar un recubrimiento lubricante sólido. En los casos donde el aglutinante es una resina termoestable, el recubrimiento lubricante sólido resultante se somete pre-

6

60

feriblemente a tratamiento térmico para curado. El tratamiento térmico se realiza preferiblemente a una temperatura de 120°C o mayor y más preferiblemente de 150-380°C durante un periodo de 30 minutos o mayor y más preferiblemente de 30-60 minutos.

Un compuesto polimérico inorgánico que puede usarse como aglutinante es un compuesto de tipo óxido metálico que tiene una estructura reticulada tridimensional de enlaces de metal-oxígeno tales como Ti-O, Si-O, Zr-O, Mn-O, Ce-O, o Ba-O. Dicho compuesto polimérico inorgánico puede formarse por hidrólisis de un compuesto organometálico hidrolizable ejemplificado por un alcóxido metálico como compuesto de partida, seguido de condensación del hidrolizado resultante. Los alcóxidos metálicos útiles incluyen aquellos compuestos en los que los grupos alcoxi son los inferiores tales como metoxi, epoxi, isopropoxi, propoxi, isobutoxi, terc-butoxi o similares. Un alcóxido metálico preferible es un alcóxido de titanio o silicio, y particularmente un alcóxido de titanio. El compuesto más preferible es isopropóxido de titanio ya que tiene propiedades de formación de película excelentes.

Como compuesto de partida, un compuesto inorgánico hidrolizable, tal como tetracloruro de titanio puede usarse también en lugar del compuesto organometálico. Además, parte del compuesto organometálico hidrolizable puede ser un compuesto tal como un agente de acoplamiento de silano o un agente de acoplamiento titanato en el que parte de los grupos orgánicos unidos al metal son grupos no hidrolizables (por ejemplo, grupos alquilo y en particular grupos alquilo sustituidos que tienen un grupo funcional tal como un grupo amino o epoxi). En dichos casos, los grupos no hidrolizables permanecen en el compuesto polimérico inorgánico producido por hidrólisis del compuesto de partida y condensación posterior del hidrolizado. Por lo tanto, el producto no puede denominarse compuesto polimérico "inorgánico" en un sentido estricto, aunque se incluye en el compuesto polimérico inorgánico que puede usarse en este documento.

Cuando el aglutinante es un compuesto polimérico inorgánico, puede dispersarse un polvo lubricante en una solución de un material de partida para este compuesto tal como un alcóxido metálico para formar una composición de recubrimiento. La composición de recubrimiento se aplica sobre la capa inferior descrita anteriormente formada sobre la superficie de ajuste de una junta roscada y después se somete a humidificación y opcionalmente a calentamiento para promover la hidrólisis y condensación del alcóxido metálico, dando como resultado la formación de un recubrimiento lubricante sólido que comprende el polvo lubricante distribuido en un recubrimiento de un compuesto polimérico inorgánico formado a partir de enlaces metal-oxígeno. El disolvente usado para disolver un alcóxido metálico puede seleccionarse entre diversos disolventes orgánicos tales como alcoholes (por ejemplo, alcohol etílico, alcohol isopropílico y alcohol butílico), cetonas, hidrocarburos, e hidrocarburos halogenados. Para promover la formación de un recubrimiento, el alcóxido metálico en la solución resultante puede hidrolizarse previamente parcialmente. Además, una pequeña cantidad de agua y/o ácido como catalizador hidrolítico puede añadirse a la composición de recubrimiento en una pequeña cantidad para acelerar la hidrólisis después de la aplicación de la composición.

La humidificación que se realiza después de la aplicación para promover la hidrólisis del alcóxido metálico puede realizarse permitiendo que repose en la atmósfera, que tiene preferiblemente una humedad del 70% o mayor durante un cierto periodo. La humidificación va seguida preferiblemente de calentamiento para acelerar la hidrólisis del alcóxido, condensación del hidrolizado, y descarga del alcohol formado como subproducto de la hidrolización, haciendo posible de esta manera formar un recubrimiento en un corto periodo. Este calentamiento provoca también que el recubrimiento lubricante sólido resultante tenga una adhesión reforzada y una resistencia a excoriación mejorada. El calentamiento se realiza preferiblemente a una temperatura cerca del punto de ebullición del subproducto alcohol en el intervalo de 100 a 200°C. El calentamiento con aire caliente es más eficaz.

La proporción en masa (o proporción en peso) del contenido de polvo lubricante (B) al contenido de aglutinante (A), es decir, B/A es preferiblemente al menos 0,3 y como máximo 9,0. Si esta proporción es menor de 0,3, el recubrimiento lubricante sólido resultante tiene una menor lubricidad y puede no dar una mejora suficiente en la resistencia a excoriación. Si la proporción en masa B/A es mayor de 9,0, el recubrimiento lubricante sólido tiene una menor adhesión, dando como resultado problemas que incluyen una retirada significativa del polvo lubricante del recubrimiento. En los casos en los que se desea una mejora adicional en la resistencia a excoriación, tal como en casos en los que se desea una interferencia de rosca extremadamente alta en la parte roscada, la proporción en masa B/A es más preferiblemente al menos 0,5 y como máximo 7,0. En los casos en los que se desea un nivel mayor de resistencia a excoriación como es el caso con un acero altamente aleado, es más preferiblemente al menos 3,0 y como máximo 6,5.

Preferiblemente, el recubrimiento lubricante sólido tiene un espesor en el intervalo de 5 a 40 micrómetros. El polvo lubricante presente en el recubrimiento lubricante se extiende para cubrir toda la superficie de ajuste a una alta presión durante el anclaje de la junta roscada, presentando de esta manera una resistencia a excoriación mejorada. Si el espesor del recubrimiento lubricante es menor de 5 micrómetros, la cantidad de polvo lubricante presente en el recubrimiento lubricante es tan pequeña que la mejora en la lubricidad por el mecanismo descrito anteriormente no se consigue suficientemente. Un recubrimiento lubricante que tiene un espesor mayor de 40 micrómetros tiende a separarse fácilmente. Dicho recubrimiento grueso puede dar como resultado también una disminución de la hermeticidad a gas debido a una hermeticidad insuficiente durante el anclaje, o si la presión aplicada mediante el anclaje aumenta para asegurar la hermeticidad a gas, la excoriación ocurrirá fácilmente. El espesor del recubrimiento del lubricante sólido está más preferiblemente en el intervalo de 15 a 40 micrómetros.

Pueden añadirse opcionalmente diversos aditivos al recubrimiento lubricante sólido en una cantidad que no interfiera con la resistencia a excoriación del recubrimiento. Por ejemplo, pueden añadirse uno o más polvos seleccionados

7

45

15

entre los materiales cinc, cromatos, sílice, y alúmina, haciendo de esta manera posible mejorar las propiedades para evitar la oxidación del propio recubrimiento lubricante sólido.

En realizaciones donde la capa inferior se superpone con un recubrimiento lubricante líquido en lugar de un recubrimiento lubricante sólido, se emplea un recubrimiento lubricante líquido que está libre de polvo de metal pesado. El recubrimiento lubricante líquido comprende un lubricante base en forma de un líquido viscoso que presenta una alta lubricidad y otros aditivos opcionales.

El lubricante base está en forma líquida, aunque en vista de su alta viscosidad, el lubricante base se diluye preferiblemente con un disolvente para formar una composición de recubrimiento. Como resultado, puede formar un recubrimiento que tenga un espesor y composición más uniformes. Dicha dilución sirve también para mejorar la humectabilidad de la capa subyacente a recubrir y la dispersibilidad del lubricante y provoca que el lubricante base y otros aditivos se absorban fácilmente en la superficie subyacente, dando como resultado de esta manera la formación eficaz de un recubrimiento. El disolvente se evapora después de la aplicación de la composición de recubrimiento y de esta manera no se incluye en el recubrimiento lubricante líquido resultante.

El disolvente usado para formar una composición de recubrimiento es preferiblemente un disolvente que tiene una alta capacidad para disolver o dispersar el lubricante base y otros aditivos y una volatilidad moderada. Los ejemplos de dicho disolvente incluyen disolventes de petróleo tales como disolventes de limpieza y alcoholes minerales correspondientes a gasolina industrial como se especifica en JIS K2201, nafta de petróleo aromático, xileno y cellosolves. Puede usarse una mezcla de dos o más de éstos. Preferiblemente, el disolvente tiene un punto de evaporación instantánea de al menos 30°C, un punto de ebullición inicial de al menos 150°C, y un punto final de como máximo 210°C, ya que dicho disolvente es relativamente fácil de manipular y vaporizar.

La cantidad disolvente en la composición de recubrimiento no es crítica, aunque está preferiblemente en el intervalo del 25 al 80% en peso, más preferiblemente en el intervalo del 30 al 70% en peso. Si la cantidad de disolvente es demasiado pequeña, es difícil que el disolvente consiga adecuadamente los efectos descritos anteriormente, la viscosidad de la composición del recubrimiento se hace tan alta que interfiere con los procedimientos de recubrimiento. La presencia de una cantidad demasiado grande de disolvente hace que el recubrimiento lubricante líquido resultante sea demasiado fino para proporcionar a la junta roscada las propiedades deseadas.

2.5

El lubricante base es el constituyente que tiene la mayor contribución a la lubricidad del recubrimiento lubricante líquido. Como el lubricante base, puede usarse una sustancia líquida que tiene una alta lubricidad por sí mismo. El lubricante base es una sal metálica de ácido orgánico altamente básica (sobre-básica).

La sal metálica de ácido orgánico altamente básica puede ser una o más clases seleccionadas entre un sulfonato metálico altamente básico, un salicilato metálico altamente básico, un fenato metálico altamente básico, y un carboxilato metálico altamente básico. Estas sales metálicas de ácido orgánico altamente básicas son sustancias en líquidos viscosos que contienen un exceso de una cantidad de una sal de metal alcalino o alcalinotérreo que les hace básicas y que tienen propiedades mejoradas para evitar la oxidación y la lubricidad.

La sal metálica de ácido orgánico altamente básica puede ser una sal alcalina tal como una sal de litio, sodio, o potasio o una sal de metal alcalinotérreo tal como una sal de calcio, magnesio o bario. Para cada una de las sales de ácido orgánico anteriores, una sal de metal alcalinotérreo es preferible a una sal de metal alcalino, y una sal de calcio es más preferible desde el punto de vista de resistencia a excoriación.

La parte ácido sulfónico que constituye un sulfonato metálico altamente básico puede ser un ácido sulfónico de vaselina, que se obtiene por sulfonación de los componentes aromáticos en un destilado de petróleo, o un ácido alquil aromático sulfónico sintético. Los ejemplos de ácido sulfónico sintético incluyen ácido docecilbencenosulfónico, ácido dinonilnaftalenosulfónico, y similares. Como se ha descrito anteriormente, la sal sulfonato puede ser una sal de metal alcalino o alcalinotérreo, y preferiblemente una sal de metal alcalinotérreo y más preferiblemente una sal de calcio. A modo de ejemplo, dicho sulfonato cálcico altamente básico preferido se explicará a continuación, aunque el sulfonato metálico altamente básico no se limita al mismo. El sulfonato cálcico altamente básico está disponible en el mercado. En los ejemplos de un producto comercial son Sulfol 1040 fabricado por Matsumura Petroleum Institute, y Lubrizol 5318 fabricado por Japan Lubrizol.

Un sulfonato cálcico altamente básico se prepara disolviendo una sal sulfonato neutra en un disolvente adecuado, tal como uno seleccionado entre un hidrocarburo aromático, un alcohol y aceite mineral, añadiendo hidróxido cálcico en una cantidad suficiente para dar a la base el número requerido para el sulfonato cálcico altamente básico y mezclar. Posteriormente, una cantidad en exceso de dióxido de carbono gaseoso a carbonato del hidróxido cálcico añadido se hace pasar a través de la mezcla, y después se filtra en presencia de un adyuvante de filtrado tal como caolín activado. El filtrado se destila al vacío para retirar el disolvente volátil, dejando en sulfonato cálcico altamente básico deseado como residuo.

Un sulfonato cálcico altamente básico preparado por este método es una sustancia líquida viscosa, que contiene partículas finas coloidales de carbonato cálcico dispersas en una sustancia oleosa de una manera estable. Como las partículas dispersas de carbonato cálcico pueden funcionar como lubricante sólido, el sulfonato cálcico altamente básico puede presentar una lubricidad notablemente mejor comparado con un aceite lubricante líquido típico.

Adicionalmente, en el caso de que la superficie friccional tenga irregularidades minoritarias (rugosidad superficial), el sulfonato cálcico altamente básico puede presentar un efecto para prevenir la excoriación aún mejor sobre una junta roscada debido al efecto combinado del efecto de lubricación de película de microfluido provocado por la presión hidrostática y el efecto de lubricación de sólido de las partículas finas.

5

Un salicilato metálico altamente básico puede ser una sal de metal alcalino o alcalinotérreo de un ácido alquilsalicílico. El ácido alquilsalicílico puede prepararse sometiendo un alquil fenol obtenido por alquilación de fenol con una alfaolefina que tiene de aproximadamente 14 a aproximadamente 18 átomos de carbono a la reacción Kolbe-Schmit para introducir un grupo carboxílico.

1

El salicilato metálico altamente básico puede prepararse convirtiendo una sal de salicilato neutra en una sal metálica altamente básica, por ejemplo, una sal cálcica por el mismo método explicado con respecto a un sulfonato cálcico altamente básico. Los ejemplos de productos comerciales del mismo incluyen OSCA 431 y OSCA 453 de OSCA Chemicals, y SAP 005 de Shell Chemicals.

15

Un fenato metálico altamente básico puede prepararse convirtiendo una sal fenato neutra en una sal metálica altamente básica, por ejemplo, sal cálcica, por el mismo método descrito con respecto a sulfonato metálico altamente básico. El fenato neutro puede obtenerse haciendo reaccionar un alquil fenol como se ha descrito anteriormente con un hidróxido metálico en presencia de un catalizador de azufre elemental en un disolvente alcohólico.

20

La parte ácido carboxílico que constituye el carboxilato metálico altamente básico es preferiblemente un ácido monocarboxílico o un ácido dicarboxílico, que preferiblemente contiene de 5 a 19 átomos de carbono. Los ejemplos de ácido monocarboxílico incluyen ácido caproico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido tridecílico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido isosteárico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linoleico, ácido nafténico y ácido benzoico. Los ejemplos de ácido dicarboxílico incluyen ácido subérico, ácido acelaico y ácido sebácico. El método para convertir una sal neutra en una sala altamente básica puede ser el mismo que el descrito anteriormente.

23

Todas las sales metálicas de ácido orgánico altamente básicas descritas anteriormente son sustancias viscosas, líquidas o fluidas que contienen un exceso de álcali, tal como carbonato cálcico, en forma de partículas finas dispersas en un aceite. Uno o más de estos sulfonatos metálicos de ácido orgánico altamente básicos puede usarse como lubricante base. Cuando se usan dos o más lubricantes base, pueden ser de la misma clase (tal como dos sulfonato metálicos altamente básicos), o de clases diferentes (tal como una combinación de sulfonato metálico altamente básico y un fenato metálico altamente básico).

35

Cuanto mayor sea el número de base de la sal metálica de ácido orgánico altamente básica que se emplea como lubricante base, mayor será la cantidad de exceso de álcali en las partículas finas contenidas en su interior y mayor la lubricidad. Además, un recubrimiento lubricante que tiene un grado de basicidad mayor de un cierto nivel ha aumentado las propiedades de prevención de oxidación debido a su efecto de neutralización de sustancias ácidas que pueden provocar oxidación. Por estas razones, la sal metálica de ácido orgánico altamente básica usada en la presente invención preferiblemente tiene un número de base (JIS K2501) de al menos 40 mg KOH/g. Sin embargo, un lubricante base que tiene un número de base superior a 500 mg de KOH/g tiene una mayor naturaleza hidrófila y menores propiedades para evitar la oxidación. El número de base del lubricante base está más preferiblemente en el intervalo 100-500 mg KOH/g y más preferiblemente en el intervalo 250-450 mg KOH/g.

45

El contenido de sal metálica de ácido orgánico altamente básica presente en una composición de recubrimiento es preferiblemente al menos el 10% en peso, más preferiblemente al menos el 20% en peso, y más preferiblemente aún al menos el 30% en peso basado en el contenido de sólidos total de la composición de recubrimiento. Si el contenido de sal metálica de ácido orgánico altamente básica es menor del 10% en peso, el recubrimiento lubricante líquido resultante puede tener una lubricidad y propiedades para evitar la oxidación insuficientes. También se prefiere que la cantidad de lubricante base se seleccione de manera que el recubrimiento lubricante resultante tenga un número de base de 40 a 500 mg de KOH/g por la razón descrita anteriormente.

55

La composición de recubrimiento lubricante que se usa para formar un recubrimiento lubricante líquido puede contener una resina termoplástica, que sirve para aumentar el espesor del recubrimiento lubricante resultante y también la resistencia a excoriación del mismo cuando se introduce en una interfaz friccional. Los ejemplos de resinas termoplásticas útiles incluyen resinas de polietileno, resinas de polipropileno, resinas de poliestireno, resinas de polimetacrilato, resinas de copolímero de estireno/acrilato, resinas de poliamida y similares.

65

La resina termoplástica está presente preferiblemente en la composición de recubrimiento en forma de partículas o en forma de polvo en lugar de estar disuelta en su interior. La resina termoplástica en forma de partículas puede ejercer una acción lubricante similar a la de un lubricante sólido cuando se introduce en una interfaz friccional y proporciona una mejora aumentada en la resistencia a excoriación. Para este fin, las partículas pueden hincharse. La densidad (JIS K7112) de la resina termoplástica está preferiblemente en el intervalo de 0,9-1,2. Teniendo en cuenta la necesidad de la resina para deformarse fácilmente en la superficie friccional y presentar lubricidad, la resina termoplástica preferiblemente tiene una temperatura de deformación térmica (JIS K7206) de 50-150°C. Es ventajoso que las partículas de resina termoplástica tengan un pequeño diámetro para aumentar el espesor del recubrimiento lubricante y mejorar su resistencia a excoriación. Sin embargo, las partículas menores de 0,05 micrómetros de diámetro provocan que la

composición de recubrimiento lubricante tenga una tendencia marcadamente alta a excoriación, haciendo de esta manera que sea difícil formar un recubrimiento con un espesor uniforme. Las partículas mayores de 30 micrómetros de diámetro son difíciles de introducir en una interfaz friccional y fáciles de separar por sedimentación o flotación en la composición de recubrimiento, haciendo de esta manera difícil formar un recubrimiento homogéneo. Por consiguiente, el diámetro de partícula está preferiblemente en el intervalo de 0,05-30 micrómetros y más preferiblemente está en el intervalo de 0,07-20 micrómetros.

Cuando una resina termoplástica se añade a una composición de recubrimiento, su contenido es preferiblemente del 0,5-30% en peso, más preferiblemente del 1-20% en peso, y aún más preferiblemente del 2-15% en peso, basado en el contenido de sólidos totales de la composición de recubrimiento. En los casos donde la resina termoplástica está en forma de partículas, la adición de dichas partículas en una cantidad en exceso puede provocar que la composición de recubrimiento gelifique.

La composición de recubrimiento usada para formar un recubrimiento lubricante líquido puede incluir adicionalmente uno o más aditivos además de los constituyentes identificados anteriormente. Los ejemplos de estos aditivos que son adecuados para usar en la presente invención incluyen lubricantes distintos de las sales metálicas de ácido orgánico altamente básicas y agentes de presión extremas. Los ejemplos de dichos otros lubricantes incluyen, aunque sin limitación, sales de ácido graso, ésteres sintéticos, aceites naturales y grasas, ceras, y aceite mineral. Entre estos aditivos, un ácido sintético y un agente de presión extrema se añaden preferiblemente a una composición de recubrimiento, ya que el primero tiene el efecto de aumentar la plasticidad de la resina termoplástica y el último tiene el efecto de mejorar la resistencia a excoriación.

Una sal de ácido graso presenta propiedades similares a aquellas de la sal metálica de ácido orgánico altamente básica descrita anteriormente, aunque a un menor nivel, y puede incluirse en la composición de recubrimiento como una clase de diluyente. Desde los puntos de vista de lubricidad y propiedades para evitar la oxidación, el ácido graso de la sal preferiblemente tiene 12-30 átomos de carbono. El ácido graso puede ser un derivado de ácido graso mixto de un aceite natural o grasa o un solo compuesto de ácido graso. La sal de ácido graso es preferiblemente una sal de metal alcalinotérreo, particularmente una sal cálcica, y puede ser una sal neutra o una sal básica.

Un éster sintético tiene el efecto de aumentar la plasticidad de la resina termoplástica, y al mismo tiempo, puede aumentar la fluidez del recubrimiento lubricante a presión hidrostática. El éster sintético de alto punto de fusión puede usarse también para ajustar el punto de fusión y la suavidad del recubrimiento lubricante resultante. Los ésteres sintéticos que pueden usarse incluyen monoésteres de ácido graso, diésteres de ácido dibásico, y ésteres de ácido graso de trimetilolpropano y pentaeritritol. Los ejemplos de un monoéster de ácido graso incluyen monoésteres de un ácido carboxílico que tiene 12-24 átomos de carbono con un alcohol superior que tiene 8-20 átomos de carbono con un alcohol superior que tiene 8-20 átomos de carbono con un alcohol superior que tiene 8-20 átomos de carbono. Los ejemplos de ácido graso que constituyen el éster de ácido graso de trimetilolpropano o pentaeritritol son aquellos que tiene 8-18 átomos de carbono.

Los aceites y grasas naturales, tales como sebo de ternera, manteca de cerdo, lanolina, aceite de palma, aceite de semilla de colza, y aceite de coco; ceras tales como cera natural o cera de parafina que tienen un peso molecular de 150-500; y aceite mineral o aceite mineral sintético que tienen una viscosidad de 10-300 cSt a 40°C pueden usarse para ajustar la viscosidad del recubrimiento lubricante.

La cantidad de estos otros lubricantes añadidos a la composición de recubrimiento es preferiblemente como máximo el 90% en peso y más preferiblemente como máximo el 60% en peso, basado en el contenido de sólidos totales de la composición. Como otros lubricantes facilitan la formación de un recubrimiento lubricante uniforme, se prefiere que la composición contenga al menos el 5% en peso de uno o más lubricantes distintos. Se prefiere también que la cantidad de otros lubricantes se seleccione de manera que se forme un recubrimiento lubricante que tiene un número de saponificación de 30-100 ml de KOH/g.

Un agente de presión extrema incluye, aunque sin limitación, aceites sulfurados y grasas, polisulfuros, fosfatos, fosfatos, tiofosfatos, y sales metálicas de ácido ditiofosfórico.

Los ejemplos de aceites sulfurados y grasas son aquellos compuestos que tienen un contenido de azufre del 5-30% en peso preparados calentando un aceite animal o vegetal o grasa que tiene enlaces insaturados con azufre.

Los ejemplos de los polisulfuros son aquellos compuestos de la fórmula:  $R^1$ - $S_c$ - $R^2$  (donde  $R^1$  y  $R^2$  son iguales o diferentes y representan un grupo alquilo, un grupo arilo, un grupo alquilarilo, o un grupo arilalquilo que tiene de 4 a 22 carbonos, y c es un número entero de 2 a 5), y olefinas sulfuradas, cada una de las cuales tiene 2-5 grupos sulfuro sucesivos. Los ejemplos de polisulfuros preferidos incluyen disulfuro de dibencilo, polisulfuro de di-terc-docecilo, y polisulfuro de di-terc-nonilo.

Los fosfatos, fosfitos, tiofosfatos, y sales metálicas de ácido ditiofosfórico pueden ser aquellos que tienen las siguientes fórmulas:

fosfato:  $(R^3O)(R^4O)P(=O)(OR^5)$ 

fosfito:  $(R^3O)(R^4O)P(OR^5)$ 

10

15

35

50

tiofosfato:  $(R^3O)(R^4O)P(=S)(OR^5)$ 

Sal metálica de ácido ditiofosfórico: [(R<sup>3</sup>O)(R<sup>6</sup>O)P(=S)-S]<sub>2</sub>-Me

En las fórmulas anteriores, cada uno de R³ - R6 representa un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo alquilcicloalquilo, un grupo arilo, un grupo alquilarilo, o un grupo arilalquilo, teniendo cada uno hasta 24 átomos de carbono, o R⁴ y R⁵ pueden ser hidrógeno. Me representa un metal seleccionado entre molibdeno (Mo), cinc (Zn), y bario (Ba).

Los ejemplos preferidos de estos compuestos incluyen fosfato de tricresilo y fosfato de dioctilo para los fosfatos; fosfito de triestearilo, fosfito de tridecilo, e hidrogenofosfito de dilaurilo para los fosfitos; tiofosfatos de tridodecilo y tritridecilo y tiofosfato de trialquilfenilo para los tiofosfatos; y dialquil ditiofosfato de cinc en los que R³ y R6 son grupos alquilo primario y secundario que tienen 3-20 átomos de carbono para las sales metálicas de ácido ditiofosfórico.

La cantidad de un agente de presión extrema en la composición de recubrimiento está preferiblemente en el intervalo de 0-20% en peso y más preferiblemente del 1-15% en peso, basado en el contenido de sólidos total de la composición. Si la cantidad de agente de presión extrema es demasiado grande, puede tener un efecto negativo sobre las propiedades para evitar la oxidación.

La composición de recubrimiento puede incluir adicionalmente uno más de un antioxidante, un conservante, un reductor del punto de fluidez, y un mejorador del índice de viscosidad. Los ejemplos de antioxidante incluyen bisfenoles tales como metilen-4,4-bis(2,6-di-terc-butilfenol), alquilfenoles tales como di-terc-butilcresol, y naftilaminas. Los ejemplos del reductor del punto de fluidez y mejorador del índice de viscosidad incluyen polimetacrilatos y poliolefinas. Si está presente, normalmente el antioxidante se añade en una cantidad de aproximadamente el 0,01 al 1,0% en peso y el reductor del punto de fluidez y el mejorador del índice de viscosidad se añaden cada uno en una cantidad del 1-5% en peso, basada en los sólidos totales de la composición de recubrimiento.

Preferiblemente la composición de recubrimiento usada para formar un recubrimiento lubricante líquido sin polvo de metal pesado tiene una viscosidad en un intervalo de 2-300 cSt a 40°C. Una composición de recubrimiento que tiene una viscosidad de menos de 2 cSt se pueda dar como resultado la formación de un recubrimiento lubricante que es demasiado fino para conseguir la lubricidad adecuada. Una viscosidad mayor de 300 cSt puede afectar negativamente a la aplicabilidad de la composición de recubrimiento. La viscosidad puede ajustarse mediante la cantidad de disolvente.

Un recubrimiento lubricante líquido que está libre de polvo de metal pesado puede formarse aplicando la composición de recubrimiento descrito anteriormente a la superficie de ajuste de una junta roscada que tiene una capa inferior de cinc o aleación de cinc formada previamente sobre la misma seguido de calentamiento, si fuera necesario, para retirar el disolvente. El espesor del recubrimiento resultante es preferiblemente al menos 10 micrómetros que es suficiente para llenar los huecos minoritarios entre las superficies de ajuste tales como entre roscas para asegurar hermeticidad a gas. Si el espesor es menor de 10 micrómetros, el fenómeno deseado para el recubrimiento lubricante líquido de que el lubricante/lubricantes se filtren hacia una superficie friccional o migren desde otros huecos por la acción de la presión hidrostática generada por el anclaje, puede no producirse suficientemente.

Como el recubrimiento lubricante líquido comprende una sal metálica de ácido orgánico altamente básica que presenta una lubricidad extremadamente alta, no es necesario aumentar el espesor excesivamente. Haciendo al recubrimiento demasiado grueso no sólo provoca que el lubricante/lubricantes se desgasten, sino que también afecta negativamente a la retención del recubrimiento lubricante líquido por la capa porosa subyacente de cinc o aleación de cinc. El límite superior del espesor del recubrimiento lubricante no es crítico aunque generalmente es de 200 micrómetros. Un espesor preferido del recubrimiento lubricante líquido es 20-150 micrómetros.

El tratamiento superficial de dos capas descrito anteriormente que incluye la formación de una capa inferior porosa de cinc o aleación de cinc y un recubrimiento lubricante sólido superior o un recubrimiento líquido sin polvo de metal pesado puede aplicarse a la superficie de ajuste de uno o ambos del elemento macho y el elemento hembra que constituyen una junta roscada. Aunque se prefiere aplicar dicho tratamiento superficial de dos capas a toda la superficie de ajuste del elemento macho y/o el elemento hembra, también es posible aplicarlo únicamente a una parte de la superficie de ajuste, tal como sólo a la superficie de la parte de contacto metálica no roscada en la superficie ajuste.

El tratamiento superficial de dos capas puede conseguir los objetos de la presente invención incluso en los casos donde se aplica a uno cualquiera del elemento macho o el elemento hembra, que es ventajoso en términos de costes. En dichos casos, el tratamiento superficial de dos capas se realiza de una forma relativamente fácil sobre el elemento

de junta (normalmente un elemento hembra) formado sobre el miembro de acoplamiento que es más corta que la tubería de acero. El otro elemento de junta (por ejemplo, un elemento macho), al que el tratamiento superficial de dos capas no se aplica, puede estar no recubierto. En particular, cuando el elemento macho y el elemento hembra se sujetan temporalmente antes del transporte como se muestra en la Figura 1, el otro elemento de junta, por ejemplo, el elemento macho, puede evitarse que se oxide incluso aunque no esté recubierto, ya que la superficie de ajuste del elemento macho se pone en contacto íntimo con las capas de tratamiento superficial formadas sobre la superficie de ajuste del elemento hembra mediante anclaje temporal.

Sin embargo, cuando un miembro de acoplamiento roscado se conecta a una tubería de acero en un extremo de la tubería como se muestra en la Figura 1, el ensamblaje resultante tiene otro elemento macho y elemento hembra en el extremo opuesto de la tubería de acero y la mitad no conectada del miembro de acoplamiento, respectivamente. Cuando sólo los elementos hembra formadas en ambos lados de un miembro de acoplamiento se someten a tratamiento superficial de dos capas de acuerdo con la presente invención, el elemento macho formado en una tubería de acero en un extremo que no está conectado al miembro de acoplamiento se expone desnudo a la atmósfera si no está recubierto.

Cuando el tratamiento superficial de acuerdo con la presente invención se aplica a sólo un elemento del elemento macho y el elemento hembra, el otro elemento puede someterse a un tratamiento superficial adecuado para formar un recubrimiento capaz de conferir propiedades para evitar la oxidación únicamente o en combinación con lubricidad.

Dicho recubrimiento incluye una capa porosa de cinc o aleación de cinc como la empleada capa inferior en la presente invención, un recubrimiento metalizado metálico, un recubrimiento de fosfato, un recubrimiento de oxalato, y un recubrimiento de borato. Una capa porosa de cinc o aleación de cinc y un recubrimiento metalizado metálico tiene una alta capacidad para conferir propiedades para evitar la oxidación mientras que un recubrimiento de fosfato, un recubrimiento de oxalato, y un recubrimiento de borato que están formados todos por un tratamiento de conversión química tienen una alta capacidad para mejorar las propiedades de deslizamiento (lubricidad).

El recubrimiento metalizado metálico puede formarse por un metalizado con cinc, metalizado con aleación de cinc, metalizado con níquel, o metalizado con cobre, por ejemplo. El recubrimiento de fosfato incluye un recubrimiento de fosfato de manganeso, un recubrimiento de fosfato de cinc, un recubrimiento de fosfato de calcio y cinc, un recubrimiento de fosfato de hierro y cinc y similares. El recubrimiento de oxalato puede formarse, por ejemplo, sumergiendo en una solución acuosa de ácido oxálico  $(C_2H_2O_4)$  para formar un recubrimiento compuesto por oxalatos metálicos tales como oxalato de hierro  $(\text{FeC}_2O_4)$  y oxalato de níquel  $(\text{NiC}_2O_4)$ . El recubrimiento de borato puede ser un recubrimiento de un borato metálico tal como borato potásico. El peso del recubrimiento de estos recubrimientos puede seleccionarse para que confiera propiedades para evitar la oxidación y/o lubricidad suficientemente aunque no en una cantidad excesiva. Pueden aplicarse dos o más de estas capas, tales como una capa inferior porosa de cinc o aleación de cinc o un recubrimiento metalizado metálico y un recubrimiento superior de fosfato, oxalato, o borato.

También es posible unir un protector adecuado a un elemento macho expuesto y/o un elemento hembra para evitar que se oxide antes de usarlo en un pozo petrolífero.

#### **Ejemplos**

15

Los siguientes ejemplos se dan para ilustrar la presente invención, y no pretenden restringirla. En la siguiente descripción, una superficie de ajuste que comprende una parte roscada y una parte de contacto metálica no roscada de un elemento macho se denomina superficie del elemento macho y la de un elemento hembra se denomina superficie de del elemento hembra.

La superficie del elemento macho y la superficie del elemento hembra de una junta roscada (diámetro externo: 17,8 cm (7 pulgadas), espesor de la pared: 1,04 cm (0,408 pulgadas)) hechas de un material seleccionado entre un acero al carbono A, un acero de Cr-Mo B, un acero con un 13% de Cr C, y un acero altamente aleado D, cada uno de los cuales tiene una composición mostrada en la Tabla 1 se sometieron al tratamiento superficial mostrado en la Tabla 2, que indica el tipo de acero (Tabla 1) de la junta roscada, y las condiciones para el pretratamiento incluyendo la formación de una capa inferior para la formación de un recubrimiento lubricante sólido o un recubrimiento lubricante líquido, sin polvo de metal pesado. El espesor de la capa inferior y el del recubrimiento lubricante se determinaron mediante una galga de espesor de película disponible en el mercado midiendo el peso del recubrimiento y convirtiéndolo en espesor. La Tabla 3 muestra la composición de una composición de recubrimiento usada para formar un recubrimiento lubricante líquido. La composición de recubrimiento para formar un recubrimiento lubricante sólido o líquido se aplicó mediante recubrimiento por cepillado.

El tratamiento con chorro de arena mostrado en la Tabla 2 se realizó con arena del Nº 80 para una rugosidad superficial de 10 micrómetros o arena del Nº 62 para una rugosidad superficial de 20 micrómetros.

La capa de Zn y la capa de Zn-Fe mostradas en la columna de pretratamiento en la Tabla 2 son una capa porosa de cinc y una capa porosa de aleación cinc-hierro, respectivamente, formadas mediante metalizado por chorro. El metalizado por chorro se realizó usando partículas comercializadas por Dowa Teppun Kogyo con el nombre comercial "Hierro Z" que tenían un núcleo de hierro recubierto con cinc metálico o una aleación cinc-hierro (Zn-Fe-Al). Estas partículas que tienen un recubrimiento de cinc se usaron para formar una capa de cinc porosa y aquellas que tenían un recubrimiento de aleación cinc-hierro se usaron para formar una capa porosa de aleación cinc-hierro.

Entre los recubrimientos lubricantes sólidos mostrados en la Tabla 2, aquéllas en las que el aglutinante era una resina orgánica (por ejemplo, una resina de poliamideimida) se sometieron, después de la formación del recubrimiento, a un tratamiento térmico para curado durante 30 minutos a una temperatura mostrada "T" en la Tabla 2 para endurecer el recubrimiento.

5

Los recubrimientos lubricantes sólidos en los que el aglutinante era un compuesto polimérico inorgánico que tenían un esqueleto Ti-O que se muestra como "Ti-O" en la Tabla 2 se formaron por aplicación de una composición de recubrimiento que se preparó dispersando un polvo de lubricante en una solución de isopropóxido de titanio disuelto en un disolvente mixto 3:1:3 de xileno:alcohol butílico:tricloroetileno. Posteriormente, los recubrimientos se humidificaron dejando reposar durante 3 horas en la atmósfera, y se calentaron durante 30 minutos soplando aire caliente a 150°C.

En la Tabla 2, "M" indica la proporción en masa del polvo lubricante a aglutinante (resina orgánica o compuesto polimérico inorgánico) en un recubrimiento lubricante sólido, y "D" indica el diámetro de partícula medio del polvo lubricante.

Los recubrimientos lubricantes líquidos que estaban libres de un polvo de metal pesado se formaron por aplicación de una composición de recubrimiento mostrada en la Tabla 3 y se dejaron reposar durante 12 horas a temperatura ambiente para evaporar el disolvente.

20

El tratamiento superficial de las dos capas de acuerdo con la presente invención se aplicó a la superficie del elemento macho en el Ejemplo 3, a ambas superficies del elemento hembra y el elemento macho en el Ejemplo 4, y a las superficies del elemento hembra en los restantes Ejemplos.

25 1

Para comparación, se formó una capa inferior de recubrimiento de fosfato de manganeso en el Ejemplo Comparativo 1 y la de metalizado de hierro y un fosfato de manganeso se formó en el Ejemplo Comparativo 2. Ambos se recubrieron con un recubrimiento lubricante sólido. Únicamente se formó una capa inferior porosa de cinc sobre ambas superficies de los elementos macho y hembra en el Ejemplo Comparativo 3.

30

A modo de ejemplo, en el Ejemplo 1 mostrado en la Tabla 2, una junta roscada hecha de un acero al carbono A que tenía la composición mostrada en la Tabla 1 se sometió al siguiente tratamiento superficial. La superficie del elemento hembra se sometió a molienda mecánica (hasta una rugosidad superficial de 3 micrómetros) y después a metalizado por chorro para formar una capa porosa de cinc que tenía un espesor de 12 micrómetros como capa inferior. Posteriormente, un recubrimiento lubricante sólido que tenía un espesor de 27 micrómetros se formó en la capa inferior. El recubrimiento lubricante sólido comprendía una resina de poliamideimida que contenía disulfuro de molibdeno en polvo que tenía un diámetro de partícula medio de 5 micrómetros, y la proporción en masa del disulfuro de molibdeno en polvo a la resina era 4:1. El recubrimiento lubricante sólido resultante se sometió después a un tratamiento térmico para curarlo a 260°C durante 30 minutos para endurecer el recubrimiento. La superficie del elemento macho se sometió únicamente a molienda mecánica (hasta una rugosidad superficial de 3 micrómetros).

40

También en los Ejemplos 2 a 13 y Ejemplos Comparativos 1 a 3, el elemento macho y el elemento hembra de una junta roscada hecha de acero indicada en la Tabla 2 se sometieron al tratamiento superficial indicado en la Tabla 2 de la manera descrita anteriormente. El recubrimiento de oxalato formado sobre la superficie del elemento macho por tratamiento de conversión química en el Ejemplo 12 se pensó que era un recubrimiento compuesto por oxalato de hierro y oxalato de níquel.

45

La junta roscada tratada superficialmente en la que el elemento macho y el elemento hembra no se anclaron se ensayó para las propiedades para evitar la oxidación de la siguiente manera. Para las juntas roscadas de los Ejemplos 1 a 13 y Ejemplos Comparativos 1 y 2, el elemento macho y/o el elemento hembra que tenía un recubrimiento lubricante sólido o líquido formado sobre el mismo se sometió a un ensayo de pulverización de sal durante 336 horas de acuerdo con JIS Z2371 y después se examinó para oxidación. Para la junta roscada del Ejemplo Comparativo 3 en la que no se formó un recubrimiento lubricante, ambos elemento macho y elemento hembra se ensayaron de la manera anterior.

55

Usando las juntas roscadas que se han sometido a ensayo de pulverización con sal, se repitieron el anclaje (montaje) y aflojado (desenroscado) hasta un máximo de 20 veces en las condiciones mostradas en la Tabla 4 para examinar la aparición de deformación y excoriación. Para simular un pozo petrolífero en un entorno a alta temperatura, en los ciclos 11 y 16, el montaje a alta temperatura fue seguido de calentamiento durante 24 horas a 400°C, y después la temperatura se enfrió de nuevo a temperatura ambiente, realizándose el desenroscado. En los restantes ciclos 1 a 10, 12 a 15, y 17 a 20, el montaje o desenroscado se realizaron a temperatura ambiente sin calentamiento. La velocidad de montaje fue de 10 rpm y el par de montaje era 14,02 kJ·s (10.340 pie·libra·s).

60

La Tabla 5 muestra los resultados de la deformación y excoriación en la repetición del ensayo de montaje y desenroscado y la oxidación en el ensayo de pulverización con sal.

TABLA 1

Composición de Acero de Junta Roscada (% en peso) (Equilibrio: Fe e impurezas inevitables)

Tipo	С	Si	Mn	Р	S	Cu	Ni	Cr	Мо
Α	0,24	0,30	1,30	0,02	0,01	0,04	0,07	0,17	0,04
В	0,25	0,25	0,80	0,02	0,01	0,01	0,05	0,95	0,18
С	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

Ejemplo	TA <sup>2</sup>	Elemer	nto macho³		o hembra <sup>4</sup>
Nº1		Pretratamiento	Recubrimiento Lubricante	Pretratamiento	Recubrimiento Lubricante
Ej. 1	Α	Molienda (R=3)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn (t=12)	Resina de poliamideimida MoS <sub>2</sub> (D=5, M=4) (t=27) (T=260)
Ej. 2	В	Molienda (R=2)	Ninguno	1. Chorro de arena (R=19) 2. Capa de Zn-Fe (t=15)	Resina epoxi MoS <sub>2</sub> (D=5, M=5) BN (D=3, M=1) (t=20) (T=230)
Ej. 3	Α	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn (t=8)	Ti-O MoS <sub>2</sub> (D=2, M=3) WS <sub>2</sub> (D=3, M=2) (t=10)	Molienda (R=2)	Ninguno
Ej. 4	D	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn (t=8)	Ti-O MoS <sub>2</sub> (D=2, M=3) (t=15)	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn-Fe (t=15)	Resina de poliamideimida MoS <sub>2</sub> (D=5, M=3,5) (t=35) (T=260)
Ej. Com. 5	Α	Molienda (R=2)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn-Fe (t=1,5)	Resina de poliamideimida MoS <sub>2</sub> (D=5, M=3) (t=25) (T=260)
Ej. 6	Α	Molienda (R=2)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Capa Zn-Fe (t=50)	Resina de poliamideimida MoS <sub>2</sub> (D=5, M=3) (t=25) (T=260)
Ej. 7	В	Molienda (R=3)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Capa Zn (t=15)	Recubrimiento lubricante líquido A en la Tabla 3 (t=30)

	Ej. 8	В	Molienda (R=3)	Ninguno	1. Molienda (R=3)	Recubrimiento lubricante líquido B
5					2. Capa Zn-Fe (t=15)	en la Tabla 3 (t=100)
10	Ej. 9	С	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn (t=12)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn (t=15)	Resina de poliamideimida MoS <sub>2</sub> (D=3, M=4) (t=30) (T=260)
15	Ej. 10	В	1. Molienda (R=3) 2. Recub. Fosfato Zn (t=20)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn (t=15)	Resina de poliamideimida MoS <sub>2</sub> (D=3, M=4) (t=30) (T=260)
20	Ej. 11	С	1. Molienda (R=3) 2. Recub. Fosfato Zn (t=20)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Capa de Zn (t=20)	Recubrimiento lubricante liquido C en Tabla 3 (t=150)
25	Ej. 12	С	1. Molienda (R=3) 2. Recub. oxalato (t=10)	Ninguno	1. Chorro de arena (R=20) 2. Capa de Zn-Fe (t=25)	Resina de epoxi MoS <sub>2</sub> (D=5, M=4) (t=27) (T=230)
30	Ej. 13	Α	1. Molienda (R=3) 2. Recub. Borato K (t=5)	Ninguno	1. Chorro de arena (R=10) 2. Capa de Zn-Fe (t=1,5)	Grafito de resina fenólica (D=2,M=4) (t=25) (T=200)
35	Ej. Comp. 1	Α	Molienda (R=3)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Recub. Fosfato Mn (t=20)	Resina de poliamideimida MoS <sub>2</sub> (D=5, M=4) (t=25) (T=200)
40	Ej. Comp. 2	С	Molienda (R=3)	Ninguno	1. Molienda (R=3) 2. Metalizado Fe (t=15) 3. Recub. Fosfato	Resina de poliamideimida MoS <sub>2</sub> (D=5, M=4) (t=35) (T=260)
45	Ej.	Α	1. Molienda	Ninguno	Mn (t=20) 1. Molienda	Ninguno
	Comp.	, ,	(R=2) 2. Capa de Zn		(R=3) 2. Capa Zn	
50	9		(t=8)		(t=15)	·

(Notas) <sup>1</sup>Ej: Ejemplo; Ej Comp.: Ejemplo Comparativo

55

60

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>TA: Tipo de Acero (en Tabla 1)

<sup>3.4 &</sup>quot;Ti-O" indica un compuesto polimérico inorgánico que tiene un esqueleto de Ti-O

<sup>&</sup>quot;R" indica una rugosidad superficial, Rmax (μm);

<sup>&</sup>quot;D" indica el tamaño de partícula medio (µm) de un polvo lubricante;

<sup>&</sup>quot;M" indica la proporción en masa de polvo lubricante/aglutinante;

<sup>&</sup>quot;t" indica el espesor de un recubrimiento (µm); y

<sup>&</sup>quot;T" indica la temperatura (°C) de tratamiento térmico para curar un recubrimiento lubricante sólido.

TABLA 3

Composición de recubrimiento para formar un recubrimiento lubricante líquido (% en peso)

O		Com	posición de recubrir	miento	
Componente		Α	-     15       20     -       -     5       4     -       -     5       2     2       3     -       -     3       0     -       15     20       16     -		
Disolvente		50	4 0	50	
Listeda anta	Z-1	25	-	15	
Lubricante	Z-2	-	20	-	
base	Z-3	<u>-</u>	-	5	
Polvo de resina	Y-1	-	4	-	
termoplástica	Y-2	-	-	5	
A	X-1	-	2	2	
Agente de presión	X-2	-	3	_	
extrema	X-3	-	-	3	
	W-1	10	-	5 0 15 - 5 - 5 2 - 3 - 20 - 160	
Otro lubricante	W-2	1 0	1 5	20	
	W-3	5	1 6	-	
Número de Base (mgK	(OH/g)	200	83	160	
Número de Sap. (mgK	OH/g)	4 0	4 5	7 2	

Disolvente: alcohol mineral (JIS K2201 4)

#### Lubricante base:

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Z-1: Sulfonato cálcico altamente básico (número de base: 400 mgKOH/g)
- Z-2: Salicilato de Mg altamente básico (número de base: 150 mgKOH/g)
- Z-3: Fenato cálcico altamente básico (número de base: 400 mgKOH/g)

#### Polvo de resina termoplástica:

- Y-1: Polietileno en polvo (diámetro de partícula: 20 µm)
- Y-2: Resina acrílica en polvo (diámetro de partícula: 2 μm)

#### Agente de presión extrema:

- X-1: Manteca de cerdo sulfurada (S: 10%, Número de Saponificación 180 mgKOH/g)
- X-2: Hidrgenofosfato de dilaurilo
- X-3: Dialquilditiofosfato de cinc (Zn: 8%, P: 9%, S: 17%)

# Otros lubricantes:

- W-1: Jabón cálcico de ácido graso de sebo de ternera (Número de Sap. 20 mgKHO/g)
- W-2: Trioleato trimetilolpropano (Número de Sap. 20 mgKHO/g)
- W-3: Aceite mineral purificado (ISO VG46).
- Número de base y número de saponificación (número sap.) son valores para el recubrimiento formado después de la evaporación del disolvente.

# TABLA 4 Procedimiento de montaje y desenroscado repetido

5	Ciclos 1 - 10	Montaje y desenroscado a temperatura ambiente (TA)
	Ciclo 11	Montaje a TA $\rightarrow$ calentamiento durante 24 horas a 400°C $\rightarrow$
10		refrigeración a TA → desenroscado a TA
	Ciclos 12 - 15	Montaje y desenroscado a TA
	Ciclo 16	Montaje a TA → calentamiento durante 24 horas a 400°C →
15		refrigeración a TA → desenroscado a TA
	Ciclos 17 - 20	Montaje y desenroscado a TA

20 TABLA 5

	Ejemplo	Aparición de deformación o excoriación 1 (Figura: Número de ciclos)								Oxida	ación <sup>2</sup>							
25	Nº 3	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	Elem.	Elem.
																	macho	hembra
	Ej. 1	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	O	О	О	О	О	-	O
30	Ej. 2	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	Ο	О	Ο	Ο	•	O
	Ej. 3	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	Ο	O	-
	Ej. 4	О	О	О	0	О	О	О	О	О	О	О	Ο	0	O	Ο	О	О
35	Ej. Comp. 5	О	О	О	О	О	О	О	O	О	О	О	O	Δ	Δ	Δ	-	Δ
	Ej. 6	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	O	Δ	Δ	•	O
	Ej. 7	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	O	О	Δ	Δ	Δ	-	O
40	Ej. 8	О	О	О	O	О	О	O	Ο	О	О	О	О	O	Δ	Δ	-	О
	Ej. 9	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	Ο	O	O	Ο	O	-	0
	Ej. 10	Ο	О	О	О	О	О	О	Ο	О	О	О	О	О	О	О	-	0
45	Ej. 11	О	Ο	О	О	О	О	О	О	О	О	О	О	Δ	Δ	Δ	•	О
	Ej. 12	Ο	Ο	Ο	Ο	О	Ο	Ο	О	О	О	О	О	О	Ο	O	-	0
50	Ej. 13	Ο	О	Ο	О	О	О	Ο	О	О	О	О	О	О	Ο	О	-	О
	Ej. Comp. 1	О	О	Δ	Δ	Δ	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	Χ
	Ej. Comp. 2	О	О	O	Δ	Δ	Δ	Χ	-	-	-	-	-	-		-	-	X
55	Ej. Comp 3	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	О	Ο

(Notas)  $^{1)}$  O: No hay deformación o excoriación;  $\Delta$ : Ligera deformación (reparable);

X: Excoriación (irreparable); -: No realizado

- 2) O: Sin oxidación;  $\Delta$ : Oxidación ligera aunque no problemático;
  - X: Oxidación significativa (problemático); -: No ensayado
- <sup>65</sup> Bj: Ejemplo; Ej. Comp: Ejemplo Comparativo

Como puede observarse en la Tabla 5, las juntas roscadas de los Ejemplos 1 a 13 en los que el elemento hembra y/o el elemento macho se han sometido a tratamiento superficial de acuerdo con la presente invención han mejorado la resistencia a excoriación y propiedades para evitar la oxidación. Respecto a las propiedades para evitar la oxidación, se observó una ligera oxidación en el ensayo de pulverización de sal en el Ejemplo 5 en el que la capa inferior porosa de aleación de cinc-hierro tenía un espesor pequeño de 1,5 micrómetros, aunque no era de una extensión problemática. En este Ejemplo 5, y en el Ejemplo 6 en el que la capa inferior tenía un gran espesor de 50 micrómetros, así como en los Ejemplos 7, 8 y 11 en los que el recubrimiento lubricante era líquido, ocurrió una ligera deformación durante el montaje en los ciclos 18 ó 19 y posteriormente en el ensayo repetido de montaje y desenroscado, aunque el ensayo pudo realizarse hasta el final del ciclo 20 realizando un procedimiento de reparación normal. A partir de los resultados de los Ejemplos 7, 8 y 11 se estima que un recubrimiento lubricante líquido de cinc de polvo pesado tiene una lubricidad ligeramente menor que un recubrimiento lubricante sólido.

En los Ejemplos Comparativos 1 y 2 en los que la capa inferior estaba compuesta por fosfato de manganeso o una combinación de metalizado con hierro y fosfato de manganeso, se observó oxidación en toda la superficie en el ensayo de pulverización con sal. Adicionalmente, aunque la capa inferior de fosfato de manganeso era una capa porosa, ocurrió excoriación en el ciclo 11 ó 12 en el ensayo repetido de montaje y desenroscado, y el ensayo tenía que detenerse en ese ciclo. Parece que la excoriación ocurría fácilmente por oxidación, lo que provocaba que el recubrimiento lubricante se separara fácilmente y la superficie del sustrato tuviera una rugosidad aumentada.

En el Ejemplo Comparativo 3 no se observó oxidación en el ensayo de pulverización con sal. Sin embargo, ocurrió excoriación en el ciclo 6 en el ensayo repetido de montaje y desenroscado. Se confirmó que la excoriación no podía evitarse mediante metalizado por chorro en la capa de cinc porosa sola en la técnica anterior a menos que se recubriera con una grasa compuesta convencional que contenía un polvo de metal pesado.

## Aplicabilidad industrial

40

45

50

55

Una junta roscada de acuerdo con la presente invención presenta lubricidad, propiedades para evitar la oxidación, y hermeticidad a gas mejoradas sin aplicación de un lubricante de grasa que contiene un polvo de metal pesado tal como una grasa compuesta. Adicionalmente, estas propiedades se mantienen a una alta temperatura, aunque sin una grasa compuesta. Como resultado, incluso en los casos en los que se usa para conectar tuberías de pozo petrolífero a una alta temperatura en el pozo petrolífero, tal como un pozo profundo o un pozo al que se ha inyectado vapor, es posible eliminar o minimizar la aparición de excoriación durante la repetición del montaje y desenroscado y mantener una buena hermeticidad a gas sin una posible contaminación ambiental por polvo de metal pesado.

La presente invención se ha descrito con respecto a ciertas realizaciones y la descripción mostrada anteriormente es simplemente para ilustración y no pretende restringir la presente invención. Los especialistas en la técnica entenderán que pueden realizarse numerosas variaciones y modificaciones en la invención descrita anteriormente.

#### REIVINDICACIONES

1. Una junta roscada para tuberías de acero que comprende un elemento macho (1) y un elemento hembra (2) capaces de ajustarse entre sí, teniendo el elemento macho (1) una parte roscada externamente (3A) y una parte de contacto metálica no roscada (4) con una superficie de ajuste, y teniendo el elemento hembra (2) una parte roscada internamente (3B) y una parte de contacto metálica no roscada, (4) como superficie de ajuste,

caracterizada porque la superficie de ajuste de al menos uno del elemento macho y el elemento hembra está recubierta con una capa inferior porosa de cinc o aleación de cinc que tiene una rugosidad superficial de 5 a 40 µm indicada por Rmax y un recubrimiento lubricante superior seleccionado entre un recubrimiento sólido y un recubrimiento líquido sin polvo de metal pesado, basado en una sal metálica de ácido orgánico altamente básica.

- 2. Una junta roscada de acuerdo con la reivindicación 1 en la que la capa inferior porosa de cinc o aleación de cinc y el recubrimiento lubricante superior están formados sobre la superficie de ajuste de uno del elemento macho y el elemento hembra.
  - 3. Una junta roscada de acuerdo con la reivindicación 2 en la que la superficie de ajuste del otro elemento macho o hembra tiene uno o más recubrimientos seleccionados entre la capa porosa de cinc o aleación de cinc, un recubrimiento metalizado metálico, un recubrimiento de fosfato, un recubrimiento de oxalato, y un recubrimiento de borato.
  - 4. Una junta roscada de acuerdo con la reivindicación 1 en la que la capa porosa de cinc o aleación de cinc tiene un espesor de 5 a 40 micrómetros.
- 5. Una junta roscada de acuerdo con la reivindicación 1 en la que la capa porosa de cinc o aleación de cinc se forma mediante metalizado por impacto.
  - 6. Una junta roscada de acuerdo con la reivindicación 5 en la que el metalizado por impacto está representado por un metalizado por chorro.
- 7. Una junta roscada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en la que el recubrimiento lubricante es un recubrimiento lubricante sólido que comprende un polvo que presenta una acción de lubricación de sólido disperso en un aglutinante orgánico o inorgánico.
- 8. Una junta roscada de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en la que el recubrimiento lubricante es un recubrimiento lubricante líquido que comprende adicionalmente uno o más componentes seleccionados entre un polvo de resina termoplástica, un agente de presión extrema, y un lubricante distinto de la sal metálica de ácido orgánico altamente básica.

19

20

40

45

50

55

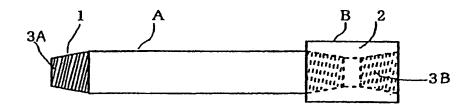


Fig. 1

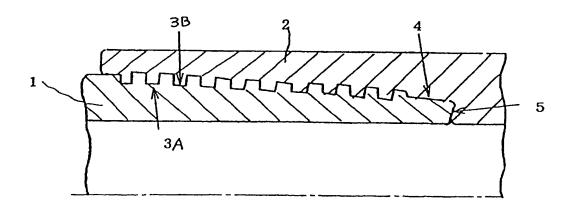


Fig. 2