

明 細 書

発明の名称：

固体潤滑被膜形成用の薬剤、油井管、油井管ねじ継手、及び油井管の製造方法

技術分野

[0001] 本開示は、油井管ねじ継手の潤滑及び耐食性に関する技術である。本開示は、湿式の潤滑コンパウンドの代わりに、固体潤滑被膜がねじ部の締結面（メタルシール面を含む）に形成された油井管及び油井管ねじ継手に関する技術である。本明細書では、ねじ部の面である締結面に、メタルシール面を含む。

ここで、固体潤滑被膜とは、マトリックス成分としてのバインダー樹脂と、バインダー樹脂の中に分散して分布している固体潤滑剤及び必要に応じて添加された添加剤から構成される被膜を意味する。本開示では、油井管ねじの潤滑を実現する固体潤滑被膜による潤滑の改善を図りつつ、耐食性を有することを意図する。

[0002] また、本明細書において、「潤滑性」、「高潤滑性」という用語で説明する現象は、広義においては、低摩擦で滑りやすい現象を意味する。また、高潤滑性とは、狭義においては、締付け・締戻しできる回数（締付け締戻し回数とも記載する）が、規定回数以上できることを意味する。例えば、油井管ねじ継手の耐焼き付き性については、API 5C5規格に記載されている。API 5C5規格において、ケーシングサイズでは3回の締付けまでできることが求められている。また、チュービングサイズでは、10回の締付けまでできることが求められている。

なお、本明細書では、雌ねじを有する管を総称してボックスと記載する場合もある。すなわち、カップリングもボックスの一種として記載する。

背景技術

[0003] 油井管ねじ継手において、ねじ部の潤滑には、従来、雄ねじ側及び雌ねじ

側の少なくとも一方の部品のねじ部の締結面（シール面）（以下、単に「締結面」とも呼ぶ）に対し、リン酸Mn化成処理膜や、Cu等を用いた電気めっきによって表面処理を行って被膜を形成する。その後、その被膜の上に、Pb、Zn等を含む潤滑コンパウンドを塗って潤滑を図っていた。

なお、本明細書では、ねじ部の締結面（シール面）に被膜が形成されている場合、その被膜を含めて締結面と呼ぶ。

[0004] これに対し、近年、「ドライ・ドープフリー」による、湿式でない潤滑技術が注目されている。「ドライ・ドープフリー」には、膜自体がAPI-Modコンパウンドのような粘性液体状ではないという意味と、有害な重金属を含まないという意味がある。このような「ドライ・ドープフリー」の潤滑として、締結面に対し固体潤滑被膜を形成して潤滑を図る技術がある。本開示は、この「ドライ・ドープフリー」での潤滑に関する技術である。

[0005] ここで、過去の特許文献において、様々な固体潤滑被膜に関する発明がある。固体潤滑被膜は、潤滑を担当する潤滑剤成分と、潤滑剤成分を膜中に保持するマトリックス成分としての固体膜から構成される。固体膜とは、粘性を持たない膜であって、液状の膜ではないという意味で、それ自体で、ねじ締付け締戻し時の潤滑を完結させるという意味でもある。従来からの、リン酸Mn膜やCu電気メッキ膜は、それ自体は固体膜である。しかし、グリース状のコンパウンドを塗って潤滑を図ることを前提としているので、固体潤滑被膜には含まない。本開示では、固体膜として潤滑を達成するものであり、固体膜として有機樹脂膜を想定する。このため、以下の記載では、当該固体膜をバインダー樹脂とも記載する。

[0006] ここで、本開示は、固体潤滑剤の主成分をグラファイトとし、バインダー樹脂の主成分をPEEK樹脂とするものである。

油井管ねじの潤滑分野その他の潤滑分野において、固体潤滑剤の主成分をグラファイトとしたものは、殆ど存在していない。また、バインダー樹脂成分にPEEK樹脂を使ったものは多く散見される。しかし、油井管ねじ継手のような特殊な潤滑条件（大荷重かつ偏荷重がかかるような厳しい潤滑条件

）を考慮して、PEEK樹脂を適正範囲に制御された過去の特許文献は無いと思われる。

[0007] ここで、類似技術として、例えば特許文献1～6がある。

特許文献1～3は、油井管ねじの固体潤滑被膜に関する発明である。特許文献1～3には、固体潤滑剤として考えられる物質の一例として、グラファイトが例示されている。特許文献3では、固体潤滑剤の候補材料の中では、グラファイトがもっともよいとも記載されている。

特許文献4は油井管ねじの発明では無い。特許文献4には、軸受け部分の潤滑に際して、グラファイトが構成要素の1つとして記載されている。また、特許文献5は、水系薬剤に関するものであるが、固体潤滑剤として、グラファイトが例示される。

[0008] ここで、グラファイトについて広く理解されている考え方は、高温でも潤滑状況が変わらず、かつ、高荷重でも潤滑が変わらない特長を有するというものである。また、グラファイトは、微粉末状であっても、爆発せず、燃えるだけであるとの性状がある。このため、グラファイトは、シームレス鋼管を製造する穿孔工程でのプラグとビレットの潤滑にも広く使われ、安定した潤滑剤という理解が、広く定着している。

[0009] また、PEEK樹脂（単に、PEEKとも呼ぶ）については、高温でも安定な、熱可塑性樹脂で、硬質なプラスチックとして知られている。PEEKは、Poly Ether Ether Ketone（ポリエーテルエーテルケトン）の頭文字からなる略称である。PEEKは、非常に硬い材料である。更に、強度強化のために、PEEKに対し、ガラス繊維を添加して強度や剛性を上げたものや、潤滑を上げるために、PTFE、グラファイト、炭素繊維等を添加混入させたものが市販されている。なお、PEEK樹脂は、単体ではペレット状で売られているものである。

また、過去の油井管ねじの潤滑に関する技術において、PEEK樹脂を用いる技術の数は非常に限定されるものの、例えば、特許文献6に記載がある。特許文献6には、PEEK樹脂にPTFEが分散されているものが例示さ

れている。

先行技術文献

特許文献

[0010] 特許文献1：国際公開第2014/024755

特許文献2：特表2008-527249号公報

特許文献3：特表2013-545940号公報

特許文献4：特許第6776485号公報

特許文献5：国際公開第2019/021794

特許文献6：特表2015-506445号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0011] しかし、特許文献1～3において、グラファイトを例示しているものの、グラファイトの含有量について明示がない。すなわち、特許文献1～3の記載は、固体潤滑剤中の全量～無含有までを含んだものとして、特に、含有量については意識がないものと推定される。

また、特許文献6に記載のPEEK樹脂は、ヌープ硬度がHk80である。特許文献6は、著しい軟質の特殊なPEEK樹脂の事例である。ここで、PEEK樹脂の標準的な硬度は、ロックウェル硬度：R120で、ヌープ硬度はHK963であり、特許文献6のPEEK樹脂の硬度はこれを遥かに下回る。したがって、特許文献6は、異質なPEEK樹脂を使った例であって、本開示が想定するPEEK樹脂としては不適當である。

[0012] また、本開示が目的とする油井管ねじの潤滑は、特殊な摺動状況にある。

すなわち、現場（実際の井戸）では、実長8m以上15m未満程度のピンが、下にセットされたボックスに対して、締付け・締め戻しされる。このとき、ピンは、クレーンで吊り上げられた状態でパワートングを使って締付け・締め戻しが行われるものの、ピンの全荷重がボックスねじに掛かりうる状況にある。本明細書では、これを、大荷重印加状態での潤滑と呼ぶ。

[0013] またこのとき、ピンは、理想的状態で締付け締戻しが行われるとは限らない。つまり、締付けの際に、ピンねじは、ボックスねじに差し込まれるか、少し手締めた状態でセットされる。しかし、ピンはボックスねじに対して直立不動でセットされるわけではない。また、ピンは、斜め方向に傾きつつ真っ直ぐに（撓み無く）立ち上がった状態でセットされるわけでもない。すなわち、ピンは、下部をボックスねじに拘束されつつも、材料の持つ弾性率（ヤング率）と実際のピン長さとはに応じて、上端側つまり締める側の反対側先端側が、わずかに撓んだ状態になる。特に8 m以上の長さのピンの場合には、下から見上げると、ピンが、ボックスにまっすぐにセットされつつ、しなっているように見える。その状態から、ピンは締付け締戻しが行なわれるので、ボックスねじとピンねじは、均質で対称的に荷重が掛かった状態で、締付け締戻しが行われることは皆無である。このため、ねじ表面の一部が、局部的に強く当たるような状態で、締付け締戻しが行われる状況になる（偏荷重状態での潤滑）。また、局部的に強く当たる箇所も、締付け締戻しに応じて変化する。

[0014] 従来のグリース状コンパウンドを使う潤滑技術では、締付け締戻し時に、コンパウンドが追随して動く。このため、多少の潤滑条件の変動等があっても、潤滑剤（潤滑コンパウンド）が、締付け締戻しを良好な方向に収斂させるように機能する。したがって、グリース状コンパウンドを使う潤滑技術における、ねじ継手の締付け締戻しの評価試験（ラボ試験とも呼ぶ）においては、実寸ピンを使った評価に頼ることなく、短尺ピンを使った評価で、実寸ピンの潤滑状況を把握することが可能ではある。

[0015] 一方で、発明者の調査によると、固体潤滑被膜を使った油井管ねじの潤滑技術では、不可避免的に、固体潤滑被膜は、ある程度は削られてしまう。そして、その削り滓が、ねじ間隙に詰まったりしないように工夫する必要があった。またこのとき、削られた固体潤滑被膜由来の2次形成物は、締付け締戻しに連動して、常に追随して動くとは限らない。

これが、実際の井戸で起こっていることであり、湿式の潤滑コンパウンド

を使った潤滑の場合とは大きく異なる点である。

[0016] そして、油井管ねじ継手において、従来のグリース状コンパウンドを使う潤滑技術と同様な評価では、固体潤滑被膜を使った油井管ねじの潤滑技術の評価できず、甘い評価になるとの知見を得た。すなわち、従来の特許文献において、油井管ねじ継手の締付け締戻しの評価は、固体潤滑被膜の評価であっても、湿式の潤滑コンパウンドを使った潤滑を用いた評価（短尺ピンを使った締付け締戻し試験）であることが多い。このため、過去の特許文献に記載の固体潤滑被膜潤滑の条件（成分の好適範囲など）は、そのまま採用できないとの知見を得た。

[0017] すなわち、ラボ試験にて固体潤滑被膜を評価する場合に、潤滑コンパウンドを使った潤滑の場合と同様に短尺ピンを使った評価では、上記のような理由から、大荷重・偏荷重の影響を模擬できるとは限らない。実際の井戸での状況よりも短い短尺ピンを使った評価では、固体潤滑被膜が削られにくくなり、実際の井戸での焼き付き挙動を模擬できるような状況をつくりえない、ことが分かった。

[0018] このように、従来の短尺ピンを使った評価では、固体潤滑被膜の削り滓からなる2次生成物が詰まって焼き付いたり、2次生成物が再度、締結面に押し付けられて、潤滑膜的な効果を保つ等の状況を模擬できない。すなわち、単純に、短尺ピンを使った従来の評価では、固体潤滑被膜の評価がどうしても甘くなる。そして、固体潤滑被膜の物性パラメータを決める際に、本来は不合格な領域まで、誤って、好適な範囲と評価されてしまうという課題がある。

[0019] このような理由から、発明者らは、従来の先行文献の記載には、上記のような甘い評価に基づいて好適な範囲が記載されていることが多いのが実態である、との知見を得た。

そして、油井管ねじ継手の締付け締戻し条件のような、大荷重が掛かり、かつ、偏荷重も掛かるような厳しい条件においては、特許文献1～5にあるように、単純に潤滑剤としてグラファイトの活用を想定しても、うまく行か

ない、との知見を得た。

[0020] その1例を次に挙げる。

ここに挙げる例は、3.5”サイズの油井管ねじJ F E B E A RTMで試験した事例である。バインダー樹脂にエポキシ樹脂だけを使い、固体潤滑剤にグラファイトだけを使った薬剤を塗り、焼成して、ボックスねじ側に固体潤滑被膜を形成させた。また、ピンねじ側に対して、バインダー樹脂にフッ素樹脂を使い、固体潤滑剤にPMSQ（ポリメチルシルセスキオキサン）を使った薬剤を使って、固体潤滑被膜を形成させた。そして、水平型のパワートングで締付け締戻し試験を実施したところ、1回の締付け締戻し後において、軽度な焼き付きが起きて、不合格判定された。このとき、ねじは、軍手で触れるか触れない程度に摩擦発熱が生じていた。このことから、潤滑が良好とはいえないことは、その発熱具合からも明らかであった。

[0021] またこのとき、締戻し後にねじを観察すると、シール部分は全く健全であるが、テープ状のグラファイト由来の2次形成物ができていた。これ（滓）が詰まってしまって、ねじ部分で焼き付く原因を作り出していると推定できる。締付けの時にテープ状の物体（滓）が、ボックスねじの谷と、その対向位置のピンねじの山との間の空隙などに形成されていた。また、物体（滓）が、スタビング・フランクの空隙、ロードフランクの空隙にも形成されていた。そのテープ状の物体の「流動性」は悪く、つまり、締付速度に連動して動けずに、一部の部分で溜まってしまっていた。それが、焼き付きの直接原因になったり、固体潤滑被膜にダメージを与えて、次回以降の締付け締戻しでの焼き付きの原因を作り込んでしまっていたと推定される。観察したのは、締戻しで逆回転して、これらのテープ状のものが一部破壊されて、テープ状のものから粉状に変化したものを含んだ状態である。

[0022] これは一例ではあるが、固体潤滑剤をグラファイトのみにして、バインダー樹脂と調合してから製膜すると、どのバインダー樹脂を選んでも、殆どすべてがこうなると推定される。

このように、過去の文献において、効果ありとして明記されているグラフ

アイトを、実際に適用し模倣して実験してみても、殆どすべてが焼き付いてしまうとの知見を得た。これは誠に以て不可解と言わざるをえない。グラファイトだけを固体潤滑剤に使った事例では、多かれ少なかれ、1回の締付け締戻しの時に、グラファイト由来のテープ状の2次生成物ができ、それが詰まっていた。また、詰まったものが更に粉状になって、ねじ間隙を閉塞させてしまって、ねじ山部分で焼き付きが起こる。又は、ダメージを受けて2回目以降に焼き付きが起こりやすい。そして、本発明者は、固体潤滑剤を100%グラファイトから構成した場合、グラファイト由来のテープ状の2次生成物が強固に出来てしまい、それがねじ間隙に詰まって焼き付きの主因になる、という知見を得た。

[0023] このように、グラファイトは、歴史的には、固体潤滑剤として認められてきている常識があるが、油井管のねじ分野では、そのまま適用できない、との知見を得た。すなわち、グラファイトの適正範囲を決めた上でグラファイトを使いこなさないと、焼き付きが抑制できないという課題がある。

そして、グラファイトによる潤滑向上効果を期待できる最適範囲を明示して、潤滑を図る必要がある。更に、バインダー樹脂の組み合わせを適切に選択する必要性がある。しかし、過去文献においては、明確に指示されているものはなかった。

[0024] また、油井管ねじの潤滑は、他の潤滑挙動とは違う点があるため、他の潤滑条件に基づく評価による規定を適用することができないという課題がある。

一般に、摩擦する2物体間の潤滑挙動といえは、片方が固定されて、もう片方が動く状況が想定される。かつ、動く物体については、固定した物体に密着した状態から潤滑が始まることが想定されている。両方の物体が動く場合であっても、潤滑は、互いにくっついた状態から始まるのが常である。

[0025] 一方、油井管ねじの潤滑では、締付初期に、ピンねじ（雄ねじ）が、ボックスねじ（雌ねじ）に対して、ねじの遊び分のガタツキがある状態から開始する。このため、ねじ同士がある程度噛み合うまでは、ねじ同士が常に安定

して接触しているわけではない。すなわち、油井管ねじの潤滑では、強く当たる場合と殆ど当たらない場合が偏在する。そして、強く当たる際には、潤滑膜にダメージを与える懸念が高い。更に、ねじが噛み合った以降の潤滑では、その場にある潤滑状況の影響を受けて摺動する。

特に、ねじが噛み合うまでの「ガタ」がある状況において、固体潤滑被膜の場合には、ガタツキに由来する偏荷重の影響を直接に受けて、固体潤滑被膜がダメージを受けやすいという課題がある。

[0026] また、実際の井戸においては、締付け締戻し時には、ピンねじの総重量が、ボックスねじに印加されることによる影響がある。また、上述のようにガタがあるので、その荷重も、一様に掛かるのではなくて、ねじが噛み合うまでは、ピンは偏心して回転する傾向がある。このため、固体潤滑被膜は、偏荷重として印加する大荷重に、潤滑が耐えるような膜でなければならない。根こそぎ取れてしまうような膜や、殆どが破壊されてしまって無くなるような膜では対応できない。実際の井戸においては、油井管は、API-5CT規格で言うRange-3かRange-2の長さで使われることが殆どである。前者の規格であれば、12～16m程度で運用されることが多い。例えば、約12m（約40フィート）の長さの油井管は、9-5/8”の外径では、約1t荷重の自重となる。海上リグでは、予め3本連結させておいたピンねじを締付けて使うことが多い。このため、9-5/8”外径の油井管を用いると、約3トンがボックス側に印加されるような過酷な状況になっている。

[0027] 油井管ねじの潤滑では、このような大荷重と偏荷重に耐える潤滑を想定する必要がある。そして、発明者は、種々検討した結果、重要なのは、大荷重の状況において、ねじが噛み合うまでの「ガタ」のある状況において、固体潤滑被膜のダメージをいかに抑えるかという点を考慮して、固体潤滑剤とバインダー樹脂を工夫することにあるとの知見を得た。

一方、過去の文献においては、このような視点に基づく、固体潤滑被膜の設計がなされているとは言い難かった。

ちなみに、上述した一例は、短尺ピンを使っているため大荷重が負荷されておらず、しかも水平型 tong で試験した結果である。よって、実際の井戸条件での適用に近いもので評価する・評価しない以前の状況で問題が発生している。このため、グラファイトだけを固体潤滑剤に使うのは、過去文献に言われているようには決して改善効果を期待することができるものではない、ということを示している。

[0028] また、上述のように、固体潤滑剤が 100%グラファイトから構成されているものは適用できず、固体潤滑剤について検討しなおす必要があり、固体潤滑剤の成分組成の最適化が必要である。また、それに併せて、バインダー樹脂の検討も必要である。

また、油井管ねじの潤滑活用と同時に、防食性の観点を配慮する必要がある。油井管材料は、長い期間では、1～2年程度はヤードに置かれて保管される場合もあるので、雨が降る状況においても、腐食に耐える膜である必要がある。

[0029] 本発明は、上記のような点に着目してなされたもので、固体潤滑剤としてグラファイトを採用しても、油井管ねじに良好な潤滑性と耐食性を付与可能な固体潤滑被膜を提供可能とすることを目的としている。

課題を解決するための手段

[0030] 本開示は、固体潤滑剤の主成分をグラファイトとし、バインダー樹脂の主成分を PEEK 樹脂としてなる、固体潤滑被膜及び薬剤である。そして、油井管ねじ継手の締付け締戻しのような、大荷重が掛かり、かつ、偏荷重も掛かるような厳しい条件に対して、安定した潤滑と耐食性を両立可能な適正範囲を明確化する。これにより、本開示は、実際の井戸の締付け締戻しに耐える潤滑性を確保し、同時に、耐食性を両立させたものである。

[0031] 上述のように、単にグラファイトを固体潤滑剤として固体潤滑被膜を作った場合には、多くの場合、固体潤滑被膜が、締付け締戻し時にダメージを受ける。また、単にグラファイトを用いた場合、剥離したものが、締付け締戻しに連動して、ねじ面に押し付けられる。これによって、2 次的な生成物と

なり、黒テープ状に從來はなっていた。そして、これが、ねじ間の間隙に詰まって焼き付きが頻発する、との知見を得た。

特に、固体潤滑剤としてグラファイト100%の場合、グラファイト由来のテープ状の2次生成物が強固に出来てしまい、それがねじ間隙に詰まって焼き付きの主因になるという、知見を得た。また、特定形状（鱗片状）のグラファイトを主成分としつつも、特定の他の固体潤滑剤を添加することで、グラファイト由来のテープ状の2次生成物が強固に生成されることを阻害できるとの知見を得た。

[0032] 本発明者は、この事実に鑑み、改善改良の条件範囲の検討を行い、グラファイトの最適範囲、かつ、バインダー樹脂の最適範囲、これらの調合比を含め、最適な比率を見出した。例えば、過去文献で言われているような「単なるグラファイトの活用」だけは、焼き付きが頻発する。単にグラファイトを入れるだけでは安定した潤滑は実現しない。潤滑の改善に結びつくためには、グラファイトの最適化、及び、バインダー樹脂をPEEK主体の成分にして硬度制御することが肝要であることに気づいた。

また、上述のように、グラファイトが基づき黒テープ状の2次生成物が強固にできてしまったら、ねじ間隙に詰まって焼き付きに直結する。そのため、グラファイトについては、グラファイトの種別、調合比、粒径を選定して、焼き付き原因になるグラファイト範囲を排除して、選定する必要がある、との知見を得た。

[0033] また、バインダー樹脂の選択も重要である。油井管ねじの潤滑に対して、上述のように、ねじ同士が十分に噛み合うまでは、大荷重や偏荷重が印加される厳しい条件に曝される。その時には、固体潤滑被膜は、ダメージがゼロとは言えず、硬度や接触面から剥離しやすい。そして、上記の黒いテープ状の2次生成物は、締付け締戻し時に剥離されて、ねじ間隙に出てくる。これは、グラファイトとバインダー樹脂に由来するものであるから、上記のグラファイトの規定と、バインダー樹脂にも規制をかけて、黒テープ状の2次生成物を少なくすると共に、グラファイトとバインダー樹脂が剥離されたとし

ても、黒テープ状にするのではなく、粉状～小さめの塊状にして、締付け締戻し時に連動して動いて、特定の個所を閉塞させて焼き付かないようにするように配慮する必要がある、との知見を得た。

[0034] 発明者の検討の結果、以下の範囲が著しく優れることが分かった。固体潤滑剤としてのグラファイトを一定量は確保するものの、固体潤滑剤を100%グラファイトで占めないようにして、別種の固体潤滑剤を混ぜることが重要である。具体的には、グラファイトを50～90%に調整することが重要である。更に、グラファイト自体の選択として、鱗片状を選び、かつ、平均粒径を0.1～10.0 μm の小さいものを選定することが重要である。同時に、バインダー樹脂は、PEEK樹脂を主成分に選び、70%以上として、平均粒径：20 μm 以下のものを選ぶことが重要である。また、グラファイトの重量バランスとして、全被膜成分（＝固体潤滑剤全重量＋バインダー樹脂全重量）に対して、20%以上50%以下の適正範囲に抑え込むことが重要である、ことが分かった。

[0035] これらの規定は、焼き付きの主原因である締付け締戻し工程での、大荷重・偏荷重ベースの負荷条件において、不可避免的に削り取られる（剥離されてくる）、グラファイトとバインダー樹脂をもとに形成される「黒テープ状の2次生成物」を少なくする。かつ、これらの規定は、黒テープ状ではなくて、粉状～小さめの塊状みたいに形状を変えて、締付け締戻しに連動して、追隨して動けるようにして、ある特定個所に溜まってしまって、焼き付きの原因になることを避ける目的がある。同時に、これらの規定は、耐食性についても確保できるように配慮されたものである。

[0036] その他の最適な範囲の条件として、溶剤の調合規定、グラファイト以外の固体潤滑剤の規定、固体潤滑被膜の鉛筆硬度や膜厚、固体潤滑被膜の下地層等も規定を含めて検討したものを含む。そして、この固体潤滑被膜を作るための薬剤、被膜自体、及び、固体潤滑被膜を製膜させた油井管ねじ継手、及び、発明を拡張して、固体潤滑被膜を製膜させた金属材料、製膜方法を含めて、以下のように発明を構築するものである。

[0037] そして、本発明の一態様は、油井管のねじ部に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、バインダー樹脂に対し2種類以上の固体潤滑剤が分散し、上記2種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の50%以上90%以下含み、グラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が10.0 μm 以下であり、更に、上記2種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、BN（窒化ボロン）、マイカ（雲母）、タルク、MCA（メラミンシアヌレート）、 MoS_2 （二硫化モリブデン）、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）、PFA（パーフルオロアルコキシアルカン；四フッ化エチレン・パーフルオロアルコキシエチレン共重合樹脂）、FEP（パーフルオロエチレンプロペンコポリマー；テトラフルオロエチレン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体）から選択した1以上の材料からなる固体潤滑剤を含み、上記バインダー樹脂は、平均粒子径20 μm 以下のPEEK樹脂を主成分とし、そのPEEK樹脂をバインダー樹脂全重量の70%以上含む、ことを要旨とする。

[0038] また、本発明の態様は、固体潤滑被膜を備える潤滑被膜がねじ部の形成された油井管であって、上記固体潤滑被膜は、バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散して構成され、上記2種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の50%以上90%以下含み、グラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が10.0 μm 以下であり、更に、上記2種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、BN（窒化ボロン）、マイカ（雲母）、タルク、MCA（メラミンシアヌレート）、 MoS_2 （二硫化モリブデン）、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）、PFA（パーフルオロアルコキシアルカン；四フッ化エチレン・パーフルオロアルコキシエチレン共重合樹脂）、FEP（パーフルオロエチレンプロペンコポリマー；テトラフルオロエチレン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体）から選択した1以上の材料からなる固体潤滑剤を含み、上記バインダー樹脂は、平均粒子径20 μm 以下のPEEK樹脂を主成分とし、そのPEEK樹脂をバインダー樹脂全重量の70%以上含む、ことを要旨とする。

発明の効果

[0039] 本発明の態様によれば、固体潤滑剤としてグラファイトを採用しても、油井管のねじ部に良好な潤滑性と耐食性を付与可能な固体潤滑被膜を提供することができる。

例えば、本発明の態様によれば、実際の井戸環境で起こりうるような実際の井戸相当条件を考慮した、締付け時の潤滑性能と耐食性を有する油井管ねじ継手が得られる。なお、実際の井戸相当条件とは、ボックスに対し上からピン重量が掛かる、軸心がずれることで斜めに荷重が印加される、一様ではなく局部的に荷重が印加される局面が多い状況などの条件である。

図面の簡単な説明

[0040] [図1]油井管及び油井管ねじ継手を示す図である。

[図2]実際の井戸での締付チャートの図（a）と、その際の初期セット位置を示す図（b）である。

[図3]従来のラボ試験での締付チャートの図（a）と、その際の初期セット位置を示す図（b）である。

[図4]締付チャート模式図であって、（a）が実際の井戸の場合であり、（b）が従来のラボ試験の場合である。

[図5]新たなラボ試験（重錘トング試験）を説明する図である。

[図6]新たなラボ試験（重錘トング試験）における重錘の設置例を示す図である。

[図7]被膜構造を例示する図である。

発明を実施するための形態

[0041] 次に、本発明の実施形態について図面を参照して説明する。

ここで、発明者が検討を重ねたところ、固体潤滑被膜での締付け締戻しは、2つのフェーズに分け、各フェーズで起こって状況を考慮する必要があることを見出した。

[0042] <図2について>

図2（a）は、実際の井戸で発生している締付け時の例である。

図2(a)は、実際の井戸を模擬して、40フィート(≒12m)の実長のピンを使うという条件で、締付試験をした時のトルク・ターン・チャート(締付けチャート)である。実際の油田／ガス田では、十分にねじ同士が噛み合った状態でない状況から締付けが開始されることが多い。この状況に鑑み、図2(a)では、初期セット位置が、図2(b)に示すように、ピンねじが初期締付開始時でのボックスねじからの露出が約半分くらいあった状態から、締付けを開始した例である。なお、ピンとして、9-5/8" 53.5# Q125 JFELION™ねじを採用し、長さが、実井戸を模擬する観点から、約40フィート強のピンを使った。

そして、図2(a)は、ピンの全長をリグの上から吊る形式のクレーンで吊られながら、縦型の tong で締付けされる際のチャートである。

[0043] この図2(a)が、実際の井戸で往々に起こっている状況とみなすことができる。

図2(a)で注目すべきは、連続的にトルクが増えるポイント以前、つまり、図2(a)における回転数が6.3回転以下のフェーズ1では、トルクは原理的には立たないはずである。しかしが、実際には、フェーズ1で、スパイク状のトルクが非規則に頻繁に立ち上げる傾向が見える点である。

これは、ピンねじが、回転しながら、ボックスねじに不規則且つ局部的に、ボックスねじに対し接触していることを示唆する。これが実際の井戸での締付で起こっている状況である。

そして、フェーズ1において、固体潤滑被膜の設計や最適化によっては、固体潤滑被膜が破壊され、剥離されたりすることが、ある程度は避けられないことを意味する。ここで強調したいのは、図2(a)の状態は、意図的に最悪な状態を作ったわけではなく、ごくごく普通に、固体潤滑被膜を付けたサンプルでのトルク・ターン・チャートである。

[0044] <図3について>

一方、図3(a)は、図2と同じ固体潤滑被膜を用い、縦型のパワートングで締付けた場合における、トルク・ターン・チャートである。

図3では、図2と同一外径・肉厚・ねじ種のピンを採用したが、ピンとして約1 m長の短尺ピンを採用したものである。

また、図3(a)は、十分にねじ同士が噛み合った状態から締付を開始したときの、締付け時チャート（トルク・ターン・チャート）である。すなわち、図3(b)のように、ピンねじ山の露出が、初期締付開始時に1～3山程度とした場合の、締付け時チャート（トルク・ターン・チャート）である。

。

[0045] この図3(a)の条件は、従来のラボ試験での締付け時によく使う条件でもあり、手締めでねじが噛むまでセットした事例である。

図3(a)では、図2(a)に比較して、横軸の単位が違う点に注意が必要である。

図3(a)では、ねじが噛み合った状態にまで手締めされた状態から、トングによる締付が開始されるので、図2(a)に見えたような、スパイク状のトルクが見られない。

図3から分かるように、従来のラボ試験では、フェーズ1では、固体潤滑被膜の破壊がされず、ネジ両面が、接触しはじめた領域から締付が起こるということになる。

[0046] <図4について>

図4は、図2(a)及び図3(a)を比較しやすい状態にして図示したものである。

図4(a)が図2の例、図4(b)が図3の例になる。

発明者の検討によれば、実際の井戸での使用を考えると、理想的な固体潤滑被膜は、図4(a)の(x)の領域で、固体潤滑被膜が破壊されないようにすることや、破壊や剥離の懸念を極小化することが好ましい。又は、スパイクが多少立ってもよいが（固体潤滑被膜にダメージがある状況）、膜が壊れたり剥離した固体潤滑被膜由来の2次生成物が、締付け締戻し過程で、ねじ間隙に詰まることなく、逆に、ねじにうまく付着して、潤滑をアシストするように設計することが好ましい。

[0047] ここで、多くの過去の文献は、締付け締戻し試験結果から判断すると、ネジが噛み合ってから潤滑（図4（b）、図3（a））を対象にしているように思料される。ねじ同士が噛み合った以降での潤滑、つまり、固体潤滑被膜そのものの潤滑特性の優劣になっていると思料される。このため、短尺ピンを使い、水平型 tong、縦型 tong を使って、ねじが噛み合う部分まで手締めでセットしてから、締付け締戻ししているものと推定される。なお、締付け締戻し回数まで明記してある特許文献の中には、実際の井戸での締付け、小径サイズなら10回は可能である表記もある。しかし、短尺ピンでの評価でも実井戸での評価でも、ありえる回数に見える。一方で、9-5/8" や 13-3/8" といった大径サイズでは、固体潤滑被膜に基づく締付け締戻しで、締付け締戻し回数が15-20回まで行うことが出来るという表記も散見される。しかし、この回数は、実際の井戸の締付け締戻しで、且つ固体潤滑被膜を使った大径の事例においては、殆どありえない回数である。

[0048] また、大径サイズの油井管ねじの方が、締付トルク値が概して高く、かつ、ボックスねじとピンねじとの遊び（がた）が多い。その分、ねじが十分に噛み合うまでに、固体潤滑被膜が、ある程度、破壊・剥離するのが不可避になる。また、試験の冒頭で、ピンねじを、ボックスねじにセットする段階で、重量が重い分、取扱いが大変で、ピンねじを、ボックスねじに不用意に当ててしまうことも、ある頻度で起こる。これも固体潤滑被膜を破壊、剥離させる原因となる。

そして、本実施形態では、実際の井戸の締付け締戻し状況を見据えた。更に、多くの文献で、潤滑に良好と記載しているグラファイトを使うと、実際には焼き付きが頻発する事実を鑑み、実井戸条件で、グラファイトを使った潤滑の最大活用を図るべく、本開示で検討を行ったものである。

[0049] （構成）

本実施形態は、実際の石油／ガスに使用される油井管ねじにおける、締結面に形成した被膜構造及びその被膜構造を潤滑被膜として有するねじ継手に関する発明である。本実施形態は、ねじ継手の締結面に形成される固体潤滑

被膜を備える潤滑被膜に特徴を有し、ねじ継手のねじ構造自体について特に限定はない。ねじ継手のねじ構造は、公知の若しくは新規のねじ構造を採用すればよい。

[0050] <油井管及び油井管ねじ継手>

油井管は、例えば、図1に示すような、カップリングなどのボックス2や、ピン1からなる。

油井管ねじ継手は、図1に示すように、雌ねじ2aを有するカップリングなどのボックス2と、雄ねじ1aを有するピン1とからなる。そして、ボックス2及びピン1のうちの少なくとも一方の部品における、ねじ部の接触面（締結面10）に、固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成されている。

[0051] <固体潤滑被膜形成用の薬剤>

以下、本実施形態における、固体潤滑被膜形成用の薬剤について説明する。

本実施形態の薬剤は、マトリックス成分としてのバインダー樹脂に対し2種類以上の固体潤滑剤が分散して構成される。

本実施形態では、2種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の50%以上90%以下含む。そのグラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が10.0 μ m以下である。ここで、本実施形態において、形状が鱗片状とは、結晶性が最もよく、黒鉛純度が高いことが好ましいということを指している。

更に、2種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、下記の第1群の固体潤滑剤材料、及び第2群の固体潤滑剤材料から選択した1以上の材料からなる固体潤滑剤を含む。

[0052] [第1群の固体潤滑剤材料]

BN（窒化ボロン）

マイカ（雲母）

タルク

MCA（メラミンシアヌレート）

MoS_2 (二硫化モリブデン)

[0053] [第2群の固体潤滑剤材料]

PTFE (ポリテトラフルオロエチレン)

PFA (パーフルオロアルコキシアルカン; 四フッ化エチレン・パーフルオ
ロアルコキシエチレン共重合樹脂)

FEP (パーフルオロエチレンプロペンコポリマー; テトラフルオロエチレ
ン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体)

[0054] ここで、第1群の固体潤滑剤材料と第2群の固体潤滑剤材料とは、潤滑メ
カニズムが異なる。

第1群の固体潤滑剤材料は、2次元層状化合物が、Z方向には分子間力で
結びついている形態の潤滑剤で、潤滑方向に力が加わると、2次元の強固な
分子構造が滑って潤滑を実現する。第2群の固体潤滑剤材料は、1次元の直
鎖構造の強固な形成された分子が、分子間力で、互いに結びついている潤滑
剤で、潤滑方向に力が加わると、1次元方向の直鎖構造単位ごとに、互いに
滑ることによって潤滑を実現する。

[0055] 第1群の固体潤滑剤材料、及び第2群の固体潤滑剤材料から選択した材料
を混ぜる理由は、次に通りである。グラファイトだけで潤滑剤を組み立てる
と、油井管ねじでの潤滑の場合には、削れた黒鉛と削れたPEEK樹脂とが
一緒になった、2次的な「黒テープ状の2次生成物」を作る。そして、これ
が強固に形成させすぎる場合がある。このため、この「黒テープ状の2次生
成物」が、ねじ山の間隙につまって、焼き付きを引き起こす懸念が高まるお
それがある。このことに鑑み、本実施形態では、グラファイトとは別種の固
体潤滑剤を混ぜることで、この2次生成物の作り込みを少なくさせて、高潤
滑を維持しながら、焼き付きリスクを下げる。

[0056] ここで、他の固体潤滑剤として、少なくともPTFEを含むことが好まし
い。この理由は、黒鉛とは違うメカニズムに基づく固体潤滑種であると同時に、
PTFEそのものが高潤滑を期待できる固体潤滑剤であるためである。

また、他の固体潤滑剤の平均粒子径が、 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上 $5\ \mu\text{m}$ 以下の範囲

にあることが好ましい。

また、本実施形態では、バインダー樹脂は、平均粒子径 $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下の PEEK 樹脂を主成分とし、その PEEK 樹脂をバインダー樹脂全重量の 70% 以上含む。

固体潤滑剤の全重量は、上記バインダー樹脂の全重量の 0.1 倍以上 2 倍以下であることが好ましい。

[0057] 固体潤滑剤としてのグラファイトの含有量は、固体潤滑剤の全重量とバインダー樹脂の全重量との和の重量の、20% 以上 50% 以下であることが好ましい。

薬剤は、被膜に残存しない乾燥性と液粘度を調整するための溶剤を含有する。溶剤の重量比は、固体潤滑剤の全重量とバインダー樹脂の全重量の和の重量に対し、30% 以上 80% 含有することが好ましい。

[0058] <油井管ねじの被膜構造>

以下、本実施形態における、油井管ねじの被膜構造について説明する。

ボックス及びピンのうちの少なくとも一方の部品のねじ部の締結面に、固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成されている。

固体潤滑被膜は、マトリックス成分としてのバインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散して構成される。

本実施形態では、2 種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の 50% 以上 90% 以下含む。そのグラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が $10.0\text{ }\mu\text{m}$ 以下である。ここで、本実施形態において、形状が鱗片状とは、結晶性が最もよく、黒鉛純度が高いことが好ましいということを指している。

[0059] 更に、2 種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、上記の第 1 群の固体潤滑剤材料、及び第 2 群の固体潤滑剤材料から選択した 1 以上の材料からなる固体潤滑剤を含む。

ここで、他の固体潤滑剤として、少なくとも PTFE を含むことが好ましい。

また、他の固体潤滑剤の平均粒子径が、 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上 $5\ \mu\text{m}$ 以下の範囲にあることが好ましい。

また、本実施形態では、バインダー樹脂は、平均粒子径 $20\ \mu\text{m}$ 以下のPEEK樹脂を主成分とし、そのPEEK樹脂をバインダー樹脂全重量の70%以上含む。

固体潤滑剤の全重量は、上記バインダー樹脂の全重量の0.1倍以上2倍以下であることが好ましい。

[0060] 固体潤滑剤としてのグラファイトの含有量は、固体潤滑剤の全重量とバインダー樹脂の全重量との和の重量の、20%以上50%以下であることが好ましい。

固体潤滑被膜は、例えば、ねじ部のねじ山を含み、それに隣接する領域まで形成されている。

固体潤滑被膜は、硬度が、鉛筆硬度で3H以上であることが好ましい。

固体潤滑被膜は、例えば、膜厚が、 $10\ \mu\text{m}$ 以上 $150\ \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

[0061] ボックスとピンの材料が炭素鋼若しくは低合金鋼である場合、潤滑被膜は、ねじ部の締結面と固体潤滑被膜10Aとの間に、下地層10Bを有してもよい（図7参照）。下地層10Bは、例えば、電気めっき膜又は化成処理膜からなる。

ボックスとピンの材料が、ステンレス鋼材、Ni基合金、又はTi合金である場合、潤滑被膜は、ねじ部の締結面と上記固体潤滑被膜との間に、下地層10Bを有してもよい。下地層10Bは、例えば、電気めっき膜からなる。

また、ボックス及び上記ピンのうちの一方の部品のねじ部の締結面に、固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成されると共に、ボックス及び上記ピンのうちの他方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜よりも軟質の膜が形成される、構造の油井管ねじ継手であっても良い。軟質の膜も固体潤滑被膜が好ましい。

[0062] <黒いテープ状の2次生成物について>

上述の通り、グラファイトを固体潤滑剤に選択した際に、往々にして「黒いテープ状の2次生成物」の発生が見られる。

油井管ねじの潤滑分野において、グラファイトを固体潤滑剤として主成分に使う場合に、焼き付きの主原因になるのは、「黒テープ状の2次生成物」である。「黒テープ状の2次生成物」は、締付け締戻し工程で、不可避免的に削り取られる固体樹脂被膜成分（固体潤滑剤＋バインダー樹脂成分）が元になって、2次的に形成される。これが、ねじ山同士の僅かな隙間に、詰まってしまうと、焼き付きの原因になることが分かった。ねじ構造の潤滑の場合には、ねじ構造が原因で、金属同士が、完全に密着する。正確には非常に薄い隙間はある）状況から、僅かな隙間がある状況まで発生するが、いずれにせよ、ねじ同士の接触対面に空隙がある。ねじを締付け締戻しした場合には、ねじの動きに連動して、潤滑剤がスムーズに滞りなく動くことが、低摩擦、つまり高潤滑を保つ基本にある。

[0063] 固体潤滑被膜でない潤滑被膜の場合の例でも、同じメカニズムである。例えば、汎用的なグリース状のコンパウンドであれば、油切れしないように、締付ける前に一様に塗ると同時に、ねじの締付け締戻しに連動して、コンパウンドが追随して動いていくことがキーになる。このコンパウンドであっても、ねじ隙間の一か所に詰まると焼き付きの原因になる。ただ、コンパウンドは、粘性液体的であり、この隙間を沿って動きやすい傾向がある。一方、グラファイトを固体潤滑剤の主成分として使う場合、グラファイトは、板状の層状物質であり、層同士が分子間力で弱く結合している。このため、グラファイトは、大きな力のある方向から受けると層状に剥離して、その場その場では、低摩擦（＝高潤滑）を実現する。上述のように、グラファイトは、その物理構造から板状構造は強固である分、どうしても、グラファイト同士がつながって、テープ状になりやすい。更に、バインダー樹脂を構成する有機樹脂が一種の糊的に働き、まさに、ねじ山・ねじ谷を埋め尽くすように、強固で、かつ、厚めの黒テープが形成する傾向が高い。したがって、固体潤滑

滑被膜は、ねじの締付け締戻しの際に、ある程度までは、不可避免的に、自らが削り取られることは避けられない。これらの剥離したもの（滓）が、上述のように黒テープ状の２次生成物を作る。しかも、層状での積み重なりは分子間力レベルなので弱く、締付け締戻し時に掛かる荷重で、滑りやすい方向に動くが、２次元平面の板状構造自体は、きわめて強固で、締付け締戻し時に掛かる荷重レベルでは、あまり破壊されない。ゆえに、黒テープ状２次生成物はどんどん厚みを増すだけになり、締付け締戻しに連動して、動くような可動性はない。また、実際のところ、ねじの締付け締戻しは、均質的に実施できず、左右対称でもない。締付初期や締戻し末期では、ある程度は、偏心して実施されるのが殆どである。よって、グラファイトを使う固体潤滑では、グラファイト由来の黒テープ状の物体を作らない、作られたとしても少なくするような方策、又は、強固なテープ状ではなく、千切れやすく、又は粉状的な形状にして、締付け締戻しに連動しやすくすることが重要になる。

[0064] 本実施形態では、これを実現するために検討して、各材料の規定を設定した。

以下、更に各材料の規定について説明する。

[0065] <固体潤滑剤の主成分>

上述の通り、本実施形態では、グラファイトを主成分としつつも、２種類以上の固体潤滑剤を用いる。

すなわち、２種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の５０％以上９０％以下含む。そのグラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が１０．０μm以下である。

更に、２種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、上記の第１群の固体潤滑剤材料、及び第２群の固体潤滑剤材料から選択した１以上の材料からなる固体潤滑剤を含む。

[0066] 本実施形態では、高潤滑物質と言われる、グラファイトを活用して、油井管ねじの潤滑分野での改善、及び、その応用分野を対象とする。他分野では

多くの適用事例がある。しかし、油井管ねじの潤滑分野やそれに類似する分野において、過去文献にあるように、固体潤滑剤をグラファイトだけを選定して実施すると、焼き付きが頻発する。

これに対し、本実施形態では、上述のグラファイト由来の「黒テープ状の2次生成物」を避ける、つまり、作らないか、作られたとしてもその量を少なくするという観点から、それぞれの固体潤滑剤の上下限を設定した。また、強固なテープ状ではなくて、分断・裁断化したものをするという観点から、それぞれの固体潤滑剤の上下限を設定した。

[0067] 固体潤滑剤を占める物質として、グラファイトの下限を50%としたのは、グラファイトによる潤滑改善効果を得るために必要な最低量として設定したものである。それ未満の場合には、潤滑の改善が見られないか薄いためである。

上限を90%としたのは、それを超えると、グラファイト由来のテープ状の2次生成物がねじの間隙に詰まって焼き付く懸念が高くなるからである。

ここで、本開示で重要な点は、固体潤滑剤の主成分としてグラファイトを使用しつつも、グラファイト由来のテープ状の2次生成物の性質を、壊れやすくすることである。また、太く強固なテープ状のものが作られないようにすることである。出来るだけ、短く分断したテープ状の2次生成物か、粉状の状態で生成されるようにすることが、固体潤滑剤の主成分としてグラファイトを使用した場合における、潤滑改善での重要な点となる。

[0068] そのために、本開示では、グラファイトに対し別種の固体潤滑剤を混ぜて、固体潤滑被膜を形成させることを特徴の一つとしている。グラファイト以外の固体潤滑剤であれば、層状固体潤滑剤の MoS_2 、 BN 等を副成分として混ぜても、強固な（長い）テープ状2次生成物の性質を変えて、テープ状の長さを短くしたり、粉状にしたりすることができる。この結果、ピンねじとボックスねじの間隙に、グラファイト由来の2次生成物が詰まって焼き付きことが回避できる。特に、別種の固体潤滑剤として、層状固体潤滑剤ではない種類の固体潤滑剤、例えば、 PTFE を混ぜることで、2次生成物の性質

を、粉状や、破壊されやすいテープ状にすることができる。

[0069] 本実施形態では、グラファイトの種別として、鱗片状を選択した。土状黒鉛や、膨張化黒鉛等の天然黒鉛ベースの黒鉛や、人造黒鉛を選ばなかった。鱗片状を選択した理由は、黒鉛化が最も進んでいて、つまり、2次元層構造のカーボンのネットワーク化と、その層が、分子間力で結びついた形態になってことから、潤滑について有利であるためである。

グラファイトの粒径を0.1～10.0 μm の粒径の黒鉛を選定した。グラファイトの潤滑を有効活用するためには、10 μm を超えるサイズであると、黒鉛自体が大きすぎて、それ自体が、焼き付きのもとになってしまうからである。下限は特にないが、黒鉛の最小サイズまで包含する。例えば、下限は0.1 μm と思われる。

[0070] <固体潤滑剤の副次成分について>

固体潤滑被膜の固体潤滑剤の主成分は、固体潤滑剤の50%以上90%以下を占めるグラファイトであり、バインダー樹脂の主成分がPEEK樹脂である。

本実施形態では、固体潤滑剤とは、広義の固体潤滑剤として、バインダー樹脂成分以外の添加物を含めて、固体潤滑剤とする。

副次的に混じる固体潤滑成分は、第1群の固体潤滑剤材料、及び第2群の固体潤滑剤材料から選択した1種類以上の材料からなる固体潤滑剤である。

[0071] ここで、黒鉛は、2次元面に強固な構造を持って、それらが分子間力で層状に弱く結合した状態であり、力が加わると、2次元の強固な分子構造を保ったまま、積層したトランプカードの山が滑るがごとく滑ることで、潤滑を維持する。無作為に黒鉛を使った場合には、往々にして、「黒テープ状の2次生成物」を作り、ねじ間隙で目詰まりして、焼き付きを起こす。黒鉛の最適化、及び、PEEK樹脂の最適化を通して、それを避ける必要がある。そのような観点から、本開示の主構造に沿って、副次成分の選定することが好ましい。

[0072] すなわち、黒鉛と同じメカニズムに基づくような、2次元面の滑りを使っ

た潤滑剤よりも、副次的に混じる固体潤滑成分は、長鎖状の分子鎖が互いに力が掛けられた方向に滑るメカニズムの潤滑添加剤の方が好ましい。

そのような観点からは、副次的に混じる固体潤滑成分は、例えばPTFEを使うことがこの好ましい。このときの好適条件として規定し、平均粒径を0.1～5 μm が良好として規定する。5 μm 超では、PTFE自体が絡まって、潤滑の改善効果が少ない。0.1 μm 未満では、今回のようなグラファイトが主体な成分の中に副次成分として含有させた時には、PTFEの潤滑の効果が埋没して、特に優れた潤滑を示すようには見えない。

他の副次的に混じる固体潤滑成分についても、例えば平均粒径は0.1～5 μm が好ましい。

[0073] そのほか、PFA、FEPも同じメカニズムに沿ったものの例になる。これらは、PTFEの分子構造に側鎖がついた構造であり、分子鎖同士が滑ることに基づき、潤滑性の実現を図るものである。ただし、側鎖がある分、PTFEの方が、1段、優れた特長を持っているので、好適範囲に選定した。

また、副次的に混じる固体潤滑成分は、膜質を硬くすることで、潤滑を改善させるという観点からも選定可能である。グラスファイバー粉末や、カーボンファイバー粉末を含め、添加することも本開示に含まれるものとする。

[0074] <バインダー樹脂の主成分、及び、バインダー樹脂の副次成分>

バインダー樹脂は、1種類若しくは2種類以上の樹脂成分からなる。本実施形態のバインダー樹脂は、平均粒子径20 μm 以下のPEEK樹脂を主成分とする。そのPEEK樹脂を、バインダー樹脂全重量の70%以上100%以下含む。

油井管ねじの潤滑分野において、グラファイトを固体潤滑剤として主成分に使う場合に、焼き付きの主原因になるのは、締付け締戻し工程において、不可避免的に削り取られる固体樹脂被膜成分（固体潤滑剤＋バインダー樹脂成分）がもとになって、2次的に形成される「黒テープ状の2次生成物」である。

[0075] PEEK樹脂をバインダー樹脂全重量の70%以上と規定したのは、油井

管ねじ潤滑において、固体潤滑被膜自体を硬くすることである。すなわち、被膜から削り取られる量を少なくして、「黒テープ状の2次生成物」の元である、黒鉛とバインダー樹脂成分を少なくするためである。

被膜が硬い場合には、剥離・削られ量が少なくなるので好ましい。ただし、単に硬い樹脂を選定するのではなくて、グラファイトとの調合が問題なくできるという点と、膜質の硬さの観点とから、バインダー樹脂の主成分としてPEEK樹脂（ポリエーテルエーテルケトン）を選定する。これによって、単に硬い樹脂となることが回避される。

ここで、硬い樹脂としては、例えば、ポリエーテルイミド（PEI）、ポリフェニレンサルファイド（PPS）、ポリアミドイミド（PAI）、ポリベンゾイミダゾール（PBI）、フェノール樹脂（PF）等がある。しかし、これらは、単に硬い樹脂となって、使用できない。

[0076] 例えば、ポリエーテルイミド（PEI）では、非晶性樹脂であることもあり、耐摩耗性が悪い。このため、ねじの締付け締戻し工程にて、固体潤滑被膜が削り取られる傾向がある。ポリフェニレンサルファイド（PPS）は、靱性が悪く、使用温度によっては使い勝手が悪く、焼き付きを助長してしまう。ポリアミドイミド（PAI）では、PTFEを主成分にグラファイトを第2成分として混ぜる分には特段問題ないが、グラファイトを主成分としたときには、「黒テープ状の2次生成物」が、ねじ間隙に詰まって焼き付きことが避けられない。ポリベンゾイミダゾール（PBI）は、硬すぎて、潤滑用途自体には不向きである。石油・ガス分野では、Sを含んだもの、例えば、インヒビタ、殺バクテリア剤、 MoS_2 を含めて、最終的には微生物腐食を通して、 H_2S 発生の原因物質になるという懸念が常に指摘されている。そのため、ポリフェニレンサルファイド（PPS）は、適用不可である。油井管ねじ潤滑において、発熱は、ある程度は避けられない。フェノール樹脂（PF）は耐熱温度が150℃くらいであるので、耐熱性が低くNGである。

ただし、これらは、PEEK樹脂が70%以上の主成分を占める本開示において、副次的に混ぜて使うことについては、特に問題はない。

[0077] PEEK樹脂の粒径は、 $20\mu\text{m}$ 以下であること必要である。グラファイトと同様に、PEEK樹脂の粒径があまりに大きい粒径の場合、それ自体が焼き付きのもとになるからである。油井管ねじの締付け締戻し時には、大荷重を押し付けられ、かつ、ねじ山同士が狭い間隙からほぼ密着までの環境で、摺動される状況にある。バインダー樹脂も固体潤滑剤も共に押しつぶされて、当初の大きさを保っていない。しかし、当初のサイズで $20\mu\text{m}$ であると、焼き付きの一因になる公算が高い。よって、PEEK樹脂の平均粒径の最大サイズを $20\mu\text{m}$ 以下として規定した。

[0078] <固体潤滑剤とバインダー樹脂の調合比、及びグラファイトの調合割合>
被膜の状態で、固体潤滑剤の含有重量が、バインダー樹脂重量の0.1倍以上2倍以下とする。また、グラファイトの重量分率を、20%以上50%以下とする。この規定も、上述してきた「黒テープ状の2次生成物」を極小化しつつ、かつ、グラファイトの固体潤滑効果を有効活用することからに規定された。

グラファイト主体の固体潤滑剤について、全固体潤滑剤の重量が、バインダー樹脂重量の0.1～2.0倍に調合するのは、次の理由である。

下限を0.1倍に規定したのは、それ未満であると、「黒テープ状の2次生成物」が出にくくなり問題のない範囲になるが、固体潤滑剤そのものが少なく、潤滑効果が保てないからである。上限を2.0倍としたのは、それを超えると、「黒テープ状の2次生成物」が必要以上にできて、焼き付きが頻発するからである。

[0079] また、PEEK樹脂とグラファイトを選択した理由は、ともに、撥水性であることも理由である。本実施形態では、潤滑性ととも、油井管ねじがプロテクタをつけた状態で、1～2年間程度は、屋外に暴露されて、使用されるまで放置されることがあることを前提にした耐食性が要求される商品であることが多い。よって、副次的に含有される成分が入ってきたところで、PEEK樹脂とグラファイトの撥水性によって、防食性を保つことも併せて意図している。また、硬い膜は、微小なクラックも少なくできるので、潤滑性

の維持とともに、防食性を実現することができる。

[0080] <薬剤の組成>

薬剤は、溶剤を、被膜に残存しない乾燥性と液粘度を調整するために含有している。その溶剤の成分重量比が、固体潤滑剤成分重量とバインダー樹脂成分重量の和に対して、30～80%であると良い。

固体潤滑被膜を構成する成分は、溶剤に溶けた状態で準備される。薬剤は、塗布され、溶剤を揮発、焼成、又は、遠赤外や紫外線等の照射をすることで乾燥して、製膜される。

本開示においては、溶剤成分重量比を、固体潤滑剤成分重量とバインダー樹脂成分重量の和に対して、30～80%にした。溶剤の材料は、特に限定しない。極性溶剤でも、非極性溶剤でもよい。

[0081] PEEK樹脂は、350℃を超えて焼成する必要があるため、これらの溶剤は、その温度域までに揮発・蒸発する必要がある。溶剤成分を80%と少なく調合したのは、液粘度を調整したときに、黒鉛が溶剤中で浮きやすいためである。また、固体潤滑被膜にしたときに、黒鉛が表面側に偏ることを避けるためである。そのため、上限を80%に規定した。

下限を30%にしたのは、30%未満の場合、薬剤の液粘性が高くて、うまく塗布できないことを避けるために規定した。

[0082] 極性溶媒としては、DMF（N，N-ジメチルホルムアミド）、NMP（N-メチル-2-ピロリドン）、DMSO（ジメチルスルホキシド）、メタノール、エタノール等が例示できる。また、非極性溶媒では、n-ヘキサン、トルエン、キシレ、ジオキサン、THF（テトラヒドロフラン）等を例示できる。

有機溶剤としては、ケトン系として、MEK（メチルエチルケトン）、MIBK（メチルイソブチルケトン）、エステル系として、酢酸エチル、酢酸ブチル、アルコール系として、メタノール、エタノール、IPA（イソプロピルアルコール）を例示できる。

そして、溶剤が揮発、焼成、又は、遠赤外や紫外線等の照射することによ

り、製膜される。溶剤が飛んで、製膜されることによって、潤滑と同時に、耐食性も両立することができる。

[0083] <固体潤滑被膜になった状態での特性について>

本実施形態の薬剤を塗布し、溶剤成分を飛ばして、固体潤滑被膜を形成することで、固体潤滑被膜を潤滑性と防食性を両立する膜として活用する。

本開示の発想や組立て自体は、油井管ねじの固体潤滑被膜の潤滑を達成することに立脚している。

図2～4を用いて示したように、油井管ねじの締付け締戻し時に、特に、締付け初期と締戻し末期に、ねじ同士が噛み合うまでのガタツキによって、固体潤滑被膜がダメージを受ける。それに加えて、グラファイトを固体潤滑剤の主成分においたときに、往々にして出現する「黒テープ状の2次生成物」が出現する。これらの影響を減じることに対する手段として、本開示は、最適範囲を規定したものである。

しかし、この考え方は、油井管ねじの潤滑にとどまらず、広く、潤滑の改善に活用できるものである。よって、広く金属材料に形成される固体潤滑被膜まで拡張して適用することを想定する。

[0084] <膜硬度、膜厚の好適な範囲>

形成された被膜は、それぞれ、鉛筆硬度で3H以上が好ましく、膜厚は10 μ m以上150 μ m以下が好ましい。被膜の硬度について上限はなく、硬いほど良い。

膜が硬い場合には、往々にして出現する「黒テープ状の2次生成物」を、少なくできる。鉛筆硬度で3H以上の硬さの膜であれば、その効果が高く、結果として、締付け締戻し回数が目標レベルを超えるものになる。

ここで、PEEK樹脂単体で、おおよそ3H～5H程度の鉛筆硬度があるので、固体潤滑成分の添加で硬度を下げないようにする。また、上述したように、PEEK樹脂の硬度を積極的高くするために、ガラスファイバー、カーボンファイバーを添加してもよい。

[0085] 膜厚については、潤滑及び防食性を維持するためには、膜厚が10 μ mは

最低限製膜する必要がある。膜厚の上限は、油井管ねじの種類、デザインによって、ボックスねじとピンねじの空隙が異なる。このため、一概には言いにくい、 $150\mu\text{m}$ を上限にした。多くの油井管ねじは、ねじ山同士の空隙が $100\mu\text{m}\sim 150\mu\text{m}$ を上限に設計されているので、 $150\mu\text{m}$ を上限規定とした。より好ましくは、膜厚は $10\sim 50\mu\text{m}$ が好ましい。

[0086] ここで、雄ネジ、雌ネジの山と谷の空隙は、上述のように $100\sim 150\mu\text{m}$ のものがあるかもしれない。しかし、雄ネジ、雌ネジのスタビング・フランク間の空隙、及び、ロードフランク間の空隙は、締める時と緩める時で変わる。空隙が狭くなるときは、ほぼ密着という形態になる。よって、膜厚は、 $10\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ が好ましい範囲である。締付け締戻す時に、バインダー樹脂が削れるという実態がある。また、室温で塗った膜厚は、実際には、押し潰されて、薄い膜になる実態がある。このため、想定している空隙以上の大きさであっても、問題は起きない。

[0087] なお、上述の固体潤滑被膜の鉛筆硬度は、JIS K 5600-5-4 (1999)で規定した方法で測定するものとする。この規格は、「ISO/DIS 15184, Paints and varnishes - Determination of film hardness by pencil test」規格を翻訳したものであることが、JIS規格に明記がある。しかし、鉛筆硬度の試験方法自体は、JIS規格での規定に基づき評価した。また、膜硬度を、鉛筆硬度で評価した理由は、鉛筆での「ひっかき」評価である。油井管ねじの雄ネジと雌ネジで、固体潤滑被膜が剥離する挙動に似た、「ひっかき」に起因する膜硬度評価方法ゆえである。塗膜等で使われることがある、押し込みに起因する膜硬度測定方法、ロックウェル、ビッカース、ショア、ヌーブは、塗膜が薄く、かつ、下地に影響を受けるので、本開示では鉛筆硬度を使った。

[0088] <固体潤滑被膜下にある、下地層について>

金属材料若しくは油井管が、炭素鋼若しくは低合金鋼の場合には、金属材料若しくは油井管と固体潤滑被膜との間に、電気めっき膜又は化成処理膜が

らなる下地層が存在することが好ましい。

ここで、金属材料若しくは油井管が、ステンレス鋼材、Ni基合金、又はTi合金の場合には、下地層として電気めっき膜が存在することが好ましい。これは、固体潤滑被膜の密着性を高めるためである。

[0089] <固体潤滑被膜の製造方法>

製膜したい厚みを一気に塗布して焼成等で膜化することは可能ではある。

ただし、好ましくは、複数回に分けて製膜する方法である。更に、成膜する度に本焼成するよりも、次のようにした方が好ましい。

すなわち、一度に成膜する固体潤滑被膜厚を $50\mu\text{m}$ 以下として、成膜と成膜との間に、毎回か、2回に1回程度で、仮乾燥工程をはさみつつ、複数回成膜を繰り返して、 $50\mu\text{m}$ 以下の被膜を重ねて成膜する。そして、最終的な製膜では仮乾燥をやめて、本乾燥工程で乾燥する。本乾燥工程として、焼成、又は赤外線照射、紫外線照射、熱風他の乾燥手段、又は、大気放置、自然乾燥等の手段を採用する。

形成させる固体潤滑被膜につき、最終的な合計膜厚を $10\sim 150\mu\text{m}$ に調整することが好ましい。

本実施形態では、黒鉛を主体とする固体潤滑剤と、PEEK樹脂を主体とするバインダー樹脂を、溶剤に溶かした薬剤を用いて製膜する。

[0090] 本実施形態の薬剤は、溶剤に対して膜成分が多く、粘性が高い薬剤になっている。そのため、一度に目的の膜厚に製膜すると、油井管ねじ構造に沿って、表面張力の影響で、ねじ山にあるコーナー部では、液が引っ張られて厚みが少なめになり、ねじ谷にあるコーナー部では、液が溜まる傾向が高い。よって、複数回に分けて成膜して焼成した方がよい。ただし、本焼成を複数回すると、膜間の密着性が、ややもすると、弱く層間で剥離しやすい傾向がある。このため、溶剤の成分の一部を飛ばす状態で仮焼成を行う。そして、再度、塗布して、仮焼成しての作業を繰り返す。このように、必要な膜厚まで仮焼成でつなぎながら製膜してから本焼成した方がよい。膜質の一様性、かつ、膜厚の一様性には有効に機能するゆえである。仮乾燥工程は、溶剤

の一部（例えば30%～70%）を飛ばすだけの乾燥を指す。

また、防食性の観点では、複数回製膜の方が、ピンホールが膜全体を貫くようには形成されにくいので、この点でも効果を有する。

[0091] <固体潤滑被膜が形成される面>

本実施形態の固体潤滑被膜は、油井管ねじにおいて、カップリング側（雌ネジ側）かピン側（雄ネジ側）のいずれか一方、又は、両方に上記固体潤滑被膜が形成されて使われる。

若しくは、本実施形態の固体潤滑被膜が、カップリング側（雌ネジ側）かピン側（雄ネジ側）のいずれか一方に形成され、もう一方の締結面には、上記固体潤滑被膜とは別種の、より軟質の膜が形成されて使われることが好ましい。

後者の場合には、本実施形態の固体潤滑被膜が形成されていない側に形成される別種の軟質の膜硬度が、鉛筆硬度で4B以下であることが一層好ましい。後者は、更に一層、潤滑特性を向上させる方法である。

[0092] 潤滑特性のよい膜同士を対向させて潤滑を実現するよりも、片方の硬度を、本開示の膜よりも軟質にして対向させた方が、より一層、潤滑特性の改良が期待できる。

後者の場合、ねじが噛み合うまでのガタツキのある状況での締付け締戻し時（フェーズ1：図4の（x）の領域）に、スパイク状のトルクがたつ状況において、軟質被膜は自らが変形し、面圧を低下させることを期待できる。また、グラファイトとPEEKが主体である本開示の硬質被膜で、ねじの締付け締戻し全域での高潤滑を期待できる。

膜硬度が鉛筆硬度で4B以下の軟質の膜は、例えば次のような膜を採用すれば良い。

[0093] <軟質の膜>

本開示では、軟質の膜を固体潤滑被膜とする。軟質の膜が、グリース状コンパウンドや、それに類するような液体状、半固体状、又は、粘弾性を持った膜は対象としない。つまり、本開示では、手で触ると取れてしまうような

軟質の膜は除外する。

また、鉛筆硬度 4 B 以下の軟質の膜（4 B、5 B、6 B、・・・の意味）は、例えば、有機、無機を含めてバインダー樹脂から構成する。又は、軟質の膜は、乾燥したアルカリ石鹼層（ボンデリユーベ膜の最上層）等から構成すればよい。

[0094] 軟質な膜を樹脂系の膜で作る場合には、例えば、エポキシ樹脂、アクリレート樹脂、ポリエステル樹脂、ポリエーテル樹脂、ポリカーボネート樹脂、フッ素樹脂、水系アクリル樹脂等、どんな種類の樹脂からなる膜でもよい。ただし、軟質の膜硬度となるようにするためには、これらの樹脂が硬くならないように、架橋点の間隔を広くする、また、3 次元的な複雑に架橋点を持たないように膜設計をすると良い。また、単純な架橋構造の方が、3 次元的に複雑な架橋点を持つものよりも、軟質な膜にすることができる。別のパラメータで説明すると、軟質な膜を構成するモノマーそれぞれが、官能基の数やエポキシ基の数が少ないものを選ぶことが好ましい。すなわち、官能基当量、エポキシ当量が大きいものを選定するとよい。なお、エポキシ当量とは、それぞれのモノマーの分子量を、そのモノマー中の架橋反応に寄与する官能基数で割った数値である。つまり、架橋点を少なくことと同義である。また、膜質を硬くするような添加物、例えば、炭素繊維や、ガラス繊維を含有しないことが好ましい。あるいは、固体潤滑剤を多めに含有させて軟質化する方法がある。

[0095] なお、軟質の膜の硬さの下限は、特に規定しないが、鉛筆硬度の規格で 6 B までを測定する下限として定義していることから、「 $\leq 6 B$ （測定できないという意味）」までを対象とする。しかしながら、液体状、半固体状、粘弾性状を除外して、固体潤滑被膜と認識される膜のレベルであれば、鉛筆硬度で 8 B を下限値としても良い。すなわち、あえて鉛筆 7 B ～ 10 B までの鉛筆を使って測定した場合には、鉛筆硬度の規格外であるが、8 B くらいが下限として規定できる。

[0096] <潤滑特性の評価方法>

本実施形態は、実際の井戸で起こりうる環境に耐えうる潤滑特性を実現する観点から、各材料について規定したものである。また、上下限を規定するに際しては、実際の井戸での締付け締戻し条件に即した条件で確認（試験）を行い、決めたものである。

通常のラボ試験で行うような、短尺ピンを使った水平型及び縦型パワートングによる方法では、締付け締戻し条件が現実の井戸条件に沿っておらず、固体潤滑被膜の場合には、緩い評価条件になってしまう。このため、通常のラボ試験で評価して、各材料の上下限の規定を説明しても意味がない。よほどの条件でない限り、締付け締戻し回数が合格に判定されてしまう。本開示では、実際の井戸での状況を模擬可能な新たなラボ試験を考案し、その新たなラボ試験にて実際の井戸で沿った条件で評価した。新たなラボ試験を重錘トング試験とも呼ぶ。

[0097] <実際の井戸試験条件を模擬する試験方法（新たなラボ試験（重錘トング試験）について>

本実施形態では、図2～4を使って説明したように、油井管ねじの潤滑で起こる現象を、ねじが噛み合う前（フェーズ1：図4の（x）の領域）と後ろ（フェーズ2：図4の（y）、（z）の領域）の2段階に分けて考えた。そして、最初（フェーズ1）の段階での締付け締戻し（潤滑）を踏まえた上で、2段階目（フェーズ2）の潤滑を含めて、ねじ潤滑を総合的に評価する方法を考えた。

この評価をしておかないと、ラボ試験の評価ではOKであるのに、実際の井戸でトラブルが頻発することが大いに起こりうる。実際の井戸では、ねじ同士が噛み合うまでに、大荷重と偏荷重が掛かるために、固体潤滑被膜がダメージを受けたり、剥離したり、酷い場合には、根こそぎ剥離してしまう場合もある。それを踏まえた上で、本実施形態のパラメータの好適範囲の上下限を選抜した。

[0098] 上述のように、固体潤滑被膜の場合には、ねじが噛み合うまでの締付等で被膜にダメージが避けられない。そして、剥離したものをベースにして、2

二次的な生成物ができる。これが、ねじ間隙に詰まってしまうと、焼き付きが発生してしまう。そのため、実際の井戸に即した条件で潤滑評価をしないと、実際には不合格のレベルの固体潤滑被膜のものまで、誤って合格として判定してしまう懸念がある。このような甘い評価に基づく場合、固体潤滑被膜に関わるパラメータの上下限の制限や、好適範囲の選定は意味がなくなってしまう。

つまり、固体潤滑被膜のダメージや剥離を前提にして、それらがベースとなって作り出す二次的な生成物、つまり再構成される「二次的な生成物」が、潤滑に影響を与えるかどうかまで配慮しないと、正確な固体潤滑被膜になりえない。本実施形態では、このような知見を加味した新たなラボ試験による評価を実行する。

[0099] なお、短尺ピンを使った水平型のパワートングでの評価や、短尺ピンを使った縦型のパワートングで従来の評価（従来のラボ試験による評価）に頼ってしまうと、固体潤滑被膜の評価においては、意味がないということになる。過去の特許文献では、固体潤滑被膜に基づく潤滑試験において、 $9-5/8"$ や $13-3/8"$ といった大径サイズにおいても、締付け締戻し回数が $15-20$ 回まで行けるという表記も散見される。この表記は、グリース状コンパウンドと比べて若干潤滑を劣る程度の結果となっているが、固体潤滑被膜において、その回数の締付け締戻しは、実質的にありえない。これらは、従来のラボ試験でよく見られる、短尺ピンを使って水平型か縦型のパワートングでの評価によるものと思われる。実際の井戸の締付け締戻しで、固体潤滑被膜を使った大径の事例においては、 $15\sim20$ 回レベルものは滅多にありえない。

[0100] 本実施形態では、上記の新たなラボ試験の条件に基づき、図5に示す装置構成によって試験を行った。

新たなラボ試験では、締付け時の大荷重負荷と、締付け締戻しの時の偏荷重条件を実現可能な条件で、評価することを基本とする。例えば、実寸ピン相当の大荷重を負荷し、ねじが締まっていく工程の場合には、ねじ同士が噛

みあうまでのガタツキを考慮した。また、ねじが緩まる工程の場合には、ねじ同士の噛み合いがはずれてガタツキが生じる点を反映させた。

[0101] 新たなラボ試験では、縦型のパワートング4を使う。また、試験用のピンとして短尺ピン1を採用する。ただし、そのピン1の上部に重錘3による荷重の負荷、及びその荷重の除荷を可能とする。

そして、短尺ピン1のねじとボックス2のねじが、ピンねじ部1aとボックスねじ部2aで締付けられる。

その際に、ねじ山が噛み合わない状況を模擬するために、初期の仮締付位置を、ピンねじ山1aが、ボックス2から、ねじ山総数の半分以上が露出してみえているようにセットする（図2（b）参照）。これがガタツキの起因のひとつとなる。その状態から締付けを開始する。

[0102] 締付けの際には、ピン1における、ボックス2の締付ねじとは反対側の端部に、重錘3を取り付けておく。

重錘3の重量は、実寸ピンの1本～3本に相当する荷重として、ピンの外径・肉厚の実寸ピンをもとに算出したものを載せる。9-5/8" 53, 5#なら、1本約1t荷重（2,200Lb）、3本連結相当なら約3トン（6,600Lb）となる。

図5に例示する重錘3は、図6に示すように、重錘本体3Aと差し込み棒13とからなる。差し込み棒13は、重錘本体3Aの下面に対し溶接で接合され、重錘3の軸対称位置に配置されている。その差し込み棒13を、ピン1に遊挿状態で差し込みことで、重錘をピンに取り付ける。符号1cは、ピン1の内径面を示す。

[0103] 差し込み棒13及びピン1には、予め、上記のように重錘3を取り付けた際に、当該ピン1と差し込み棒13を貫通する穴1d, 13aを予め開けておく。そして、図6に示すように、その穴1d, 13aに貫き棒12を差し込むことで、重錘3とピン1を一体化する。

重錘3の上部の軸中心位置に、自在鉤（Swivel）式の引っ掛け11を溶接でくっつけておいて、天井の吊り下げ装置20に、吊り鎖21を介し

て吊り下げた構造にする。これによって、吊り下げ装置 20 による重錘の吊り上げ具合の調整によって、ピンに対する重錘の負荷の大きさを調整可能となる。

[0104] そして、締付ける際には、吊り鎖 21 が緩んだ状態として、重錘荷重がボックスねじに掛かるようにして、5～20 rpm でトルクが立つまで締付ける（フェーズ 1）。ここが、ガタツキのシミュレーションになっている。トルクが立ったら、回転速度を 0.5～2 rpm に落として、締付位置まで締付を実施する（フェーズ 2）。

一方、緩める際（締め戻す際）には、吊り下げ装置 20 による重錘 3 を吊り上げて、重錘 3 の荷重を掛けない状態で締め戻しを実施する。回転速度は、トルクが立っているところでは、回転速度を 0.5～2 rpm で緩め始めて、トルクが締付トルク値の 1/10 程度まできたら、5～20 rpm の高速回転で緩める。

[0105] ここで、緩める際に荷重を掛けない方が、実際の井戸の環境に近い条件となる。これは、実験事実に基づき、重錘 3 の荷重を印加した場合の方が、印加しない場合よりも、潤滑特性が良好であったデータに基づく知見である。すなわち、発明者は、実際に実験を行って観察したところ、重錘が印加した状態で緩まると、重錘がバランサーになって、締付け完了位置から、ピンが真っ直ぐに、ガタツキもなく緩まることとの知見を得た。一方で、重錘を軽減した場合、つまり、重錘荷重をゼロにするべく、荷重を吊り上げて試験した場合、荷重が完全にゼロにならないものを含めて、荷重を軽減して継手を緩めた状況の方が、ピンのガタツキ激しくて、固体潤滑被膜にダメージを与える傾向が強い条件で試験できる、との知見を得た。

[0106] 以上の条件による新たなラボ試験では、2 次生成物が、締付け締め戻しに追随して動かずに、ある箇所に詰まって、焼き付きを引き起こす状況や、それとも、被膜自体が根こそぎ剥がれるほかの状況をシミュレーションすることができる。なお、2 次生成物は、不可避免的な剥離等でねじ間隙に放出されてしまう固体潤滑被膜由来成分の生成物である。その結果、固体潤滑被膜に関

わるパラメータの上下限を、実際の井戸条件に即したものと規定することができる。締戻しが終わったら、ピンねじとボックスねじを切り離して、表面をエアブローで固体潤滑被膜由来の破片等を飛ばして、表面をチェックし、再度締付を継続する方法で評価を行った。

本実施形態は、実際の井戸で起こりうる環境に耐えうる、潤滑特性を実現するために、成分他を規定したものである。また、上下限を規定するに際しては、実際の井戸での締付け締戻し条件に即した条件で確認を行い、決めたものである。

[0107] (本実施形態の効果)

本実施形態は、油井管ねじの固体潤滑被膜を使った潤滑の分野において、実際の井戸での締付に耐える高潤滑を実現するものである。

従来、グラファイトを活用して固体潤滑被膜の発明は数々あった。しかし、締付け締戻し時に不可避免的に剥離されてしまう、グラファイトとバインダー樹脂成分が再構成されてできる「黒いテープ状の2次生成物」が焼き付きを引き起こすことが殆どであるのが実態であった。

それに対し、本実施形態では、グラファイトの量、調合比を最適化し、特に、固体潤滑剤をグラファイトだけで構成させない。更に、適切なバインダー樹脂として、今までグラファイトとの組み合わせで適用事例が殆どないPEEK樹脂を選定した。また、固体潤滑被膜中に占める、グラファイトの重量比を明確にすることによって、グラファイトを主体とした固体潤滑時において、往々にして起こる焼き付きを回避する。

[0108] 以上のことから、本実施形態では、高潤滑を達成するものである。そして、本開示の範囲に調合することによって、グラファイトを固体潤滑成分として選んだ時には従来にあっては避けられなかった、焼き付き、又は、潤滑の不安定性さを排除して、高潤滑を実現できるようになる。

同時に、本実施形態では、耐食性も達成できる。

更に、油井管ねじの潤滑だけではなく、その他、金属材料へも適用を拡大してもよい。また、膜だけではなく、膜を作るための薬剤までも対象とする。

[0109] (その他)

本開示は、次の構成も取り得る。

(1) 油井管のねじ部に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、バインダー樹脂に対し2種類以上の固体潤滑剤が分散し、上記2種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の50%以上90%以下含み、そのグラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が10.0 μm 以下であり、更に、上記2種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、BN(窒化ボロン)、マイカ(雲母)、タルク、MCA(メラミンシアヌレート)、 MoS_2 (二硫化モリブデン)、PTFE(ポリテトラフルオロエチレン)、PFA(パーフルオロアルコキシアルカン; 四フッ化エチレン・パーフルオロアルコシエチレン共重合樹脂)、FEP(パーフルオロエチレンプロペンコポリマー; テトラフルオロエチレン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体)から選択した1以上の材料からなる固体潤滑剤を含み、上記バインダー樹脂は、平均粒子径20 μm 以下のPEEK樹脂を主成分とし、そのPEEK樹脂をバインダー樹脂全重量の70%以上含む。

[0110] (2) 上記固体潤滑剤の全重量は、上記バインダー樹脂の全重量の0.1倍以上2倍以下であり、上記固体潤滑剤としてのグラファイトの含有量は、上記固体潤滑剤の全重量と上記バインダー樹脂の全重量との和の重量の、20%以上50%以下である。

(3) 溶剤を含有し、上記溶剤の重量比は、固体潤滑剤の全重量とバインダー樹脂の全重量の和の重量に対し、30%以上80%以下含有する。

(4) 上記他の固体潤滑剤として、少なくともPTFEを含み、上記PTFEの平均粒子径が、0.1 μm 以上5 μm 以下の範囲にある。

[0111] (5) 固体潤滑被膜を備える潤滑被膜がねじ部に形成された油井管であって、上記ボックス及び上記ピンのうちの少なくとも一方の部品のねじ部の締結面に、固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成され、上記固体潤滑被膜は、バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散して構成され、上記2種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の50%以上90%以下含む。

0%以下含み、そのグラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が10.0 μm 以下であり、更に、上記2種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、BN（窒化ボロン）、マイカ（雲母）、タルク、MCA（メラミンシアヌレート）、 MoS_2 （二硫化モリブデン）、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）、PFA（パーフルオロアルコキシアルカン；四フッ化エチレン・パーフルオロアルコシエチレン共重合樹脂）、FEP（パーフルオロエチレンプロペンコポリマー；テトラフルオロエチレン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体）から選択した1以上の材料からなる固体潤滑剤を含み、上記バインダー樹脂は、平均粒子径20 μm 以下のPEEK樹脂を主成分とし、そのPEEK樹脂をバインダー樹脂全重量の70%以上含む。

[0112] （6）上記固体潤滑剤の全重量は、上記バインダー樹脂の全重量の0.1倍以上2倍以下であり、上記固体潤滑剤としてのグラファイトの含有量は、上記固体潤滑剤の全重量と上記バインダー樹脂の全重量との和の重量の、20%以上50%以下である。

（7）上記他の固体潤滑剤として、少なくともPTFEを含み、上記PTFEの平均粒子径が、0.1 μm 以上5 μm 以下の範囲にある。

（8）上記固体潤滑被膜は、ねじ部のねじ山を含み、それに隣接する領域まで形成されている。

（9）上記固体潤滑被膜は、硬度が鉛筆硬度で3H以上である。

（10）上記固体潤滑被膜は、膜厚が10 μm 以上150 μm 以下である。

[0113] （11）上記油井管の材料は、炭素鋼若しくは低合金鋼であり、上記潤滑被膜は、ねじ部の締結面と上記固体潤滑被膜との間に、下地層を有し、上記下地層は、電気めっき膜又は化成処理膜からなる。

（12）上記油井管の材料は、ステンレス鋼材、Ni基合金、又はTi合金であり、上記潤滑被膜は、ねじ部の締結面と上記固体潤滑被膜との間に、下地層を有し、上記下地層は、電気めっき膜からなる。

（13）雌ねじを有するボックスと雄ねじを有するピンとを連結した油井

管ねじ継手であって、上記ボックス及び上記ピンのうちの少なくとも一方の油井管が、本開示の、上記潤滑被膜が形成された油井管からなる、油井管ねじ継手。

[0114] (14) 上記ボックス及び上記ピンのうちの一方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成され、上記ボックス及び上記ピンのうちの他方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜よりも軟質の膜が形成される。

(15) 上記軟質の膜は、その膜硬度が、鉛筆硬度で4B以下である。

(16) 上記記載した油井管の製造方法であって、上記記載した薬剤を用い、上記薬剤を塗布して膜厚が50 μ m以下の固体潤滑被膜厚の成膜する成膜工程を、仮乾燥工程を挟んで、目的の総膜厚となるまで複数回繰り返し実行し、最後の上記成膜工程の後に本乾燥工程を実行し、上記本乾燥工程は、焼成、赤外線照射、紫外線照射、又は熱風による乾燥手段、若しくは大気放置、自然乾燥の手段により実行して、上記固体潤滑被膜の総膜厚を10 μ m以上150 μ m以下に調整する。

実施例

[0115] 次に、本実施形態に基づく実施例について説明する。

まず、締付け締戻し回数に基づく潤滑挙動の、合格判定基準について述べる。判定基準は次の通りである。ケーシングサイズは、3回以上の締付け締戻しを合格として、5回できたものは、より優れたものとして判定した。チュービングサイズは、5回以上を合格として判定し、10回以上のものを更に優れたものとして評価した。ケーシングサイズの規定は、ISO13679の規定に沿ったものである。一方、チュービングは、ISO13679の規定よりも低い5回以上から合格とみなした。固体潤滑被膜がゆえに、従来のグリース状のコンパウンドを使った潤滑と比べて、締付け締戻し回数は悪くなる傾向は明らかであり、このことは石油ガス業界でも認識されつつあるからである。上述したように、単に短尺ピンを使って、ねじが噛みあうところから締付け締戻し試験すれば、ISO13679の規定は簡単な目標であ

ろう。しかし、本開示は、実際に井戸で起こりうる条件に近いものとして、大荷重と偏荷重の条件下で、かつ、ねじ山が噛み合わないガタのある条件を模擬するべく、新たなラボ試験（重錘トング試験）で評価している。このため、この基準にした。チュービングとケーシングの分類は、各サイトの井戸のデザイン毎に違うが、本開示では、7”までをチュービング、それを超えたサイズをケーシングとして位置付けた。つまり、合格基準が7インチを境にして違う。

[0116] 重錘は、複数本連結した荷重が負荷された条件をベースに、1 t o n、1 . 5 t o n、2 t o n、3 t o nのように、M K S単位で、キリの良い重錘を採用した。そして、重錘をピンねじの上部に取り付けて実施した（図5参照）。

初期の締付位置は、ピンねじ山の総数の半分がボックスねじが露出して見える位置までしか締付けずに、つまり、ねじ山が互いに噛み合わない状態（ねじ山が半分露出する位置）から、締付けを実施した。

すなわち、本実施例は、図5、図6で示した装置で実施した。

[0117] また、締付け時には、重錘の荷重が負荷されるようにした。一方、締戻し時には、重錘の荷重が負荷されないように工夫した状態で試験を実施した。もし、締戻し時に、荷重負荷で試験をすると、短尺ピンと重錘を一体化したピンを使った場合には、実際の井戸の実寸ピンとは挙動が違っている。具体的には、締付け位置から、重錘と一体化した短尺ピンが真っ直ぐに上がってくる。重錘がバランサーになっているため、ガタツキが起きない。実際の井戸で採用されているピンでは、長いために微妙に撓んでいて、徐々に暴れて、ねじ山が噛み合わなくなるにつれて、ガタツキが起きて、固体潤滑被膜を破壊する傾向が高くなる。

[0118] よって、重錘トングを使った潤滑評価では、締戻し時に、荷重を掛けずに実施して、ねじ山が噛まなくなる状況に近くなると、連動して起こるガタツキを模擬した。なお、荷重を掛けないことは、必ずしも荷重がゼロであることを意味しない。天井クレーン等で、重錘を吊り上げ勝手に試験して、荷重

を掛けないようにした。また、重錘トングを使った締付け締戻し回数を確認する試験は、2回以上実施して、回数が合格基準に達成しているかどうか、その達成数が試験点数に対して、どれくらいかで比較評価して、パラメータの可否判断を行った。

[0119] (実施例1)

実施例1は、重錘トングを使った潤滑特性評価について説明する。

表1～表6に、各実施例の条件及び評価結果について記載する。なお、固体潤滑被膜をコーティング膜とも呼ぶ。

[0120]

[表1]

No.	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	重錘トンゲ 荷重	当該 コーティング膜 を形成側	下地膜および 下地処理	固体潤滑剤（1種または2種以上）				バンダー樹脂（1種または2種以上）			固体潤滑剤の割合	
								グラファイト (重量%： 全固体 潤滑剤比)	グラファイト形状 (μm)	グラファイト平均 粒径 (μm)	その他、固体潤滑 剤成分	PEEK (重量%： 全固体潤滑 剤比)	PEEK平均 粒径(μm)	その他、 バンダー樹脂 成分	固体潤滑剤の 全重量/ バンダー樹脂 の全重量（倍）	グラファイト重 量/全コーディ ング重量(%)
1	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	100%*	鱗片状 (フレーク状)	5	なし*	100%	≤1	—	0.5	33
2	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	90%	鱗片状 (フレーク状)	10	PTFE (0.3μm)	100%	≤1	—	1.0	45
3	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	75%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	≤1	—	0.8	33
4	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	≤1	—	1.0	30
5	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (5μm)	100%	≤1	—	2.0	40
6	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (10μm*)	100%	≤1	—	1.8	39
7	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	ガラスファイバー + PTFE(0.1μm)	100%	≤1	—	1.8	39
8	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	60%	鱗片* (葉脈状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	≤1	—	1.5	36
9	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	60%	土状黒鉛* (アモルファス)	5	PTFE (0.3μm)	100%	≤1	—	1.9	39
10	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	50%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	≤1	—	2.0	33
11	C110	7"	29 #	JFELION™	1.5ton (3本連結 想定)	CPLG6L	MnPhos	40%*	鱗片状 (フレーク状)	5	マイカ +タリク	100%	≤1	—	1.5	24

[0121]

[表2]

No.	固体潤滑被膜の物性値		溶剤の調合比		当該コーティング膜をつけない側のコーティング膜を塗っていない側の固体潤滑被膜	コーティング膜を塗っていない側の固体潤滑被膜				M/B回数	M/B回数の可否	備考
	鉛筆硬度	膜厚 (μm)	溶剤の選択	溶剤重量/(固体潤滑剤重量+バインダー樹脂)(%)		下地	固体潤滑剤	バインダー樹脂	固体潤滑被膜の鉛筆硬度			
1	4H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	-	-	-	2回 3回 2回	全て不可/n=3	比較例
2	4H	55	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	5回	全て合格/n=2	本発明例
3	4H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	7回 8回 5回	全て合格/n=3	本発明例
4	4H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	8回 9回 8回	全て合格/n=3	本発明例
5	4H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	7回 7回 6回	全て合格/n=3	本発明例
6	4H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	5回 6回 5回	全て合格/n=3	本発明例
7	7H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	8回 ≥ 10 回 (10回打止) 8回	全て合格/n=3	本発明例
8	5H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	5回 3回 4回	1例合格/n=3	比較例
9	5H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	2回 4回 2回	全て不可/n=3	比較例
10	5H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	9回 ≥ 10 回 (10回打止) ≥ 10 回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
11	5H	50	NMP	60	PINAL	ショットブラスト	PTFE	フッ素樹脂	5B	4回 3回 5回	1例合格/n=3	比較例

[0122]

[表3]

No.	銅種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	重錐トング 荷重	当該 コーティング膜 を形成剤	下地膜および 下地処理	固体潤滑剤 (1種または2種以上)				バインダー樹脂 (1種または2種以上)			固体潤滑剤の割合	
								グラファイト (重量% : 全固体 潤滑剤比)	グラファイト形状 (μm)	グラファイト平均 粒径 (μm)	その他、固体潤 滑剤成分	PEEK (重量% : 全固体潤滑 剤比)	PEEK平均 粒径(μm)	その他、 バインダー樹脂 成分	固体潤滑剤の 全重量/ バインダー樹脂 の全重量 (倍)	グラファイト重 量/全コーティ ング重量(%)
12	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	65%	鱗片状 (フレーク状)	10	BN	100%	≦1	—	2.0	43
13	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	65%	鱗片状 (フレーク状)	20*	BN	100%	≦1	—	1.0	33
14	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	55%	鱗片状 (フレーク状)	10	BN	70%	10	エポキシ樹脂	1.0	28
15	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	55%	鱗片状 (フレーク状)	3	BN	60%*	15	PE樹脂 PP樹脂	1.0	28
16	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	55%	鱗片状 (フレーク状)	25*	BN	70%	5	PEKK樹脂	1.0	28
17	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	55%	鱗片状 (フレーク状)	8	炭素繊維で強化 + MoS2	70%	15	PAEK樹脂	1.5	33
18	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	50%	鱗片状 (フレーク状)	8	BN	100%	10	—	2.0	33
19	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	50%	鱗片状 (フレーク状)	8	BN	100%	25*	—	2.0	33
20	C110	9-5/8"	53.5 #	JFELION™	3トン (3本強の 連結想定)	CPLGねじ	MnPhos	25%*	鱗片状 (フレーク状)	8	BN	100%	10	—	1.8	19*

[0123]

[表4]

No.	固体潤滑被膜の物性値		溶剤の調合比		当該コーティング膜をつけない側	コーティング膜を塗っていない側の固体潤滑被膜				M/B回数	M/B回数の可否	備考
	鉛筆硬度	膜厚 (μm)	溶剤の選択	溶剤重量/(固体潤滑剤重量+バインダー樹脂)(%)		下地	固体潤滑剤	バインダー樹脂	固体潤滑被膜の鉛筆硬度			
12	4H	50	n-ヘキサン	60	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	7回 6回 8回	全て合格/n=3	本発明例
13	4H	50	n-ヘキサン	60	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	4回 2回 3回 2回	2例合格/n=4	比較例
14	4H	60	n-ヘキサン	30	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	8回 9回 9回	全て合格/n=3	本発明例
15	2H*	60	n-ヘキサン	45	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	2回 4回 5回	2例合格/n=3	比較例
16	5H	40	n-ヘキサン	45	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	2回 2回 1回	全て不可/n=3	比較例
17	7H	40	n-ヘキサン	30	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	≥10回 (10回打止) 9回 ≥10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
18	4H	40	n-ヘキサン	30	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	≥10回 (10回打止) ≥10回 (10回打止) ≥10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
19	4H	40	n-ヘキサン	30	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	3回 4回 2回	2例合格/n=3	比較例
20	4H	40	n-ヘキサン	30	PINAL	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ca)	フッ素樹脂	≤6B	1回 4回 2回	全て不可/n=3	比較例

[0124]

[表5]

No.	鋳種	OD (inch)	WT (LbF)	ねじ種	重通トンガ荷重	当該 コーティング膜 を形成剤	下地膜および 下地処理	固体潤滑剤（1 種または 2 種以上）				バインダー樹脂（1 種または 2 種以上）			固体潤滑剤の割合比	
								グラファイト (重量% : 全固体潤滑剤 割合比)	グラファイト形状 (μm)	グラファイト平均 粒径 (μm)	その他、固体潤滑 剤成分	PEEK (重量% : 全固体潤滑 剤比)	PEEK平均 粒径(μm)	その他、 バインダー樹脂 成分	固体潤滑剤の 全重量/ バインダー樹脂 の全重量 (倍)	グラファイト重 量/全コーティ ング重量(%)
21	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
22	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
23	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
24	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
25	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
26	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
27	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
28	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	PINnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
29	Q125	5.5"	23 #	JFELION™	1ton (3 本弱の連結想定)	CPLGnJ PINnJ 共	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	2.0	40
30	Q125	9-5/8"	47 #	JFELION™	3 トン (3 本強の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	3	—	1.5	36
31	Q125	9-5/8"	47 #	JFELION™	3 トン (3 本強の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	3	—	1.5	36
32	Q125	9-5/8"	47 #	JFELION™	3 トン (3 本強の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	3	—	1.5	36
33	Q125	9-5/8"	47 #	JFELION™	3 トン (3 本強の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	3	—	1.5	36
34	Q125	9-5/8"	47 #	JFELION™	3 トン (3 本強の連結想定)	CPLGnJ	MnPhos	60%	鱗片状 (フレーク状)	5	PTFE (0.3μm)	100%	3	—	1.5	36
35	L80-13CR	7"	38 #	JFEBEAR™	2 トン (3 本の連結想定)	CPLGnJ	Cu-Snめっき	55%	鱗片状 (フレーク状)	≦1	PTFE (0.3μm) グラスファイバー	100%	5	—	1.0	28
36	L80-13CR	7"	38 #	JFEBEAR™	2 トン (3 本の連結想定)	CPLGnJ	Cu-Snめっき	70%	鱗片状 (フレーク状)	≦1	PTFE (0.3μm)	100%	5	—	1.0	35

[0125]

[表6]

No.	固体潤滑被膜の物性値		溶剤の調合比		当該コーティング膜をつけない側	コーティング膜を塗っていない側の固体潤滑被膜				M/B回数	M/B回数の合否	備考
	鉛筆硬度	膜厚 (μm)	溶剤の選択	溶剤重量/(固体潤滑剤重量+バインダー樹脂)(%)		下地	固体潤滑剤	バインダー樹脂	固体潤滑被膜の鉛筆硬度			
21	5H	5*	MEK	50	PIN α U	ショットブラスト	PMSQ	フッ素樹脂	5回 5回 6回	5回 5回 6回	全て不可/n=3	比較例
22	5H	10	MEK	50	PIN α U	ショットブラスト	PMSQ	フッ素樹脂	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
23	5H	50	MEK	50	PIN α U	ショットブラスト	PMSQ	フッ素樹脂	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
24	5H	75	MEK	50	PIN α U	ショットブラスト	PMSQ	フッ素樹脂	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
25	5H	100	MEK	50	PIN α U	ショットブラスト	PMSQ	フッ素樹脂	7回 6回 5回	7回 6回 5回	全て合格/n=3	本発明例
26	5H	150	MEK	50	PIN α U	ショットブラスト	PMSQ	フッ素樹脂	5回 5回 5回	5回 5回 5回	全て合格/n=3	本発明例
27	5H	180*	MEK	50	PIN α U	ショットブラスト	PMSQ	フッ素樹脂	4回 1回 2回	4回 1回 2回	全て不可/n=3	比較例
28	5H	75	MEK	50	CPLG α U	ショットブラスト	PMSQ	フッ素樹脂	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
29	5H	75	MEK	50					7回 7回 5回	7回 7回 5回	全て合格/n=3	本発明例
30	5H	150	MIBK	25*	PIN α U	ショットブラスト	アルミ粉	水系アクリル樹脂	3回 3回 3回	3回 3回 3回	全て合格/n=2	
31	5H	130	MIBK	30	PIN α U	ショットブラスト	アルミ粉	水系アクリル樹脂	5回 7回 4回	5回 7回 4回	全て合格/n=3	本発明例
32	5H	130	MIBK	50	PIN α U	ショットブラスト	アルミ粉	水系アクリル樹脂	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
33	5H	145	MIBK	80	PIN α U	ショットブラスト	アルミ粉	水系アクリル樹脂	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
34	5H	150	MIBK	90*	PIN α U	ショットブラスト	アルミ粉	水系アクリル樹脂	4回 3回 4回	4回 3回 4回	全て合格/n=3	
35	6H	55	n-ヘキサン	50	PIN α U	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ba)	フッ素樹脂	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例
36	4H	35	n-ヘキサン	75	PIN α U	ショットブラスト	金属石鹸 (Ste-Ba)	フッ素樹脂	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	±10回 (10回打止) ±10回 (10回打止)	全て合格/n=3	本発明例

N o. 1 ~ 1 1 では、鋼材グレードが炭素鋼耐サワー材料 C 1 1 0 で、ねじサイズは、7” 2 9 # で、ねじは J F E L I O N ™ で実施したものである。また、N o. 1 ~ 1 1 は、重錘として 1. 5 t o n のものを利用し、実長ピン 3 本連結を想定した条件で、新たなラボ試験にて評価した。

カップリング側には、潤滑被膜として、締結面に下地層と固体潤滑被膜をこの順に形成した。下地層は、リン酸 M n 化成処理層とした。

カップリング側の固体潤滑被膜は、固体潤滑剤の主成分をグラファイトとし、そのグラファイトとして、鱗片状（フレーク状のグレード）で、平均粒径が 5 μ m 又は 1 0 μ m のものを用いた。また、バインダー樹脂は、P E E K 樹脂で、平均粒径 $\leq$ 1 μ m のものを使った。そして、固体潤滑被膜の膜厚を 5 0 μ m 厚となるように形成した。

[0127] N o. 1 は、ピンねじ側の締結面をショットブラスト肌のままとしたものである。N o. 2 ~ 1 1 では、ピンねじ側の締結面に、固体潤滑剤が P T F E でバインダー樹脂がフッ素樹脂からなる固体潤滑膜を形成した。

そして、N o. 1 ~ 4、1 0 ~ 1 1 は、全固体潤滑剤に対するグラファイト重量比を比較検討したものである。

N o. 1 は、グラファイトだけで固体潤滑剤を構成したケースで、締付け締戻し回数がいずれも合格レベルに満たない例である。N o. 1 では、グラファイト由来の「黒テープ状の 2 次生成物」が、ボックスねじ、ピンねじの間隙に形成されてしまって、それが詰まってしまって、焼き付きが起きた事例である。

[0128] N o. 2 ~ 4、及び、1 0 は、好適な範囲にグラファイトを含有させた事例である。いずれも、締付け締戻し回数が合格基準を超えて実現できている。N o. 2 ~ 4、及び、1 0 は、グラファイト含有量を 1 0 0 % にせず、他の固体潤滑剤との混合状態で使い、かつ、グラファイトが 5 0 % 以上の必要量を含む場合である。この結果、高潤滑かつ「黒テープ状の 2 次生成物」が詰まりにくい状態を達成できたと見られる。

N o. 1 1 は、4 0 % のグラファイト含有の場合で、本開示の範囲よりも

少ない場合の例である。No. 11は、グラファイトの潤滑を活用しきれずに、潤滑性が足りずに、焼き付いてしまった例になる。

[0129] また、No. 4～6は、副次的な固体潤滑剤としてPTFEを用い、そのPTFEの粒径を変えて検討した事例である。No. 4～6から、PTFE粒径が10 μm の時も5 μm のときも共に、締付け締戻し回数は合格範囲である。しかし、10 μm の時には、5 μm と比べると、やや潤滑性が落ち始めている傾向が見える。すなわち、5 μm までのPTFE粒径が好ましいことがわかる。

No. 4、8、9は、グラファイトの形状やグレードに関する比較の例である。それぞれ、鱗片状（フレーク状）、鱗状（葉脈状）、土状（アモルファス）のグレードのものを比較した事例である。No. 8は、合格回数のものであるが、不合格レベルの締付け締戻し回数データを含むものである。No. 9は、合格レベルに到達していない。グラファイトの潤滑は、グラファイトの結晶性に起因するところが多い。このため、グラファイトが土状（アモルファス）の場合には、締付け締戻し回数の合格に満たない。またグラファイトが鱗状（葉脈状）の場合でも、潤滑が足りない状況になるという結果である。

[0130] No. 7は、固体潤滑剤の他の添加物として、PTFEに加え、ガラスファイバーを加えたものである。No. 7は、ガラスファイバーの添加によって、膜質が硬くなった（鉛筆硬度：7H）事例であり、特に、締付け締戻し回数は問題なく、むしろ改善した例にあたる。No. 7では、膜が硬いために、「黒テープ状の2次生成物」のもとになる、膜が剥離される量が少なかったことが寄与したと推定される。

[0131] <No. 12～20>

No. 12～20は、鋼材グレード：炭素鋼耐サワー材料C110で、ねじサイズは、9-5/8" 53.5#で、ねじはJFELION™を用いて実施したものである。

上述の重錘トンゲ試験の重錘として、3tonのものを利用し、実長ピン

3本連結を想定した条件で評価した。

カップリング側には、潤滑被膜として、締結面に下地層と固体潤滑被膜をこの順に形成した。下地層は、リン酸Mn化成処理層とした。

カップリング側の固体潤滑被膜は、固体潤滑剤の主成分をグラファイトとし、そのグラファイトとして鱗片状（フレーク状のグレード）を選び、副次固体潤滑成分として、BNを採用した。また、バインダー樹脂の主成分をPEEK樹脂としたものである。

ピン側の締結面は、ショットブラスト肌の上に、バインダー樹脂としてのフッ素樹脂に金属石鹸（ステアリン酸Ca）を分散して構成された固体潤滑被膜を形成した。

[0132] No. 12～20は、グラファイトの平均粒径と、PEEK樹脂の粒径、及び、PEEK樹脂に混ぜる副次的な樹脂成分の可能性を見たものである。

No. 13や16は、グラファイトの平均粒径が、それぞれ、20 μ m、25 μ mの時の例で、本開示の上限である10 μ mを超えた事例である。No. 13や16は、締付け締戻し回数が合格に満たない事例になっている。No. 13や16は、「黒テープ状の2次生成物」が出やすくなっていて、焼き付きが起きた。また、焼き付きによるダメージが蓄積して早めに焼き付きが起こった。

[0133] No. 14～17は、PEEK樹脂に副次的な樹脂成分が混入される条件の検討である。No. 14～17から、PEEK樹脂が70%以上含有されていれば、例えば、エポキシ樹脂、PEKK樹脂、PAEK樹脂等を含有した複合的な樹脂被膜で、固体潤滑被膜が構成されていても、他の規定項目が目標規定範囲内であれば、締付け締戻し回数が合格であるものが実現できていることが分かる。

No. 15は比較例で、PEEK樹脂を60%、PE樹脂（ポリプロピレン）とPE樹脂（ポリエチレン）を40%混ぜ込んだ条件の例である。No. 15では、PEEK樹脂含有量が規定に満たず、また軟質樹脂を加えた。このために、No. 15では、固体潤滑被膜の鉛筆硬度も規定よりも低くな

っており、締付け締戻し回数が合格に満たないレベルになってしまった。

- [0134] No. 14～17のうち、No. 17は、炭素繊維で強化した事例でもあり、締付け締戻し回数が一層優れている事例である。No. 17は、膜質が硬くなったことで、固体潤滑被膜の剥離自体も少なくなり、結果として、「黒テープ状の2次生成物」が少なかったことが寄与したと推定される。

No. 19は、PEEK樹脂の平均粒径が本開示の範囲を超えた25 μ mの事例で、比較例にあたる。No. 19は、締付け締戻し回数が合格基準に満たない。No. 19は、PEEK樹脂の粒径が大きすぎたときにも、潤滑が劣化することを示している。

- [0135] No. 20は、グラファイト重量が本開示の下限50%を切って25%としたもので、グラファイトが固体潤滑剤の主成分でない場合の例である。No. 20は、全固体潤滑被膜重量（＝全固体潤滑剤の重量＋全バインダー樹脂の重量）に対する、グラファイト重量割合についても、本開示の下限の20%を切って19%の場合の例である。No. 20は、グラファイトが少ないだけに、「黒テープ状の2次生成物」が少なかったと思われる。更に、それがなくとも、焼き付いている。この焼き付く事実は、グラファイトが有する潤滑効果を適切に生かす必要量の存在と、グラファイトが固体潤滑被膜から、締付け締戻し時に剥離されて「黒テープ状の2次生成物」の原因となって悪影響を避けるべく、グラファイトの最適な範囲の存在があることを示唆する。

- [0136] <No. 21～29>

No. 21～29の例は、鋼材グレード：炭素鋼材料Q125で、ねじサイズは、5.5"23#で、ねじはJFELION™で実施したものである。上述の重錘トング試験を、重錘に1tonのものを利用し、実長ピン3本弱を連結した状況を想定した条件で評価した。

カップリング側には、潤滑被膜として、締結面に下地層と固体潤滑被膜をこの順に形成した。下地層は、リン酸Mn化成処理層とした。

カップリング側の固体潤滑被膜は、グラファイト主成分として、グラファ

イトは鱗片状（フレーク状のグレード）を選び、副次固体潤滑成分として PTFE を選択した。また、バインダー樹脂の主成分を PEEK 樹脂としたものである。

ピン側の締結面には、ショットブラスト肌に対し、バインダー樹脂としてフッ素樹脂を用い、固体潤滑剤として PMSQ（ポリメチル シルセスキオキサン）を用いた固体潤滑被膜をつけて検討した。

[0137] No. 21～27 の事例は、固体潤滑被膜の膜厚の検討を実施したものである。

No. 21～27 から、膜厚 $10\mu\text{m}$ ～ $150\mu\text{m}$ の範囲内では、優れた締付け締戻し回数を示すことが分かった。膜厚が本開示の範囲外となる、No. 21 ($5\mu\text{m}$)、No. 27 ($180\mu\text{m}$) の事例では、締付け締戻し回数が合格基準に満たない。

No. 21～27 から、特に、潤滑（締付け締戻し回数）が一層優れるのは、膜厚が $10\sim 75\mu\text{m}$ の範囲の場合であった。

また、No. 24、28、29 は、固体潤滑被膜をカップリング側及びピン側のいずれか一方、若しくは両方に形成することによる作用を比較したものである。No. 21～27 のうち、この 3 例以外の事例は、すべて、カップリング側に、グラファイト、PEEK 樹脂の組み合わせを主体にした固体潤滑被膜を形成し、ピン側には、軟質の膜を形成するか、膜がない状態の例である。

[0138] No. 21～27 から、総じて、本開示の固体潤滑被膜をカップリング側に付ける場合、本開示の膜構造で、十分な潤滑性を維持できることを意味していることが分かった。

一方で、No. 28 の例は、ピン側の固体潤滑被膜とカップリング側の固体潤滑被膜とを入れ替えた例である。No. 28 と No. 24 の比較から、固体潤滑被膜を入れ替えても、潤滑性はほとんど変わらなく、良好であることが読み取れる。

No. 29 は、ピン側及びカップリング側の両側ともに、グラファイト、

P E E K樹脂の組み合わせを主体にした固体潤滑被膜を形成した事例である。N o. 29は、締付け締戻し回数がN o. 24, 28と比較するとやや劣化するものの、十分に合格判定値を示している。

[0139] <N o. 30～34>

N o. 30～34の事例は、鋼材グレード：炭素鋼材料Q 1 2 5で、ねじサイズは、9－5／8” 4 7 #で、ねじはJ F E L I O N™で実施したものである。N o. 30～34は、重錘として3 t o nで利用し、実長ピン3本連結を想定した条件で新たなラボ試験にて評価した。

カップリング側には、潤滑被膜として、締結面に下地層と固体潤滑被膜をこの順に形成した。下地層は、リン酸M n 化成処理層とした。

カップリング側の固体潤滑被膜は、固体潤滑剤の主成分をグラファイトとし、そのグラファイトの形状として鱗片状（フレーク状のグレード）を選び、副次固体潤滑成分としてP T F Eを選択した。またバインダー樹脂の主成分をP E E K樹脂としたものである。

ピン側の締結面には、ショットブラスト肌に対し、バインダー樹脂が水系アクリル樹脂で、固体潤滑剤がアルミ粉末で構成された固体潤滑被膜を形成した事例である。

[0140] N o. 30～33の事例は、膜成分重量（＝固体潤滑剤重量＋バインダー樹脂）に対する、溶剤重量の重量％の検討を行ったものである。

溶剤重量が本開示の好適範囲の下限を切ったN o. 30、溶剤重量が本開示の好適範囲の上限を超えたN o. 34の事例では、締付け締戻し回数が3回程程度のギリギリのレベルで合格にすぎなかった。

溶剤が濃い状態、例えば、N o. 30では、グラファイトとP T F Eの混合が十分ではなく、局部的に濃淡ができてしまった。その結果として、固体潤滑被膜中のグラファイトに濃淡があった。このため、「黒テープ状の2次生成物」の作られ方にムラがでてくる懸念が高まり、焼き付きの可能性が増える。

[0141] N o. 34では、グラファイトとP T F Eの混合が十分ではある。しかし

、No. 34では、溶剤が薄いため、製膜して大気で徐々に乾燥するとき、グラファイトとPTFEのうち、グラファイトが表面に浮き上がって集まる。そのため、その後、焼成して製膜した場合に、グラファイトが、固体潤滑被膜の表面側に偏在する懸念が高まる。この結果、焼き付きの可能性が増えることがメカニズムと想定できる。このように、溶剤重量を安定範囲に設定する必要があることが分かる。

[0142] <No. 35～34、No. 35～36>

No. 35～36の事例は、鋼材グレード：ステンレス鋼材料：L80-13CRで、ねじサイズは、7" 38#で、ねじはJFEBEAR™で実施したものである。No. 35～36は、重錘として2tonのものを利用し、実長ピン3本連結を想定した条件で新たなラボ試験にて評価した。

カップリング側には、潤滑被膜として、締結面に下地層と固体潤滑被膜をこの順に形成した。下地層は、CuとSnの2元系の電気めっき層とした。

カップリング側の固体潤滑被膜は、固体潤滑剤の主成分をグラファイトとし、そのグラファイトとして鱗片状（フレーク状のグレード）を選び、副次固体潤滑成分は、PTFEを選択した。なお、No. 35にはグラスファイバーも含有させた。また、バインダー樹脂の主成分をPEEK樹脂とした。

ピン側は、ショットブラスト肌に対し、バインダー樹脂がフッ素樹脂で、固体潤滑剤が金属石鹼（ステアリン酸Ba）で構成された固体潤滑被膜を形成した。

[0143] No. 35～36は、ステンレス材料への適用事例に関するものである。

特に、No. 35は、グラスファイバーも添加して、膜硬度を挙げた事例でもある。No. 35～36は、いずれも、優れた潤滑特性を示していることが分かった。

ここで、以上説明した実施例は、油井管ねじを使って例示したものではある。潤滑において、単に、摩擦対象の2物体が互いに接触したところから始まる潤滑挙動だけではなく、ねじが噛み合わない状況にして、潤滑被膜が、摩擦対象材料によって、剥離、一部破壊を含めた厳しい潤滑条件の事例を示

したものである。よって、本開示は、摩擦対象の2物体が互いに接触から始まる潤滑にも適用でき、また、この潤滑膜の構造を使う限り、油井管ねじ材料以外の材料、適用分野に限りなく、適用できるものである。

[0144] (実施例2)

実施例2は、塩水噴霧試験による防食性を評価したものである。

表1～6に示した事例のうち、No. 3、10、22の構成について、塩水噴霧を行って評価した。これらの事例は、炭素鋼ベースの油井管ねじ条件のものである。

実施例2では、この塩水噴霧試験のために、新規のカップリングサンプルに対し、新規に固体潤滑被膜を製膜した。

[0145] また、比較例として、SPCC（通常の一般軟鋼の薄鋼板・冷延焼鈍板）の厚さ0.8mmのものも使って実施した。

そして、評価は、カップリングねじの両端に対して、プロテクタで1回締付け締戻しを行った。そして、そのままの場合と、及び、再度プロテクタを取り付けた場合（2回目の締付に相当）について、塩水噴霧試験を実施し、所定時間だけ横に並べ（立てないという意味）、評価した。

なお、カップリング材料における、外側はイミドテープを張って保護した。

詳細の条件は以下の通りである。

[0146] <塩水噴霧条件>

噴霧条件：JIS K 5600-7-1

塩水濃度：5±0.5wt%

温度：35℃

湿度：98～99%

噴霧量：1～2ml/hr / 80cm²

pH：6.5～7.2

時間：24hr

[0147] ここで、比較例において、SPCC板については、75mm×150mm

サイズに切ったものをサンプルとし、表面にN o. 3と同じ膜を形成した。すなわち、リン酸M n 処理後に、薬剤を塗り、焼成して、固体潤滑被膜を形成した。また、サンプルを2個用意し、片面をイミドテープで保護した。更に、全面保護膜を貼った裏側（試験対象側）も、端部から1 mmにはイミドテープを貼ったものをサンプルとした。2個のうち1個は、カッターナイフでクロスカットを入れ（N o. A）、もう1個は、そのままをサンプルにした（N o. B）。

[0148] N o. 3、1 0、2 2については、プロテクタで1回締付け、締戻したあとに、再度締付けてプロテクタを取り付けて塩水噴霧する条件（N o. 3-2、1 0-2、2 2-2）と、プロテクタで1回締付け締戻したあとに、そのまま塩水噴霧するもの（N o. 3-3、1 0-3、2 2-3）につき、評価した。

なお、N o. 3-4は、プロテクタで締付け締戻しをしないで、そのまま塩水噴霧試験を行う例である。

[0149] この試験方法の意義は、次の通りである。油井管ねじは、プロテクタで端部を締付けられてから出荷され、そのまま井戸近くのヤードで保管されることが多い。したがって、塩水を噴霧した状況は、実際の使用条件に近い環境となるからである。

プロテクタを取り付けない条件は、プロテクタを外した時の更に苛酷な条件の意味である。N o. 3-4は、プロテクタで締付け締戻しをしない事例で、膜自体の耐食性をねじ形状で見えるものである。

結果を表7に示す。

[0150]

[表7]

No.	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	塩水噴霧前の処理	塩水噴霧でのサンプル状況	腐食結果	備考
A	SPCC	75mm X 150mm X t0.8mm		(薄鋼板)	クロスカット (裏面全面：イミドテープ) (評価側の端面から10mmにイミドテープあり)	斜め立て掛け (塩ビのカシ状治具にセット)	クロスカット部に 錆び発露	比較参照例
B	SPCC	75mm X 150mm X t0.8mm		(薄鋼板)	なし (裏面全面：イミドテープ) (評価側の端面から10mmにイミドテープあり)	斜め立て掛け (塩ビのカシ状治具にセット)	腐食なし	比較参照例
3-2	C110	7"	29 #	JFELION™ CPLGaJ	プロテクトで、1回のMake/Break	プロテクトをつけて、塩水噴霧装置に 横置き (立てないという意味)	腐食なし	本発明例
3-3	C110	7"	29 #	JFELION™ CPLGaJ	プロテクトで、1回のMake/Break	そのまま、塩水噴霧装置に横置き (立てないという意味)	腐食なし	本発明例
3-4	C110	7"	29 #	JFELION™ CPLGaJ	なし	そのまま、塩水噴霧装置に横置き (立てないという意味)	腐食なし	本発明例
10-2	C110	7"	29 #	JFELION™ CPLGaJ	プロテクトで、1回のMake/Break	プロテクトをつけて、塩水噴霧装置に 横置き (立てないという意味)	腐食なし	本発明例
10-3	C110	7"	29 #	JFELION™ CPLGaJ	プロテクトで、1回のMake/Break	そのまま、塩水噴霧装置に横置き (立てないという意味)	腐食なし	本発明例
22-2	Q125	5.5"	23 #	JFELION™ CPLGaJ	プロテクトで、1回のMake/Break	プロテクトをつけて、塩水噴霧装置に 横置き (立てないという意味)	腐食なし	本発明例
22-3	Q125	5.5"	23 #	JFELION™ CPLGaJ	プロテクトで、1回のMake/Break	そのまま、塩水噴霧装置に横置き (立てないという意味)	腐食なし	本発明例

[0151] 比較事例のNo. Aは、SPCC薄鋼板にNo. 3の固体潤滑被膜を形成

させて、クロスカットして、下地まで疵が到達するように、膜に疵をつけた事例である。比較事例のN o. Aでは、クロスカット部には錆が観察された。一方、クロスカットをつけていない、膜自体は、耐食性に優れて、腐食は観察されなかった。

N o. 3-2~3-4、N o. 10-2~10-3、N o. 22-2~22-3は、いずれも健全のまま、いずれも腐食を確認されなかった。これによって、本開示の固体潤滑被膜は、耐食性にも優れることが示された。

[0152] なお、グラファイト自体及びP E E K樹脂自体は、撥水性があり、耐食性に優れている。かつ、固体潤滑被膜は、プロクテタを締付け締戻しをするような条件程度では、破壊されないくらいに、硬い膜である。このため、微小なクラックも形成されていなかったから、このような耐食性を示すと考えられる。要は、カッターナイフで膜にクロスカットを入れたN o. Aの条件は、固体潤滑被膜にとっては、ありえないくらいに厳しすぎる条件で、プロクテタで締付け締戻ししたレベルくらいでは、膜が破壊されないレベルであることを示している。同時に、この組成の固体潤滑被膜が形成されていれば、良好な耐食性を示すことがわかった。

[0153] 以上のように、本開示の定める範囲に規定することによって、薬剤を使った固体潤滑被膜は、潤滑性と耐食性を保証することができることが証明できた。本開示で一貫して述べてきている、固体潤滑被膜を使った、ねじ締付け締戻し時に潤滑は、ネジが噛むまでの「遊び（がた）」がある時に、固体潤滑被膜がダメージを受けないように、微量石鹼成分を活用して滑らせることが肝要である。また、ネジが噛んでからは、密着状態からの潤滑になり、この2つの潤滑過程をうまくコントロール下におくことで可能になる。

[0154] ここで、本願が優先権を主張する、日本国特許出願2021-91462（2021年05月31日出願）の全内容は、参照により本開示の一部をなす。ここでは、限られた数の実施形態を参照しながら説明したが、権利範囲はそれらに限定されるものではなく、上記の開示に基づく各実施形態の改変は当業者にとって自明なことである。

符号の説明

- [0155] 1 ピン
- 1 a 雄ねじ
 - 2 ボックス（カップリング）
 - 2 a 雌ねじ
 - 3 重錘
 - 3 A 重錘本体
 - 4 パワートング
 - 10 A 固体潤滑被膜
 - 10 B 下地層
 - 12 貫き棒
 - 13 差込棒
 - 20 吊り上げ装置（クレーン）
 - 21 チェーン（吊り索）

請求の範囲

- [請求項1] 油井管のねじ部に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、
バインダー樹脂に対し2種類以上の固体潤滑剤が分散し、
上記2種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の50%以上90%以下含み、そのグラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が $10.0\mu\text{m}$ 以下であり、
更に、上記2種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、BN（窒化ボロン）、マイカ（雲母）、タルク、MCA（メラミンシアヌレート）、 MoS_2 （二硫化モリブデン）、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）、PFA（パーフルオロアルコキシアルカン；四フッ化エチレン・パーフルオロアルコキシエチレン共重合樹脂）、FEP（パーフルオロエチレンプロペンコポリマー；テトラフルオロエチレン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体）から選択した1以上の材料からなる固体潤滑剤を含み、
上記バインダー樹脂は、平均粒子径 $20\mu\text{m}$ 以下のPEEK樹脂を主成分とし、そのPEEK樹脂をバインダー樹脂全重量の70%以上含む、
ことを特徴とする固体潤滑被膜形成用の薬剤。
- [請求項2] 上記固体潤滑剤の全重量は、上記バインダー樹脂の全重量の0.1倍以上2倍以下であり、
上記固体潤滑剤としてのグラファイトの含有量は、上記固体潤滑剤の全重量と上記バインダー樹脂の全重量との和の重量の、20%以上50%以下である、
ことを特徴とする請求項1に記載した固体潤滑被膜形成用の薬剤。
- [請求項3] 溶剤を含有し、上記溶剤の重量比は、固体潤滑剤の全重量とバインダー樹脂の全重量の和の重量に対し、30%以上80%以下含有する、
ことを特徴とする請求項1又は請求項2に記載した固体潤滑被膜形

成用の薬剤。

[請求項4]

上記他の固体潤滑剤として、少なくとも P T F E を含み、

上記 P T F E の平均粒子径が、 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上 $5\ \mu\text{m}$ 以下の範囲にある、

ことを特徴とする請求項1～請求項3のいずれか1項に記載した固体潤滑被膜形成用の薬剤。

[請求項5]

固体潤滑被膜を備える潤滑被膜がねじ部に形成された油井管であって、

上記固体潤滑被膜は、バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散して構成され、

上記2種類以上の固体潤滑剤の一つとして、グラファイトを固体潤滑剤の全重量の50%以上90%以下含み、そのグラファイトは、形状が鱗片状で、平均粒子径が $10.0\ \mu\text{m}$ 以下であり、

更に、上記2種類以上の固体潤滑剤のうちの他の固体潤滑剤として、BN（窒化ボロン）、マイカ（雲母）、タルク、MCA（メラミンシアヌレート）、 MoS_2 （二硫化モリブデン）、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）、PFA（パーフルオロアルコキシアルカン；四フッ化エチレン・パーフルオロアルコシエチレン共重合樹脂）、FEP（パーフルオロエチレンプロペンコポリマー；テトラフルオロエチレン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体）から選択した1以上の材料からなる固体潤滑剤を含み、

上記バインダー樹脂は、平均粒子径 $20\ \mu\text{m}$ 以下のPEEK樹脂を主成分とし、そのPEEK樹脂をバインダー樹脂全重量の70%以上含み、

上記固体潤滑被膜は、膜厚が $10\ \mu\text{m}$ 以上 $150\ \mu\text{m}$ 以下である、ことを特徴とする油井管。

[請求項6]

上記固体潤滑剤の全重量は、上記バインダー樹脂の全重量の0.1倍以上2倍以下であり、

上記固体潤滑剤としてのグラファイトの含有量は、上記固体潤滑剤の全重量と上記バインダー樹脂の全重量との和の重量の、20%以上50%以下である、

ことを特徴とする請求項5に記載した油井管。

[請求項7]

上記他の固体潤滑剤として、少なくともPTFEを含み、

上記PTFEの平均粒子径が、0.1 μ m以上5 μ m以下の範囲にある、

ことを特徴とする請求項5又は請求項6に記載した油井管。

[請求項8]

上記固体潤滑被膜は、ねじ部のねじ山を含み、それに隣接する領域まで形成されている、

ことを特徴とする請求項5～請求項7のいずれか1項に記載した油井管。

[請求項9]

上記固体潤滑被膜は、硬度が鉛筆硬度で3H以上である、

ことを特徴とする請求項5～請求項8のいずれか1項に記載した油井管。

[請求項10]

上記油井管の材料は、炭素鋼若しくは低合金鋼であり、

上記潤滑被膜は、ねじ部の締結面と上記固体潤滑被膜との間に、下地層を有し、上記下地層は、電気めっき膜又は化成処理膜からなる、

ことを特徴とする請求項5～請求項9のいずれか1項に記載した油井管。

[請求項11]

上記油井管の材料は、ステンレス鋼材、Ni基合金、又はTi合金であり、

上記潤滑被膜は、ねじ部の面と上記固体潤滑被膜との間に、下地層を有し、上記下地層は、電気めっき膜からなる、

ことを特徴とする請求項5～請求項9のいずれか1項に記載した油井管。

[請求項12]

雌ねじを有するボックスと雄ねじを有するピンとを連結した油井管ねじ継手であって、

上記ボックス及び上記ピンのうちの少なくとも一方の油井管が、請求項５～請求項１１のいずれか１項に記載した、上記潤滑被膜が形成された油井管からなる、

ことを特徴とする油井管ねじ継手。

[請求項13] 上記ボックス及び上記ピンのうちの一方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成され、

上記ボックス及び上記ピンのうちの他方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜よりも軟質の膜が形成される、

ことを特徴とする請求項１２に記載した油井管ねじ継手。

[請求項14] 上記軟質の膜は、その膜硬度が、鉛筆硬度で４Ｂ以下であることを特徴とする、請求項１３に記載した油井管ねじ継手。

[請求項15] 請求項５～請求項１１のいずれか１項に記載した油井管の製造方法であって、

請求項１～請求項４のいずれか１項に記載した薬剤を用い、

上記薬剤を塗布して膜厚が５０μm以下の固体潤滑被膜厚の成膜する成膜工程を、仮乾燥工程を挟んで、目的の総膜厚となるまで複数回繰り返して実行し、

最後の上記成膜工程の後に本乾燥工程を実行し、

上記本乾燥工程は、焼成、赤外線照射、紫外線照射、又は熱風による乾燥手段、若しくは大気放置、自然乾燥の手段により実行して、

上記固体潤滑被膜の総膜厚を１０μm以上１５０μm以下に調整する、

ことを特徴とする油井管の製造方法。