

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5408390号
(P5408390)

(45) 発行日 平成26年2月5日(2014.2.5)

(24) 登録日 平成25年11月15日(2013.11.15)

(51) Int.Cl. F 1
F 1 6 L 15/04 (2006.01) F 1 6 L 15/04 A

請求項の数 12 (全 26 頁)

| | | | |
|---------------|-------------------------------|-----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願2013-519303 (P2013-519303) | (73) 特許権者 | 000006655 新日鐵住金株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 |
| (86) (22) 出願日 | 平成23年11月4日 (2011.11.4) | (73) 特許権者 | 595099867 パローレック・マネスマン・オイル・アンド・ガス・フランス フランス国、オルノワ-エムリエ 596 20、リュ・アナトル・フランス 54 |
| (65) 公表番号 | 特表2014-501885 (P2014-501885A) | (74) 代理人 | 100081352 弁理士 広瀬 章一 |
| (43) 公表日 | 平成26年1月23日 (2014.1.23) | (72) 発明者 | 後藤 邦夫 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内 |
| (86) 国際出願番号 | PCT/JP2011/076016 | | |
| (87) 国際公開番号 | W02012/060472 | | |
| (87) 国際公開日 | 平成24年5月10日 (2012.5.10) | | |
| 審査請求日 | 平成25年6月12日 (2013.6.12) | | |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2010-248790 (P2010-248790) | | |
| (32) 優先日 | 平成22年11月5日 (2010.11.5) | | |
| (33) 優先権主張国 | 日本国 (JP) | | |
| 早期審査対象出願 | | | |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高トルク締付け特性に優れた管ねじ継手

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ねじ部とねじ無し金属接触部とを含む接触表面をそれぞれ備えたピンとボックスとから構成される管ねじ継手であって、ピンとボックスの少なくとも一方の部材の接触表面が、25における複素せん断粘度が3000 Pa・s以上である粘性基剤中に、シリコーン樹脂およびフッ素樹脂から選ばれた樹脂と熱可塑性樹脂との共重合体の粒子が分散してなる潤滑被膜を有することを特徴とする、管状管ねじ継手。

【請求項2】

前記潤滑被膜の圧力1 GPaで測定した摩擦係数が圧力0.3 GPaで測定した摩擦係数より大きい、請求項1に記載の管ねじ継手。

【請求項3】

前記潤滑被膜の圧力1 GPaで測定した摩擦係数から圧力0.3 GPaで測定した摩擦係数を差し引いた差が0.02以上である、請求項2に記載の管ねじ継手。

【請求項4】

前記共重合体粒子が球状粒子である、請求項1～3のいずれかに記載の管ねじ継手。

【請求項5】

前記共重合体粒子は平均粒径10～50 μmのアクリル・シリコーン共重合体粒子であり、その含有量が0.1～20質量%である、請求項1～4のいずれかに記載の管ねじ継手。

【請求項6】

前記粘性基剤が、松脂およびその誘導体を含む松脂系物質、ワックス、金属石鹼、並びに塩基性芳香族有機酸金属塩から選ばれた1種以上からなる、請求項1～5のいずれか1項に記載の管ねじ継手。

【請求項7】

前記潤滑被膜が摩擦調整剤として黒鉛をさらに含有する、請求項1～6のいずれか1項に記載の管ねじ継手。

【請求項8】

前記潤滑被膜の膜厚が10～500 μmである、請求項1～7のいずれか1項に記載の管ねじ継手。

【請求項9】

前記潤滑被膜を有するピンとボックスの少なくとも一方の部材の接触表面が、前記潤滑被膜を形成する前に、プラスト処理、酸洗、リン酸塩化成処理、蔞酸塩化成処理、硼酸塩化成処理、電気めっき、および衝撃めっき、およびそれらの2種以上から選ばれた方法により表面処理されている、請求項1～8のいずれか1項に記載の管ねじ継手。

【請求項10】

ピンとボックスの一方の部材の接触表面が前記潤滑被膜を有し、ピンとボックスの他方の部材の接触表面が、プラスト処理、酸洗、リン酸塩化成処理、蔞酸塩化成処理、硼酸塩化成処理、電気めっき、衝撃めっき、およびそれらの2種以上から選ばれた方法により表面処理されている、請求項1～9のいずれか1項に記載の管ねじ継手。

【請求項11】

油井管を接続するための請求項1～10のいずれか1項に記載の管ねじ継手。

【請求項12】

請求項1～10のいずれか1項に記載の管ねじ継手を用いて、グリス潤滑油を塗布せずに複数の油井管を接続する方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、鋼管、特に油井管の接続に使用される管ねじ継手と、その表面処理に関する。本発明の管ねじ継手は、油井管の締結の際にねじ継手に塗布されてきたコンパウンドグリスのようなグリス潤滑油を塗布せずに、優れた耐焼付き性を確実に発揮することができる。したがって、本発明の管ねじ継手は、コンパウンドグリスに起因する地球環境および人体への悪影響を避けることができる。また、高いトルクでの締結に際しても、降伏しにくく、安定して金属-金属間シールを実現できる。

【背景技術】

【0002】

原油やガス油の採掘のための油井掘削に用いるチュービングやケーシングといった油井管は、一般に管ねじ継手を用いて接続（締結）される。油井の深さは、従来は2000～3000mであったが、近年の海洋油田などの深油井では8000～10000mにも達することがある。油井管の長さは典型的には十数メートルであり、内部を原油などの流体が流れるチュービングの周囲を複数のケーシングで包囲するので、接続する油井管の本数は千本以上といった莫大な数に達する。

【0003】

油井管用の管ねじ継手には、使用環境下で油井管および継手自体の質量に起因する軸方向引張力といった荷重、内外面圧力などの複合した圧力、さらには地中の熱が作用するため、このような過酷な環境下においても破損することなく、気密性を保持することが要求される。

【0004】

油井管の締結に使用される典型的な管ねじ継手は、雄ねじを有するピンと呼ばれる部材と、雌ねじを有するボックスと呼ばれる部材とから構成されるピン-ボックス構造をとる。典型的には、ピンは油井管の両端部に形成され、ボックスはカップリングと呼ばれるね

10

20

30

40

50

じ継手部品の両側の内面に形成される。

【0005】

特殊ねじ継手と呼ばれる気密性に優れたねじ継手では、図1に示すように、ピンおよびボックスのそれぞれにシール部とショルダー部（トルクショルダーとも呼ばれる）を有する。シール部はピンの雄ねじより先端側の端面付近の外周部と、ボックスの雌ねじの基部の内周面に形成され、ショルダー部は、ピン先端の端面とボックスの対応する最奥部に形成される。シール部およびショルダー部は、管ねじ継手のねじ無し金属接触部を構成し、このねじ無し金属接触部とねじ部（雄ねじまたは雌ねじ）とが管ねじ継手の接触表面を構成する。油井管の一端（ピン）をカップリング（ボックス）に挿入して、ピンとボックスのショルダー部同士が当接し、適正トルクで干渉しあうまで雄ねじと雌ねじとを締付けると、ピンとボックスのシール部同士が密着して金属-金属間シールが形成され、ねじ継手の気密性が確保される。

10

【0006】

チュービングやケーシングの油井への降下作業時には、種々のトラブルにより、一度締結したねじ継手を緩め、それらの継手を一旦油井から引き上げた後、再度締結して降下させることがある。API（米国石油協会）は、チュービング用継手においては10回の、ケーシング用継手においては3回の、締付け（メイクアップ）および緩め（ブレイクアウト）を行っても、ゴーリングと呼ばれる焼付きの発生がなく、気密性が保持されるという意味での耐焼付き性を要求している。

【0007】

20

油井管用ねじ継手の締付けの際には、耐焼付き性と気密性の向上を図るために「コンパウンドグリス」と呼ばれる重金属粉を含有する粘稠な液状潤滑剤（グリス潤滑油）をねじ継手のピンまたはボックスの接触表面（即ち、ピンまたはボックスのねじ部とねじ無し金属接触部）に塗布する。コンパウンドグリスはAPI規格BUL 5A2に規定されている。

【0008】

コンパウンドグリスの保持性の向上や摺動性を改善する目的で、ねじ継手の接触表面に窒化処理、亜鉛めっきや分散めっきを含む各種のめっき、リン酸塩化成処理といった多様な1層または2層以上の表面処理を施すことがこれまでに提案されてきた。しかし、コンパウンドグリスの使用は、次に述べるように、環境や人体への悪影響が懸念されるという問題がある。

30

【0009】

コンパウンドグリスは亜鉛、鉛、銅などの重金属粉を多量に含有している。ねじ継手の締結時に、塗布されたグリスが洗い流されたり、外面にあふれ出したりして、特に鉛等の有害な重金属により、環境、特に海洋生物に悪影響を及ぼす可能性がある。また、コンパウンドグリスの塗布作業は、作業環境や作業効率を悪化させ、人体への有害性も懸念される。

【0010】

近年、北東大西洋の海洋汚染防止に関するオスパー条約（オスロ・パリ条約、OSPAR）が1998年に発効したのを契機に、地球規模での環境に対する厳しい規制が進み、コンパウンドグリスも一部地域では既にその使用が規制されている。したがって、ガス井や油井の掘削作業では、環境や人体への悪影響を避けるために、コンパウンドグリスを使用せずに優れた耐焼付き性を発揮できるねじ継手が求められるようになってきた。

40

【0011】

コンパウンドグリスを塗布せずに油井管の締結に使用できるねじ継手に関して、本出願人らは、特許文献1において粘稠液体または半固体の潤滑被膜を形成した管ねじ継手を、特許文献2においては粘稠液体または半固体の潤滑被膜の欠点であるねじ継手表面のべとつきを抑制し、塵、砂、ゴミなどの異物の付着を少なくした管ねじ継手をそれぞれ提案した。

【先行技術文献】

50

【特許文献】

【0012】

【特許文献1】特開2002-173692号公報

【特許文献2】特開2004-53013号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

図1に示すようなシール部とショルダー部とを備えた特殊ねじ継手では、締結時にピンとボックスのシール部が金属-金属間シールを形成することにより気密性が確保される。

【0014】

この種のねじ継手の締結時のトルクチャート（縦軸：トルク、横軸：回転数）を図2に示す。この図に示すように、回転が進むとともに、最初はピンとボックスのねじ部が互いに接触してトルクはゆるやかに上昇する。その後、ピンとボックスのシール部が接触してトルクの上昇率が増大する。やがて、ピン先端のショルダー部とボックスのショルダー部とが当接し（ショルダーリングと称す）、それらが干渉し始めると（この干渉開始時のトルクをショルダーリングトルク： T_s と称する）、トルクは急激に増大する。トルクが所定の締付けトルクに到達すると、締結が完了する。

【0015】

しかし、高深度で圧縮応力や曲げ応力がかかるような井戸で使用される特殊ねじ継手では、締結が緩まないように、通常よりも高いトルクで締結されることがある。その場合、ピン端面のショルダー部とそれと接触するボックスのショルダー部が降伏して（この降伏時のトルクを降伏トルク： T_y と称する）、図2に示すように、それらのショルダー部が塑性変形することがある。

【0016】

高いトルクで締結されるねじ継手では、 $T_y - T_s$ （トルクオンショルダー抵抗、 T で示される）が大きい方が有利となる。しかし、粘稠液体または半固体の潤滑被膜を有する特許文献1および2に記載の管ねじ継手では、従来のコンパウンドグリスを塗布した場合に比べて、 T_y が低くなる。その結果、 T が小さくなって、低い締結トルクでショルダー部が降伏してしまい、高いトルクでの締結ができないという問題があることがわかった。

【0017】

なお、図2における最適トルクとは、シール部において気密性確保に必要な干渉量が達成され、締付けを終了するのに最適のトルクを意味し、継手の内径サイズや継手の形式ごとに適正值が予め決められている。

【0018】

本発明は、地球環境に負荷を与える鉛等の有害な重金属を含まず、耐焼付き性、気密性、防錆性を付与し、さらに大きな T を確保することができる潤滑皮膜を備えた、高トルクでの締付けでもショルダー部の降伏が起こりにくい管ねじ継手を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0019】

T を大きくする目的で、単純に潤滑被膜の組成を摩擦係数が増減させるように変化させても、 T_s と T_y は一般には同様の挙動をすることが分かっている。例えば、潤滑皮膜の摩擦係数が高くなると、 T_y は高くなるが、 T_s も高くなってしまふ（ハイショルダーリングと称する）。その結果、最悪の場合、所定の締結トルクでピンとボックスのショルダー部が接触せず、締付けが完了しない事態（ノーショルダーリングと称する）になることさえある。

【0020】

本発明者らは、地球環境に負荷が全くまたはほとんどない物質だけで構成された潤滑被膜において、高粘性基剤に低摩擦性の特定の共重合体粒子を分散させた被膜構造とするこ

10

20

30

40

50

とにより、 T_s を低く抑えて T_y を高くする、従って、 T を大きくする、ことができることを究明した。この潤滑被膜の作用機構は概ね以下のようなものと推測される。

【0021】

図3(a)、(b)にピンとボックスの一方の部材の接触表面が上記構造の潤滑被膜を備え、相手部材の接触表面は金属面のままである場合に、締付け(ショルダリング)初期と締付けの終了直前(すなわち、低面圧と高面圧)でのピンとボックスの接触表面間の状況を示す。

【0022】

ショルダリング初期のまだ面圧が低い状態では、図3(a)に示すように、相手部材の金属面は潤滑被膜から突出した低摩擦性の共重合体粒子との接触が主体であるため、摩擦係数は低く、従って T_s は低くなる。一方、締結完了直前の高面圧下では、図3(b)に示すように、相手部材の金属面が高粘性基剤からなる被膜とも接触するようになり、摩擦係数が増加する。その結果、 T_y が高くなり、 T が大きくなる。

【0023】

高面圧下では、潤滑被膜から突出していた共重合体粒子は主に弾塑性変形により被膜内に埋没する。面圧から解放されると、共重合体粒子は、多少の損耗はあるものの、潤滑被膜から突出する初期の状態に戻る。従って、2回目以降の締付け時にも図3(a)、(b)に示した状態が維持され、良好な耐焼付き性が持続する。

【0024】

ここに、本発明は、ねじ部とねじ無し金属接触部とを含む接触表面をそれぞれ備えたピンとボックスとから構成される管ねじ継手であって、ピンとボックスの少なくとも一方の部材の接触表面が、25における複素せん断粘度が3000 Pa·s以上の粘性基剤中に、シリコン樹脂およびフッ素樹脂から選ばれた樹脂と熱可塑性樹脂との共重合体の粒子が分散している潤滑被膜を有することを特徴とする、管ねじ継手である。

【0025】

25における複素せん断粘度が3000 Pa·s以上である上記基剤は高粘性基剤と称することができる。また、シリコン樹脂およびフッ素樹脂はいずれも低摩擦性であることが知られており(以下では、これらの樹脂を低摩擦性樹脂と総称する)、この低摩擦性樹脂と熱可塑性樹脂との共重合体も低摩擦性となる。従って、本発明で用いる潤滑被膜は、高粘性基剤中に低摩擦性の共重合体粒子が分散しているという特徴を有する。

【0026】

上記高粘性基剤は摺動界面において高い粘性抵抗を示すため、潤滑被膜の摩擦を高める性質を有する。一方、共重合体粒子は、摺動界面の摩擦抵抗を低減する性質を有する。

潤滑被膜の形成中に、共重合体粒子は、潤滑被膜形成中に表面張力の作用や共重合体を構成する低摩擦性樹脂と熱可塑性樹脂との間で基剤との親和性が相違する(シリコン樹脂またはフッ素樹脂より熱可塑性樹脂の方が高粘性基剤との親和性が高い)ことから、共重合体粒子は、そのシリコンまたはフッ素樹脂部分が外部を向くように潤滑被膜の表面から突出し、図3(a)に模式的に示す被膜構造をとる。その結果、上述したように、低面圧では被膜表面から突出した低摩擦性の共重合体粒子と相手側の表面との接触が主体であるために摩擦係数が低いため、 T_s は低くなる。一方、高面圧では、突出した共重合体粒子が主に弾塑性変形により被膜内に埋没するため、被膜マトリックスである高粘性基剤も相手側の表面と接触し、被膜全体の摩擦係数が高くなり、 T_y が高くなるので、大きな T が得られる。

【0027】

このように、本発明に係るねじ継手では、ピンとボックスの接触表面間の摩擦係数が低面圧摺動時と高面圧摺動時とは異なる。具体的には、潤滑被膜の1 GPaで測定した摩擦係数が0.3 GPaで測定した摩擦係数より大きくなる。1 GPaでの摩擦係数から0.3 GPaでの摩擦係数を差し引いた差は、好ましくは0.02以上であり、より好ましくは0.03以上、最も好ましくは0.05以上である。

【0028】

10

20

30

40

50

潤滑被膜の摩擦係数は、ファレックス試験機 (FALEX Pin & Vee Block Machine) を用いたFALEX Pin & Vee法 (以下、ファレックス法という) により、ASTM D 2625 (固体潤滑被膜の耐荷重性と寿命) またはASTM D 2670 (液体潤滑被膜の磨耗特性) に準拠して測定することができる。

【0029】

本発明では、管ねじ継手の接触表面の摩擦係数は、その管ねじ継手と同じ材質の鋼材に、同じ下地処理を施してから潤滑被膜を形成した試験片を用いて測定する。測定は、管ねじ継手締結時のシール部最大面圧に相当する1 GPaの高面圧と0.3 GPaの低面圧において行い、焼付き発生前の定常摩擦状態における平均摩擦係数を上記2条件で求め、それらと比較する。もちろん、実験室的に常用される他の摩擦試験装置を用いて摩擦係数を測定してもよい。どの測定法または測定装置でも、本発明で用いる潤滑被膜は、加圧力以外は同じ条件で測定して、高面圧(1 GPa)での摩擦係数が低面圧(0.3 GPa)での摩擦係数より高い。なお、一般論として、摩擦係数が0.1以上なら高摩擦、0.05以下なら低摩擦であると言える。

10

【0030】

共重合体粒子は好ましくは球状粒子であり、より好ましくは平均粒径10~50 μmのアクリル・シリコン共重合体の球状粒子であって、その潤滑被膜中の含有量は好ましくは0.1~20質量%である。

【0031】

高粘性基剤は、好ましくは松脂およびその誘導体を含む松脂系物質、ワックス、金属石鹼、並びに塩基性芳香族有機酸金属塩から選ばれた1種以上からなる。

20

潤滑被膜は摩擦調整剤としての黒鉛をさらに含有していてもよい。潤滑被膜の膜厚は好ましくは10~500 μmである。

【0032】

前記潤滑被膜を有するピンとボックスの少なくとも一方の部材の接触表面は、前記潤滑被膜を形成する前に、ブラスト処理、酸洗、リン酸塩化成処理、蔞酸塩化成処理、硼酸塩化成処理、電気めっき、衝撃めっき、およびこれらの2種以上から選ばれた方法により下地表面処理されていることが好ましい。

【0033】

また、ピンとボックスの一方の部材の接触表面だけが前記潤滑被膜を有する場合、ピンとボックスの他方の部材の接触表面は、ブラスト処理、酸洗、リン酸塩化成処理、蔞酸塩化成処理、硼酸塩化成処理、電気めっき、衝撃めっき、およびこれらの2種以上から選ばれた方法により表面処理されていることが好ましい。

30

【0034】

本発明に係る管ねじ継手は好ましくは油井管を接続するために使用される。

本発明はまた、上記管ねじ継手を用いて、グリス潤滑油を塗布せずに複数の油井管を接続する方法にも関する。

【発明の効果】

【0035】

本発明に係る管ねじ継手は、接触表面に形成された潤滑被膜が、コンパウンドグリスとは異なり、鉛などの有害な重金属を含んでいないため、地球環境への負荷が非常に少ない。それにもかかわらず、従来のコンパウンドグリスと同様の大きなTを示すため、高いトルクでの締結時でも、ショルダー部での降伏や焼付きを起こすことなく締結作業を行うことが可能である。また、海洋での不安定な掘削作業のような過酷な条件においても焼付きを抑制することができる。さらに、本発明に係る管ねじ継手は、錆の発生が抑制され、締付けと緩めを繰り返しても潤滑機能を持続して発揮し、締付け後は気密性を確保することができる。

40

【図面の簡単な説明】

【0036】

【図1】特殊ねじ継手のピンおよびボックスのショルダー部およびシール部を模式的に示

50

す。

【図2】特殊ねじ継手の締結時の典型的なトルクチャートを示す。

【図3】図3(a)、(b)は、本発明に係る潤滑被膜の作用機構を模式的に示す。

【図4】鋼管出荷時の鋼管とカップリングの組立て構成を模式的に示す。

【図5】ねじ継手の締付け部を模式的に示す。

【図6】図6(a)、(b)は、本発明に係る管ねじ継手の接触表面を示す説明図であり、図6(a)は接触表面自体が粗面化された例を、図6(b)は接触表面に粗面化のための下地処理被膜を形成した例をそれぞれ示す。

【発明を実施するための形態】

【0037】

10

以下に、本発明に係る管状ねじ継について例示を目的として詳しく説明する。

図4は、出荷時の油井管用鋼管とカップリングの状態を模式的に示す。鋼管Aの両端には外面に雄ねじ部3aを有するピン1が形成され、カップリングBの両側には、内面に雌ねじ部3bを有するボックス2が形成されている。ピンとは雄ねじを有する方のねじ継手の部材を、ボックスとは雌ねじを有する方のねじ継手の部材をそれぞれ意味する。鋼管Aの一端には予めカップリングBが締付けられている。図示していないが、締付けられていない方の鋼管AのピンとカップリングBのボックスには、それぞれのねじ部の保護のためのプロテクターが出荷前に装着され、これらのプロテクターはねじ継手の使用前に取り外される。

【0038】

20

典型的な管ねじ継手では、図示のように、ピンは鋼管の両端の外面に、ボックスは別部品であるカップリングの内面に形成される。カップリングを利用せず、鋼管の一端をピン、他端をボックスとした、インテグラル方式の管ねじ継手もある。本発明の管ねじ継手はこれらのいずれの方式にも適用可能である。

【0039】

図5は、代表的な管ねじ継手（以下、単に「ねじ継手」ともいう）の構成を模式的に示す。ねじ継手は、鋼管Aの端部の外面に形成されたピン1と、カップリングBの内面に形成されたボックス2とから構成される。ピン1は雄ねじ部3aと鋼管先端に位置するシール部4aと鋼管端面のショルダー部5とを備える。これに対応して、ボックス2は、雌ねじ部3bと、その内側のシール部4bおよびショルダー部5とを備える。ピンおよびボックスのそれぞれにおいて、シール部とショルダー部とがねじ無し金属接触部を構成する。

30

【0040】

ピン1およびボックス2のそれぞれのねじ部3a、3b、シール部4a、4b、およびショルダー部5（すなわち、ねじ部およびねじ無し金属接触部）がねじ継手の接触表面となる。これらの接触表面には、耐焼付き性、気密性、防食性が要求される。従来は、そのために、重金属粉を含有するコンパウンドグリスを塗布したり、接触面に粘稠液体または半固体の潤滑被膜を形成させたりしていた。しかし、前述したように、前者は人体や環境への悪影響、後者には高いトルクで締結する際に、Tが小さいため締結前にショルダー部が降伏してしまう可能性がある、という問題があった。

【0041】

40

本発明によれば、図6(a)、(b)にシール部について示すように、ピンとボックスの少なくとも一方の部材の接触表面は、鋼表面30aまたは30b上に形成された潤滑被膜31aで被覆される。この潤滑被膜31aは、ねじ継手の締結時に、従来のコンパウンドグリスと同様の優れた潤滑性能と気密性保持効果とを発揮するため、本発明のねじ継手は、コンパウンドグリスを使用せずに、高いトルクで締付けと緩めを繰り返しても、ショルダー部が降伏することなく、ねじ継手の焼付きを防止でき、かつ締結後の気密性も確保することができる。

【0042】

潤滑被膜31aの下地（すなわち、ねじ継手の接触表面）は粗面とすることが好ましい。この粗面化は、図6(a)に示すように、鋼表面30aをブラスト処理または酸洗により

50

直接粗面化することにより達成してもよい。或いは、図6(b)に示すように、潤滑被膜31aを形成する前に、表面が粗面となる下地処理被膜32を鋼表面30bに形成することにより達成することもできる。

【0043】

潤滑被膜31aは、必要に応じて適当な有機溶剤で希釈した潤滑被膜形成用組成物を調製し、刷毛塗り、噴霧、浸漬等の適当な方法で塗布した後、必要により溶剤を蒸発乾燥させることによって形成することができる。

【0044】

ピンとボックスの両方の接触表面に潤滑被膜を形成してもよいが、図3に示したように、出荷時にピンとボックスとを締結してしまう個所では、ピンとボックスの一方の接触表面だけに潤滑被膜を形成するのでも十分である。その場合には、長い鋼管より短いカップリングの方が、下地処理や潤滑被膜形成のための塗布作業が容易であるので、カップリングの接触表面（通常はボックスの接触表面）に潤滑被膜を形成するのが好都合である。出荷前に締結しない個所では、ピンとボックスの両方の接触表面に潤滑被膜を形成して、潤滑性と同時に防錆性を付与しておくことが好ましい。それにより、錆発生によるねじ継手の潤滑性や気密性の低下を防止することができる。

【0045】

潤滑被膜はピンおよび/またはボックスの接触表面の全面を被覆すべきであるが、接触表面の一部だけ（例えば、ねじ無し金属接触部だけ）を被覆する場合をも本発明は包含する。

【0046】

[潤滑被膜]

ねじ継手による鋼管同士の締結の際の焼付きを防止し、かつ保管時の発錆を防止するため、ねじ継手のピンとボックスの少なくとも一方の接触表面に潤滑被膜を形成する。本発明では、Tが大きく、高い締結トルクで締付けた場合でもショルダー部が降伏することがなく、かつ焼付きと保管時の発錆を防止することができる潤滑被膜を形成するために、潤滑被膜は高粘性基剤中に特定の低摩擦共重合体粒子を分散状態で含有する構造とする。

【0047】

シリコーン系樹脂またはフッ素系樹脂（すなわち、低摩擦性樹脂）の粒子を含有する被膜は低摩擦性を示す。しかし、これらの低摩擦性樹脂のみからなる粒子を含有する潤滑被膜では、該粒子の潤滑被膜への結合力が不足し、摩擦力を受けたときに粒子が被膜から脱落しやすい。その結果、当初は潤滑性が良くても、粒子の脱落により被膜の耐摩耗性、耐久性が低くなるので、良好な潤滑性能を持続することができない。

【0048】

そのため、本発明では、潤滑被膜の高粘性基剤と親和性の高い他の樹脂（例、アクリル樹脂またはウレタン樹脂）を上記低摩擦性樹脂と共重合させた共重合体の粒子を用いる。このような共重合体粒子を使用することにより、高粘性基剤や塗布される金属（ねじ継手の接触表面）に対する粒子の親和性が高くなり、潤滑被膜の密着性が増大して、高い潤滑性能を持続することができる。

【0049】

このような低摩擦性共重合体粒子は、他の樹脂のモノマーを、このモノマーと反応性の官能基を導入した低摩擦性樹脂と共重合反応させることにより調製することができる。低摩擦性樹脂（シリコーン樹脂またはフッ素樹脂など）に導入する官能基は、共重合相手がアクリル樹脂である場合には（メタ）アクリル基、ウレタン樹脂である場合には水酸基（ヒドロキシル基）、ポリエステル樹脂である場合にはエポキシ基、カルボキシル基もしくは水酸基、ポリカーボネート樹脂である場合にはフェノール基、ポリイミド樹脂である場合にはアミノ基、熱可塑性エポキシ樹脂である場合には水酸基とすることができる。

【0050】

本発明において特に有利に使用できる共重合体粒子はアクリル・シリコーン共重合体粒子である。これは、シリコーン樹脂とアクリル系モノマーとの共重合体の粒子であり、末

10

20

30

40

50

端にラジカル重合性の基（例、（メタ）アクリル基）を有するポリオルガノシロキサンと（メタ）アクリル酸エステルとの共重合により合成することができる。この共重合体のポリオルガノシロキサンと（メタ）アクリル酸エステルとの割合は、質量比で、60～80：20～40が好ましい。共重合体粒子の大きさは、平均粒径で10～400 μmの範囲内が好ましい。

【0051】

共重合は、適当な液体媒質とラジカル重合開始剤とを利用した乳化重合などにより行うことができる。乳化重合で得られたエマルジョン状態の共重合体を固液分離して固体を回収すると、エマルジョン状態の微粒子（一次粒子）が凝集した二次粒子の状態の共重合体粒子が得られる。本発明における粒子および粒径はこの二次粒子からなる粉末および二次粒子の粒径を意味する。この共重合体粒子の形状は不定形と球形のいずれでもよいが、好ましくは球形、すなわち、球状粒子である。

10

【0052】

本発明に特に適するのは、平均粒径10～50 μmの球形のアクリル・シリコーン共重合体粒子である。平均粒径が30 μmの球状アクリル・シリコーン共重合体粒子は、シャリーヌR-170Sなる商品名で日信化学工業(株)から市販されている。この製品を本発明で低摩擦性の共重合体粒子として使用することができる。

【0053】

潤滑被膜中の低摩擦性の共重合体粒子、好ましくはアクリル・シリコーン共重合体粒子の含有量は0.2～20質量%とすることが好ましい。含有量が0.2質量%未満の場合は、前述した本発明の効果を十分に得ることができない。一方、含有量が20質量%を超えると、粒子の高粘性基剤への均一分散性と被膜の密着性および成膜性が低下し、健全な潤滑被膜の形成が困難になることがある。共重合体粒子のより好ましい含有量は1～15質量%である。

20

【0054】

潤滑被膜の基剤（マトリックス）は、25における複素せん断粘度が3000 Pa・s以上の高粘性のものとする。複素せん断粘度は、JIS K 7244-10：2005「プラスチック-動的機械特性の試験法-第10部：平行平板振動レオロメータによる複素せん断粘度」に準拠して測定される。例えば、TA INSTRUMENTS社製の粘弾性測定装置ARESを用いて、測定モード：ねじりモード（Parallel Plate 25 mm）、測定周波数：1 Hz、で測定することによって該粘度を測定できる。

30

【0055】

25における複素せん断粘度が3000 Pa・s以上の高粘性を示す基剤を形成できる物質としては、例えば、松脂およびその誘導体を含む松脂系物質、ワックス、金属石鹼、並びに塩基性芳香族有機酸金属塩から選ばれた1種以上がある。

【0056】

これらの成分のうち、松脂系物質は、主に潤滑被膜の摩擦係数増加、すなわち、Tの増大に有効であり、ワックス、金属石鹼、および塩基性芳香族有機酸金属塩は、主に潤滑被膜の焼付き防止に有効である。従って、高粘性基剤は、松脂系物質と、ワックス、金属石鹼、および塩基性芳香族有機酸金属塩から選ばれた1種以上との混合物であることが好ましい。この高粘性基剤は、松脂系物質、ワックス、金属石鹼、並びに塩基性芳香族有機酸金属塩のそれぞれ少なくとも1種ずつを混合した混合物であることがより好ましい。これらの各成分について次に説明する。

40

【0057】

松脂およびその誘導体から選ばれた松脂系物質は、潤滑被膜中に含有させた場合、摩擦面内で高い面圧を受けた時に高粘度化することにより、被膜のTを大きくするのに有効である。松脂は、マツ属の木から分泌される天然樹脂で、炭素、水素、酸素の3元素から構成される。その主成分はC₂₀H₃₀O₂で示される樹脂酸（ロジン酸）とC_nH_{n+10}O₄で示されるコロフォン酸である。代表的な樹脂酸はアビエチン酸並びにd-およびl-ピマル酸である。

50

【0058】

ロジンは採取方法によって、トールロジン、ガムロジン、およびウッドロジンに大別され、そのいずれも使用可能である。また、ロジンエステル、水素化ロジン、重合ロジン、不均化ロジンといった各種のロジン誘導体が市販されており、それらの松脂誘導体も松脂系物質として使用可能である。

【0059】

松脂系物質の潤滑被膜中の含有量は30質量%以下とすることが好ましい。その含有量が30質量%を超えると、被膜形成に用いる組成物が高粘度化し、被膜形成性が損なわれる恐れがある。松脂系物質の上記効果を十分に得るには、潤滑被膜中にロジン類を5質量%以上含有させることが好ましい。より好ましい含有量は5~20質量%である。

10

【0060】

本発明に係る管ねじ継手において、潤滑被膜は重金属を含有していないことが好ましい。これまで管ねじ継手の潤滑用に使用されてきたコンパウンドグリスが鉛、亜鉛といった軟質重金属の粉末を多量に含有するのは、金属間直接接触の抑制による焼付き防止のためであった。本発明では、潤滑被膜中に含有させる松脂系物質や他の高粘性基剤の構成成分と共重合体粒子とが共働してその働きを有する。そのため、重金属を全く含有させなくても、被膜は十分な潤滑性能を発揮することができる。

【0061】

ワックスは、潤滑被膜の摩擦軽減による焼付き防止効果だけでなく、潤滑被膜の流動性を低下させて、被膜強度を高めるのにも役立つ。動物性、植物性、鉱物性および合成ワックスのいずれも使用できる。使用可能なワックスとしては、蜜蝋、鯨蝋（以上、動物性）、木蝋、カルナバワックス、キャンデリラワックス、ライスワックス（以上、植物性）、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、ペトロラタム、モンタンワックス、オゾケライト、セレシン（以上、鉱物性）、ならびに酸化ワックス、ポリエチレンワックス、フィッシャー・トロプッシュワックス、アミドワックス、硬化ひまし油（カスターワックス）（以上、合成ワックス）などがある。なかでも、分子量150~500のパラフィンワックスが好ましい。

20

【0062】

潤滑被膜中のワックスの含有量は20質量%以下とすることが好ましい。含有量が20質量%を超えると、潤滑被膜の密着性や強度が低下することがある。この含有量は好ましくは15質量%以下である。ワックスの含有量の下限は特に制限されないが、上記ワックスの効果を確実に得るには2質量%以上含有させることが好ましい。

30

【0063】

脂肪酸のアルカリ金属以外の金属との塩である金属石鹸は、潤滑被膜の焼付き防止効果と防錆効果とを高めるために、潤滑被膜中に含有させることができる。被膜中のその含有量は20質量%を上限とする。含有量が20質量%を超えると、潤滑被膜の密着性や強度が低下することがある。好ましくは15質量%以下である。金属石鹸の含有量の下限は特に制限されないが、上記効果を確実に得るには、金属石鹸を2質量%以上含有させることが好ましい。

【0064】

金属石鹸の脂肪酸は、炭素数12~30のものが、潤滑性や防錆性の観点から好ましい。脂肪酸は飽和と不飽和のいずれでもよい。この脂肪酸は、牛脂、ラード、羊毛脂、パーム油、菜種油および椰子油などの天然油脂由来の混合脂肪酸、ならびにラウリン酸、トリデシル酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ラノパルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、オレイン酸、エライジン酸、アラキン酸、ベヘン酸、エルカ酸、リグノセリン酸、ラノセリン酸、スルホン酸、サリチル酸などの単一のカルボン酸化合物のいずれでもよい。金属塩の形としてはカルシウム塩が好適であるが、他のアルカリ土類金属塩や亜鉛塩も使用できる。塩は、中性塩と塩基性塩のいずれでもよい。

40

【0065】

塩基性芳香族有機酸金属塩も、金属石鹸と同様に、潤滑被膜の焼付き防止効果と防錆効

50

果を高めるために潤滑被膜中に含有させることができる。塩基性芳香族有機酸金属塩の例は、塩基性金属スルホネート、塩基性金属サリシレート、塩基性金属フェネート、および塩基性金属カルボキシレートである。これらの塩基性芳香族有機酸金属塩は、いずれも芳香族有機酸と化学量論的に過剰量のアルカリ（アルカリ金属またはアルカリ土類金属）とから構成される塩である。これは、アルカリの過剰分が油中にコロイド状微粒子として分散した、常温でグリス状ないし半固体の物質である。これらの塩基性芳香族有機酸金属塩は顕著な重防食性能を示すと同時に、コロイド状微粒子状態の過剰の金属塩の物理的吸着や有機酸基の化学吸着などによって潤滑作用も発揮する。

【0066】

この塩基性芳香族有機酸金属塩のカチオン部分を構成するアルカリは、アルカリ金属またはアルカリ土類金属でよいが、好ましくはアルカリ土類金属、特にカルシウム、バリウム、またはマグネシウムであり、いずれを用いても同様の効果を得ることができる。

10

【0067】

塩基性芳香族有機酸金属塩は、その塩基価が高いほど、固形潤滑剤として機能する微粒子金属塩の量が増し、潤滑被膜により高い潤滑性（耐焼付き性）を付与することができる。また、塩基性がある程度以上に高いと、酸成分を中和する作用があるため、潤滑被膜の防錆力も高まる。これらの理由から、塩基性芳香族有機酸金属塩は、塩基価（JIS K 2501）（2種以上使用する場合は、量を加味した塩基価の加重平均値）が50 mg KOH / g 以上のものを使用するのがよい。しかし、塩基価が500 mg KOH / g を超えると、親水性が増し、防錆性が低下する。好ましい塩基価は100 ~ 500 mg KOH / g であり、さらに好ましくは250 ~ 450 mg KOH / g の範囲である。

20

【0068】

前述したように、塩基性芳香族有機酸金属塩はグリス状または半固体の物質であり、潤滑被膜の基剤の役割も果たすことができる。そのため、潤滑被膜中の65質量%までと多量に含有させることができる。好ましい含有量は10 ~ 60質量%であり、より好ましい含有量は40 ~ 55質量%である。

【0069】

本発明においては、潤滑被膜の高温での流動性を抑え、耐焼付き性をより一層向上させるため、摩擦調整剤として黒鉛を潤滑被膜中に含有させることができる。黒鉛としては、被膜の摩擦係数の低下が少ない土状黒鉛を使用することが好ましい。

30

【0070】

潤滑被膜中の黒鉛の含有量は0.5 ~ 20質量%とすることが好ましい。0.5質量%未満では焼付き防止効果が不足することがある。一方、20質量%を超えると、共重合体粒子の分散性や潤滑被膜の高面圧下での摩擦効果（高Tyを生ずる）を阻害する恐れがある。

【0071】

潤滑被膜中の粒子成分の均一分散性を高めるため、あるいは潤滑被膜の特性や性状を改善するため、潤滑被膜には上記以外の他の成分、例えば、有機樹脂、ならびに潤滑油に慣用されている各種の油剤および添加剤（例えば、極圧剤）から選んだ1種または2種以上の成分を配合することができる。油剤とは、潤滑油に使用されうる室温で液状の潤滑成分（グリスのような粘稠液状物も含む）を意味する。使用可能な油剤の例は、合成エステル、天然油脂、鉱油である。

40

【0072】

有機樹脂、特に熱可塑性樹脂は、潤滑被膜のべとつきを抑制し、膜厚を増大させるとともに、摩擦界面に導入された場合に耐焼付き性を高めたり、金属部同士が接触する際に高い締付けトルク（高面圧）を受けても摩擦を軽減する機能があるので、潤滑被膜中に含有させてもよい。

【0073】

熱可塑性樹脂の例としては、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリアクリル酸メチル樹脂、スチレン/アクリル酸エステル共重合樹脂、ポリアミド

50

樹脂、およびポリブテン（ポリブチレン）樹脂が挙げられ、これらの樹脂同士またはこれらと他の熱可塑性樹脂との共重合体もしくはブレンドも使用できる。熱可塑性樹脂は密度（JIS K 7112）が0.9～1.2の範囲のものを使用するのが好ましい。また、摩擦面で容易に変形して潤滑性を発揮させる必要から、熱変形温度（JIS K 7206）が50～150であるものが好ましい。好ましい樹脂は高面圧下での粘性の高いポリブテン樹脂である。

【0074】

熱可塑性樹脂は、潤滑被膜中に粒子形態で存在させると、摩擦界面に導入された時に固体潤滑剤に似た潤滑作用を発揮し、耐焼付き性の向上に特に有効である。そのため、熱可塑性樹脂は、粉末、特に球形粒子状の粉末、の形態で潤滑被膜中に存在させることが好ましい。その場合、潤滑被膜を形成するための組成物が有機溶剤を含有するならば、その溶剤には溶解しない熱可塑性樹脂を選択する。熱可塑性樹脂の粉末は、溶剤に分散または懸濁させる。溶剤中で膨潤しても構わない。

10

【0075】

熱可塑性樹脂の粉末の粒子径は、微粒子の方が、上記の膜厚を増す目的と耐焼付き性を高める目的の両方に好都合である。しかし、粒子径が0.05 μmより小さいと、被膜形成用組成物のゲル化が著しくなって、均一厚さの被膜を形成し難くなる。また、粒子径が30 μmを超えると、摩擦界面に導入され難くなる上、潤滑被膜形成時に沈殿や浮上分離を起こしやすくなり、均質な被膜を形成することが難しくなる。したがって、この樹脂粉末の粒子径は0.05～30 μmの範囲が好ましく、より好ましくは0.07～20 μmの範囲である。

20

【0076】

潤滑被膜が熱可塑性樹脂を含有する場合、被膜中のその含有量は10質量%以下とすることが好ましく、より好ましくは0.1～5質量%の範囲内である。また、上記松脂系物質と熱可塑性樹脂との合計量が30質量%以下となるようにすることが好ましい。

【0077】

油剤として使用できる天然油脂としては、牛脂、ラード、羊毛脂、パーム油、菜種油および椰子油などがあげられる。また、40 での粘度が10～300 cStの鉱油（合成鉱油も含む）も油剤として使用できる。

【0078】

油剤として使用できる合成エステルは、熱可塑性樹脂の可塑性を高めると同時に、潤滑被膜の静水圧条件下での流動性を高めることができる。また、高融点の合成エステルは、潤滑被膜の融点および硬さ（軟質さ）の調整にも使用できる。合成エステルには、脂肪酸モノエステル、二塩基酸ジエステル、ならびにトリメチロールプロパンもしくはペンタエリスリトールの脂肪酸エステルなどがある。

30

【0079】

脂肪酸モノエステルとしては、炭素数12～24のカルボン酸と炭素数8～20の高級アルコールとのモノエステルを挙げることができる。二塩基酸ジエステルとしては炭素数6～10の二塩基酸と炭素数8～20の高級アルコールとのジエステルが挙げられる。トリメチロールプロパンもしくはペンタエリスリトールの脂肪酸エステルにおける脂肪酸は炭素数8～18のものでよい。

40

【0080】

以上の少なくとも1種の油剤を潤滑被膜中に含有させる場合、耐焼付き性の向上を得るには、その含有量を0.1質量%以上とすることが好ましい。被膜強度の低下を防止するため、その含有量は5質量%以下とすることが好ましい。

【0081】

極圧剤は少量の配合で潤滑被膜の耐焼付き性を高める作用がある。極圧剤の例としては、これらに限られないが、硫化油脂、ポリサルファイド、ホスフェート、ホスファイト、チオホスフェート、ジチオリン酸金属塩等を挙げることができる。極圧剤を含有させる場合、潤滑被膜中のその含有量は0.05～5質量%の範囲内とすることが好ましい。

50

【 0 0 8 2 】

硫化油脂の好ましい例は、オリーブ油、ひまし油、ヌカ油、綿実油、ナタネ油、大豆油、トウモロコシ油、牛脂、ラードといった不飽和結合を有する動植物油脂に硫黄を加えて加熱することにより得られる、硫黄量が5～30質量%の化合物である。

【 0 0 8 3 】

ポリサルファイドの好ましい例としては、式： $R_1 - (S)_c - R_2$ （式中、 R_1 と R_2 は同一でも異なってもよく、炭素数4～22のアルキル基、アリール基、アルキルアリール基、またはアリールアルキル基を意味し、 c は2～5の整数を示す）で表される多硫化物や、1分子中に2～5個結合した硫黄原子を含む硫化オレフィン類が挙げられる。特に好ましいのは、ジベンジルジサルファイド、ジ-tert-ドデシルポリサルファイド、ジ-tert-ノニルポリサルファイドである。

10

【 0 0 8 4 】

ホスフェート、ホスファイト、チオホスフェート、ジチオリン酸金属塩はそれぞれ下記に示す一般式のものを使用できる。

【 0 0 8 5 】

ホスフェート： $(R_3O)(R_4O)P(=O)(OR_5)$

ホスファイト： $(R_3O)(R_4O)P(OR_5)$

チオホスフェート： $(R_3O)(R_4O)P(=S)(OR_5)$

ジチオリン酸金属塩： $[(R_3O)(R_6O)P(=S)-S]_2 - M$

式中、 R_3 、 R_6 は炭素数2～4までのアルキル基、シクロアルキル基、アルキルシクロアルキル基、アリール基、アルキルアリール基、またはアリールアルキル基を、 R_4 、 R_5 は水素原子または炭素数2～4までのアルキル基、シクロアルキル基、アルキルシクロアルキル基、アリール基、アルキルアリール基、アリールアルキル基を、 M はモリブデン(Mo)、亜鉛(Zn)またはバリウム(Ba)をそれぞれ意味する。

20

【 0 0 8 6 】

特に好ましい例を挙げると、ホスフェートはトリクレジルホスフェート、ジオクチルホスフェート；ホスファイトはトリステアリルホスファイト、トリデシルホスファイト、ジラウリルハイドロゲンホスファイト；チオホスフェートは R_3 、 R_4 、 R_5 が炭素数1～2もしくは1～3のアルキル基であるトリアルキルチオホスフェート、アルキルトリフェニルチオホスフェート；ジチオリン酸金属塩は、 R_3 、 R_6 が炭素数3～20の一級もしくは二級アルキル基であるジルクジアルキルジチオホスフェートである。

30

【 0 0 8 7 】

潤滑被膜は、構成成分の混合物を溶剤添加および/または加熱により液状化し、ねじ継手のピンおよびボックスの少なくとも一方の部材の接触表面に塗布し、必要に応じて塗膜を乾燥させることにより形成される。

【 0 0 8 8 】

加熱による塗布は、いわゆるホットメルト塗布法により行うことができる。潤滑被膜の構成成分の混合物を塗布に適した粘度になる温度に加熱し、保温機能を備えたスプレーガンから塗布表面に噴射する。塗布表面も予め、塗布物と同程度の温度まで予熱しておくことが好ましい。

40

【 0 0 8 9 】

常温で塗布を行う場合には、潤滑被膜の構成成分の混合物に揮発性溶剤を添加して潤滑被膜形成用組成物を調製する。揮発性溶剤は被膜形成過程で蒸発するので、形成された潤滑被膜中には実質的に残存しない。「揮発性」とは、その溶剤が被膜形態で室温～150℃までの温度で蒸発傾向を示すことを意味する。しかし、本発明の潤滑被膜は粘稠液体または半固体であってもよいので、若干の溶剤の残存は許容される。

【 0 0 9 0 】

溶剤の種類は特に制限されないが、本発明で使用するのに適した揮発性溶剤の例としては、JIS K 2201に規定されている工業用ガソリンに属するソルベントおよびミネラルスピリット、芳香族石油ナフタ、キシレン、セロソルブなどの石油系溶剤が挙げられ

50

、それらの2種以上を混合して使用してもよい。引火点が30以上で、初留温度が150以上、終点が210以下の溶剤が、取り扱いが比較的容易で、しかも蒸発が速く、乾燥時間が短くてすむ点で好ましい。

【0091】

潤滑被膜形成用組成物は、上記成分に加えて、酸化防止剤、防腐剤、着色剤等を含有することができる。

【0092】

潤滑被膜形成用組成物の粘度（動粘度：単位cSt、B型粘度形）は塗布方法に応じて適宜選択すればよい。室温でのスプレー塗布や浸漬の場合には、40の粘度が4000cSt以下、刷毛塗りの場合には60の粘度が1000cSt以下であることが好ましい。

10

【0093】

潤滑被膜形成用組成物は、まず共重合体粒子を分散させる高粘性基剤の一部の成分、例えばワックス、をその融点以上の温度に加熱して融解させ、それに他の成分を混合することによって調製することができる。或いは、ワックスを融解させずに、全成分を有機溶剤中に溶解または分散させることによって組成物を調製してもよい。

【0094】

潤滑被膜の膜厚は、次に説明するように10～500μmの範囲内とすることが好ましい。潤滑被膜は、ねじ山間などの接触表面積の微小隙間を埋めるのに十分な厚みであることが望ましい。膜厚が薄すぎると、締付け時に発生する静水圧作用で松脂系物質、ワックス、金属石鹸、塩基性芳香族有機酸金属塩、黒鉛などの成分が他の隙間から摩擦面に供給される効果が期待できなくなる。この理由から、潤滑被膜の膜厚は10μm以上とすることが好ましい。

20

【0095】

潤滑が必要な締付け時にボックスとピンの接触表面どうしが接触するため、潤滑の目的にとってはピンとボックスのいずれか一方の接触表面に潤滑被膜を形成すれば十分である。しかし、保管時に大気に曝されるピンまたはボックスの防錆の観点からは、ピンとボックスの双方の接触表面に潤滑被膜を形成することが望ましい。その防錆に必要な最低膜厚も10μmである。従って、別に防錆のための保護手段（例、ピンとボックスの事前の締結またはプロテクターの装着）をとらない場合には、ピンとボックスの双方の接触表面に10μm以上の被膜形成をすることが好ましい。

30

【0096】

一方、潤滑被膜が厚くなりすぎると、潤滑剤が無駄になるばかりか、本発明の目的の一つでもある環境汚染防止に逆行する。この観点から、潤滑被膜の膜厚は、概ね500μmを上限とすることが好ましい。潤滑被膜のより好ましい膜厚は15～200μmである。ただし、次に説明するように、接触表面の下地の表面粗さを大きくした場合には、潤滑被膜の膜厚は、下地のRmaxより大きくすることが好ましい。下地が粗面である場合の膜厚は、被膜の面積、質量および密度から算出する、被膜全体の膜厚の平均値である。

【0097】

潤滑被膜の性状は、一般的な傾向としては、油剤をある程度以上含有させると粘稠液体となり、油剤の量が少ないか、油剤を含有させない場合は半固体となる。

40

【0098】

[下地処理]

本発明に従ってピンおよび/またはボックスの接触表面に潤滑被膜を設けた管ねじ継手は、これらの被膜で被覆されている接触表面に、粗面化のための下地処理を施して、切削加工後の表面粗さである3～5μmより表面粗さが大きくなるようにすると、耐焼付き性が向上することが多い。したがって、潤滑被膜を形成する前に、その接触表面を下地処理して粗面化しておくことが好ましい。

【0099】

そのような下地処理の例としては、形状が球状のショット材または角状のグリッド材な

50

どのプラスト材を投射するプラスト処理、硫酸、塩酸、硝酸、フッ酸などの強酸液に浸漬して肌を荒らす酸洗などの他、リン酸塩処理、蔞酸塩処理、硼酸塩処理等の化成処理（生成する結晶の成長に伴い、結晶表面の粗さが増す）、Cu、Fe、Sn、Znなどの金属またはそれらの合金の電気めっき（凸部が優先してめっきされるため、僅かであるが表面が粗くなる）、および多孔質のめっき被膜を形成できる衝撃めっきがあげられる。また、電気めっきの1種として、金属中に固体微粒子を分散させためっき被膜を形成する分散めっきも、固体微粒子がめっき被膜から突出するため、粗面化表面を付与する方法として可能である。

【0100】

接触表面の下地処理がいずれの方法であっても、下地処理による粗面化により表面粗さ R_{max} が $5 \sim 40 \mu\text{m}$ となるようにすることが好ましい。 R_{max} が $5 \mu\text{m}$ 未満では、潤滑被膜の密着性や被膜の保持性が不十分になることがある。一方、 R_{max} が $40 \mu\text{m}$ を超えると、摩擦が高くなり、高面圧を受けた際のせん断力と圧縮力に耐えられず、被膜が破壊もしくは剥離しやすくなることがある。粗面化のための下地処理は、2種以上の処理を併用してもよく、処理方法は従来公知の方法を利用できる。

10

【0101】

潤滑被膜の密着性の観点からは、多孔質被膜を形成できる下地処理、すなわち、化成処理および衝撃めっきが好ましい。その場合、多孔質被膜の R_{max} を $5 \mu\text{m}$ 以上とするため、その膜厚も $5 \mu\text{m}$ 以上とすることが好ましい。膜厚の上限は特に規定されないが、通常は $50 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $40 \mu\text{m}$ 以下で十分である。下地処理により形成された多孔質被膜の上に潤滑被膜を形成すると、いわゆる「アンカー効果」により、潤滑被膜との密着性が高まる。その結果、締付け・緩めを繰り返しても固体潤滑被膜の剥離が起こり難くなり、金属間接触が効果的に防止され、耐焼付き性、気密性、防食性が一層向上する。

20

【0102】

多孔質被膜を形成するための特に好ましい下地処理は、磷酸塩化成処理（磷酸マンガン、磷酸亜鉛、磷酸鉄マンガン、もしくは磷酸亜鉛カルシウムによる処理）と、衝撃めっきによる亜鉛もしくは亜鉛-鉄合金の被膜の形成（多孔質金属めっき）である。密着性の観点からは磷酸マンガン被膜が、防食性の観点からは、亜鉛による犠牲防食能が期待できる亜鉛もしくは亜鉛-鉄合金の被膜がより好ましい。

【0103】

磷酸塩処理は、常法に従って浸漬またはスプレーにより実施することができる。一般的な亜鉛めっき鋼材用の酸性磷酸塩処理液が使用できる。例えば、磷酸イオン $1 \sim 150 \text{g/L}$ 、亜鉛イオン $3 \sim 70 \text{g/L}$ 、硝酸イオン $1 \sim 100 \text{g/L}$ 、ニッケルイオン $0 \sim 30 \text{g/L}$ からなる磷酸亜鉛系化成処理液を使用することができる。また、ねじ継手に慣用されている磷酸マンガン処理液も使用できる。液温度は常温から 100 度でよく、処理時間は所望の膜厚に応じて15分までの間で行えばよい。被膜化を促進するため、磷酸塩処理前に、コロイドチタンを含有する表面調整用水溶液を処理表面に供給することもできる。磷酸塩処理後、水洗もしくは湯洗してから、乾燥することが好ましい。

30

【0104】

衝撃めっきは、粒子と被めっき物を回転バレル内で衝突させるメカニカルプレーティングや、プラスト装置を用いて粒子を被めっき物に衝突させる投射めっきにより実施できる。本発明では接触表面だけにめっきを施せばよいので、局部的なめっきが可能な投射めっきを採用することが好ましい。

40

【0105】

例えば、鉄の核を亜鉛または亜鉛合金で被覆した粒子からなる投射材料を、被覆すべき接触表面に投射する。投射する粒子中の亜鉛または亜鉛合金の含有量は $20 \sim 60$ 質量%の範囲であることが好ましく、粒子の粒径は $0.2 \sim 1.5 \text{mm}$ の範囲が好ましい。投射により、粒子の被覆層である亜鉛または亜鉛合金のみが投射された接触表面に付着し、亜鉛または亜鉛合金からなる多孔質の被膜が該接触表面上に形成される。この投射めっきは、鋼の材質に関係なく、鋼表面に密着性のよい多孔質の金属めっき被膜を形成することがで

50

きる。

【0106】

衝撃めっきにより形成された亜鉛または亜鉛合金層の厚みは、防食性と密着性の両面から5～40 μm であることが好ましい。5 μm 未満では十分な防食性が確保できず、40 μm を超えると、その上に形成された潤滑被膜の密着性がむしろ低下することがある。同様に、燐酸塩処理の皮膜厚みも5～40 μm の範囲内が好ましい。

【0107】

上記の下地処理を2種以上組み合わせて実施してもよい。

別の下地処理として、粗面化効果はほとんどないが、特定の単層または複層電気めっきを施すと、潤滑被膜と下地との密着性がよくなり、管ねじ継手の耐焼付き性が改善されることがある。

10

【0108】

そのような潤滑被膜の下地処理として、Cu、Sn、Ni金属またはそれらの合金の電気めっきが挙げられる。めっきは単層めっきでも、2層以上の複層めっきでもよい。この種の電気めっきの具体例としては、Cuめっき、Snめっき、Niめっき、さらに特開2003-74763号公報に記載のCu-Sn合金めっき、Cu-Sn-Zn合金めっき、Cuめっき-Snめっき二層めっき、Niめっき-Cuめっき-Snめっきの三層めっきなどがある。特に、Cr含有量が5%を超えるような鋼種から作製された管ねじ継手では、焼付きが非常に起こりやすいため、Cu-Sn合金もしくはCu-Sn-Zn合金の単層めっき、あるいはこれらの合金めっきやCuめっき、Snめっき、Niめっきから選ばれた二層以上のめっきを組み合わせた複層金属めっき、例えば、Cuめっき-Snめっきの二層めっき、Niめっき-Snめっきの二層めっき、Niめっき-Cu-Sn-Zn合金めっきの二層めっき、Niめっき-Cuめっき-Snめっきの三層めっき、を下地処理として施すことが好ましい。

20

【0109】

これらのめっきは、特開2003-74763号公報に記載の方法に従って形成すればよい。多層めっきの場合、最下層のめっき被膜（通常はNiめっき）はストライクめっきと呼ばれる、膜厚1 μm 未満の極薄のめっき層とすることが好ましい。めっきの膜厚（多層めっきの場合は合計膜厚）は5～15 μm の範囲内とすることが好ましい。

【0110】

さらに別の下地処理として、固体防食被膜処理も可能である。

[上層乾燥被膜]

上記の潤滑被膜は、表面に多少のべたつきがみられる。その場合、特に油井管を直立させる際に、内面に残留する錆や、錆を除去するために投入したプラスト砥粒などが落下して、これらが潤滑被膜に付着し、潤滑被膜中に埋め込まれてしまう可能性がある。被膜中に埋め込まれた異物はエアブロー程度では完全には除去できず、潤滑性の低下を生じる。この問題を解消するため、潤滑被膜の上層に薄い乾燥固体被膜を形成してもよい。この乾燥固体被膜は、一般的な樹脂被膜（例、エポキシ樹脂、ポリアミド樹脂、ポリアイミド樹脂、ビニル樹脂など）でよく、水系組成物と有機溶剤系組成物のいずれからも被膜を形成できる。また、被膜中に少量のワックスを含有させてもよい。

30

40

【0111】

[相手部材の表面処理]

管ねじ継手のピンとボックスの一方の部材（例、ボックス）の接触表面だけに、本発明に従って潤滑被膜を形成した場合、潤滑被膜で被覆されない他方の部材（例、ピン）の接触表面は、未処理のままでもよいが、好ましくは、前述した粗面化のための下地処理を施して、接触表面を粗面化する。すなわち、粗面化は、プラスト処理；酸洗；リン酸塩、萘酸塩、硼酸塩などによる化成処理、電気めっき、固体微粒子を含有するめっき被膜を形成する分散めっき、およびそれらの2種以上の組み合わせを採用して実施することができる。こうすると、本発明に従った潤滑被膜で被覆されている相手側部材と締結された時に、潤滑被膜を有していない他方の部材の接触表面が、粗面化によるアンカー効果によって潤

50

滑被膜の良好な保持性を示し、管ねじ継手の耐焼付き性が高まる。

【0112】

所望により、防錆性を付与するために、この下地処理により処理された表面上に紫外線硬化型樹脂、熱硬化型樹脂などの公知の防錆被膜を形成してもよい。防錆被膜により大気との接触を遮断することにより、ねじ継手の保管中に凝縮した水が該継手と接触することがあっても、継手の接触表面に錆が発生することが防止される。

【0113】

ねじ継手の相手部材の接触表面の表面処理は特に制限されないので、上記以外の表面処理を施すことも可能である。例えば、相手部材の接触表面には、本発明のものとは異なる潤滑被膜を形成することもできる。

【実施例】

【0114】

以下の実施例と比較例により、本発明の効果を例証する。以下の説明では、ピンの雄ねじ部とねじ無し金属接触部を含む接触表面を「ピン表面」、ボックスの雌ねじ部とねじ無し金属接触部とを含む接触表面を「ボックス表面」という。潤滑被膜の表面粗さは R_{max} である。

【0115】

表1に示す炭素鋼A、Cr-Mo鋼B、13%Cr鋼C(A-Cの順に焼付きが起こり易い)のいずれかからなる特殊ねじ継手(外径:17.78cm(7インチ)、肉厚:1.036cm(0.408インチ))のピン表面とボックス表面(それぞれ、ねじ部、シー

【0116】

ル部およびショルダー部を有する)に、表2に示す下地処理を施した。なお、表2に示した下地処理後の表面粗さRは10点平均表面粗さの値である。

下地処理したピン表面とボックス表面とに、表3に示す組成を有する潤滑被膜を、潤滑被膜形成用組成物のスプレー塗布により形成した。常温で固体である実施例4および比較例3の潤滑被膜については、ホットメルト法に従って、溶剤を含有しない潤滑被膜形成用組成物(潤滑被膜と同組成)を使用時に130℃に加熱し、塗布されるピン表面またはボックス表面も誘導加熱により130℃に予熱して、保温機能付きスプレーガンを使用して潤滑被膜形成用組成物を塗布した。この場合は冷却により潤滑被膜が形成された。それ以外の例では、揮発性有機溶剤(ミネラルスピリッツ)で希釈した潤滑被膜形成用組成物を調製し、それを常温でスプレー塗布した。塗布後は自然乾燥により溶剤を揮発させて、潤滑被膜を形成した。

【0117】

表3に示した各潤滑被膜の成分の含有量は、潤滑皮膜形成用組成物における揮発性成分である溶剤を除外した不揮発分合計量に対する質量%で示す。ピン表面とボックス表面の両方に同組成の潤滑被膜を形成した。

【0118】

表3に示した成分のうち、球状共重合体粒子は、低摩擦性を有するアクリル-シリコン共重合体粒子(日信化学工業(株):シャリーヌR-170S、平均粒径30 μ m)であった。高粘性基剤の構成成分として使用した成分のうち、松脂系物質はロジンエステルである水素化ロジンエステル(荒川化学工業(株)製エステルガムH)、ワックスは日本精蠟(株)製のパラフィンワックス、金属石鹸は大日本インキ化学工業(株)製のステアリン酸カルシウム、そして塩基性芳香族有機酸金属塩はCrompton Corporation社製CALCINATE C-40 OCLR(塩基価400mg KOH/gの高塩基性カルシウムスルホネート)であった。摩擦調整剤としては土状黒鉛(日本黒鉛(株)製:青P)を用いた。また、常温でのスプレー塗布のための希釈に用いた揮発性有機溶剤は、ミネラルスピリッツ(新日本石油(株)製クレゾル)であった。

【0119】

こうしてピン表面とボックス表面に潤滑被膜が形成された管ねじ継手に対して10回までの繰り返し締付け・緩め試験を行って、耐焼付き性を評価した。

10

20

30

40

50

【 0 1 2 0 】

繰り返し締付け・緩め試験では、締付け速度 1 0 r p m、締付けトルク 2 0 k N ・ m でねじ継手の締付けを行い、緩めた後のピン表面とボックス表面の焼付き状況を調査した。軽微で手入れ可能な焼付き疵が見られた場合は、手入れをして締付け・緩めを続行した。締付け・緩め試験の結果を表 4 に示す。

【 0 1 2 1 】

また、上記試験とは別に、同じ条件のねじ継手サンプルを準備し、高い締結トルクを与えて締付けを行うことにより、図 2 に示すようなトルクチャートを作製し、トルクチャート上で T_s (ショルダリングトルク)、 T_y (降伏時トルク)、 $T (= T_y - T_s$ 、トルクオンショルダー抵抗) を測定した。 T_s は、ショルダー部が干渉し始めた時のトルクであり、具体的には、ショルダー部が干渉してから現れるトルク変化が線形域 (弾性変形域) に入り始めた時のトルクを T_s とした。一方、 T_y は塑性変形が始まる時のトルクであり、具体的には、 T_s に達した後に、回転の進行に伴うトルク変化の線形性が失われて、線形域から離れ始める時のトルクを T_y とした。

10

【 0 1 2 2 】

$T (= T_y - T_s)$ は、表 3 の比較例 1 に示す従来のコンパウンドグリスの場合に得られた T を 1 0 0 として、各例で得られた T の値を相対評価した結果を表 4 に示した。この値が 1 0 0 超であることは、 T がコンパウンドグリスを塗布した場合より大きく、従って、高いトルクでの締結時でも、ショルダー部での降伏や焼付きを起こすことなく締結作業を行うことが可能で、海洋での不安定な掘削作業のような過酷な条件においても焼付きを抑制することができることを意味する。

20

【 0 1 2 3 】

別に、A S T M D 2 6 7 0 , D 2 6 2 5 , D 3 2 3 3 および D 5 6 2 0 に準拠して準備したピンおよび 2 つの V e e ブロックを用いて、上述したファレックス法により、加圧力 0 . 3 G P a および 1 G P a での摩擦係数を測定した。ピンは直径 6 . 3 5 m m (1 / 4 インチ) で、試験するねじ継手と同じ鋼から作製し、この継手のピン表面と同じ下地処理および潤滑被膜形成を受けたものである。各 V e e ブロックは、開先角度が 9 6 ° でミゾ幅が 6 . 3 5 m m (1 / 4 インチ) の V 型ミゾを備え、試験するねじ継手と同じ鋼から作製し、この継手のボックス表面と同じ下地処理および潤滑被膜形成を受けたものである。高面圧 (1 G P a) での摩擦係数から低面圧 (0 . 3 G P a) での摩擦係数を差し引いた差である μ の値を表 3 に示す。 μ の値がマイナスであることは、高面圧での摩擦係数が低面圧での摩擦係数より小さいことを意味する。

30

【 0 1 2 4 】

【表 1】

ねじ継手の鋼組成 (質量%:残部はFeおよび不純物)

| 記号 | C | Si | Mn | P | S | Cu | Ni | Cr | Mo |
|----|------|------|-----|------|------|------|------|------|------|
| A | 0.24 | 0.3 | 1.3 | 0.02 | 0.01 | 0.04 | 0.07 | 0.17 | 0.04 |
| B | 0.25 | 0.25 | 0.8 | 0.02 | 0.01 | 0.04 | 0.05 | 0.95 | 0.18 |
| C | 0.19 | 0.25 | 0.8 | 0.02 | 0.01 | 0.04 | 0.1 | 13 | 0.04 |

40

【 0 1 2 5 】

【表2】

| No. | 下地処理 | | 鋼記号 |
|------|---------------------------------------|---|-----|
| | ピン | ボックス | |
| 実施例1 | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Zn (R=8) (t=12) | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Mn (R=12) (t=15) | A |
| 実施例2 | サントブラスト (R=10) | 1.研削仕上げ (R=3) 2.Niストライクめっき + Cuめっき (t=12) (R=3) | C |
| 実施例3 | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Zn (R=8) (t=12) | 1.研削仕上げ (R=3) 2.Niストライクめっき + Cu-Sn-Zn 合金めっき (t=7) (R=2) | B |
| 実施例4 | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Zn (R=8) (t=12) | 1.研削仕上げ (R=3) 2.Niストライクめっき + Cu-Sn-Zn 合金めっき (t=7) (R=2) | B |
| 比較例1 | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Zn (R=8) (t=12) | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Mn (R=12) (t=15) | A |
| 比較例2 | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Zn (R=8) (t=12) | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Mn (R=10) (t=12) | B |
| 比較例3 | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Zn (R=8) (t=12) | 1.研削仕上げ (R=3) 2. 燐酸Mn (R=12) (t=15) | A |

R: 表面粗さ (μm)、t: 膜厚 (μm)

【0126】

10

20

30

【表3】

| No. | 潤滑被膜の組成 (カッコ内の数値は質量%での含有量) | | | | | | | 固形分 100部当 たりの 有機溶 媒の量 | ¹⁾ $\Delta \mu$ |
|-------|--|---------------------|-----------------------|----------------------|--------------------------|------------------------------|---------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| | 球状 共重合体 粒子 | 高粘性基剤の組成 | | | | | 摩擦 調整 剤 | | |
| | | ロジン系 物質 | ワックス | 金属石鹼 | 塩基性芳香族 有機酸金属塩 | 25°Cでの 複素せん断 粘度 (Pa·s) | | | |
| 実施例 1 | アクリル- シリコーン 共重合体 粒子(5) | ロジン エステル (20) | パラフィン ワックス (8) | ステアリン 酸Ca (18) | 高塩基性Ca スルホネート (51) | 3920 | 無 | 30部 | 0.05 |
| 実施例 2 | アクリル- シリコーン 共重合体 粒子(5) | ロジン エステル (17) | パラフィン ワックス (8) | ステアリン 酸Ca (17) | 高塩基性Ca スルホネート (48) | 5580 | 黒鉛 (5) | 30部 | 0.03 |
| 実施例 3 | アクリル- シリコーン 共重合体 粒子(10) | ロジン エステル (16) | パラフィン ワックス (8) | ステアリン 酸Ca (16) | 高塩基性Ca スルホネート (45) | 5280 | 黒鉛 (5) | 30部 | 0.08 |
| 実施例 4 | アクリル- シリコーン 共重合体 粒子(10) | ロジン エステル (15) | パラフィン ワックス (8) | ステアリン 酸Ca (15) | 高塩基性Ca スルホネート (42) | 6130 | 黒鉛 (10) | 無 | 0.07 |
| 比較例 1 | API規格BUL 5A2に規定されたコンパウンドグリス (鉛などの重金属を含有し、人体や環境に有害であるが、潤滑性は良好) | | | | | | | | 0.02 |
| 比較例 2 | 無 | ロジン エステル (15) | パラフィン ワックス (10) | ステアリン 酸Ca (17) | 高塩基性Ca スルホネート (48) | 5880 | 黒鉛 (10) | 30部 | -0.05 |
| 比較例 3 | 無 | ロジン エステル (15) | パラフィン ワックス (10) | ステアリン 酸Ca (17) | 高塩基性Ca スルホネート (48) | 5880 | 黒鉛 (10) | 無 | -0.06 |

¹⁾ $\Delta \mu = (1\text{GPaでの摩擦係数}) - (0.3\text{GPaでの摩擦係数})$ の値; $\Delta \mu$ の値がマイナスであることは、1GPa(高面圧)での摩擦係数が0.3GPa(低面圧)での摩擦係数より小さいことを意味する。

【0127】

【表4】

| 番号 | 締付け・緩め試験結果 ¹⁾ | ΔT 比 (=Ty-Ts) (%) ²⁾ | |
|-----|--------------------------|--|-----|
| 実施例 | 1 | 10回まで問題なし | 117 |
| | 2 | 10回まで問題なし | 110 |
| | 3 | 10回まで問題なし | 130 |
| | 4 | 10回まで問題なし | 128 |
| 比較例 | 1 | 10回まで問題なし | 100 |
| | 2 | 10回まで問題なし | 50 |
| | 3 | 10回まで問題なし | 52 |

¹⁾ 問題なく締付けできた回数

²⁾ ΔT 比は、比較例1の ΔT の値を100とした時の相対値

【0128】

(実施例1)

表1に示す組成Aの炭素鋼製の特殊ねじ継手に下記の表面処理を施した。

10

20

30

40

50

ボックス表面は、機械研削仕上げ（表面粗さ $3\mu\text{m}$ ）の後、 $80\sim 95$ の燐酸マンガン化成処理液中に10分間浸漬して、厚さ $15\mu\text{m}$ の燐酸マンガン被膜（表面粗さ $12\mu\text{m}$ ）を形成した。このボックス表面に、表3に示す実施例1の潤滑被膜組成物（表示組成物100に対して有機溶剤30の割合で希釈）をスプレー塗布した。溶剤の揮発後に厚さ $50\mu\text{m}$ の潤滑被膜が形成された。実施例における部は、特に指定しない限り質量部である。

【0129】

ピン表面は、機械研削仕上げ（表面粗さ $3\mu\text{m}$ ）の後、 $75\sim 85$ の燐酸亜鉛用化成処理液中に10分間浸漬して、厚さ $12\mu\text{m}$ の燐酸亜鉛被膜（表面粗さ $8\mu\text{m}$ ）を形成した。このピン表面に、ボックス表面と全く同様にして潤滑被膜を形成した。

10

【0130】

μ 値は 0.05 であって、慣用のコンパウンドグリスの値（比較例1の 0.02 ）より大きく、高面圧下では低面圧下より摩擦係数が非常に大きくなることがわかった。

【0131】

高トルク試験におけるTの値は、比較例1のTを100とした時のTの比（以下、T比と称す）で 117% であった。このT比は、低摩擦球状粒子（アクリル-シリコン共重合体粒子）を含まない比較例2、3のT比である 50% 前後に比べて、大幅に向上していた。さらに、実施例1のT比は、コンパウンドグリス（比較例1）よりも高くなった。従って、このねじ継手は、ショルダー部の降伏を生ずることなく高いトルクで締結可能であることが検証された。また、締付け・緩め試験では、焼付きを発生することなく10回の締付け・緩めをすることができた。

20

【0132】

（実施例2）

表1に示す組成Cの 13% Cr鋼製の特殊ねじ継手に下記の表面処理を施した。

ボックス表面は、機械研削仕上げ（表面粗さ $3\mu\text{m}$ ）後、電気めっきによりまずNiストライクめっき、次にCuめっきを施して、合計 $12\mu\text{m}$ 厚のめっき被膜を形成した。このボックス表面に、表3に示す実施例2の潤滑被膜形成用組成物（表示組成物100に対して有機溶剤30の割合で希釈）をスプレー塗布した。溶剤の揮発後、厚さ $52\mu\text{m}$ の潤滑被膜が形成された。

【0133】

30

ピン表面は、80番のサンドを吹き付けるサンドブラストにより表面粗さを $10\mu\text{m}$ とし、その表面にボックス表面と同じ組成物を同様に塗布して、厚み $50\mu\text{m}$ の潤滑被膜を形成した。

【0134】

μ 値は 0.03 であった。高トルク試験では、T比が 110% と、実施例1同様にいずれの比較例に比べてもT比が高いことが確認された。無論、締付け・緩め試験においても、10回の締付け・緩めを何ら問題なく実施できた。

【0135】

（実施例3）

表1に示す組成BのCr-Mo鋼製の特殊ねじ継手に下記の表面処理を施した。

ボックス表面は、機械研削仕上げ（表面粗さ $3\mu\text{m}$ ）の後、電気めっきによりまずNiストライクめっき、次にCu-Sn-Zn合金めっきを施して、合計 $7\mu\text{m}$ 厚のめっき被膜を形成した。このボックス表面に、表3に示す実施例3の潤滑被膜形成用組成物（表示組成物100に対して有機溶剤30の割合で希釈）をスプレー塗布した。溶剤の揮発後、厚さ $100\mu\text{m}$ の潤滑被膜が形成された。

40

【0136】

ピン表面は、機械研削仕上げ（表面粗さ $3\mu\text{m}$ ）の後、 $75\sim 85$ の燐酸亜鉛用化成処理液中に10分間浸漬して、厚さ $12\mu\text{m}$ の燐酸亜鉛被膜（表面粗さ $8\mu\text{m}$ ）を形成した。このピン表面に、ボックス表面と全く同様にして厚さ $100\mu\text{m}$ の潤滑被膜を形成した。

50

【 0 1 3 7 】

μ 値は 0.08 と高い値であった。高トルク試験では T 比が 130% であり、いずれの比較例に比べても T 比が高いことが確認された。締付け・緩め試験においても、10 回の締付け・緩めを何ら問題なく実施できた。

【 0 1 3 8 】

(実施例 4)

表 1 に示す組成 B の Cr - Mo 製の特殊ねじ継手に下記の表面処理を施した。

ボックス表面は、機械研削仕上げ(表面粗さ $3 \mu\text{m}$)の後、電気めっきによりまず Ni ストライクめっき、次に Cu - Sn - Zn 合金めっきを施して、合計 $7 \mu\text{m}$ 厚のめっき被膜を形成した。この下地処理を施したボックス表面を、次に誘導加熱により 130 に予熱してから、130 に加熱された表 3 に示す実施例 4 の潤滑被膜形成用組成物を保温機能付きのスプレーガンにより塗布した。冷却後、厚さ $50 \mu\text{m}$ の潤滑被膜が形成された。

10

【 0 1 3 9 】

ピン表面は、機械研削仕上げ(表面粗さ $3 \mu\text{m}$)の後、75 ~ 85 の燐酸亜鉛用化成処理液中に 10 分間浸漬して、厚さ $12 \mu\text{m}$ の燐酸亜鉛被膜(表面粗さ $8 \mu\text{m}$)を形成した。このピン表面に、ボックス表面と全く同様にして、厚み $50 \mu\text{m}$ の潤滑被膜を形成した。

【 0 1 4 0 】

μ 値は 0.07 と高かった。高トルク試験では T 比が 128% であり、いずれの比較例に比べても T 比が高いことが確認された。締付け・緩め試験においても、10 回の締付け・緩めを何ら問題なく実施できた。

20

【 0 1 4 1 】

以上からわかるように、 μ と T との間には相関関係がある。すなわち、 μ が大きいほど T も高くなる傾向がある。換言すると、小さな試験片を用いる例えばファレックス法で μ を測定することにより、ねじ継手の T、従って、その高トルクでの締付け性能を予測することができる。

【 0 1 4 2 】

(比較例 1)

表 1 に示す組成 A の炭素鋼製の特殊ねじ継手に下記の表面処理を施した。

ボックス表面は、機械研削仕上げ(表面粗さ $3 \mu\text{m}$)後、80 ~ 95 の燐酸マンガ用化成処理液中に 10 分間浸漬して、厚さ $15 \mu\text{m}$ の燐酸マンガ被膜(表面粗さ $12 \mu\text{m}$)を形成した。このボックス表面に、API 規格に準拠した、粘稠液体状のコンパウンドグリスを塗布して潤滑被膜を形成した(ピンとボックスの合計の塗布量 50g ; 塗布面積は合計でおよそ 1400cm^2)。

30

【 0 1 4 3 】

ピン表面は、機械研削仕上げ(表面粗さ $3 \mu\text{m}$)の後、75 ~ 85 の燐酸亜鉛用化成処理液中に 10 分間浸漬して、厚さ $12 \mu\text{m}$ の燐酸亜鉛被膜(表面粗さ $8 \mu\text{m}$)を形成し、そのままし、その表面に上記と同じコンパウンドグリスを同じ量で塗布した。

【 0 1 4 4 】

μ の値は 0.02 であった。締付け・緩め試験では、表 4 に示すように、10 回の締付け・緩めにおいて、10 回目までは焼付きの発生はなかった。しかし、この例は、コンパウンドグリスが鉛等の重金属を含有するため、人体、環境への有害性があるといえる。高トルク試験では、高トルクでの締結でもショルダー部の降伏が起こらない高い T_y を有する、大きな T を示した。この時の T を 100 として、実施例の T をこの値と比較した。

40

【 0 1 4 5 】

(比較例 2)

表 1 に示す組成 B の Cr - Mo 鋼製の特殊ねじ継手に下記の表面処理を施した。

ボックス表面は、機械研削仕上げ(表面粗さ $3 \mu\text{m}$)後、80 ~ 95 の燐酸マンガ用化成処理液中に 10 分間浸漬して、厚さ $12 \mu\text{m}$ の燐酸マンガ被膜(表面粗さ 10μ

50

m)を形成した。このボックス表面に、アクリル-シリコン共重合体粒子を配合しない表3の比較例2の潤滑被膜形成用組成物(表示組成物100に対して有機溶剤30の割合で希釈)をスプレー塗布した。溶剤の揮発後、厚さ80 μ mの潤滑被膜が形成された。

【0146】

ピン表面には、機械研削仕上げ(表面粗さ3 μ m)後、75~85の燐酸亜鉛用化成処理液中に10分間浸漬して、厚さ12 μ mの燐酸亜鉛被膜(表面粗さ8 μ m)を形成した後、ボックス表面と同じ組成物を同様にしてスプレー塗布して、厚み80 μ mの潤滑被膜を形成した。

【0147】

μ の値は-0.05であり、高面圧での摩擦係数が低面圧での摩擦係数より低くなった。締付け・緩め試験では、表4に示すように、10回の締付け・緩めにおいて、焼付きの発生はなく、極めて良好であった。しかし、高トルク試験では、従来のコンパウンドグリリスに比べてT比が50%と極めて小さかった。すなわち、高粘性基剤と黒鉛からなる被膜ではT比は全く改善しないことが確認された。

10

【0148】

(比較例3)

表1に示す組成Aの炭素鋼製の特殊ねじ継手に下記の表面処理を施した。

ボックス表面は、機械研削仕上げ(表面粗さ3 μ m)後、80~95の燐酸マンガン用化成処理液中に10分間浸漬して、厚さ15 μ mの燐酸マンガン被膜(表面粗さ12 μ m)を形成した。このボックス表面を誘導加熱により130に予熱してから、130に加熱された表3に示す比較例3の潤滑被膜形成用組成物を保温機能付きのスプレーガンにより塗布した。冷却後、厚さ50 μ mの潤滑被膜が形成された。

20

【0149】

ピン表面には、機械研削仕上げ(表面粗さ3 μ m)後、75~85の燐酸亜鉛用化成処理液中に10分間浸漬して、厚さ12 μ mの燐酸亜鉛被膜(表面粗さ8 μ m)を形成した後、ボックス表面と同じ組成物を同様の方法で塗布して、厚み50 μ mの潤滑被膜を形成した。

【0150】

μ の値は-0.06であり、高面圧での摩擦係数が低面圧での摩擦係数より低くなった。締付け・緩め試験では、表4に示すように、10回の締付け・緩めにおいて、焼付きの発生はなく、極めて良好であった。しかし、高トルク試験では、従来のコンパウンドグリリスに比べてT比が52%と極めて小さかった。

30

【0151】

管ねじ継手に対して必要とされる防錆性については、クーポン試験片(70mm \times 150mm \times 1.0mm厚)に、表2および表3のボックス側と同じ下地処理被膜および潤滑被膜を形成した。この試験片を塩水噴霧試験(JIS Z2371(ISO 9227に対応)準拠:温度35、1000時間)と湿潤試験(JIS K5600-7-2(ISO 6270に対応)準拠:温度50、湿度98%、200時間)に供して、発生の有無を検査した。その結果、実施例ではいずれも最終的に錆の発生がないことを確認した。

【0152】

また、各実施例の管ねじ継手を気密性試験や実掘削装置での実用試験で検証したところ、従来使用されていたコンパウンドグリリスよりも優れた大きなTを有する潤滑被膜が実現されたことが実証された。

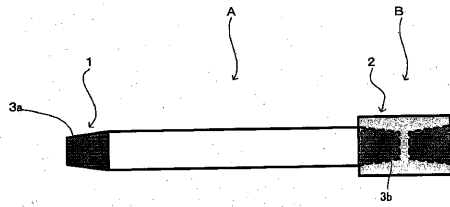
40

【0153】

以上に、本発明を現時点で好ましいと考えられる実施形態に関連して説明したが、本発明は以上に開示された実施形態に限定されるものではない。特許請求の範囲および明細書全体から読み取れる発明の技術思想に反しない範囲で変更を加えることが可能であり、そのような変更を伴うねじ継手もまた本発明の技術的範囲に包含されるものとして理解されなければならない。

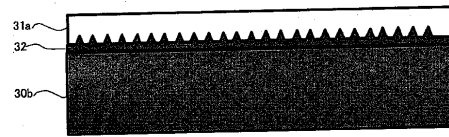
【 図 4 】

Fig. 4



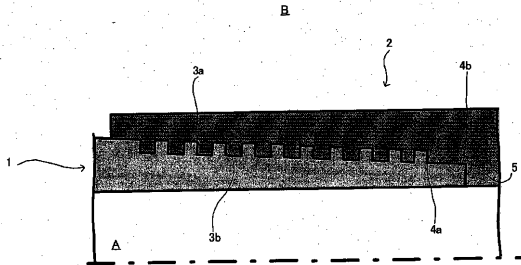
【 図 6 (b) 】

(b)



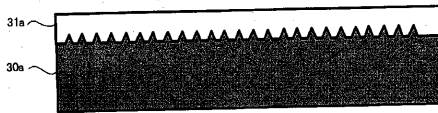
【 図 5 】

Fig. 5

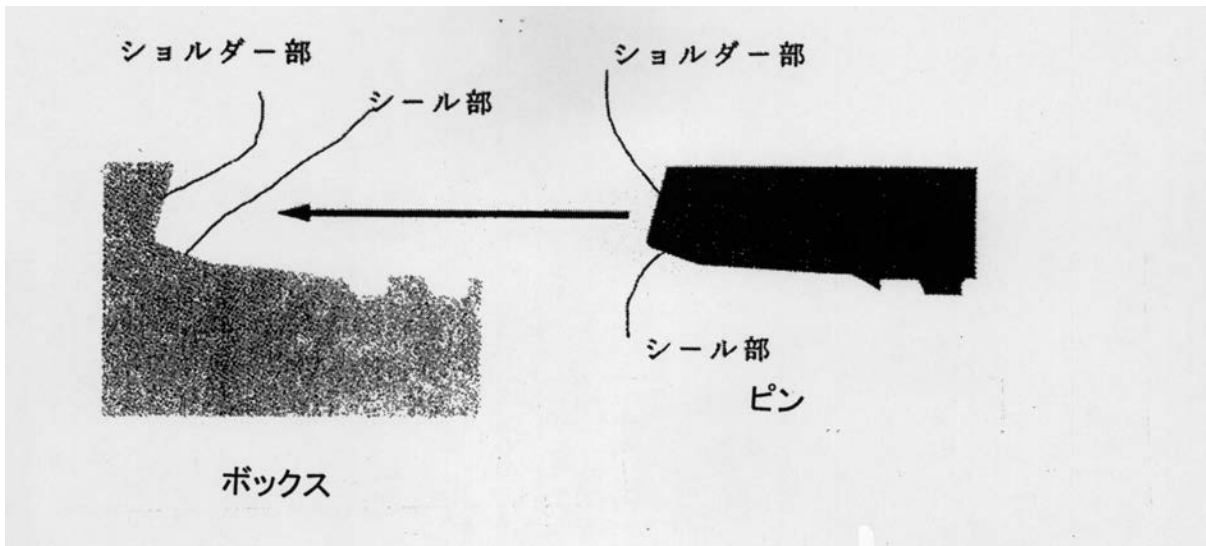


【 図 6 (a) 】

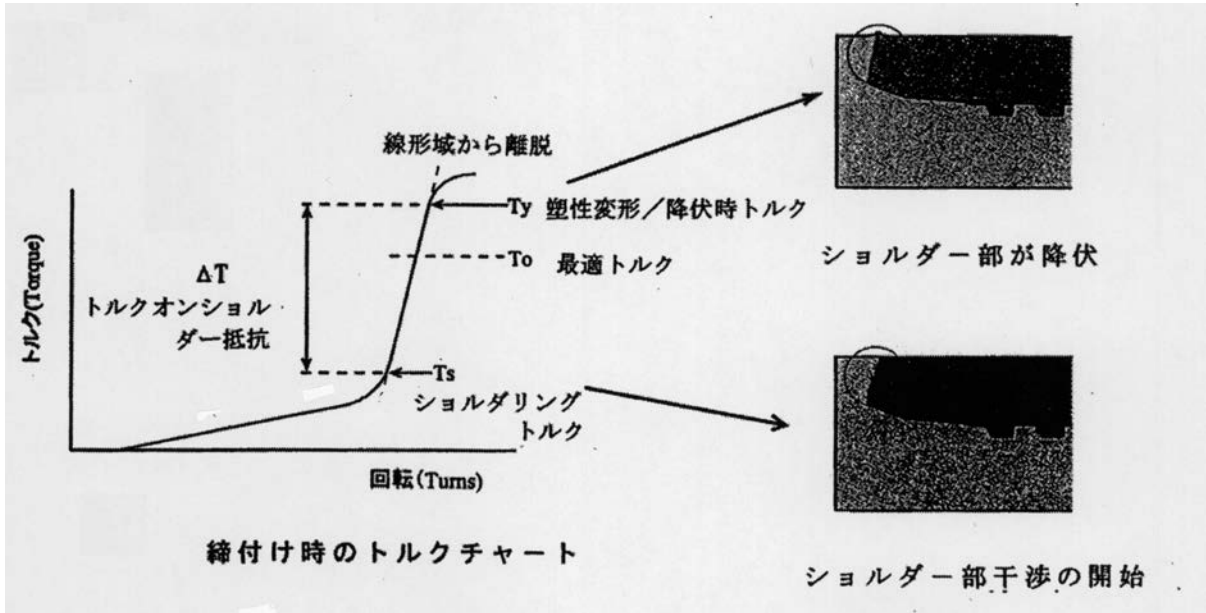
(a)



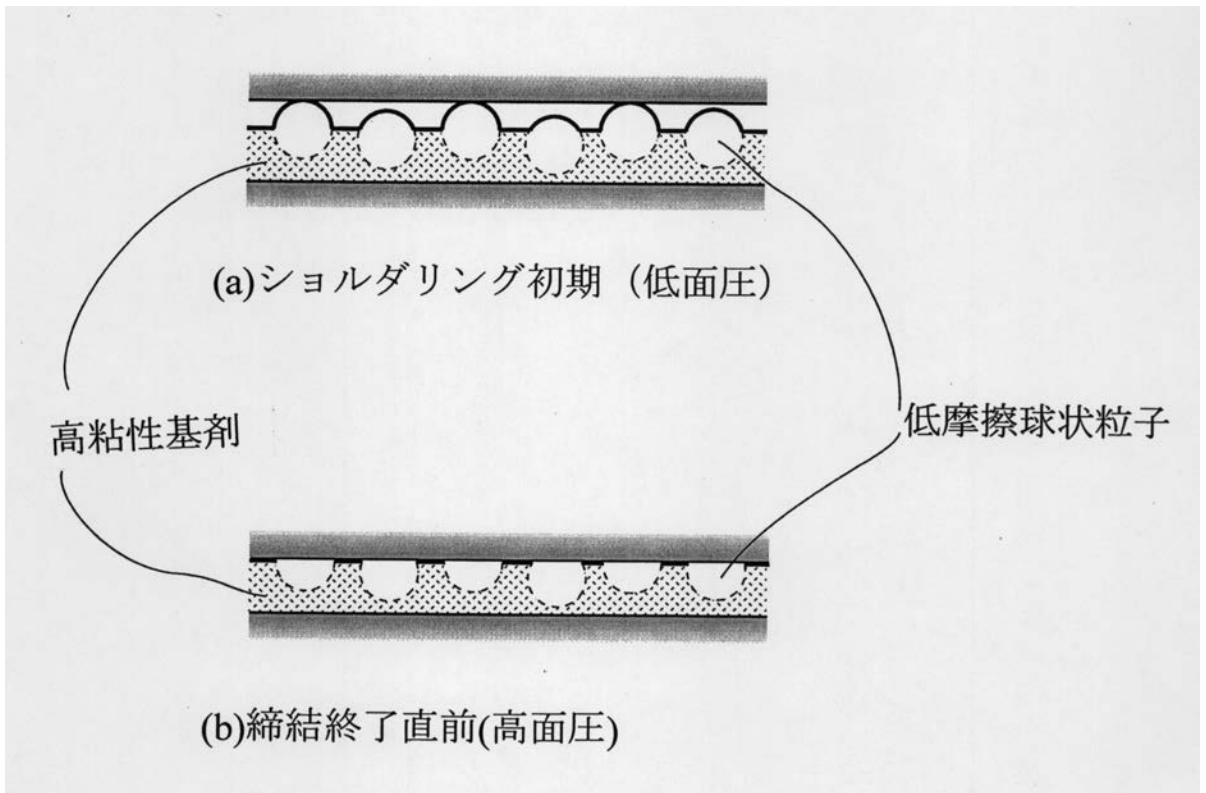
【 図 1 】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 山本 泰弘
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内

審査官 渡邊 洋

(56)参考文献 国際公開第2009/057754(WO, A1)
特開2002-173692(JP, A)
特開2004-53013(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

F16L 15/00 - 15/08
C10M103/02
C01M105/22
C10M107/28
C10M107/38
C10M107/50
C10M109/00
C10M145/14
C10M147/02
C10M155/02
C10N 10:04
C10N 20:00
C10N 20:02
C10N 20:06
C10N 30:06