(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2024年2月29日(29.02.2024)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2024/043131 A1

(51) 国際特許分類:

C09D 133/00 (2006.01)	***F16L 15/04*** (2006.01)
C09D 5/02 (2006.01)	*C10N 10/02* (2006.01)
C09D 7/40 (2018.01)	*C10N 10/04* (2006.01)
C09D 7/63 (2018.01)	*C10N 20/06* (2006.01)
C10M 129/26 (2006.01)	*C10N 30/06* (2006.01)
C10M 129/40 (2006.01)	*C10N 40/00* (2006.01)
C10M 129/44 (2006.01)	*C10N 50/02* (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2023/029433

(22) 国際出願日： 2023年8月14日(14.08.2023)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(30) 優先権データ：
特願 2022-134375 2022年8月25日(25.08.2022) JP

(71) 出願人: ＪＦＥスチール株式会社(**JFE STEEL CORPORATION**) [JP/JP]; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 Tokyo (JP). 東洋ドライルーブ株式会社(**TOYO DRILUBE CO., LTD.**) [JP/JP]; 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ Tokyo (JP).

(72) 発明者: 石 黒 康 英 (**ISHIGURO Yasuhide**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 後藤 城吾(**GOTO Seigo**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 古賀 崇司(**KOGA Takashi**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 川井 孝将(**KAWAI Takamasa**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 尾▲崎▼ 誠二(**OZAKI Seiji**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 佐藤 秀雄(**SATO Hideo**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 藤本 幸子(**FUJIMOTO**

(54) **Title:** CHEMICAL AGENT FOR FORMING SOLID LUBRICATION COATING, CHEMICAL AGENT PRODUCTION METHOD, CHEMICAL AGENT APPLICATION METHOD, OIL WELL PIPE, AND OIL WELL PIPE SCREW JOINT

(54) 発明の名称： 固体潤滑被膜形成用の薬剤、薬剤の製造方法、薬剤の塗布方法、油井管、及び油井管ねじ継手

(57) **Abstract:** The present invention provides a chemical agent which is environmentally friendly and a solid lubrication coating. Provided is a chemical agent for forming a solid lubrication coating on a metal surface. The main components are a solid lubricant, a binder resin, and a solvent. The solvent has water as the main component thereof, and a lower alcohol with a carbon number of three or less is added as an additive to the water. The volume of the additive is 0.5-45 with respect to a volume of 100 of the water in the solvent. Not less than 95% of the volume of the solvent is constituted by water and the additive. At least a metal soap is contained as the solid lubricant. The metal soap component is not less than 95% of the total combined weight of the metal soap and an alkali soap component. The particle size of the metal soap does not exceed the film thickness of the solid lubrication coating. The binder resin is constituted by a water-soluble or water-dispersible polymer and a copolymer. The binder resin contains a copolymer and a polymer having an acrylate or methacrylate structure in an amount of not less than 90% of the total weight of the binder resin.

(57) 要約：環境に優しい薬剤、及び、固体潤滑被膜を提供する。金属面に固体潤滑被膜を形成するための薬剤である。固体潤滑剤とバインダー樹脂と溶剤とを主成分とし、溶剤は、水を主成分とし、その水に対し炭素数３以下の低級アルコールが添加物として添加され、添加物の体積は、溶剤中の水の体積１００に対し０．５以上４５以下であり、溶剤の体積の９５％以上が、水と添加物で構成され、固体潤滑剤として少なくとも金属石鹸を含み、金属石鹸の成分が、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分の全重量和の９５％以上であり、金属石鹸の粒径が、上記固体潤滑被膜の膜厚を超えない条件であり、バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマー、及び共重合体からなり、かつ、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー、及び共重合体が、バインダー樹脂全重量の９０％以上含む。

WO 2024/043131 A1

［続葉有］

Sachiko); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 高野 順**(TAKANO Jun)**; 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 大久保 聡**(OKUBO Akira)**; 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP). 正田 浩一**(SHODA Koichi)**; 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP). 小林 亮太**(KOBAYASHI Ryota)**; 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP). 久保 良太**(KUBO Ryota)**; 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP). 豊澤 孝太**(TOYOSAWA Kota)**; 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人：田 中　秀 ▲ て つ ▼，外 **(TANAKA Hidetetsu** et al.)；〒1056032 東京都港区虎ノ門四丁目３番１号 城山トラストタワー３２階 弁理士法人日栄国際特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国（表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能）：AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国（表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能）：ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

一　国際調査報告（条約第21条(3)）

明　細　書

発明の名称 ：

固体潤滑被膜形成用の薬剤、薬剤の製造方法、薬剤の塗布方法、油井管、及び油井管ねじ継手

技術分野

[0001] 本開示は、金属面に潤滑性及び耐食性を付与する固体潤滑被膜を形成するための薬剤、及びその薬剤を用いた技術に関する。また本開示は、金属面からなる物体であって、摺動する２物体の潤滑向上と防錆を同時に実現可能な薬剤と、これによって実現する固体潤滑被膜に関する。本開示は、主に、油井管ねじの潤滑・防錆を意図する固体潤滑被膜に関する。また、本開示は、実際の井戸での締付け・締戻し条件においても、十分な潤滑と、その使用環境において防錆も同時に実現されることを意図するものである。また、大気放置乾燥、送風ブロアー乾燥、熱風ブロアー乾燥、赤外線照射、紫外線照射、熱処理を含めて、膜化する際に、早期乾燥ができることも合わせて意図したものである。

[0002] 同時に、井戸でトラブルがあったときや、ワークオーバーの際を考える。そして、実長ピンが１本ずつか、２～３本単位で取り外されて、井戸近くで回収される場合を考える。なお、陸上井戸では、例えば、実長ピンが１本ずつ取り外される。海上井戸では、例えば、２～３本単位で取り外される。その場合に、油井管が並べられて、洗浄される。本開示は、その際に、ねじ表面に防錆のための保護目的で塗布する、薬剤、及び、それによって形成させる被膜としても活用することも意図したものである。

背景技術

[0003] 本開示に近い技術として、例えば、特許文献１～３に記載の技術がある。

特許文献１には、紫外線硬化樹脂膜が主体で、表層にアクリル・シリコンの表層膜がある鋼管ねじ継手の事例が例示されている。特許文献１には、紫外線硬化樹脂としては、エポキシアクリル系が例示されていて、油性系、水

性系でもよい事例であるが、油性が好ましいとも明記されている。すなわち水性系を積極的に採用するものではない。また、アクリル・シリコンの表層膜として、速乾性のラッカーベースのものが例示され、固体潤滑に金属石鹸が入っているものが例示されている。

[0004] 特許文献２は、粘稠液体又は半固体の潤滑被膜に、更に、乾燥固体被膜が形成された油井管ねじ継手の事例である。乾燥潤滑膜に、水溶性若しくは水分散性の高分子化合物か、有機溶剤系組成物のいずれを形成することが例示されている。特許文献２では、粘稠液体又は半固体の潤滑被膜の中に、金属石鹸を使う事例が例示されている。しかし、特許文献２は、金属石鹸を増稠材として入れている事例である。なお、特許文献２では、金属石鹸の作用として、固体潤滑剤を狙っているわけではない。

[0005] 特許文献３は、ロジン及びフッ化カルシウムの一方若しくは両方、金属石鹸、ワックス、ならびに塩基性芳香族有機酸金属塩からなる潤滑被膜を規定したものである。任意の添加成分の中に、熱可塑性樹脂が例示され、アクリル系樹脂が例示されている。溶剤は、揮発性有機化合物を使った事例を含んでいる。

[0006] また、実際の井戸での締め付けを意識した従来技術としては、例えば、特許文献４、５、及び非特許文献１等がある。

特許文献４には、縦型のパワートングを使い、ミス・アラインメントを想定して、７”サイズの短尺ピンを使って、初期セットを角度６度で試験したことが記載されている。

特許文献５は、縦型のパワートングを使い、９－５／８”サイズの短尺ピンを使って、ミスアライメントを５度で試験評価した事例である。

非特許文献１は、縦型のパワートングを使い、潤滑を評価した論文である。そして、非特許文献１には、短尺ピンの締め付け側の逆側の先端、つまり、ピンを立てて締め付ける際に、ピンの上端部に５ｋＮの重りを乗せることが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開２０１６－０２８２１１号公報

特許文献2：特開２００８－５３７０６２号公報

特許文献3：再公表２００９－０５７７５４号公報

特許文献4：特開２００２－３２７８７４号公報

特許文献5：ＷＯ２０１７／１１０６８５

非特許文献

[0008] 非特許文献1：津留ら：　石油技術協会誌　６１巻６号　（１９９６）　ｐｐ．５２７－５３６．

非特許文献2：川村化成工業株式会社、金属石鹸の溶解度　SOLUBILITY、　インターネット＜https://www.kawamura-kasei.co.jp/solubility_table.html＞

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0009] 本開示は、摺動する２物体の潤滑向上と、防錆を同時に実現させる薬剤と、これによって実現する固体潤滑被膜に関する。本開示は、主に、油井管ねじの潤滑・防錆を意図する固体潤滑被膜を意図したものである。本開示は、実際の井戸での締付け・締戻し条件においても、十分な潤滑と、その使用環境において防錆も同時に実現されることを意図する。これらの達成のために、本開示は、水溶性若しくは水分散性のポリマーに、固体潤滑剤としての金属石鹸を主体とする成分を含有させた薬剤に関する。また、本開示は、その薬剤を使って形成させた固体潤滑被膜に関する。なお、水溶性若しくは水分散性のポリマーは、水系ポリマーである。

ここで言う水系ポリマーとは、ポリマーの構造中に、極性又は荷電官能基を含むことによって、親水性を有するものを指す。例えば、カルボキシ基、アミン官能基、スルホン酸他を主鎖若しくは側鎖に含むものを指す。

[0010] これに対し、従来、次のような課題がある。

（１）油やエーテル類やＶＯＣ（揮発性有機化合物）で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群を使わないで、水系ポリマーに、金属石鹸を水からなる溶剤に混ぜる技術についての発想が無い。

本来、水に対し不溶で且つアルコールに不溶であると考えられた金属石鹸を、水系アクリルに混ぜるときに、どのように混濁させるかということについて、従来、発想がない。

（２）水系ポリマーにアルカリ石鹸を入れる場合、石鹸が水に溶ける。このため、水系ポリマーにアルカリ石鹸を入れる場合、逆に、溶媒である水が、粘度の高い、ゲル化した状態になる傾向がある。従来、油井管において、これに対する検討がなされていない。

（３）水系ポリマーと水からなる溶剤とを用いた薬剤の場合、乾燥に時間がかかる懸念が高いこという課題がある。

[0011] ここで、水以外の溶剤では、揮発性の有機溶媒のキシレン、トルエン、ベンゼン等は避ける必要がある。これらは、火気厳禁環境では使えないと同時に、作業者の安全・健康の配慮、及び、ドラフト等の設営を含めての配慮を考える必要がある。このため、ＶＯＣ（揮発性有機化合物）で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群の使用は避けることが好ましい。特許文献１～３で例示してある方法は、高揮発のＶＯＣを使う技術であり、井戸元で使うような火気厳禁の環境まで想定していない。このために、油井管に対し対応できない。

[0012] また、早期乾燥や速乾性のために、揮発性が高いが不燃性であるＦ系溶剤や、Ｆ系バインダー樹脂の利用をすることも想定できる。しかし、これらは、実質的に利用不可能である。米国ＴＳＣＡ（Ｔｏｘｉｃ Ｓｕｂｓｔａｎｃｅｓ Ｃｏｎｔｒｏｌ Ａｃｔ：有害物質規制法）では、２０２１／４末のルール改訂以降、過去の許認可があっても、遡って全面的にＰＦＡＳを含む薬剤一式使用できなくなっている。ＰＦＡＳは、ＰＦＯＳ、ＰＦＯＡを含めた、フッ素含有アクリル基を指す。また、昨今の環境意識の高まりを受けて、各国が、これに追随する可能性もある。よって、水系のポリマーに対し

、フッ素系やＶＯＡ以外の方法で、塗ったはなから乾いてしまうような速乾にはできないものの、室温放置くらいの環境で３０分以内に早期乾燥性能を持たせることが好ましい。その早期乾燥性能は、できれば１５分以内、更に望ましくは５分以内に乾燥できる程度が好ましい。また、石油／ガス掘削場所の近くは、火気厳禁の環境のような究極の状況がある。熱処理炉も、電気も使えないので、大気放置されるだけの環境を想定する必要がある。それゆえに、井戸元では、５０－３００℃程度の熱処理で溶剤を飛ばす工程を行うことが想定できない。特許文献１の紫外線硬化樹脂も、紫外線を照射できる装置が、井戸元で必要になることを意味する。したがって、特許文献１では、それができる装置と電気が配電されている等の設備が必要であり、実現可能性が乏しいと言わざるをえない。

[0013] 固体潤滑被膜を表面に形成させた製品を作る工場であれば、井戸元のように火気厳禁の環境でもない。この場合、大型ファンとかの送風設備、熱風乾燥装置、熱処理、赤外光、紫外光等の乾燥強化設備を用意するのは容易である。こういった乾燥促進を目的とした装置での乾燥の場合には、５分以内、可能ならば３分以内、更に望ましくは、１分以内で乾燥することが好ましい。従来のライン速度を緩めることなく、対応できるようにするには、製造ラインのタクトタイム以内で乾燥することが必要である。

[0014] （４）昨今の環境意識の高まりに対応するために、重金属、及び、ＰＦＡＳを含む薬剤一式使用しないように設計する必要があるという課題がある。ただし、これは、上記の課題をクリアすれば、自ずとクリアされると考えられる。

（５）発明者は、本開示の固体潤滑被膜や薬剤は、実際の井戸で使う環境に即した評価方法で、潤滑性能の可否を評価し、パラメータの上下限設定をすることが重要であるとの知見を得た。

すなわち、１ｍ程度の短尺ピンを使った従来のラボ評価では、実際の使用条件に沿った評価方法にならないという課題がある。

[0015] 例えば、特許文献４、５で示されている方法のように、ミス・アラインメ

ント５度とか６度でセットして、短尺ピンで締付け試験しても、不合格なレベルのパラメータまで、間違って合格判定してしまう。この結果、特許文献４、５で示されている方法では、パラメータの上下限規定が裏付けられないという課題がある。実際、ミスアライメントを５度や６度つけて、短尺ピンを使って、締付け締戻し試験を行った場合を考える。この場合、ボックスねじの不完全ねじ部や、ピンねじの先端部のテーパーがついている部分で、機械的に、ピンねじの傾きは規定されてしまう。このため、５度、６度の傾きでセットして差し込むことすら、ねじの構造上困難である。油井管ねじはテーパーねじ構造であり、そのテーパー角は、おおよそ、これくらいのレベルではある。しかし、カップリングに対して、ピンがこの角度で傾くことは、構造的に絶対に不可能である。

ただし、ねじ同士も噛み合わずに、ただ置くことはできる。しかし、それは、潤滑挙動とは関係しない。極々初期のセット位置が一瞬だけ違うだけで、あとは、ねじテーパーに沿って締まるだけである。

[0016] また、ねじのテーパーに沿って、ピンねじは差し込んでセットされるべきものである。そして、差し込んだ時に存在するネジ山同士のガタによって、傾きが存在するべきものである。ピンねじをボックスねじに差しこんだ場合、常時、５度程度の傾きをセットするのは構造上困難である。ねじ山同士のガタを介して、１～２度の傾き程度しかセットされえないと推定される。現実的に、その状態からでも、ねじ同士が噛んだら、ピンねじは、直ちにまっすぐに立ち上がってくる。したがって、ねじ同士が殆ど噛み合っていないときに、５度程度傾けたところで、固体潤滑被膜のダメージは少なく、実際の井戸条件の模擬にはなりえないと推定される。

[0017] また、非特許文献１にあるような、５００ｋＮの重りをピンねじに乗せて、実際のピン一本分の荷重を乗せる方法も、評価としては問題がある。下記の発明の形態で詳しい説明をするが、初期セット位置が、実際の井戸のピンねじのガタツキの模擬を再現するのに重要である。非特許文献１では、Ｆｉｇ．５から裏付けられているように、手締めで、あと半周くらいで締付けで

きる位置まで締め付けてしまうと、逆に、重りがバランサーになって、まっすぐ、理想的なピンの状態で締付けられる。このため、実際の井戸で、長尺ピンが僅かに弾性域で撓んでいることの基づく、ピンねじがガタツキをもちながら締付け、締戻しされるという、厳しい状況を模擬できない。厳しい状況とは、例えば、実際の井戸と同様な状況である。

[0018] ここで、本発明者は、ピンねじの初期セット位置を意図的に次のように設定して、締付け締戻しをしない限りは、実際の井戸や模擬井戸での状況に即した結果が推定されえない、との知見を得た。その設定とは、ピンねじがボックスねじから露出位置とし、更に、実寸ピン１本～３本相当の重錘をピン端部に乗せた設定である。

ここで、固体潤滑被膜の潤滑評価は、粘性液体状の従来のコンパウンドを使う潤滑とは違って、単なる短尺ピンでの評価結果では、実際の井戸の結果とは乖離する傾向にあることに注意が必要である。具体的には、甘めの評価結果になりすぎる。即ち、短尺ピンでの試験で合格の評価であっても、実井戸で合格を意味しない。このため、固体潤滑被膜の場合、潤滑の評価をキチンとしない限りは、パラメータの上下限の規定が、井戸で耐えうる潤滑の裏付けとならないことになるとの知見を得た。

[0019] 本開示は、上記のような課題に着目してなされたものである。そして、本開示は、水溶性若しくは水分散性のポリマーをバインダー樹脂に、固体潤滑剤に金属石鹸を主体とした、水溶媒の薬剤であっても、環境に優しい薬剤、更に、実井戸での使用に耐えうる潤滑性能を有する固体潤滑被膜を提供可能とすることを目的とする。

課題を解決するための手段

[0020] 油井管ねじの潤滑については、昨今、環境意識の高まりによって、薬剤として使える薬剤や潤滑膜の成分が、限定される傾向がある。

従来、油井管ねじの潤滑は、例えば、有害な重金属を含む潤滑コンパウンドと、ボックスねじ側の表面処理の組み合わせから成り立ってきた。なお、表面処理は、例えば、リン酸Ｍｎ下地又は電気めっき層からなる。しかしな

がら、汎用的に使われるＡＰＩ－ｍｏｄコンパウンド、つまり湿式の潤滑剤は、環境意識が高い地区・地域では、すでに使いにくくなっている。具体的には、ＡＰＩ－ｍｏｄコンパウンドは、主成分としてＰｂ、Ｚｎ等の有害な重金属を含んでいる。このため、締め付け時に、有害な重金属が、洗い流されたり外側にあふれてきたりして、結果として、海を汚す懸念がある。

[0021] 本開示では、これらの潤滑コンパウンドの代わりに固体潤滑被膜を採用する。更に、本開示では、固体潤滑被膜のバインダー樹脂として、水溶性若しくは水分散性のポリマーを採用する。これによって、本開示では、有害な重金属の流出問題を回避しようとするものである。

そもそも、本願が対象とする、固体潤滑被膜形成用の薬剤は、溶剤が水であり、それ自体、耐環境的には問題がないとされる。バインダー樹脂や固体潤滑剤が、薬剤系の国際規約、ルールを満足させればよい。それにより、ＨＳＥを同時に達成し、同時に、作業者の安全衛生も確保するためにも、従来からの油井管ねじの潤滑を固体潤滑被膜に代えることは、ＨＳＥ問題を解決するのにも有効である。ＨＳＥは、衛生・安全・環境の略である。

[0022] また、従来の潤滑方法に用いる湿式のコンパウンドは、多くの場合、潤滑時で用いるコンパウンドと、保管時に用いるコンパウンドとが異なる。

固体潤滑被膜で、湿式のコンパウンドに基づく潤滑方法を代替する技術は、保管時の防錆についても、乾式の膜、つまりドライ膜であることが貫徹されるべきである。また、ピンねじの防錆保護するために、従来の湿式のコンパウンドを使うことは、緊急時を除けば、あまり好ましくない。

つまり、固体潤滑被膜は、潤滑膜であると同時に、保管時の防錆性を有する被膜として設計されることが好ましいと考える。

[0023] 更に、注意する点は、従来から用いられてきた技術は、潤滑用コンパウンドも、耐食用コンパウンドも、粘性液体的なコンパウンドである。このため、これらコンパウンドは濡れたまま機能を果たすものである。つまり、湿式のコンパウンドは、乾かす時間を考慮する必要はなかった。

一方で、固体潤滑被膜は、乾いた膜であり、乾いた状態で機能を果たすも

のである。よって、固体潤滑被膜を形成する際に、塗布した薬剤から、溶剤を蒸発させて膜化する作業や、それに要する時間を含めて、薬剤を設計する必要がある。

ここで、水溶性若しくは水分散性のポリマーをマトリクス成分した薬剤を使って、乾いた軟質のポリマー系樹脂膜を設計する技術、特に、油井管ねじ継手の表面潤滑に使う技術は、従来から存在する。また、固体潤滑剤についても、金属石鹸を主成分にして高潤滑ならしめる技術は、従来から存在する。

[0024] しかしながら、これらの組合せに相当する、単純な水溶性若しくは水分散性のポリマーを使って形成した、乾いた軟質のポリマー系樹脂膜中に、金属石鹸を固体潤滑剤の主成分として分散させたものは、公知ではない。なお、ポリマー系樹脂膜はマトリック成分である。

油やシンナーを混ぜない前提では、撥水性を有し且つ水に不溶な金属石鹸を、水系溶剤単体に入れることは、従来、適用は困難であると考えられていた。水系単味の溶剤に、金属石鹸を固体潤滑剤に使う発想は全くないとは言えないが、本開示が対象とする条件では成立しにくい。金属石鹸は、撥水性を有し、単に、水と混ぜようとしても、表面に浮いて分散せず溶けない。

[0025] 本開示は、水溶性若しくは水分散性のポリマーを使って、乾いた軟質のポリマー系樹脂膜を形成し、その膜に固体潤滑剤が分散分布する設計に関する。更に、本開示では、固体潤滑剤の主体成分として、金属石鹸を位置づけている。

金属石鹸自体は、撥水性を持ち、水に不溶である。同時に、金属石鹸自体は、アルコール群にも不溶であるとされる。金属石鹸自体がやや溶けるとされるものは、ＶＯＣ（揮発性有機化合物）で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群である。しかし、これらの薬剤は、健康に有害とされることが多く、広くシンナーと呼ばれることが多い薬剤である。そして、これらの薬剤は、トルエン、キシレン、ベンゼン、ミネラルスピリッツに属するＶＯＣ群やエーテル群、及び、広く鉱油と呼ばれるような油に分類される薬剤である。こ

れらの情報は、広く知られている公知なことである。

[0026] したがって、従来、金属石鹸自体を、水系のポリマーに直接的に混ぜるのは困難であると考えられていた。そのため、従来、金属石鹸を、上に挙げたＶＯＣに溶かしてから、水を主体とする溶剤に混濁させていた。シンナー等を使用する方法は、例えば、特許文献１～３に記載されている。ただし、後述するように、作業者の安全・環境の配慮、及び、環境に対する配慮、更には、石油／ガス掘削環境でみられるような、火気厳禁の場所では使用できない可能性が高い。

[0027] 本開示は、アルカリ石鹸も分散させる場合も想定している。ここで、アルカリ石鹸は、脂肪酸のＮａ塩、Ｋ塩のいずれか一方、又は両方の石鹸である。以下、アルカリ石鹸を、単に石鹸とも呼ぶ。本開示では、むしろ、微量のアルカリ石鹸を使って、潤滑を補助・補強することも想定する。繰り返しになるが、本開示では、水溶性若しくは水分散性のポリマーが、乾いた軟質のポリマー系樹脂膜になった状態で、膜内に固体潤滑剤が分散分布する設計である。

[0028] 石鹸は、金属石鹸とは違って、逆に水に可溶である。このため、本開示が考える薬剤、及び固体潤滑被膜に対しては、アルカリ石鹸は逆に使いにくい欠点がある。また、従来、適用事例がほとんどない。アルカリ石鹸を一定量加えた水系ポリマー設計をすると、液全体がゲル化、及び固化した状態となる。この結果、水系の特有の流動性が高くなってしまう。すなわち、塗りやすい特徴が消えて、また、早期乾燥が困難になる傾向がある。

一方で、世の中には、水濡れのままで使用される石鹸ベースの潤滑剤が、産業用であっても多く市販されている。ただし、これは、乾燥せずに、ハードゲル化した状態での潤滑を活用したものである。よって、これは、本開示とは、技術の系統が異なるものである。

[0029] 以上のように、従来、水系のポリマーは、溶剤を水とするポリマーを指し、膜化する場合には、この水成分を乾燥除去する必要がある。水系のポリマーは、水溶性若しくは水分散性のポリマーである。水系のポリマーは、溶剤

が水であるがゆえに、塗った対象を加熱する。逆に塗るべき対象位置を温めてから塗る方法もある。いずれであっても、水の揮発・蒸発を促進するプロセスがないと、乾くまで、生産工場内で、塗布した製品を滞留されることになる。このことは、著しく製造効率を低下させる。すなわち、大気放置で乾燥させる場合には、多大な乾燥時間を要し、乾燥場所を確保する必要になる。したがって、水系ポリマーは、早期に乾燥する工夫をしない限り生産効率が落ちしまって、結果として、製造コスト高になってしまう。つまり、早期乾燥を装置的な手当てを行う場合には、乾燥装置、熱処理炉が必要になる。しかし、このことは、設置コスト、ランニングコストが増大することに繋がる。

[0030] 一方で、水系ポリマーを早期に乾燥させるために、揮発性の有機溶剤を添加して、揮発熱をうまく活用して、膜化する技術も従来知られている。特許文献１では、アクリル・シリコンの表層膜は、比較的低温で短時間に乾燥被膜となるために、油性型のものを選ぶとよいとして、特に、常温硬化型のものを使用することが好ましいと記載されている。すなわち、特許文献１は、水系を選択しないで、油性溶媒の揮発を活用して早期乾燥を図っている事例である。

[0031] 特許文献２では、水系単独の系、水＋揮発性有機溶剤の系、紫外線硬化樹脂を使う系が、例示されている。その３点のうち、後ろの２点は早期乾燥が可能である。しかし、最初の１つ目の水系単独系のポリマーでは、水をなんらかの方法で蒸発させる必要である。しかし、特許文献２には、その方法について明示されていない。

[0032] 特許文献３には、揮発性溶剤を使い、引火点が３０℃以上のものを使って、乾燥時間を早くする工夫が開示されている。しかし、引火点３０℃程度の場合、真夏の砂漠地帯等の暑い地域では、火花等の危険因子があれば、井戸元で引火してしまう懸念も高い。かつ、少し井戸から離れたワークショップで加工しているところであっても、引火の懸念は否定できない。このように、引火点が低い材料は、十分に管理した環境で使わないと、火事他の事故の

懸念が高くなる問題があった。すなわち、従来、いかに安全に、かつ、早期乾燥をさせるかについて課題があった。引火点が低い材料とは、引火しやすい材料である。

[0033] これに対し、本開示は、固体潤滑被膜として、水溶性若しくは水分散性のポリマー主体の固体潤滑被膜から構成される。

水系溶媒の乾燥を早くするためには、ＶＯＣ（揮発性有機化合物）で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群を使って、これらの揮発性を活用する方法は考えうる。しかし、ＶＯＣの排出抑制ルールもあり、かつ、作業者を俗悪な環境に置かないためには、トルエン、キシレン、ベンゼン他の有機溶剤は、いくら揮発性が高く、早期乾燥に有効であっても、使うことを避けるべきと、本発明者は判断した。排気装置を用意するにしても、大掛かりな設備投資になる可能性もある。また、固体潤滑被膜を形成するにあたり、薬剤に、体に有害な揮発性有機溶剤は使いづらい。よって、早期乾燥を図るために、健康に害があるとともに、あまりに揮発性の高いＶＯＣ（揮発性有機化合物）で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群は使うことができないと、本発明者は判断した。

また、元々速乾性がある、フッ素系の溶媒や、それに溶け込ませて塗料のバインダー樹脂成分とすることができるフッ素系樹脂については、最近使ってはいけない方向で変わりつつある。フッ素系の溶媒は、フロン代替材等である。

[0034] 従来から、フッ素系化合物は、塗った先からすぐ乾く速乾性があり、潤滑も防食にも優れ、表面処理の王様的扱いであった。しかしながら、昨今のルール強化によって、フッ素系化合物は、使えなくなってきている。米国ＴＳＣＡ（Ｔｏｘｉｃ Ｓｕｂｓｔａｎｃｅｓ Ｃｏｎｔｒｏｌ Ａｃｔ：有害物質規制法）や、欧州の化学薬剤規定のＲＥＡＣＨにおいて、Ｆ系アルキル化合物（Ｆ－（CF_2）$_n$－）は、今までは、ＰＦＯＳ（ペルフルオロオクタンスルホン酸）、ＰＦＯＡ（ペルフルオロオクタン酸）だけが規制対象（Ｃが８個のフッ素化合物を含む化学種）であった。それよりもＣ数が少ないも

のは、特に問題視されることなく、使用可能であった。しかしながら、米国ＴＳＣＡの２０２１／４月の改訂で、過去に遡って、ＰＦＡＳ（有機フッ素化合物：パーフルオロアルキル化合物及びポリフルオロアルキル化合物）の薬剤を米国へ運び入れて使うことや、生産することがほとんど全面禁止となった。よって、フッ素化合物（ＰＦＡＳ）を含むバインダー樹脂は使えない状況になっている。すなわち、フッ素含有で使える薬剤・製品は、ＴＳＣＡの適用免除となっている、テフロン（登録商標）（ＰＴＦＥ：ポリテトラフルオロエチレン）やＰＦＰＥ（パーフルオロポリエーテル）くらいしかない状況になっている。そして、フッ素を使わない方向で固体潤滑被膜を設計する国際的なトレンドも、もはや無視できない。

[0035] 以上のことから、本開示は、環境対応に向けて水を溶媒に使い、バインダー樹脂も、水に溶ける組成にした薬剤にして、適切な固体潤滑剤やその他添加物から、薬剤を成立させ、その薬剤を使って、固体潤滑被膜を製膜することを考えた。

しかし、溶剤としての水は、揮発し難く、蒸発には時間が掛かるといった課題があった。また、乾燥には、熱処理炉等の大掛かりの設備投資が必要になるなど、課題が山積していた。

[0036] また、固体潤滑被膜を油井管ねじのねじ部に適用する場合、油井管は、石油／ガス井戸から離れた箇所で生産され、運搬されてくるものである。したがって、当該の生産拠点で、水溶性若しくは水分散性のポリマーをベースとした固体潤滑被膜を作成する際には、速乾性や早期乾燥に関わる問題は、すべて対応可能であるように見えるかもしれない。つまり、水系のポリマーが乾燥しにくいために、時間をかけて乾かすための設備を作るとか、熱処理装置等で乾燥を促進する等を工夫した生産とかの対策をとる可能性がある。このとき、熱処理装置を使わない場合には、揮発性有機溶剤を入れて乾燥を促進することも考えられる。また、排気設備を確保し、かつ、引火しないような対策をとることで可能になる場合も多い。

[0037] しかしながら、固体潤滑被膜を形成する薬剤、それを使って形成した固体

潤滑被膜が、油井管ねじ継手に使われ、その油井管ねじ継手が井戸で使われる場合、次の課題がある。すなわち、必ずしも、井戸から離れた生産拠点だけで固体潤滑被膜が製造又は形成されるとは限らない。

油井管に形成した潤滑被膜のトラブル等を想定した場合、固体潤滑被膜形成のための薬剤を、井戸元で使うことも想定する必要がある。井戸元では、火気厳禁の環境であり、また、足場もしっかりしない状況もある。また、井戸元で、水溶性若しくは水分散性のポリマーを塗る状況では、素早く乾くことが求められる要請がある。

[0038] その理由は、井戸でトラブルが起きた際には、チュービングねじが、１本から３本くらいの単位で、締戻しをさせながら、井戸から近くに引き上げられる状況があるからである。この場合、引き上げられたピン（油井管）を横に並べて、水や蒸気などでピン表面を洗浄してから、防錆のための保管用の塗料に類するものを塗る必要がある。これに対し、従来方法の油井管ねじの手法では、ＡＰＩ－ｍｏｄコンパウンドのような、Ｐｂ、Ｚｎが含有する湿式の潤滑用コンパウンドを塗布するわけではなく、湿式の保管用コンパウンドと呼ばれるコンパウンドを塗って対応することが確立されている。

これに対し、固体潤滑被膜の場合は、固体潤滑被膜の技術だけで完結させるためには、湿式のコンパウンドと異なり、早期乾燥できる固体被膜ベースを井戸元で形成させる必要がある。しかしながら、井戸元は、火気厳禁である。早期乾燥を促進するような、引火点が低く、揮発性の良好な有機溶剤を使うことは、危険ゆえにできない。

[0039] 特許文献１～３の記載が例にはなるが、従来は、いずれも、早期に膜化するために、引火点が低いか低そうな、揮発性の高い有機溶剤を使っている。そして、油井管が石油／ガス井戸から離れた箇所で生産され、運搬されてくるものことを前提にした、薬剤の設計になっているように推定される。引火点の低い薬剤をベースとした薬剤では、火気厳禁の石油／ガス井戸の近くでは、使うことは危険極まりない。

本開示では、揮発性の高い有機溶剤を極力しない薬剤を提供する。

[0040] また、発明者は、本開示が問題とする防食性の課題、及び潤滑の課題について、日常的に行うことが多いような、単なる単純なラボ実験や模擬で評価できるレベルものを意図していない。発明者は、従来のラボ試験について検討し、想定できうる最も厳しい条件でも対応できるように設定する必要がある、との知見を得た。

本開示では、防食性については、単なる製膜したままの状態での防食ではなくて、固体潤滑被膜がダメージを受けたような状況を想定する。最も厳しい条件と想定しうる条件で、油井管ねじの固体潤滑被膜表面を、プロテクタで締付け締戻しをした後に、耐食性が維持できる必要があることを想定する。つまり、本開示では、プロテクタとの接触で固体潤滑被膜がダメージを受けた状態でも、耐食性が維持できる必要があることを想定する。

[0041] 同時に、本開示では、潤滑性については、高荷重が掛かる摺動条件での良好な潤滑性を保証する必要があることを想定する。固体潤滑被膜は、実井戸を考えると、締付け時や締戻し時には、不可避的に、固体潤滑被膜が、ある程度は、削り取られることを想定する必要がある。発明者は、その削り取られた破片が、次の場合には、焼き付きのトラブルのもとになる、との知見を得た。その場合とは、ボックスねじやピンねじの間隙に詰まってしまった場合や、継手部に高荷重及び偏荷重が掛かった場合、一部の膜が根こそぎ取られてしまう場合等である。そして、実際での井戸か、井戸に近い条件を模擬して、潤滑性能について、固体潤滑被膜の成分の上下限を設定しないと、その規定が実井戸では意味を持たない、との知見を得た。

[0042] ここで、従来、よく用いられる試験として、単に１ｍ程度の短尺ピンを使ったラボでの締付け試験がある。この締付け試験では、本開示の対象である固体潤滑被膜の潤滑のケースについて、ＮＧ判定のものは、実際の井戸でもＮＧである。しかし、この従来の試験で、１ｍ程度の短尺ピンでの試験での評価がＯＫ判定であっても、その判定が、実際の井戸でもＯＫであることを保証してくれない、との知見を発明者は得た。しかしながら、過去の特許文献にある固体潤滑被膜の潤滑性能についての規定範囲では、そのような点ま

で考慮がなされて固体潤滑被膜の規定範囲が選定されたものは、きわめて少ない。

なお、従来の油井管ねじの潤滑で汎用的に使われている、粘性液体状の潤滑コンパウンドの場合は、ラボでの短尺ピンを使った締付け締戻評価と実際の井戸での状況に、あまり大きな差はない。また、ラボでの評価に準じて、実際の井戸での判定も連動する傾向がある。粘性液体状の潤滑コンパウンドがゆえに、締め付け締戻し時に、コンパウンドが連動して動くことが効いていると想定されるためである。

[0043] 一方、固体潤滑被膜の場合には、不可避的に削れてしまった破片が、締め付け締戻しに連動して動くとは限らない。このため、破片の発生がどうしても多くなる実際の井戸では、破片が目詰まりしやすい。また、剥離が著しく起こってしまう際には、固体潤滑被膜が薄くなった部分や無くなった部分での焼き付きが起こる。このような知見から、固体潤滑被膜の評価では、これを踏まえて評価しておく必要があるとの知見を、発明者は得た。

[0044] その知見について、より具体的に説明する。

実際の井戸で、実長のピンねじがボックスねじに締め付けられる状況は、教科書に書いてあるような理想状態では実施されない。理想状態では、ボックスねじに対して、実寸ピンが直立して、はめ込んでセットされ、かつ、真っ直ぐ締めこまれるイメージになると思われる。しかし、実際はそうでない。油井管ねじの構造は、差し込む形でピンねじがボックスねじに入っている状態では、不完全ねじ部分がある。そして、その部分のガタ（遊び、余裕）の分だけ、初期セット時に、ピンがわずかに斜めにセットされる場合が数多くある。そして、ねじの締付け当初には、遊びの分だけ、ピンねじが触れ回る。このため、ねじ同士が噛み合うまでには、固体潤滑被膜は、大荷重であるピン自重と、ピンが偏在して動くための偏荷重が重畳する。そのため、どうしても、固体潤滑被膜が異常に削られたり、根こそぎ剥離されたりする懸念が高くなる。一方、湿式の潤滑コンパウンドは、粘性液体的な潤滑剤であるがゆえに、締め付け・締戻しに連動して動く。このため潤滑コンパウンド

では、短尺ピンを使ったラボでの潤滑の評価方法と、実際の井戸での結果が、ほぼ同じになることと、好対照である。

[0045] 図２、図３に、それを具体的に示す。

図２、図３に示す事例は、締付け締戻し試験条件が、トルクが立つまでは、１５～２５ｒｐｍで回し、トルクが立ったら、２．５～１．５ｒｐｍで回した条件の事例である。これは、ねじの取り扱い説明、つまりＴｅｃｈｎｉｃａｌ　ｐａｃｋａｇｅ中の締付け説明で規定されている条件を超えて、厳しい条件、つまり速い回転数で試験した結果である。図２、図３に示す事例は、井戸締付け材料・強度グレードは、９－５／８”　５３．５＃　Ｑ１２５素材に、ＪＦＥＬＩＯＮ™ねじで、固体潤滑被膜の評価の一例である。

[0046] 図２は、従来のラボ評価方法に基づき、約１ｍの短尺ピンを用い、且つ、縦型のパワートングで締めつけた際のトルク・ターン・チャートである。ピンが短尺であるがゆえに、ハンドリングも困難ではなく、ピンが真っ直ぐセットできる。このため、手締めで、ピンねじ山がほとんど露出することがない状態まで、ピンをセットできる（図２（ｂ））。その場合のトルク・ターン・チャートでは、締め付けはじめからトルクが立ち始めて、ショルダートルクの屈曲点を超えて、締めこみがなされる。すなわち、この場合、ごくごく一般的なチャートとなる（図２（ａ））。ここで、すぐトルクが立ちあがるのは、ピンねじとボックスねじが初期セットの段階で十分に噛み合って、予めセットした位置から締付を行っているからである。

[0047] 一方で、図３は、Ｒａｎｇｅ－３、つまり４０フィート強（１２ｍ強）の実寸ピン１本を用いたときのトルク・ターン・チャートである。そして、図３は、模擬井戸で試験を行った結果である。ここで、横軸の単位（大きさ）が図２とは異なる。なお、模擬井戸というのは、実際の油・ガスの生産している井戸ではなくて、実寸ピンが３本強、地下方向、つまり下方に入っていけるように、模擬的に穴が開いた実験井戸である。同時に、模擬井戸というのは、その上屋に、２～３本程度の連結したピンを吊るしてセットできるリグがあり、締付け締戻し試験ができる装置群、実験施設を意味する。この事

例は、実際の井戸でのセットと同様にセットした状況での傾向であるが、短尺ピンの図２のケースとは違っている。この例では、約６．３回転までは、定常的なトルクが立っておらず、この回転途上で、時々スパイク状のトルクが不規則に立つのがみられる。この現象は、固体潤滑被膜のダメージに直結しており、これを踏まえて、固体潤滑被膜の評価を行うことが重要であることを示唆するとの知見を、発明者は得た。

[0048] この図３のトルクチャート例が、Ｒａｎｇｅ－３、つまり４０フィート強（１２ｍ強）のピンをセットして締め付ける際に起こることである。この場合、約１２ｍ強の実寸ピンであるがゆえに、ピンを完全には真っ直ぐセットできずに、ピンが斜めに差し込まれるのが殆どである。なお、これは実井戸の場合と同様な条件となる。このため、手締めでピンをセットしていっても、ピンねじとボックスねじが部分的に強く当たりすぎる。このため、ピンのねじ山を５山以上、多くの場合、総ねじ山の半分程度くらいが、手締めでは、ボックスから露出する状態で、それ以上進まなくなる。その状態からトングによる締め込みが始まる。そして、ねじ同士が十分に噛み合っておらず、一部が不用意に強く当たって、それ以上進まない状態になっていることが殆どである。そのために、実寸ピンは、ねじ同士が十分に噛み合うまでに、荷重が偏った状態で、ボックスねじとピンねじが当たりあう。つまり、ダメージを与えあうことを意味する。これを踏まえたうえで、固体潤滑被膜の評価を行わないと、すでに上述したように、単純に短尺ピンを使った評価でＮＧのものは、実際の井戸でのＮＧではあるが、短尺ピンを使った評価でＯＫのものが、必ずしも実井戸でＯＫを意味しない、との知見を得た。このため、過去の発明において、成分や条件その他のパラメータの上下限規定において、短尺ピンの評価でＯＫをベースに評価したものが、必ずしも、実井戸では良好な範囲を意図しているわけでもないとの知見を得た。

ここで、特許文献４、５の方法は、短尺ピンを使っての試験評価した事例であって、必ずしも良好な範囲を意図しているわけでもない。

[0049] また、非特許文献１では、ピンを立てて締め付ける際に、ピンの上端部に

５ｋＮの重りを乗せて潤滑を評価している。ここで、非特許文献１は、７”２９＃のピンのトルク・ターン・チャートから判断すると、実長ピン１本分、つまり約４０フィート（約１２ｍ）ピンの重量を印加したことを意図していると思われる。しかし、非特許文献１は、トルク・ターン・チャート、つまり当該文献のＦｉｇ．５から判断すると、図３ではなくて、図２に近い締付け挙動で試験を行うことを前提としていると考えられる。すなわち、非特許文献１では、初期セット位置が、手締めでピンねじが露出しないレベルまで締め付けて、ピンねじとボックスねじが十分に噛み合った状態から、締付けされた試験を行うことを前提としていると考えられる。このため、必ずしも良好な範囲を求めることが出来るわけではない。

[0050] 以上のことから本開示の関し抽出される課題を、以下に記載する。

本開示は、油剤や、シンナーに属するような揮発性有機溶剤を使用しないことを前提とする。その前提のもと、本開示は、金属石鹸を主体とした固体潤滑剤成分を、水溶性若しくは水分散性のポリマーからなるバインダー樹脂に分散して、薬剤を作ることを考える。更に、その薬剤を使って、固体潤滑被膜からなる耐食性を有する潤滑膜にすることを考える。

このような構成について、以下のような課題があるとの知見を得た。このため、更なる工夫が必要であるとの知見を得た。

[0051] （第１の課題）

水系ポリマーに金属石鹸を混ぜる場合の課題である。すなわち、水に不溶な金属石鹸を混ぜるときに、油や揮発性有機化合物で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群を使わないで、いかに混濁させるか、その工夫が必要である。

[0052] （第２の課題）

水系ポリマーにアルカリ石鹸を入れると、アルカリ石鹸が水に溶けるがゆえに、溶剤が粘性の高い、ゲル化した状態になる傾向がある。このため、水系ポリマーにアルカリ石鹸を入れると、アルカリ石鹸で潤滑性能を持たせるにしても、膜化するのに時間が掛かるようになってしまうおそれがある。同

時に、乾いた状態の固体潤滑被膜にするために、アルカリ石鹸の適正量を規定する必要がある。

[0053] （第３の課題）

水系ポリマーを用い、且つ水を溶剤とするため、塗布後の乾燥に時間が掛かる懸念が高い。そのために、早期乾燥を実現するために、なんらかの工夫が必要な点が課題として挙げられる。要は、どこでも塗れて早期に乾くようにすることが好ましい。

火気厳禁の環境のような究極の状況なら、熱処理炉も電気も使えず、大気放置されるだけの環境もある。ただし、本開示は、この固体潤滑被膜、薬剤を、油井管製品の製造現場ばかりではなく、井戸元でも使えることも想定している。このため、速乾性能を向上するために、シンナー系ＶＯＣを使うことは、火気厳禁な井戸元では避けることが必要である。同時に、作業者の安全・健康の配慮、及び、ドラフト等の設営を含めての配慮が必要である。そのため、シンナー系ＶＯＣを使うことは避けるべきであることを前提に、固体潤滑被膜、薬剤を設計する必要がある。

[0054] （第４の課題）

昨今の環境意識の高まりに対応するために、重金属、及び、ＰＦＡＳ（ＰＦＯＳ、ＰＦＯＡを含めた、フッ素含有アクリル基）を含む薬剤一式使用しないようにする必要がある。なお、ＰＦＡＳは、ＰＦＯＳ、ＰＦＯＡを含めた、フッ素含有アクリル基である。

[0055] （第５の課題）本開示の固体潤滑被膜、薬剤は、実際の井戸で使う環境に即した評価方法で、潤滑などの可否を評価し、パラメータの上下限設定をすることが重要である。しかし、１ｍ程度の短尺ピンを使った従来の評価では、実際の使用条件に沿った評価方法にならない。

[0056] 以下、本開示における、各課題の解決手段について説明する。

本開示は、水溶性若しくは水分散性のポリマー、つまり水系ポリマーをバインダー樹脂とし、固体潤滑剤の主成分を金属石鹸とし、溶剤の主成分を水にした薬剤である。また、その薬剤によって形成した固体潤滑被膜である。

金属石鹸は、撥水性を有する固体潤滑剤として機能する。撥水性を有するとは、水に溶けないことを指す。薬剤中で、金属石鹸がうまく調合できる前提で、本開示で規定する範囲内で良好な潤滑性、耐食性、早期乾燥性等の特性が成立することを考える。本開示は、上記課題を解決するために、以下の解決手段を用いて規定し、発明を構成するものである。

[0057] 第１の課題を解決する方法は、金属石鹸を溶剤の水にうまく混ぜる技術に係わる。

一般に、金属石鹸は、水にもアルコールにも不溶と説明されており、溶けるのは、シンナー系の揮発性有機溶剤とエーテル系と油剤と言われている。例えば、非特許文献２には、金属石鹸が、エチルアルコール、メチルアルコール、ブチルアルコールには溶けないことが明記されている。すなわち、溶剤に水を選択し、しかも、室温でも容易に揮発するようなＶＯＣで、かつ作業者に専用マスクとか、ドラフト設備を要するようなシンナー系を用いれば、金属石鹸は溶ける。しかし、従来、そのような物質を入れないという選択をする限り、金属石鹸を水に溶け込ませる解決方法がないように考えられていた。

また、油井管ねじの潤滑を視野に入れ、薬剤を井戸元での塗ることを想定すると、火気厳禁の井戸元環境で、シンナー系の溶剤を使うことは、厳禁である困難さがある。シンナー系の溶剤は、形成された膜に残らない溶剤物質とはいえ、使用はできない。

[0058] 本発明者は、水に不溶とされる金属石鹸を、水溶性若しくは水分散性のポリマー、つまり水系ポリマーの溶剤である水に混ぜることを検討し、実験を行った。その実験において、金属石鹸は、水にもエタノールにも不溶であるが、実際に溶かしてみると、水と、エタノールをはじめとする低級アルコール群とを比較したときに、金属石鹸の分散化が異なることを、実験の観察中に気付いた。

[0059] 具体的には、エタノールをはじめとする低級アルコール群では、金属石鹸はダマになりづらく、微粒子化しやすい傾向があり、金属石鹸は微粒子のま

ま保つことができる、ことに気付いた。金属石鹸をアルコールに混ぜてから、強撹拌したり、超音波で振動を加えたりしてもよい。一方で、水では、金属石鹸が会合して大きくなってダマになり、金属石鹸が均質な分散状態になりえなかった。

このことから、金属石鹸を一旦、エタノール等の低級アルコール群に溶かすことで、金属石鹸を不溶な状態ではあるが分散させることが可能であるとの知見を得た。その後に、水系ポリマーに展開して混ぜることで、均質な薬剤に近づけることができるとの知見を得た。

[0060] この本開示の薬剤は、静置しておくと、時間が経過するほど金属石鹸が分離してくる。しかし、使用つまり塗布の際に、本開示の薬剤を収容した容器を振る等して、再度混濁させてから塗布する場合、塗布後に溶剤の水を飛ばすと、すなわち蒸発・揮発させると、均質な固体潤滑被膜になることが確認された。

なお、金属石鹸を直接、水に溶かした場合には、金属石鹸がダマになる傾向があるため、固体潤滑被膜になったときに、不均質な膜になる懸念が高くなってしまう。

[0061] 以上の理由はあまりはっきりしない。

定性的には、水は単なる極性溶媒である。一方、エタノールをはじめとする低級アルコール群は、水に溶けると同時に、油にもやや溶ける傾向がある。金属石鹸は、水に不溶であるが、一般にアルコールにも不溶と説明される。しかし一方で、金属石鹸は、油や、シンナーと呼ばれるようなＶＯＣには溶解することができる。そのため、不溶というレベル観が、おそらく、分子レベルでは違いがあるため、以上のような、現象の違いに効いていると推定される。

[0062] 一方で、エタノールをはじめとした低級アルコール群も、高い揮発性を有し、ＶＯＣのカテゴリーにも入る。そのため、火気厳禁の環境等では、引火しやすい懸念がある。このため、上記の金属石鹸を溶け込ませるのに用いる低級アルコールについては、使用できる量や薬剤中での濃度について、上限

を規定する必要がある。本開示は、このような観点から、低級アルコールの上限を規定した。

また、溶かし込む金属石鹸は、固体潤滑剤として活用するためには、多いほど良い。しかし、金属石鹸を溶け込ませる限界量は、アルコールの溶け込み限界量と、揮発性や引火点の都合で、上限量が規定される。そして、金属石鹸の下限は、潤滑が達成しうる最低量から決まってくる。

[0063] 第２の課題は、潤滑のサポート的役割として、微量なアルカリ石鹸をいかに混ぜるかということである。

すなわち、バインダー樹脂に水系ポリマー、固体潤滑剤の主成分に金属石鹸、溶剤を水とした系に対し、シンナーの類のＶＯＣを添加しない前提で、微量なアルカリ石鹸をいかに混ぜるかということである。

[0064] アルカリ石鹸は水に溶けるがゆえに、混ぜ込むことができる。しかし、アルカリ石鹸は、溶け込みさせすぎると、溶剤である水が粘度の高い、ゲル化した状態になる傾向がある。このため、薬剤を塗布した際に、薬剤が乾燥しにくくなり、固体膜として乾くまで時間が掛かるようになってしまう。また、乾いたところで、半固体的な粘度の高い膜になってしまう。そして、半固体～粘弾性質の膜では、表面にべとつきが残り、それがために、ゴミや砂の付着がしやすくなる。ゴミなどがついてしまうと、取りにくくなる。このようなことは、締付け締戻時に、抵抗になってしまって、必要な潤滑が実現できない可能性が出てくる。

以上から、固体潤滑の効果を、アルカリ石鹸を含有することによってサポートできる添加量で、かつ、溶剤である水の粘度を変えないようにするために、アルカリ石鹸を微量な範囲で添加し、上限を設定する必要がある。本開示は、このような観点から、アルカリ石鹸の添加量を規定した。

[0065] 第３の課題は、水系ポリマーが水を溶剤とするため、薬剤を塗布した際に、乾燥に時間が掛かるおそれがあるというものである。

本開示では、ＶＯＣを大量に入れて、その揮発性を使って水を蒸発させることは、火気厳禁な環境も想定し採用しない。シンナーと呼ばれるトルエン

、キシレン、ベンゼン系のＶＯＣも、作業者の健康、安全配慮を含めると、使うことはできない。また、電気ヒーターが使えない環境とか、その土地での環境の屋外に放置されるだけで乾燥して膜化する状況も含めて、膜を安全に乾燥させる必要がある。

[0066] 本開示では、第１の課題に挙げた、低級アルコール、つまり、エタノール、メタノール、イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコール、工業用エタノール等のアルコール群は、金属石鹸を溶け込ませるために使う。このとき、上述したように、火気厳禁な環境でも使えるように、揮発性・引火点の都合で問題のない範囲内で調合することができる。

火気厳禁な環境で使えるように、薬剤の引火点６０℃以上、望ましくは、引火点１５０℃以上、更に望ましくは引火点２５０℃以上とすることを条件とする。そして、その条件で、金属石鹸を溶け込ませるのに必要以上に、余分に低級アルコール群を入れて、これらの揮発性を活用する。

ただし、上記の引火点を高く設定するほど、アルコールの添加量・含有量は減ることを意味する。しかし、低級アルコール群は最低でも０．５％以上含有することが好ましい。

[0067] 同時に、アンモニア水の添加と、その揮発性を活用してもよい。

アンモニア水は、塗料のｐＨ調整に活用する場合もある。ｐＨ調整に使う場合には、薬剤の規定ｐＨの上限つまり高ｐＨ側に振らせるべく、アンモニア水を追加添加して調合する。また、ｐＨ調整に指定がない場合には、溶剤の水に対してＶｏｌ／Ｖｏｌ％で、アンモニア水（２８－３０％）を、１％を上限に添加する等して、揮発性の促進を図ってもよい。本開示では、実験により、エタノールとアンモニアの同時使用条件を明らかにして、最適範囲を明確にした。アンモニア水は、市販されているものとして、１０％とか５％とか薄いレベルのものも存在する。しかし、本開示では、濃アンモニア水（２８－３０％）をベースに換算して議論する。

[0068] 同時に、本開示では、金属石鹸の粒径として小さいものを選ぶ。そして、金属石鹸を会合させないように、薬剤に分散させることで、金属石鹸の接触

表面積を増やして、早期乾燥を実現させる。

金属石鹸のサイズは、平均粒径で、１０μｍ以下、望ましくは５μｍ以下、更に望ましくは１μｍ以下のものを使うことで、塗布した薬剤の乾燥を促進させる。また、これらを分散して薬剤に混ぜておくために、第１の課題に対する対応で明示したように、エタノールをはじめとした低級アルコールに溶解させることを通して、薬剤を準備する。

また、薬剤の粘度の調整も重要である。粘度を低くして薄く塗る状況を作り出し、厚く塗りにくい状況を作ることも重要である。

[0069] 薬剤を円筒の金属面に円筒を回転させながら塗れば、余分な薬剤は、不可避的に６時位置つまり最下位置から落ちていく。また、円筒を回転しない場合に、同様に、６時位置がやや厚塗り傾向にあるものの、余分な薬剤は、不可避的に６時位置から垂れ落ちる。板状のものに塗る場合でも、斜めに立てかけた状態であれば、余分な薬剤は、自重によって垂れ落ちていく。これによって、早期乾燥しやすい状態を作り出すことができる。

よって、早期乾燥のためには、薬剤を塗布した金属面を、大気環境で、屋内・屋外に放置する状況であっても、次の条件で、早期乾燥性を実現可能にする。その条件とは、上記のアルコール、アンモニアの活用や金属石鹸の粒径を選定して、金属石鹸を会合させずダマにしない配慮を行い、薬剤の粘度を調整して、厚塗りできない配慮の組み合わせという条件である。

[0070] 第４の課題は、重金属、及び、ＰＦＡＳを含む薬剤一式を使用しないように設計する方法である。ＰＦＡＳは、ＰＦＯＳ、ＰＦＯＡを含めた、フッ素含有アクリル基を指す。

これに対し、本開示は、水系のポリマーで有害な物質を使って構成しないので、上記１～３の課題に対する解決手段を実施すれば、自ずから解決できる。

５つ目の課題は、この潤滑・防食膜の特性を、適正な評価方法で評価することによって、各材料の上下限の規定を行う必要があるということである。

[0071] まず、本開示の防食性・耐食性は、もっとも厳しい条件を考えて、油井管

ねじ継手の潤滑を想定している。単に板に膜を付けた状態での耐食性とか、短尺ピンを使った潤滑挙動の評価では、ＮＧとなる場合は選別できても、合格とは言い切れない。

本開示では、防食性については、薬剤を塗布して膜化して、そのままの膜の耐食性だけを想定しない、すなわち、防食性については、プロテクタで締め付けたときに、部分的に膜とプロテクタが接触して、膜にダメージがあることを想定する必要がある。

[0072] また、潤滑については、実際の井戸では、Ｒａｎｇｅ－３の実長ピン、すなわち約４０フィート（約１２ｍ）のピンが立てられて、デリッククレーン等で吊られて、締め付けられる。最悪の場合に、実長ピンの自重すべてが、ボックスねじ側に印加される状況がある。なお、９－５／８”５３．８＃１本相当は、約１トン程度である。その大荷重ゆえに、固体潤滑被膜が著しいダメージを受ける状況も含めて想定する必要がある。

実長ピンの初期セット位置についても、短尺ピンとは違って、ピンのねじ山のほとんど全てが、ボックスねじに隠れるまではセットできない状況を想定する。つまり、ねじが途中でこれ以上進めない位置で、つまり、ねじ山が露出した位置までにしか締付けできない状況を想定して、潤滑を評価する必要がある。例えば、実際の井戸では、図３（ｂ）の符号１ａ（１０）に相当するような位置までしか、ピンねじをセットできない。

もっとも、実際の井戸や模擬井戸で、油井管ねじの固体潤滑挙動を評価することは、コスト費用の点からも、実験手配の時間の観点からも現実的ではない。

[0073] これに対する解決方法は、次の通りである。

短尺ピンの上端部に、実長ピン１本～３本程度の重錘を付ける。更に、ねじの初期セット位置を、ピンねじ山がボックスねじに対して半分程度露出する位置とする。これによって、締付け時には重錘を印加し、且つ締戻し時には重錘を印加しないようにして、実際の井戸での締付けを模擬したうえで、パラメータ上下限を、実際の条件に沿って決定する。

すなわち、本開示では、ピンねじの初期セット位置を意図的に、ピンねじがボックスねじから露出位置とする。更に、本開示では、実寸ピン１本～３本相当の重錘をピン端部に乗せて、締付け締戻しを行って評価する。締付けの時には実寸ピンの１本～３本相当の重錘を印加して締付けを行う。なお、１本相当は、陸上井戸を想定したもので、３本相当は、海上井戸を想定したものである。締戻しの時には、重錘を天井クレーンで吊って荷重調整を行い、荷重ゼロを含み、荷重を軽減して締戻しを行う。締戻しの時に、重錘をそのまま掛けたままにすると、逆に重錘がバランサーになって、ピンが真っ直ぐ上がってきてガタつかない。このため、固体潤滑被膜が、ボックスねじもピンねじも全くダメージを受けない状況になり、実際の井戸で起こっていることを模擬できていないことになる。

発明の効果

[0074] 本開示の薬剤は、固体潤滑剤の主成分を金属石鹸とし、バインダー樹脂の主成分を水溶性若しくは水分散性のポリマーとし、溶剤の主成分を水とした薬剤とする。

本開示の薬剤は、上記構成を前提としつつも、シンナーと呼ばれる薬剤群や、重金属、及び、ＰＦＡＳを含む薬剤一式を使わない、環境に優しい薬剤を提供することが可能となる。

また、本開示の薬剤は、シンナーと呼ばれる薬剤群を使用することなく、早期乾燥を実現することも可能である。このため、火気厳禁の環境であっても、使用することが可能となる。ＰＦＡＳは、ＰＦＯＳ、ＰＦＯＡを含めた、フッ素含有アクリル基を指す。

しかも、本開示の薬剤は、実際の井戸での使用に耐えうる潤滑性及び耐食性を有する固体潤滑被膜を提供可能となる。

図面の簡単な説明

[0075] [図1]油井管及び油井管ねじ継手を示す図である。

[図2]従来のラボ試験での締付けチャートの図（ａ）と、その際の初期セット位置を示す図（ｂ）である。

[図3]実際の井戸での締付けチャートの図（ａ）と、その際の初期セット位置を示す図（ｂ）である。

[図4]締付け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]新たなラボ試験の条件（重錘トング）を説明する図である。

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

[図7]ピンねじとボックスねじとのセットの状態を例示する模式図である。図７では、ねじ山等の記載は省略した。

[図8]パイプに刷毛による塗布方法の例を示す模式図である。

発明を実施するための形態

[0076] 本開示は、例えば、同一金属からなる、相対する２つ物体が、高潤滑を要求される摺動を要求される状況で、潤滑面の片側、あるいは両側に形成される固体潤滑被膜、及び、それを形成するための薬剤に関する。本開示は、特に、ねじ形状の潤滑、更には、油井管ねじ潤滑において、固体潤滑被膜、及び、それを形成するための薬剤を対象とするものである。

[0077] 併せて、本開示は、その潤滑膜によって、同時に防食性も付与することを意図する。本開示は、実際の石油、天然ガスの井戸での締付け・締戻し条件においても、ねじ部分での十分な潤滑を図ることを意図する。

本開示では、金属石鹸を主体とした固体潤滑剤成分を採用し、水溶性若しくは水分散性のポリマーをバインダー樹脂にしたものである。また、薬剤を塗布して、固体潤滑被膜へ膜化する際に、塗った先から乾くような瞬間乾燥までは期待しない。しかし、薬剤を塗布して大気放置乾燥においても、３０分程度に乾燥できるような早期乾燥を持つものを対象としたものである。

[0078] 本開示は、軟質な膜で覆って防食のために保護した状態にする。また、本開示は、その軟質膜で以って、同時に潤滑機能を有する膜として潤滑の達成を図るものである。そして、これらの膜を作るための薬剤を意図する。本開示においては、耐環境性、薬剤に関する国際的な取り決めに合致することも

主眼におき、かつ、実際の使いやすさとして、早期乾燥性を含めて設計を行った。

また、本開示の薬剤は、井戸でトラブルがあったときや、ワークオーバーのときも想定する。そして、本開示の薬剤は、実長ピンが１本ずつか、２～３本単位で取り外して、井戸近くで回収されて並べられ、洗浄して、その時の、ねじ表面に防錆のための保護目的で形成させる被膜として活用できることも意図したものである。実長ピンを１本ずつ取り外すことは、陸上井戸を想定し、２～３本単位で取り外すことは、海上井戸を想定したものである。

[0079] 次に、本発明の実施形態について説明する。

本実施形態では、潤滑性能を付与する面を有する金属部品として油井管を想定して説明する。他の金属部品に適用しても良い。

[0080] （構成）

＜薬剤＞

本実施形態の薬剤は、油井管などの金属部品の金属面に対し潤滑性能と耐食性を付与するための薬剤である。

薬剤は、固体潤滑剤と、バインダー樹脂と、溶剤成分とからなり、状況によっては、僅かな添加成分を含む場合がある。

[0081] ［溶剤成分］

溶剤成分は、水を主成分とする。その水に対し炭素数３以下の低級アルコールが添加物として添加される。その添加物の水に対する体積は、水の体積１００に対し０．５以上４５以下である。

本開示の溶剤の組成は、溶剤の体積の９５％以上が、上記水と上記低級アルコールで構成され、水が主体の成分系であることを特徴の一つとする。

低級アルコールは、例えば、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコール、及び工業用エタノールの中から選択した１又は２以上の低級アルコールからなる。

[0082] 上記添加物として、更に、アンモニア水及び第１アミンの少なくとも一方を含有してもよい。アンモニア水及び第１アミンの少なくとも一方の含有量

は、例えば、水の体積１００に対し２以下とする。

上記の低級アルコールの添加と、アンモニア水及び第１アミンとは、これらの揮発性を生かして、被膜の早期乾燥を図るために添加させるものである。同時に、低級アルコールは、本開示の水溶性であることを特徴の一つとする溶剤、つまり、水が主成分を占める溶剤において、次のように機能する。すなわち、低級アルコールは、固体潤滑剤を溶かし込む際に、撥水性を有するような固体潤滑剤を溶かす際に有効に機能する。そして、低級アルコールは、溶剤全体に固体潤滑剤が、極端な会合状態を避けて、分散溶解するのに役立つ。

[0083] 炭素数３以下の低級アルコールを、水の体積１００に対し０．５以上入れないと、撥水性を有する固体潤滑剤が均質分散できず、水と相分離する。そして、多くの場合、低級アルコールが水面上に置いた状態になってしまう。一方で、低級アルコール群は、引火点が低い。低級アルコールを油井管ねじの潤滑に適用し、且つ、火気厳禁の環境の井戸元で塗るような状況を考えた場合を考える。この場合には、低級アルコールは、火事の原因となる懸念があり、非常に危険な薬剤となってしまう懸念がある。よって、低級アルコールの添加の上限は４５とした。

[0084] ここで、乾燥して形成された固体潤滑被膜には、低級アルコールを始め、溶剤成分は含まれない。溶剤成分は、薬剤の乾燥時間に関わるだけの問題である。このため、火気厳禁ではない環境でないならば、乾燥を早めるために、低級アルコールが多くても構わない。

なお、好適な低級アルコールの添加の範囲は、２０以下である。後述する揮発点とも相関するが、２０以下の場合、早期乾燥が実現しやすくなる。またに、この範囲は、揮発点が７０℃以上、または、不燃扱いになるレベルを確保して、井戸元の火気厳禁サイトでの利用を安全にできることが一層可能になる。また、早期乾燥を期待して多く低級アルコールを含んだ際の悪い事例の場合、次の問題がある。すなわち、早期に乾燥しすぎて、当該の固体潤滑被膜の不均質さが増し、膜が割れて膜質が悪化する懸念がある。

[0085] ［固体潤滑剤］

固体潤滑剤として、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分のうちの少なくとも金属石鹸を含む石鹸成分を含有する。その金属石鹸の成分が、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分の全重量の９５％以上である。すなわち、固体潤滑剤の主体成分は金属石鹸である。

金属石鹸の重量は、金属石鹸とアルカリ石鹸の合計重量の９５％以上とする。アルカリ石鹸が多い場合には、水系溶剤に溶けることもあって、溶剤の粘性が高くなりすぎて、均質に塗りにくくなり、かつ、膜の乾燥も遅くなる懸念がある。つまり、アルカリ石鹸成分が少なくことで、上記の懸念が低くなる。しかし、アルカリ石鹸がゼロの条件では、アルカリ石鹸がもたらす潤滑改善効果を期待できないので、含有する成分設計することが好ましい。

[0086] 同時に、金属石鹸の粒径が、固体潤滑被膜の膜厚を超えない条件とする。好適な範囲として、金属石鹸の平均粒径は、１０μｍ以下が好ましい。固体潤滑被膜の膜厚を超えた場合には、固体潤滑被膜を突き抜けて、金属石鹸が存在することを意味している。この場合、強いトルクで締付締戻しを行うと、金属石鹸が固体潤滑被膜内に分散している膜の時よりも、固体潤滑被膜へのダメージが大きくなる。例えば、著しい剥離等が起きて、結果として潤滑特性が悪くなる懸念がある。よって、固体潤滑被膜の膜厚以下である必要がある。一方で、固体潤滑被膜が潤滑・防錆を実現するために必要な膜厚の薄い場合を想定した場合には、少なくとも１０μｍ程度の膜厚がある。このため、粒径は、１０μｍ以下であることが好ましい。

[0087] なお、固体潤滑剤を構成する金属石鹸及びアルカリ石鹸成分は、下記のＡ群から選択した脂肪酸と、下記のＢ群から選択下金属元素からなる化合物である石鹸を１種類若しくは２種類以上有する。

Ａ群：ステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、モンタン酸

Ｂ群：Ｎａ、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｚｎ

[0088] ［バインダー樹脂］

上記バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマーからなり、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマーをバインダー樹脂全重量の９０％以上含む、ポリマー又は共重合体である。

バインダー樹脂を構成する水溶性若しくは水分散性のポリマーは、例えば、下記の（１）～（４）から選択した１以上のモノマーから構成されるポリマー、又は、２個以上のモノマーならなる共重合体である。

[0089] （１）アクリレート、メタクリレート、及び、これらの個々の誘導体を主体とするモノマー

（２）アクリレート、メタクリレート、これらの個々の誘導体に、アルキルエステル、ビニルエステル、スチレンエステル、カルボン酸エステル、及び、これらの個々の誘導体を含んだモノマーがついたモノマー

（３）上記（１）（２）に対してグラフト化したモノマー

（４）ビニル化合物、ウレタン化合物のうち、いずれか一方又は両方のモノマー

[0090] なお、ここで、本明細書では、「水溶性若しくは水分散性のポリマーからなり、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマーをバインダー樹脂全重量の９０％以上含む」というのは、次のように扱う。すなわち、共重合体の場合においては、共重合体構造の一部に、アクリレート又はメタクリレート構造が一部でも含まれていれば、その取り込まれたアクリレート又はメタクリレート構造以外の重量に関わらず、その共重合体のバインダー樹脂は、「アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー」として扱うことにする。

１０％未満であれば、混入することが許容されるポリマーとは、本願が対象とするアクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマーとは共重合体を作らないものを指す。つまり、モノマーの中に、アクリロイル基やビニル基等を有する構造は除外される。

[0091] また、本開示の薬剤は水系溶剤に溶けた薬剤であるので、混入することが許容されるポリマーは、上記の情報に加えて、水に可溶な組成であることが

必達条件である。例えば、水に可溶なタイプの、ポリアミドイミド樹脂、フェノール樹脂、尿素樹脂（尿素ホルムアルデヒド）などが例示できる。

溶剤の重量は、例えば、溶剤の比重１として溶剤の体積を重量に換算した場合、固体潤滑剤とバインダー樹脂の合計重量の０．７倍以上１００倍以下が望ましい。

また、固体潤滑剤の重量は、バインダー樹脂の重量の０．１倍以上１．０倍以下が望ましい。

上記成分の調整によって、薬剤の引火点を、６０℃を超える引火点とするか、難燃性(不燃性)とすることが好ましい。

また、上記成分の調整によって、薬剤の粘度を１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下とすることが好ましい。

[0092] これらのパラメータの適正範囲、及び好適な範囲は、以下のように規定できる。

まず、溶剤の重量については、下限が０．７以上となっているのは、固体潤滑剤を溶かすために、必要な溶剤量として規定されたものである。実際、固体潤滑剤の主成分の金属石鹸は、後述の実施例にあるように、０．７までは溶解できた。また、０．５では、混入したい潤滑成分が十分に溶けきらない条件になってしまうので、０．７を下限値とした。混入したい潤滑成分とは、金属石鹸成分、アルカリ石鹸成分他である。上限については、１００倍以下が想定されるが、１０倍以下が好適な範囲である。溶剤の重量割合が高いことは、薬剤の多く、膜成分が薄いことを意味する。膜成分とは、バインダー樹脂構成成分、固体潤滑剤成分他である。塗布と乾燥を繰り返すような、複数回の重ね塗りを志向するなら、上限は１００倍までなら特に問題がない。一方で、多重塗り・多重乾燥の手間をいとわないならば１００倍を超えても利用は可能ではある。同時に、薬剤が薄いことで膜質にムラができやすくなる懸念が高くなる。このため締付け締め戻し回数がやや悪くなるが、使える場合がある。

以下、「締付け締戻し回数」を、「Ｍ／Ｂ回数」とも記載する。

[0093] 好適な範囲は１０倍以下である。１０倍以下の方が、想定できる塗布方法、例えば１～３回塗り程度で必要膜厚を形成しやすくなり、Ｍ／Ｂ回数が良好で、特に劣化が見られない。後述する実施例では、７．６以下の重量割合までは、問題なく固体潤滑被膜が形成でき、必要潤滑特性他が実現できることが確認できている。このため、７．６以下が更に好ましい範囲であるともいえる。後述するが、防錆性についても、溶剤重量が低い方が好ましい。本願では、溶剤は水主体である。このため、乾燥不足部分が錆びないことを避けるためには、更に望ましくは、２倍以下が好ましい。

[0094] 次に、固体潤滑剤の重量／バインダー樹脂の重量の比については、下限が０．１倍以上、上限が１．０倍以下が望ましい範囲である。バインダー樹脂に対して、固体潤滑剤が少ない場合には、潤滑を主に担当する固体潤滑剤総量が小さいので、潤滑が劣化する傾向が現われてくる。逆に多くなりすぎる場合には、必要以上に含有する場合があって、固体潤滑剤同士が干渉して、潤滑特性の改善傾向が飽和したり、劣化してくる。下記に示す実施例で実際にＭ／Ｂ回数が合格範囲の下限回数で合格するレベルまで特性が劣化するのは、実験の範囲内では、下限では０．０８、上限では５．０であった。

[0095] 引火点の望ましい範囲は６０℃以上が好ましく、より望ましくは、不燃の分類に定義されることである。一方で、石油・ガス井戸において、使用環境によって、６０℃未満の温度域で使える場所、エリアがあれば、本願の固体潤滑被膜を作るための薬剤、及び膜を使うことはできる。これらは、純粋に、作業者、井戸サイトの安全にかかることから決まるパラメータである。Ｍ／Ｂ回数で評価される潤滑に影響する因子ではない。代替フロンを除き、引火点が低いことは、多くの場合、揮発性が高いことを意味するので、薬剤が早期乾燥して、早期に膜化する挙動に影響する。井戸での利用環境を考えた場合、６０℃以上に設定し、より望ましくは、一層高温、もしくは、不燃の分類になるような設計とする。

[0096] 薬剤の粘度は、溶剤、固体潤滑剤、バインダー樹脂、他添加物を含めて調合した際に、結果として薬剤に対して定義されるものである。粘度は、調合

濃度によって変わってくる。本願では、粘度は１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下とすることが好ましいとしたのは、薬剤の塗布ムラ、膜厚ムラを抑止するためである。粘性が高い場合、膜厚ムラがでる傾向が高くなるためである。下記の実施例では、７４０ｍＰａ・ｓｅｃ以下では、特に劣化は見られないので、より好ましい範囲とはいえる。

また、上記成分の調整によって、薬剤を、金属面に対し塗布量０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下で塗布した場合を考える。この場合、常温の無風の大気環境で放置乾燥した場合に、３０分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有するように調整することが好ましい。

又は、上記成分の調整によって、薬剤を、金属面に対し塗布量０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下で塗布した場合を考える。この場合、常温の大気環境で１ｍ／ｓｅｃ以上の送風による乾燥した場合に、５分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有するように調整することが好ましい。

なお、ここで言う「常温」というのは、１５～３０℃の範囲の温度を指す。

[0097] 塗布量０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下というのは、回転塗布で、毛幅５０ｍｍのＪＩＳ２０号刷毛を１方向１回だけ引きながら塗布する方法で実現する典型的な塗布量を意味している。そして、その時の乾燥時間を定義したものである。放置乾燥で３０分以内、及び送風１ｍ／ｓｅｃ以上の送風での乾燥で５分以内を実現することが好ましい。その手段は、本願で規定する複数のパラメータを使って実現する。低級アルコール及びアンモニア水の少なくとも一方を含有させてその揮発性を使い、かつ、固体潤滑剤の金属石鹸を適切なサイズで分散含有させて、揮発表面積を増加させることで乾燥を強化する。

[0098] ＜薬剤の製造方法＞

薬剤は、低級アルコールに金属石鹸を分散混濁させたあと、溶剤の水へ投入することによって、金属石鹸を調合することが好ましい。

[0099] ＜薬剤の塗布方法＞

薬剤は、塗布する前に、薬剤を収容した容器を振って、撹拌してから塗布

することが好ましい。

また、本実施形態の薬剤を、管状部品の表面に塗布する場合、管状部品を軸回転させながら、薬剤を円周方向に沿って塗布することが好ましい。

[0100] ＜油井管及び油井管ねじ継手＞

油井管は、図１に示すような、雌ねじ２ａを有するボックス２や、雄ねじ１ａを有するピン１である。

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、本開示の固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成されている。

[0101] 本実施形態の油井管のねじ部には、固体潤滑被膜を有する潤滑被膜が形成されている。

固体潤滑被膜は、バインダー樹脂と、バインダー樹脂中分散した固体潤滑剤とを有する。

固体潤滑剤は、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分のうちの少なくとも金属石鹸を含む石鹸成分を含有し、上記金属石鹸の成分が、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分の全重量の９５％以上である。

固体潤滑剤を構成する金属石鹸及びアルカリ石鹸成分は、例えば、下記のＡ群から選択した脂肪酸と、下記のＢ群から選択下金属元素からなる化合物である石鹸を１種類若しくは２種類以上含む。

Ａ群：ステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、モンタン酸

Ｂ群：Ｎａ、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｚｎ

[0102] 金属石鹸の重量は、例えば、金属石鹸とアルカリ石鹸の合計重量に対し９５％以上である。

上記金属石鹸の粒径は、１０μｍ以下が好ましい。

バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマーからなり、そのポ

リマーは、アクリレート又はメタクリレートに属するモノマーを９０％以上含むポリマー若しくは共重合体である。

バインダー樹脂を構成する水溶性若しくは水分散性のポリマーは、例えば、下記の（１）～（４）から選択した１以上のモノマーから構成されるポリマーである。共重合体は、その２個以上のモノマーならなる共重合体である。

[0103] （１）アクリレート、メタクリレート、及び、これらの個々の誘導体を主体とするモノマー

（２）アクリレート、メタクリレート、これらの個々の誘導体に、アルキルエステル、ビニルエステル、スチレンエステル、カルボン酸エステル、及び、これらの個々の誘導体を含んだモノマーがついたモノマー

（３）上記（１）（２）に対してグラフト化したモノマー

（４）ビニル化合物、ウレタン化合物のうち、いずれか一方又は両方のモノマー

[0104] なお、ここでいう、「水溶性若しくは水分散性のポリマーからなり、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマーを上記バインダー樹脂全重量の９０％以上含む」というのは、次のように扱う。すなわち、共重合体の場合においては、共重合体構造の一部に、アクリレート又はメタクリレート構造が一部でも含まれていれば、その取り込まれたアクリレート又はメタクリレート構造以外の重量に関わらず、その共重合体のバインダー樹脂は、「アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー」として扱うことにする。単なる、「アクリレート又はメタクリレート」の重量を意味しない。

[0105] 固体潤滑被膜は、例えば、膜厚が１μｍ以上１００μｍ以下であり、硬度が、鉛筆硬度でＨ以下の軟質である。

なお、固体潤滑被膜の下層に下地膜（不図示）を有していても良い。

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、本開示の潤滑被膜が形成された油井管からなる。

ボックス及び上記ピンのうちの一方の油井管を、本開示の潤滑被膜が形成された油井管とする場合、他方の油井管のねじ部には、上記固体潤滑被膜より硬度が高い被膜が形成されていることが好ましい。

[0106] 膜厚の下限１μｍ以上は、潤滑のために必要な膜厚、かつ、金属石鹸のサイズが、固体潤滑膜を飛びぬけないような膜厚以下にする規定を守るために決められたものである。上限１００μｍ以下は、油井管ねじの雌ねじ／雄ネジ（カップリング／ピン）の間隙から決まるものである。固体潤滑膜は、締付け締戻し時に、不可避的に、ある程度は削られることが避けられない。かつ、削られた固体潤滑膜由来物は、締付け締戻しの途中で、連動して粉状物質が動くか、再形成されて再付着するか、もしくは、これらができなくて、ねじ間隙に詰まって、結果として焼き付く懸念が高くなる。ねじの種類によるが、ねじ間隙「ピンの山と、カップリングの谷」は、約１００μｍ程度は空いている。一方で、ねじ間隙「ピンの谷と、カップリングの山」は、密着している構造である。固体潤滑被膜が１００μｍを超えると、固体潤滑膜は、締付け締め戻し時に、不可避的に、ある程度は削られる絶対量が多くなる、そして、上記の間隙で吸収しきれる量を超えてしまうと推定され、実際に焼き付きが多く起こる。よって、上限を１００μｍ以下が好ましい範囲とした。それを超えると、常にＮＧとは言い難いが、Ｍ／Ｂ回数が規定を満たずに焼き付くことが起こりやすくなる。

[0107] 以上のように、本開示の薬剤は、水溶性若しくは水分散性のポリマーを主とするバインダー樹脂成分とする。また、金属石鹸を固体潤滑剤の主成分とし、それに微量なアルカリ石鹸、及びその他の固体潤滑剤的役割の添加物を添加する。更に、本開示の薬剤は、水を主成分とした溶剤と、少量の有機溶剤の添加を許容した成分系からなる。

この構成の薬剤により、塗布後の早期乾燥を実現させ、更に、それを使って形成した固体潤滑被膜によって、井戸での使用に耐えられる潤滑と防錆を達成するものである。本開示は、使用される環境としては、もっとも厳しい条件として、油井管ねじ継手の潤滑を視野に入れたものである。

[0108] 以下、各要素の規定などについて、その詳細を説明する。

本開示では、早期乾燥性、耐食性、潤滑特性を、薬剤と、この薬剤を使って構成する固体潤滑被膜に期待するものである。

しかし、個々の必要特性を実現ならしめるパラメータは、必要特性に相互に関わり合ったもので、本開示で規定する上下限範囲にて実現されるものである。まず、目標とする必要特性について述べて、その後に、個々のパラメータの範囲と、その意味を説明する。

[0109] 「目標とする早期乾燥、耐食性、潤滑特性について」

本開示でいう早期乾燥性とは、非加熱で、且つ送風による乾燥で、５分以内、望ましくは１分以内で乾燥することができることを指す。又は、常温で屋外や屋内に放置した際に、３０分以下、望ましくは１５分、更に望ましくは５分以内で乾燥できることを意味する。

ここでいう乾燥は、指触乾燥レベルを超えて、半硬化レベル又は硬化乾燥レベルを意味する。なお、指触乾燥、半乾燥という塗料用語は、ＪＩＳ　Ｋ５５００－２０００に沿った定義である。

[0110] ただし、油井管ねじ構造のものに塗った場合には、本開示は、粘度を小さく、流動性のよい薬剤を目標とした発明である。このため、必然的に、６時の位置つまり、最下部位置に、コーティングした薬剤が集まってきて、その部分に液が溜ったり、垂れ落ちたりすることも想定できる。したがって、時計でいうところの、８時～４時までの時計の上側サイドのねじ位置の乾燥状態を、上記の早期乾燥性に関して議論する。４時から８時位置、より正確には、５時から７時位置の薬剤の溜まり、垂れ落ち等で乾かずに残っている部分は、早期乾燥から除く。除いても問題ない理由は、次の理由である。すなわち、コーティングした薬剤は半濡れのまま溜っていることがあるが、その部分に塗った塗液の最下層では、固体潤滑被膜が構成されている部分があり、防錆性という観点の膜の健全性には問題にならないからである。つまり、パイプ表面からの乾燥した最下層の膜と、大気に接する部分の最表層の膜に挟まれた部分に、乾燥が不十分な部分が残っているだけで、防錆性の点では

、最下層に乾燥して形成された、固体潤滑膜が実現できるからである。

[0111] 本開示の耐食性は、薬剤を塗って、水を揮発・蒸発させたままの表面の耐食性だけを意図しない。本開示の耐食性は、最も厳しい条件として想定される、油井管ねじのような、ねじ山のある管状構造を想定する。しかも、本開示は、例えば、プロテクタのような保護カバーを締付け締戻してから、つまり１回取り付けて、再度取り外して、プロテクタを取り外した状態での耐食性を対象とする。実際の必要特性よりは、もう少し厳しい条件を想定している。

実際の油井管ねじでは、固体潤滑被膜が形成されてから、プロテクタを取り付ける際に、固体潤滑被膜がプロテクタとの部分的に当たって、膜がダメージを受ける状況が想定できる。その状態のまま、プロテクタが付けられて、屋外や屋内に静置されるゆえである。

[0112] 潤滑特性については、本開示では、実際の井戸か、模擬井戸での評価結果、若しくは、それに近似できるパワートングでの締付け試験で評価することで担保した。

本開示は、単に短尺ピンを使った従来の締付け締戻し試験で、潤滑性の優劣を評価しない。従来の短尺ピンを使った評価では固体潤滑被膜は正当に評価出来ない、との知見を本発明者は得た。

ここで、油井管ねじ継手の潤滑において、従来から、また、今もなお主流なのは、潤滑コンパウンドによる潤滑である。潤滑コンパウンドは粘性液体状であるために、締付け締戻しに連動して、コンパウンドが動き、潤滑を良好な方法にする方向で働く。このため、短尺ピンを使ったラボでの潤滑評価でも、実際の井戸での評価でも、大きな差はなく評価できる。しかし、本開示のような固体潤滑被膜による潤滑では、固体潤滑被膜が不可避的に削り取られる場合があって、その破片、粉末が、コンパウンドのように、締付け締戻しに連動して動き得ない場合がある。これについて、後で詳細を再度述べるが、ラボによって、実際の井戸に近い条件で評価する方法を工夫し、その工夫した試験で評価した潤滑挙動で、固体潤滑被膜の可否判断を行うことと

する。

[0113] 「水溶性若しくは水分散性のポリマーについて」

本開示では、水溶性若しくは水分散性のポリマーをバインダー樹脂とした。

本開示では、水が飛んでから、つまり揮発・蒸発してから膜になるものを想定しているので、本開示のポリマーは、狭い意味で、合成ポリマーを指す。本開示のポリマーは、天然系ポリマーでよく知られるペクチン、寒天、でんぷん系材料、セルロース系、天然ガム類（アルギン酸系）材料を除外する。また、本開示のポリマーは、乾燥させた、つまり水を飛ばした段階で、半乾燥的な湿潤を保つものも除外する。完全に乾燥しないものは、塗布した対象が、炭素鋼の場合には、水が起因となって腐食を誘因する懸念がある。

具体的に、本開示での水溶性若しくは水分散性のポリマーには、１つのポリマーから構成されるものも、２種以上のモノマーからなる共重合体を含む。個々のモノマーは、次の（１）～（４）のモノマーが相当する。

[0114] （１）アクリレート、メタクリレート、及び、これらの個々の誘導体を主体とするモノマー

（２）更に、これらアクリレート、メタクリレート、これらの個々の誘導体に、水系であるために、アルキルエステル、ビニルエステル、スチレンエステル、カルボン酸エステル、及び、これらの個々の誘導体を含んだモノマー

（３）上記（１）（２）に対してグラフト化したモノマー

（４）ビニル化合物、ウレタン化合物のうち、いずれか一方か、両方のモノマー

[0115] 本開示では、（１）～（４）で規定される、少なくとも１つのポリマー、又は、２個以上のモノマーならなる共重合体、又は、（１）～（３）のモノマー単体からなるポリマーか、（１）～（３）の共重合体からなるポリマーのいずれか、又は両方が、（４）や他化合物と共重合体を作ったものからなることを含む。

他化合物とは、マレイン酸、スルホン酸、スチレン、カルボン酸、及び、

その塩これらのモノマーを指す。

[0116] なお、ここでいう、「水溶性若しくは水分散性のポリマーからなり、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマーを上記バインダー樹脂全重量の９０％以上含む」というのは、次のように扱う。共重合体の場合においては、共重合体構造の一部に、アクリレート又はメタクリレート構造が一部でも含まれていれば、その取り込まれたアクリレート又はメタクリレート構造以外の重量に関わらず、その共重合体のバインダー樹脂は、「アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー」として扱うことにする。単なる、「アクリレート又はメタクリレート」の重量を意味しない。なお、ここで言う水系ポリマーとは、ポリマーの構造中に、極性又は荷電官能基を含むことによって、親水性を有するものを指す。例えば、カルボキシ基、アミン官能基、スルホン酸他を主鎖若しくは側鎖に含むものを指す。

[0117] 本開示のバインダー樹脂は、水が主成分の溶剤の中に溶けていて、薬剤を塗布した際に、水を飛ばして、つまり蒸発・揮発させて膜化する。

なお、本開示では、環境に配慮するという基本前提があるので、本開示の薬剤は、昨今問題視されるようになってきた、鉛をはじめとする重金属類、及び、ＰＦＡＳと呼ばれる群のＦ（フッ素）を含むアルキル基を含有する素材を使わずに設計する。

薬剤を塗布後の膜の早期乾燥性を実現するための規定事項は、直接的及び間接的に、薬剤の膜特性に影響する。

次に、早期乾燥性に係る項目群について詳細を述べる。

[0118] 最終的に膜になった段階で、アクリレート、メタクリレートに属するモノマーを９０％以上含む、ポリマーか共重合体であることが望ましい。なお、共重合の際に、アクリレート、メタクリレートを含んで、それ以外のモノマーが共重合したものは、アクリレート、メタクリレート系のポリマーとしてみなして、上記の９０％以上という規定を満たすこととする。

９０％以上と設定したのは、ほとんどが、アクリレート、メタクリレート系のポリマーから構成され、１０％以下の別のポリマーが入っていても、許

容できるという意味である。実質的には、共重合体としては、アクリレート、メタクリレート系のポリマーが１００％に近いことを想定する。

[0119] 「早期乾燥性が必要な理由と、その目標設定値の理由」

早期乾燥性が必要な理由は、単に本開示の薬剤、それを使って形成した固体潤滑被膜が、その製造現場で使って膜化すると共に、使用現場でも使うことを求められている現実があるからである。

特に油井管ねじ継手での適用を想定した場合に、次の薬剤の使用も想定する。すなわち、特に、井戸元でのトラブルとかで一時的にチュービング用の油井管を引き上げる際とか、焼き付きが起こって、当該の油井管を取り出して、ワークショップへ送るような事態が発生したときの、薬剤の使用も想定する。この場合、クリーンであり、グリーンとされる固体潤滑被膜のカテゴリーの中で、完結した作業をさせる必要がある。井戸から引き挙げられた油井管は水等で洗浄され、ねじ部分が錆びないようするために、本開示の薬剤で固体潤滑用の防錆膜を形成させることも可能である。そういう需要は、井戸元での使用では当然ある。

[0120] このとき、従来からの湿式のコンパウンドを使う場合には、殆どの場合には、保管用コンパウンドを塗る。例えば、ＫＥＮＤＥＸ™、ＯＣＴＧ ＯＲＡＮＧＥ ＣＯＲＲＯＳＩＯＮ ＩＮＨＩＢＩＴＯＲ ＆ ＳＴＯＲＡＧＥ ＣＯＭＰＯＵＮＤのような、オイルベースの粘性液体状を塗る。また、保管用コンパウンドがない状況では、防錆のために、重金属のＰｂ、Ｚｎが添加されている潤滑用コンパウンドを塗ってしまうことになる。その場合には、グリーンでもなくなる。すなわち、有害な重金属が入ったものが使われることとなる。

これに対し、本開示では、固体潤滑被膜を形成する薬剤である以上、井戸元の環境で塗られることを想定する。つまり、本開示では、火気厳禁な環境で、ヒーター等を含め、火災の原因になるようなものが使わずに、固体潤滑被膜になるべく、早期乾くことが求められる。

[0121] 別の視点からとして、現地でねじ切りする際に、個々のワークショップが

もつ、生産体制に不備がある場合に対する対応がある。

ねじ切りをするワークショップは、機械加工をするに際して十分な設備を有する。従来のコンパウンドを使う方法であれば、ボックスねじの表面処理加工は、外注ですることが多く、自前で持っていることは少ない。表面処理加工は、例えばリン酸Ｍｎ処理や、Ｃｕめっき等で行われる。同時に、ピンねじは、粘性液体状の保管用コンパウンドを塗って、乾くことをむしろ求められていない。このため、ピンねじは、通常は乾燥の工程を経ずに、塗布後そのままプロテクタをつけて出荷する。

この現場に、本開示の薬剤を採用する場合、送風とか熱風の乾燥機とか、熱処理装置を期待することは困難と判断される。よって、本開示の薬剤としては、屋内や屋外で３０分以下、望ましくは１５分、更に望ましくは５分以内の時間、放置することで、乾燥できることが必要と判断した。

[0122] ３０分とは、一人の作業者が、ピンねじやボックスねじを３０本程度展開して並べて、各油井管の一方の端部を端から順に塗って、再度、元の位置に戻って、逆側の端部を端から順に塗る作業を繰り返すことを想定する。そして、３０分とは、もとに戻った時に、ほぼ乾いていることを想定したものである。また、プロテクタの用意をして、順に、プロテクタを締めていくときに、待ち時間なく作業できる時間として設定したものである。１５分の乾燥時間であれば、更に、少ない本数での加工を想定する場合でも、問題なくなる。５分以下で乾燥するのが一番好ましい目標である。

[0123] もっとも、潤滑被膜を付けた製品を製造する工場等では、送風設備他が期待できる。したがって、大気放置で乾燥させるばかりではなく、ジェットファン等の送風設備や、熱風を出せるヒーター送風設備、熱処理炉等に通して乾燥を促進させてもよい。その場合には、５分以内、可能ならば３分以内、更に望ましくは１分以内で、乾燥することが好ましい。潤滑・防食性に優れた固体潤滑被膜がついた商品を製造する現場でのライン速度や取り回しを阻害しないか、阻害しても、低いレベルに収まるようにするには、この程度の乾燥時間以内とすることが好ましい。

なお、扇風機、送風機の風量で説明する場合、通常の電気起動のファンは２～４ｍ／秒である。ただし、本開示は、手持ちの非力なハンドファン程度のものでも乾燥することを想定しているので、１ｍ/秒の送風を想定した乾燥で乾燥時間を評価することにする。

[0124] 「薬剤の塗布方法」

本開示の薬剤の基本組成は、溶剤（水＋微量加えるものとして、低級アルコール、アンモニア、第１アミン）、バインダー樹脂（水系ポリマー主体）、固体潤滑剤（金属石鹸＋微量なアルカリ石鹸）である。

薬剤の粘度も重要なパラメータである。そして、早期乾燥を実現させる１つの要素として、薬剤の粘度を低い側に寄せる形で液設計することが好ましい。このとき、傾斜面に塗ったなら、そこに留まるよりは、流れる感じになる傾向にする。すなわち、薬剤の粘度としては、塗ったら、流れる感じなる粘性に調整することが好ましい。

[0125] 例えば、粘度が１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下であることが好ましい。このレベルは、斜めにおいた部材や管状部材に塗ると、傾斜に沿って流れる感じになるレベルである。なお、本開示の粘度は、薬剤の開封状態か、塗り始める段階での粘度を指すものとする。この粘度の規定によって、薬剤を塗る際に、不用意な厚膜の形成を避けることができる。粘度の下限は、設定しないが、例えば４０ｍＰａ・ｓｅｃ以上とする。水溶性若しくは水分散性のポリマー材料を入れて水溶剤に調合した際には、水の粘度：１ｍＰａ・ｓｅｃにはならないで、粘度が上がる傾向にある。このため、最低でも粘度は、４０ｍＰａ・ｓｅｃ程度となる。

[0126] 薬剤の粘度を１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下にすることによって、重ね塗りとか、肉盛り塗装が難しくなる分、均質に且つ塗膜の厚みは薄くすることができる利点がある。粘度の調整には、水系ポリマーを構成するモノマーの選択、金属石鹸やアルカリ石鹸の濃度、溶剤を含めた調合割合を調整して実現を図る。

一方で、薬剤の粘度が１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下であるがために、粘性

が小さく流動しやすい。このため、乾かなった部分の薬剤は、液だれが起きて、時計でいうところの、６時位置に液が溜まる傾向がある。そして、その部分は、不用意に厚膜になるので、下地は乾いて膜化していたとしても、上記の溜った部分だけは、上記の乾燥時間で乾かないことが起こる場合がある。

[0127] このため、上記の乾燥時間の到達目標は、管状の構造体の潤滑ならば、時計で言うところの１２時、広く言えば、９時～３時位置の上半分の乾燥状況で見ることにする。確かに６時位置では液が溜まるが、すでに乾いている部分の上に、乾いていない薬剤が溜まるだけである。このため、下部の部分は、塗り付け当初の段階で乾いている。

塗り方は、刷毛塗り、スプレー、浸漬、及び、手塗り、機械塗り等、いずれの方法でも許容される。液だれをするような傾向を積極的に活用して、塗ったあと、下に塗料を流れ落ちるように、薬剤を塗る物体を下に向けたり、斜めに傾ける工程をとってもよい。また、金属部品が管状のものは、静置して塗るよりも、金属部品を回転しながら、刷毛やスプレーで塗った方がよい。そうすることで、乾燥を強化していることにもなり、かつ、膜化されなかった薬剤の残量分が、回転しながら、一様に金属表面に再度塗られることにつながり、一様な膜になる助けになる。また、一箇所に溜ることも避けることができる。

[0128] 「早期乾燥性を実現するための工夫」

本開示では、水溶性若しくは水分散性のポリマーの早期乾燥性の実現のために、下記の４つの構成からなる、必須構成と好ましい構成を考案し、活用した。

[0129] ＜必須構成＞

必須構成の1つは低級アルコールである。

すなわち、低級アルコールは、火気厳禁な環境でも使えることを意図するため、引火点６０℃以上になるように濃度調整した揮発性有機溶剤である、低級アルコールを活用して、早期乾燥を図る。薬剤の引火点は、望ましくは

、１５０℃以上、更に望ましくは２５０℃以上まで濃度調整されるとよい。なお、シンナー系のＶＯＣの使用を避ける。作業者の安全衛生と、ドラフト等の排気設備の設営等を避けて、作業できるようにするためである。

[0130] もうひとつの選択構成物の1つはアンモニア水である。

状況により、アンモニア水の揮発性も併せて活用し、ドラフト設備なく使うことができるレベルで、これらの濃度を適切な範囲に制御する。

構成の1つは金属石鹸の濃度と粒径である。

含有する金属石鹸の濃度と粒径を、適切な範囲に制御して、早期乾燥を実現させる。金属石鹸の粒径は１０μｍ以下とする。粒径は、望ましくは、５μｍ以下、更に望ましくは、１μｍ以下のものを使うことで、金属石鹸の表面積を増やすことで乾燥を強化する。

このとき、金属石鹸が互いに会合してダマになって、見かけの大きさが個々のサイズを超えて大きくなってしまわないように工夫が必要である。それは、金属石鹸を上記の低級アルコールと一旦は溶解させたうえで、水からなる溶剤、水系ポリマーの混合液へ混ぜることで実現を図る。

[0131] 金属石鹸は、潤滑剤の主成分としても働き、下記のアルカリ石鹸と併せた固体潤滑剤の合計重量の９５％以上を金属石鹸から構成されるようにする。全体の混合比については、溶剤が揮発・蒸発して、固体潤滑被膜となったもので見たとき、固体潤滑剤の総重量は、バインダー樹脂の重量１００に対して、０．０５～１．０を占めるものする。なお、固体潤滑剤の総重量は、金属石鹸９５％以上から構成される。

[0132] 本開示は、アルカリ石鹸を、潤滑のサポート的役割として用いてもよい。ただし、水に容易に溶解する石鹸の添加は、逆に、溶剤である水が粘度の高い、ゲル化した状態になる傾向となる。このため、薬剤の粘度が上がり、かつ、膜化するのに時間がかかるようになってしまう悪影響がある。あまりにゲル化させてしまうと、水が抜けきらず、乾いた状態に固体潤滑被膜を実現できなくなる。よって、アルカリ石鹸の適正量を微量なレベルで上限を規定する必要がある。そして、下記の粘性適正範囲になる範囲になるようにする

。かつ、上で述べた固体潤滑剤のうち、主成分の金属石鹸が９５％以上になるよう、つまり、アルカリ石鹸成分は５％以下を上限までとする。

[0133] 薬剤の粘度を、１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下に調合する。

水溶性若しくは水分散性のポリマー材料、金属石鹸等の添加物、上記の低級アルコールを含めて、薬剤として調合した際に、この粘度である必要がある。要は、粘性が低く、サラサラの液粘性にすることを意図する。粘度の下限は、設定しないが、おおよそ４０ｍＰａ・ｓｅｃ以上にはなる。水溶性若しくは水分散性のポリマー材料を入れて、水溶剤に調合した際には、水の粘度：１ｍＰａ・ｓｅｃにはなるはずはなく、粘度の高いものになる。そして、そのレベルがおおよそ４０ｍＰａ・ｓｅｃということになる。

[0134] ＜好ましい構成＞

薬剤を、構造体である管状の金属部品に塗布する際には、好ましくは、管状の構造体を回転させながら塗布した方がよい。塗ったあとも、そのまま回転させ続けた方が好ましい。塗布後に乾いていない薬剤が、回転によって６時に溜ることなく、送風等の乾燥促進を図るのと同様な効果を期待できるからである。

また、管状の金属部品（構造体）の場合、どうしても、６時位置に液が溜まって、最表層だけが乾燥に時間が掛かってしまう。それを含めた完全乾燥までには、長い時間が掛かる。このため、管外側に塗るときには、６時位置から垂れ落ちることを活用することが好ましい。又は、管外側でも菅内側でも、管を斜めに傾けて６時位置に溜る傾向がある薬剤を外に出すことを活用することが好ましい。

また、送風ブロアー乾燥、熱風ブロアー乾燥、赤外線照射、紫外線照射、熱処理等の乾燥強化するようなプロセスを活用することで、早期乾燥を図ってもよい。その場合、上記構成を採用した場合との相乗効果も期待できる。

[0135] 「低級アルコールと、アンモニアや第１アミンの活用と、薬剤全体としての引火点」

本開示では、低級アルコールとアンモニアの揮発性を活用し、固体潤滑剤

の主成分の金属石鹸のサイズとして細かいものを選択する。この結果、表面積を増やして早期乾燥し、薬剤自体の粘性を小さく流動性の高いものにする。これによって、厚膜化を避けて、水の揮発・蒸発を促進する。

ここでいう、低級アルコールとは、例えば、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコール、工業用エタノールの中から選択した１種類若しくは２種類以上の組み合わせを指す。

[0136] 低級アルコールのうち、炭素数４個以上の、つまり、ブタノール以上のものは、水に溶けにくい傾向が高くなる。このため、本開示では、炭素数３個以下の低級アルコールを用いる。ただし、これらは、高濃度の時には引火点が低く、火気厳禁の環境では用いることができない。したがって、最終的に調合された薬剤となったときの引火点が、６０℃以上、好ましくは１５０℃以上となるように薬剤を調合する。更に好ましくは、不燃として分類できるレベルに調合されることである。低級アルコール群は、最低でも０．５％以上含有することによって、揮発性を活用して、早期乾燥を実現できる。最も望ましくは、引火点が立たない、測定されない状況であり、不燃として定義される状態である。

[0137] 低級アルコール群は、乾燥強化のためであると同時に、添加物の金属石鹸をダマにすることなく、投入した時のサイズのまま会合することを避けて、調合する役割がある。

水にただ金属石鹸を溶かすと、撥水性があることも影響して、金属石鹸は水に混じることなく、かつ、互いに会合してダマになってしまう。せっかく、規定値以下の金属石鹸の粒径を、コーティング塗料に混ぜようとしても、金属石鹸を水に直接混ぜると、十分に分散しない。このため、膜になった状態でも片寄りのある膜になり、潤滑にも、耐食性にもよくない。

[0138] 本開示は、まず、低級アルコールに金属石鹸を入れて溶かす。そして、水溶性若しくは水分散性のポリマーと水の分散液に対し、低級アルコールと金属石鹸を混ぜた状態のものを混ぜる方法を採用する。このとき、低級アルコールの濃度、金属石鹸の含有量は、本開示が規定する範囲で入るように調整

することが必要である。

また、早期乾燥強化のために、低級アルコールを主とし、更に、アンモニアや第１アミンの揮発性を活用してもよい。

ここでいうアンモニアとは、アンモニア水である。市販された薬剤で、２８－３０％に調合されたアンモニア水である。ちなみに、アンモニア水自体は不燃である。なお、アンモニア水は、市販されているものとして、１０％とか、５％とか薄いレベルのものも存在する。しかし、本開示では、濃アンモニア水（２８－３０％）をベースに換算して議論する。

[0139] アンモニア水は、水系ポリマーが好ましいとされるｐＨ範囲の中性域、具体的にはｐＨ５～９程度に調合するための薬剤として用いることもある。アンモニア水は、低級アルコールの揮発効果と共に使ってもよい。

なお、揮発性の高い群に属する第１アミンの利用も、上記ｐＨを超えない条件下において許容される。第１アミンを、ｐＨをアルカリ側に振らせるように添加してもよい。そして、中性側からアルカリ側に振らせるために添加したアンモニア及び第１アミンを使って、揮発性を合わせて活用する。

[0140] ただし、第１アミンについては、特に、メチルアミンの取り扱いには注意が必要である。アンモニア水は不燃性として取り扱い可能である。一方、メチルアミンは、引火性が強いので、大量に入れると事故につながる懸念が高くなる。よって、第１アミンは、少量ならば使うことができるが、注意して取り扱うべきものである。揮発により乾燥強化するためには、低級アルコール群と、アンモニア及び第１アミンが占める重量は、全溶剤に対して３０％以下である必要がある。その上限は、引火点等で制限を受けるものである。

[0141] 本開示の薬剤には、水に難溶である代替フロン溶剤、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン等のハロゲン化溶媒、及びシンナーと呼ばれる薬剤群を含有させない。これらの薬剤は、地球環境、健康障害を含めて、使うのはよくない。また、ＶＯＣで、シンナーと呼ばれる薬剤群は、健康に有害とされることが多い、トルエン、キシレン、ベンゼン、ミネラルスピリッツ、及び、エーテル群、及び、広く鉱油と呼ばれるような油に分類される薬剤で

ある。

[0142] 本開示の薬剤の引火点を６０℃とする理由は、次の通りである。実際の井戸元において、油井管ねじ継手を締付けながら敷設する際に発生する温度として想定しうる温度として、高々６０℃未満と思われる。このため、まずは、この温度を下回らないようにする。これによって、揮発性薬剤による着火、火災のリスクを低くし、実質的にゼロにする。望ましい引火点として１５０℃、更に望ましい引火点として２５０℃としたのは、次の理由である。すなわち、井戸元の温度として、井戸底の温度でもっとも高い温度として２５０℃、また伝熱して井戸元の温度でありうる最も高めに想定できる温度として１５０℃が想定される場合があるので、そのように設定した。危険度ゼロにするには、引火点が測定できず、不燃として分類されるようにすることである。

[0143] 「金属石鹸の粒径と含有濃度、アルカリ石鹸の含有量」

本開示では、金属石鹸とアルカリ石鹸が、固体潤滑剤として機能する。更に、金属石鹸は、早期乾燥を強化するために、金属石鹸の粒径を小さくすることで表面積を増やして乾燥を促進させる。アルカリ石鹸は水主体溶媒に一旦は溶けてから、膜に取り込まれるか、膜の表面や膜の内部に析出した石鹸が現れる。しかし、アルカリ石鹸は、最終的には液状ではないので、固体潤滑剤として扱う。

以下の説明では、固体潤滑剤に、金属石鹸とアルカリ石鹸を含んだ石鹸成分のものを意味する。

[0144] 本開示では、早期乾燥の強化は、複数の因子が同時に達成されて実現するものである。上述した揮発性を有する低級アルコール群と、アンモニア及び第１アミンとからなる添加剤を適切な量を溶剤に入れて、これらの揮発性を活用する。そして、水系溶剤の揮発・蒸発を促進することをベースに、金属石鹸のサイズを規定し、且つダマにならずに均質に分散させる。また、薬剤が厚く塗れないように、薬剤の粘度を１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下にすることにする。同時に、潤滑性、耐食性を同時に実現するために、金属石鹸、ア

ルカリ石鹸の添加量を調整する必要がある。

[0145] 金属石鹸の粒径については、平均サイズが１０μｍ以下、望ましくは、５μｍ以下、更に望ましくは、１μｍ以下のものを使う。これよって、金属石鹸の表面積を増やすことで、乾燥を強化する。金属石鹸の粒径は、小さいほど、薬剤の乾燥が早くなる。ただし、重要なのは、金属石鹸が互いに分散して、この金属石鹸の粒径サイズが保たれ、金属石鹸がダマにならないことである。同時に、固体潤滑被膜の健全性を実現するために、金属石鹸の粒径が、固体潤滑被膜の膜厚を超えないことが必要である。膜厚を超えると、膜から金属石鹸が突出している感じになる。そして、強いトルクがかかったときに、膜へのダメージ、つまり剥離や削り取り他が大きくなってしまう。

一方、アルカリ石鹸については、水に溶けるので、サイズに関して規定はない。

[0146] 金属石鹸は、固体潤滑として主体成分であり、乾燥強化のためのキーとなる。一方で、アルカリ石鹸は、潤滑の補助的な役割で期待して調合したものである。

実際の井戸では、実寸ピンがボックスねじにセットされるときに、理想状態で想定するように、ピンねじがまっすぐボックスねじに差し込まれて、手締めで、ピンねじのねじ山がボックスねじに差し込まれるような状況になるのは稀である。実際には、ピンねじが不可避的に少しだけ斜めにセットされる。このため、ピンねじを手締めでセットしても、ピンねじのねじ山が略半分程度が露出した状態でしかセットできない。そのため、トングによる締付け初期には、ねじ同士の不均一な当たりがあって、固体潤滑被膜の表面にダメージが与えられることになりがちである。このとき、アルカリ石鹸によって、ボックスねじとピンねじが完全に噛み合う状態から、安定位置に滑り込むような潤滑サポートを期待するものである。図３にあった、トルクが立つまでに、スパイク状のトルクが立たないように、アルカリ石鹸によって、安定位置に滑り込ませるような潤滑を期待するものである。

[0147] 併せて、金属石鹸は、撥水性を有する。このため、固体潤滑被膜に小さな

ダメージがあったとしても、水を弾く効果がある分、耐食性アップに効果的に働くことが期待できる。すなわち、金属石鹸によって耐食性を担保する。

固体潤滑剤は、金属石鹸とアルカリ石鹸の重量で９５％以上占めるものとする。要は、５％程度の別の固体潤滑剤が混入するのを許容するが、固体潤滑剤のほとんどが、広く石鹸に属する材料で構成されることを意図したものである。

[0148] 上述したように、金属石鹸やアルカリ石鹸の含有量は、全薬剤でのバランスから考える。この場合、溶剤の容積を比重１として重量に換算した場合、膜を形成する全固体潤滑成分重量の、０．７倍～１００倍を占めたように調合する。全固体潤滑成分重量は、固体潤滑剤と、バインダー樹脂の重量和からなる。つまり、水を主体とする溶剤は、著しく濃い若しくは薄い状態を除けば、調合範囲が広い範囲で許容される。１００超えの場合には、水が多すぎて乾燥しづらくなる。また、水自体が錆びのもとになる懸念があるので、１０倍以下、更に望ましくは２倍以下であることが好ましい。

[0149] 溶剤は、乾燥途上で飛んでなくなるので、膜として存在するものは、バインダー樹脂成分と固体潤滑剤になる。

バインダー樹脂の重量に対する、固体潤滑剤の重量比が０．０１～１倍であり、その固体潤滑剤の中で、金属石鹸の重量が９５％以上を占めるように調合されていることが望ましい。下限が０．１倍なのは、それ未満であると、固体潤滑をサポートする部分が少なすぎて、潤滑の改善効果が期待できない。この場合、バインダー樹脂に強く力が掛かってしまった時には、膜が根こそぎ剥離してしまう可能性が高くなる。その結果として、焼き付きに至る懸念が高くなるためである。上限が１倍の理由は、溶剤に対して、金属石鹸分が多すぎて、膜自体の健全性がなくなり、少しの荷重で、膜が割れて、環境に曝される懸念が著しく高くなるからでもある。また、金属石鹸がダマにならず、細かいサイズの金属石鹸を維持するには、これくらいの濃度が限界ともいえる。

[0150] 「金属石鹸とアルカリ石鹸の種類について」

本開示では、金属石鹸とアルカリ石鹸は、以下のものを想定する。すなわち、金属石鹸とアルカリ石鹸は、下記のＡ群の脂肪酸とＢ群の金属元素からなる化合物からなる石鹸の、１種類若しくは２種類以上の組合わせからなる。

・Ａ群（ステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、モンタン酸）

・Ｂ群（Ｎａ、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｚｎ）

[0151] 本開示において、金属石鹸は、Ａ群の脂肪酸に対する、Ｂ群の、Ｍｇ塩、Ｃａ塩、Ｚｎ塩のうちの、１種類若しくは２種類以上の金属塩から構成されるものとする。アルカリ石鹸の金属塩は、Ｂ群の、Ｎａ塩かＫ塩のいずれか一方か両方の金属塩から構成される。

アルカリ金属塩は他にも市販されているが、その他の金属塩は、いわゆる、水に溶かして洗浄に使うような用途では使われていないため除外した。

[0152] 「薬剤の塗る量と、乾燥時間」

上述において、早期乾燥強化は、複数の因子が同時に達成されて実現するものとして説明した。すなわち、上述した揮発性を有する低級アルコール群と、アンモニア及び第１アミンが、引火点が低くなりすぎないという制限のもとに、適切な量を溶剤に入れる。そして、これらの揮発性を活用して、水系溶剤の揮発・蒸発を促進することをベースに、金属石鹸のサイズを小さく、かつ、金属石鹸がダマにならずに均質に分散させる。また、薬剤が厚く塗れないように、薬剤の粘度を１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下に調整する。

[0153] 更に、早期乾燥を確実する条件として、上記条件を前提にしたままで、実際に、塗布量０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下に均質に塗布することが、早期乾燥にとっては好ましい。この条件であれば、大気で常温放置の場合、常温（１５℃－３０℃、例えば２４℃）で、３０分以内に乾燥することが期待できる。また、送風乾燥の場合で３ｍｍ／ｓｅｃ以上の送風によって乾燥をした際に、常温において、５分以内に乾燥できる早期乾燥性が期待できる。

塗布量は、例えば０．２～０．０５ｇ／ｍｍ^{2}が好ましい範囲である。これ

以上、厚塗りすると、乾燥時間が遅くなる傾向と、どうしても垂れてくる分がある。そして、その部分の表層のみが乾かないことが起こる場合がある。また、０．０５ｇ／ｍｍ^{2}を切ると、乾燥は早くなる傾向があるが、防食性に不安が出てくる場合がある。

[0154] 「膜としての特性：膜厚、鉛筆硬度」

本開示では、薬剤が乾いて、固体潤滑被膜になった段階において、膜厚が１μｍ～１００μｍの範囲で、かつ、鉛筆硬度がＨ以下の軟質であることが好ましい。

本来ならば、１０μｍ～５０μｍ程度の均質な膜厚であればよい。しかし、上述のような粘度を有する薬剤を塗布した場合には、粘度が小さいがゆえに、いくら乾燥を強化しても、膜化できない塗料が垂れながら移動する傾向がある。油井管ねじ構造のように、ねじ山がある構造であれば、なおさら、ねじ山の谷部分、特に、時計で言うところの６時位置では、薬剤に溜る傾向も否定できない。また、薬液の表面張力によって、ねじ山構造の山のコーナー部分は薄くなる傾向もある。よって、膜厚を潤滑と耐食性を両立させるために、上記の範囲であることが好ましい。もっとも薄いところで１μｍ未満である場合には、焼き付く懸念が高くなる。また、１００μｍ超える場合には、潤滑時に削り取られて、その剥離片や粉状物質が、焼き付きの原因になる傾向がある。また、根こそぎ剥離して焼き付く可能性もある。

[0155] ここで、膜厚は、上記の通り、薬剤が乾いて、固体潤滑被膜になった段階の膜厚である。その膜厚の特定は、例えば、ねじ部の円周方向に沿った４箇所（例えば、９０度置きの４箇所）を長手方向に切断して得られる各断面について、それぞれ顕微鏡で観察することで実行する。その観察で、被膜の最も厚い部位と薄い部分とにおける各膜厚を特定する。そして、その各膜厚が、上記の範囲内か確認する。

なお、過去の測定結果から、膜厚分布の傾向が掴めている場合は、次のようにして膜厚を推定しても良い。すなわち、薬剤の塗布・乾燥方法が同じであれば、予め決めた特定の部位の膜厚を電磁膜厚計で測定することで、ねじ

部全体における膜厚の最大値と最小値を推定することも可能である。

[0156] 固体潤滑被膜の硬度は、Ｈ以下の鉛筆硬度であることが好ましい。

本開示の固体潤滑被膜は、あえて柔らかい膜質にして、強く当たったところでは、自らがわずかに削れていくことを想定して、潤滑特性の実現を図っているためである。また、鉛筆硬度がＨを超えて硬い場合には、根こそぎ剥離して、焼き付き懸念が高くなるおそれがあるからである。

なお、膜硬度の測定は、鉛筆硬度による。その測定方法は、ＪＩＳ　Ｋ５６００－５－４（１９９９）で規定して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規格には書いてある。本開示の鉛筆硬度の試験方法は、ＪＩＳ規格での規定に基づき評価したものとする。つまり、６Ｂ～Ｂ～ＨＢ～Ｆ～Ｈ～９Ｈまでは評価対象であり、９Ｈ以上の硬質は、それぞれ、≦６Ｂ、≧９Ｈと評価される。

[0157] 「ねじ継手を構成する油井管の、両側に塗る場合と、片塗りする場合と、片塗りするが対抗する面に別種の固体潤滑被膜がある状況」

本開示は、本開示の薬剤で構成される本開示の固体潤滑被膜が、潤滑対称面の両側に塗られる場合も、片側だけに塗って、もう片方には何も塗らない場合も、すべて包含する。

本開示の固体潤滑被膜が一方の部品にだけ形成される場合、本開示の固体潤滑被膜の鉛筆硬度が、対向する面にある別種の潤滑被膜に比べて、軟質であることが好ましい。本開示の固体潤滑被膜は軟質な膜であるように設計する。潤滑の際には、わずかに削れていくことを想定して、潤滑特性の実現を図っているため、自らが硬質であった際には、この効果を実現しえないからである。

[0158] 「固体潤滑被膜の耐食性評価方法」

本開示での耐食性評価は、鋼管に油井管ねじであるような、ねじ山構造を

付けた構造体に対して、ねじ山を守るために使われるプロテクタを、一旦締付けてから締戻した後に、プロテクタを外した状態で、固体潤滑被膜に対して塩水噴霧を実施する。そして、全面的に赤さびが出てくるものをＮＧとする基準で判断した。要は、耐食性の評価として、一旦膜に想定されうるダメージを与えてからの塩水噴霧による評価を実施した。

なお塩水噴霧の条件は、ＪＩＳ　Ｋ　５６００－７－１に即した方法で、５％ＮａＣｌの中性塩水噴霧条件（３５℃、湿度９８－９９％、噴霧１－２ｍＬ／Ｈｒ／８０ｃｍ^2、ｐＨ６．５－７．２）で実施し、８時間での評価に基づく。

[0159] ここで、本開示が対象とする金属部品の金属面には、例えば、旋盤加工、切削加工した面、研磨肌の面等が含まれる。なお、耐食性評価としては、ミルスケールが残存している部分は外した。管状構造の真円度や偏心によっては、ミルスケールがねじ山構造に含まれるようなサンプルになる場合がある。しかし、ミルスケールは、固体潤滑被膜を形成前に洗浄等した場合には、ミルスケールの微小な欠陥、穴、傷みたいなところに、水が入り込んでしまう。そして、その上から固体潤滑被膜を形成された時に、固体潤滑被膜は健全であっても、下地の鋼から点錆びが出ることがある。しかし、その点錆びは、固体潤滑被膜の錆びではないので評価から除外する。

[0160] 「潤滑の評価方法」

本開示の固体潤滑被膜が使われる環境の中で、もっとも厳しい潤滑条件とされる。すなわち、実井戸での締付けに沿った油井管ねじの締付け締戻し条件にて、潤滑を評価することにする。

ただし、実際の井戸や模擬井戸で、油井管ねじの固体潤滑挙動を評価することは、コスト費用の点からも、実験手配の時間の観点からも現実的ではない。

このため、本開示では、図５及び図６に示すような装置を用いて評価した。

[0161] この解決方法は、短尺ピンの上端部に、実長ピン１本～３本程度の重錘を

つけて荷重を負荷可能とする。且つ、ねじの初期セット位置を、ピンねじ山を、ボックスねじに対して半分程度露出する状態としてトングでの締付けを行う。このとき、締付け時には重錘を印加するが、締戻し時には重錘を印加しないようにしてピンねじを不安定化して、実際の井戸での締付け状況を模擬する。これによって、潤滑特性についての各パラメータの上下限を、実際の条件に沿った値とすることができる。この評価方法を、以下では、「重錘トングでの評価」とも呼ぶ。なお、本発明者の知見によれば、この重錘トングでの評価は、実井戸での締付け締戻しの際の評価を十分に再現出来ることを確認している。

この重錘トングでの評価を用いる背景は、次の通りである。すなわち、１ｍ程度の長さの短尺ピンを使った水平型のパワートングでの評価や、単純に短尺ピンを使った縦型のパワートングでの評価に頼ってしまうと、本開示の対象である「固体潤滑被膜の評価」においては、優れたものと誤解して評価してしまうためである。すなわち、発明を規定するパラメータの上下限が、意味のあるものではなくなってしまうことが挙げられる。

[0162] 固体潤滑被膜は、締付け締戻し時に、不可避的に固体潤滑被膜がダメージを受ける場合があり、剥離片や粉状の剥離物が、締付け締戻しに連動して、いつも動くとは限らない。連動しない場合は、ねじ間隙に詰まって焼き付きを誘発する。しかし、従来のような短尺ピンを使う評価では、ダメージを受けにくいので、本来ダメなものを良好と評価する懸念がある。一方で、従来のコンパウンドを使う潤滑では、粘性液体状のコンパウンドであるために、締付け締戻し時に連動して、コンパウンドが動く。このため、短尺ピンでの評価結果と、実際の井戸での評価が、大きな乖離がない。

[0163] 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。しかし、グリース状コンパウンドと比べて潤滑特性が劣る、固体潤滑被膜においては、その回数は実質的にありえない。これらは、ラボでよく見られる、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。それならば、その特性評価の値は可能であるが、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油井管での事例においては、１５～２０回レベルものは滅多にありえない。

以上のような考えから、後述の実施例での評価方法では、図５及び図６に示す装置を用いた重錘トング試験で評価した。模擬するのは、実際の井戸や模擬井戸で起こる締付け締戻試験を模擬する条件で、図３や図４（ａ）で見られるような、締め込み条件になることを模擬して、固体潤滑被膜の潤滑性を評価する。

[0164] 実際の井戸で起こっていることは、実寸ピン（約１２ｍ強のピン）であるがゆえに、初期セットする際には、「ピンを完全にはまっすぐセット」することができず、ピンが斜めに差し込まれるのが殆どである。実長のピンねじは、スタビング・ガイドを使っても、コンペンセータを使って真っすぐセットを試みても、理想的に真っすぐにセットされることはありえない。ピンねじは、ごく僅かに斜めに傾いてセットされてしまう。ピンねじのねじ山が、ボックスねじに隠れるまで締めこむことができることは、実際には決して起こることがない。ピンねじをボックスねじに差し込んで、手締めで更に締めこんでセットできる位置は、途中でねじ山同士が、部分的に当たってしまう。このため、ピンねじのねじ山を５山以上、又は、総ねじ山の半分程度くらいが、露出する状態でそれ以上進まなくなる。よって、トングでの締め込み当初は、荷重が立つまで数回転、例えば図３では約６．３回転まで回ってから、ピンねじとボックスねじが正規の位置で噛み合い始める。油井管ねじにおいては、多くのねじ状構造物と同じように、テーパー構造になっているので、最終的には安定的な位置で、ねじが噛み合うようにできている。誇張して表現すると、図７において、丸で囲った部分が強くダメージを受ける。そして、膜に対し亀裂、剥離等が微視的なレベルでは必ず起きている。すなわち、ピンねじ１ａがやや斜めにセットされてしまうがゆえに、ボックスねじ２のねじ山部２ａとの関係で、次のことが発生する。ピンねじ１ａの先端と

、ボックスねじのねじ山部２ａのねじ山の真ん中付近、及び、ピンねじ１ａの中央付近と、ボックスねじのねじ山部２ａの入り口付近で、ピンねじがあたる位置が強くダメージを受ける傾向がある。「ねじ山の真ん中付近」とは、ピンねじを差し込んで、ボックスねじに対して当たる位置付近である。「ボックスねじのねじ山部２ａの入り口付近」とは、ピンねじを差し込んだ時に、ボックスねじ２ａの入り口付近である。

[0165] 図３では、安定位置に来るまでの数回転、すなわち、定常的なトルクが立つようになるまでに、不規則にスパイク状のトルクが立つのがみられる。これは、ピンねじとボックスねじが不均質に当たることによって、固体潤滑被膜のダメージを受けていることと直結している。これを踏まえて、固体潤滑被膜の潤滑評価をする必要がある。不均質にねじ同士が当たることで、固体潤滑被膜が不可避的に削れる。その剥離片、破片が、ねじの締付け・締戻しに連動して動くとは限らない。そして、破片が、ねじ間隙に詰まってしまうと、焼き付きの主要因になる。ピンねじの初期セット位置が起因するガタツキ、実長ピンの自重、これらが重畳する。これによって、一様ではなく、偏った荷重が、ピンねじ、ボックスねじに当たっていて、固体潤滑被膜を不可避的に剥離したり、粉状になったりする。そして、これらが、ねじ間隙に詰まって、焼き付く影響をラボで模擬する方法で評価した。

[0166] 図５は、その試験方法の全体概念図、図６は、重錘３がかかわる部分の拡大図である。重錘トング試験では、縦型のパワートング４を使う。そして、短尺ねじ１とボックスねじ２が、ピンねじ部１ａのねじ山とボックスねじ部２ａのねじ山で締め付ける。その際に、ねじ山が噛み合わない状況を模擬するために、初期の仮締付け位置を、ピンねじ部１ａが、ボックスねじ２から、ねじ山総数の半分が露出してみえているようにセットする。これがガタツキの起因のひとつとなる。その状態からパワートング４での締付けを開始する。

その際に、ピン１の締付けねじとは反対側に、重錘３を取り付けておく。重錘３の重量は、実寸ピンを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１ｔｏｎ（２、２００Ｌｂ）、３本連結相当なら約３トン（６、６００Ｌｂ）となる。１本相当は陸上井戸の想定で、３本相当は海上井戸での締付けを想定している。

[0167] 図５の重錘３は、図６のように、重錘本体３Ａに溶接で差し込み棒１３が、重錘の軸対称位置に接合してあるものとする。差し込み棒１３をピン１の上側から差し込んで、重錘をピン１の上端に取り付ける。ピン１と差し込み棒１３に、貫通穴１ｄ、１３ａを予め開けておく。その貫通穴１ｄ、１３ａに、重錘３とピン１を一体化するべく、貫き棒１２を差し込んでセットする。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。締め付ける際には、重錘荷重がボックスねじに掛かるようにして、５～２０ｒｐｍでトルクが立つまで締め付ける。初期の仮締付け位置と、締付け・締戻しの高速回転が、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０．５～２ｒｐｍに落として、締付け位置まで締付けを実施する。

[0168] 実際の井戸での締付け締戻し試験の模擬として、特に緩める際には、重錘３の荷重を掛けても、あるいは、重錘３の荷重を掛けなくてもいずれでもよい。締戻し時には、重錘３の荷重を掛けない方が好ましい。下記の実施例では締戻し時には、重錘３の荷重を掛けない。荷重を掛けたまま締戻しを実施すると、締付け完了位置から緩める際に、重錘が「重し」やバランサーになって、真っ直ぐピンねじが上がってくるかのように緩まる。このため、ピンがガタつかず、締め戻す時に、固体潤滑被膜にダメージをむしろ与えない。荷重をゼロとしない条件でも、荷重を吊り上げて試験する。荷重が完全にゼロにならないものを含めて、荷重を緩めた状況の方が、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ことになる。締戻し時の回転速度は、トルクが立っているところでは、回転速度を０．５～２ｒｐｍで緩め始めて、トルクが締付けトルク値の１／１０程度まできた

ら、５～２０ｒｐｍの高速回転で緩める。本例では、締戻しが終わったら、ピンねじとボックスねじを締戻しで互いに切り離して、それぞれの表面をエアー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、再度締付けを継続する方法で評価を行った。

[0169] 潤滑評価に対しては、以下の方法と判定基準を使って判断する。

ＩＳＯ１３６７９の規定では、ケーシングサイズは３回以上の締付け締戻しを合格、チュービングサイズは１０回以上の締付け締戻しを合格と判断される。しかし、固体潤滑被膜による潤滑を考えた場合には、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、Ｍ／Ｂ回数は悪くなる傾向にある。その理由として挙げられるのは、次の通りである。グリース状のコンパウンドを使う従来の方法では、締付け締戻しのたびに、表面についたグリース状コンパウンドを有機溶剤で洗い流して表面を検査したあと、再度新しく、グリース状コンパウンドを塗りなおす。つまり、潤滑の主体が再度供給されることを意味する。一方で、固体潤滑被膜を使う潤滑では、ねじ表面をエアーブロー等でキレイにはするが、特段、潤滑成分を途中で足すことはない。この結果、どうしても、固体潤滑被膜を使う締付け締戻し回数が、少な目になる傾向は否定できない。

[0170] よって、本開示での締付け締戻し回数の規準として、ケーシングサイズは、３回以上の締付け締戻しを合格と判断した。チュービングサイズは、５回以上の締付け締戻しを合格と判断した。また、ケーシングサイズは、７”以上として、チュービングを７”未満として線引きして判断を行った。Ｍ／Ｂ回数に加えて、締戻し後、完全に緩んだら、ピンを上部に逃がして、ピンねじ表面と、ボックスねじ表面をエアーブロー後に観察して、焼き付きの有無を直接目視確認する。併せて、トルク・ターン・チャートを確認して、異常な点がないかを確認した。

[0171] ＮＧの判定は、次のように判定した。Ｍ／Ｂ回数の締付け締戻し途上で、ねじが緩まない場合には、その締付け締戻し時の回数で焼付いたと判定して、締付け締戻し回数を一つ前の回数として判定した。完全に緩められて、表

面が観察できるものについては、シール部分に、軽度な焼き付きが発生している場合には、その場でＮＧという判断を行う。そして、締付け締戻し回数を次の回数で焼付くとして判定して、その場で重錘トングによる締付け試験を完了とする。ねじ部分の非常に軽度の焼付きの場合は、リペアしてそのまま試験を継続する。このようにして実施する締付け締戻し回数で、上記述べた判定基準で良悪を選別した。

実施例

[0172] 以下、本開示に係る実施例について説明する。

（実施例１： 金属石鹸の調合の仕方と、一様に混ぜる方法）

本実施例１の検討群では、金属石鹸の混合方法について、液への混じり方で条件の選別を行う。下記の調合比の薬剤を使って、金属石鹸の調合の具合を調査した。

溶剤は、水を主体として、工業用エタノールとアンモニア水を混ぜたものを用いた。固体潤滑剤として、ステアリン酸Ｃａ（金属石鹸：粒径８～１０μｍ以下）とステアリン酸Ｎａ（アルカリ石鹸）が、重量比で９９：１に調合した。バインダー樹脂として、酢酸ビニル１００重量部の時に、メタクリル酸を１０重量部として調合させた、モノマーとして酢酸ビニル、メタクリル酸の共重合体を用いた。なお、ここでいう共重合体は、本開示で記載した、「アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー」が１００％であることに相当する。

[0173] それぞれの調合比は、固体潤滑剤（金属石鹸＋アルカリ石鹸）とバインダー樹脂の合計重量に対して、溶剤（水）（容積で測定して、比重１として重量に変換）が、３倍になるように調合した。また、固体潤滑剤の調合重量比は、バインダー樹脂の重量に対して、０．１倍とした。

これらの調合を実行するにあたり、水に対して、酢酸ビニル、メタクリル酸の共重合体を作るためのモノマーを混ぜたものを用意した。下記に示すように、金属石鹸を工業用エタノールと調合させ、更に、アンモニア水を入れて、ｐＨを７～８に調整した。そのうえで、最後にステアリン酸Ｎａを調合

して混ぜた。この基礎薬剤の中に、金属石鹸を混ぜる工夫を検討した。

[0174] ＜条件１＞

条件１は、ステアリン酸Ｃａを上記の調合比にしたがって、基礎薬剤中に直接投入して撹拌した事例である。条件１は、工業用エタノールを一切使わない事例である。

条件１では、金属石鹸が十分に混じり切らずに、表面に金属石鹸が浮いて互いに集合しているものがあった。すなわち、うまく均質に混ぜることができなかった。金属石鹸が水に不溶である従来からの知見を裏付けるような結果になった。

[0175] ＜条件２＞

条件２では、ステアリン酸Ｃａを上記の調合比にしたがって、基礎薬剤中に投入して撹拌した。そのあとから、Ｖｏｌ／Ｖｏｌ比で、水：１００に対して、工業用エタノール：２０を投入した。

条件２では、十分に混じり切らずに、表面に浮いて互いに集合しているものがあった。すなわち、うまく均質に混ぜることができなかった。条件２は、エタノールを後で混ぜても、金属石鹸はうまく混ざらないことを示している。

[0176] ＜条件３＞

条件３は、水：１００に対して、工業用エタノール：２０の量の、工業用エタノール中にステアリン酸Ｃａを別容器で撹拌させてから、つまり均質に混じってから、基礎薬剤中に投入して撹拌した例である。

条件３は、ほぼ均質に混じった例といえる。水にもアルコールにも不溶と言われているが、アルコール（エタノール）では、ステアリン酸Ｃａが、互いの粒が会合して、ダマになることなく、微細分散する状況が実現できることを確認した。よって、一旦エタノール（アルコール）に溶かしたあと、その状態を、基礎薬剤へ展開して撹拌することで、金属石鹸を均質に溶かした状況を作りだすことができることが分かった。

[0177] ＜条件４＞

条件４は、水：１００に対して、工業用エタノール：１の量の、工業用エタノール中にステアリン酸Ｃａを別容器で十分撹拌させてから、基礎薬剤中に投入した。条件４は、そのあとに続けて、工業用エタノール：１９の量を基礎薬剤中に投入して撹拌した例である。

条件４では、金属石鹸ステアリン酸Ｃａを少量のエタノール入れて混濁させた段階では、金属石鹸が十分に混じり切らずに、表面に浮いて互いに会合してダマになっているものがあった。すなわち、それを基礎薬剤中に混ぜた例であるが、うまく均質に混ぜることができなかった例にあたる。

[0178] ＜条件５＞

条件５は、水：１００に対して、工業用エタノール：１５の量の、工業用エタノール中にステアリン酸Ｃａを別容器で十分撹拌させてから、基礎薬剤中に投入した。条件５は、そのあとに続けて、工業用エタノール：５の量を基礎薬剤中に投入して撹拌した例である。

条件５の系では、金属石鹸ステアリン酸Ｃａは、工業用エタノール：１５に、すでに均質に混じっている状態であった。このため、その状態から、更に工業用エタノールを加えても、ほぼ均質に混じった例といえる。

[0179] これらの条件１～５の例から分かったことは、次の通りである。すなわち、適切な低級アルコールの適切な量、つまり十分に金属石鹸が混ぜることができる量で、適切量以下の金属石鹸を均質に溶解したものを一旦用意して、薬剤本体に入れて撹拌する。この場合には、金属石鹸を、水が主体な溶剤に混ぜることができるということである。そして、低級アルコールの容積で、一様に混ぜることができない量の金属石鹸の場合には、基礎薬剤に投入したあと、追加で、工業用エタノールを加えても混じらない傾向が高いことが分かった。

[0180] なお、以下の実施例では、金属石鹸が一様に混ざった薬剤であることを前提にしたものとして、更に、実施例を示す。

（実施例２： 早期乾燥性と、塗布量と、乾燥方法）

本実施例２の検討群は、薬剤を油井管ねじの構造に塗って、乾燥具合で良

悪を選別する。アルコールとアンモニア水の調合比、アルコールの種別の違い、金属石鹸のサイズについて検討した。下記の個々の薬剤の条件を変えたものを系統的に用意して、早期乾燥性について調査した。

[0181] 溶剤の水１００に対して、アルコールとアンモニア水から溶剤が構成されていて、固体潤滑剤は、金属石鹸とアルカリ石鹸から構成した。バインダー樹脂として、アクリル酸を１００重量部の時、モノマーとしてポリビニルアルコールを６重量部として調合した共重合体を用いた。ポリビニルアルコールは、例えば、ポバールで、酢酸ビニルモノマーを重合したポリ酢酸ビニルを鹸化したものである。

それぞれの調合比は、今回の検討内容に相当している。そして、溶剤系では、溶剤（水）を１００としたとき（容積で測定して、比重１として重量に変換したもの）に、工業用エタノールとアンモニア水について、調合条件を振った条件を用意した。

[0182] 併せて、固体潤滑剤（金属石鹸＋アルカリ石鹸）とバインダー樹脂の合計重量と、溶剤との調合バランス、及び、固体潤滑被膜中の金属石鹸、アルカリ石鹸の重量比を変えたものを用意する。更に、金属石鹸のサイズを変えたものを用意した。そして、それぞれの乾燥条件を見た。

調合方法は、最後の一つ前にステアリン酸Ｎａを調合して混ぜた。最後に、アンモニア水（約２８％）は、ｐＨを６．５～８．５に調整するために最後にまぜた。

上述の実施例１の検討群で判明している方法、すなわち、金属石鹸を「低級アルコール（エタノール：実施例１）」に事前に混ぜてから混入する方法を使った。ここで言う工業用エタノールとは、高純度なエタノールである。ただし、酒税法にかからないレベルで、メタノールやイソプロピルアルコールが混入しているものを指す。

[0183] 共通の実験条件として、油井管ねじは、材料が炭素鋼、Ｌ８０グレードで、サイズが、５．５” ２３＃、ねじがＪＦＥＢＥＡＲ™のピンねじで、短尺７００－１０００ｍｍ長さで両端に加工したものを用意した。薬剤の塗り

方は、まず、一般のペンキ用刷毛（刷毛の日本規格：２０号：５０ｍｍ幅）に薬剤を浸した。それから、短尺ピンを、２本の同一回数で回るローラの上にのせて、１周１０秒～２０秒程度の速度で回しながら塗った（図８参照）。２本のローラは、５．５”２３＃ピンねじの、おおよそ、５時、７時位置で接触する２本の軸回転式ローラとした。また、刷毛３０をパイプ３１の長手方向に、ねじ回転に対して、刷毛３０が垂直に当たりながら、一方向に１度だけ掃くように、刷毛の同じ位置でねじの同じ箇所を重ね塗りはしないように、塗布した。塗った部分は、ねじ全域、ピンねじ先端の端面と、内側に１０ｍｍ程度と、ねじ山の切り上がり（ランナウト部分）のねじ山のない領域３０～５０ｍｍ程度までであった。両端を１セットで評価した。なお、内側に１０ｍｍ程度は、刷毛が回り込むので不可避的に塗れてしまう。ねじ山のない領域３０～５０ｍｍ程度は、刷毛が回り込むので不可避的に塗れてしまう。

[0184] まず、大気放置乾燥の例として、片側を塗ったあとに放置した。引き続いて、大気放置乾燥の例として、もう片方は、同じく回転させながら塗って、回転は続けながらハンドドライヤーの大気送風モードで２段階風量切り替えのうち、小さい方で、例えば１ｍ／ｓｅｃで、空気を当てながら乾燥させた。そして、乾燥時間を記録した。そのあと、パイプの回転を止めて、静置乾燥側の乾燥時間も併せて記録した。手で触って、指紋が残らず、べとつかないものを乾燥と判断した。

[0185] 乾燥を判断する位置は、パイプの上部側、時計で言うところの８時から４時位置の乾燥で判断した。なお、放置乾燥側でも同じ判断位置とした。大量に塗布した場合には、静置位置で６時位置にコーティング液が溜まってしまうことが起こった。しかし、ごく表面以外は、すでに硬化しているので、塗料の乾燥としては問題ないと判断に基づいて、この判断基準とした。

静置乾燥は、３０分で乾燥と見なせない場合には、３０分以上として記録した。なお、当日の屋内気温は２５～２８℃で、乾燥時もほぼその温度になっている。強制乾燥条件を、単なる送風条件にしたのは、熱風送付条件より

も乾燥が遅く、厳しめの条件ではある。しかし、この乾燥条件でＯＫであれば、どんな強制乾燥条件でも合格と判定できるため、もっとも想定されうる厳しい条件での検討という意味である。

[0186] 塗布重量は、刷毛の重量差から算出した。ただし、粘性が小さく、流動性が高い薬剤なので、特に塗布後放置した側では、６時に位置に半乾きの塗料が溜まっている感じになった。究極には、６時位置から滴り落ちる部分もあるが、その量は無視して、塗布前後の単なる刷毛の重量差を塗布量とした。また、液の粘度は、例外を除き、約８５０ｍＰａ・ｓｅｃで、全条件で大きくは変化がなかった。例外とは、溶剤の調合比を大きくした場合には、８５０ｍＰａ・ｓｅｃを下回った。流動性が低い例外は、下記のＮｏ．２－１０～２－１４がこれに当たる。溶剤の調合比を大きくした場合とは、例えば、水系溶剤で薄く混合した薬剤を使用した場合である。

[0187] なお、以下の事例では、膜重量は説明するが、膜厚の話を論じない。一例だけ膜厚を測定した事例があり、Ｎｏ．２－５の断面検鏡を実施した。油井管ねじのピンねじ形状で、ねじ谷が２０～５０μｍで、山の部分が２０～４０μｍ程度になっていた。また、スタビング・フランク部（ねじを締める際に当たるねじの縦壁部分）及びロード・フランク部（ねじを緩める際に当たるねじの縦壁部分）は５～１０μｍになっていた。刷毛のあたり方次第で、例えば、刷毛塗りの継ぎ目で、バラツキがあるのが実態であった。刷毛塗りの継ぎ目とは、刷毛を再度薬剤につけて、再度塗るとか、塗液の出方が少なくなった時に、刷毛から塗液を搾りだすために刷毛を強く押すタイミング等の、非定常部分である。そのため、本実施例の検討では、刷毛塗りで、かつ、パイプ自体も回転している。これによって、一様に塗ることを意図した。しかし、液自体の粘度が小さいこともあり、乾いたところから膜化するが、一方で乾かなった塗料部分は、回転によって塗料が溜まりやすい。つまり、ねじ谷の溝へ移動していることが、この膜厚差の原因にも見えた。このレベルの膜厚差を有した上で特性を評価した。しかし、乾燥自体の評価は、パイプを回転させる限り一様に乾燥する傾向が高いので、乾燥完了の判断は、も

っとも乾燥が遅い場所での乾燥時間で以って判断した。

[0188] 表１～３にその詳細を示す。

これらは、乾燥時間に関する検討例である。なお、Ｍ／Ｂ回数に代表される油井管ねじの潤滑特性は、表１～３では評価判断の対象にしていない。表中の「＊」は、規定を外れることを意味する。「＊＊」は、好適な範囲を超えたものを意味する。

ここでの評価判定は、本発明例（乾燥ＯＫ）/本発明例（△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）/比較例で評価した。

[0189] 本発明例（乾燥ＯＫ）は、乾燥時間が本願の請求項１０，１１に規定された適正範囲内であって、かつ、請求項１～９で示されている範囲をクリアしているものとした。

本発明例（△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）は、乾燥時間の観点でＮＧである条件を含んだ事例ではある。つまり、好適な範囲を逸脱するものである。しかし、本開示が規定する発明範囲内になるものを指す。但し、締付け締戻し試験は示されていない。

比較例は、乾燥時間の観点でＮＧか、固体被膜の形成が良好でなくＭ／Ｂ回数の合格を期待できない。それがために、締付け締戻し試験自体が困難であるためＮＧであることを含んでいる。更に、本開示が規定する発明範囲から逸脱したものを指す。

[0190]

[表1]

No.	溶剤（水以外のもの：水の容積100に対して）		固体潤滑剤（金属石鹸、アルカリ石鹸の薬剤名にそれぞれの重量）※金属石鹸はサイズを括弧で記載			調合比		鉛筆硬度	塗布量(g)	塗布量 (mg/mm^2)	乾燥時間	乾燥時間に関して、本発明例/比較例を判断
	アルコール	アンモニア水 (or 第1アミン)	金属石鹸(サイズ)	金属石鹸重量/全石鹸成分(%)	アルカリ石鹸	アルカリ石鹸重量/全石鹸成分(%)	溶剤/(固体潤滑剤+バインダー樹脂)	固体潤滑剤/バインダー樹脂				
2-1	-*	-	ステアリン酸Ca(5um)	100	-	0	1.0	0.15	2B	13g	0.114**	送風乾燥：15分以上* 放置乾燥：（1時間では乾燥せず、さらに5～7時に未乾燥が大量に溜る） 金属石鹸（撥水性）が水だけの溶剤には溶けないので、固体潤滑剤は、バインダー樹脂に均質分散できていない*	比較例
2-2	工業エタノール：6	-	ステアリン酸Ca(5um)	100	-	0	1.1	0.15	2B	8g	0.066	送風乾燥：4.8分 放置乾燥：23分	本発明例（乾燥OK）
2-3	工業エタノール：6	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	100	-	0	1.1	0.15	2B	8g	0.065	送風乾燥：4.5分 放置乾燥：21分	本発明例（乾燥OK）
2-4	工業エタノール：6	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	7g	0.053	送風乾燥：4.5分 放置乾燥：22分	本発明例（乾燥OK）
2-5	工業エタノール：6	0.5 (メチルアミン)	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	7g	0.053	送風乾燥：4.5分 放置乾燥：24分	本発明例（乾燥OK）
2-6	工業エタノール：10	1.0	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	6g	0.046	送風乾燥：90秒 放置乾燥：15分	本発明例（乾燥OK）
2-7	工業エタノール：25	1.0	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.10	2B	6g	0.053	送風乾燥：55秒 放置乾燥：5分	本発明例（乾燥OK）
2-8	工業エタノール：25	-	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1	0.15	2B	5g	0.038	送風乾燥：62秒 放置乾燥：6.5分	本発明例（乾燥OK）
2-9	工業エタノール：43	2.0	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	6g	0.057	送風乾燥：40秒 放置乾燥：4.5分	本発明例（乾燥OK）
2-10	工業エタノール：25	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	0.7	0.15	2B	4g	0.035	送風乾燥：40秒 放置乾燥：4.5分	本発明例（乾燥OK）
2-11	工業エタノール：25	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	30	0.15	2B	4g	0.033	送風乾燥：4.5分 放置乾燥：28分	本発明例（乾燥OK）
2-12	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	20	0.15	2B	3g	0.024	送風乾燥：4分 放置乾燥：25分	本発明例（乾燥OK）
2-13	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	50	0.15	2B	2g	0.015	送風乾燥：5分 放置乾燥：25分	本発明例（乾燥OK）

*：規定を外れるもの、**：好適な範囲を外れるもの

[0191]

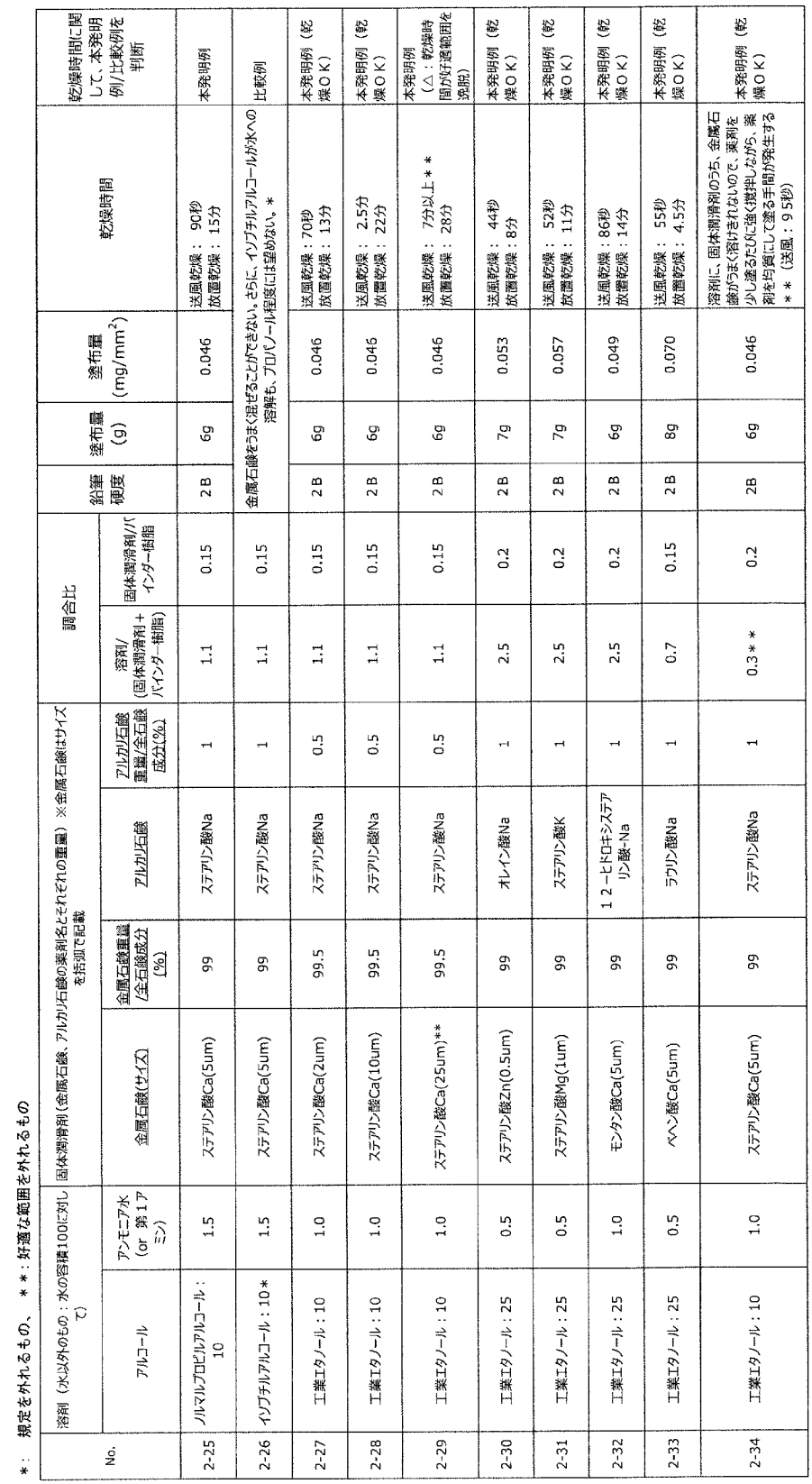
[表2]

＊：規定を外れるもの、＊＊：好適な範囲を外れるもの

No.	溶剤（水以外のもの：水の容積100に対して）		固体潤滑剤（金属石鹸、アルカリ石鹸の薬剤名とそれぞれの重量）※金属石鹸はサイズを括弧で記載				調合比		鉛筆硬度	塗布量(g)	塗布量 (mg/mm^2)	乾燥時間	乾燥時間に関して、本発明例/比較例を判断
	アルコール	アンモニア水（or 第1アミン）	金属石鹸(サイズ)	金属石鹸重量/全石鹸成分(%)	アルカリ石鹸	アルカリ石鹸重量/全石鹸成分(%)	溶剤/(固体潤滑剤＋バインダー樹脂)	固体潤滑剤/バインダー樹脂					
2-14	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	100	0.15	2B	1g	0.008	送風乾燥：5分 放置乾燥：30分	本発明例（乾燥OK）
2-15	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	130＊＊	0.15	2B	1g	0.009	送風乾燥：12分＊＊ 放置乾燥：25分	本発明例 （△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）
2-16	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	2.5	1.0	2B	6g	0.049	送風乾燥：45秒 放置乾燥：5分	本発明例
2-17	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	2.5	1.0	2B	12g	0.11＊＊	送風乾燥：4.9分 放置乾燥：35分＊＊	本発明例 （△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）
2-18	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	95	ステアリン酸Na	5	2.5	1.0	2B	6g	0.049	送風乾燥：5分 放置乾燥：28分	本発明例（乾燥OK）
2-19	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	90＊	ステアリン酸Na	10＊＊	2.5	1.5＊	2B	6g	0.050	送風乾燥：5分 放置乾燥：30分超＊＊ アルカリ石鹸成分が多すぎて、コーティング薬剤の粘性が高くなりすぎ、塗布するも、一様に塗りにくい＊	比較例
2-20	工業エタノール：40	0.5	ステアリン酸Ca(5um)	80＊	ステアリン酸Na	20＊＊	2.5	1.5＊	アルカリ石鹸成分が多すぎて、コーティング薬剤の粘性が高くなりすぎ、塗布するも、一様に塗れない。また、乾くのに、規定時間を超えてしまった＊				比較例
2-21	メタノール：10	1.0	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	6g	0.046	送風乾燥：90秒 放置乾燥：15分	本発明例（乾燥OK）
2-22	イソプロピルアルコール：10	1.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	6g	0.046	送風乾燥：90秒 放置乾燥：15分	本発明例（乾燥OK）
2-23	イソプロピルアルコール：10	1.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	12g	0.091	送風乾燥：4.8分 放置乾燥：29分	本発明例（乾燥OK）
2-24	イソプロピルアルコール：10	1.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	15g	0.12＊＊	送風乾燥：6分＊＊ 放置乾燥：30分超＊＊	本発明例 （△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）

[0192]

[表3]



＊：規定を外れるもの、＊＊：好適な範囲を外れるもの

No.	溶剤（水以外のもの：水の容積100に対して）		固体潤滑剤（金属石鹸、アルカリ石鹸の薬剤名にそれぞれの重量）※金属石鹸はサイズを括弧で記載				調合比		鉛筆硬度	塗布量(g)	塗布量 (mg/mm^2)	乾燥時間	乾燥時間に関して、本発明例/比較例を判断
	アルコール	アンモニア水（or 第1アミン）	金属石鹸(サイズ)	金属石鹸重量/全石鹸成分(%)	アルカリ石鹸	アルカリ石鹸重量/全石鹸成分(%)	溶剤/(固体潤滑剤＋バインダー樹脂)	固体潤滑剤/バインダー樹脂					
2-25	ノルマルプロピルアルコール：10	1.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	2B	6g	0.046	送風乾燥： 90秒 放置乾燥：15分	本発明例
2-26	イソプチルアルコール：10＊	1.5	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	1.1	0.15	金属石鹸をうまく混ぜることができない。さらに、イソプチルアルコールが水への溶解も、プロパノール程度には望めない。＊				比較例
2-27	工業エタノール：10	1.0	ステアリン酸Ca(2um)	99.5	ステアリン酸Na	0.5	1.1	0.15	2B	6g	0.046	送風乾燥：70秒 放置乾燥：13分	本発明例（乾燥ＯＫ）
2-28	工業エタノール：10	1.0	ステアリン酸Ca(10um)	99.5	ステアリン酸Na	0.5	1.1	0.15	2B	6g	0.046	送風乾燥： 2.5分 放置乾燥： 22分	本発明例（乾燥ＯＫ）
2-29	工業エタノール：10	1.0	ステアリン酸Ca(25um)＊＊	99.5	ステアリン酸Na	0.5	1.1	0.15	2B	6g	0.046	送風乾燥： 7分以上＊＊ 放置乾燥： 28分	本発明例 （△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）
2-30	工業エタノール：25	0.5	ステアリン酸Zn(0.5um)	99	オレイン酸Na	1	2.5	0.2	2B	7g	0.053	送風乾燥： 44秒 放置乾燥：8分	本発明例（乾燥ＯＫ）
2-31	工業エタノール：25	0.5	ステアリン酸Mg(1um)	99	ステアリン酸K	1	2.5	0.2	2B	7g	0.057	送風乾燥： 52秒 放置乾燥： 11分	本発明例（乾燥ＯＫ）
2-32	工業エタノール：25	1.0	モンタン酸Ca(5um)	99	１２－ヒドロキシステアリン酸-Na	1	2.5	0.2	2B	6g	0.049	送風乾燥：86秒 放置乾燥：14分	本発明例（乾燥ＯＫ）
2-33	工業エタノール：25	0.5	ベヘン酸Ca(5um)	99	ラウリン酸Na	1	0.7	0.15	2B	8g	0.070	送風乾燥： 55秒 放置乾燥： 4.5分	本発明例（乾燥ＯＫ）
2-34	工業エタノール：10	1.0	ステアリン酸Ca(5um)	99	ステアリン酸Na	1	0.3＊＊	0.2	2B	6g	0.046	溶剤に、固体潤滑剤のうち、金属石鹸が全く溶け込まないので、薬剤を少し塗るたびに強く擦りだしながら、薬剤を均質にして塗る手間が発生する＊＊（送風：９５秒）	本発明例（乾燥ＯＫ）

[0193] Ｎｏ．２－１～Ｎｏ．２－３は、アルカリ石鹸が入っていない事例である

。同時に、Ｎｏ．２－１は、溶剤にアルコール、アンモニア水も入っていない例でもある。

Ｎｏ．２－１は、実施例で検討したバインダー樹脂（アクリル酸とビニルアルコールの共重合体）の、厚塗りの限界の若干超えた状態での乾燥状態を調べたものである。これが、この配合のバインダー樹脂がもつ乾燥の特性ということになる。これは比較例にあたる。具体的には、溶剤は水だけであり、アルコール、アンモニア水等を含まない。水だけであるために、撥水性が特徴のステアリン酸Ｃａが、薬剤段階でも均質分散して溶けていないこともある。このため、固体被膜になった状態でも、多くのステアリン酸Ｃａ成分が、膜内に取り込まれず、膜の上に載った状態になっていて、固体潤滑被膜としては良好とは言えない。また、乾燥時間も長くなっている事例で、比較例の位置づけになる。

[0194] Ｎｏ．２－２とＮｏ．２－３は、共に、エタノールが水１００に対して、容積比（Ｖｏｌ／ＶｏｌＩ）で６である。前者は、アンモニア水を含まず、後者は、アンモニア水を０．５の割合で調合した事例である。共に、塗布量は目標範囲内であり、送風乾燥も放置乾燥も目標値を満たしている。つまり、本発明例（乾燥ＯＫ）にあたる。Ｎｏ．２－３の方が、乾燥時間が若干短くなって改善している。アンモニア水の含有影響で、揮発性が多少なりとも良好に推移した可能性を示している。

[0195] Ｎｏ．２－４は、Ｎｏ．２－３に対して、アルカリ石鹸成分が僅かに添加された事例である。金属石鹸（ステアリン酸Ｃａ）とアルカリ石鹸（ステアリン酸Ｎａ）が９９：１の重量割合で添加されている。Ｎｏ．２－３と遜色のない乾燥時間であり、本発明例である。

Ｎｏ．２－５は、Ｎｏ．２－４のアンモニア水が、第一アミンのメチルアミンが入った事例である。Ｎｏ．2-4と同レベルの乾燥性能を有し、本発明例である。

上述のＮｏ．２－４と、Ｎｏ．２－６～２－９は、工業用エタノールの割合を、順に、水容積１００に対して、順に６、１０、２５、２５、４３と増

やした事例である。また、これらの事例は、アンモニアは、順に、０．５、１．０、１．０、添加無し、２．０の事例に相当する。

[0196] 総じていうと、Ｎｏ．２－４、２－５、２－７と２－８、２－９の順で、乾燥時間が、送風乾燥でも放置乾燥でも順に短くなった。この事例では、工業用エタノールが多い方が、乾燥が早くなることを示している。これらはすべて本発明例（乾燥ＯＫ）である。

Ｎｏ．２－７の事例は、アンモニアはなくても、工業用エタノールだけの揮発能力だけで、乾燥強化できることを示している。Ｎｏ．２－４、2-5、２－６、２－８の例から、アンモニアは、早期乾燥に良好な影響を与えていると解釈できる。

また、Ｎｏ．２－９の事例は、アルコールとアンモニア水の和が、水容積に対して４５の事例で、この範囲までは乾燥も何ら問題がないことを意味している。

[0197] Ｎｏ．２－１０～２－１５の事例は、固形分（固体潤滑剤成分重量＋バインダー樹脂合計重量）に対する、溶剤の重量比を検討した結果である。なお、溶剤の重量とは、水とアルコールとアンモニアからなる溶剤の容積を仮に比重１として、重量変化したものを指す。

Ｎｏ．２－１０～Ｎｏ．２－１１は、水容積１００に対して、工業用エタノールが２５での検討事例である。Ｎｏ．２－１２～１５は、工業用エタノールが４０での検討事例である。固形分に対する溶剤の重量比が、前者のグループは順に、０．７、３０の事例である。後者のグループでは順に、２０、５０、１００、１３０の事例である。

[0198] 固形分に対する溶剤の重量比が１００までなら、本開示で目標とする乾燥時間はクリアでき、本発明例（乾燥ＯＫ）にあたる（Ｎｏ．２－１１～２－１４）。一方、１００を超えて１３０の事例のＮｏ．２－１５では、乾燥時間のうち、放置乾燥が目標をクリアすることができず、本発明例（△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）となっている。乾燥時間の基準をクリアできていないが、本開示の基本構造は満足しているという意味である。但し、潤滑挙動

は、実施例２では掲載していない。

[0199] Ｎｏ．２－１６～２－２０は、アルカリ石鹸分を増やした時の検討結果である。溶剤が多めになった検討事例（溶剤の重量比が、２．５）でもあり、アルコールの含有量も多い事例である。金属石鹸とアルカリ石鹸の重量比が、順に、９９：１、９９：１、９５：５、９０：１０、８０：２０の事例である。更に、ＮＯ．２－１６と２－１７の事例は、塗布量が違い、前者が６ｇ、後者が１２ｇで、後者が、塗布量も目標値０．１ｇ／ｍｍ^{2}を若干超えた事例でもある。

[0200] Ｎｏ．２－１６と２－１７は、送風乾燥に対しては基準をクリアしている。しかし、放置乾燥では、前者が基準をクリアしていて、後者は基準をクリアできていない事例である。後者での塗布量が前者の２倍塗布されていることもあり、乾燥時間の基準を超えてしまったと推定される。塗布量を規定値：０．１ｇ／ｍｍ^{2}を超えると、特に放置乾燥では、乾燥時間の好適範囲基準を満たせないことがあることが示唆される。前者は本発明例（乾燥ＯＫ）にあたり、後者は本発明例（△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）に相当する。好適な乾燥時間を除けば、本願の規定する範囲をクリアしているからである。

[0201] Ｎｏ．２－１８は、アルカリ石鹸の含有規定値の上限での事例である。Ｎｏ．２－１５と比べて乾燥時間は伸びているが、目標はクリアできている。本発明例（乾燥ＯＫ）にあたる。

一方、Ｎｏ．２－１９、２－２０は、目標を超えて、アルカリ石鹸成分（ステアリン酸Ｎａ）が多すぎて、溶剤の粘度が増して、一様に塗りにくくなった。更に、塗っても、乾くのに時間がかかりすぎて、目標値をクリアできない。したがって、多すぎる量のアルカリ石鹸を入れるのが、よくないことを示している。特に、Ｎｏ．２－２０は、乾燥時間の好適範囲の基準を超えて長くなると共に、粘性が上がりすぎて、一様で塗布できない、塗布しにくい事例である。Ｎｏ．２－２０は、ムラとか、液だれ的な乾燥が非常に遅いところがあり、正確に乾燥時間を見いだせなかった。ゆえに、Ｎｏ．２－１９、２－２０は、比較例にあたる。

[0202] Ｎｏ．２－２１～２－２６の事例は、低級アルコールの一連の検討である。

Ｎｏ．２－２１が、メタノール、Ｎｏ．２-２２～２－２４が、イソプロピルアルコール、Ｎｏ．２－２５が、ノルマルプロピルアルコール、Ｎｏ．２－２６が、イソブチルアルコールの検討事例にあたる。

Ｎｏ．２－２２～２－２４は、固体潤滑被膜（固体潤滑被膜）の膜厚の影響も併せて調査した結果である。

[0203] Ｎｏ．２-２１～２-２５までの炭素数３までの事例である。メタノール、エタノール（Ｎｏ．２－２～２－２０の事例）、イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコールを用いる際には、金属石鹸含有量を規定量である。同時、膜厚の目標値である０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下であることを満たしていれば、乾燥目標を満足できることを示している。Ｎｏ．２－２１～２－２３、Ｎｏ．２－２５が本発明例（乾燥ＯＫ）にあたる。

一方で、Ｎｏ．２－２４は、イソプロピルアルコールで、膜厚が目標値を超えていた事例で、乾燥時間好適範囲の目標値に満たなかった事例である。本開示の基本構造は満足することから（実験データは省略）、本発明例（△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）にあたる。

[0204] Ｎｏ．２－２６は、炭素数４のイソブチルアルコールの事例であった。塗布する以前の問題として、薬剤の調合の際に、金属石鹸が水系溶媒にうまく混じらなかったので、比較例とした。炭素数が増えると、水との固溶性能が徐々に乏しくなる。このことから、イソブチルアルコールに一様に金属石鹸を分散溶解することができても、これらを水に展開して混合させた状態にして、塗料として考えた場合に、次のことが言える。すなわち、イソブチルアルコールと金属石鹸の溶けたものが、水主体の溶剤にはうまく混じっていかなかったと推定される。そのため、乾燥時間を論じる前に、一様な塗膜が形成されないため、比較例に位置付けた。

[0205] Ｎｏ．２-２７～２～３３の事例は、金属石鹸、アルカリ石鹸の種類と、金属石鹸の粒径の影響を調査した結果である。Ｎｏ．２－２７～２－２９がス

テアリン酸Ｃａ、ステアリン酸Ｎａの事例である。Ｎｏ．２－３０がステアリン酸Ｚｎ、オレイン酸Ｎａの事例である。Ｎｏ．２－３１がステアリン酸Ｍｇ、ステアリン酸Ｋの事例である。Ｎｏ．２－３２が、モンタン酸Ｃａ、１２－ヒドロキシステアリン酸Ｎａ、Ｎｏ．２－３３が、ベヘン酸Ｃａ、ラウリン酸Ｎａの事例である。そして、金属石鹸の細粒の影響を調査したものである。

[0206] Ｎｏ．２－２９の事例のように、金属石鹸の粒径２５μｍの時には、乾燥時間が規定を超えて長くなってしまう。しかし、他の事例の１０μｍ以下の粒径の場合には、乾燥時間の好適範囲の規定を満足していて、早期乾燥が可能になる。つまり、金属石鹸を入れると、乾燥は強化される傾向はあるものの、粒径を１０μｍ以下にしておくことで、乾燥時間の目標をクリアできる傾向になることがわかる。また、金属石鹸、アルカリ石鹸の種別についても、本開示の範囲内は特に問題なく、適用できることがわかった。

[0207] Ｎｏ．２－２９は、本発明例（△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）として判定でき、Ｎｏ．２－２７～２－３４は、本発明例（乾燥ＯＫ）にあたる。

Ｎｏ．２－２９が本発明例（△：乾燥時間が好適範囲を逸脱）にあたるのは、次の理由である。すなわち、金属石鹸（ステアリン酸Ｃａ）が２５μｍであり、上述したように、油井管ねじの縦壁状部分、スタビング・フランク、ロード・フランクの膜厚が、金属石鹸の粒径よりも小さい領域が存在することが多い。このため、潤滑時に、常時、膜の健全性が保つことができないこと、及び長期の防錆性に問題が起こることがあることも想定できる。

[0208] （実施例３： 潤滑性から見た各条件の影響）

本実施例３の検討群は、油井管ねじの構造に、薬剤を塗って、膜化して、重錘トング試験にて、潤滑挙動を調査した結果で発明を説明するものである。

重錘は締付け時に全重量印加するようにした。一方、締戻す時には、重錘荷重をゼロに近づけるように、図５の天井クレーン２０で吊り上げるように、ガタツキを模擬しるように図った。様々な条件の組み合わせ検討内容を系

統的に用意して、潤滑挙動、つまり、Ｍ／Ｂ回数で以って可否を判断した。

すでに、実施例１で検討した内容を反映して、金属石鹸分は、均質分散するように事前に低級アルコールに分散して一様に溶解させて薬剤とした。

[0209] 重錘トングでの潤滑特性の判定基準は、すでに上述のように、ケーシングサイズは、３回以上の締付け締戻しを合格と判断した。チュービングサイズは、５回以上の締付け締戻しを合格と判断した。また、ケーシングサイズは、７”以上として、チュービングを７”未満として線引きして判断を行った。ＡＰＩ－５Ｃ５等のねじ試験規格では、チュービング相当材は、ＡＰＩ－ｍｏｄコンパウンドを付けた従来潤滑要求特性では、１０回以上のＭ／Ｂ回数を達成するのが基準である。しかし、固体潤滑被膜では、膜自体が徐々に削れていくことが避けられないため、回数が減少傾向にあるので、本願では、５回以上を合格範囲に設定した。

[0210] Ｍ／Ｂ回数に加えて、締戻し後、完全に緩んだら、ピンを上部に逃がした。そして、ピンねじ表面と、ボックスねじ表面をエアーブロー後に観察して、焼き付きの有無を直接目視確認する。併せて、トルク・ターン・チャートを確認して、異常な点がないかを確認した。判定方法は、次のようにした。Ｍ／Ｂ回数の締付け締戻し途上で、ねじが緩まない場合には、その締付け締戻し時の回数で焼付いたと判定して、締付け締戻し回数を一つ前の回数として判定した。

[0211] 完全に緩められて、表面が観察できるものについては、シール部分に、軽度であっても焼き付きが発生している場合にはＮＧという判断を行った。そして、締付け締戻し回数を次の回数で焼付くとして判定して、その場で重錘トングによる締付け回数を記録して、締付け締戻し試験を完了とする。シール部分ではなく、ねじ部分の非常に軽度の焼付きの場合は、リペアしてそのまま試験を継続する。このようにして実施する締付け締戻し回数で、上記述べた判定基準で良悪を選別した。

条件及び結果を表４～１２に示す。表中の各パラメータにある、符号「＊」は、規定を外れることを意味する。符号「＊＊」は、好適な範囲を超えた

ものを意味する。

[0212] [表4]

＊： 規定を外れるもの、 ＊＊：好適な範囲を外れるもの

No.	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	溶剤（水以外のもの：水の容積100に対して）				固体潤滑剤（金属石鹸、アルカリ石鹸の薬剤名とそれぞれの重量比）※金属石鹸はサイズを括弧で記載				
					アルコール	アンモニア水	他	水と低級アルコールの体積和/全溶剤体積和（%）	金属石鹸	アルカリ石鹸	他	調合比-1 金属石鹸/(金属石鹸＋アルカリ石鹸）（%）	調合比-2（金属石鹸＋アルカリ石鹸）/全固体潤滑剤（%）
3-1	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：2	–	98.3	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-2	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：2	–	98.3	ステアリン酸Ca(1um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-3	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：2	–	98.3	ステアリン酸Ca(10um)	－＊＊	–	100%	100%
3-4	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：2	–	98.3	ステアリン酸Ca(10um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-5	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：2	–	98.3	ステアリン酸Ca(25-um＊＊)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-6	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：2	–	98.3	ステアリン酸Ca(25-um＊＊)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-7	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：2	–	98.3	ステアリン酸Ca(25-um＊＊)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-8	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：2	–	98.3	ステアリン酸Ca(25-um＊＊)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-9	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：25	アンモニア水：2	–	98.4	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-10	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：25	アンモニア水：2	–	98.4	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-11	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-12	P110	7″	38#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-13	Q125	9-5/8″	53.5#	JFELION	工業エタノール：35	アンモニア水：1	–	99.3	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	98%	100%
3-14	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	工業エタノール：35	アンモニア水：1	–	99.3	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	98%	100%
3-15	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	工業エタノール：35	アンモニア水：1	–	99.3	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	98%	100%
3-16	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	工業エタノール：45	アンモニア水：1	–	99.3	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	98%	100%
3-17	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	工業エタノール：60*	アンモニア水：1	–	99.3	ステアリン酸Ca(5um)	ステアリン酸Na	–	98%	100%

[0213]

[表5]

＊： 規定を外れるもの、 ＊＊：好適な範囲を外れるもの

No.	バインダー樹脂			引火点	調合比		粘性	塗布方法	塗布量	膜厚
	バインダー樹脂(アクリレート系、またはメタクリレート系モノマーの重量を100とした時の調合比)	それ以外	バインダー樹脂中のアクリレート、またはメタクリレート系モノマーの占める割合（重量%）		溶剤（比重1として重量変換）/（固体潤滑剤＋バインダー樹脂）	固体潤滑剤/バインダー樹脂				
3-1	スチレン・アクリル酸の共重合体（500：100）	－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で20um
3-2		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で20um
3-3		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で20um
3-4		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で20um
3-5		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で20um
3-6		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.19g/mm2	ねじの山部分で50um
3-7		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.38g/mm2	ねじの山部分で100um
3-8		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.58g/mm2	ねじの山部分で180um**
3-9		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	（未測定）膜厚は、上記No.2-1,2-2と同じレベル
3-10		－	100%	70C	2.0	0.15	400mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	（未測定）膜厚は、上記No.2-1,2-2に近いレベルであるが、静置乾燥ゆえに若干のバラツキ有
3-11		水溶性フェノール樹脂(11重量部)	90%	85C	1.8	0.12	650mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.11g/mm2	ねじの山部分で25um但し、乾燥時間が長い分、液だれの影響も僅かにあって、PINねじ溝を超えないレベルの膜厚ムラは存在
3-12		水溶性フェノール樹脂(35重量部)	74%*	80C	1.8	0.12	1300mPa･sec**	回転しながら刷毛塗り	0.11g/mm2	ねじの山部分で25um狙いに塗布するが、半乾燥状態で定義できず
3-13	酢酸ビニルブチルアクリレート、ポリビニール重合体（420：100：75）	－	100%	65C	2.8	1.5＊＊	1000mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.1g/mm2	ねじの山部分で35um
3-14		－	100%	65C	3.5	1.0	1000mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.1g/mm2	ねじの山部分で35um
3-15		－	100%	65C	3.5	1.0	1000mPa･sec	静置しパイプ位置を変えずに、手塗りで一様に塗る	0.1g/mm2	（未測定）上記に近いがバラツキ有
3-16		－	100%	60C	3.5	1.0	1000mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.15g/mm2	ねじの山部分で35um
3-17		－	100%	40C＊＊	6.0	1.0	1000mPa･sec	静置しパイプ位置を変えずに、手塗りで一様に塗る	0.1g/mm2	（未測定）上記No.2-7に近いが膜厚にバラツキ有

[0214]

[表6]

＊： 規定を外れるもの、 ＊＊：好適な範囲を外れるもの

No.	鉛筆硬度	大気放放置時間 or強制乾燥	塗布するねじ面	片面塗布の場合の、もう片方の膜情報	重錘トングの荷重条件	M/B回数	M/B回数の合否	備考
3-1	3B	パイプ回転しながら、送風乾燥：３分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-2	3B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1分20秒	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-3	3B	パイプ回転しながら、送風乾燥：5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	3回	合格	本発明例
3-4	3B	パイプ回転しながら、送風乾燥：5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	8回 7回	合格	本発明例
3-5	3B	パイプ回転しながら、送風乾燥：7分＊＊	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	2回 3回	不合格	比較例
3-6	3B	パイプ回転しながら、送風乾燥：23分**	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	6回 7回	合格	本発明例
3-7	3B	パイプ回転しながら、熱風乾燥：8分**	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	3回	合格	本発明例
3-8	3B	パイプ回転しながら、熱風乾燥：13分**	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	2回* 3回	不合格	比較例
3-9	3B	パイプ回転しながら、そのまま乾燥を待った：15分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-10	3B	静置して乾燥20分（8時～4時位置）	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	5回	合格	本発明例
3-11	3B	送風乾燥して１時間しても、半濡れ的で粘性液体状のまま** よって、乾燥させてからMake/break試験を実施	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	2ton（3本連結想定）	3回	合格	本発明例
3-12	半濡れ状で定義できず	送風乾燥しても、一晩待っても、一部が粘性液体状のまま＊	PINねじ	半濡れ膜だったので、潤滑試験ができなかった＊				比較例
3-13	2B	パイプ回転しながら、送風乾燥：2.5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	3ton（3本連結想定）	3回	合格	本発明例
3-14	2B	パイプ回転しながら、送風乾燥：2.5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	3ton（3本連結想定）	≧5回（5回で打止め）	合格	本発明例
3-15	2B	静置して乾燥20分（8時～4時位置）	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	3ton（3本連結想定）	4回	合格	本発明例
3-16	2B	静置して乾燥20分（8時～4時位置）	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	3ton（3本連結想定）	3回	合格	本発明例
3-17	2B	静置して乾燥12分（8時～4時位置）	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Hの固体潤滑膜A	3ton（3本連結想定）	5回 1回* 2回*	不合格	比較例

[0215]

[表7]

＊： 規定を外れるもの、 ＊＊：好適な範囲を外れるもの

No.	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	溶剤（水以外のもの：水の容積100に対して）				固体潤滑剤（金属石鹸、アルカリ石鹸の薬剤名とそれぞれの重量比）※金属石鹸はサイズを括弧で記載				
					アルコール	アンモニア水	他	水と低級アルコールの体積和/全溶剤体積和（%）	金属石鹸	アルカリ石鹸	他	調合比-1 金属石鹸/(金属石鹸＋アルカリ石鹸)（%）	調合比-2 (金属石鹸＋アルカリ石鹸)/全固体潤滑剤（%）
3-18	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：ゼロ＊	–	–	100	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-19	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：0.5	–	–	99.0	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-20	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：1	アンモニア水：1	–	99.0	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-21	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：5	アンモニア水：2	–	98.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-22	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：5	アンモニア水：2	–	98.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	黒鉛	99%	95%
3-23	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：5	アンモニア水：2	–	98.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	黒鉛	99%	85%＊
3-24	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：5	アンモニア水：2	–	98.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	BN	99%	95%
3-25	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-26	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：2	–	98.2	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-27	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：2	–	98.2	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-28	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：2	–	98.2	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：99（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na：1	–	99%	100%
3-29	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：2	–	98.2	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：99（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na：1	–	99%	100%
3-30	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：2	–	98.2	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：99（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na：1	–	99%	100%
3-31	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：2	–	98.2	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：99（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na：1	–	99%	100%
3-32	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：2	–	98.2	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：99（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na：1	–	99%	100%
3-33	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：14	–	DMSO：6	95.0	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-34	HP2-13CR-110	9-5/8"	43.5#	JFELION	工業エタノール：10	アンモニア水：2	DMSO：12	88.7＊	ステアリン酸Ca/Zn(10um)（St-Ca:St-Zn=1：1）	ステアリン酸Na	–	99%	100%

[0216]

[表8]

＊： 規定を外れるもの、 ＊＊：好適な範囲を外れるもの

No.	バインダー樹脂			引火点	調合比		粘性	塗布方法	塗布量	膜厚
	バインダー樹脂(アクリレート系、またはメタクリレート系モノマーの重量を100とした時の調合比)	それ以外	バインダー樹脂中のアクリレート、またはメタクリレート系モノマーの占める割合（重量%）		溶剤（比重1として重量変換）/(固体潤滑剤＋バインダー樹脂)	固体潤滑剤/バインダー樹脂				
3-18	エチレン・メタクリル酸共重合樹脂（30：100）※ただし、ここのエチレンとは、エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドのランダム共重合体を使って、メタクリル酸に重合させるエチレンの重量部を指す）	－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.25g/mm2	ねじの山部分で25um
3-19		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.25g/mm2	ねじの山部分で25um
3-20		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.25g/mm2	ねじの山部分で25um
3-21		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.25g/mm2	ねじの山部分で25um
3-22		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.12g/mm2	ねじの山部分で25um
3-23		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.12g/mm2	ねじの山部分で25um
3-24		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.12g/mm2	ねじの山部分で25um
3-25		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.06g/mm2	ねじの山部分で15um
3-26		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	静置しパイプ位置を変えずに、手塗りで一様に塗る	0.06g/mm2	（未測定）上記に近いがバラツキ有
3-27		－	100%	不燃	1.5	0.2	600mPa･sec	静置しパイプ位置を変えずに、手塗りで一様に塗る	0.06g/mm2	（未測定）上記に近いがバラツキ有
3-28			100%	不燃	100	0.6	600mPa･sec	回転塗布とパイプ回転しながら温風乾燥5分を複数回繰り返して製膜	0.10g/mm2	ねじの山部分で20um
3-29			100%	不燃	150＊＊	5.0＊＊	600mPa･sec	回転塗布とパイプ回転しながら温風乾燥5分を複数回繰り返して製膜	0.12g/mm2	ねじの山部分で25um
3-30			100%	不燃	0.7	0.1	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で18um
3-31			100%	不燃	0.5**	0.08**	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.09g/mm2	ねじの山部分で20um
3-32			100%	不燃	0.6**	1.1**	600mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で18um
3-33		－	100%	不燃	1.5	0.2	500mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.06g/mm2	ねじの山部分で15um
3-34		－	100%	不燃	1.5	0.2	340mPa･sec	回転しながら刷毛塗り	0.06g/mm2	ねじの山部分で15um

[0217]

[表9]

＊：　規定を外れるもの、　＊＊：好適な範囲を外れるもの

No.	鉛筆硬度	大気放放置時間 or強制乾燥	塗布するねじ面	片面塗布の場合の、もう片方の膜情報	重錘トングの荷重条件	M/B回数	M/B回数の合否	備考
3-18	4B	パイプ回転しながら、ドライヤー100℃超え温風乾燥：3分（※送風乾燥では25分）	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	1回＊	不合格	比較例
3-19	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-20	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：4分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-21	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：3分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-22	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：3分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	≧7回（7回で打止め）	合格	本発明例
3-23	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：3分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	1回	不合格	比較例
3-24	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：3分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	≧5回（5回で打止め）	合格	本発明例
3-25	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：2.5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-26	4B	静置して乾燥25分（8時～4時位置）完全乾燥(半湿れ部分なし)	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	6回	合格	本発明例
3-27	4B	静置して乾燥25分（8時～4時位置）、但し、5~7時位置には半湿れの部分が残る	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	3回	合格	本発明例
3-28	4B	回転塗布とパイプ回転しながら温風乾燥５分を複数回繰り返して製膜	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	6回	合格	本発明例
3-29	4B	回転塗布とパイプ回転しながら温風乾燥５分を複数回繰り返して製膜	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	3回	合格	本発明例
3-30	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1.5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-31	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1.2分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	3回	合格	本発明例
3-32	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1.5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	4回	合格	本発明例
3-33	4B	パイプ回転しながら、送風乾燥では５分で乾燥せず、熱風なら10分で乾燥できる。大気放置では30分で乾燥できない。＊＊	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	3回	合格	本発明例
3-34	4B	大気放置乾燥でも、送風乾燥（熱風も含む）で乾燥しない。200℃程度の熱処理では、膜化できるが、粘性が低いこともあり、焼成処理中に、液だれ、液だれが起きて、一様な膜が形成されなかった。＊	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	2ton（3本弱の長さの連結想定）	2回	不合格	比較例

[0218]

[表10]

No.	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	溶剤（水以外のもの：水の容積100に対して）			固体潤滑剤（金属石鹸、アルカリ石鹸の薬剤名とそれぞれの重量比）※金属石鹸はサイズを括弧で記載				
					アルコール	アンモニア水	他	水と低級アルコールの体積和/全溶剤体積和（%）	金属石鹸	アルカリ石鹸	他	調合比-1 金属石鹸+アルカリ石鹸）（%）	調合比-2 （金属石鹸+アルカリ石鹸）/全固体潤滑剤（%）
3-35	T95	5.5"	23#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：(St-Ca:St-Zn=1：1)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-36	T95	5.5"	23#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：(St-Ca:St-Zn=1：1)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-37	T95	5.5"	23#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：(St-Ca:St-Zn=1：1)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-38	T95	5.5"	23#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリンZn(5um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-39	T95	5.5"	23#	JFELION	工業エタノール：15	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリンBa(5um)	ステアリン酸Na	–	99%	100%
3-40	T95	3.5	9.2#	JFEBEAR	工業エタノール：10	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：(St-Ca:St-Zn=1：1)	ステアリン酸Na	–	97%	100%
3-41	T95	3.5	9.2#	JFEBEAR	工業エタノール：10	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：(St-Ca:St-Zn=1：1)	ステアリン酸N	–	97%	100%
3-42	T95	3.5	9.2#	JFEBEAR	工業エタノール：10	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：(St-Ca:St-Zn=1：1)	ステアリン酸Na	–	97%	100%
3-43	T95	3.5	9.2#	JFEBEAR	工業エタノール：10	アンモニア水：1	–	99.1	ステアリン酸Ca/Zn(10um)：(St-Ca:St-Zn=1：1)	ステアリン酸Na	–	97%	100%

*：　規定を外れるもの、　**：好適な範囲を外れるもの

[0219]

[表11]

No.	バインダー樹脂			引火点	調合比		粘性	塗布方法	塗布量	膜厚
	バインダー樹脂(アクリレート系、またはメタクリレート系モノマーの重量を100とした時の調合比)	それ以外	バインダー樹脂中のアクリレート、またはメタクリレート系モノマーの占める割合（重量%）		溶剤（比重1として重量変換）/(固体潤滑剤+バインダー樹脂)	固体潤滑剤/バインダー樹脂				
3-35	ダイアセトンアクリルアミド（DAAD:1種のアクリレート）と、ジフェニルメタンジイソシアネート重合体（MDI：ウレタン化合物）（100：40）	–	100%	不燃	7.6	0.3	350mPa·sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で25um
3-36		–	100%	不燃	7.6	0.3	350mPa·sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で25um
3-37		–	100%	不燃	7.6	0.3	350mPa·sec	静置しパイプ位置を変えず(に、手塗りで一様に塗る	0.08g/mm2	ねじの山部分で25um
3-38		–	100%	不燃	7.6	0.3	350mPa·sec	回転しながら刷毛塗り	0.11g/mm2	ねじの山部分で30um
3-39		–	100%	不燃	7.6	0.3	350mPa·sec	回転しながら刷毛塗り	0.13g/mm2	ねじの山部分で30um
3-40	アクリル酸と水酸化ビニルの共重合体（100：30）	–	100%	不燃	3.5	0.2	740mPa·sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で25um
3-41		–	100%	不燃	3.5	0.2	740mPa·sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で25um
3-42		–	100%	不燃	3.5	0.2	740mPa·sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で25um
3-43		–	100%	不燃	3.5	0.2	740mPa·sec	回転しながら刷毛塗り	0.08g/mm2	ねじの山部分で25um

*：規定を外れるもの、**：好適な範囲を外れるもの

[0220]

[表12]

No.	鉛筆硬度	大気放置時間 or強制乾燥	塗布するねじ面	片面塗布の場合の、もう片方の膜情報	重錘トングの荷重条件	M/B回数	M/B回数の合否	備考
3-35	B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	1ton（3本弱の想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-36	B	静置して乾燥15分（8時～4時位置）	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	1ton（3本弱の想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-37	B	静置して乾燥23分（8時～4時位置）	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	1ton（3本弱の想定）	9回	合格	本発明例
3-38	B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	1ton（3本弱の想定）	8回	合格	本発明例
3-39	B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	1ton（3本弱の想定）	9回	合格	本発明例
3-40	B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1.5分	PINねじ	ボックスねじ：鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜A	500kg（3本の長さの連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例
3-41	B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1.5分	PINねじ	ボックスねじ：リン酸Mn処理膜だけ	500kg（3本の長さの連結想定）	3回	合格	本発明例
3-42	B	パイプ回転しながら、送風乾燥：1.5分（PINねじも、BOXねじも）	PINねじ BOXネジ共に	←PINねじに同じ	500kg（3本の長さの連結想定）	5回	合格	本発明例
3-43	B	パイプ回転しながら、送風乾燥：2.5分	BOXねじ	PINねじに、鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑膜Aを形成	500kg（3本の長さの連結想定）	≧10回（10回で打止め）	合格	本発明例

＊：規定をかれるもの、＊＊：好適な範囲をかれるもの

[0221] 表中で、数多く登場する「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」というのは、次の通りである。すなわち、炭素鋼の場合には、リン酸Ｍｎ化成処理膜、ス

テンレス系材料の場合には、Ｃｕ－Ｓｎ電気めっき膜（Ｓｎ；４５－４７％）の下地層を形成した上に、固体潤滑被膜を形成したものである。この場合、バインダー樹脂：ポリアミドイミド膜、固体潤滑剤：ＰＴＦＥと微量MoS_2（１－３％）からほぼ一様に分散しているとみなせる構造になっている。そして、固体潤滑被膜の膜厚が５０μｍ－８０μｍのものを指す。膜厚は、ねじ山の膜厚の測定値とする。鉛筆硬度が３Ｈであることを含めて、共通で、同じ固体潤滑被膜を指す。なお、ねじ山の個々の部分の膜厚の分布は、次の通りである。すなわち、油井管ねじのねじ山デザインが逆フック型構造を取る。このため、薬剤を工夫して塗布して均質膜厚を目指すものの、ロードフランク部、スタビングフランク部のねじ山が縦壁部分の膜厚は、少なくなる傾向が避けられない。しかし、固体潤滑被膜の製膜を工夫することで、ねじ山の膜厚測定値に対して、縦壁部分でも、半分以上の膜厚が確保できるように製膜させた。

[0222] Ｎｏ．３－１～３－１２は、材料グレード、炭素鋼：Ｐ１１０材で、７”３８#のＪＦＥＬＩＯＮ™ねじに対して、薬剤として、スチレン・アクリル酸の共重合体（アクリレート系を１００重量部とした時に、スチレンが５００重量部）としたものである。そして、それを、ピンねじ側に形成された事例である。また、ボックスねじ側は、上記の「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」を形成された条件である。その場合の下地には、リン酸Ｍｎ化成処理膜形成されているものである。３本連結時の締付け相当の重錘２ｔｏｎを使った締付け締戻し試験を実施して、可否判断を行った。

[0223] Ｎｏ.３－１～３－８の事例は、水容積１００に対して、工業用エタノールが１５、アンモニア水が２の割合で溶剤が構成されている。調合比もこれらは共通で、規定の範囲内で同じ条件で調合されている。金属石鹸のサイズと、アルカリ石鹸の有無、膜厚の条件が違う検討事例である。Ｎｏ．３－１～3-4は、金属石鹸（ステアリン酸Ｃａ）の粒径サイズが、それぞれ、５μｍ、１μｍ、１０μｍ（この例だけアルカリ石鹸含有無し）、１０μｍの事例である。Ｎｏ．３－１、２、４は、重錘トングでのＭ／Ｂ回数が、１０回以

上（１０回で打ち止めた）で、良好な潤滑挙動を示し、本発明例にあたる。Ｎｏ．３－３は、Ｍ／Ｂ回数は３回にとどまり、本発明例にはあたる。しかし、Ｎｏ．３－３は、アルカリ石鹸成分が含有していたＮｏ．３－１、２、４よりも、潤滑特性は劣化した。アルカリ石鹸の添加が、潤滑改善に効いていることを示している。

[0224] Ｎｏ．３－５～３－８は、共に、金属石鹸のサイズが２５μｍである。ただし、固体潤滑被膜の膜厚が、順に、２０μｍ、５０μｍ、１００μｍ、１８０μｍの事例である。また、これらの事例は乾燥時間が、順に、送風乾燥７分、送風乾燥２３分、熱風乾燥８分、熱風乾燥１０分となった事例である。Ｎｏ．３－７、３－８では、熱風ブロワー（出力１０００Ｗ）を使った乾燥である。

総じていうと、Ｎｏ．３－１～３－４と比べて長くなっている傾向がある。この変化は、固体潤滑膜が大きくなった点と、金属石鹸の粒径が影響していると考えられる。金属石鹸の粒径が小さくて分散していた方が、表面積が増える分だけ、かつ、膜内での乾燥ポイントが増える。その結果として、乾燥が加速することが期待できる。しかし、これらの事例では、サイズが大きい分、それを期待できないことと、膜厚の影響で、乾燥に要する体積が増えたことで説明ができる。

[0225] Ｎｏ．３－５は膜厚２０μｍの事例であり、膜厚に対して、金属石鹸のサイズが大きい事例になっている。これらは、金属石鹸が膜厚よりも大きいときに、膜の健全性が保ちにくい箇所があり、その部分から破壊されて焼き付きが起こる事例である。Ｎｏ．３－６（膜厚５０μｍ）は、Ｍ／Ｂ回数が６回又は７回で、発明例に相当する。Ｎｏ．３－７、３－８は、膜厚影響を調べたものである。前者は、膜厚が１００μｍでＭ／Ｂ回数がクリアできるものの、後者は、膜厚が１８０μｍでＭ／Ｂ回数が一部のものが基準の３回を満たないものが出てくることがある。つまり、膜厚が１００μｍを超えると潤滑性能が劣化することがあることを示している。

[0226] Ｎｏ．３－９、１０は乾燥方法を変えて行った比較検討事例である。これ

らをＮｏ．３－１と比較して説明する。上述のＮｏ．３－１は、Ｍ／Ｂ回数が１０回以上（１０回で打ち止めにした）できた事例である。Ｎｏ．３－９は、パイプを回転させながら刷毛で１塗りするところまでは同じである。ただし、そのままピンねじパイプだけ回転だけさせて、大気で乾燥させた事例で、１５分で乾いた事例である。Ｎｏ．３－１０では、回転塗布後に、回転を止めて静置した状態で乾燥を行ったもので、乾燥時間が余分にかかった事例である。

[0227] なお、乾燥の判断は、上述したように、８時から４時位置のパイプの上側で実施した。その判断ができるのは、塗膜の下部はすでに膜化しているところがあり、それは８時から４時位置の乾燥で推定できるからである。また、この場合、液溜まりのある、５～７時位置も、塗膜下部に加えて、表面は乾いているが、まだ、中まで完全に乾いていない状態なので、耐食性には問題ないとみなすことができるからである。潤滑挙動は、この例が示す通り、Ｎｏ．３－１や３－９と比べて、やや劣るものの合格範囲であり、潤滑は優れた範囲にあるとみなすことができ、本発明例と見なすことができる。その理由は、薬剤が、粘度が小さい分、流動性が高く、塗り終わり時に乾ききっていない塗料がねじ山に沿って液の移動（液垂れ）があった事実と相関しているように見えた。５～７時の位置は、表面は乾いているが、まだ、中まで完全に乾いていない部分の影響と見なせるものの、合格範囲ではある。

[0228] Ｎｏ．３－１１～３－１２の事例は、バインダー樹脂に、アクリレート系、またはメタクリレート系以外のバインダー樹脂成分以外のものが含有した場合の検討事例である。はメタクリレート系以外のバインダー樹脂成分を１００重量部とした時に、水溶性フェノール樹脂をそれぞれ、１１重量部、３５重量部を調合した事例である。前者が本発明例にあたり、後者が、規格上限を超えて調合された事例で、比較例にあたる。

[0229] 全バインダー樹脂中に、アクリレート系、またはメタクリレート系以外のバインダー樹脂が含有される重量割合で示すと、順に、９０％、７４％（※規格９０％に満たない）になる事例である。前者は、Ｍ／Ｂ回数が規定を満

たし発明例である。前者は、溶剤/（固体潤滑剤＋バインダー樹脂）の調合比が１．８、固体潤滑剤/バインダー樹脂の重量比が０．１２、粘性が６５０ｍＰａ・ｓｅｃの事例である。後者は、順に、１．８、０．１２、１３００ｍＰａ・ｓｅｃの事例である。

一方、後者は、固体潤滑被膜を２５μｍ狙いで塗布したものの完全乾燥に至らなかった。そして、塗布後１晩待っても乾燥せず、半濡れ状態であり、締付け締戻し試験を行えないため、比較例と判断した。

[0230] Ｎｏ．３－１３～３－１７の事例は、材料グレード、炭素鋼：Ｑ１２５材で、９－５／８”５３．５＃のＪＦＥＬＩＯＮ™ねじに対して、薬剤として、酢酸ビニル－ブチルアクリレート、ポリビニール重合体（４２０：１００：７５）である。それを、ピンねじ側に形成された事例である。また、ボックスねじ側は、上記の「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」を形成された条件である。そして、その条件の下地には、リン酸Ｍｎ化成処理膜形成されているものである。３本連結時の締付け相当の重錘３ｔｏｎを使った締付け締戻し試験を実施して、可否判断を行ったものである。低級アルコール（エタノール）の添加を増加し、揮発性を高めて、乾燥を強化した検討事例である。

[0231] 順に、溶剤が、水１００に対して、工業用エタノールを３５、３５、３５、４５、６０の事例である。また、塗布方法が、順に、回転塗布／送風乾燥、回転塗布／送風乾燥、静置塗布（手塗）／静置乾燥、回転塗布／静置乾燥、静置塗布（手塗）／静置乾燥の事例である。

低級アルコールを規格上限の４５を超えて６０含有したＮｏ．３－１７のみが締付け締戻し回数の基準を満たさないことが起こる。重錘トングで締付け締戻し試験を行うと、５回、１回、２回というように、合格レベルであるものの、総じてＭ／Ｂ回数が悪かった。したがって、比較例とした。これは、早期乾燥しすぎて、膜厚の一様性がなしえていない場合があることを示唆している。また、引火点が４０℃で、井戸元で塗ることを想定すると、爆発等の事故の危険性であるので、その点でも不合格と判定できる。

[0232] それ以外の事例は、Ｍ／Ｂ回数が合格規格基準を満たした。Ｎｏ．３－１

３のＭ／Ｂ回数が下限の３回にとどまったのは、固体潤滑剤／バインダー樹脂が、好適な範囲の１．０を超えていたことによると推定される。固体潤滑剤が多く配合された固体潤滑膜の場合、膜の健全性がやや劣ることに起因していると推定される。また、Ｎｏ．３－１５～１７の検討例からは、手塗り及び／又は静置乾燥（送風なし）の事例は、Ｍ／Ｂ回数が少し劣る傾向がある。乾燥中に、乾いていない薬剤が、６時位置に徐々に流れ落ちながら膜化するための膜厚ムラがあることに起因すると想定される。

[0233] Ｎｏ．３－１８～３４の事例は、材料グレード、マルテンサイト系ステンレス鋼ＨＰ２－１３ＣＲ－１１０（１３Ｃｒ－５Ｎｉ－２Ｍｏ系）で、サイズ：９－５／８”４３．５＃のＪＦＥＬＩＯＮ™ねじに対して、薬剤として、エチレン・メタクリル酸共重合樹脂である。ただし、ここのエチレンは、エチレンオキサイドとプロピレンオキサイドのランダム共重合体を元にして、重合させたエチレン・メタクリル酸で、ピンねじ側に形成された事例である。ボックスねじ側は、「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」を形成された条件で、その下地にはＣｕ－Ｓｎ２元系の電気めっき指示膜が形成されたものである。重錘２ｔｏｎを使った締付け締戻し試験を実施して可否判断を行い、実井戸での３本弱の連結時の締付け相当の重量が印加した条件である。

[0234] Ｎｏ．３－１９～２２、３－２４～３３は、重錘トングによる締付け締戻し試験での締付け締戻し回数が合格範囲にあり、は、本発明例にあたる。Ｎｏ．３－１８、２３、３４は比較例にあたる。

Ｎｏ．３－１８～３－２１の事例は、低級アルコールの含有比率の下限を調査する実施例群である。Ｎｏ．３－１８は、アルコール添加がない純粋に水だけの溶剤の例である。そして、１００℃の温風で乾燥させており、特に乾燥時間が著しく長いということはなかった。しかし、重錘トングでの締付け締戻し試験は１回だけで不合格判定で、比較例の位置づけである。溶剤が、水のみであったので、固体潤滑剤の主成分の金属石鹸が撥水性を有する。このこともあって、うまく均質分散できないために、固体潤滑膜になった段階でも、膜質に不均質であることが関連していると考えらえる。

[0235] Ｎｏ．３－１９～２１は、工業用エタノールが、順に、０．５、１、５の事例である。Ｎｏ．３－１９（工業用エタノール：０．５）からＭ／Ｂ回数が合格範囲になっていることを確認できる。

Ｎｏ．３－２２～２４は、金属石鹸、アルカリ石鹸以外の第３の固体潤滑剤を含有した時の検討事例で、順に、黒鉛、黒鉛、ＢＮを加えた事例である。規定範囲で調整されたＮｏ．３－２２，２４は、Ｍ／Ｂ回数が合格範囲であり、本発明例にあたる。Ｎｏ．３－２３は、第３の固体潤滑剤（ここでは黒鉛）が多く含まれていて、金属石鹸とアルカリ石鹸が、全固体潤滑剤に対する重量％の規定を切った事例である。これらの事例では、Ｍ／Ｂ回数が合格基準に満たずにＮＧで比較例にあたる。実際には、黒鉛がねじ山の溝に沿って、２０ｍｍ以上を超えるようなテープ状生成物を作り、それが焼き付きの原因となっていた。

[0236] Ｎｏ．３－２５～２７の事例は、溶剤、バインダー樹脂、固体潤滑剤は共通で、塗布方法や乾燥方法を変えて、完全に固体潤滑被膜を乾燥させた事例と、一部分、半乾燥部分が残った場合の比較検討事例である。Ｎｏ．３－２５は、パイプを回転させながら刷毛塗りで塗布し、引き続いて回転させながら送風乾燥した事例である。完全に乾燥した膜では、重錘トングでのＭ／Ｂ回数が合格であり、本発明例にあたる。

Ｎｏ．３－２６、２７は、Ｎｏ．３－２５とは塗布まで同じ工程であったが、乾燥が異なり、静置して放置乾燥させた固体潤滑被膜を形成させた事例である。Ｎｏ．３－２６が完全乾燥した事例で、Ｎｏ．３－２７が、乾燥不十分な部分が残る感じになったものである。正確には、５～７時位置のうち、部分的に完全乾燥しきれていない液体状塗料の部分がある。また、塗料の膜化（乾燥）は、最表層（大気との接触面）と、ねじ鋼材との接触面から行うので、この場合には、膜厚の真ん中付近に半乾燥部分が残っているというものである。ねじと塗膜の接触表面でも乾燥している事例である。塗付・乾燥は同じ時間としたものの、塗布方法に多少のバラツキがあり、その影響を受けたものと推定されるが、潤滑に関して問題はなく、共に、本発明例に相

当する。

[0237] Ｎｏ．３－２８～３２の事例は、固体潤滑剤とバインダー樹脂の合計重量に対する、溶剤の重量比（ただし、溶剤の比重を１として計算）と、固体潤滑剤／バインダー樹脂の重量比の影響を比較検討したものである。両方のパラメータが、順に、１００－０．６、１５０△－５．０△、０．７－０．１、０．５▽－０．０８▽、０．６▽－１．１△と検討したものである。なお、△：好適範囲の上限越え、▽：好適範囲の下限切れ、を意味する。全条件とも発明例である。好適範囲のものは、Ｍ／Ｂ回数がＮｏ．３－２８で６回、Ｎｏ．３－３０で１０回で打ち止めというように良好なＭ／Ｂ回数を示す。しかし、好適な範囲を超えるものでは、３回、４回程度の潤滑性能にとどまった。

[0238] Ｎｏ．３－３３、３４の事例は、溶剤に、水とアルコール以外に、別溶媒を加えた一例で、ＤＭＳＯ（ジメチルスルホキシド）を入れた事例である。前者は、水の容積を１００とした時、工業用エタノールを１４とするベース薬剤に、ＤＭＳＯを容積にして６を加えている。そして、溶剤の全重量に対して、水と低級アルコールから構成させる体積が９５％、その他の溶剤が５％の事例で、本願の溶剤組成の限界値での検討事例である。これらの事例は、揮発しにくい安定した極性溶媒が入った事例で、熱風乾燥なら５分程度で乾燥できる。しかし、常温域の送風乾燥では規定の５分では乾燥せず、かつ、放置乾燥でも３０分乾燥できない事例である。膜化できれば、本願が目標とする潤滑レベルをクリアできるので、本発明例にあたる。

[0239] 一方で、Ｎｏ．３－３４は、ＤＭＳＯが更に多く添加された事例であり、高沸点（約１９０℃）のＤＭＳＯが多く入っている溶剤である。このため、大気放置乾燥でも、送風乾燥（熱風も含む）でも乾燥せず、膜化できない。これは、２００℃以上の熱処理では膜化できる。しかし、当該の調合溶剤の粘性が低いこともあり、焼成処理中に、瞬時に膜化できずに、焼成中にも、液だれが起きる。具体的には、６時位置に、厚い膜が形成され、ピンねじ谷を埋められた場所が散見され、一部には、更に液だれが進んで、液滴状の膜

の出っ張りが形成される傾向がある。そのために、締付け締戻し試験をしても、必要回数に達せずに、焼き付きが起こるので、ＮＧであり、比較例にあたる。これらの検討から、溶剤が、水と低級アルコールから構成される割合が９５％以上であることが必要であるとわかる。

[0240] Ｎｏ．３－３５～３９の事例は、材料グレード：炭素鋼　Ｔ９５で、サイズ：５．５”２３＃のＪＦＥＬＩＯＮ™ねじに対して、薬剤として、ダイアセトンアクリルアミド（ＤＡＡＤ：１種のアクリレート）と、ジフェニルメタンジイソシアネートの重合体（ＭＤＩ：ウレタン化合物）を、アクリレートのＤＡＡＤを１００重量部としたときに、ＭＤＩが４０重量部で混ぜた薬剤の事例である。ボックスねじ側は、「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」を形成された条件で、その下地にはＣｕ-Ｓｎ２元系の電気めっき指示膜が形成されたものである。重錘１ｔｏｎを使った締付け締戻し試験を実施して可否判断を行い、実井戸での３本弱の連結時の締付け相当の重量が印加した条件である。

[0241] Ｎｏ．３－３５～３９は、塗布方法と乾燥方法を変えて固体潤滑被膜を形成させた事例である。順に、回転塗布－回転送風乾燥、回転塗布－静置乾燥、静置して手塗－静置乾燥、回転塗布－回転送風乾燥、回転塗布－回転送風乾燥の５例になる。重錘トングのＭ／Ｂ回数は、順に、≧１０回（１０回打ち止め）、≧１０回（１０回打ち止め）、９回、８回、９回であり、全て合格で、本発明例にあたる。Ｎｏ．３－１～３－３４の事例に比べて、小径材であるがゆえに、締付トルクが小さくなるので、静置して手塗とか、静置乾燥とかに基づく、膜厚分布ムラにあまり影響されなかったことを示している。

Ｎｏ．３－３８、３９の事例は、金属石鹸を、Ｎｏ．３－１～３－３７の例で使った、ステアリン酸Ｃａ、ステアリン酸Ｃａ／Ｚｎ（混合）とは違った、別種の金属石鹸を使った事例である。前者がステアリン酸Ｚｎ，後者がステアリン酸Ｂａを使った例である。ともに、他の要件は、規定範囲内に入っている事例であり、Ｍ／Ｂ回数が合格範囲であり、本発明例である。

[0242] Ｎｏ．３－４０～４３の事例は、材料グレード：炭素鋼　Ｔ９５で、サイズ：３．５”９．２＃のＪＦＥＢＥＡＲ™ねじに対して、薬剤として、アクリル酸とポリ酢酸ビニルの共重合体として事例である。かつ、アクリル酸を１００重量部としたとき、ポリ酢酸ビニルが３０重量部で混ぜた薬剤の事例である。この事例では、「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」をボックスねじに使う条件として、下地にはリン酸Ｍｎ化成処理膜がある。それに加えて、ピンねじに使う事例、薬剤だけで両ネジ面が形成される例、及びリン酸Ｍｎ化成処理膜だけ等を含んだ検討事例である。重錘５００ｋｇを印加して締付け締戻し試験を実施して可否判断を行い、これは、実井戸での３本の連結時の締付け相当の重量が印加した条件に相当する。

[0243] Ｎｏ．３－４０は、上の一連の事例と同じで、ピンねじ側に固体潤滑被膜をつけて、ボックスねじ側に、「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」が形成されている事例である。かつ、Ｍ／Ｂ回数が≧１０回（１０回打ち止め）できた本発明例である。Ｎｏ．３－４１は、ピンねじ側に固体潤滑被膜をつけて、ボックスねじが、リン酸Ｍｎ被膜だけで、「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」がない事例であるが、３回締付け締戻しができて、本発明例にあたる。

Ｎｏ．３－４２は、ねじの両側が共に、本開示の固体潤滑被膜の事例で、５回の締付け締戻しが確認できて、これも発明例にあたる。Ｎｏ．３－４３は、ボックスねじが固体潤滑被膜で、ピンねじ側に、「鉛筆硬度３Ｈの固体潤滑被膜Ａ」を付けた事例で、Ｍ／Ｂ回数が≧１０回（１０回打ち止め）Ｍ／Ｂでき、これも発明例にあたる。

[0244] （実施例４）　腐食に関する検討結果

表１３にその結果を示す。

[表13]

No.	材料	塩水噴霧の結果	合否	備考
比較材	SPCC(板材)	全面的な赤さび	不合格	参照例
3-1	L80	錆び無し	合格	本発明例
3-13	L80	錆び無し	合格	本発明例
3-17	L80	黒皮残り部分に２点点錆びあり	合格	本発明例
3-20	L80	錆び無し	合格	本発明例
3-38	L80	黒皮残り部分に１点点錆びあり	合格	本発明例
3-42	L80	錆び無し	合格	本発明例

[0245] 本開示での耐食性評価は、鋼管に油井管ねじであるような、ねじ山構造を付けた構造体に対して、ねじ構造を守るために使われるプロテクタを、一旦締付けてから締戻した後に、プロテクタを外した状態で、固体潤滑被膜に対して塩水噴霧を実施した。そして、全面的に赤さびが出てくるものをＮＧとする基準で判断した。一旦膜に想定されうるダメージを与えてからの塩水噴霧による評価を実施した。表１～１２で検討した材料・条件の一部を使って、耐食性を検討した。

なお塩水噴霧の条件は、ＪＩＳ　Ｋ　５６００－７－１に即した方法で、５％ＮａＣｌの中性塩水噴霧条件（３５℃、湿度９８－９９％、噴霧１－２ｍＬ／Ｈｒ／８０ｃｍ^2、ｐＨ６．５－７．２）で実施し、８時間での評価に基づく。

[0246] ここで、本開示が対象とする金属部品の金属面(油井管ねじ面)には、例えば、旋盤加工、切削加工した面、研磨肌の面等が含まれる。なお、耐食性評価としては、ミルスケールが残存している部分は外した。管状構造の真円度や偏心によっては、ミルスケールがねじ山構造に含まれるようなサンプルになる場合がある。しかし、ミルスケールは、固体潤滑被膜を形成前に洗浄等した場合には、ミルスケールの微小な欠陥、穴、傷みたいなところに、水系薬剤が入り込んでしまった。このため、その上から固体潤滑被膜を形成された時に、固体潤滑被膜は健全であっても、下地の鋼から点錆びが出ることがある。しかし、その点錆びは、固体潤滑被膜の錆びではないので評価から除外する。

[0247] 表１３における、サンプルＮｏは、表１～１２で用いた成分・構成を元にした薬剤組成を意味している。塗布方法は、当該サンプルＮｏとは違って、パイプ回転しながら刷毛で塗布し、乾燥方法が回転・送風乾燥を行ない、完全乾燥をした事例である。また、すべて、材料をＬ８０、３．５”９．２＃ＪＦＥＬＩＯＮ™のＰＩＮねじ（雄ネジ）に揃えて検討した事例である。そして、完全乾燥してから、ＨＤＰＥ樹脂製（高密度ポリエチレン製）のプロテクタで１回締付・締戻しを行って、塩水噴霧試験を行った。比較材として、汎用薄鋼板のＳＰＣＣ材を入れて、Ｎｏ．３－１、１３、１７、２０、３８、４２の薬剤をピンねじに塗布したものを用意して実験した。ただし、比較材のＳＰＣＣは防錆油を塗布しておらず、かつ、プロテクタの１回の締付・締戻しに相当することを行っていない。

結果は、本願の薬剤を塗布したものはいずれも耐食性に優れることが明らかである。

[0248] （その他）

本開示は、次の構成も取り得る。

（１）金属面に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、

固体潤滑剤と、バインダー樹脂と、溶剤とを主成分とし、

上記溶剤は、水を主成分とし、その水に対し炭素数３以下の低級アルコールが添加物として添加され、上記添加物の体積は、上記溶剤中の水の体積１００に対し０．５以上４５以下であり、

上記溶剤の体積の９５％以上が、上記水と上記添加物で構成され、

上記固体潤滑剤として、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分のうちの少なくとも金属石鹸を含む石鹸成分を有し、上記金属石鹸の成分が、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分の全重量和の９５％以上であり、

金属石鹸の粒径が、上記固体潤滑被膜の膜厚を超えない条件であり、

上記バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマー、及び共重合体からなり、かつ、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー、及び共重合体が、上記バインダー樹脂全重量の９０％以上含む。

（２）上記添加物として、更に、アンモニア水及び第１アミンの少なくとも一方を含有する。

（３）上記低級アルコールは、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコール、及び工業用エタノールの中から選択した１又は２以上の低級アルコールからなり、上記低級アルコールの体積は、溶剤中の水の体積１００に対し０．５以上である。

（４）上記固体潤滑剤を構成する金属石鹸及びアルカリ石鹸成分は、下記のＡ群から選択した脂肪酸と下記のＢ群から選択した金属元素からなる化合物である石鹸を１種類若しくは２種類以上含み、

金属石鹸の重量が、金属石鹸とアルカリ石鹸の合計重量の９５％以上である。

Ａ群：ステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、モンタン酸

Ｂ群：Ｎａ、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｚｎ

（５）上記金属石鹸の粒径が、１０μｍ以下である。

（６）上記バインダー樹脂を構成する水溶性若しくは水分散性のポリマーは、下記の（１）～（４）から選択した１以上のモノマーから構成されるポリマーであり、上記共重合体は、下記の（１）～（４）から選択した２以上のモノマーならなる共重合体である。

（１）アクリレート、メタクリレート、及び、これらの個々の誘導体を主体とするモノマー

（２）アクリレート、メタクリレート、これらの個々の誘導体に、アルキルエステル、ビニルエステル、スチレンエステル、カルボン酸エステル、及び、これらの個々の誘導体を含んだモノマーがついたモノマー

（３）上記（１）（２）に対してグラフト化したモノマー

（４）ビニル化合物、ウレタン化合物のうち、いずれか一方又は両方のモノマー

（７）薬剤の引火点が６０℃を超えるか、難燃性である。

（８）溶剤の比重１として、溶剤の体積を重量に換算した場合、

上記溶剤の重量は、固体潤滑剤とバインダー樹脂の合計重量の０．７倍以上１００倍以下であり、

上記固体潤滑剤の重量は、上記バインダー樹脂の重量の０．１倍以上１．０倍以下である。

（９）薬剤の粘度が１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下である。

（１０）金属面に対し塗布量０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下で塗布した場合、常温の無風の大気環境で放置乾燥した場合、３０分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する。

（１１）金属面に対し塗布量０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下で塗布した場合、常温の大気環境で１ｍ／ｓｅｃ以上の送風による乾燥した場合、５分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する。

（１２）本開示の固体潤滑被膜形成用の薬剤の製造方法であって、

低級アルコールに金属石鹸を分散混濁させたあと、溶剤の水へ投入することによって、金属石鹸を調合する。

（１３）本開示の固体潤滑被膜形成用の薬剤を、管状部品の表面に塗布する方法であって、

管状部品を軸回転させながら、上記薬剤を塗布する。

（１４）固体潤滑被膜を有す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、バインダー樹脂に固体潤滑剤が分散し、

上記固体潤滑剤として、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分のうちの少なくとも金属石鹸を含む石鹸成分を含有し、上記金属石鹸の成分が、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分の全重量和の９５％以上であり、

金属石鹸の粒径が、上記固体潤滑被膜の膜厚を超えない条件であり、

上記バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマー、及び共重合体からなり、かつ、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー、及び共重合体が、上記バインダー樹脂全重量の９０％以上含む。

（１５）上記固体潤滑剤を構成する金属石鹸及びアルカリ石鹸成分は、下記のＡ群から選択した脂肪酸と下記のＢ群から選択下金属元素からなる化合物である石鹸を１種類若しくは２種類以上含み、

金属石鹸の重量が、金属石鹸とアルカリ石鹸の合計重量に対し９５％以上である。

Ａ群：ステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、モンタン酸

Ｂ群：Ｎａ、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｚｎ

（１６）上記金属石鹸の粒径が、１０μｍ以下である。

（１７）上記バインダー樹脂を構成する水溶性若しくは水分散性のポリマーは、下記の（１）～（４）から選択した１以上のモノマーから構成されるポリマーであり、上記共重合体は、下記の（１）～（４）から選択した２以上のモノマーならなる共重合体である。

（１）アクリレート、メタクリレート、及び、これらの個々の誘導体を主体とするモノマー

（２）アクリレート、メタクリレート、これらの個々の誘導体に、アルキルエステル、ビニルエステル、スチレンエステル、カルボン酸エステル、及び、これらの個々の誘導体を含んだモノマーがついたモノマー

（３）上記（１）（２）に対してグラフト化したモノマー

（４）ビニル化合物、ウレタン化合物のうち、いずれか一方又は両方のモノマー

（１８）上記固体潤滑被膜は、膜厚が１μｍ以上１００μｍ以下であり、硬度が、鉛筆硬度でＨ以下の軟質である。

（１９）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、本開示の上記固体潤滑被膜が形成された油井管からなる。

（２０）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一方の油井管が、本開示の上記固体潤滑被膜が形成された油井管からなり、

他方の油井管のねじ部には、上記固体潤滑被膜より硬度が高い被膜が形成されている。

[0249] ここで、本願が優先権を主張する、日本国特許出願２０２２－１３４３７５（２０２２年　８月２５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

[0250] １　ピン

１ａ　ねじ部

２　ボックス

２ａ　ねじ部

請求の範囲

[請求項1] 金属面に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、

固体潤滑剤と、バインダー樹脂と、溶剤とを主成分とし、

上記溶剤は、水を主成分とし、その水に対し炭素数３以下の低級アルコールが添加物として添加され、上記添加物の体積は、上記溶剤中の水の体積１００に対し０．５以上４５以下であり、

上記溶剤の体積の９５％以上が、上記水と上記添加物で構成され、

上記固体潤滑剤として、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分のうちの少なくとも金属石鹸を含む石鹸成分を有し、上記金属石鹸の成分が、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分の全重量和の９５％以上であり、

金属石鹸の粒径が、上記固体潤滑被膜の膜厚を超えない条件であり、

上記バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマー、及び共重合体からなり、かつ、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー、及び共重合体が、上記バインダー樹脂の全重量の９０％以上含む、

固体潤滑被膜形成用の薬剤。

[請求項2] 上記添加物として、更に、アンモニア水及び第１アミンの少なくとも一方を含有する、

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] 上記低級アルコールは、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、ノルマルプロピルアルコール、及び工業用エタノールの中から選択した１又は２以上の低級アルコールからなり、上記低級アルコールの体積は、溶剤中の水の体積１００に対し０．５以上である、

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] 上記固体潤滑剤を構成する金属石鹸及びアルカリ石鹸成分は、下記のＡ群から選択した脂肪酸と下記のＢ群から選択した金属元素からなる化合物である石鹸を１種類若しくは２種類以上含み、

金属石鹸の重量が、金属石鹸とアルカリ石鹸の合計重量の９５％以上である、

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。

Ａ群：ステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、モンタン酸

Ｂ群：Ｎａ、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｚｎ

[請求項5] 上記金属石鹸の粒径が、１０μｍ以下である、

請求項１～請求項４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6] 上記バインダー樹脂を構成する水溶性若しくは水分散性のポリマーは、下記の（１）～（４）から選択した１以上のモノマーから構成されるポリマーであり、上記共重合体は、下記の（１）～（４）から選択した２以上のモノマーならなる共重合体である、

請求項１～請求項５のいずれか１項に記載した固体潤滑被膜形成用の薬剤。

（１）アクリレート、メタクリレート、及び、これらの個々の誘導体を主体とするモノマー

（２）アクリレート、メタクリレート、これらの個々の誘導体に、アルキルエステル、ビニルエステル、スチレンエステル、カルボン酸エステル、及び、これらの個々の誘導体を含んだモノマーがついたモノマー

（３）上記（１）（２）に対してグラフト化したモノマー

（４）ビニル化合物、ウレタン化合物のうち、いずれか一方又は両方のモノマー

[請求項7] 薬剤の引火点が６０℃を超えるか、難燃性である、

請求項１～請求項６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8] 溶剤の比重１として、溶剤の体積を重量に換算した場合、

上記溶剤の重量は、固体潤滑剤とバインダー樹脂の合計重量の０．７倍以上１００倍以下であり、

上記固体潤滑剤の重量は、上記バインダー樹脂の重量の０．１倍以上１．０倍以下である、

請求項１～請求項７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9] 薬剤の粘度が１０００ｍＰａ・ｓｅｃ以下である、請求項１～請求項８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10] 金属面に対し塗布量０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下で塗布した場合、常温の無風の大気環境で放置乾燥した場合、３０分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する、請求項１～請求項９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11] 金属面に対し塗布量０．１ｇ／ｍｍ^{2}以下で塗布した場合、常温の大気環境で１ｍ／ｓｅｃ以上の送風による乾燥した場合、５分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する、請求項１～請求項１０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12] 請求項１～請求項１１のいずれか１項に記載した固体潤滑被膜形成用の薬剤の製造方法であって、

低級アルコールに金属石鹸を分散混濁させたあと、溶剤の水へ投入することによって、金属石鹸を調合する、

薬剤の製造方法。

[請求項13] 請求項１～請求項１１のいずれか１項に記載した固体潤滑被膜形成用の薬剤を、管状部品の表面に塗布する方法であって、

管状部品を軸回転させながら、上記薬剤を塗布する、

薬剤の塗布方法。

[請求項14] 固体潤滑被膜を有す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、バインダー樹脂に固体潤滑剤が分散し、

上記固体潤滑剤として、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分のうちの少なくとも金属石鹸を含む石鹸成分を含有し、上記金属石鹸の成分が、金属石鹸及びアルカリ石鹸成分の全重量和の９５％以上であり、

金属石鹸の粒径が、上記固体潤滑被膜の膜厚を超えない条件であり、

上記バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマー、及び共重合体からなり、かつ、アクリレート又はメタクリレート構造を有するポリマー、及び共重合体が、上記バインダー樹脂全重量の９０％以上含む、

油井管。

[請求項15] 上記固体潤滑剤を構成する金属石鹸及びアルカリ石鹸成分は、下記のＡ群から選択した脂肪酸と下記のＢ群から選択下金属元素からなる化合物である石鹸を１種類若しくは２種類以上含み、

金属石鹸の重量が、金属石鹸とアルカリ石鹸の合計重量に対し９５％以上である、

請求項１４に記載した油井管。

Ａ群：ステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、モンタン酸

Ｂ群：Ｎａ、Ｋ、Ｍｇ、Ｃａ、Ｚｎ

[請求項16] 上記金属石鹸の粒径が、１０μｍ以下である、

請求項１４又は請求項１５に記載した油井管。

[請求項17] 上記バインダー樹脂を構成する水溶性若しくは水分散性のポリマーは、下記の（１）～（４）から選択した１以上のモノマーから構成されるポリマーであり、上記共重合体は、下記の（１）～（４）から選択した２以上のモノマーならなる共重合体である、

請求項１４～請求項１６のいずれか１項に記載した油井管。

（１）アクリレート、メタクリレート、及び、これらの個々の誘導

体を主体とするモノマー

（２）アクリレート、メタクリレート、これらの個々の誘導体に、アルキルエステル、ビニルエステル、スチレンエステル、カルボン酸エステル、及び、これらの個々の誘導体を含んだモノマーがついたモノマー

（３）上記（１）（２）に対してグラフト化したモノマー

（４）ビニル化合物、ウレタン化合物のうち、いずれか一方又は両方のモノマー

[請求項18] 上記固体潤滑被膜は、膜厚が１μｍ以上１００μｍ以下であり、硬度が、鉛筆硬度でＨ以下の軟質である、

請求項１４～請求項１７のいずれか１項に記載した油井管。

[請求項19] 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１４～請求項１８のいずれか１項に記載した油井管からなる、

油井管ねじ継手。

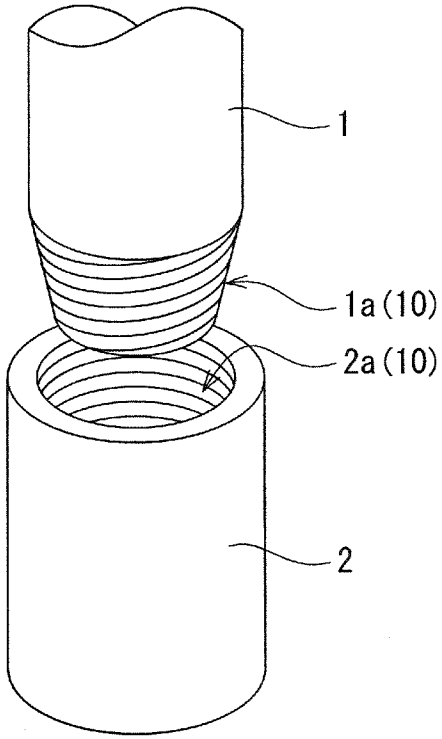
[請求項20] 雌ねじを有するボックスと雄ねじを有するピンとを連結した油井管ねじ継手であって、

上記ボックス及び上記ピンのうちの一方の油井管が、請求項１４～請求項１８のいずれか１項に記載した油井管からなり、

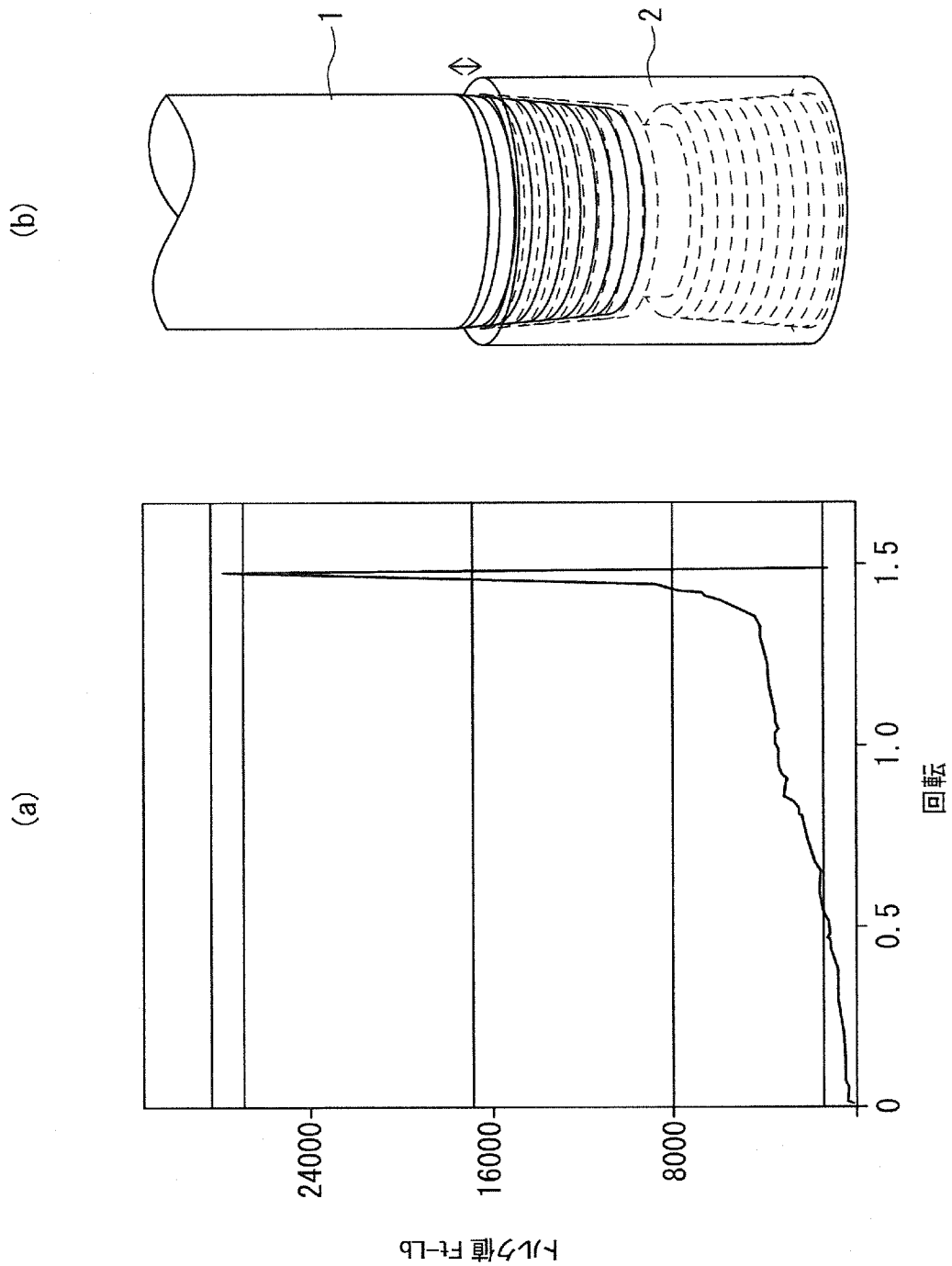
他方の油井管のねじ部には、上記固体潤滑被膜より硬度が高い被膜が形成されている、

油井管ねじ継手。

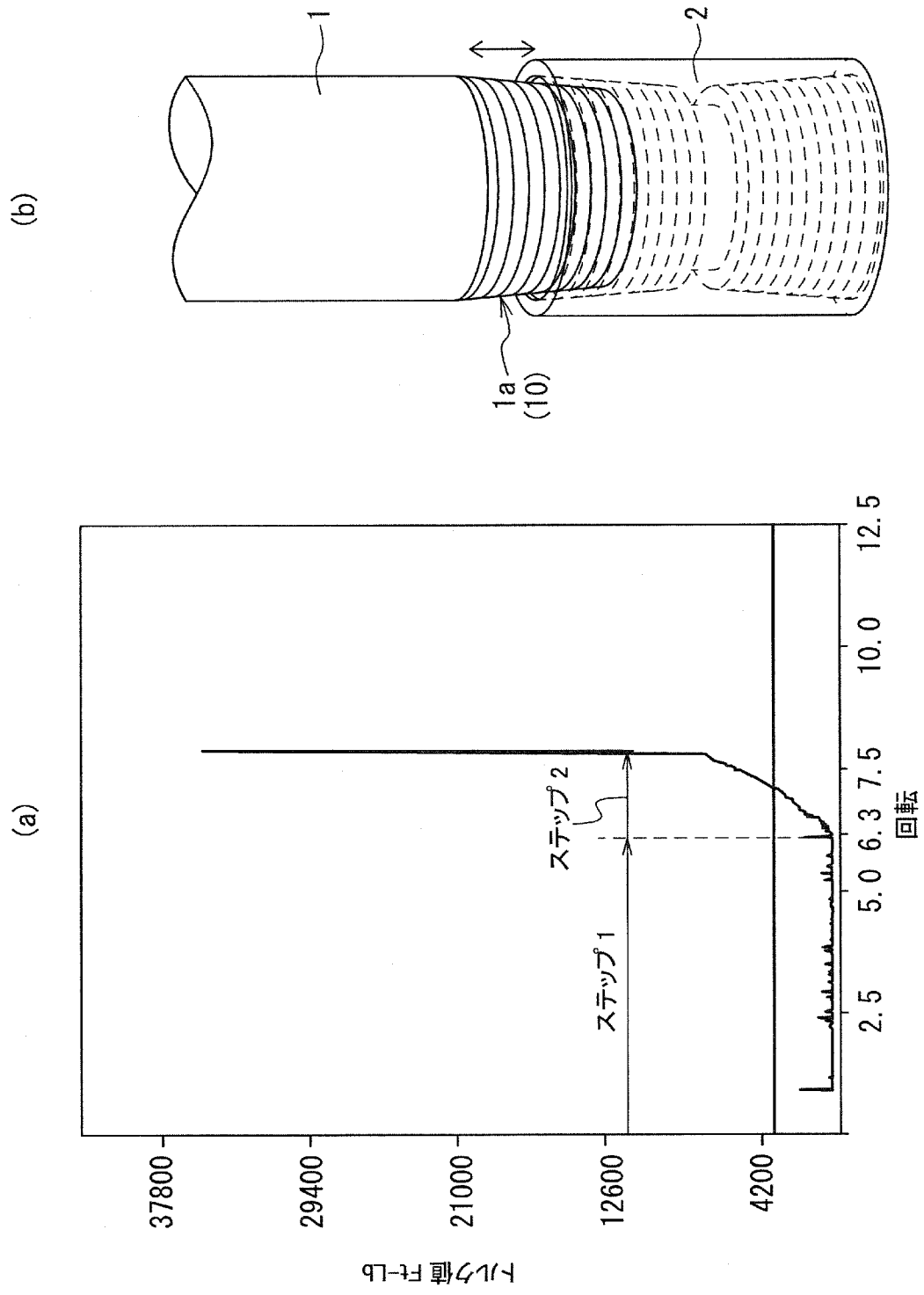
[図1]



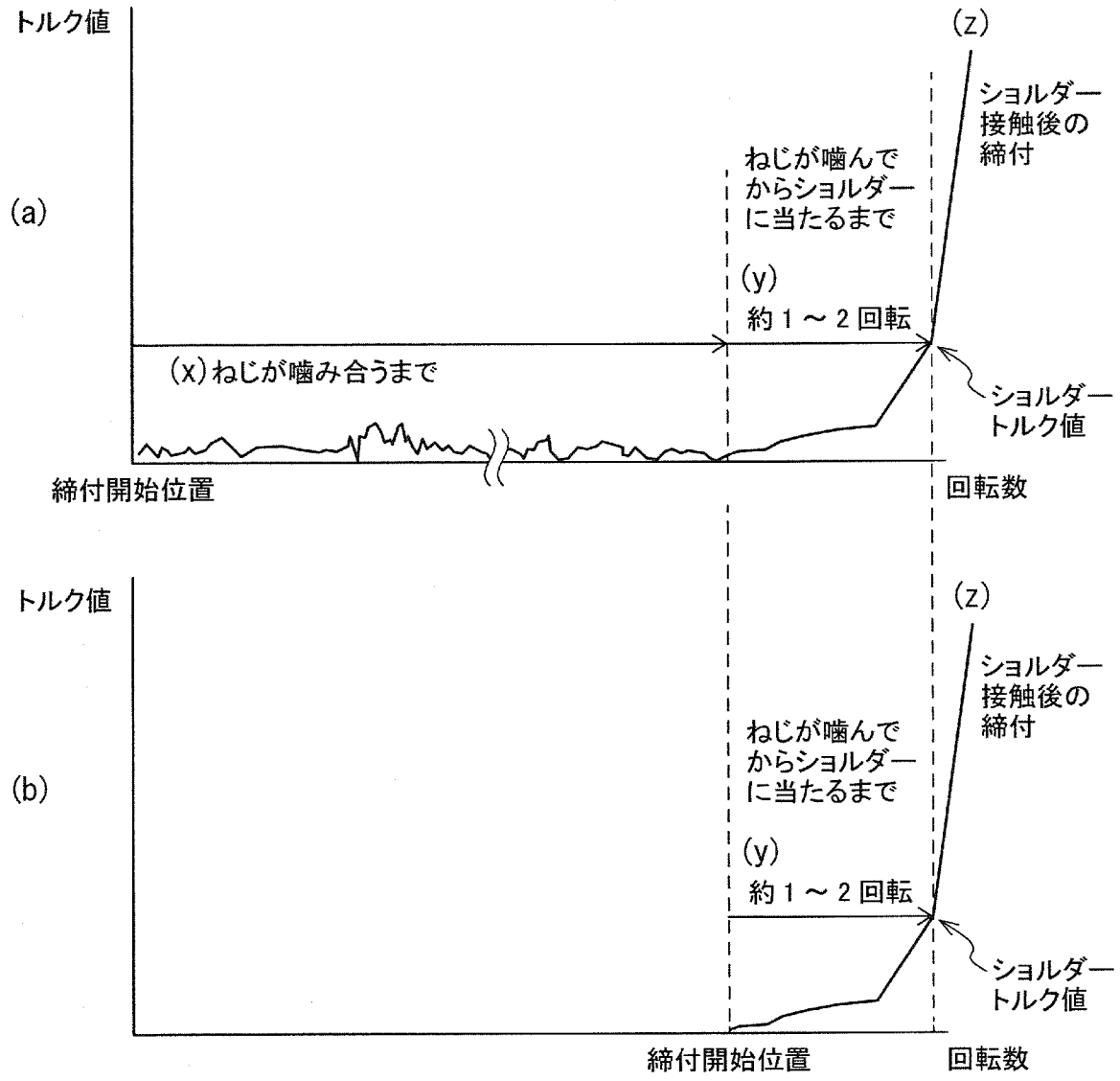
[図2]



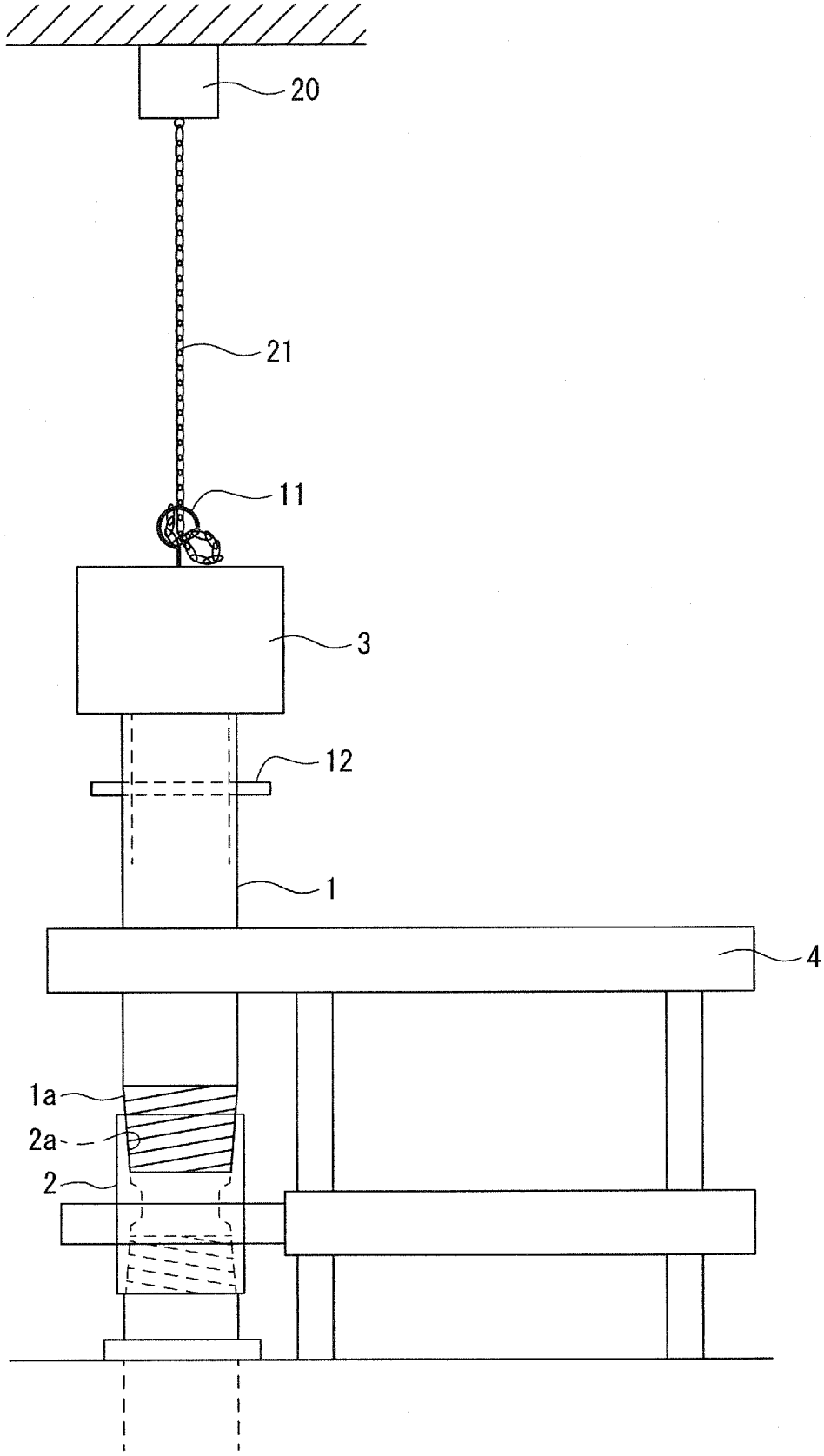
[図3]


(b)
1
2
1a
(10)
(a)
トルク値 Ft-Lb
37800
29400
21000
12600
4200
ステップ2
ステップ1
2.5
5.0
6.3
7.5
10.0
12.5
回転

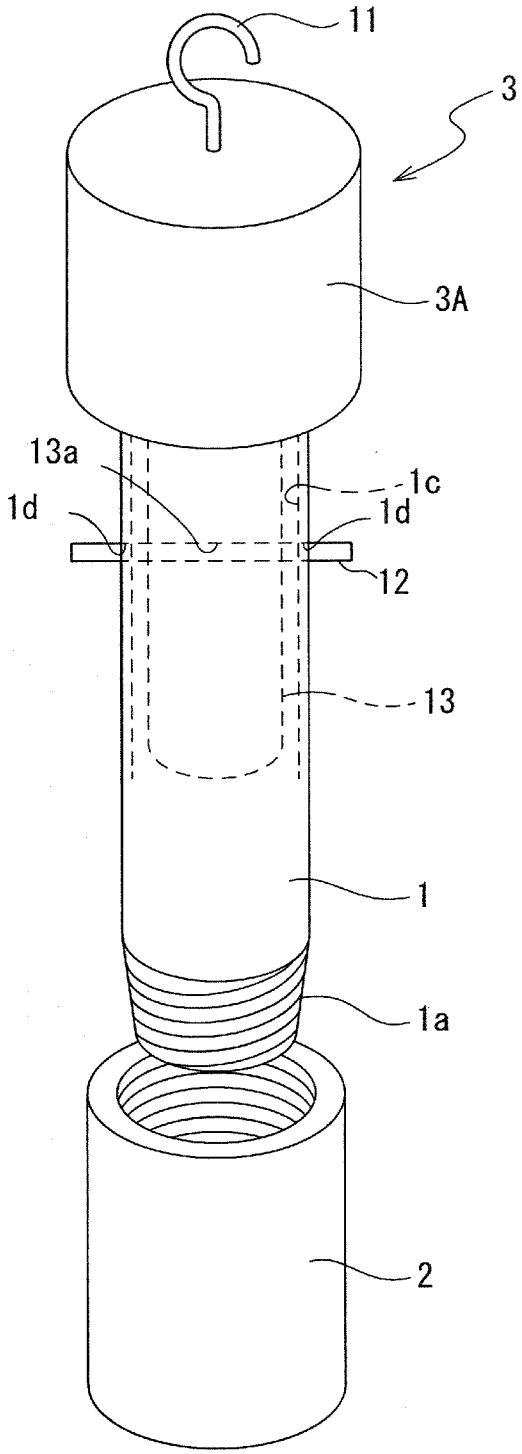
[図4]


トルク値
(a)
(z)
ショルダー
接触後の
締付
ねじが噛んで
からショルダー
に当たるまで
(y)
約１～２回転
(x)ねじが噛み合うまで
ショルダー
トルク値
締付開始位置
回転数
トルク値
(b)
(z)
ショルダー
接触後の
締付
ねじが噛んで
からショルダー
に当たるまで
(y)
約１～２回転
ショルダー
トルク値
締付開始位置
回転数

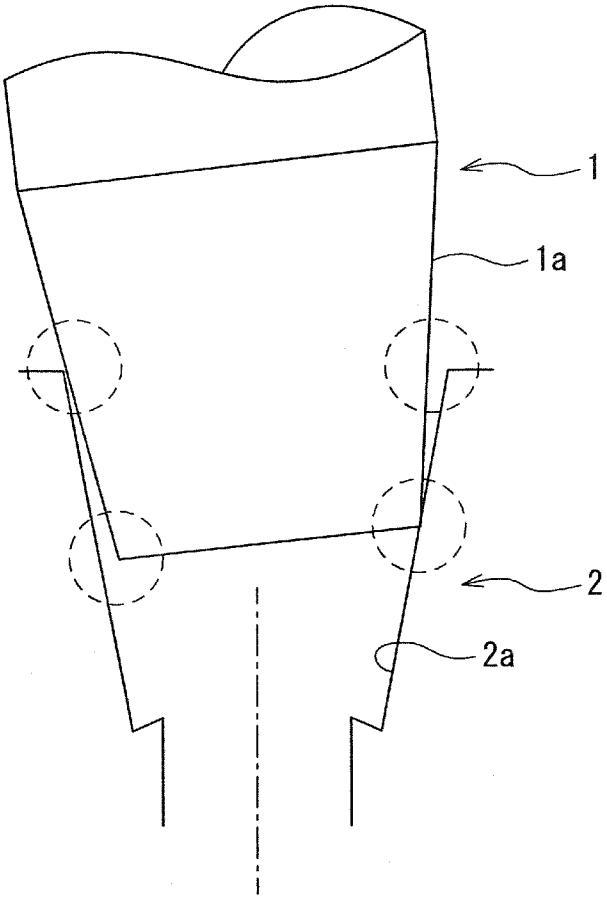
[図5]



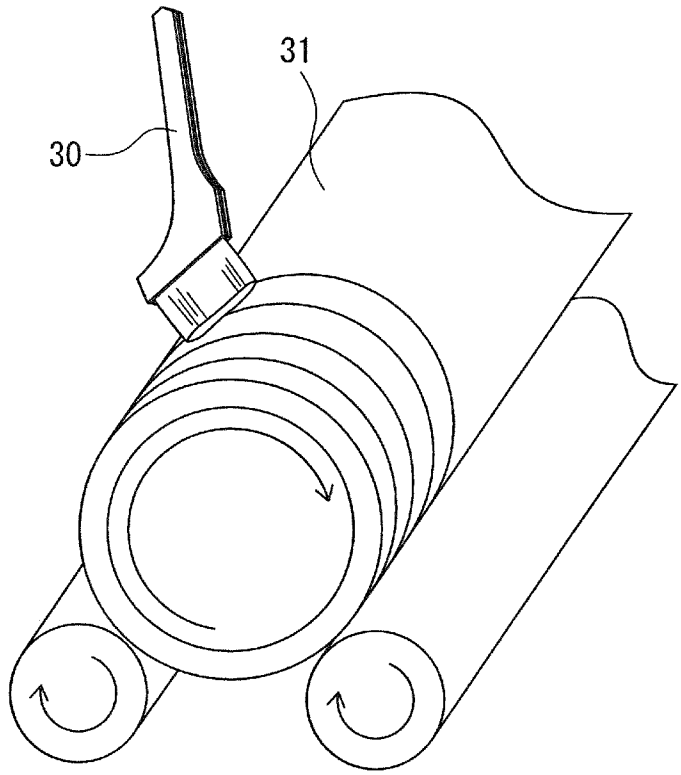
[図6]



[図7]



[図8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2023/029433

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09D 133/00(2006.01)i; ***C09D 5/02***(2006.01)i; ***C09D 7/40***(2018.01)i; ***C09D 7/63***(2018.01)i; ***C10M 129/26***(2006.01)i; ***C10M 129/40***(2006.01)i; ***C10M 129/44***(2006.01)i; ***F16L 15/04***(2006.01)i; *C10N 10/02*(2006.01)n; *C10N 10/04*(2006.01)n; *C10N 20/06*(2006.01)n; *C10N 30/06*(2006.01)n; *C10N 40/00*(2006.01)n; *C10N 50/02*(2006.01)n

FI: C09D133/00; C09D7/40; C09D5/02; C09D7/63; C10M129/26; F16L15/04 A; C10M129/40 ZAB; C10M129/44; C10N10:04; C10N10:02; C10N20:06 Z; C10N50:02; C10N40:00 G; C10N30:06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09D133/00; C09D5/02; C09D7/40; C09D7/63; C10M129/26; C10M129/40; C10M129/44; F16L15/04; C10N10/02; C10N10/04; C10N20/06; C10N30/06; C10N40/00; C10N50/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023
Registered utility model specifications of Japan 1996-2023
Published registered utility model applications of Japan 1994-2023

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 62-84193 A (KOBE STEEL LTD) 17 April 1987 (1987-04-17) claim 1, p. 3, lower left column, lines 3-1 from the bottom, example 1	1, 3-13
Y		2
A		14-20
Y	JP 8-300087 A (SUMITOMO METAL IND LTD) 19 November 1996 (1996-11-19) paragraph [0034]	2
A		1, 3-20
A	WO 2009/072486 A1 (SUMITOMO METAL IND LTD) 11 June 2009 (2009-06-11) entire text	1-20
A	JP 2008-537062 A (SUMITOMO METAL IND LTD) 11 September 2008 (2008-09-11)	1-20
A	JP 2004-53013 A (SUMITOMO METAL IND LTD) 19 February 2004 (2004-02-19)	1-20

☑ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
19 September 2023	**03 October 2023**
Name and mailing address of the ISA/JP **Japan Patent Office (ISA/JP)** **3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915** **Japan**	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2023/029433

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-257270 A (SUMITOMO METAL IND LTD) 11 September 2002 (2002-09-11)	1-20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2023/029433

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP 62-84193 A	17 April 1987	(Family: none)	
JP 8-300087 A	19 November 1996	(Family: none)	
WO 2009/072486 A1	11 June 2009	US 2010/0301600 A1	
		EP 2216576 A1	
		CN 101939579 A	
JP 2008-537062 A	11 September 2008	WO 2006/104251 A1	
		EP 1864048 A1	
		CN 101151486 A	
JP 2004-53013 A	19 February 2004	US 2004/0239105 A1	
		WO 2003/102457 A1	
		EP 1548346 A1	
		CA 2487361 A	
JP 2002-257270 A	11 September 2002	(Family: none)	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2023/029433

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C09D 133/00(2006.01)i; C09D 5/02(2006.01)i; C09D 7/40(2018.01)i; C09D 7/63(2018.01)i;
C10M 129/26(2006.01)i; C10M 129/40(2006.01)i; C10M 129/44(2006.01)i; F16L 15/04(2006.01)i;
C10N 10/02(2006.01)n; C10N 10/04(2006.01)n; C10N 20/06(2006.01)n; C10N 30/06(2006.01)n;
C10N 40/00(2006.01)n; C10N 50/02(2006.01)n
FI: C09D133/00; C09D7/40; C09D5/02; C09D7/63; C10M129/26; F16L15/04 A; C10M129/40 ZAB; C10M129/44;
C10N10:04; C10N10:02; C10N20:06 Z; C10N50:02; C10N40:00 G; C10N30:06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

C09D133/00; C09D5/02; C09D7/40; C09D7/63; C10M129/26; C10M129/40; C10M129/44; F16L15/04; C10N10/02;
C10N10/04; C10N20/06; C10N30/06; C10N40/00; C10N50/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２３年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２３年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２３年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
X	JP 62-84193 A (株式会社神戸製鋼所) 17.04.1987 (1987-04-17) 請求項１、第３頁左下欄の下から３行目～１行目、実施例１	1, 3-13
Y		2
A		14-20
Y	JP 8-300087 A (住友金属工業株式会社) 19.11.1996 (1996-11-19) ［００３４］	2
A		1, 3-20
A	WO 2009/072486 A1 (住友金属工業株式会社) 11.06.2009 (2009-06-11) 全文	1-20
A	JP 2008-537062 A (住友金属工業株式会社) 11.09.2008 (2008-09-11)	1-20
A	JP 2004-53013 A (住友金属工業株式会社) 19.02.2004 (2004-02-19)	1-20

☑ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
19.09.2023	03.10.2023

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
井上　明子 4Z 3230

電話番号 03-3581-1101 内線 3480

C.　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 2002-257270 A (住友金属工業株式会社) 11.09.2002 (2002-09-11)	1-20

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2023/029433

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP 62-84193 A	17.04.1987	（ファミリーなし）	
JP 8-300087 A	19.11.1996	（ファミリーなし）	
WO 2009/072486 A1	11.06.2009	US 2010/0301600 A1	
		EP 2216576 A1	
		CN 101939579 A	
JP 2008-537062 A	11.09.2008	WO 2006/104251 A1	
		EP 1864048 A1	
		CN 101151486 A	
JP 2004-53013 A	19.02.2004	US 2004/0239105 A1	
		WO 2003/102457 A1	
		EP 1548346 A1	
		CA 2487361 A	
JP 2002-257270 A	11.09.2002	（ファミリーなし）	