



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 356 522**

51 Int. Cl.:
F16L 15/00 (2006.01)
E21B 17/042 (2006.01)
C23C 24/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02717104 .0**
96 Fecha de presentación : **11.04.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1378698**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.01.2004**

54 Título: **Unión roscada para tubería de acero.**

30 Prioridad: **11.04.2001 JP 2001-112883**
24.05.2001 JP 2001-155795

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
08.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
08.04.2011

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

72 Inventor/es: **Goto, Kunio**
Matsumoto, Keishi;
Nakasuji, Kazuyuki;
Anraku, Toshiro y
Nagasaki, Shigeo

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 356 522 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

Unión roscada para tubería de acero.

Campo Técnico

5 Esta invención se refiere a una unión roscada para tuberías de acero para su uso en el acoplamiento de tuberías de acero tales como tuberías de pozos petrolíferos. Más particularmente, esta invención se refiere a una unión roscada para tuberías de acero que tienen una resistencia al desgaste e impermeabilidad al gas excelentes y que no requieren la aplicación de una grasa compuesta que contiene un polvo de metal pesado, cuya aplicación se realizó de forma convencional antes de que se realizara cada momento de sujeción para evitar el desgaste de la unión.

10 Antecedentes de la Técnica

Las tuberías de pozos petrolíferos que son tuberías de acero usadas en la perforación de pozos petrolíferos se acoplan entre sí mediante una unión roscada para tuberías de acero. La unión roscada está comprendida de un pasador que tiene una rosca macho y una caja que tiene una rosca hembra.

15 Como se muestra esquemáticamente en la Figura 1, una rosca macho 3A se forma normalmente sobre la superficie exterior en ambos extremos de una tubería de acero A para formar un pasador 1 y una rosca hembra 3B se forma en ambos lados de la superficie interna de un miembro de unión separado en forma de un acoplamiento con forma de manguito para formar una caja 2. Como se muestra en la Figura 1, la tubería de acero A se monta normalmente en un estado en el que un acoplamiento B se acopla previamente a un extremo.

20 Una unión roscada para tuberías de acero se somete a presiones compuestas debido a las fuerzas de tensión axial provocadas por el peso de la tubería de acero y el acoplamiento y las presiones internas y externas subterráneas y también se somete a calor subterráneo. Por consiguiente, se requiere una unión roscada para mantener la impermeabilidad al gas (sellabilidad) sin que se dañe incluso en dichas condiciones. Además, durante el proceso de descenso de las tuberías de pozos petrolíferos, es normalmente la causa de que una unión que se ha sujetado una vez se afloje (no sujeta) y después se vuelve a sujetar. Por consiguiente, de acuerdo con el API (Instituto Americano del Petróleo), se desea que no aparezca el agarrotamiento severo denominado desgaste y que la impermeabilidad al gas se mantenga incluso si la sujeción (montar) y el aflojamiento (desmontar) se realice diez veces para uniones para el entubado y tres veces para uniones para recubrimiento de carcasa.

30 En años recientes, para mejorar la impermeabilidad al gas, las uniones roscadas especiales que son capaces de formar un sellado metal a metal se han empezado a usar generalmente. En este tipo de unión roscada, cada uno de un pasador y una caja tiene 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 el pasador y la caja. Las partes de contacto metálicas no roscadas del pasador y la caja quedan en contacto íntimo entre sí para formar una parte sellada de metal a metal y contribuyen a un aumento en la impermeabilidad al gas.

35 En una unión roscada de este tipo capaz de formar un sellado metal a metal, una grasa lubricante con una lubricidad alta denominada grasa compuesta se ha usado para evitar el contacto superficial, particularmente la superficie de contacto metálica, del desgaste. Esta grasa, que es un tipo de lubricante líquido, se aplica a la superficie de contacto de al menos uno del pasador y la caja antes de la sujeción. Sin embargo, esta grasa contiene una gran cantidad de polvos de metales pesados nocivos. Cuando la grasa que se escurre fuera de la periferia durante la sujeción se limpia con un agente de limpieza, la grasa compuesta y el agente de limpieza usados fluyen en el océano o el suelo y provocan la contaminación ambiental y esto ha empezado a considerarse un problema. Además, existió el problema de que la aplicación de grasa y la limpieza que se repitieron antes de cada sujeción disminuyeron la eficiencia de trabajo en el campo.

45 Como uniones 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 describen uniones roscadas en las que un recubrimiento lubricante sólido que comprende una resina como un aglutinante y disulfuro de molibdeno o disulfuro de tungsteno como un lubricante sólido se aplica a una parte roscada y una parte de contacto metálica no roscada (particularmente, a la superficie de contacto) de al menos uno de un pasador y una caja.

50 En estas publicaciones de patente Japonesa, para aumentar la adhesión entre el recubrimiento lubricante sólido y el sustrato de acero, se describe para formar, como una capa base para el recubrimiento lubricante sólido, una capa de recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso o una combinación de una capa de nitruro y una capa de recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso o para proporcionar la superficie de contacto con irregularidades superficiales que tienen una $R_{\text{máx}}$ de 5-40 μm .

55 En el documento JP 08-103724A, se describe para usar, como un polvo lubricante, un polvo de disulfuro de molibdeno que tiene un diámetro de partícula de 0,45-10 μm y preferiblemente 2-5 μm según se mide por el método Fischer. Con un diámetro de partícula de menos de 0,45 μm , no se obtiene efecto en la mejora contra el desgaste,

mientras que un tamaño de partícula de 10 μm o mayor no proporciona un efecto adicional sobre la mejora de la lubricidad y hace difícil ajustar el espesor de un recubrimiento lubricante sólido.

5 Debería esperarse que el uso de una unión roscada en la que la superficie de contacto de un pasador y una caja tiene un recubrimiento lubricante sólido para proporcionar lubricidad al mismo haría posible dispensar con la aplicación de una grasa compuesta y evitar de este modo los problemas mencionados anteriormente con respecto al medio ambiente y la eficiencia de trabajo.

10 Sin embargo, con un recubrimiento lubricante sólido convencional, no es posible conseguir un efecto anti-agarrotamiento, tal como el obtenido por la aplicación de una grasa compuesta y un fallo de agarrotamiento denominado desgaste tiene lugar después de que la sujeción y el aflojamiento se repitan menos de 10 veces. Por lo tanto, existió el problema de que no fue posible evitar el desgaste de una forma estable y mantener la impermeabilidad al gas.

15 Recientemente, una unión roscada resistente al calor para tuberías de acero se ha deseado 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 pozos petrolíferos convencionales, o en pozos petrolíferos de inyección de vapor en los que el vapor a una alta temperatura cercana a la temperatura crítica (por ejemplo, en torno a 350°C) se inyecta para mejorar la recuperación de petróleo. Por consiguiente, existen casos en los que se requiere para una unión roscada garantizar la resistencia al desgaste y una impermeabilidad al gas cuando una unión que se ha sujetado se somete a un ensayo térmico a una temperatura de 250°C o mayor y después se somete al aflojamiento y re-sujeción.

20 Una unión roscada convencional que tiene un recubrimiento lubricante sólido formado sobre la superficie de contacto tuvo de hecho una resistencia al desgaste extremadamente inferior comparada con el caso en el que se aplicó una grasa compuesta, particularmente cuando se expuso a un entorno de alta temperatura.

Por lo tanto, con una unión roscada convencional en la que se forma un recubrimiento lubricante sólido, es aún necesario aplicar una grasa compuesta y los problemas mencionados anteriormente con respecto al medio ambiente y la eficiencia de trabajo no pueden eliminarse.

25 El documento US 6.027.145 describe una unión roscada de acuerdo con la sección de caracterización previa de la reivindicación 1.

30 El documento US 4.630.849 describe una unión de tubería de pozo petrolífero que comprende una parte de sellado metal a metal sin rosca. Se proporciona una capa chapada metálica o recubierta de resina que muestra una resistencia mejorada al desgaste sobre la superficie periférica externa de una parte de borde libre de rosca que constituye parte de la parte de sellado metal a metal sobre un miembro externamente roscado.

Es un objeto de esta invención proporcionar una unión roscada para tuberías de acero que tienen un recubrimiento lubricante sólido que es capaz de mantener la resistencia al desgaste y la impermeabilidad al gas de una forma estable sin la aplicación de una grasa compuesta.

35 Es otro objeto de esta invención proporcionar una unión roscada para tuberías de acero que tienen una resistencia al desgaste mejorada, que puede evitar la aparición de desgaste y una disminución en la impermeabilidad al gas tras la sujeción y aflojamiento repetidos sin la aplicación de una grasa compuesta cuando se usa en la perforación para petróleo en bruto en ambientes de alta temperatura tales como en pozos petrolíferos profundos de alta temperatura o pozos petrolíferos de inyección de vapor.

Descripción de la Invención

40 Los presentes inventores investigaron por qué tiene lugar una diferencia en el rendimiento entre los recubrimientos lubricantes sólidos mientras se concentran sobre las estructuras de los recubrimientos lubricantes sólidos. Como resultado, se descubrió que la resistencia al desgaste de un recubrimiento lubricante sólido en una ensayo de sujeción-aflojamiento repetido se controla mediante el estado de distribución (forma de agregados) de un polvo lubricante presente en el recubrimiento mejor que por el diámetro de partícula del polvo lubricante en sí mismo como se ha descrito en el documento JP 08-103724A.

45 Concretamente, cuando la mayoría de las partículas de un polvo lubricante en un recubrimiento lubricante sólido se agregan a fin de que estén presentes en forma de grandes masas de agregados o partículas secundarias que tengan un tamaño de 15-60 μm en diámetro circular equivalente (diámetro equivalente de un círculo de igual área) que se define a continuación, puede asegurarse la resistencia al desgaste estable.

50 Además, se descubrió que la aparición de desgaste que es particularmente significativo cuando se repiten la sujeción y el aflojamiento en un ambiente de alta temperatura es debido a que un recubrimiento lubricante sólido se erosiona pronto debido a su resistencia a la abrasión disminuida a una alta temperatura y que la resistencia a la abrasión a alta temperatura de un recubrimiento lubricante sólido puede aumentarse acentuadamente incorporando una carga fibrosa en el recubrimiento.

La presente invención proporciona una unión roscada para tuberías de acero que comprende un pasador y una caja teniendo cada uno una superficie de contacto que incluye una parte roscada y una parte de contacto metálica no roscada,

5 en la que la superficie de contacto de al menos uno del pasador y la caja tiene un recubrimiento lubricante sólido que comprende un polvo lubricante y un aglutinante, caracterizado por que la proporción de área de una sección transversal a lo largo del espesor del recubrimiento lubricante sólido que está ocupado por partículas secundarias del polvo lubricante que tienen un diámetro circular equivalente de 15-60 μm es del 30% al 85%.

10 En la presente invención, el diámetro de partícula de una partícula secundaria se refiere al diámetro de un agregado en polvo (partícula secundaria) presente en un recubrimiento lubricante sólido. El diámetro circular equivalente de una partícula secundaria de un polvo lubricante se describirá a continuación.

En una realización preferida de la presente invención, el polvo lubricante es una o más sustancias en polvo seleccionadas entre disulfuro de molibdeno, disulfuro de tungsteno, compuestos de organomolibdeno, grafito, nitruro de boro y politetrafluoroetileno.

Breve Descripción de los Dibujos

15 La Figura 1 es, como se ha descrito anteriormente, un diagrama que muestra esquemáticamente un conjunto típico de una tubería de acero y un acoplamiento roscado en el momento del montaje de la tubería de acero.

La Figura 2 es un diagrama que muestra esquemáticamente una parte de acoplamiento de una unión roscada típica para tuberías de acero de acuerdo con la presente invención.

20 La Figura 3 es un diagrama esquemático que muestra la relación entre el diámetro circular equivalente de una partícula secundaria de polvo lubricante y la resistencia al desgaste.

La Figura 4 es un diagrama esquemático que muestra la relación entre la proporción de área ocupada por las partículas secundarias de polvo lubricante que tienen un diámetro circular equivalente de 15-60 μm en un recubrimiento lubricante sólido y la resistencia al desgaste.

25 Descripción Detallada de la Invención

La Figura 2 es un diagrama que muestra esquemáticamente la estructura de una unión roscada típica para tuberías de acero. En la figura, 1 es un pasador, 2 es una caja, 3 es una parte roscada, 4 es una parte de contacto metálica no roscada y 5 es una parte de reborde. En la siguiente descripción, una parte de contacto metálica no roscada se denominará también simplemente como una parte de contacto metálica.

30 Como se muestra en la Figura 2, una unión roscada típica está comprendida de un pasador 1 que tiene una parte roscada 3 (más precisamente, una parte de rosca macho) y una parte de contacto metálica no roscada 4 formada sobre la superficie exterior en un extremo de una tubería de acero y una caja 2 que tiene una parte roscada 3 (más precisamente, una parte de rosca hembra) y una parte de contacto metálica no roscada 4 formada sobre la superficie interna de un miembro de unión roscado (un acoplamiento). Sin embargo, la localización de un pasador y una caja no se limita a la representada. Por ejemplo, puede omitirse un acoplamiento formando un pasador en un extremo de una tubería de acero y una caja en el otro extremo de la tubería o un pasador (una rosca macho) puede formarse sobre un acoplamiento con una caja que se forma en ambos extremos de una tubería de acero.

40 La parte roscada 3 y la parte de contacto metálica no roscada 4 sobre cada uno del pasador y la caja constituye una superficie de contacto de la unión roscada. La superficie de contacto y particularmente la parte de contacto metálica no roscada que es más susceptible al desgaste se requiere para tener resistencia al desgaste. Para este propósito, en la técnica anterior, una grasa compuesta que contiene un polvo de metal pesado se aplicó a la superficie de contacto, pero el uso de una grasa compuesta implica muchos problemas desde un punto de vista del medio ambiente y la eficiencia de trabajo.

45 Para solucionar estos problemas, se ha desarrollado una unión roscada que no requiere la aplicación de una grasa compuesta y que tiene un recubrimiento lubricante sólido sobre la superficie de contacto de al menos uno del pasador y la caja formados aplicando a la superficie de contacto un fluido de recubrimiento que contiene una resina y un polvo lubricante en un disolvente seguido del calentamiento del recubrimiento húmedo, como se describe en el documento JP 08-103724A, etc. Sin embargo, como se ha descrito anteriormente, con una unión roscada convencional de este tipo, la resistencia al desgaste y la impermeabilidad al aire no pueden asegurarse de una forma estable.

50 Los presentes inventores prepararon un fluido de recubrimiento experimental para formar un recubrimiento lubricante sólido usando un polvo de disulfuro de molibdeno que tiene un diámetro de partícula medio de 3,5 μm como un polvo lubricante, una resina de poliamidaimida como un aglutinante y un disolvente mezclado de etanol y tolueno (50:50) como un disolvente para disolver la resina y dispersar el polvo lubricante. En este caso, el grado de

agregación del polvo de disulfuro de molibdeno podría variarse ajustando la viscosidad del fluido de recubrimiento y el periodo de tiempo para el cual el fluido se dejó en reposo después de la mezcla con agitación y se descubrió que el rendimiento del recubrimiento lubricante sólido resultante respecto a la resistencia al desgaste varió significativamente con el tamaño de las partículas secundarias formadas por agregación.

5 Concretamente, incluso cuando el mismo polvo lubricante que es un polvo de disulfuro de molibdeno que tiene un diámetro de partícula medio de $3,5 \mu\text{m}$ se usa junto con la misma resina y disolvente para formar un recubrimiento lubricante sólido, fluctúa la resistencia al desgaste del recubrimiento resultante. Se descubrió que uno de los factores que determinan la fluctuación en la resistencia al desgaste es el grado de agregación del polvo lubricante en un recubrimiento lubricante sólido.

10 En el caso de un polvo lubricante que tiene un diámetro de partícula medio (diámetro de partícula primaria medio) que es tan pequeño como $10 \mu\text{m}$ o menos, por ejemplo, cuando el polvo lubricante se dispersa en una solución de resina para formar un fluido de recubrimiento, las partículas primarias del polvo se agregan en el fluido para formar partículas secundarias. Por consiguiente, también en un recubrimiento lubricante sólido formado por la aplicación del fluido de recubrimiento y el secado, el polvo lubricante está presente en su mayor parte en forma de partículas secundarias formadas por agregación de partículas primarias (es decir, partículas de disulfuro de molibdeno que tienen un diámetro medio de $3,5 \mu\text{m}$ en el ejemplo que se ha descrito anteriormente).

15 Los presentes inventores realizaron un experimento en el que un fluido de recubrimiento que tiene un diferente grado de agregación de un polvo lubricante se usó para formar un recubrimiento lubricante sólido que tiene un grado diferente de agregación del polvo para investigar la relación entre la resistencia al desgaste (vida útil antes de la aparición del desgaste) y el diámetro de las partículas secundarias (un valor medio de diámetros circulares equivalentes) en el recubrimiento y se obtuvo el resultado mostrado en la Figura 3. A partir de esta Figura, se puede ver que la resistencia al desgaste es buena cuando las partículas secundarias de un polvo lubricante presente en un recubrimiento lubricante sólido tienen un diámetro circular equivalente en el intervalo de $15\text{-}60 \mu\text{m}$.

20 Sin embargo, en la práctica, el grado de agregación de un polvo lubricante no es uniforme en un recubrimiento lubricante sólido y algunas partículas primarias pueden estar aún presentes como partículas primarias o pueden formar partículas secundarias más pequeñas. Por consiguiente, el efecto de la fluctuación en el grado de agregación se investigó también. Como resultado, como se muestra en la Figura 4, se encontró que la resistencia al desgaste de un recubrimiento lubricante sólido se mejora significativamente cuando la proporción de área de una sección transversal a lo largo del espesor del recubrimiento que se ocupa por las partículas secundarias del polvo lubricante que tienen un diámetro circular equivalente de $15\text{-}60 \mu\text{m}$ es del 30% al 85%.

25 En la presente invención, el diámetro circular equivalente (diámetro equivalente de un círculo de igual área) de una partícula secundaria en una sección transversal de un recubrimiento lubricante sólido se determina mediante la observación de una sección transversal a lo largo del espesor del recubrimiento lubricante sólido en una microscopía electrónica de barrido. Concretamente, una micrografía electrónica de la sección transversal del recubrimiento se somete a análisis de imagen computerizada para determinar las áreas de sección transversal de las partículas secundarias individuales y el diámetro del círculo que tiene el mismo área que el área de sección transversal de cada partícula secundaria se toma como el diámetro circular equivalente de la partícula secundaria. El diámetro circular equivalente se denominará en lo sucesivo en este documento como simplemente el diámetro equivalente.

30 La proporción de área de una sección transversal de un recubrimiento lubricante sólido ocupado por partículas se determina observando una sección transversal a lo largo del espesor de un recubrimiento lubricante sólido en una microscopía electrónica de barrido y midiendo el área de sección transversal de cada partícula que aparece en cinco campos de visión cuadrados de $100 \mu\text{m}$ seleccionados aleatoriamente de una micrografía $200 \times$ por medio de análisis de imagen computerizado. Para cada campo de visión, todas las partículas, que tienen un diámetro equivalente que está dentro del intervalo de $0,3$ a $100 \mu\text{m}$ se miden para el área de sección transversal y el área total de las áreas de sección transversal de las partículas secundarias que tienen un diámetro equivalente de $15\text{-}60 \mu\text{m}$ se calcula para determinar la proporción del área total respecto al área del campo de visión, que es la proporción de área que se va a determinar. La "proporción de área ocupada por partículas secundarias que tienen un diámetro equivalente de $15\text{-}60 \mu\text{m}$ " como se usa en este documento es la media determinada para los cinco campos de visión. En la presente invención, las partículas de un polvo lubricante que tienen un diámetro equivalente menor de $0,3 \mu\text{m}$ o mayor de $100 \mu\text{m}$ se consideran que son insignificantes.

35 En una unión roscada para tuberías de acero de acuerdo con una realización de la presente invención, un recubrimiento lubricante sólido que comprende un polvo lubricante y un aglutinante se forma sobre la superficie de contacto de al menos uno del pasador y la caja que constituyen la unión y la proporción de área de una sección transversal a lo largo del espesor del recubrimiento lubricante sólido que está ocupada por partículas secundarias del polvo lubricante que tienen un diámetro equivalente de $15\text{-}60 \mu\text{m}$ (por la presente, refiriéndose la proporción algunas veces como "proporción de área ocupada por partículas secundarias de $15\text{-}60 \mu\text{m}$ ") es del 30% al 85%. Una unión roscada de este tipo puede mitigar el problema encontrado en la unión roscada de la técnica anterior que tiene un recubrimiento lubricante sólido de tal forma que la frecuencia de aparición de uniones roscadas que tienen una

resistencia al desgaste escasa es mayor en el caso en el que no se aplica una grasa compuesta que contiene un polvo de metal pesado.

La razón por la que la resistencia al desgaste mejorada se consigue de una manera estable cuando la proporción de área ocupada por partículas secundarias de 15-60 μm en una sección transversal de un recubrimiento lubricante sólido es del 30% al 85% no se ha elucidado completamente, pero se considera en el presente que es como se indica a continuación.

Se presume que cuando un recubrimiento lubricante sólido formado sobre una unión roscada se somete a fricción por deslizamiento repetido mientras la unión roscada se sujeta y se afloja, las partículas erosionadas que comprenden un polvo lubricante y un aglutinante se forman mediante la fricción y contribuyen a evitar el contacto metal a metal en la interfaz de contacto y para la mitigación de la fricción, mostrando de este modo un efecto anti-desgaste. Si las partículas de un polvo lubricante en un recubrimiento lubricante sólido son tan pequeñas como de 0,4-10 μm , por ejemplo, las partículas erosionadas formadas a partir del recubrimiento mediante fricción por deslizamiento son también pequeñas a fin de que no produzcan un efecto suficiente para evitar el contacto metal a metal en la interfaz friccional y el desgaste tiende a aparecer fácilmente. Por el contrario, cuando un polvo lubricante se agrega para formar grandes partículas secundarias, las partículas erosionadas son también grandes a fin de que el contacto metal a metal pueda suprimirse eficazmente en la interfaz de contacto y la resistencia al desgaste se mejora significativamente.

El diámetro equivalente de las partículas secundarias del polvo lubricante que es eficaz para mejorar la resistencia al desgaste está en el intervalo de 15-60 μm . Si el diámetro equivalente es menor de 15 μm , evitar el contacto metal a metal y por tanto el desgaste no es suficientemente eficaz por la razón que se ha mencionado anteriormente. Si es mayor de 60 μm , el recubrimiento lubricante sólido resultante tiene no sólo una resistencia disminuida, sino también una adhesión disminuida a la superficie del sustrato, por lo que es fácil que el recubrimiento se descascarille durante la sujeción y aflojamiento y la aparición de desgaste no puede suprimirse. En vista de la resistencia al desgaste y la resistencia y adhesión de un recubrimiento lubricante sólido, se prefiere que el diámetro equivalente de las partículas secundarias sea de 20-50 μm .

La proporción (proporción de abundancia) de las partículas secundarias que tienen un diámetro equivalente de 15-60 μm en un recubrimiento es del 5-90% en términos de la proporción de área ocupada por dichas partículas secundarias en el área completa de una sección transversal de recubrimiento. Si esta proporción de área es menor del 5%, la cantidad de partículas secundarias de polvo lubricante presente sobre la interfaz de contacto es tan pequeña que no proporciona un efecto suficiente en dirección a evitar el desgaste. Si es mayor del 90%, el recubrimiento tiene una resistencia disminuida y una adhesión disminuida a la superficie del sustrato y también en este caso, el recubrimiento no proporciona un efecto suficiente en dirección a evitar el desgaste. En vista de la resistencia al desgaste y la adhesión, es preferible que la proporción que se ha descrito anteriormente esté en el intervalo del 30-85%.

El recubrimiento lubricante sólido de acuerdo con la realización que acaba de mencionarse puede consistir básicamente en un polvo lubricante y un aglutinante, aunque el recubrimiento lubricante sólido puede contener otros constituyentes con tal de que no tengan un efecto adverso significativo sobre las propiedades del recubrimiento. El recubrimiento puede formarse mediante la aplicación de un fluido de recubrimiento, que comprende un polvo lubricante en una solución de aglutinante que contiene un aglutinante disuelto (o disperso) en un disolvente, seguido del secado. La aplicación puede realizarse con cualquier método adecuado conocido en la técnica incluyendo recubrimiento por cepillo, inmersión y pulverización por aire.

El polvo lubricante no se limita a un polvo de disulfuro de molibdeno y se pueden obtener resultados similares al anterior usando un polvo de disulfuro de tungsteno, grafito, compuestos de organomolibdeno (por ejemplo, dialquiltiofosfatos de molibdeno y dialquiltiocarbamatos de molibdeno) PTFE (politetrafluoroetileno) o BN (nitruro de boro). Uno o más de estos materiales puede usarse como un polvo lubricante.

El aglutinante puede ser una resina orgánica o un polímero inorgánico.

Una resina orgánica que tiene resistencia térmica y un nivel razonable de dureza y resistencia a la abrasión es adecuada para su uso como un aglutinante. Ejemplos de una resina de este tipo incluyen resinas termoestables tales como resinas epoxi, resinas de poliimida, resinas de policarbodiimida, poliétersulfonas, poliétertercetonas, resinas fenólicas, resinas de furano, resinas de urea y resinas acrílicas, así como resinas termoplásticas tales como resinas de poliamidaimida, resinas de polietileno, resinas de silicona y resinas de poliestireno.

Un disolvente usado con una resina orgánica puede ser un único disolvente o un disolvente mezclado seleccionado entre diversos disolventes de bajo punto de ebullición que incluyen hidrocarburos (por ejemplo, tolueno) y alcoholes (por ejemplo, alcohol isopropílico).

En los casos en los que el aglutinante es una resina orgánica, en vista de la adhesión y la resistencia a la abrasión del recubrimiento lubricante resultante, se prefiere que la aplicación de un fluido de recubrimiento esté seguida del calentamiento del recubrimiento para su endurecimiento. El calentamiento se realiza preferiblemente a

una temperatura de 120°C o mayor y más preferiblemente de 150-380°C. La duración del calentamiento puede determinarse dependiendo del tamaño de la unión roscada para las tuberías de acero y es preferiblemente de 30 minutos o mayor y más preferiblemente de 30-60 minutos.

5 Un polímero inorgánico que puede usarse como un aglutinante en la presente invención es un material formador de película que tiene una estructura reticulada en tres dimensiones de enlaces metal-oxígeno tales como Ti-O, Si-O, Zr-O, Mn-O, Ce-O o Ba-O que se forma mediante un método de formación de película denominado método sol-gel. Un polímero inorgánico de este tipo puede formarse mediante hidrólisis y la posterior condensación de un alcóxido metálico. Los alcóxidos metálicos útiles incluyen aquellos compuestos en los que los grupos alcoxi son los grupos inferiores tales como metoxi, etoxi, isopropoxi, propoxi, isobutoxi, butoxi y *terc*-butoxi. 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 excelentes propiedades formadoras de película. Además de los alcóxidos metálicos, también pueden usarse cloruros metálicos tales como tetracloruro de titanio y carboxilatos metálicos.

10 El alcóxido metálico usado para formar un polímero inorgánico puede ser un compuesto tal como un agente de acoplamiento de xilano en el que parte de los grupos alcoxi se reemplazan por un grupo alquilo que puede tener un grupo funcional.

15 Cuando el aglutinante es un polímero inorgánico, pueden usarse diversos disolventes orgánicos tales como disolventes polares que incluyen alcoholes (por ejemplo, alcohol etílico, alcohol isopropílico y alcohol butílico) y cetonas, hidrocarburos e hidrocarburos halogenados. Para promover la formación de un recubrimiento, el alcóxido metálico en solución puede hidrolizarse previamente de forma parcial antes de la aplicación. Además, una pequeña cantidad de agua y/o un ácido como un catalizador hidrolítico puede añadirse a una solución de un alcóxido metálico para acelerar la hidrólisis después de la aplicación.

20 Después de que un polvo lubricante se disperse en una solución de un alcóxido metálico u otra sustancia que forma un polímero inorgánico para formar un fluido de recubrimiento, el fluido de recubrimiento se aplica sobre la superficie de contacto de un pasador y/o caja y después se seca. Para acelerar la formación de un recubrimiento por hidrólisis del alcóxido, puede realizarse la humidificación posterior a la aplicación. La humidificación puede conseguirse permitiendo al pasador y/o caja permanecer en la atmósfera, preferiblemente con la atmósfera que tiene una humedad del 70% o mayor, para un cierto periodo. Preferiblemente, después de la humidificación se siguió con el calentamiento. El calentamiento sirve para acelerar la reacción de hidrólisis y la condensación posterior del hidrolizado resultante así como la descarga del alcohol que se forma como un producto secundario en la reacción de hidrólisis, reduciendo de este modo el tiempo requerido para formar el recubrimiento e intensificar la adhesión del recubrimiento lubricante sólido resultante, que conduce a una resistencia al desgaste mejorada. El calentamiento se realiza preferiblemente después de que el disolvente se haya evaporado. La temperatura de calentamiento está preferiblemente en el intervalo de 100-200°C, que está cercana al punto de ebullición del producto secundario de alcohol. El calentamiento con aire caliente es más eficaz.

25 De acuerdo con una realización de la presente invención, un polvo lubricante está presente en un recubrimiento lubricante sólido de tal forma que las partículas secundarias del polvo que tienen un diámetro equivalente de 15-60 μm ocupen el 30-85% del área completa en una sección transversal del recubrimiento.

30 Un posible método para obtener un recubrimiento de este tipo es que un polvo lubricante que tiene un diámetro de partícula primaria de 15-60 μm se use en una cantidad tal que la proporción de área ocupada por las partículas primarias sea del 30-85% del área completa de sección transversal del recubrimiento (en este caso, la proporción de área puede aproximarse mediante la proporción de volumen) mientras que se suprime la agregación del polvo en un fluido de recubrimiento. Por ejemplo, si un polvo lubricante grueso que tiene un diámetro de partícula medio de 25 a 50 μm se usa y un fluido de recubrimiento que tiene una alta viscosidad se forma, es difícil para el polvo agregarse en el fluido de recubrimiento y muchas de las partículas de polvo permanecen como partículas primarias. Si la agregación no tiene lugar, el diámetro de las partículas secundarias es el mismo que el de las partículas primarias. Por consiguiente, es posible formar un recubrimiento lubricante sólido que satisface el requisito para la proporción de área ocupada por las partículas secundarias de un polvo lubricante definido de acuerdo con la presente invención de una forma fiable. Sin embargo, este método tiene el problema de que el polvo lubricante es grueso y la distribución del polvo lubricante tiende a ser desigual, particularmente si la proporción de área es pequeña.

35 Un método más preferible es usar un polvo lubricante que tiene un diámetro de partícula primaria medio de 15 μm o menor. El polvo lubricante se agrega en un fluido de recubrimiento después de que se mezcle con una resina y un disolvente, creciendo de este modo las partículas primarias en las partículas secundarias formadas uniendo un número de las partículas primarias en una extensión tal que la proporción de área ocupada por partículas secundarias que tienen un diámetro equivalente de 15-60 μm sea del 30 al 85%. En este método, es preferible que el polvo lubricante tenga un diámetro de partícula medio para las partículas primarias de 0,5-15 μm y más preferiblemente de 1-10 μm . Si el diámetro de partícula primaria medio es menor de 0,5 μm , la agregación tiende a tener lugar de forma desigual y el control de la agregación se vuelve difícil. La extensión de la agregación del polvo (es decir, el diámetro de las partículas secundarias) puede ajustarse mediante la cantidad del disolvente y/o la

viscosidad del fluido de recubrimiento y el periodo de tiempo para el cual el fluido de recubrimiento se deja en pie (en reposo). Por lo tanto, como la cantidad del disolvente se aumenta o la viscosidad se disminuye, la agregación tiende a desarrollarse fácilmente mientras que el fluido de recubrimiento se dejó reposar. Por supuesto, cuanto mayor sea el tiempo de reposo, mayor será la agregación que tiene lugar.

5 De acuerdo con una idea común convencional, se ha considerado bueno el uso de un fluido de recubrimiento en el que el polvo presente en el mismo se dispersa tan uniformemente como sea posible para realizar el recubrimiento resultante uniforme, concretamente, para aplicar un fluido de recubrimiento inmediatamente después de la agitación. Por el contrario, de acuerdo con la presente invención, se deja reposar un fluido de recubrimiento para agregar las partículas de un polvo lubricante antes de su uso para la aplicación.

10 La proporción de área ocupada por las partículas secundarias también depende de la proporción de volumen de aglutinante respecto al polvo lubricante. Por lo tanto, asumiendo que todas las partículas de un recubrimiento lubricante en un recubrimiento están en forma de partículas secundarias que tienen un diámetro equivalente de 15-60 μm , la proporción de área puede ser aproximadamente la proporción de volumen del polvo lubricante respecto al volumen total del aglutinante y el polvo lubricante. En este caso, una composición de recubrimiento se prepara de tal forma que la proporción de volumen (porcentaje en volumen) del polvo lubricante respecto al volumen total del aglutinante y el polvo lubricante sea del 30-85%, haciendo posible de este modo formar un recubrimiento lubricante sólido en el que la proporción de área de las partículas secundarias sea del 30-85%. Sin embargo, existen los casos en los que todo el polvo lubricante no crece para formar partículas secundarias que tienen un diámetro equivalente de 15-60 μm . En dichos casos, teniendo en cuenta la extensión de la agregación, el polvo lubricante se añade en una cantidad en porcentaje en volumen que es mayor que la proporción de área deseada de las partículas secundarias.

15 En la realización de la presente invención, es deseable que el recubrimiento lubricante sólido tenga un espesor de al menos 5 μm y no mayor de 50 μm . El polvo lubricante presente en el recubrimiento lubricante sólido se extiende sobre toda la superficie de contacto en una presión alta, mostrando de este modo una resistencia al desgaste mejorada. Con un recubrimiento lubricante sólido que tiene un espesor de menos de 5 μm , la cantidad de polvo lubricante presente en el mismo puede ser pequeña y puede disminuirse la eficacia del recubrimiento en mejorar la lubricidad. Cuando el espesor del recubrimiento lubricante sólido es mayor de 50 μm , existen casos en los que la permeabilidad al gas se disminuye debido a una impermeabilidad insuficiente durante la sujeción o si la presión se aumenta para garantizar la impermeabilidad al gas, puede tener lugar el desgaste fácilmente o el recubrimiento lubricante sólido puede descascarillarse fácilmente. Desde el punto de vista de la resistencia al desgaste, el espesor del recubrimiento lubricante sólido es más preferible de al menos 15 μm y como mucho de 40 μm .

20 Al recubrimiento lubricante sólido, pueden añadirse diversos aditivos que incluyen un agente anti-corrosivo con tal de que no afecten adversamente a la resistencia al desgaste. Por ejemplo, pueden añadirse uno o más polvos seleccionados entre polvo de cinc, un pigmento de cromo, sílice y alúmina. Además, puede estar presente un colorante de tal forma que el recubrimiento 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.

25 Es deseable que la superficie de contacto de al menos uno del pasador y la caja sobre los que se forma un recubrimiento lubricante sólido de acuerdo con la presente invención se ponga áspera previamente a fin de que la superficie tenga una rugosidad ($R_{\text{máx}}$) que es mayor que la rugosidad superficial según se mecaniza (3-5 μm) para garantizar la adhesión del recubrimiento lubricante sólido.

30 El método de rugosidad superficial puede ser un método de rugosidad de la superficie de acero en sí misma tal como proyección con arenas o grava e inmersión en una solución de ácido fuerte tal como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico y ácido fluorhídrico para corrugar la superficie. Otro método posible es formar una capa de recubrimiento (subyacente) primaria que tenga una superficie más corrugada que la superficie de acero para corrugar la superficie que se va a aplicar. La capa de recubrimiento primaria se dispone entre la superficie de contacto de la unión y el recubrimiento lubricante sólido.

35 Los ejemplos de un método para formar una capa de recubrimiento primaria de este tipo incluye un método para formar un recubrimiento de conversión química tal como tratamiento de fosfato, oxalato o borato (en los que la rugosidad superficial de la capa cristalina aumenta según crecen los cristales formados), un método de electrometalizado con un metal tal como cobre o hierro (en el que los picos o puntos elevados se metalizan preferentemente a fin de que la superficie se corrugue ligeramente, un método de metalizado por impacto en el que las partículas que tienen un núcleo de hierro recubierto con cinc o una aleación de cinc-hierro se proyectan usando la fuerza centrífuga o presión neumática para formar un recubrimiento de cinc o una aleación de cinc-hierro, un método de nitruración suave que forma una capa de nitruro (por ejemplo, baño por nitruración), un método de recubrimiento metálico compuesto en el que se forma un recubrimiento poroso que comprende partículas finas sólidas en un metal y similares.

Desde el punto de vista de la adhesión de un recubrimiento lubricante sólido, se prefiere un recubrimiento

poroso, particularmente un recubrimiento de conversión química formado fosfatando (con fosfato de manganeso, fosfato de cinc, fosfato de hierro-manganeso o fosfato de cinc-calcio) o un recubrimiento de cinc o una aleación de cinc-hierro formada mediante metalizado por impacto. Un recubrimiento más preferido es un recubrimiento de fosfato de manganeso desde el punto de vista de la adhesión o un recubrimiento de cinc o aleación de cinc-hierro desde el punto de vista de evitar la oxidación.

Tanto un recubrimiento de fosfato formado por tratamiento de conversión química como un recubrimiento de cinc o aleación de cinc-hierro formado por metalizado por impacto son porosos, por lo que pueden proporcionar un recubrimiento lubricante sólido formado sobre los mismo con una adhesión aumentada. Como resultado, se evita el descascarillamiento del recubrimiento lubricante sólido mientras que la unión roscada se somete a sujeción y aflojamiento repetidos y continúa para evitar el contacto metal a metal y contribuye a la mejora adicional en la impermeabilidad al gas y a evitar la oxidación de la junta.

Aunque la capa de recubrimiento primaria es porosa, se forma un recubrimiento lubricante sólido en la misma de acuerdo con la presente invención y por tanto las cavidades en la capa de recubrimiento primaria porosa se bloquean o sellan, provocando que no disminuya la prevención de la oxidación o la impermeabilidad al gas. Cuando la capa de recubrimiento primaria porosa es un recubrimiento de cinc o aleación de cinc-hierro formada por metalizado por impacto, ya que el cinc es un metal que es más básico (menos noble) que el hierro, muestra un efecto anticorrosivo de sacrificio ionizando preferentemente a hierro y puede conseguirse una prevención mejorada de la oxidación adicionalmente.

El recubrimiento de cinc o cinc-hierro poroso puede formarse mediante el método de metalizado por impacto, que es un tipo de método de metalizado por proceso seco y particularmente mediante un método de metalizado por proyección usando un aparato de proyección para provocar que las partículas choquen contra la superficie que se va a metalizar. Los aparatos de proyección útiles para el metalizado por proyección incluyen un aparato de proyección de fluido a alta presión en el que las partículas se proyectan usando un fluido de alta presión tal como aire comprimido y un aparato de proyección mecánico usando un aspa giratoria tal como una turbina. Pueden usarse cualquiera de ellos.

Las partículas usadas en el metalizado por proyección son partículas metálicas que tienen cinc o una aleación de cinc-hierro al menos sobre la superficie de las mismas. Aunque las partículas pueden estar hechas completamente de cinc o una aleación de cinc-hierro, las partículas preferidas son el material de proyección descrito en el documento JP 59-9312B. El material de proyección consiste en partículas que tienen un núcleo de hierro o una aleación de hierro y una capa de cinc o aleación de cinc-hierro con la que la superficie del núcleo se recubre. Preferiblemente, las partículas contienen cinc o una aleación de cinc-hierro en una cantidad del 20-60% en masa y tienen un diámetro de partícula de 0,2-1,5 μm .

Cuando las partículas que tienen un núcleo basado en hierro recubierto con cinc o una aleación de cinc-hierro se proyectan en un sustrato, sólo el cinc o la aleación de cinc-hierro que forma la capa de recubrimiento de las partículas se deposita sobre el sustrato para formar un recubrimiento de cinc o una aleación de cinc-hierro. El metalizado por proyección puede formar un recubrimiento metalizado con buena adhesión sobre una superficie de acero independientemente de la composición de acero. Por lo tanto, es posible formar una capa de recubrimiento de cinc o aleación de cinc con buena adhesión sobre la superficie de contacto de una unión roscada hecha de una amplia variedad de aceros que incluyen desde acero al carbono hasta acero altamente aleado.

Cuando una de las diversas capas de recubrimiento primarias que se han descrito anteriormente se forma, el espesor de la capa no se restringe, pero está preferiblemente en el intervalo de 5-40 μm desde los puntos de vista de evitar la oxidación y la adhesión. Con un espesor de menos de 5 μm , puede no conseguirse una prevención de la oxidación suficiente. Un espesor mayor de 40 μm puede provocar una disminución en la adhesión de un recubrimiento lubricante sólido formado en el mismo.

Aunque el recubrimiento lubricante sólido puede aplicarse a la superficie de contacto del pasador y la caja, los objetos de la presente invención pueden conseguirse aplicando el recubrimiento a sólo uno de estos elementos y esto es ventajoso en términos de coste. En dichos casos, el recubrimiento lubricante sólido se forma mediante una operación relativamente fácil si se forma sobre la superficie de contacto de una caja, que es más corta. El otro elemento de unión (preferiblemente un pasador), al cual no se aplica el recubrimiento lubricante sólido, puede estar sin recubrir. En particular, cuando el pasador y la caja se sujetan temporalmente entre sí antes del montaje como se muestra en la Figura 1, se puede evitar la oxidación del otro elemento de unión, por ejemplo, el pasador, incluso si su superficie de contacto está sin recubrir (por ejemplo, incluso si se ha mecanizado), ya que la superficie de contacto del pasador se mantiene en contacto íntimo con el recubrimiento formado sobre la superficie de contacto de la caja mediante la sujeción temporal. El recubrimiento lubricante sólido puede aplicarse sólo a una parte de la superficie de contacto, particularmente sólo a la parte de contacto metálica.

Sin embargo, cuando una caja se acopla a un pasador de una tubería de acero en un extremo de la tubería como se muestra en la Figura 1, el otro pasador de la tubería de acero que se localiza en el extremo opuesto de la tubería y la mitad no acoplada de la caja permanecen expuestos a la atmósfera. Estas superficies de contacto expuestas del pasador y la caja pueden someterse a un tratamiento superficial adecuado para proporcionar la

prevención de la oxidación con o sin lubricidad y/o pueden protegerse mediante la unión de un protector adecuado. Dicho tratamiento superficial puede aplicarse a la superficie de contacto del otro elemento de unión que se ha mencionado anteriormente.

5 Cuando un recubrimiento lubricante sólido se forma sobre la superficie de contacto de sólo uno del pasador y la caja, es deseable que la superficie de contacto del otro elemento tenga una rugosidad superficial de como mucho 10 μm de $R_{\text{máx}}$. Si el otro elemento tiene una rugosidad superficial mayor de 10 μm , proporciona un coeficiente de fricción aumentado al recubrimiento lubricante sólido y como la rugosidad superficial aumenta, la abrasión del recubrimiento lubricante sólido puede aumentar en progresión geométrica, provocando de este modo el desgaste prematuro del recubrimiento lubricante sólido durante la sujeción y aflojamiento repetidos de la unión y haciendo imposible mantener la resistencia al desgaste, evitar la oxidación y la impermeabilidad al gas. Cuando un recubrimiento lubricante sólido se forma sobre la superficie de contacto del pasador y la caja, el recubrimiento lubricante sólido formado sobre cada uno de estos elementos de unión tiene preferiblemente una rugosidad superficial (después del recubrimiento) de como mucho 10 μm .

15 Una unión roscada para tuberías de acero de acuerdo con la presente invención puede sujetarse sin la aplicación de una grasa compuesta, pero puede aplicarse un aceite al recubrimiento lubricante sólido o la superficie de contacto del elemento de unión que se va a acoplar, si se desea. En el último caso, el aceite que se aplica no se restringe y puede usarse cualquiera de un aceite mineral, un aceite de éster sintético y un aceite animal o vegetal. Diversos aditivos, tales como un agente para evitar la oxidación y un agente de presión extrema que se han usado normalmente para aceites lubricantes pueden añadirse al aceite. Si un aditivo de este tipo es un líquido, puede usarse solo como un aceite que se va a aplicar.

20 Los agentes que evitan la oxidación útiles incluyen sulfonatos de metales básicos, fenatos de metales básicos, carboxilatos de metales básicos y similares. Como un agente de presión extrema, pueden usarse agentes conocidos tales como sales que contienen azufre, fósforo o cloro y sales organometálicas. Además, pueden añadirse otros aditivos, tales como antioxidantes, un reductor del punto de escurrimiento y un mejorador del índice de viscosidad al aceite.

Ejemplos

(Ejemplos 1-8 y Ejemplos Comparativos 1-3)

Estos ejemplos ilustran la realización de la presente invención.

30 La superficie de contacto de cada uno del pasador y la caja de una unión roscada para tuberías de acero [diámetro exterior: 7 pulgadas (178 mm), espesor de la pared: 0,408 pulgadas (10,4 mm)] hechas de un material seleccionado entre un acero al carbono A, un acero de Cr-Mo B, un acero con Cr al 13% C y un acero altamente aleado D teniendo cada uno una composición mostrada en la Tabla 1 (el desgaste tiene lugar más fácilmente con D y el desgaste se vuelve sucesivamente más difícil con C, B y A) se sometieron al tratamiento superficial (pretratamiento superficial y formación de un recubrimiento lubricante sólido, si aparece cualquiera) mostrado en la Tabla 2 para formar uniones roscadas para los ejemplos de acuerdo con la presente invención y los ejemplos comparativos, teniendo cada uno un recubrimiento lubricante sólido en la superficie de contacto de al menos uno del pasador y la caja. Los detalles del tratamiento superficial se describen más adelante para cada ejemplo.

40 La Tabla 2 muestra los datos sobre el pretratamiento, es decir, la rugosidad superficial en $R_{\text{máx}}$ (R) del sustrato de acero y el espesor de una capa de recubrimiento primaria (t) para cada uno del pasador y la caja, así como la constitución de un recubrimiento lubricante sólido, es decir, el aglutinante particular y el polvo lubricante usados, la proporción de área (A) ocupada por las partículas secundarias de polvo lubricante que tienen un diámetro equivalente de 15-60 μm en una sección transversal del recubrimiento a lo largo de su espesor como se ha determinado en la forma que se ha mencionado anteriormente y el espesor del recubrimiento lubricante (t) formado sobre la superficie pretratada del pasador y/o la caja.

45 Usando una unión roscada que tiene un recubrimiento lubricante sólido sobre la superficie de contacto del pasador y/o la caja, se realizó un ensayo repitiendo las operaciones de sujeción y aflojamiento hasta 20 veces con una velocidad de sujeción de 10 rpm y un par de sujeción de 10340 ft-lbs (14019 N-m) mientras se examina la aparición de agarrotamiento o desgaste. Cuando el agarrotamiento tiene lugar durante el ensayo, la sujeción posterior se realizó después de que la superficie atacada se reparase recubriéndola, pero el ensayo terminó en el punto en que tuvo lugar el agarrotamiento severo (desgaste) a fin de que la sujeción no pudiera realizarse cuando el recubrimiento o aflojamiento superficial no fue posible. En todas las uniones roscadas ensayadas, no se encontró el agarrotamiento antes de que se repitieran 5 veces la sujeción y el aflojamiento, por lo que la aparición del agarrotamiento o desgaste y la oxidación para el 6º y último momento se muestran en la Tabla 3.

55 A la superficie de contacto del pasador o la caja sobre los que no se formó un recubrimiento lubricante sólido, un aceite que evita la oxidación común disponible en el mercado que no contuvo polvo de metales pesados se aplicó para evitar la oxidación de la superficie. El ensayo de sujeción y aflojamiento se realizó sin retirar el aceite que evita la oxidación.

Tabla 1

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

Tabla 2

T I P O	Nº	TA	Pasador		Caja	
			Pretratamiento	Recubrimiento Lubricante	Pretratamiento	Recubrimiento Lubricante
E J E M P L O S	1	A	Molienda, R = 2	Ninguno	Proyección de arena, R = 10	Resina de poliamidaimida/MoS ₂ A = 80, t = 25
	2	A	Molienda, R = 2	Ninguno	1. Molienda, R = 2 2. Fosfatación de Mn t = 25	Resina de poliamidaimida/MoS ₂ A = 80, t = 25
	3	B	Molienda, R = 2	Ninguno	1. Molienda, R = 3 2. Fosfatación de Mn t = 20	Resina de epoxi/WS ₂ A = 80, t = 20
	4	C	Molienda, R = 2	Ninguno	1. Molienda, R = 3 2. Recubrimiento de aleación de Zn-Fe, t = 6	Resina fenólica/grafito A = 60, t = 30
	5	D	1. Molienda, R = 3 2. Recubrimiento de aleación de Zn-Fe, t = 5	Ti-O/MoS ₂ A = 50, t = 12	1. Molienda, R = 3 2. Recubrimiento de aleación de Zn-Fe, t = 5	Resina de poliamidaimida/MoS ₂ A = 80, t = 28
	6*	A	1. Molienda, R = 3 2. Fosfatación de Zn, t = 15	Ti-O/MoS ₂ A = 40, t = 10	Molienda, R = 3	Ninguno
	7*	A	Molienda, R = 3	Ninguno	1. Molienda, R = 3 2. Fosfatación de Mn t = 25	Ti-O/BN A = 10, t = 15
	8*	A	Molienda, R = 3	Ninguno	1. Molienda, R = 3 2. Fosfatación de Mn t = 20	Resina de poliamidaimida/PTFE A = 88, t = 30

T I P O	Nº	TA	Pasador		Caja	
			Pretratamiento	Recubrimiento Lubricante	Pretratamiento	Recubrimiento Lubricante
C ² O M P	1	A	Molienda, R = 3	Ninguno	1. Molienda, R = 3 2. Fosfatación de Mn t = 18	Resina de poliamidaimida/MoS ₂ A = 0, t = 30
	2	A	Molienda, R = 3	Ninguno	1. Molienda, R = 3 2. Fosfatación de Mn t = 20	Resina de poliamidaimida/MoS ₂ A = 3, t = 28
	3	A	Molienda, R = 3	Ninguno	1. Molienda, R = 3 2. Fosfatación de Mn t = 22	Resina de poliamidaimida/MoS ₂ A = 95, t = 25

(Notas) ¹ST: Tipo de acero

²COMP = Ejemplos Comparativos

“Ti-O” indica un polímero inorgánico que tiene una estructura Ti-O.

“R” indica una rugosidad superficial, R_{máx} (µm);

“t” indica el espesor de un recubrimiento (µm); y

“A” indica la proporción (%) de área en sección transversal del recubrimiento ocupado por partículas secundarias del polvo lubricante que tiene un diámetro equivalente de 15-60 µm.

*está dentro de la presente invención

Tabla 3

Ejemplo N°	Aparición de agarrotamiento ¹⁾ (en el momento de sujeción numerado a continuación)														
	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ejemplo 1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△
Ejemplo 2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
Ejemplo 3	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
Ejemplo 4	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
Ejemplo 5	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
Ejemplo 6	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
Ejemplo 7	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	△
Ejemplo 8	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△

Ejemplo N°	Aparición de agarrotamiento ¹⁾ (en el momento de sujeción numerado a continuación)														
	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ej. Compr. 1	○	○	○	△	△	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ej. Compr. 2	○	△	△	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ej. Compr. 3	△	△	X	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

¹⁾ ○: Sin agarrotamiento;
X: Agarrotamiento severo (no reparable);
△: Agarrotamiento ligero (reparable);
-: No realizado.

Ejemplo 1

Una unión roscada hecha de un acero al carbono que tiene la composición anterior A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

5 La superficie de contacto de la caja se pretrató mediante proyección de arena con arena #80 para tener una rugosidad superficial de 10 µm. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contiene disulfuro de molibdeno se formó sobre dicha superficie a un espesor de 25 µm en la forma que se describe a continuación.

10 Se preparó un fluido de recubrimiento añadiendo una resina de poliamidaimida y un polvo de disulfuro de molibdeno que tiene un diámetro de partícula medio de 12 µm a un disolvente (etanol:tolueno = 50:50, 65% en masa) en una proporción tal que la fracción de volumen del polvo (la fracción de volumen como se usa en este y en los posteriores ejemplos siendo la fracción de volumen de polvo en base al volumen total de polvo y aglutinante) fue del 80%, seguido de la agitación y dejando que repose el fluido a fin de provocar que el polvo de disulfuro de molibdeno se agregue. El fluido de recubrimiento se aplicó a la superficie de contacto de la caja y la caja se calentó después en la atmósfera durante 30 minutos a 260°C en un horno de calentamiento para secar y endurecer el recubrimiento y formar un recubrimiento lubricante sólido.

15 La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó producido por molienda (con una rugosidad superficial de 2 µm).

20 En los siguientes ejemplos, los datos mostrados en la Tabla 2 no se indican y la Tabla 2 debería referirse a ello.

Ejemplo 2

Una unión roscada hecha de acero al carbono que tiene la composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

25 La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, formando un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contiene disulfuro de molibdeno se formó sobre la superficie de la misma forma que en el Ejemplo 1.

30 El fluido de recubrimiento que se usó se preparó añadiendo una resina de poliamidaimida y un polvo de disulfuro de molibdeno (80% de fracción de volumen) que tiene un diámetro de partícula medio de 3,5 µm a un disolvente (etanol:tolueno = 50:50, 83% en masa), seguido de la agitación y dejando que el fluido repose a fin de agregar el polvo de disulfuro de molibdeno.

La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó formado mediante molienda.

Ejemplo 3

Una unión roscada hecha de un acero de Cr-Mo que tiene la composición B se sometió al siguiente tratamiento superficial.

35 La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, formando un recubrimiento de

conversión química de fosfato de manganeso. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina epoxi que contiene disulfuro de tungsteno se formó sobre la superficie de la misma forma que en el Ejemplo 1 excepto que la temperatura de calentamiento se cambió a 230°C.

5 El fluido de recubrimiento que se usó se preparó añadiendo una resina epoxi y un polvo de disulfuro de tungsteno (80% de fracción de volumen) que tiene un diámetro de partícula medio de 2,0 μm a un disolvente (tetrahidrofurano:ciclohexanona = 50:50, 68% en masa), seguido de la agitación y dejando que el fluido repose a fin de agregar el polvo de disulfuro de molibdeno.

La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó formado mediante molienda.

Ejemplo 4

10 Una unión roscada hecha de un acero con Cr al 13% que tiene la composición C se sometió al siguiente tratamiento superficial.

15 La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, mediante el metalizado por proyección para formar un recubrimiento de aleación de cinc-hierro. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina fenólica que contiene grafito se formó sobre la superficie de la misma forma que en el Ejemplo 1 excepto que la temperatura de calentamiento se cambió a 170°C.

El fluido de recubrimiento que se usó se preparó añadiendo una resina fenólica y un polvo de grafito (60% de fracción de volumen) que tiene un diámetro de partícula medio de 1,0 μm a un disolvente (N-metil-2-pirrolidona:xileno = 65:35, 70% en masa), seguido de la agitación y dejando que el fluido repose a fin de agregar el polvo de grafito.

20 La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó formado mediante molienda.

Ejemplo 5

Una unión roscada hecha de un acero altamente aleado que tiene la composición D se sometió al siguiente tratamiento superficial.

25 La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, mediante el metalizado por proyección para formar un recubrimiento de aleación de cinc-hierro. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina de poliamidimida que contiene disulfuro de molibdeno se formó sobre la superficie en la misma forma que en el Ejemplo 1.

30 El fluido de recubrimiento que se usó se preparó añadiendo una resina de poliamidimida y un polvo de disulfuro de molibdeno (80% de fracción de volumen) que tiene un diámetro de partícula medio de 1,5 μm a un disolvente (etanol:tolueno = 50:50, 85% en masa), seguido de la agitación y dejando que el fluido repose a fin de agregar el polvo de disulfuro de molibdeno.

35 La superficie de contacto del pasador se pretrató, después del mecanizado, mediante el metalizado por proyección para formar un recubrimiento de cinc. Se formó un recubrimiento lubricante sólido de un polímero inorgánico basado en Ti-O que contiene un polvo de disulfuro de molibdeno (con un diámetro de partícula medio de 14 μm).

40 El fluido de recubrimiento que se usó se preparó mezclando tetra-isopropóxido de titanio como un aglutinante y el polvo lubricante que se ha mencionado anteriormente con un disolvente (xileno:alcohol butílico:ciclohexano = 20:10:30, 70% en masa) de tal forma que la suma de la cantidad del aglutinante según se convirtió a TiO_2 y la cantidad del polvo fue del 30% en masa (siendo la fracción de volumen del polvo lubricante del 55% en base al volumen total del aglutinante y el polvo lubricante), seguido por dejar que repose el fluido a fin de agregar el polvo lubricante. Siguiendo la aplicación del fluido de recubrimiento, el recubrimiento resultante se dejó en la atmósfera durante 3 horas y después se endureció soplando aire caliente a 150°C durante 10 minutos.

Ejemplo 6

45 Una unión roscada hecha de un acero al carbono que tiene la composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

50 La superficie de contacto del pasador se pretrató, después del mecanizado, formando un recubrimiento de conversión química de fosfato de cinc. Un recubrimiento lubricante sólido de un polímero inorgánico basado en Ti-O que contiene un polvo de disulfuro de molibdeno (con un diámetro de partícula medio de 12 μm) se formó sobre la superficie. El fluido de recubrimiento se preparó mezclando tetra-isopropóxido de titanio como un aglutinante y el polvo lubricante que se ha mencionado anteriormente con el mismo disolvente como se ha usado en el Ejemplo 5 a fin de que la suma de la cantidad del aglutinante según se convirtió a TiO_2 y la cantidad del polvo fuese del 40% en masa (siendo la fracción de volumen del polvo lubricante del 40% en base al volumen total del aglutinante y el polvo

lubricante), seguido por dejar que repose el fluido a fin de agregar el polvo lubricante. El recubrimiento lubricante sólido se formó sobre la superficie de la misma forma que la que se ha usado en el Ejemplo 5 para formar un recubrimiento lubricante sobre la superficie del pasador.

La superficie de contacto de la caja estuvo en un estado según se mecanizó formado por molienda.

5 Ejemplo 7

Una unión roscada hecha de un acero al carbono que tiene la composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

10 La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, formando un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso. Un recubrimiento lubricante sólido de un polímero inorgánico basado en Ti-O que contiene un polvo de nitruro de boro (con un diámetro de partícula medio de 6 μm) se formó sobre la superficie de la misma forma que en el Ejemplo 6. El fluido de recubrimiento se preparó mezclando tetra-
 15 isopropóxido de titanio como un aglutinante y el polvo lubricante que se ha mencionado anteriormente con el mismo disolvente que se ha usado en el Ejemplo 5 a fin de que la suma de la cantidad del aglutinante según se convirtió a TiO_2 y la cantidad del polvo fuese del 30% en masa (siendo la fracción de volumen del polvo lubricante del 20% en base al volumen total del aglutinante y el polvo lubricante), dejando después que el fluido repose a fin de agregar el polvo lubricante.

La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó formado mediante molienda.

Ejemplo 8

20 Una unión roscada hecha de un acero al carbono que tiene la composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, formando un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contiene un polvo de PTFE se formó sobre la superficie de la misma forma que en el Ejemplo 1.

25 El fluido de recubrimiento que se usó se preparó añadiendo una resina de poliamidaimida y un polvo de PTFE (con un diámetro de partícula medio de 0,1 μm) (90% de fracción de volumen) a un disolvente (etanol:tolueno = 50:50, 85% en masa), seguido de la agitación y dejando que el fluido repose a fin de agregar el polvo de PTFE.

La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó formado mediante molienda.

30 Como se muestra en la Tabla 3, cuando las uniones roscadas ilustradas en los Ejemplos 1-8 anteriores se sometieron a un ensayo en el que la sujeción y el aflojamiento se repitieron 20 veces, tuvo lugar el agarrotamiento ligero en algunos ejemplos en la 18ª y posteriores realizaciones, pero incluso en dichos casos, la sujeción y el aflojamiento podría repetirse 20 veces con el recubrimiento superficial.

Ejemplo Comparativo 1

Una unión roscada hecha de un acero al carbono que tiene la composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

35 La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, formando un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contiene disulfuro de molibdeno (A = 0%) se formó sobre la superficie de la misma forma que en el Ejemplo 1.

40 El fluido de recubrimiento se preparó añadiendo una resina de poliamidaimida y un polvo de disulfuro de molibdeno (80% de fracción de volumen) que tiene un diámetro de partícula medio de 3,2 μm a un disolvente (etanol:tolueno = 50:50, 50% en masa), seguido de la agitación vigorosa y se usó inmediatamente sin dejarle reposar a fin de evitar la agregación del polvo de disulfuro de molibdeno.

La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó formado mediante molienda.

45 Como se muestra en la Tabla 3, en el ensayo de sujeción y aflojamiento, no tuvo lugar el agarrotamiento hasta que la sujeción y el aflojamiento se repitieron 8 veces. Sin embargo, en la 9ª y 10ª realizaciones, tuvo lugar el agarrotamiento ligero y se realizó el recubrimiento superficial para continuar el ensayo. Finalmente, en la 11ª realización, tuvo lugar el agarrotamiento severo (desgaste) y el ensayo terminó.

Ejemplo Comparativo 2

Una unión roscada hecha de un acero al carbono que tiene la composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, formando un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contiene disulfuro de molibdeno (A = 3%) se formó sobre la superficie de la misma forma que en el Ejemplo 1.

- 5 El fluido de recubrimiento que se usó se preparó añadiendo una resina de poliamidaimida y un polvo de disulfuro de molibdeno (5% de fracción de volumen) que tiene un diámetro de partícula medio de 4,0 μm a un disolvente (etanol:tolueno = 50:50, 28% en masa), seguido de la agitación y dejando que el fluido repose a fin de agregar el polvo de disulfuro de molibdeno.

La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó formado mediante molienda.

- 10 Como se muestra en la Tabla 3, en el ensayo de sujeción y aflojamiento, no tuvo lugar el agarrotamiento hasta que la sujeción y el aflojamiento se repitieron 6 veces. Sin embargo, en la 7ª y 8ª realizaciones, tuvo lugar el agarrotamiento ligero y se realizó el recubrimiento superficial para continuar el ensayo. Finalmente, en la 9ª realización, tuvo lugar el agarrotamiento severo (desgaste) y el ensayo terminó. Debido al hecho de que la proporción de área ocupada por disulfuro de molibdeno que tiene un diámetro equivalente de 15-60 μm fue tan pequeña como el 3%, la resistencia al desgaste fue insuficiente.

15 Ejemplo Comparativo 3

Una unión roscada hecha de un acero al carbono que tiene la composición A se sometió al siguiente tratamiento superficial.

- 20 La superficie de contacto de la caja se pretrató, después del mecanizado, formando un recubrimiento de conversión química de fosfato de manganeso. Un recubrimiento lubricante sólido de una resina de poliamidaimida que contiene disulfuro de molibdeno (A = 95%) se formó sobre la superficie de la misma forma que en el Ejemplo 1.

El fluido de recubrimiento que se usó se preparó añadiendo una resina de poliamidaimida y un polvo de disulfuro de molibdeno (95% de fracción de volumen) que tiene un diámetro de partícula medio de 7,0 μm a un disolvente (etanol:tolueno = 50:50, 80% en masa), seguido de la agitación y dejando que el fluido repose a fin de agregar el polvo de disulfuro de molibdeno.

- 25 La superficie de contacto del pasador estuvo en un estado según se mecanizó formado mediante molienda.

- 30 Como se muestra en la Tabla 3, en el ensayo de sujeción y aflojamiento, no tuvo lugar el agarrotamiento hasta que la sujeción y el aflojamiento se repitieron 5 veces. Sin embargo, en la 6ª y 7ª realizaciones, tuvo lugar el agarrotamiento ligero y se realizó el recubrimiento superficial para continuar el ensayo. Finalmente, en la 8ª realización, tuvo lugar el agarrotamiento severo (desgaste) y el ensayo terminó. La proporción de área ocupada por disulfuro de molibdeno que tiene un diámetro equivalente de 15-60 μm que fue tan grande como el 95% parece provocar que la resistencia y adhesión del recubrimiento lubricante sólido disminuyan en gran medida, conduciendo a una resistencia al desgaste insuficiente.

REIVINDICACIONES

1. Una unión roscada para tuberías de acero que comprende un pasador (1) y una caja (2) teniendo cada uno una superficie de contacto que incluye una parte roscada y una parte de contacto metálica no roscada,
5 en la que la superficie de contacto de al menos uno del pasador y la caja tiene un recubrimiento lubricante sólido que comprende un polvo lubricante y un aglutinante, caracterizado por que la proporción de área de una sección transversal a lo largo del espesor del recubrimiento lubricante sólido que está ocupada por partículas secundarias del polvo lubricante que tienen un diámetro circular equivalente de 15-60 μm es del 30% al 85%.
2. Una unión roscada como se ha expuesto en la reivindicación 1, en la que el polvo lubricante es polvo de una o más sustancias seleccionadas entre disulfuro de molibdeno, disulfuro de tungsteno, compuestos de organomolibdeno, grafito, nitruro de boro y politetrafluoroetileno.
- 10 3. Una unión roscada como se ha expuesto en la reivindicación 1, en la que el aglutinante es una resina orgánica o un polímero inorgánico.
4. Una unión roscada como se ha expuesto en la reivindicación 1, en la que la superficie de contacto que tiene el recubrimiento lubricante sólido tiene una rugosidad superficial de 5-40 μm de $R_{\text{máx}}$.
- 15 5. Una unión roscada como se ha expuesto en la reivindicación 1, en la que una capa de recubrimiento porosa se dispone como un recubrimiento primario entre el recubrimiento lubricante sólido y la superficie de contacto.
6. Una unión roscada como se ha expuesto en la reivindicación 5, en la que la capa de recubrimiento porosa es un recubrimiento de conversión química de fosfato o un recubrimiento de cinc o una aleación de cinc.
7. Una unión roscada como se ha expuesto en la reivindicación 1, en la que las partículas secundarias son agregados de partículas primarias que tienen un diámetro de partícula medio de 0,5-15 μm .

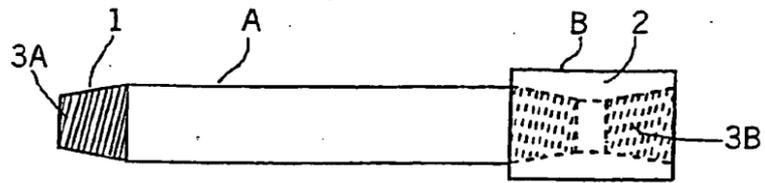


Fig. 1

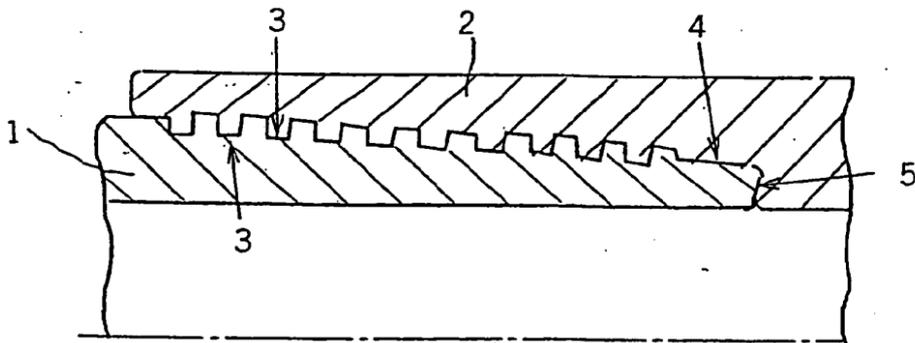


Fig. 2

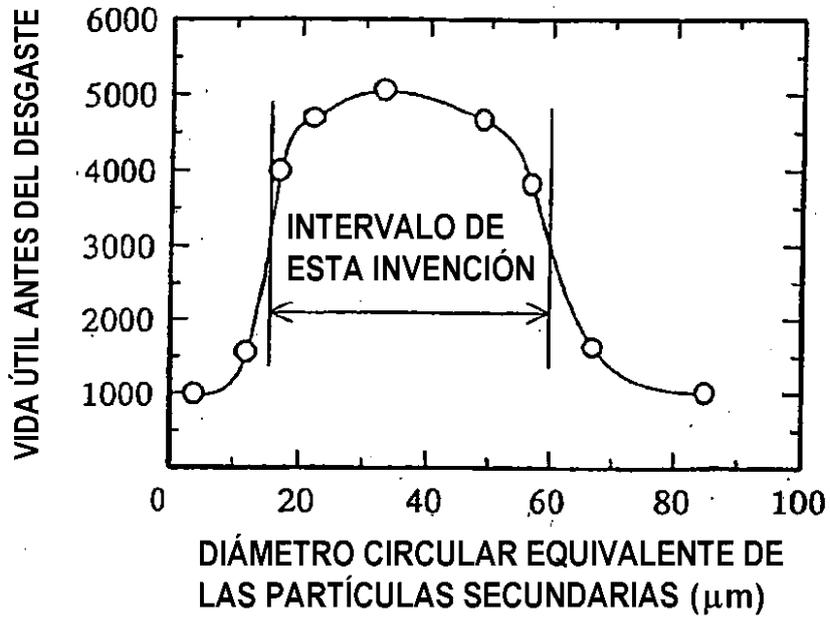


Fig. 3

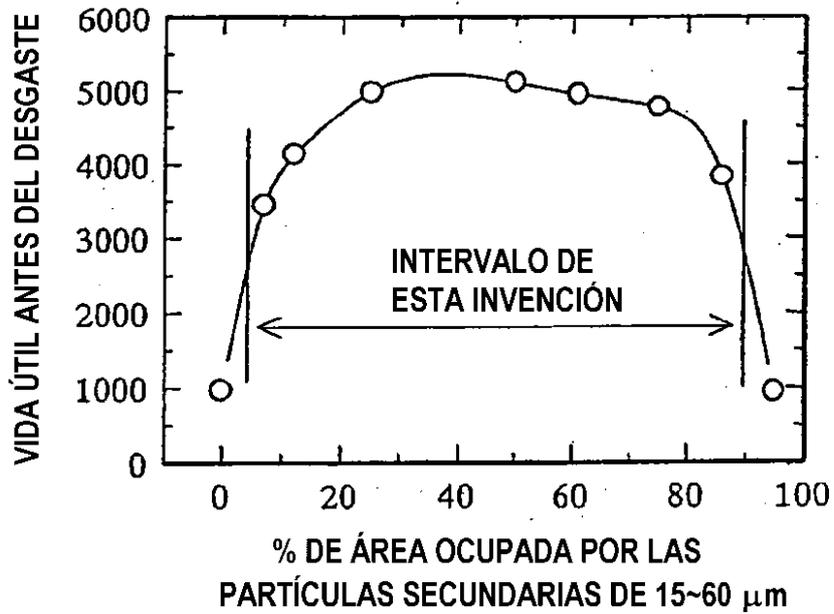


Fig. 4