(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) **1-0019392**

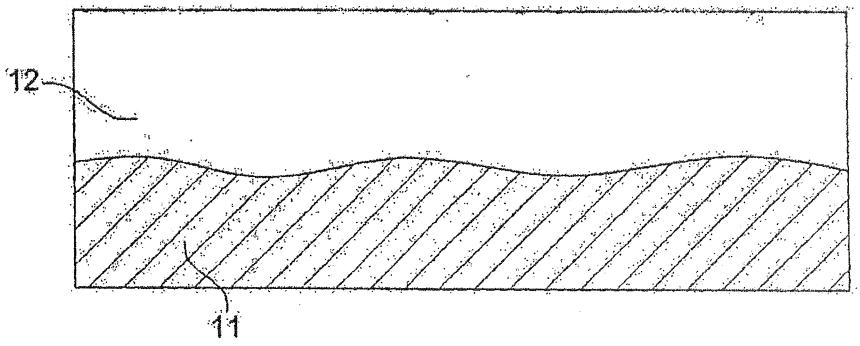
(51)[7] **C10M 169/04**, F16L 57/06, 58/04

(13) **B**

(21) 1-2014-02549
(22) 20.12.2012
(86) PCT/FR2012/000541 20.12.2012
(87) WO2013/098490 04.07.2013
(30) 11/04148 29.12.2011 FR
(45) 25.07.2018 364
(43) 25.09.2014 318
(73) 1. VALLOUREC OIL AND GAS FRANCE (FR)
54 rue Anatole France F-59620 Aulnoye-Aymeries, France
2. NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORPORATION (JP)
6-1, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1008071, Japan
(72) GARD, Eric (FR), GOUIDER, Mohamed (FR), PETIT, Mikael (FR), PINEL, Eliette (FR)
(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK CO., LTD.)

(54) QUY TRÌNH TẠO MÀNG KHÔ TRÊN CHI TIẾT DẠNG ỐNG CÓ REN

(57) Sáng chế đề cập đến chi tiết dạng ống để khoan và/hoặc khai thác các giếng hydrocacbon, có đầu (1; 2) chứa ít nhất một vùng có ren (3; 4), khác biệt ở chỗ, đầu (1; 2) này được phủ ít nhất một phần bằng màng khô (12) chứa chất nền (13) là hỗn hợp bao gồm ít nhất một polysilicat kiềm và ít nhất một polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể. Sáng chế cũng đề cập đến quy trình tạo màng khô (12) chứa chất nền (13) là hỗn hợp bao gồm ít nhất một polysilicat kiềm và ít nhất một polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể trên chi tiết dạng ống để khoan và/hoặc khai thác các giếng hydrocacbon này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chi tiết dạng ống dùng để khoan và/hoặc khai thác các giếng hydrocacbon, và cụ thể hơn là đề cập đến đầu có ren của chi tiết này. Đầu này có thể là loại có ren trong hoặc ren ngoài và có thể được nối với đầu tương ứng của chi tiết tương tự để tạo thành mối ghép hoặc mối nối. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến mối ghép có ren thu được từ việc nối hai chi tiết dạng ống với nhau bằng cách vặn ren.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thuật ngữ "chi tiết dạng ống dùng để khoan và khai thác các giếng hydrocacbon" có nghĩa là chi tiết bất kỳ mà về cơ bản có hình dạng ống để nối với chi tiết khác cùng loại hoặc theo cách khác là để tạo thành chuỗi ống để khoan giếng hydrocacbon hoặc ống đứng để bảo dưỡng (còn được gọi là ống đứng bảo dưỡng) hoặc để khai thác các giếng này, như ống đứng, hoặc chuỗi ống chống hoặc chuỗi ống được sử dụng để khai thác giếng. Sáng chế cũng có thể áp dụng cho các chi tiết được sử dụng trong chuỗi ống khoan như ống khoan, ống khoan có trọng lượng nặng, vành miệng giếng khoan và các bộ phận của bộ nối ống và các ống nặng đã được biết là các khớp nối ống khoan.

Mỗi chi tiết dạng ống bao gồm phần đầu có vùng có ren ngoài hoặc vùng có ren trong để nối với phần đầu tương ứng của chi tiết tương tự. Khi được nối với nhau, các chi tiết này tạo ra cái được gọi là khớp nối hoặc mối nối.

Các chi tiết dạng ống có ren này của khớp nối được nối với nhau dưới tải trọng xác định để thỏa mãn các yêu cầu lắp kín và khít trong điều kiện

làm việc. Hơn nữa, cần biết rằng các chi tiết dạng ống có ren này có thể cần được tháo ra-vặn vào nhiều lần, cụ thể là khi sử dụng.

Điều kiện sử dụng các chi tiết dạng ống có ren này làm xuất hiện các loại tải trọng khác nhau, nên cần sử dụng màng mỏng trên các phần nhạy cảm của các chi tiết này chẳng hạn như các vùng có ren, các vùng tiếp giáp hoặc các bề mặt bịt kín.

Do đó, các thao tác vặn vào thường được thực hiện dưới tải trọng hướng trục cao, ví dụ, do trọng lượng của ống có chiều dài vài mét được nối bằng mối nối có ren có thể trở nên nặng hơn bởi sự lệch nhẹ trục của các chi tiết có ren cần được nối. Điều này gây ra nguy cơ ăn mòn tại các vùng có ren và/hoặc ở các bề mặt bít kín kim loại/kim loại. Các vùng có ren và các bề mặt bít kín kim loại/kim loại thường được phủ chất làm trơn.

Ngoài ra, các chi tiết dạng ống có ren thường được bảo quản, sau đó được lắp trong môi trường khắc nghiệt. Ví dụ, trong trường hợp ở ngoài khơi khi có mặt sương muối hoặc trong trường hợp trên đất liền khi có mặt cát, bụi và/hoặc các chất gây ô nhiễm khác. Vì vậy, cần sử dụng các màng mỏng chống ăn mòn trên các bề mặt cần kết hợp với nhau bằng cách vặn vào (các vùng có ren) hoặc bằng cách tiếp xúc can thiệp (các bề mặt hàn kín và các vùng tiếp giáp kim loại/kim loại).

Tuy nhiên do các tiêu chuẩn môi trường, dường như việc sử dụng dầu nhờn theo tiêu chuẩn RP 5A3 của API (Viện xăng dầu Mỹ) không phải là một giải pháp lâu dài vì các dầu nhờn này có thể bị đùn ra khỏi các chi tiết dạng ống và giải phóng vào môi trường hoặc vào giếng, gây ra hiện tượng tắc đòi hỏi phải thực hiện các thao tác làm sạch đặc biệt.

Để khắc phục các vấn đề đòi hỏi độ bền chống ăn mòn và độ bền chống cọ xát trong thời gian dài và để thỏa mãn các yêu cầu về môi trường,

các màng rắn khô (nghĩa là không nhão như dầu nhớt) có tác dụng bôi trơn và bảo vệ được phát triển.

Nói chung, tất cả các màng khô sử dụng trên hệ có ren cho các ứng dụng liên quan đến việc khoan và khai thác giếng hydrocacbon đều dựa trên các chất nền hữu cơ hoặc vô cơ.

Giải pháp thứ nhất để thỏa mãn tiêu chuẩn về độ ổn định nhiệt và độ bền chống ăn mòn dưới các tải trọng nén và làm biến dạng là các chất nền hữu cơ thuộc họ nhựa rắn nhiệt loại epoxy. Nhựa epoxy có độ dẻo dai cao (90MPa), độ cứng cao (65 đến 89 Shore D) và độ bền nén cao (> 100MPa). Bằng cách kết hợp các đặc tính của nhựa với các chất làm trơn MoS2 dạng rắn hoặc chất làm trơn loại PTFE, các màng khô đáp ứng các quy định chống mòn hiện nay. Hỗn hợp thích hợp của chất kết dính hữu cơ và chất làm trơn dạng rắn có thể đảm bảo là các bề mặt này được ngăn cách trong một khoảng thời gian đủ dài để ngăn cản hiện tượng cọ xát. Các màng rắn nhiệt vô định hình có ưu điểm là tạo ra cấu trúc mạng 3 chiều nhờ sự đóng rắn, do đó làm cho chúng có độ cứng đáng kể. Ví dụ về chúng có thể là các màng nêu trong tài liệu WO2004033951 và WO2007063079, các tài liệu này mô tả các màng khô giàu kẽm lá được phân tán trong nhựa epoxy phụ dưới dạng lớp làm tăng độ bám dính và bảo vệ được sử dụng trực tiếp để chuẩn bị bề mặt.

Các giải pháp khác dựa vào các màng khô trên cơ sở flopolyme loại PTFE trong nhựa epoxy chính đã được phát triển.

Tuy nhiên, loại màng chứa tỉ lệ chất độn khoáng cao có bản chất giòn dưới tải trọng trong khoảng nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của nó.

Thêm vào đó, việc sử dụng các nhựa hữu cơ này đòi hỏi phải sử dụng các dung môi hữu cơ để làm tăng khả năng thấm ướt và phủ. Các dung môi

này thường được chọn từ nhóm bao gồm rượu isopropylic, butyl axetat, xylen và toluen, và hiện nay chúng bị hạn chế sử dụng do các quy định mới liên quan đến môi trường. Thực tế là, một số chất đã được phân loại là "các chất CMR" (chất gây ung thư, chất biến đổi gen, chất độc với sinh sản).

Giải pháp thứ hai được mô tả chi tiết trong tài liệu WO2001016516 mà có thể được sử dụng để tạo ra độ bền cơ học, nhiệt và hóa học nhất định, tài liệu này đề xuất việc sử dụng các chất nền chỉ chứa loại polyme vô cơ. Thuận lợi là, các polyme vô cơ như alkoxy titanat, alkoxy ziriconat và etyl polysilicat tạo ra mạng liên kết ngang ba chiều dày đặc và có độ bám dính đáng kể với bề mặt kim loại. Chúng có thể chịu được nhiệt độ lên đến 1200°C. Các polyme butyl polytitanat khác kết hợp với các chất làm trơn dạng rắn như MoS2 đã được xác định là các chất hoạt hóa vì các đặc tính chống cọ xát của chúng.

Tuy nhiên, việc sử dụng các chất nền loại polyme vô cơ này là dựa trên việc điều chế chúng bằng cách trùng hợp vô cơ hai giai đoạn (thủy phân và ngưng tụ) sử dụng các kỹ thuật sol-gel liên quan đến chất xúc tác axit hoặc kiềm cũng như các dung môi hữu cơ phân cực (rượu, keton, hydrocacbon), việc sử dụng các chất này được quy định bởi luật môi trường mới.

Giải pháp thứ ba đã được đề xuất dựa vào việc sử dụng các nhựa acrylic nhiệt dẻo hoặc copolyme của chúng trong nhũ tương nước như đã mô tả, ví dụ, trong tài liệu WO2007042231.

Tuy nhiên, nhựa acrylic đã được đồng trùng hợp với monome loại etylen (styren, vinyl hoặc metacrylat este) chủ yếu là chất bán tinh thể. Vì vậy, tính năng dưới tải trọng của chúng là đàn hồi hoặc cứng, nhưng không đủ để chống biến dạng. Trong cả hai trường hợp, các đặc tính của các chất làm trơn dạng rắn là không đủ để tối ưu hóa tác dụng chống cọ xát.

FR 2 950 667 A1 mô tả chi tiết dạng ống có ren chịu được lực siết có màng vô cơ tinh thể khô chủ yếu bao gồm silicat kiềm hoặc phosphat kim loại.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế nhằm giải quyết được các vấn đề môi trường và tạo ra lớp màng phủ dễ sử dụng, dính, bảo vệ chống ăn mòn và chống mài mòn bằng cách đề xuất việc kết hợp các đặc tính của các polyme hữu cơ và các polyme vô cơ để khắc phục các nhược điểm riêng của chúng. Giải pháp theo sáng chế bao gồm tạo ra lớp chuyển từ hệ làm trơn rắn được cố định vào bề mặt bằng hỗn hợp có trộn chất nền khoáng hữu cơ, chất nền này chịu mài mòn và ổn định hóa học đối với các thách thức từ bên ngoài.

Cụ thể là, sáng chế đề xuất chi tiết dạng ống để khoan và/hoặc vận hành các giếng hydrocacbon, có một đầu chứa ít nhất một vùng có ren, khác biệt ở chỗ, đầu này được phủ ít nhất một phần bằng màng khô chứa chất nền là hỗn hợp bao gồm ít nhất một polysilicat kiềm và ít nhất một polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể.

Các đặc tính hỗ trợ hoặc thay thế tùy ý có thể được mô tả dưới đây.

Polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể có thể là copolyme styren-acrylic.

Polysilicat kiềm có thể thuộc nhóm bao gồm natri polysilicat, kali polysilicat và lithi polysilicat.

Polysilicat này có thể là kali polysilicat kiềm có tỉ lệ khối lượng SiO_2/K_2O nằm trong khoảng từ 1 đến 3,5, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 2,5.

Tỉ lệ khối lượng trong màng khô giữa polysilicat kiềm và polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể có thể nằm trong khoảng từ 0,2 đến 3,5, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 0,5.

Đầu được phủ bằng màng khô này có thể được chuẩn bị bề mặt bằng phương pháp được chọn từ nhóm bao gồm thổi cát, xử lý chuyển hóa, kết tủa điện phân, và các phương pháp xử lý không phản ứng.

Màng khô này có thể còn bao gồm ít nhất một chất làm trơn dạng rắn làm chất khử ma sát, với tỉ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 5% đến 30%.

Chất làm trơn rắn này có thể được chọn từ graphit, Bi_2S_3, SnS_2, sáp amit bậc 2 và sáp parafin.

Màng khô này có thể chứa thêm chất ức chế ăn mòn.

Màng khô này có thể chứa thêm silic dioxit dạng keo.

Toàn bộ vùng có ren này có thể được phủ bằng màng khô.

Đầu có ren này có thể chứa ít nhất một bề mặt bịt kín để tiếp xúc kim loại/kim loại, và bề mặt bịt kín này có thể được phủ bằng màng khô bôi trơn.

Sáng chế cũng đề cập đến chi tiết nối dạng ống để khoan và/hoặc khai thác các giếng hydrocacbon, bao gồm ít nhất một chi tiết dạng ống có một đầu có ren được phủ ít nhất một phần bằng màng khô bôi trơn theo sáng chế.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren để khoan hoặc khai thác giếng hydrocacbon, chi tiết dạng ống này có vùng có ren ở một trong các đầu của nó, được tạo ra trên bề mặt ngoại vi bên ngoài hoặc bên trong của nó tùy theo việc đầu có ren này là loại ren trong hay ren ngoài, khác biệt ở chỗ, phương pháp này bao gồm các bước sau đây:

- tạo ra hỗn hợp của thể phân tán hoặc nhũ tương nước chứa các copolyme acrylic được chọn từ styren-acrylic, acrylic-metacrylat, styren-acrylic-metacrylat, polyuretan-acrylic béo, polyacrylat và các

trime vinyl axetat-etylen-vinyl clorua, với dung dịch polysilicat kiềm được chọn từ kali polysilicat, natri polysilicat và lithi polysilicat;

- phủ hỗn hợp này ở trạng thái lỏng cho một trong các đầu của chi tiết dạng ống có ren bằng cách phun ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 40°C;
- làm khô đầu được phủ bằng màng này ở nhiệt độ tăng dần từ nhiệt độ phủ hỗn hợp đến nhiệt độ tối đa là 80°C trong thời gian ít nhất là 15 phút;
- làm đặc màng này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 160°C trong khoảng thời gian từ 30 đến 60 phút.

Sau bước làm đặc này có thể là bước làm đông cứng ở 160°C trong thời gian từ 120 đến 240 phút.

Bước phủ hỗn hợp này bằng cách phun có thể được thực hiện ở nhiệt độ gần bằng nhiệt độ của đầu của chi tiết dạng ống có ren.

Bước tạo ra hỗn hợp của thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm có thể được thực hiện ở độ pH=9,5 hoặc cao hơn.

Thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic có thể chứa chất làm đặc.

Thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic có thể chứa chất làm ổn định.

Thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic có thể chứa chất kết tụ.

Hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm có thể chứa chất làm đông cứng.

Hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm có thể chứa chất làm trơn rắn được chọn từ graphit, Bi_2S_3, SnS_2, sáp amit bậc hai và sáp parafin với tỉ lệ khối lượng cuối nằm trong khoảng từ 5% đến 30%.

Hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm có thể chứa chất ức chế ăn mòn.

Hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm có thể chứa silic oxit dạng keo.

Bước phủ hỗn hợp này cho một đầu của chi tiết dạng ống có ren có thể được thực hiện sau bước chuẩn bị bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm thổi cát, xử lý chuyển hóa, kết tủa điện phân và xử lý không phản ứng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các đặc điểm kỹ thuật và ưu điểm của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây dựa vào các hình vẽ kèm theo.

Fig.1 là sơ đồ thể hiện chi tiết nối được tạo thành từ việc nối hai chi tiết dạng ống bằng cách vặn vào;

Fig.2 là sơ đồ thể hiện đường cong vặn vào của hai chi tiết dạng ống có ren;

Fig.3 là sơ đồ thể hiện lớp nền được phủ bằng màng khô bôi trơn;

Fig.4 là sơ đồ thiết kế thử nghiệm.

Fig.5 là sơ đồ thể hiện cấu trúc ba chiều của polysilicat kiềm vô định hình.

Fig.6 là sơ đồ thể hiện sự đan xen của các mạng lưới polyme vô cơ và hữu cơ.

Mô tả chi tiết sáng chế

Chi tiết nối có ren được thể hiện trên Fig.1 bao gồm chi tiết dạng ống thứ nhất có trục quay 10 có phần đầu có ren ngoài 1 và chi tiết dạng ống thứ hai có trục quay 10 có phần đầu có ren trong 2. Mỗi đầu 1 và 2 có bề mặt ở đầu mút được đặt vuông góc với trục quay 10 tương ứng của chúng và có vùng có ren 3 và 4, các vùng này kết hợp với nhau để tạo ra mối nối chung của hai chi tiết bằng cách vặn vào. Các vùng có ren 3 và 4 có thể là loại ren hình thang, ren tự hãm hoặc loại ren khác. Ngoài ra, các bề mặt bịt kín kim loại/kim loại 5, 6, để tiếp xúc cản trở bịt kín lẫn nhau sau khi nối hai chi tiết có ren này bằng cách vặn vào, được tạo ra tương ứng trên phần đầu có ren ngoài 1 và phần đầu có ren trong 2 gần với các vùng có ren 3, 4. Phần đầu có ren ngoài 1 có bề mặt đầu tận cùng 7 tiếp giáp với bề mặt tương ứng 8 được tạo ra trên phần đầu có ren trong 2 khi hai chi tiết này được vặn vào nhau.

Theo một phương án khác, mối nối tiếp giáp giữa bề mặt đầu tận cùng 7 và bề mặt 8 tương ứng có thể được thay thế bằng sự kết hợp cản tự hãm của các vùng có ren 3, 4 thuộc loại được mô tả, ví dụ, trong US 4 822 081, US RE 30 647 hoặc US RE 34467.

Như có thể thấy trên Fig.1 và Fig.3, phần đầu 1 hoặc 2 của ít nhất một chi tiết dạng ống được phủ ít nhất một phần bằng màng khô 12 chứa chất nền được tạo thành từ hỗn hợp bao gồm polysilicat kiềm và các polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể. Thuật ngữ "màng khô" như được sử dụng ở đây có nghĩa là màng rắn không dính khi chạm vào.

Ưu điểm của polysilicat kiềm là chúng có đặc tính nhiệt cơ và ma sát tương tự như của nhựa epoxy được hóa rắn nhiệt. Ngoài ra, trong trường hợp của các màng mỏng, polysilicat kiềm có khả năng tạo ra các liên kết mạnh, ưu tiên với các bề mặt vì chúng có khả năng phân cực đủ mạnh. Mặc dù có cấu trúc vô định hình nhưng các polysilicat kiềm ở trạng thái thủy tinh nếu chúng được đưa vào ở khoảng nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của chúng. Điều này dẫn đến tính nhớt đàn hồi của chất này thấp, nghĩa là độ cứng cao và khả năng biến dạng thấp dưới tải trọng.

Sơ đồ cấu trúc ba chiều của polysilicat kiềm vô định hình được thể hiện trên Fig.5.

Vì vậy, cần hóa dẻo chúng bằng cách kết hợp chúng với polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể có nhiệt độ chuyển hóa giòn-dẻo thấp hơn nhiệt độ chịu tải trọng. Độ đàn hồi lớn hơn của polyme hữu cơ này làm tăng khả năng chịu biến dạng dẻo của nó và do đó tạo cho nó khả năng chống va chạm và rạn vỡ tốt. Hiệu quả kỹ thuật này có liên quan đến mật độ đan xen của các chuỗi phân tử. Do đó, việc chọn các monome tạo thành polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể là rất quan trọng để đạt được đặc tính cơ học cần thiết.

Sự đan xen của các mạng lưới polyme vô cơ và hữu cơ được thể hiện trên Fig.6.

Có lợi là liên quan đến các polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể, tác giả sáng chế ưu tiên chọn copolyme acrylic trong thể phân tán hoặc trong nhũ tương nước, và cụ thể hơn là styren-acrylic, acrylic-metacrylic, styren-acrylic-metacrylic, và polyuretan-acrylic béo. Tác giả sáng chế cũng ưu tiên các thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa polyacrylat và trime như vinyl axetat-etylen-vinyl clorua, trong môi trường kiềm.

Thuận lợi là, các tác giả sáng chế ưu tiên dung dịch polysilicat kiềm như kali, natri hoặc lithi polysilicat với tỉ lệ khối lượng SiO_2/M_xO lớn hơn hoặc bằng 2, tốt hơn là lớn hơn 2,5.

Tác giả sáng chế cũng phát triển phương pháp điều chế chất nền hữu cơ-vô cơ bằng cách trộn lẫn copolyme styren-acrylic và natri, kali hoặc lithi polysilicat.

Các dung dịch chứa natri polysilicat và kali polysilicat có tính bám dính tốt với kim loại, bột tạo màng, có độ bền chống ăn mòn tốt, chịu nhiệt tốt và cuối cùng là độ cứng Mohs cao tương đương với của silic oxit. Các màng vô định hình ba chiều chứa polysilicat kiềm thu được này sẽ rất dính và cứng.

Lithi polysilicat khác với polysilicat kiềm thông thường vì chúng kết hợp các đặc tính của cả polysilicat kiềm và của silic oxit dạng keo, cụ thể là chúng có khả năng liên kết tốt hơn, tác dụng oxy hóa chống gỉ tốt hơn kết hợp với tác dụng phosphat hóa và tác dụng bảo vệ tốt hơn và tác dụng bảo vệ catôt bằng cách ức chế cơ chế oxy hóa. Ngoài ra, tỉ lệ SiO_2/Li_2O là cao hơn 10, có nghĩa là lượng nước cần thiết ít hơn so với lượng nước cần thiết đối với polysilicat kiềm thông thường. Tuy nhiên, chúng có các đặc tính tạo màng kém hơn và do đó chúng bám dính kém hơn với kim loại.

Liên quan đến phương pháp tạo màng, ngoài bước làm khô bằng cách làm bay hơi, bước làm đông cứng là cần thiết để làm tăng khả năng chịu ẩm. Bản chất của quá trình làm đông cứng phụ thuộc vào tỉ lệ khối lượng SiO_2/M_xO và có thể là quá trình hóa học, bằng cách sử dụng chất trung hòa (chất xúc tác axit), hoặc có thể được thực hiện bằng cách xử lý nhiệt. Ví dụ, màng hoàn toàn không thấm có thể thu được bằng cách xử lý ở 600°C khi có mặt kẽm oxit. Màng không tan thực tế thu được bằng cách chọn dung dịch kali polysilicat mà không phải là natri polysilicat. Tốt hơn nếu dung dịch kali polysilicat giàu silic oxit. Dung dịch polysilicat có tỉ lệ kiềm (kali oxit) quá cao

sẽ khử nước chậm vì ái lực của nó với nước cao. Quá trình bay hơi phải xảy ra chậm ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ giữa nhiệt độ môi trường đến 100°C để ngăn cản sự hình thành hơi nước ở bề mặt phân cách, sau đó xử lý nhiệt trong khoảng nhiệt độ từ 120°C đến 160°C, tốt hơn là trên 200°C, trong 1 đến 2 giờ để loại bỏ nước còn lại.

Thuận lợi là, phương pháp này có thể được xúc tác bằng axit hữu cơ hoặc vô cơ (natri bicacbonat, nhôm hydroxit, nhôm triphosphat) để trung hòa phần kiềm gây ra khả năng hòa tan trong nước. Bước trung hòa này có thể được thực hiện dưới dạng bước xử lý sau bằng cách phun dung dịch axit.

Thuận lợi là, tốt hơn nếu tỉ lệ khối lượng SiO_2/M_xO cao để đảm bảo tính không thấm. Tuy nhiên, dung dịch có tỉ lệ khối lượng SiO_2/M_xO thấp có độ dẻo và đàn hồi tốt hơn cũng như độ giòn giảm đi. Khi dung dịch polysilicat kiềm có tỉ lệ khối lượng SiO_2/M_xO thấp được chọn, một giải pháp có thể chọn là làm giàu dung dịch này trong silic oxit dạng keo để duy trì các đặc tính ban đầu và làm giảm phần kiềm.

Các màng này có thể được sử dụng mà không cần giới hạn nhiệt độ, nhưng trên hết, chúng có tính mềm dẻo và khả năng chịu biến dạng đủ khi chất kết dính vô cơ được kết hợp với chất dẻo hóa. Thuật ngữ "chất dẻo hóa" nghĩa là hợp chất mà khi được đưa vào polyme sẽ phá hủy một phần các tương tác giữa các mạch tạo ra sự bám dính cơ học và chuyển hóa chất rắn ban đầu thành chất linh động, dẻo.

Chất hóa dẻo cho dung dịch polysilicat kiềm là nhựa hữu cơ được chọn từ styren-butadien, polystyren, neopren, polyvinyl clorua, polyvinyl axetat và polyme acrylic, tốt hơn là copolyme styren-acrylic.

Trong trường hợp natri và kali polysilicat, tỉ lệ tương đối của chất dẻo hóa có thể là sao cho polyme vô cơ này chiếm phần lớn. Ngược lại, lithi polysilicat cần có lượng nhỏ.

Rõ ràng là màng khô bôi trơn 12 có thể được phủ cho vùng có ren theo nhiều cách khác nhau.

Màng khô bôi trơn 12 có thể phủ toàn bộ hoặc một phần của vùng có ren 3,4.

Màng khô bôi trơn 12 có thể phủ toàn bộ hoặc một phần của bề mặt bịt kín kim loại/kim loại 5, 6.

Các thử nghiệm bao gồm đánh giá một số thông số, cụ thể là:

- thử nghiệm vặn vào;
- lực kết dính và hệ số ma sát trên lớp nền (thử nghiệm Scratch);
- thử nghiệm gạch chéo;
- độ bền chống ăn mòn trong các điều kiện ẩm;
- độ bền chống thấm trong nước.

Thử nghiệm vặn vào cho phép đánh giá độ bền chống mômen xoắn trên gờ CSB, còn được gọi là ToSR. Mômen xoắn này xuất hiện trong quá trình thực hiện thao tác vặn vào đặc trưng cho các bộ phận nối "quan trọng" được sử dụng trong ngành công nghiệp dầu mỏ.

Đường cong trên Fig.2 thể hiện mômen vặn vào (hoặc kẹp) dưới dạng hàm của số vòng quay được thực hiện. Như có thể thấy, biên dạng của mômen vặn vào của các bộ phận nối "quan trọng" có thể được chia thành 4 phần.

Trong phần thứ nhất P1, các ren ngoài của chi tiết có ren ngoài (hoặc chốt) của bộ phận thứ nhất của chi tiết nối dạng ống có ren không siết chặt (đan xen) theo hướng kính với các ren bên trong của chi tiết có ren trong (hoặc vỏ bọc) tương ứng của bộ phận thứ hai của cùng một chi tiết nối dạng ống có ren.

Trong phần thứ hai P2, sự đan xen các ren của các chi tiết có ren ngoài và chi tiết có ren trong tạo ra sự siết chặt theo hướng kính, mức độ siết chặt tăng tỷ lệ với thao tác vặn vào (tạo ra mômen vặn vào nhỏ nhưng tăng dần).

Trong phần thứ ba P3, bề mặt bịt kín ở chu vi bên ngoài của phần đầu chi tiết có ren ngoài đan xen theo hướng kính với bề mặt bịt kín tương ứng của chi tiết có ren trong để tạo ra cơ cấu bịt kín kim loại/kim loại.

Trong phần thứ tư P4, bề mặt đầu trước của chi tiết có ren ngoài tiếp giáp dọc trục với bề mặt hình khuyên của phần tiếp giáp vặn vào của chi tiết có ren trong. Phần thứ tư P4 này tương ứng với giai đoạn vặn vào cuối.

Mômen vặn vào tương ứng với điểm cuối của phần thứ ba P3 và điểm đầu của phần thứ tư P4 được gọi là mômen xoắn trên gờ (CAB).

Mômen vặn vào tương ứng với điểm cuối của phần thứ tư P4 được gọi là mômen dẻo hoá (CP). Ngoài mômen dẻo hoá CP này, phần tiếp giáp vặn vào ngoài (phần đầu của chi tiết có ren ngoài) và/hoặc phần tiếp giáp vặn vào trong (vùng nằm phía sau bề mặt tiếp giáp hình khuyên của chi tiết có ren trong) được cho là bị biến dạng dẻo, sự biến dạng này có thể làm giảm tính năng bịt kín phần tiếp xúc của các bề mặt bịt kín bằng cách dẻo hóa các bề mặt bịt kín này.

Hiệu số của các trị số mômen dẻo hoá CP và mômen xoắn trên gờ CAB được gọi là sức chịu mômen xoắn trên gờ CSB: CSB = CP – CAB. Chi tiết nối dạng ống có ren có phần tiếp giáp tối ưu ở cuối quá trình vặn vào, điều này để đảm bảo độ bền cơ học tối ưu của cụm chi tiết có ren, ví dụ,

không chỉ đối với lực kéo mà còn đối với trường hợp ngừng vận hành bất ngờ, và tính năng bịt kín tối ưu.

Bởi vậy, đối với một loại chi tiết nối có ren nhất định, người thiết kế chi tiết nối có ren phải xác định mômen vặn vào tối ưu, đối với tất cả các cụm chi tiết có loại chi tiết nối này, giá trị này phải nhỏ hơn mômen dẻo hoá CP (để ngăn ngừa sự dẻo hoá các phần tiếp giáp và các vấn đề phát sinh) và lớn hơn mômen xoắn trên gờ CAB. Việc kết thúc vặn vào ở mômen thấp hơn CAB sẽ không thể đảm bảo định vị tương đối chính xác các chi tiết có ren ngoài và chi tiết có ren trong và do đó không đảm bảo siết chặt hiệu quả các bề mặt bịt kín của chúng với nhau. Ngoài ra, có nguy cơ làm phá vỡ chi tiết. Giá trị hiệu quả của mômen xoắn trên gờ CAB thay đổi nhiều từ cụm chi tiết này sang cụm chi tiết khác đối với cùng một loại chi tiết nối vì nó phụ thuộc vào độ bền theo hướng trục và hướng kính của các ren và (các) bề mặt bịt kín trong và ngoài. Mômen vặn vào tối ưu cần phải cao hơn đáng kể so với mômen xoắn trên gờ CAB.

Sức chịu mômen xoắn trên gờ CSB càng cao, giới hạn để xác định mômen vặn vào tối ưu càng lớn và chi tiết nối có ren càng có thể chịu được các lực xuất hiện trong quá trình hoạt động.

Thử nghiệm Scratch thể hiện bằng sơ đồ trên Fig.4 cho phép xác định lực bám dính hoặc độ bám dính của màng trên bề mặt hoặc sự chuẩn bị bề mặt. Phương pháp này, bao gồm làm đứt gãy và biến dạng màng bằng hạt hình cầu chịu tải trọng tăng dần, cũng cho phép xác định hai thông số ma sát chính liên quan đến độ bền chịu mòn, được gọi là hệ số ma sát và tải trọng tới hạn tương ứng với sự mất khả năng bám dính của màng.

Các điều kiện thử nghiệm sử dụng đầu đo hình cầu được tạo ra từ Inconel 718 có đường kính 5mm và mẫu kim loại được làm bằng thép cacbon hoặc Z20C13 có độ nhám Ra nhỏ hơn 1 micromet, cũng như các thông số sau đây: tải trọng tăng dần từ 10N đến 310N (với tốc độ tăng tải

trọng là 15N/giây), tốc độ chuyển động của hạt là 2mm/giây, trong khoảng thời gian 20 giây và chiều dài rãnh là 40mm.

Thử nghiệm gạch chéo bao gồm xác định độ bền của màng phủ một lớp hoặc nhiều lớp được tách ra từ lớp nền khi màng này được gạch chéo bằng cách tạo ra các vết rạch lên lớp nền này, theo cách phân loại thành 6 nhóm. Độ bám dính tốt của lớp phủ với lớp nền phải tương ứng với loại 0 của tiêu chuẩn ISO 2409 (2007): các vết rạch có các cạnh phẳng tuyệt đối, không có ô gạch chéo nào bị bong ra. Đối với vấn đề về môi trường, thử nghiệm gạch chéo được thực hiện sau khi được đặt vào môi trường ẩm (35°C và độ ẩm tương đối 90%). Không có thay đổi nào về vẻ bề ngoài, không có hiện tượng rộp, không có hiện tượng ăn mòn, không nứt vỡ, không bong ra phù hợp với phân loại theo tiêu chuẩn ISO 4628, và không bị mất khả năng bám dính là các đặc trưng của độ chịu ẩm tốt.

Các thử nghiệm ăn mòn trong môi trường ẩm bao gồm thử nghiệm tạo sương mù nước muối trung tính được thực hiện trong buồng khí hậu ở nhiệt độ 35°C với dung dịch nước muối 50g/l có tỉ trọng nằm trong khoảng 1,029 đến 1,036 ở 25°C, độ pH nằm trong khoảng 6,5 đến 7,2 ở 25°C và được thu hồi ở tốc độ trung bình là 1,5ml/giờ. Các mẫu nguyên vẹn không bị gỉ sau đó phải tương đương với loại ReO của tiêu chuẩn ISO 9227 sau khi tiếp xúc. Phương pháp này là cách để xác nhận là chất lượng tương đương của vật liệu kim loại khi có hoặc không có màng bảo vệ chống ăn mòn (màng phủ kim loại hoặc hữu cơ trên vật liệu kim loại) vẫn đạt được. Các thử nghiệm chịu nước bao gồm thử nghiệm các mẫu này trong điều kiện ăn mòn gia tốc theo tiêu chuẩn DIN 50017 được thực hiện trong buồng khí hậu. Thử nghiệm này được thực hiện một chu kỳ mỗi ngày, bao gồm làm lắng đọng hơi nước bằng cách làm ngưng tụ trong các điều kiện sau đây: 35°C, độ ẩm tương đối 90% trong 8 giờ, sau đó để các mẫu khô. Sau 7 chu kỳ, thực hiện kiểm tra xem lớp nền được bảo vệ bằng màng phủ có bị ăn mòn hay không.

Độ bền tốt phải phù hợp với phân loại trong tiêu chuẩn ISO 4628, đó là: không ăn mòn, không rộp, không nứt vỡ, không bong ra khỏi tấm thép cacbon được xử lý bằng cách phosphat hóa bằng kẽm (8 đến 20g/m^2 chất kết tủa phosphat) hoặc được xử lý bằng cách kết tủa điện phân hợp kim ba thành phần Cu-Sn-Zn với lớp trung gian chứa Ni.

Việc ngâm trong nước khi bảo quản hoặc trong quá trình vận hành góp phần làm phân hủy lớp phủ do các khuyết tật trong chính màng này, làm nhiễm bẩn lớp nền hoặc làm cho việc chuẩn bị bề mặt không được tốt. Thử nghiệm ngâm đối với tiêu chuẩn ASTM D870 sẽ đánh giá định tính và định lượng độ bền của lớp phủ đối với các kiểu phân hủy phần được ngâm trong nước đã khử khoáng ở 40°C trong 168 giờ. Độ bền tốt phải phù hợp với phân loại trong tiêu chuẩn ISO 4628, nghĩa là không có hiện tượng ăn mòn, không rộp, không nứt vỡ, không bong trên tấm thép cacbon được xử lý bằng cách phosphat hóa bằng kẽm (được kết tủa với lượng 8 đến 20g/m^2 phosphat) hoặc được xử lý bằng cách kết tủa điện phân hợp kim ba thành phần Cu-Sn-Zn với lớp trung gian chứa Ni. Độ bền tốt cũng phải phù hợp với sự thay đổi nhỏ của độ bám dính ở mặt phân cách và/hoặc hệ số ma sát đo được bằng thử nghiệm Scratch so với phần không được ngâm.

Cụ thể là, tác giả sáng chế đã đánh giá hỗn hợp bao gồm kali, natri và lithi polysilicat kiềm là sản phẩm của WOELLNER với tên thương mại là BETOL® và polyme hữu cơ nhiệt dẻo bán tinh thể được chọn từ thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa nhựa acrylic có khả năng tương hợp cao với các polyme vô cơ trong dung dịch (ở độ pH gần bằng 11). Sự tương hợp độ pH liên quan đến chỉ số xà phóng hóa và do đó nhựa acrylic phải đủ bền với quá trình xà phòng hóa trong môi trường có độ kiềm cao. Độ bền thấp với quá trình xà phòng hóa sẽ dẫn đến hiện tượng tạo gel, và sự tạo màng có thể bị ảnh hưởng. Chỉ số xà phòng hóa tương ứng với khối lượng của kali hydroxit (KOH) – tính theo mg – cần thiết để trung hòa các axit béo tự do và để xà

phòng hóa các axit béo này trong 1g chất béo, cao hơn 48mg KOH/g là được khuyến cáo đặc biệt. Trong số các nhựa acrylic, chỉ có copolyme styren-acrylic là có chỉ số xà phòng hóa đủ cao, đặc biệt là các copolyme styren-butyl acrylat (100 và 180mg KOH/g). Copolyme styren- acrylic được đánh giá trong thể phân tán hoặc trong nhũ tương nước, là sản phẩm của BASF với tên thương mại ACRONAL® hoặc là sản phẩm của ROHM & HAAS với tên thương mại MAINCOTE®.

Về phương pháp điều chế, quá trình điều chế chất nền ghép hữu cơ/vô cơ bao gồm pha loãng polyme hữu cơ trong nước, sau đó bổ sung từ từ polysilicat kiềm kèm theo khuấy. Sau đó, dung dịch polysilicat kiềm này được pha loãng nhiều để hạn chế khả năng phản ứng, và để kiểm soát thứ tự kết hợp. Vì chúng vốn ít hút ẩm, nên kali polysilicat được ưu tiên hơn natri polysilicat đối với các mục đích của thử nghiệm. Thực tế là, phần kiềm kali hoặc natri tạo ra các cacbonat với CO_2, và K_2CO_3 ít hút ẩm hơn so với Na_2CO_3.

Để ổn định chế phẩm này, cần bổ sung chất gây kết tụ, chất làm ổn định, chất phân tán và chất làm đặc. Các chú ý chính khác bao gồm tránh nguy cơ kết bông hoặc kết tủa axit silixic bất kỳ bằng cách kiểm soát độ pH hoặc tránh các tương kỵ trong môi trường kiềm, đặc biệt là với các hợp chất lưỡng tính như nhôm oxit. Thể tích chất màu tới hạn (critical pigment volume: CPV) là đặc biệt quan trọng để đảm bảo màng không thấm, để hạn chế tính xốp, nguy cơ bị rộp và khơi mào cơ chế ăn mòn.

Việc sử dụng polysilicat kiềm cũng là cần thiết để kiểm soát cơ chế tạo màng, cụ thể là bằng cách thúc đẩy sự khử nước và làm đặc mạng ba chiều (mạng này xen kẽ các pha zeolit và silicagel) bằng chất làm đông cứng. Việc đồng thời trung hòa và làm kết tủa trong quá trình làm đặc cho phép thu được

màng có khả năng không thấm ẩm đủ cao và tương đối không tan, bằng cách đảm bảo loại bỏ hoàn toàn nước bằng cách xử lý nhiệt thích hợp.

Sáng chế được thực hiện bằng cách sử dụng hệ phun bằng khí nén bằng súng phun nhờ trọng lực. Tốt hơn là nhiệt độ của hỗn hợp và hợp chất này được điều chỉnh đến nhiệt độ tạo màng của chất kết dính hữu cơ, nghĩa là trong khoảng từ 20°C đến 40°C phụ thuộc vào copolyme styren-acrylic được sử dụng.

Có lợi nếu sấy sơ bộ ở nhiệt độ phun trong thời gian 5 phút và sau đó sấy trong 10 phút khi tăng nhiệt độ từ nhiệt độ phun đến 80°C.

Cần nhắc lại là việc làm đặc mạng đối với các polyme vô cơ và đặc biệt là đối với polysilicat kiềm được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 160°C trong trường hợp mà trong đó độ ẩm tương đối là không đủ, tốt hơn là trong khoảng 120°C đến 160°C, trong thời gian từ 30 phút đến 60 phút.

Bước làm đông cứng cuối ở 160°C có thể được thực hiện một cách thuận lợi trong thời gian từ 120 đến 240 phút để loại bỏ hoàn toàn lượng nước còn lại.

Các màng khô được tạo ra trên mẫu thép cacbon hoặc mẫu thép hợp kim thấp có hoặc không xử lý bề mặt, như phosphat hóa trong trường hợp thép cacbon hoặc kết tủa điện phân Cu-Sn-Zn chứa lớp lót niken Wood trong trường hợp thép hợp kim nhẹ. Tốt hơn nếu độ dày của màng khô được thử nghiệm nằm trong khoảng từ 30 đến 50µm.

Trước hết, tác giả sáng chế đánh giá độ bền chống mài mòn dưới tải trọng tăng dần của các màng khô khác nhau chứa polysilicat kiềm là sản phẩm có tên thương mại BETOL® bằng thử nghiệm Scratch.

Tác giả sáng chế đã đánh giá độ bám dính của các màng khác nhau này trong các điều kiện ẩm cũng như sử dụng thử nghiệm gạch chéo ISO 2409.

Bảng 1 thể hiện khoảng biến thiên rộng của tỉ lệ khối lượng SiO_2/K_2O được thử nghiệm trên thép cacbon được phủ bằng cách phosphat hóa kẽm để xác định tỉ lệ khối lượng SiO_2/K_2O tối ưu.

Bảng 1

Tên sản phẩm	Tỉ lệ khối lượng SiO_2/K_2O	Mẫu A	Mẫu B	Mẫu C
BETOL K42	1,9	100%	-	-
BETOL K35	2,2	-	100%	-
BETOL K28	2,5	-	-	100%
Thử nghiệm Scratch	Tải trọng tới hạn: Lc(N):	165	105	138
Thử nghiệm gạch chéo	độ bám dính:	0	0	0
Thử nghiệm gạch chéo sau khi ngâm	độ bám dính:	4	4	0

Tốt hơn nếu tỉ lệ khối lượng cao để đảm bảo tính không thấm nước. Tuy nhiên, dung dịch có tỉ lệ khối lượng thấp có độ dẻo và đàn hồi tốt hơn cũng như độ giòn giảm.

Thứ hai, tác giả sáng chế đánh giá thể phân tán trong nước hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic có chất lượng tốt nhất, vẫn sử dụng thử nghiệm Scratch và thử nghiệm gạch chéo. Các màng khô được tạo ra trên các mẫu thép cacbon được phủ bằng cách kết tủa điện phân Cu-Sn-Zn.

Bảng 2

Bản chất hóa học	Tải trọng tới hạn: Lc(N)	Độ bám dính
copolyme styren- acrylic	150 – 272	0
copolyme acrylic metacrylat	38 – 50	0/1
copolyme styren-acrylic metacrylat	97	0
copolyme polyuretan- acrylic	228 - > 310	0

Theo các kết quả nêu trong bảng 2, rõ ràng là copolyme styren- acrylic và copolyme polyuretan-acrylic có tính chất nhớt đàn hồi tốt nhất và do đó có độ bền phá vỡ tốt nhất dưới tải trọng nén-cắt. Do đó, tốt hơn nếu các chất nền được chọn dựa trên hỗn hợp bao gồm kali polysilicat và copolyme styren-acrylic hoặc copolyme polyuretan- acrylic.

Bảng 3 minh họa sự tăng chất lượng của màng có lớp nền hữu cơ-vô cơ chứa copolyme styren-acrylic và polysilicat kiềm trên mẫu thép cacbon được phủ bằng cách kết tủa điện phân Cu-Sn-Zn. So sánh với màng khô chỉ dựa trên polysilicat kiềm hoặc copolyme styren-acrylic.

Mẫu F thu được từ thể phân tán chứa chất làm đặc trong nước, sau đó bổ sung chất làm ổn định. Sau khi trộn với thể phân tán trong nước chứa copolyme styren- acrylic, chất kết tụ được chọn từ propylen glycol ete được bổ sung vào. Sau khi pha loãng sơ bộ dung dịch kali polysilicat, dung dịch này

được bổ sung rất chậm vào thể phân tán kèm theo khuấy trong khi kiểm tra thấy độ pH vẫn bằng hoặc cao hơn 9,5. Tỉ lệ khối lượng chất hữu cơ-vô cơ được cố định ở mức 0,2.

Bảng 3

Tên sản phẩm	Bản chất/chức năng hóa học	Mẫu D	Mẫu E	Mẫu F
Nước	-	-	-	24%
Laponit RDS	Chất làm đặc/chất làm đông cứng (dung dịch 10%)	-	-	6%
Betolin Q40	Chất làm ổn định	-	-	0,5%
ACRILEM IC26	thể phân tán trong nước chứa copolyme styren-acrylic (42% chất rắn)	-	100%	10%
BETOL K28	$SiO_2/K_2O = 2,5$	100%	-	59%
Betolin A11	Chất điều chỉnh độ nhớt	-	-	0,5%
Thử nghiệm Scratch	Tải trọng tới hạn: Lc(N):	138	150	>310
Thử nghiệm Scratch	COF (10 – 310N):	0,6	0,26	0,22

Mẫu F có độ đàn hồi nhớt dưới tải trọng đáng quan tâm, ngược lại với đặc tính giòn và bị ăn mòn của mẫu D (polysilicat kiềm) khi tiếp xúc nửa kín.

Có lợi và để cải thiện độ ma sát, các mẫu G và H bao gồm các chất làm trơn rắn được bổ sung vào, tốt hơn là theo lớp (loại 1) và phản ứng (loại 2). Bảng 4 nêu tóm tắt các kết quả liên quan đến thử nghiệm Scratch.

Chất làm trơn rắn có thể được chọn từ danh sách sau đây: graphit, Bi_2S_3, SnS_2, sáp amit bậc hai, sáp parafin. Cần lưu ý là các chất bôi trơn rắn chứa nguyên tử flo bị loại trừ vì khả năng phản ứng của chúng trong môi trường kiềm cao.

Bảng 4

Tên sản phẩm	Bản chất/chức năng hóa học	Mẫu G	Mẫu H
Nước	-	23,2	23,2
Laponite RDS	Chất làm đặc/chất làm đông cứng (dung dịch 10%)	5,4	5,4
Sapetin D27	Chất phân tán	0,5	0,5
Betolin Q40	Chất làm ổn định	0,5	0,5
Austro Tec Bis84	Bi_2S_3	2,2	2,2
Timrex KS4	graphit	0,5	0,5
Printex 60	Muội cacbon	0,8	0,8
Baikalox	Nhôm oxit	1,1	1,1

CR125			
Aquasuperslip 6550	Thể phân tán trong nước chứa amit bậc hai và polyolefin	0,3	0,3
MAINCOTE 1071	Thể phân tán trong nước chứa copolyme styren-acrylic (50% chất rắn)	8	10,5
BETOL K28	$SiO_2/K_2O = 2,5$	56	54,5
Betolin A11	Chất điều chỉnh độ nhớt	0,5	0,5
Tỉ lệ khối lượng hữu cơ/vô cơ:		0,25	0,3
CPV:		8%	8%
Thử nghiệm Scratch	Tải trọng tới hạn: Lc(N):	>310	>310
Thử nghiệm Scratch	COF (10 – 310N):	0,14	0,11

Trong bảng 5, tác giả sáng chế nêu tóm tắt một số khuyến cáo để thu được các màng tối ưu.

Do đó, và có lợi là, tỉ lệ khối lượng chất hữu cơ/vô cơ được ưu tiên ít nhất là 0,3, ở thể tích chất màu tới hạn bằng nhau để đảm bảo lực ma sát nhỏ. Tuy nhiên, tính chịu nước không được đảm bảo hoàn toàn với hiện tượng bong tróc liên tục và tác dụng bảo vệ chống ăn mòn bề mặt dưới 48 giờ. Thực tế là, sự không tương hợp giữa nhôm oxit có bản chất lưỡng tính và kali polysilicat trong môi trường kiềm không phải là đặc tính có thể làm đặc mạng lưới ba chiều.

Có lợi là, chất làm đông cứng loại nhôm hydroxit rất thích hợp để xử lý nhiệt ở nhiệt độ gần bằng 600°C. Do đó, nó là thích hợp để tối ưu hóa các chế phẩm này.

Theo cách giống như chất làm đông cứng, do có chỉ số xà phòng hóa cao nên copolyme styren- acrylic tham gia vào việc trung hòa phần kiềm của polysilicat kiềm trong quá trình bay hơi. Các mẫu J và K cho thấy rõ sự tăng tất cả các đặc tính nhờ sử dụng copolyme styren-butyl acrylat và nhôm hydroxit làm chất làm đông cứng.

Tương tự, nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh của monome butyl acrylat tạo ra copolyme có tính linh động cao hơn, tạo thuận lợi cho sự tạo màng ngay cả ở nhiệt độ dưới 10°C.

Cuối cùng, tổng lượng kali polysilicat được giảm đi để làm tăng CPV của màng và tính chịu nước của nó.

Tác giả sáng chế cũng chứng minh được là có thể tối ưu hóa chất lượng của màng chứa chất nền acrylic-polysilicat kiềm bằng cách bổ sung silic oxit dạng keo. Ngoài các mục đích khác, việc bổ sung silic oxit dạng keo có thể điều chỉnh độ pH để tạo thuận lợi cho sự phân tán chất độn. Cụ thể hơn, silic oxit dạng keo góp phần làm giảm tổng độ kiềm khi có mặt polysilicat kiềm bằng cách thay đổi tỉ lệ SiO_2/M_2O. Cuối cùng, silic oxit dạng keo góp phần làm giảm tỉ lệ polysilicat kiềm để tạo ra thể tích chất màu tới hạn tối ưu.

Tác giả sáng chế cũng chứng minh được rằng các đặc tính cơ học của màng được tăng tối đa khi tỉ lệ chất hữu cơ/vô cơ gần bằng 0,3 và tỉ lệ giữa chất làm trơn rắn tạo lớp phản ứng loại 2 và chất làm trơn rắn có thể biến dạng dẻo loại 4 là bằng 2. Độ bền chịu nước tăng lên khi CPV lớn hơn 30%.

Liên quan đến việc xác định các chất làm trơn rắn loại 2 và 4, nên tham khảo đơn yêu cầu cấp patent Pháp số FR 2 892 174 được viện dẫn ở đây.

Cũng có lợi nếu làm tăng các đặc tính "không thấm nước" bằng cách hạn chế sự hấp thu nước qua màng được tạo ra bởi nhũ tương polysiloxan cải biến.

Bảng 5

Tên sản phẩm	Bản chất/chức năng hóa học	Mẫu I (%)	Mẫu J (%)	Mẫu K (%)
Nước	-	30	23,2	23,2
Betolin V30	Chất làm đặc	0,1	0,1	0,1
Walocel CRT1000P	Chất làm đặc	0,1	0,3	0,1
Sapetin D27	Chất phân tán	0,5	0,4	0,3
Betolin Q40	Chất làm ổn định	0,4	0,6	0,4
AustroTec Bis84	Bi_2S_3	7,9	11,2	6,5
Printex 60	Muội than	1,3	0,3	1,1
Microspersion 528	Thể phân tán trong nước chứa sáp amit bậc 2	3,9	8,2	3,2
Martinal OL-107LEO	Nhôm hydroxit	5.6	2.8	4.7
Betol KS402A	Silic oxit dạng keo trong amoni hydroxit	5,6	2,8	4,7

Betolin AH250	Nhũ tương chứa polysiloxan cải biến	1,3	1,4	1,1
ACRONAL S559	Thể phân tán trong nước chứa copolyme styren-acrylic (50% chất rắn)	42	8,4	8,7
BETOL K28	$SiO_2/K_2O = 2,5$	-	27,9	46,4
Betolin A11	Chất điều chỉnh độ nhớt	0,7	0,7	0,5
Tỉ lệ khối lượng chất hữu cơ/vô cơ:		-	0,6	0,3
CPV:		24%	32%	26%
Thử nghiệm Scratch	Tải trọng tới hạn: Lc(N):	85	402	740
Thử nghiệm Scratch	COF (10 – 310N):	0,19	0,09	0,09
Sau khi ngâm (các kết quả quan sát):		Bong tróc 5S5	RAS	Bong tróc 3S2

Tác giả sáng chế cũng thấy rằng độ bền của màng và hệ số ma sát của hỗn hợp hữu cơ-vô cơ được mô tả bởi thử nghiệm Scratch là tương đương với tính năng của các màng phủ dẻo nhiệt rắn loại floetan như các màng được mô tả trong tài liệu WO2011076350.

Tác giả sáng chế cũng thực hiện các thử nghiệm vặn vào-tháo ra (xem đường cong trên Fig.2) đối với mối nối được phủ một phần bằng màng khô hữu cơ-vô cơ theo sáng chế, và đối với mối nối so sánh được phủ một phần chỉ bằng màng khô hữu cơ.

Với mục đích này, màng khô dựa trên hỗn hợp hữu cơ-vô cơ bao gồm 23,2% nước, 5,4% Laponite RDS (dung dịch 10%), 0,5% Sapetin D27, 0,5% Betolin Q40, 2,2% AustroTec Bis84, 0,5% Timrex KS4, 0,8% Printex 60, 1,1% Baikalox CR125, 0,3% Aquasuperslip 6550, 10,5% MAINCOTE 1071, 54,5% BETOL K28, 0,5% Betolin A11, được phủ lên đầu có ren trong 2 của mối nối thuộc loại 7" 29# CS L80 VAMTOP HT HH PFBS kết hợp với chuẩn bị bề mặt bằng cách kết tủa điện phân Cu-Sn-Zn. Đầu có ren ngoài 1 được phủ nhựa acrylic-epoxy có thể hóa rắn bằng UV như được mô tả trong WO2006104251 kết hợp với chuẩn bị bề mặt bằng cách phosphat hóa kẽm.

Về mối nối so sánh, màng khô dựa trên thành phần hữu cơ chứa polyme styren-acrylic được phủ cho đầu có ren trong 2, và đầu có ren ngoài 1 của mối nối thuộc loại 7" 29# CS L80 VAMTOP HT HH PFBS kết hợp với chuẩn bị bề mặt bằng cách phosphat hóa kẽm hoặc mangan.

Mômen vặn vào tác dụng lên mối nối được phủ bằng màng hữu cơ-vô cơ tăng lên đến 29900 N.m so với mômen vặn vào tác dụng lên mối nối so sánh là 20100 N.m. Mômen xoắn trên gờ này được đánh giá trong khoảng từ 12000 đến 13000 N.m đối với mối nối được phủ bằng màng hữu cơ-vô cơ, so với giá trị 16000 N.m của mối nối so sánh, mặc dù áp lực tiếp xúc khi vặn ren là thấp hơn.

Kết luận, các màng khô trên cơ sở hỗn hợp hữu cơ-vô cơ theo sáng chế có thể được sử dụng để làm tăng số lần thao tác vặn vào/tháo ra ít nhất là 50% so với màng khô chứa chất nền hữu cơ.

Nói chung, việc kết hợp các đặc tính của polyme hữu cơ và các đặc tính của polyme vô cơ vào một màng khô có nghĩa là các đặc tính sau đây có thể được gia tăng:

- khả năng trượt ở bề mặt phân cách của các bề mặt ma sát do tăng độ cứng bằng chất vô cơ vô định hình bền ở bề mặt khi bổ sung lượng thích hợp của chất làm trơn rắn;

- khả năng bám dính, ngay cả trong các điều kiện ẩm, với bề mặt thép cacbon hoặc ngay cả với các bề mặt thép hợp kim nhẹ có hoặc không chuẩn bị bề mặt bằng cách sử dụng các polyme vô cơ phản ứng;

- độ bền cơ học, bằng cách kết hợp độ cứng của polyme vô cơ với độ linh động của polyme hữu cơ;

- tuổi thọ so với khi chuẩn bị bề mặt hoàn toàn bằng chất vô cơ thuộc loại phosphat kẽm thu được bằng cách cấy mầm tinh thể, sau đó kết tinh do làm tăng diện tích bề mặt tiếp xúc thực tế.

Thêm vào đó, độc lập với tính năng bôi trơn này, sáng chế thực hiện theo cách này ở điều kiện nhiệt độ và độ ẩm tới hạn và vì các đặc tính làm tăng độ bám dính tốt của nó đối với các bề mặt hoặc bước chuẩn bị bề mặt khác nhau, nên sáng chế đề xuất giải pháp mới thích hợp để phát triển hệ thống đơn lớp tác dụng như cả lớp lót và lớp phủ ngoài cùng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren để khoan hoặc khai thác giếng hydrocacbon, chi tiết dạng ống này có vùng có ren (3; 4) ở một trong các đầu (1, 2) của nó, được tạo ra trên bề mặt ngoại vi bên ngoài hoặc bên trong của nó tùy theo đầu có ren này thuộc loại ren ngoài hay ren trong, khác biệt ở chỗ, quy trình này bao gồm các bước sau:

a. tạo ra hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic được chọn từ styren-acrylic, acrylic-metacrylat, styren-acrylic-metacrylat, polyuretan-acrylic béo, polyacrylat và trime thuộc loại vinyl axetat-etylen-vinyl clorua, với dung dịch polysilicat kiềm được chọn từ kali polysilicat, natri polysilicat và lithi polysilicat;

b. phủ hỗn hợp này ở trạng thái lỏng bằng cách phun vào một trong các đầu (1, 2) của chi tiết dạng ống có ren này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 40°C;

c. làm khô đầu được phủ bằng màng này ở nhiệt độ tăng dần từ nhiệt độ phun hỗn hợp đến nhiệt độ tối đa là 80°C trong thời gian ít nhất là 15 phút;

d. làm đặc màng này ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 160°C trong khoảng thời gian từ 30 đến 60 phút.

2. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, bước làm đông cứng ở 160°C trong thời gian từ 120 đến 240 phút được thực hiện sau bước làm đặc.

3. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm 1 hoặc điểm 2, khác biệt ở chỗ, bước phủ hỗn hợp nêu trên bằng cách phun được thực hiện ở nhiệt độ gần bằng nhiệt độ của đầu (1, 2) của chi tiết dạng ống có ren.

4. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ, bước tạo ra hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm được thực hiện ở độ pH lớn hơn hoặc bằng 9,5.

5. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, khác biệt ở chỗ, thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic này chứa chất làm đặc.

6. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, khác biệt ở chỗ, thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic này chứa chất làm ổn định.

7. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ, thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic này chứa chất kết tụ.

8. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, khác biệt ở chỗ, hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm chứa chất làm đông cứng.

9. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, khác biệt ở chỗ, hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm chứa chất làm trơn rắn được chọn từ graphit, Bi_2S_3, SnS_2, sáp amit bậc hai và sáp parafin với tỉ lệ khối lượng cuối nằm trong khoảng 5% đến 30%.

10. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, khác biệt ở chỗ, hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm chứa chất ức chế ăn mòn.

11. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, khác biệt ở chỗ, hỗn hợp bao gồm thể phân tán hoặc nhũ tương trong nước chứa copolyme acrylic và dung dịch polysilicat kiềm chứa silic oxit dạng keo.

12. Quy trình tạo màng khô trên chi tiết dạng ống có ren theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, khác biệt ở chỗ, bước phủ hỗn hợp nêu trên cho một đầu (1, 2) của chi tiết dạng ống có ren này được thực hiện sau bước chuẩn bị bề mặt thuộc loại được chọn từ nhóm bao gồm thổi cát, xử lý chuyển hóa, kết tủa điện phân và xử lý không phản ứng.

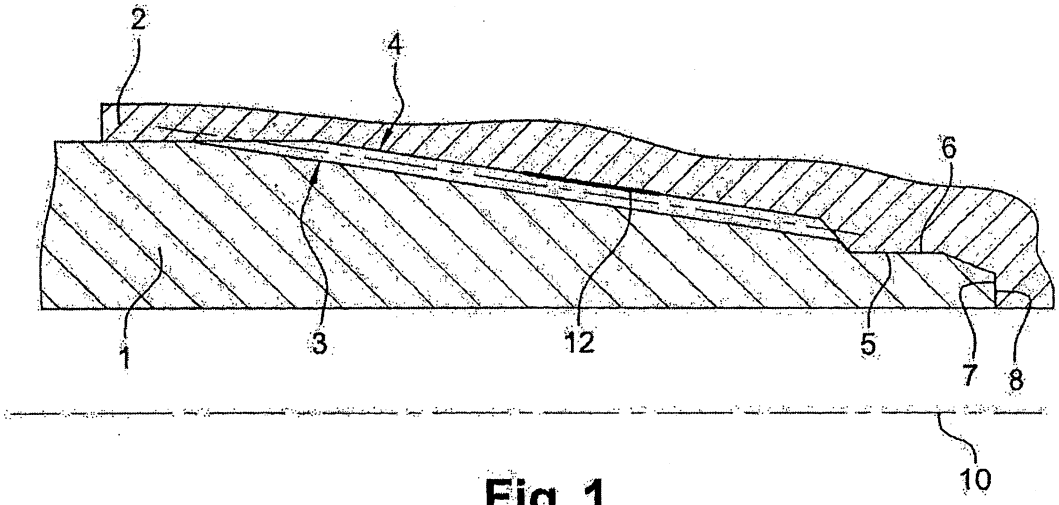


Fig. 1

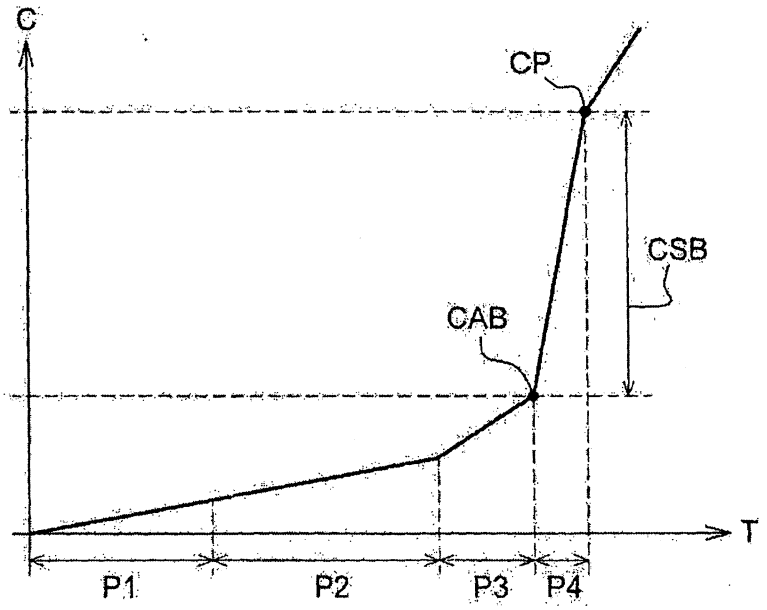


Fig. 2

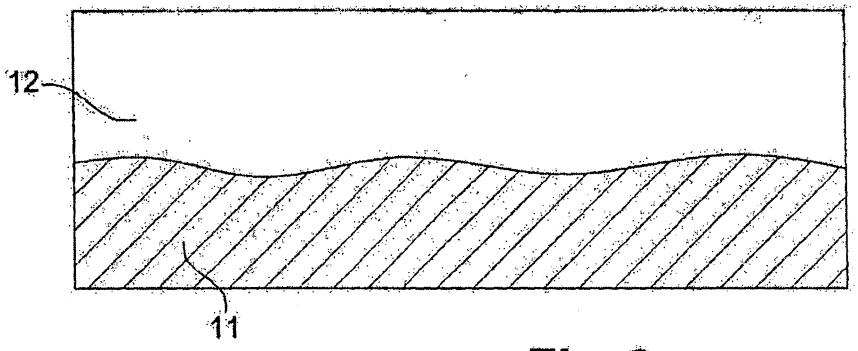


Fig. 3

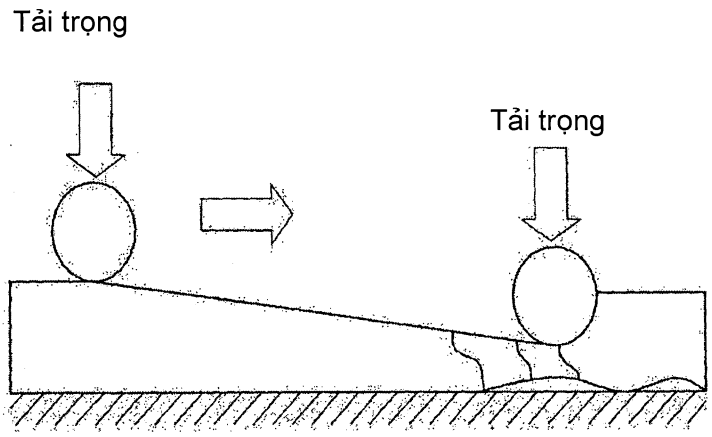


Fig. 4

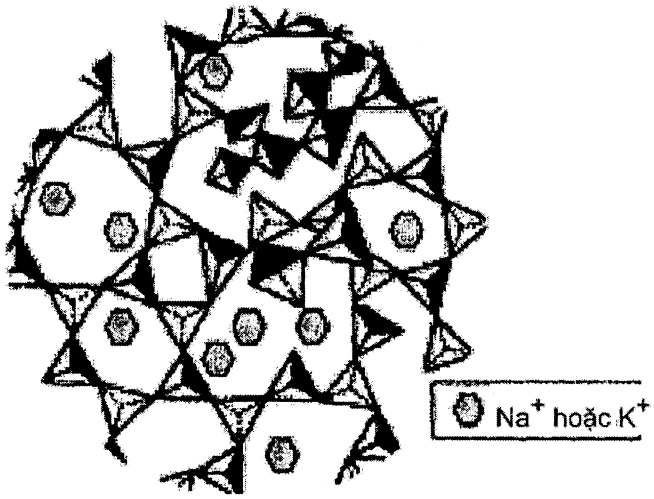

Na+ hoặc K+

Fig.5

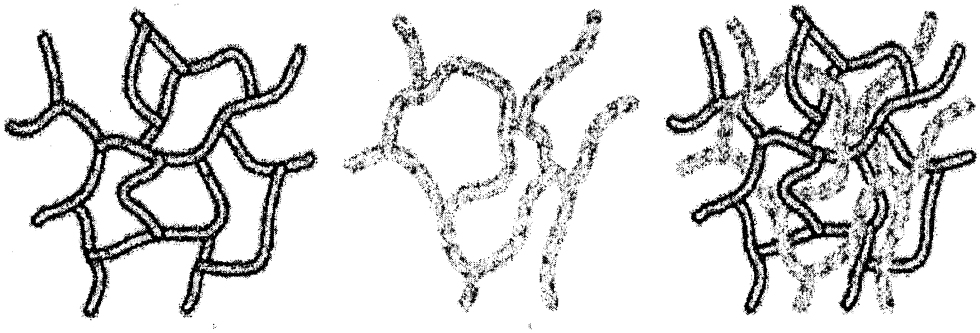

mạng polyme
hữu cơ
mạng polyme
vô cơ
mạng polyme
đan xen

Fig.6