

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B1)

(11)特許番号
特許第7498471号
(P7498471)

(45)発行日 令和6年6月12日(2024.6.12)

(24)登録日 令和6年6月4日(2024.6.4)

(51)国際特許分類

F I

C 0 9 D 133/00 (2006.01)	C 0 9 D 133/00
C 0 9 D 5/02 (2006.01)	C 0 9 D 5/02
C 0 9 D 7/61 (2018.01)	C 0 9 D 7/61
C 1 0 M 103/06 (2006.01)	C 1 0 M 103/06
C 1 0 M 103/02 (2006.01)	C 1 0 M 103/02

請求項の数 21 (全68頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2023-570233(P2023-570233)
 (86)(22)出願日 令和5年8月14日(2023.8.14)
 (86)国際出願番号 PCT/JP2023/029434
 審査請求日 令和5年11月13日(2023.11.13)
 (31)優先権主張番号 特願2022-134376(P2022-134376)
 (32)優先日 令和4年8月25日(2022.8.25)
 (33)優先権主張国・地域又は機関
 日本国(JP)
 早期審査対象出願

(73)特許権者 000001258
 J F E スチール株式会社
 東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号
 (73)特許権者 591056396
 東洋ドライループ株式会社
 東京都世田谷区代沢 1 - 2 6 - 4
 (74)代理人 100103850
 弁理士 田中 秀 てつ
 (74)代理人 100105854
 弁理士 廣瀬 一
 (74)代理人 100116012
 弁理士 宮坂 徹
 (74)代理人 100066980
 弁理士 森 哲也
 (72)発明者 石黒 康英

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤、そのコーティング用薬剤の製造方法、油井管補修方法、油井管の潤滑改善方法、及び油井管

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

金属面に塗布して固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤であって、
 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、水の体積 1 0 0 に対し 0 . 5 以上 1 0 以下であり、
 上記溶剤の体積の 9 5 % 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、黒鉛と金属石鹸を全固体潤滑成分重量の 9 5 % 以上含み、
 更に上記固体潤滑剤として、アルカリ石鹸を全固体潤滑成分重量の 0 % 以上 1 % 以下含み、

10

上記黒鉛は、重量比で、全固体潤滑剤の 0 . 5 % 以上 5 % 以下であり、
 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であって、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上記バインダー樹脂の全重量の 9 0 % 以上含む、
 ポリマー又は共重合体である、
 固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項 2】

上記添加物として、更にアンモニア水が添加されている、
 請求項 1 に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項 3】

上記バインダー樹脂が、薬剤全重量の 3 0 % 以上 4 0 % 以下であり、

20

上記固体潤滑剤が、薬剤全重量の10%以上20%以下であり、
 上記溶剤が、薬剤全重量の40%以上50%以下である、
 請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項4】

溶剤成分として、上記溶剤を構成する水に、低級アルコール及びアンモニア水のうち、少なくとも低級アルコールが添加物として添加され、上記低級アルコールは、1種類又は2種類以上の、炭素数3以下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、溶剤を構成する水の体積100に対し0.5以上10以下であり、

上記アンモニア水の体積は、溶剤を構成する水の体積100に対し0以上5以下である、
 請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

10

【請求項5】

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、工業用エタノールから選択した低級アルコールである、

請求項4に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項6】

上記黒鉛の平均粒径が、5 μ m以下であり、

上記金属石鹸の平均粒径が、5 μ m以下である、

請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項7】

20

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(1)~(4)に記載のモノマーのうち、単体で構成されるポリマー、又は、下記(1)~(4)に記載のモノマーの2個以上のモノマーならなる共重合体である、

請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

(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と一体となったモノマー

(3) 上記(1)(2)に対してグラフト化したモノマー

30

(4) ビニル化合物、ウレタン化合物のうちいずれか一方が両方のモノマーが、少なくとも(1)~(3)のうちの1つ以上のモノマーと一体となって構成されるモノマー

【請求項8】

上記金属石鹸として、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金属石鹸を1種類若しくは2種類以上含み、

上記アルカリ石鹸として、下記のA群から選択した脂肪酸と下記のC群から選択した金属元素からなる化合物であるアルカリ石鹸を1種類若しくは2種類以上含む、

請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

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

40

B群：Mg、Ca、Zn、Ba

C群：Na、K

【請求項9】

薬剤の引火点が60以上、又は不燃性の、請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項10】

薬剤の粘度が、1000mPa \cdot s以下である、請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項11】

金属面に対し塗布量0.1g/mm²以下で塗布し、常温大気環境で放置乾燥をした場

50

合、30分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する、請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項12】

金属面に対し塗布量 0.1 g/mm^2 以下で塗布し、常温大気環境で 1 m/秒 以上の送風乾燥をした場合、3分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する、請求項1に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤。

【請求項13】

請求項1に記載したコーティング用薬剤の製造方法であって、上記低級アルコールに上記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、上記金属石鹸の調合を行う、

固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤の製造方法。

【請求項14】

油井管のねじ部の潤滑膜を補修する油井管補修方法であって、油井管のねじ部のうち、焼き付きが発生した領域を養生したのちに、少なくとも上記養生部分に対し、請求項1～請求項12のいずれか1項に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤を塗布する、

油井管補修方法。

【請求項15】

固体潤滑被膜がねじ部に形成された油井管に対し、上記固体潤滑被膜の上に、請求項1～請求項12のいずれか1項に記載した固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤を塗布する、

油井管の潤滑改善方法。

【請求項16】

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て構成され、上記固体潤滑剤として、黒鉛と金属石鹸を全固体潤滑成分重量の95%以上であり、更に上記固体潤滑剤として、アルカリ石鹸を全固体潤滑成分重量の0%以上1%以下含み、

上記黒鉛は、重量比で、全固体潤滑剤の0.5%以上5%以下であり、

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であって、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上記バインダー樹脂の全重量の90%以上含む、ポリマー又は共重合体である、

油井管。

【請求項17】

上記黒鉛の平均粒径が、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、

上記金属石鹸の平均粒径が、 $5\text{ }\mu\text{m}$ 以下である、

請求項16に記載した油井管。

【請求項18】

上記金属石鹸は、重量比で、全固体潤滑剤の0.5%以上5%以下である、

請求項16に記載した油井管。

【請求項19】

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(1)～(4)に記載のモノマーのうち、単体で構成されるポリマー、又は、下記(1)～(4)に記載のモノマーの2個以上のモノマーならなる共重合体である、

請求項16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と一体となったモノマー、

10

20

30

40

50

(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のいずれか一方が両方のモノマーが、少なくとも(1)~(3)のうちの1つ以上のモノマーと一体となって構成されるモノマー

【請求項20】

上記金属石鹼として、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金属石鹼を1種類若しくは2種類以上含み、

上記アルカリ石鹼として、下記のA群から選択した脂肪酸と下記のC群から選択した金属元素からなる化合物であるアルカリ石鹼を1種類若しくは2種類以上含む、

請求項16~請求項19のいずれか1項に記載した油井管。

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：Mg、Ca、Zn、Ba

C群：Na、K

【請求項21】

上記固体潤滑被膜は、膜厚が10µm以上100µm以下であり、膜硬度が、鉛筆硬度でB以下の軟質である、

請求項16~請求項19のいずれか1項に記載した油井管。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤、そのコーティング用薬剤を用いた油井管ねじ部の補修及び潤滑性能の改善に好適な技術である。すなわち、本開示は、固体潤滑被膜を使った油井管ねじ等の金属部品の金属面の潤滑に関する技術である。

本開示は、例えば、既存の固体潤滑被膜に対し、更に1段階レベルアップした潤滑性が必要な場合に使用される。すなわち、本開示は、潤滑性の向上や、予防的な意味を含めて焼き付きを避ける目的で、既存の固体潤滑被膜の上に塗布することも含む。単に、本開示の固体潤滑被膜だけで、潤滑を実現させる場合も対象とする。

【0002】

また、本開示は、例えば、油井管ねじ継手の潤滑に関し、油井管ねじの構成要素であるねじ部を構成するねじ山部分とシール部分のうち、ねじ山部分だけに軽度な焼き付きが起きた場合に使用される。例えば、本開示は、その焼き付き部分をグラインダー、サンドペーパー、やすり等で削って養生し、その領域を現地・現場で部分補修する目的で塗布することを目的とする薬剤に関する。部分補修は、タッチアップとも呼ばれる。

【背景技術】

【0003】

古くから、石油/ガスの掘削現場や生産で使われる油井管は、締付け・締戻しが行われるねじ部(継手部)の潤滑に、湿式の潤滑用コンパウンドが使われている。そして、潤滑用コンパウンドによる潤滑が、今もなお主流である。

例えば、油井管が炭素鋼系の場合、ねじ面にリン酸Mn化成処理膜を下地として形成する。また、油井管がステンレス・高合金系の場合、ねじ面にCuめっきをはじめとする電気めっき膜を下地として、ボックスねじ(雌ねじ)側に施す。その後、ボックスねじ、ピンねじのいずれか一方があるいは両方に、潤滑用コンパウンドを塗布して潤滑性を付与する。

【0004】

潤滑用コンパウンドは、古くから、Pb、Zn、グラファイトなどの重金属群が入った、グリース等からなるコンパウンドである。現在では、環境対応で、そういった重金属を除いたコンパウンドも存在し、既に使われている。また、更には、まだ主流ではないが、乾式である固体潤滑被膜での潤滑技術も使われるようになっている。

湿式のコンパウンドは濡れた潤滑膜を形成する。これに対し、固体潤滑被膜による潤滑技術は、ドライ技術とかグリースレス技術と呼ばれる。固体潤滑被膜による潤滑技術は、

10

20

30

40

50

石油ノガスの掘削現場、生産で使われる油井管の潤滑を達成できる重要な技術の1つになりつつある。

【0005】

ただし、どんなに潤滑技術が高められてきても、僅かではあるが、一定量の締付け不良が発生する。そして、締付け不良の原因として、例えば、シール部分が焼き付き、ダメージがあると、そのボックスねじやピンねじは不合格とされる。不合格となったボックスねじは廃却処分となる。また、不合格となった実長のピンねじのうち、シール部分に少しでもダメージのあるピンねじは、ピンねじ部分だけを切り落として、再度ねじ切りがなされる場合が多い。もっとも酷い場合は、ピンねじとボックスねじが激しく噛み合って外せない状況についても、両ねじ共に廃棄処理の対象となる。

10

ここで、本明細書におけるピンねじの実長とは、10m以上を指す。

【0006】

しかしながら、シール部分が健全なままで、ねじ山領域部分だけが軽度なダメージがあるようなケースでは、タッチアップ（部分補修）が行われる。例えば、井戸元で、ボックスねじのねじ山領域部分やピンねじのねじ山領域部分の軽度な焼き付き部分について、タッチアップが行われる。すなわち、ダメージのある部分を中心に、その周りを含んで、グラインダー、サンドペーパー、やすり等で削って養生する。その養生の際に、潤滑目的の下地のリン酸Mn化成処理や、電気めっき処理層等の下地膜が、養生によってなくなってしまふ。このため、従来、市販の潤滑ペースト、潤滑スプレー等を塗ってシール部を補修して、潤滑を維持するように図る。

20

【0007】

こういう井戸元でのタッチアップ（部分補修）が必要な場面は、ある一定の割合で、ごくごく当たり前のように発生することがある。また、焼き付きが激しい場合には、養生によって、その部分の金属部分が削られてなくなっている箇所もある。このため、その削られたところを埋めるような補修剤であった方が好ましい。

こういった補修の場合、従来の潤滑用コンパウンド、すなわち、Pb、Zn、グラファイト等の重金属群が入ったコンパウンドだけを塗って対応することはほとんどない。補修には、焼き付き防止（Anti-seize）のスプレー、ペースト、コンパウンドの市販されている補修用の商品群（補修剤）を使う。焼き付き防止（Anti-seize）の潤滑剤の分野は裾野が広い。例えば、単なる鉱物油だけの構成から、鉱物油などに金属粉（Zn系、Ni系）を分散させものや、潤滑剤（黒鉛、MoS₂、BN、PTFE、シリコン）などを分散させたりするものなど、数多くある。

30

【0008】

油井管ねじの潤滑のように、荷重条件が厳しい箇所（Heavy-duty用途の箇所）では、市販品で商品名がモリコート（MolykoteTM：ダウ・コーニング社製、Dupon社製）と呼ばれるようなもの、及び、その類似商品群を使うことが普通である。今はモリコート自体がブランド名となっている。このため、モリコートとして、必ずしも、MoS₂が入っているものを対象にせずに、Zr系、F系、グラファイトを主体にしたものや、混合させた商品もある。ただし、本明細書では、モリコートは、主にMoS₂を含むものを指すものとする。また、以下の説明では、モリコート及びその類似商品群を併せて、モリコートと総称する場合もある。

40

【0009】

モリコートその他の焼き付き防止（Anti-seize）のスプレー、ペーストそれ自体だけで、油井管ねじの潤滑を達成することもできる。しかし、それらは高価である。このため、また、井戸近くの作業ヤードで塗布処理したり、井戸の締付現場でそれ自体だけを使って、油井管ねじの潤滑を達成することは、あまり行われぬ。

モリコートの油井管分野での活用方法は、普通は、潤滑が異常の時だけに、次のように用いられる。すなわち、井戸の締付け現場で、焼き付き箇所を養生した後に、井戸元でのタッチアップの際に、モリコートを管に塗布するのが一般的な使い方である。ただし、モリコートは、高度な潤滑性を保証するような潤滑剤であって、補修部をパテ的に埋めきる

50

ようなものではない。モリコートは、あくまでも補修材である。

【 0 0 1 0 】

本明細書でいうモリコートは、主に MoS_2 、及び鉱物油（有機溶剤系）～合成油等の油系溶剤を含む。すなわち、モリコートは、ホワイト・ミネラル・オイル、PAO（ポリアルファオレフィン）、PAG（ポリアルキレングリコール）等の鉱物油に、 MoS_2 が分散してブレンドされて構成される。そして、スプレーやペースト状のモリコートを、補修箇所に塗布するのが普通である。ホワイト・ミネラル・オイルは、ベイビーオイルで、常温では無色の液体で非揮発性の安定した油である。なお、モリコートには、ベースの基材の鉱物系油に対し、増粘剤として、リチウム石鹸、カルシウム石鹸を混ぜて、油に粘度を持たせたものもある。

10

【 0 0 1 1 】

上述のように、ねじ山領域の焼き付いたねじを、井戸元でのタッチアップによって、再度使えるようにする。このとき、モリコートを、ねじ部の全面に塗って締め付けるようにする。又は、モリコートを補修分だけ施して乾燥させた後、ねじ部の全面に潤滑用コンパウンド（API-Mod他）を塗って、再度締め付けを行うこともある。この場合、鉱物油の乾燥を待ってから潤滑用コンパウンドを使う。

この井戸元でのタッチアップは、ねじのシール性を維持することを目的として、ねじ山領域の軽度な焼き付きの場合の救済処置である。しかし、シール部分が少しでも焼き付く場合には救済しえない。また、事前に潤滑が不十分と予想される場合には、予防的に、モリコートを塗って、全体的に潤滑性をワンランク向上させて対応する使い方がなされる場合もある。

20

【 0 0 1 2 】

一方で、 MoS_2 含有のモリコートは、問題点も指摘されている。すなわち、ねじの敷設時に、敷設した日にちから間を開けずに、井戸において、 MoS_2 が原因で、ねじ自体、すなわちカップリングが、水素脆化が原因で割れてしまう懸念が非常に高くなる、と指摘されている。

最近では油井管の強度・硬度が高くなってきたこともあって、その懸念が問題視されるようになってきた。例えば、非特許文献1には、Ni基合金の油井管に、 MoS_2 を含むスプレーからなる潤滑剤を塗布すると割れた、という報告が記載されている。また、石油/ガスのエンジニアの中では、 MoS_2 が H_2S に変化して、結果として、水素脆化になる懸念が高くなるという考え方も流布している。よって、井戸元でのタッチアップの目的で使う薬剤は、 MoS_2 を含有するモリコートの使用を避けたいというニーズが高い。

30

【 0 0 1 3 】

また、油井管ねじ潤滑において、潤滑に従来の湿式コンパウンドを使う方法ばかりでなく、新技術の「固体潤滑被膜を使った技術」に対しても、上記と同じように、井戸元でのタッチアップが必要になるケースがある。

発明者の調査によると、潤滑用コンパウンドを使うケースと違って、固体潤滑被膜での潤滑は、軽度な焼き付きが起りやすい傾向がある。

【 0 0 1 4 】

潤滑用コンパウンドは、粘性液体状のペースト状である。このため、締め付け締戻しに連動して、コンパウンドが動く。一方で、固体潤滑被膜は、そういうことがなく、締め付け締戻しによって不可避免的に僅かながら削れる。そして、固体潤滑被膜自体に由来する破片や剥離片が、締め付け締戻しに常に連動して動くことを期待できるわけではない。これらの破片などとなっている2次生成物が、ねじ間隙に詰まった場合には、焼き付きに発展する。このため、井戸元でのタッチアップについては、固体潤滑被膜による潤滑においても、依然、重要視される。

40

【 0 0 1 5 】

ここで、固体潤滑被膜のねじ山部分の軽度焼き付きの場合、従来のように、モリコートを使うことも想定される。しかしながら、上述のような MoS_2 に由来するかもしれない割れ問題の懸念があって、 MoS_2 含有のモリコートは避けておきたい需要が高い。

50

また、固体潤滑被膜は、Dry被膜と呼ばれるように、乾いた固体潤滑膜である。井戸元でのタッチアップにおいて、ペースト状又はスプレー状のモリコートを使うとなれば、固体潤滑被膜の場合、別の課題がある。

【0016】

すなわち、モリコートは、ホワイトオイル、PAO、PAGといった鉱物系油～合成油の溶剤に溶けている。このため、モリコートで形成した膜は完全に乾いたという状況というより、むしろ、どちらかと言えば若干濡れた膜であることが多い。したがって、モリコートは、乾式の固体潤滑被膜の技術思想に合わない。厳密に言えば、モリコートは、「乾いている」ことが前提の固体潤滑被膜の技術カテゴリーの中に入らない。モリコートは、スプレー状の場合も、乾いてしまえばDry被膜として扱うことができる場合がある。しかし、多くの場合、ホワイトオイル系の溶剤に固体潤滑成分とバインダー樹脂成分が混ぜられていて、乾燥に時間が掛かる。乾燥するのを長く待っても、半濡れ的で、完全な乾燥レベルまで行き着かない場合も多い。

【0017】

また、井戸元は火気厳禁である。井戸元は、乾燥を優先して、沸点が低く、かつ、引火点も低い、トルエン、キシレン、ベンゼン他のVOC（揮発性有機溶剤）を使うことは避けなければならない。

また、フッ素溶剤（HFE他）に分散した、PFASを含むフッ素樹脂は、低沸点であるがゆえに速乾性がある。そして、そのフッ素樹脂は、従来のVOCと違って、引火点は高く、火災や爆発を起こさないのが安全に、かつ、早期に乾燥できる膜を提供できる。しかし、2021年4月のTSCAでのPFAS利用に対して大幅に規制がかかった事実から、PFASを含む製品は実質的に使えないと判断できる。

また、井戸元でのタッチアップとは別に、次のような使用のケースがある。すなわち、タッチアップで期待されるような部分補修ではなくて、既に存在している固体潤滑被膜自体の潤滑性特性を、一段階向上させることが必要とされるケースがある。これは、従来の下地被膜に、コンパウンドで締め付ける技術にはない観点である。なお、下地被膜は、化成処理や電気メッキで形成される。

【0018】

既に述べたように、従来から油井管ねじの潤滑技術では、下地としてリン酸Mn化成処理膜や電気めっき膜をボックスねじ（雌ねじ）側に施す。その後、潤滑用コンパウンドをねじ同士の潤滑面に行きわたるように塗布して、潤滑性を達成する。潤滑用コンパウンドは、粘度液体状のペースト状であり、締め付け締戻しに連動してコンパウンドが動く。このため、油井管のサイズによる影響は小さくなくて、優れた潤滑が期待できる。

【0019】

一方で、固体潤滑被膜では、油井管の外径・肉厚のサイズによる影響が強くなる。固体潤滑被膜の潤滑では、そもそも、固体潤滑被膜が自らを少しずつ削られながら潤滑を実現している。このため、締め付け時のミスアライメントとか、ピンねじ（雄ネジ）を初期差し込みセットの際にカップリングねじ（雌ネジ）に衝撃がかかった時とか、膜がダメージを受けることが多い。この結果、固体潤滑被膜の潤滑では、総じて焼き付けしやすい傾向がある。

特に、大径・厚肉材では、締め付けトルク値が大きくなり、ピンねじの重さも重くなる。したがって、実際のフィールドで、立てて吊られながら締め付けられる状況では、固体潤滑被膜が根こそぎ剥離する等のダメージが起こることがある。

【0020】

固体潤滑被膜では、同一の薬剤を使用しても、締め付け締戻し回数で代表される潤滑特性について、小径のピンねじで実現できていた性能が、大径のピンねじでは全く実現できていない事態が起こり得る。よって、固体潤滑被膜を補修等する場合、新たな潤滑被膜を、既にある固体潤滑被膜上の全体を覆うように形成する。または、新たな潤滑被膜（潤滑補助膜）で部分的に弱い部分を保護的に覆う。このように、潤滑を改善させることが必要とされる場合が、特に大径・厚肉の油井管においてある。

10

20

30

40

50

この場合、下地膜を考慮しない場合、固体潤滑被膜の全体の構造は、2層膜構造となっている。下地膜を考慮しない場合とは、例えば、リン酸化処理膜や電気めっき膜を考慮しない場合である。

【0021】

全面的な2層膜構造や部分的な膜強化について、例えば、特許文献1、2に記載がある。この特許文献には、部分的に強化する目的で、2層構造になっている部分、特にシオルダー部を対象としている部分についての記載がある。すなわち、2層構造になっている部分として、表層側が硬度の高い事例（特許文献1）、及び高摩擦係数の事例（特許文献2）が開示されている。

また、全面的な2層構造の例は、数多くある。例えば、特許文献3、4が例示できる。これらは、全面的な2層構造である。

10

特許文献3は、固体潤滑剤を入れない固体潤滑被膜（バインダー樹脂のみ）を表層に、固体潤滑剤を入れた通常の固体潤滑被膜を下層に形成したものである。ただし、特許文献3での2層化は、固体潤滑剤が入ることで固体潤滑被膜が多孔質になって防錆能力に欠ける点を、最表層（固体潤滑剤無しの固体潤滑被膜）で覆う。これによって、特許文献3では、耐食能力を高めることを目的としている。

【0022】

特許文献4では、下層に粘度液体状潤滑層を形成することで、従来のコンパウンドでの潤滑のように、締付け締戻しに連動して動く。これによって、特許文献4では、自己補修的に潤滑を常に維持することができるようにすることを目的としている。また、特許文献4は、上層の固体潤滑被膜は、下層の粘度液体状潤滑層のカバーの役割を有する。更には、上層の固体潤滑被膜は、極度に強い面圧が掛かった際には容易に破壊されて、下層と一体になって潤滑層を形成するというものである。また、特許文献4では、層の硬度は、上層が硬く、かつ、軟質の下層で、これらの層によって潤滑機能の大半を持たせる設計になっている。

20

【0023】

ここで、上述のように、油井管ねじ部への更なる潤滑剤の塗布、潤滑膜構造の追加は、井戸元でのタッチアップの効果と、油井管が大径の場合における潤滑を一段階上に改良させる効果とがある。このとき、使用する薬剤を共通化することが好ましい。すなわち、いずれの作業も、井戸元での同じ作業エリアで使われる可能性がある。このため、1つの薬剤で実現させることは、利用者の使い勝手を改善させるには有効である。かつ、2つの薬剤が並立して塗り間違いを避けるためにも有効と考えられる。このときの薬剤設計においては、耐食性は、必要特性から外すことができる。求められる必要特性は、井戸元でのタッチアップができると共に、潤滑性の確保、及び油井管が大径の場合における潤滑を改善させることにある。

30

しかし、過去の先行文献において、その技術思想は見いだせなかった。

【0024】

また、また従来技術として特許文献5～7に記載の技術がある。

特許文献5には、UV硬化膜の上にアクリルシリコン樹脂が形成され、アクリルシリコン樹脂は、固体潤滑剤として金属石鹸を含むことが例示されている。また、ラッカーベースの吹き付け式のアクリルシリコン樹脂水性及び油性が例示され、油性がよいと記載されている。すなわち、積極的に、水性のバインダー樹脂を使用するものではない。

40

特許文献6には、粘稠液体又は半固体の潤滑被膜と、その上に形成された乾燥固体被膜とを有し、いずれの膜も固体潤滑剤を含むことが記載されている。

特許文献7には、熱可塑性樹脂として、アクリル樹脂が例示されている。不揮発性成分に、金属石鹸やワックスを一例として含むことが記載されている。また、ワックスは、焼付き防止効果だけでなく、潤滑被膜形成用組成物の流動性を低下させ、被膜強度を向上させるのにも有効であることが記載されている。また、動物性、植物性、鉱物性及び合成ワックスのいずれも使用できることが記載されている。

【0025】

50

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 8、9、非特許文献 2 等がある。

特許文献 8 には、縦型のパワートングを使い、かつ、ミスアライメントを想定して、7" サイズの短尺ピンを使って、初期セットを角度 6 度で試験したと明記がある。

ここで、本明細書における短尺ピンの長さは、API RP 5C5 2017 のねじ試験に使用されるピンの一般的な長さを指す。具体的には、その長さは、1 m 前後である。

特許文献 9 には、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 2 は、縦型のパワートングを使い、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、ピンの上部に 5 kN (約 500 kg) の重りを乗せて潤滑を評価した論文である。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0026】

【文献】特表 2015 - 506445 号公報

【文献】特許第 5722752 号公報

【文献】特表 2008 - 527249 号公報

【文献】特表 2004 - 53013 号公報

【文献】特開 2016 - 028211 号公報

【文献】特開 2008 - 537062 号公報

20

【文献】再公表 2009 - 057754 号公報

【文献】特開 2002 - 327874 号公報

【文献】WO 2017 / 110685

【非特許文献】

【0027】

【文献】Steven S. Shademan; John W. Martin; Al P. Davis, NACE CORROSION 2012, Paper No 2012 - 1095

【文献】津留ら：石油技術協会誌 61 巻 6 号 (1996) pp. 527 - 536.

【発明の概要】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0028】

マトリクス成分として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使用し、それに、固体潤滑剤としての金属石鹼と黒鉛を分散して使うコーティング用薬剤の設計は、従来、あまり見られない。黒鉛を、以下、グラファイトとも言う。

本開示でいう、金属石鹼とは、アルカリ金属以外の金属イオンと高級脂肪酸の塩とする。アルカリ石鹼は、日常的に使う、いわゆる石鹼であり、アルカリ金属のイオンのうち、Na イオンあるいは K イオンと高級脂肪酸の塩と定義する。Na と K 以外のアルカリ金属の塩は、金属石鹼として扱う。

【0029】

40

ここでは、更に、本開示では、水系溶媒を前提とした薬剤の場合を想定して考察する。水系溶媒とは、主成分が水の溶媒を指す。

この場合、金属石鹼自体は、撥水性を持ち、水に不溶であるので、水系溶媒に混ぜることが困難であるといわれている。金属石鹼は、同時にアルコール群にも不溶であるといわれている。金属石鹼がやや溶けるとされるのは、VOC (揮発性有機物) で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群である。しかし、この薬剤群は、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に属する VOC 群、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として知られている。

【0030】

このように、従来、金属石鹼自体を、水系のポリマーに直接に混ぜるのは困難であると

50

考えられている。そのため、従来、金属石鹼自体を上挙げたVOCに溶かしてから、水を主体とする溶剤に混濁させて金属石鹼を調合することが行われる。そして、水が揮発・蒸発する際に、VOCも同時に飛ぶ。このため、結果として、水溶性若しくは水分散性のポリマーに、金属石鹼を分散させることは可能になる。このことは、例えば、特許文献5～7に例示されている。しかし、作業者に対する安全・環境の配慮、及び、環境に対する配慮、さらには、火気厳禁の場所では、シンナーと呼ばれる薬剤群は揮発することから、使用できない公算が高い。火気厳禁の場所とは、例えば、石油/ガス掘削環境などである。

【0031】

水系（水溶性若しくは水分散性）のポリマーは、溶剤の主成分が水であるポリマーを指し、薬剤を塗布して膜化する場合には、この水成分を乾燥除去する必要がある。水系ポリマーは、溶剤が水であるがゆえに、乾燥する際に、塗った対象を加熱するか、逆に塗るべき対象位置を温めてから塗る方法がある。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、乾燥のために、長時間の待ち時間が発生して非効率になる。しかし、井戸元でのタッチアップの場合、火気厳禁エリアのため、ヒーター等を使わずに、単に放置するだけで乾燥できることが望まれている。または、井戸元には供給されていることが多い、圧縮空気ベースのプロワーによる乾燥環境も期待できるので、それによる乾燥も考慮してもよい。その乾燥環境は、例えば、雰囲気温度+（約5～10）の状況である。

【0032】

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、その揮発熱をうまく活用して、膜化する技術も知られている。例えば、特許文献5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記載されている。そして、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5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化を図っている事例である。

また、特許文献6には、水系単独の系、水+揮発性有機溶剤の系、及び紫外線硬化樹脂を使う系が、例示されている。このうち、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がある。しかし、特許文献6にはその方法が明示されていない。

【0033】

また、特許文献7では、揮発性溶剤を使い、引火点が30以上の薬剤を使って、乾燥時間を早くする工夫が開示されている。しかしながら、引火点が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。引火点が低い材料、つまり引火しやすい材料は、十分に管理した環境で使わないと、火災他の事故の懸念が高くなる問題があった。すなわち、いかに安全に、かつ、早期乾燥をさせるかが依然課題ではある。

【0034】

以上から、発明者は、水系溶媒の乾燥を早くするためとして、VOC（揮発性有機物）で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群（トルエン、キシレン、ベンゼン他の有機溶剤）を使うことは、井戸元が火気厳禁環境ゆえに、避けるべきと判断した。いくら揮発性が高く、早期乾燥に有効であっても、VOCの排出抑制ルールもあるからである。また、これらは、水に不溶であるので、使い勝手が悪い。

【0035】

また、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。このため、固体潤滑被膜を形成するにあたり、コーティング用薬剤に、体に有害な揮発性有機溶剤（VOC）は使いづらいという課題がある。よって、発明者は、健康に害があると共に、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、早期乾燥を図るために使うことができないと判断した。

【0036】

また、元々速乾性がある、フッ素系の溶媒（フロン代替材等）や、それに溶け込ませて

10

20

30

40

50

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、使用禁止の方向で変わりつつある。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であり、潤滑も防食にも優れ、表面処理の王様の扱いであった。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た。米国 T S C A (T o x i c S u b s t a n c e s C o n t r o l A c t : 有害物質規制法) や、欧州の化学薬剤規定の R E A C H において、F系アルキル化合物 (F - (C F ₂)_n -) は、今までは、P F O S (ペルフルオロオクタンスルホン酸)、P F O A (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 T S C A の 2 0 2 1 年 4 月の改訂で、過去に遡って、P F A S (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 N G となった。よって、フッ素化合物 (P F A S) を含むバインダー樹脂は使えない状況になっている。よって、今や、フッ素で使える薬剤・製品は、T S C A の適用免除となっているのは、テフロン (登録商標) (P T F E : ポリテトラフルオロエチレン) や P F P E (パーフルオロポリエーテル) や溶剤のフッ素系溶剤の H F E (ハイドロフルオロエチレン) 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。

10

【 0 0 3 7 】

それゆえに、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が望まれている。そして、そのような薬剤について、適切な固体潤滑剤や、その他添加物から、井戸元でのタッチアップ用や、潤滑改善のためのトップコート形成するための薬剤が望まれている。

20

更に、その薬剤を使って固体潤滑被膜を製膜する際に、溶剤としての水が揮発しにくい、蒸発には時間がかかるという課題もあった。

【 0 0 3 8 】

井戸元でのタッチアップ用や、潤滑改善のためのトップコート形成用の薬剤は、井戸元で使うことを想定する必要がある。同時に、井戸元は、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。このため、乾燥を強化するような装置の設置も考えにくい。井戸元で、水溶性若しくは水分散性のポリマーベースの薬剤を塗る状況では、素早く乾くことが求められる要請がある。その理由は、井戸でトラブルが起きた際には、すぐさま、問題となっている接続箇所を取り外して、養生を行う必要があるからである。さらに、その後に、タッチアップして再度締めなおすことが要請されているからである。また、その理由は、締付け装置のパートング自体のレンタル費用は膨大で、少しでも多くの敷設を滞りなく進むためである。上記のタッチアップとは、井戸元での焼き付き部の部分補修を指す。

30

【 0 0 3 9 】

ここで、特許文献 1 ~ 3 では、いずれも、早期に膜化するために、引火点が低い、低そうな、揮発性の高い有機溶剤を使っている。すなわち、石油 / ガス井戸から離れた箇所生産され、運搬されてくるものことを前提にしたコーティング用薬剤の設計になっている。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。

40

更に、井戸元でのタッチアップによる潤滑特性の特性評価は、従来の単純なラボ実験や模擬で評価できるレベルものではない。このため、井戸元でのタッチアップによる潤滑特性の特性評価は、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ことが好ましい。

【 0 0 4 0 】

実際の井戸では、ねじ継手に実長ピンの自重が掛かるような厳しい条件となっているため、ラボで短尺ピンを使った評価では、その状況を必ずしも模擬できない。よって、実際の井戸か、井戸に近い条件を再現する工夫をして、固体潤滑被膜の成分上下限などのパラメータの上下限を設定しないと、その規定が意味を持たない。すなわち、焼き付き条件

50

を精度よく作ったうえで、実際の井戸に近い条件で評価する必要がある。

つまり、固体潤滑被膜を使う油井管ねじの潤滑の評価の場合、単に1 m程度の短尺ピンを使った従来のラボでの締付け試験でNG判定のものは、実際の井戸でもNGとして判定できる。しかし、発明者は、ラボで1 m程度の短尺ピンで評価してOKのものが、実際の井戸でOKであることを保証してくれない、との知見を得た。しかしながら、従来、この事実注目して、固体潤滑被膜の潤滑性を、実井戸に沿った条件を想定して可否判断したものは非常に少ない。すなわち、過去の先行文献で、固体潤滑被膜のパラメータの上下限の規定範囲を設定したり、説明する際に、この点を考慮されたものは、きわめて少ない。

【0041】

ただし、従来の油井管ねじの潤滑で汎用的に使われている、粘度液体状の潤滑用コンパウンドは、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ようである。粘度液体状の潤滑用コンパウンドは、ラボでの評価に準じて、実際の井戸での評価が連動する傾向がある。これは、粘度液体状の潤滑用コンパウンドがゆえに、締め付け締め戻し時に、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。これに対し、固体潤滑被膜を用いた場合には、締め付け締戻しで不可避免的に削れてしまった固体潤滑被膜由来の破片が、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の締付けでは、破片が目詰まりしやすくなる。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、固体潤滑被膜がなくなった部分で、焼き付きが起こる。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。

【0042】

実際の井戸においては、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。理想状態とは、ボックスねじに対して、実長ピンが直立してはめ込まれてセットされ、かつ、真っ直ぐ締め込まれる状態である(図4(b))。しかし、これは、実際の実長ピンではありえない状況である。

油井管ねじの構造はテーパねじ構造で、ピンねじが差し込む形でボックスねじに入っていく。軽量で短い短尺ピンならば取り回しが容易で、短尺ピンは真っ直ぐセットされることが多い(図4(a))。そのときに、テーパねじ構造の不完全ねじ部分に、「遊び(ガタ、余裕)」があるが、短尺ピンの場合には、手締めで、ショルダー近くまで締めることが可能になる(図2、図4(b))。不完全ねじ部分とは、例えば、ねじ山が完全ではなく、ねじ高さ、ねじ谷が小さいところである。

【0043】

一方で、重く長い実長ピンは、クレーンで吊ってセットされるが、理想的に真下に懸架されて、真っ直ぐセットされるのは不可能である。ねじの遊びの分だけ、初期セット時に、僅かに斜めにセットされる場合が数多くある(図5)。そして、これ以上、手締めで締め付けることができなくなり、ピンねじ山が、ボックスねじに対して、ねじ山総数の半分程度露出してしまうことが、ごくごく普通に起こる(図3)。油井管は、例えば図5のようなテーパねじ構造である。このため、ショルダーに当たるまでには、ねじ同士の噛み合いが本来の理想的な位置に収斂していくものの、その際に、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、互いのねじ表面が少なからずダメージを受ける場合がある。そして、ピンねじの自重(大荷重)と、ピンが偏在して動くための偏荷重、つまりピンが振れ回る時の偏荷重とが重畳する。この結果、もっとも厳しい場合には、固体潤滑被膜が異常に削られたり、根こそぎ剥離される懸念が高くなったりする。この破片がねじ間隙に詰まったりすると、焼き付きに直結する。削られた固体潤滑被膜の破片や粉が2次生成物を作った場合も、ねじ間隙に詰まりやすくなるので、焼き付きの発生を高めてしまう。一方で、潤滑用コンパウンドでの油井管ねじの潤滑の場合、粘度液体的な潤滑剤である。このため、締め付け・締め戻しに連動して動けるので、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とが、ほぼ同じなのと好対照である。すなわち、固体潤滑被膜特有の問題である。

【0044】

図3でそれを具体的に示す。図3の締付け締戻し試験条件は、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で回した事例である。それは、ねじの取り扱い説明書(Technical package中の締付け説明)で規定する条件を超えて、厳しい条件、例えば速い回転数で試験した結果である。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、固体潤滑被膜によって潤滑を持たせる設計のねじとした。ただし、図2は、約1mの短尺ピンを用いて、縦型のパワートングで締付けた際のトルク・ターン・チャートである。短尺であるがゆえに、ハンドリングも困難ではなく、真っ直ぐセットできる。更に、手締めで、ピンねじ山がほとんど露出することなく、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、図2(a)に示すように、トングで締め付けはじめから、トルクが立ち始め、ショルダートルクの屈曲点をこえて締め込みがなされている。ラボでの試験装置や、ピンねじとボックスねじの軸が揃った状態における、工場での締付け、つまり水平型のパワートングによる締め付けでも、ごくごく一般的に見られるチャートである。前者の条件は、ピンねじが短尺ゆえに取り回ししやすく、ピンねじが真っ直ぐセットでき、ピンねじ山がボックスねじに隠れるまで、手動でセットできるような状況を指す。後者の条件は、ピンねじの長尺パイプを横置きした状態で、ボックスねじを取り付ける状況で、短い側をセットするため、軸心ずれが起きず、ボックスねじを真っ直ぐセットできている状況を指す。ピンが回転当初から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いるからである。図2の横軸は約1.5回転になっている。また図2は、パワートングでの締付け開始位置が、手締めで追い込んで締込ができてきている事例である。

【0045】

一方で、図3は、Range-3、つまり40フィート強(12m強)の実長ピン1本時のトルク・ターン・チャートである。図3は、模擬井戸で試験を行った結果である。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、実長ピンを締付け締戻しできるように、模擬的に穴が開いた実験井戸である。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る。模擬井戸というのは、そのような構成で、締付け締戻し試験ができる装置群、実験施設を意味する。しかしながら、初期セット位置は、実長ピンでは、図3(b)のように、ねじ山が半分くらい露出した位置までしかセットできない。その状態を強調して書くと、図5のように、やや斜めになっている。但し、この状態は、目視では斜め具合は認識できないレベルの僅かな傾斜が付いていることに由来する。そして、この状態のため、ねじ山の初期セット位置は、途中で止まってしまうということが起こる。図3(a)が、そのトルク・ターン・チャートである。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。しかし、短尺ピンの場合の図2(a)のケースとは違って、図3(a)ではトルクが立たず空転しているような特徴を持つ。この図3(a)の例では、約6.3回転までは、定常的なトルクが立っており、この回転途上で、時々スパイク状のトルクが立つのがみられる。本発明者は、スパイク状のトルクは、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、との知見を得た。図3(a)のチャートでトルクが立たずに空転しているような状況は、図5の状況からショルダーに当たる寸前までの締付けに相当する。ねじ同士が十分に噛み合っており、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ほとんどである。そのために、パワートングで締め付けると、実長ピンは、ねじ同士が噛み合うまでに、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、ボックスねじとピンねじが、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、既に上述したように、短尺ピンをつかった評価でOKのものが、必ずしも実井戸でOKを意味しない。このような理由から、過去の先行文献において、成分、条件他のパラメータの上下限規定が、上記のような短尺ピンのラボ評価に基づき規定されたものが多く、必ずしも良好な範囲を意図しているわけでもないと思われる。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 6 】

ここで、実際の井戸の締め付けを意識した文献として、例えば、特許文献 8、9、非特許文献 2 等がある。しかし、特許文献 8 及び 9 は、短尺ピンを用いた評価となっている。

一方、非特許文献 2 は、縦型のパワートングを使い、短尺ピンの上端に 5 k N の重りを乗せて潤滑を評価した論文である。非特許文献 2 は、7 " 2 9 # 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 4 0 フィート (約 1 2 m) の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、トルク・ターン・チャートから判断すると、図 3 (a) ではなくて、図 2 (a) に近い締め付け挙動となっている。すなわち、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、締め付けされた評価試験と判断される。このため、非特許文献 2 では、実際の井戸で発生する状況を模擬出来ていない。

10

【 0 0 4 7 】

本発明は、上記のような点に着目してなされたもので、油井管ねじ部の補修や潤滑の改善を行うコーティング用の薬剤として、 $M o S_2$ を使わず且つ環境に優しく、しかも実際の井戸での使用に耐え得る薬剤を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 4 8 】

本開示は、固体潤滑被膜を使った油井管ねじの潤滑技術を対象とする。

本開示は、例えば、油井管ねじ継手の潤滑で、油井管ねじの構成要素におけるねじ山部分とシール部分のうち、ねじ山部分だけに軽度な焼き付きが起きた場合に、井戸元で行う補修に用いる薬剤に関わる。本開示は、例えば、焼き付き部分を、グラインダー、サンドペーパー、やすり等で削って養生したあとに、養生部分を含めて、その領域にタッチアップの目的で塗布することを目的とする薬剤に関する。

20

【 0 0 4 9 】

更に、本開示は、既に形成されている固体潤滑被膜の更に 1 段階レベルアップした潤滑性が必要な場合に、本開示の薬剤でトップコートを形成して、潤滑向上を図ることも目的とする。すなわち、予防的な意味を含めて焼き付きを避ける目的で、本来ある固体潤滑被膜の上に塗布することも含む。

これらを実現するにあたり、上述の従来技術群から課題として抽出し、次のような条件を考えて、本開示の発明をなした。

30

【 0 0 5 0 】

薬剤として、割れとの相関が懸念される $M o S_2$ を使わないで、成分設計する。

エコロジーの観点、作業者の安全、火気厳禁でも使えるようにするため、水に溶けるものをベースに薬剤設計する。同時に、膜化するために、溶剤の水を早期に乾燥可能とする。

固体潤滑剤に、P b をはじめとする有害とされる重金属を使わない。

また、バインダー樹脂の構成要素として、P F A S (P F O S、P F O A を含めた、フッ素含有アクリル基) を含む薬剤や、地球温暖化係数が高い代替フッ素系溶剤を一切使用しない。

【 0 0 5 1 】

本開示は、水系ポリマーに、固体潤滑剤としての黒鉛と金属石鹸を入れる設計を行う。黒鉛や金属石鹸は、水に不溶であるが、アルコールにやや溶けるとされている。本開示では、黒鉛や金属石鹸を、アルコールに事前に溶かした上で水系ポリマーの原液に混ぜる工夫を行うことで、黒鉛や金属石鹸を溶解させる。そうしないと、水主体の溶剤に、黒鉛や金属石鹸が均質分散できない。そして、均質分散とともに、潤滑と早期乾燥のための必要含有量を明確にした。

40

【 0 0 5 2 】

また、発明者は、固体潤滑剤として黒鉛を用いた場合、締め付け締戻し時に、固体潤滑剤としての黒鉛がバインダー樹脂と一体化してしまって、長く展伸してテープ状の 2 次生成物となる場合があるとの知見を得た。そして、発明者は、このテープ状の 2 次生成物は、焼き付きリスクを挙げる原因になるとの知見を得た。よって、本開示のバインダー樹脂に

50

、金属石鹼の固体潤滑剤の組み合わせで潤滑補助を図るにしても、黒鉛の潤滑を生かす場合には、テープ状の2次生成物を、焼き付きまでに至らせないために、適切な添加量があることを示唆している。

ここで、本開示では、水溶性若しくは水分散性のポリマーを使い、膜が乾いたときには、軟質のポリマー系樹脂膜になるバインダー樹脂に対して、固体潤滑剤を分散分布させる設計である。さらに、固体潤滑剤として、金属石鹼と黒鉛を共に混入させたところに特徴の一つがある。

【0053】

本開示では、黒鉛は、ポリマーと一緒に保持される部分と、ポリマーに保持されきれずに、黒鉛単体として露出して潤滑を担う部分がある。いずれにせよ、黒鉛は、金属石鹼の潤滑とあいまって、潤滑性を保持するように働く。

黒鉛は広く潤滑剤として使われている。しかし、油井管ねじのような溝がある構造で、且つ固体潤滑被膜のような乾いた膜の状況においては、潤滑成分の黒鉛が押し付けられて変形した際の「逃げ道（延伸して変形する方向）」が限られている。このため、ねじ継手を強い力で締付けたときには、ねじ溝に沿って、黒テープ状の薄片がしやすい。そして、それが、ねじ同士の間隙に詰まって焼き付きを引き起こしやすい。本発明者の観察によると、例えば、黒鉛（固体潤滑剤）とエポキシ樹脂（バインダー樹脂）からなる膜について、黒鉛の調合分率が多い時には、次の知見を得た。すなわち、締付け締戻しの際に、黒鉛とバインダー樹脂からなるテープ状破片群が、ねじの間隙に詰まってしまっ、焼き付きを引き起こす事例が散見された。

【0054】

なお、この現象は、他の潤滑分野ではあまり報告がない。黒鉛をソリュブルや油が分散した状態にして、潤滑剤として使っている状況においては、問題になりにくい。また、他分野の潤滑では、テープ状の薄片にはならず、黒鉛は粉末状や微細片となる傾向が高い。このため、黒鉛は、締付け締戻しに連動して動きやすいので、焼き付きの問題にはなりにくい。バインダー樹脂のような有機樹脂に保持された状態でなければ、摺動状態になる2物体の表面に、黒鉛の一部が転写される。この場合、バーニッシュ状態になり、潤滑をむしろ改善させる。バーニッシュとは、金属光沢を有するようなツヤを指す。また、モリコートのような、鉱物油系～合成油系に MoS_2 が溶けたところに、同時に溶かさせた状態の黒鉛も、殆ど問題にはならない。

【0055】

これに対し、本開示は、水溶性若しくは水分散性のポリマーであり、水を飛ばしてから膜として使う。このため、乾いた環境を主眼とする。この結果、固体潤滑被膜を構成するバインダー樹脂のポリマー素材と黒鉛が、ねじ溝というような拘束した状態において、黒色テープ状になって焼き付きの原因になるおそれがある。このように、固体潤滑被膜に形成においては、固体潤滑剤の黒鉛を使いこなすためには、量、サイズその他の工夫が必要であるとの知見を得た。

このため、本開示では、固体潤滑剤として黒鉛を用いるが、締付け締戻し時に、固体潤滑剤としての黒鉛がバインダー樹脂と一体化してしまい、長く展伸してテープ状の2次生成物となることを抑制する成分設計を行う。これによって、焼き付きリスクを下げるのが可能となる。

【0056】

また、タッチアップでの部分補修とか全面的な塗布において、過去の発想とは異なる成分設計を行う。すなわち、単に潤滑性を上げるに留まらず、削られた補修部分を穴埋めことのできる成分設計となるように工夫する。

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、可否を評価してパラメータの上下限設定する。これによって、潤滑補助若しくは軽度焼き付き部分を補修できる、実際の井戸での使用に耐える薬剤及び固体潤滑被膜を提供する。

【0057】

次に、各条件に対する対応について説明する。

(1) 石油/ガス掘削関係者の間では、メカニズムはどうであるにせよ、 MoS_2 は、結果として H_2S になるとか、水素脆化割れを引き起こす懸念が高いという考えが根強くある。非特許文献1で報告されているような、認知されている危険因子を避けるためには、 MoS_2 を使わない成分系対応とする必要がある。そして、本開示では、次のようなスプレー、ペースト、液体状の潤滑スプレー、潤滑塗料は、使用しない。つまり、広く普及しているモリコートや、その類似商品のような、 MoS_2 を主成分として含む。そして、PTFE、黒鉛、BN、シリコン等の固体潤滑剤を状況に応じて添加する。更に溶剤に、鉱物油系～合成油系(ホワイト・ミネラル・オイル、PAO、PAG等)に展開させたスプレー等は、本開示では使用しない。

同時に、井戸元タッチアップ(固体潤滑被膜の部分補修)、及び、油井管ねじの潤滑性能の一段階改善を実現させるため、代替材料を使って同等～同等以上の性能ができるように成分設計する。

【0058】

(2) 本開示では、エコロジー対応、及び、井戸元での利用対応のために、水に溶けるものをベースに薬剤設計をすることを前提とする。その前提の上で、塗布した薬剤について、水を早期に揮発・蒸発させて膜化するようにする。

井戸元のような火気厳禁な場所であっても塗れることも必要である。しかしながら、早期乾燥させるがために、水溶媒に対して、特定化学物質に属するような、揮発性有機溶媒のトルエン、キシレン、ベンゼン等のVOC(揮発性有機溶剤)は使用できない。このため、早期乾燥を実現するために、なんらかの工夫が必要である。特定化学物質は、例えば、米国ならばOSHA、米国労働安全衛生局のルールならば、作業環境測定対象物質に対応する。

【0059】

また、早期乾燥(速乾性)のために、揮発性が高いが、不燃性であるフッ素系溶剤や、フッ素系バインダー樹脂の利用をすることも想定できるが、実質的に不可能である。米国TSCA(Toxic Substances Control Act:有害物質規制法)では、2021年4月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(PFOS、PFOAを含めた、フッ素含有アルキル基)を含む薬剤一式使用できなくなっている。そして、昨今の環境意識の高まりを受けて、各国、これに追随する可能性もある。年々厳しくなる薬剤ルールに対して、代替フロン(HFE)は現在まだ利用可能性ではあるが、使わない方向で設計した方がよいとも言える。

よって、本開示では、フッ素系やシンナー系のVOC(揮発性有機物質)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。しかし、水系で到達しうる目標として、室温放置くらいの環境で30分以内、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の、早期乾燥性能を持たせる。

【0060】

石油/ガス掘削場所の近くは、火気厳禁の環境で、乾燥を促進できるような熱風ヒーター他の使用他、電気火花が出るものを使うことが厳禁となっている。熱処理炉も、電気も使えずに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、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5～7では、高揮発性の有機溶剤を使って、早期乾燥性を達成することを行うことが記載されている。しかし、本開示が想定している環境では利用できない。また、特許文献5であるような、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。このため、それができる装置と電気が配電されている等が必要であり、早期乾燥させる方法としては、実現可能性が乏しいと言わざるをえない。固体潤滑被膜をつけた製品を作る工場とか、ワークショップであれば、井戸元のように火気厳禁の環境でもないので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。しかし、最も厳格な使用条件として、圧縮空気くらいしか乾燥強化するものがなく、火気厳禁で電気ヒーター等が使用困難な状況を想定する必要がある。

【0061】

10

20

30

40

50

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、本開示は、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。井戸元で使用する状況と、製造ラインでの使用状況として、ライン速度を緩めることなく、対応できるようにする。このため、製造ラインのタクトタイム以内で乾燥するために、早期乾燥することも併せて目的とする。

【0062】

(3) 同時に、昨今の環境意識の高まりに対応するために、固体潤滑剤にPbをはじめとする有害とされる重金属を使わない。また、バインダー樹脂の構成要素として、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。この条件のもと、本開示では、MoS₂を含有する潤滑スプレー、ペースト、ペイントに匹敵する特性を実現させる。前者は、添加を避けるように設計する。後者は、上記(2)で説明したとおりである。

10

【0063】

(4) 本開示は、水系ポリマー、特に水系のアクリル系被膜や水系のメタクリル系被膜に、黒鉛と金属石鹸を含有する設計を行う。

特に金属石鹸は、水に不溶であり、アルコールに不溶であるといわれている。このため、金属石鹸を水系ポリマーの原液に均質に近い状態で混ぜることには、工夫が必要である。

同じく、黒鉛は、それ自体だけを使った潤滑剤を活用される際には、水系ソリュブルや油などの溶媒に添加物を適宜入れて、混合分散したものが使われている。したがって、単なる水を主体とする溶剤に均質分散して薬剤設計するには、金属石鹸同様に、水系溶剤に溶けるように、同じく工夫が必要である。

20

【0064】

金属石鹸、黒鉛は、油やエーテル類や、VOC (揮発性有機物)で、しかも、シンナーと呼ばれる薬剤群であれば容易に溶ける。しかし、本開示は、シンナーと呼ばれる薬剤群等を使用せずに、いかにして、金属石鹸や黒鉛を水からなる溶剤に溶かす工夫した。

特許文献5~7は、シンナー系のVOCに混ぜて、これらの揮発性を活用して水系溶剤の揮発を促進した例である。しかし、本開示では、最も厳しい利用条件では、井戸元での火気厳禁環境での利用が可能であることを目指すため、これらの発想に基づいた方法の、シンナー系の有機溶剤は使うことを想定しない。

【0065】

(5) 同時に黒鉛は、締付け締戻し時に、黒鉛がバインダー樹脂と一体化してしまっ、長く展伸してテープ状の2次生成物を作らないように、成分設計や調合比を工夫する必要がある。

30

また、タッチアップときには、グラインダーやペーパーで養生したあとに、本開示の薬剤を塗布する。このとき、固体潤滑被膜がなくなってしまういたり、一部欠損していたり、ねじ部分の金属も削られてなくなってしまう場合もある。黒鉛によって、その削られた補修部分を埋めることと、潤滑を達成することと、長く展伸してテープ状の2次生成物を作らないことを達成する工夫を行う。すなわち、約30mmを超えるような長いテープ状のようなものを作らないようにする。また、テープ状であっても短く、断片的で、可能なら、粉末状の状態、黒鉛が点在するようにする。つまり、黒鉛からなる固体潤滑剤が、ボックスねじ、ピンねじに様に転写されるようにする。すなわち、テープ状の2次生成物を作らず、固体潤滑被膜由来の粉状又は小さな破片状のものが、これらの2次生成物が、締付け締戻しに連動して動くようにして、ねじ間隙に詰まらないようにする。この状態を、固体潤滑剤に黒鉛を選択した際でも、安定して達成しうるようにする。

40

【0066】

また、本開示は、特許文献1~4にあるような、未使用の段階で2層構造をしているものとは技術思想が異なる。本開示は、硬質な膜で最表層を部分補強するとか、高強度の膜を最上層にして、その下の粘弾性質の膜を守るように配置する2層構造とは、必ずしも一致しない。これらは、本開示が意図する問題点を解決する方法にはなりえていない。本開示でも、一部が2層構造にもなる場合があるが、適用分野が違う。

50

また、市販の潤滑スプレーのように、バインダー樹脂がなく、潤滑剤だけが最表層に置かれた状況になる従来技術も、本開示とは発想が異なる。本開示は、軟質なバインダー樹脂がある中で、その膜の中に固体潤滑剤が取り込まれる。それと共に、バインダー樹脂の外に、更に別種の固体潤滑膜も存在する状況をも含んでいる。これは、従来の潤滑スプレー等とは、技術発想が異なるものである。

【0067】

(6) 本開示の固体潤滑被膜、コーティング用薬剤は、実際の井戸で使う環境に即した評価方法で可否を評価する。そして、パラメータの上下限を設定して、潤滑補助若しくは軽度焼き付き部分を補修できるためのコーティング用薬剤を完成させる必要がある。1 m程度の短尺ピンを使った評価では、実際の使用条件に沿った評価方法にならない。このため、評価方法について新たな工夫をした。すなわち、適切な評価方法を新たに提示した。つまり、実際の井戸での苛酷な実長ピンの自重がボックスねじに印加される状況と、しかも、ねじ同士が偏った状態で締め付けられることを再現して、その自重が掛かることによる偏荷重の影響を含めて評価して、本開示のパラメータの確からしさを提供した。

10

【0068】

ここで、特許文献8、9で示されている方法は、ミスアライメント5度とか6度でセットして、短尺ピンで締め付け試験した結果ではある。しかし、これは、現実的に苛酷試験になっていない事例と思われる。これらの方法で評価した合否判定は、いつもうまく行くと限らない。実際、ミスアライメント5度や6度をつけて、短尺ピンを使って、締め付け締め戻し試験を行った場合、次のことが想定される。すなわち、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がついている部分の嵌め合いの余裕代で、ピンねじの傾きは規定されてしまう。このため、5度、6度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。図4(a)、図4(b)に示したように、ねじにはテーパがついている。初期のガタツキは、ねじの噛み合いの僅かの違いでしか生じず、5~6度は現実不可能である。雄ねじ(ピン)の山と、雌ネジ(カップリング)の山が、途中で互いに当たってしまう。このため、ねじ山のテーパ角度までは、構造上、絶対に傾くことができない。同時に、一瞬それができたとしても、数回転も維持できない。手締めで数回転締めていくと、ピンねじが立ってきて、まっすぐにセットされてくる。よって、初期の一瞬のピンねじ先端と、ボックスねじの中間あたりだけが激しいだけで、特に苛酷な条件にならない。

20

【0069】

図5は、実長ピン、つまり約40フィート(約12m)のピンが、セットされた状況での典型例である。ピンが長く重い。このために、コンペンセータやスタビング・ガイドを使ったうえでデリッククレーンで吊り上げて、実長ピンは鉛直にはセットできない。ピンはやや曲がってセットされ、手締めによって数回転ただけで、途中で引っかかって、これ以上進まなくなる。図5の状態から図4(b)の状態になるまでの無理な回転が、実際の井戸で起こっていることである。これを模擬したうえで評価しないと、パラメータの上下限を正しく規定できるとはいえない。

30

これは、過去の先行文献に共通して言えることである。規定範囲に意味を持たせるためには、潤滑性の評価を、実井戸での締め付け締め戻しか、模擬井戸か、それに即したシミュレーションができていない新たな評価手法で評価する必要がある。

40

【0070】

本開示は、水溶性若しくは水分散性のポリマー(水系ポリマー)をバインダー樹脂、固体潤滑剤を金属石鹼と黒鉛の混合、溶剤を水を主成分系にしたコーティング用薬剤である。

また、本開示は、例えば、油井管ねじ継手の潤滑で、油井管ねじの構成要素(ねじ部)における、ねじ山部分とシール部分のうち、ねじ山部分だけに軽度な焼き付きが起きた場合の補修技術である。すなわち、本開示は、井戸元でのリペアに用いる補修技術である。焼き付き部分を、グラインダー、サンドペーパー、やすり等で削って養生する。その後、養生部分を含めて、その領域にタッチアップの目的で、本開示の薬剤を塗布することで補修する。更に、本開示は、薬剤が膜化した状態での油井管ねじ継手に関する。

【0071】

50

本開示は、水溶性若しくは水分散性のポリマー（水系ポリマー）をバインダー樹脂から構成され、固体潤滑剤を黒鉛及び金属石鹼から構成し、溶剤を水にした主成分としたものである。上記バインダー樹脂は、主に水系のアクリル系樹脂やメタクリル系樹脂である。水系のアクリル系樹脂やメタクリル系樹脂の2つを、以下の説明では、水系アクリル樹脂という。

更に、本開示は、固体潤滑被膜の更に1段階レベルアップした潤滑性が必要な場合に、潤滑性の向上を目的とする。又は、予防的な意味を含めて焼き付きを避けることを目的とする。本開示は、そのような目的のために、本来ある固体潤滑被膜の上に塗布してトップコート形成する技術も含む。

これが成立するために、本開示では、コーティング用薬剤中で、金属石鹼を均質に混ぜ込むことを前提としている。すなわち、元々、撥水性があり水に不溶な金属石鹼を、均質的にうまく調合することを前提としている。

【0072】

また、黒鉛を固体潤滑剤として使う際に、バインダー樹脂の水系アクリル系の調合量とバランスさせる。これによって、油井管のねじ山で、テープ状の2次生成物ができないように、細分化、粉末状、破片状にするようにする。そして、バインダー樹脂と黒鉛の適切な調合バランスを行う。

また、用途からして、早期乾燥性が求められるが、井戸元での火気厳禁環境でも使えるように薬剤の調合を行う。

これらの個々の条件を満足させるよう配慮することによって、本開示で規定する範囲内で良好なタッチアップ的な部分補修時の潤滑、及び、固体潤滑被膜の1段階上の潤滑性アップを図ることができる。本開示は、前項で述べた課題を解決するために、以下の新たな解決手段を用いて、発明を構成するものである。

【0073】

更に詳説する。

薬剤に MoS_2 を含まないように設計し、乾いた後の膜にも MoS_2 を含まないように設計する。

また、これらの市販の潤滑剤が使っている、鉱物油系～合成油系のホワイト・ミネラル・オイル、PAO（ポリオレフィン）、PAG（ポリアルキレングリコール）等を、溶媒として使わないようにする。本開示では、 MoS_2 ではなく、まったく技術系統が異なる、黒鉛と金属石鹼を潤滑剤として使う。

【0074】

本開示は、黒鉛と金属石鹼を共に、固体潤滑剤として使い、かつ、水を溶剤とした水系ポリマーに、これらの固体潤滑剤が分散したように設計する。併せて、膜化する際には、早期乾燥ができるように工夫する。併せて、アルカリ石鹼を微量に入れることで、潤滑性を更に向上させる。

従来、金属石鹼は、油に添加して、粘度を上げる添加物として使われることが多い。本開示では、金属石鹼を、増粘剤、増稠剤として使用しない。本開示では、金属石鹼を、油系の溶剤の粘度を上げるために添加するのではない。本開示では、金属石鹼には、潤滑剤の役割と、早期乾燥するための1つの手段としての役割がある。しかも、本開示は、撥水性を有する金属石鹼を、水主体の溶剤に分散させて用いることにも特徴の一つがある。

【0075】

この条件に対して、本開示の基本構成は、溶剤として水を主体としたものの、その上で、溶剤としての水に対し、炭素数3以下の低級アルコールを添加した。その調合比は、水の体積100に対し0.5以上10以下とし、水とこれらの添加物の合計体積が、全溶剤体積のうち、vol%（volume / volume%）で95%以上を構成させるようにする。

さらに、更なる溶剤の構成成分の添加物として、アンモニア水を添加してもよい。28 - 30%アンモニア水は、いわゆる、濃アンモニア水として本開示は規定している。しかし、薄いアンモニア水を使う場合には、濃度に応じて割り戻した数値として読み替えるもの

10

20

30

40

50

とする。

【0076】

固体潤滑剤は、全固体潤滑成分重量うち95%以上を黒鉛と金属石鹼からなる組成とした。全固体潤滑成分のうち、黒鉛を0.5%以上5%以下の範囲に調合したものを使う。また、アルカリ石鹼は、固体潤滑剤とは言い切れないかもしれないが、広い意味で潤滑には有効に働く。このアルカリ石鹼を、ゼロを含んで1%以下含んだ設計にする。

バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマーである。バインダー樹脂は、全バインダー樹脂重量を分母としたときに、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、ポリマーが共重合体である、コーティング用薬剤の組成にした。

【0077】

また、本開示は、市販の数多くの潤滑スプレーやペーストにあるような、油系の溶剤に固体潤滑剤を入れた組成としない。本開示は、水系溶剤に、バインダー樹脂系成分と、固体潤滑剤系成分を入れた組成にした。そして、薬剤中の水が揮発・蒸発して膜化したものが、固体潤滑被膜として機能するように設計したものである。

水を主体とした溶剤にした理由は、作業者の安全を担保し、火気厳禁でも使用出来、且つ有害成分を含まないことを狙ったためである。

【0078】

本開示では、固体潤滑剤は、 MoS_2 に代えて、黒鉛と金属石鹼を使う。黒鉛と金属石鹼を共に潤滑剤として用いる。黒鉛と金属石鹼は、共に、良好な潤滑を達成するために機能する。これらの組合せが良好な結果をもたらし、図4(b)で示すような、ねじ同士が噛み合った状態からの潤滑にも有効である。そして、実長ピンねじの締付け時に頻繁に起こる、ピンがやや斜めにセットされるような状況(図5参照)において、ピンねじが安定位置に落ち着くまでの潤滑(図3(a)のステップ1に相当)にも有効に機能する。

【0079】

同時に、アルカリ石鹼成分も混ぜることで、潤滑を改善させるよう用いる。本開示では、無添加を含んで最大1%までを調合する。アルカリ石鹼成分は、いわゆる「石鹼」であり、水に溶けて、溶剤の粘度を上げる。さらに、アルカリ石鹼成分は、乾いた時に膜内に取り込まれるか、固体潤滑被膜の表面に付着する分を含め、固体状になっているものを指す。アルカリ石鹼成分は、次の2つの役割がある。すなわち、乾いたアルカリ石鹼自体がもたらす潤滑性の改善と、一方で、濡れた状況でのアルカリ石鹼が溶けてぬめりが出てきて、潤滑性を良好な方向に機能させる役割がある。そして、実際の井戸で、たまに起こることがある逆流したマッドとか、降雨、霜等でねじ山が濡れた際には、表面に付着か、一部露出している石鹼水状のぬめりが、膜表面に形成される。そして、アルカリ石鹼成分が、潤滑を加速するように機能することも期待できる。1%以下を上限にした理由は、それを超えた添加は、薬剤粘性を上げ過ぎて、一様に塗りにくくなる場合が出てくるからである。

【0080】

水が溶媒であるため、バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマーを用いる。このとき、そのポリマーは、アクリレート、メタクリレートに属するモノマーを使って、全バインダー樹脂重量に対して90%以上含むポリマーが共重合体とした。

なお、上記に次のことを記載した。その記載とは、「全溶剤中で、水と低級アルコールの合計体積が95%以上」とか、「固体潤滑剤は黒鉛と金属石鹼の合計が95%以上」とか、「バインダー樹脂はアクリレート、メタクリレート系が90%以上と」とかである。これらの記載は、不純物とか微量添加物、又は、意図的な添加ではないものが混じった場合でも、ここで表記されるレベル程度ならば許容され、特性に影響を与えないという意味である。

【0081】

本開示は、薬剤の乾燥し難さを解消し、早期乾燥性を担保するために、低級アルコールの揮発性と、可能ならば、アンモニアの揮発性を活用した。これによって、水の揮発・蒸発を高める。

10

20

30

40

50

更に、早期乾燥性を促進させるための好適範囲として、固体潤滑剤のサイズを、金属石鹼及び黒鉛共に、平均粒径が5 µm以下になるように規定した。更に本開示では、金属石鹼及び黒鉛の添加量を最適化して、早期乾燥を実現させる。

固体潤滑剤の粒径を小さくするのは、まだ乾いていないコーティング用薬剤の早期乾燥を促すために、表面積を増やすものを入れ込んでおくという発想である。更に、微小サイズの固体潤滑剤は、潤滑に効果的であるからである。早期乾燥及び潤滑の両方の観点から、固体潤滑剤の粒径は5 µm以下が好ましく、小さいほどよい。望ましくは、金属石鹼及び黒鉛共に、粒径が1 µm以下である。

【0082】

しかも、金属石鹼や黒鉛がダマにならないように、水主体の溶剤に、これらを混合する必要がある。理由は、初期の粒径が小さくても、それぞれが会合して、塊やダマになってしまう場合には、表面積を稼いで乾燥を早めるという思想を実現できなくなってしまうからである。また、これらは撥水性があり、水に不溶の傾向がある。このため、それを水主体の溶剤に溶かすためには、早期乾燥のために用いる低級アルコールに一旦溶かし込んでから溶かし込む。この結果、それを水系溶剤に均質に分散させるようにできる。

10

【0083】

早期乾燥と潤滑性を同時に達成するためには、調合比を適切なものにしておくことが重要である。本開示では、バインダー樹脂に相当する水溶性若しくは水分散性のポリマーと、固体潤滑剤、水主体の溶剤の重量の配合規定を、全構成成分の重量に対して、それぞれ下限値として、30%以上、10%以上、40%以上とする。また、それぞれの上限值として、40%以下、20%以下、50%以下にすることが好ましい。

20

この好適範囲が設定される理由は、次の通りである。薬剤が薄い状況、つまり、溶剤が多い状況は許容できるが、粘性が下がり、粘性が低くなり、薬剤の流動性が高くなる。同時に水成分が多くなるので乾燥時間がかかる。薬剤が薄いがために、何重も重ねて塗布して、乾燥もその都度くり返すことをすれば、その薬剤が資料できることは可能にはなり、潤滑・防錆特性は確保される。しかし、使い勝手が悪く、現実的とは言い難い。

【0084】

また、溶剤に溶け込める前提で、バインダー樹脂と固体潤滑剤の重量比は、バインダー樹脂の重量に対して、固体潤滑剤の重量比が、0.25~0.66の間に位置させて調合することが重要である。更に望ましくは、0.3以上0.5の重量比の範囲が好ましい。この比率のものが結果として、ねじ表面に固体潤滑被膜として形成される。バインダー樹脂の中に、固体潤滑剤を均質に分散配置するには、潤滑改善につき限界値がある。固体潤滑剤が多すぎると膜内に入りきらずに、表面に付着しただけのものになり、潤滑の改善を維持するのに不利になる。よって、好適範囲として上限が0.5になる。逆に少なすぎると、潤滑に必要な固体潤滑剤が少ない状況になり、潤滑目標レベルを維持できない。よって、好適な下限が0.3になる。

30

【0085】

早期乾燥のため、溶剤中の揮発性を高める対策を講ずるために、添加物として、炭素数3以下の低級アルコールを更に添加した。更に、状況に応じてアンモニア水を添加した。これらの添加物の合計が構成する体積が、水の体積100に対し0.5以上10以下にした。前者の低級アルコールは、水の体積100に対し0.5以上5以下の添加となるように調整することが好ましい。アンモニア水は、水の体積100に対し、0以上5以下の範囲で混入することが許容される。アンモニア水は、pH調整のために使うことが意図される場合もある。しかし、アンモニアの揮発性を活用して、薬剤の乾燥も併せて意図する。かつ、アンモニア水なお、ここでいうアンモニア水については、28-30%アンモニア水のいわゆる、濃アンモニア水である。薄いアンモニア水を使う場合には、濃度に応じて割り戻した数値として読み替えるものとする。

40

【0086】

更に、早期乾燥を促進するためには、粒径5 µm以下の金属石鹼及び黒鉛の調合割合は、全固体潤滑剤の重量に対し黒鉛の重量比が0.5%以上5%以下にした。5%未満の他

50

固体潤滑剤系の添加物も許容されるが、金属石鹼以外の残り主要な構成物が、主に黒鉛になるように調合する。

金属石鹼は、潤滑にとって有効に機能する。しかし、金属石鹼は、火気厳禁環境での使用を想定すると、アルコールを使つての金属石鹼の事前溶解にも限界がある。金属石鹼を、水系ポリマーから構成されるコーティング用薬剤に均質に混ぜるために、金属石鹼の添加量が限定されてしまう。このため、上限の5%が決まってしまう。また、下限0.5%以上というのは、微細な黒鉛との相乗効果で、早期乾燥が達成されうるための必要量であることから決まり、潤滑特性も同時に実現するために規定した。

【0087】

同時に、黒鉛は、それ自体だけを使った潤滑剤を活用される際には、従来から、水系ソリュブルや油などの溶媒に添加物等を、適宜入れて、混合分散したものが使われている。原則、黒鉛は、水に不溶であるので、水を主体とする溶剤に均質分散して薬剤設計するには、下記に示すように、金属石鹼と同じような、均質分散させる工夫が必要である。

コーティング用薬剤には、金属石鹼や黒鉛が、均質に混じっていることが前提である。

しかしながら、金属石鹼は、油には溶けるが、撥水性を有し水に不溶であるといわれている。このため、金属石鹼は、普通であれば、本開示の水主体の溶媒にはうまく混濁させることができない。したがって、工夫が必要である。同じく、黒鉛も、原則、水に不溶である。従来、それ自体だけを潤滑剤として活用する場合、油やソリュブルなどの溶媒に添加物等を、適宜入れて、混合分散したものが使われている。そのまま、工夫もなく、黒鉛を水系溶剤に溶解すると、黒鉛は表面に浮いてしまう感じになる傾向になる。黒鉛をできる限り分散させることが、黒鉛が、固体潤滑剤として活用する点では好ましい。

【0088】

その解決手段について説明する。

金属石鹼については、本発明者らは、水に不溶とされる金属石鹼を、水溶性若しくは水分散性のポリマー（水系ポリマー）の溶剤である水に、溶剤へ添加する溶剤補助成分を混ぜるラボ検討実験を行う中で、次の知見を得た。

すなわち、金属石鹼は、水にもエタノールにも不溶とされる。しかし、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を比較したときに、金属石鹼の分散溶解挙動が異なることを観察する中で気付いた。エタノールをはじめとする低級アルコール群では、金属石鹼はダマになりづらく、微粒子化しやすい傾向があり、金属石鹼を微粒子のまま保つことができる。金属石鹼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、水だけでは、金属石鹼が会合して大きくなってダマになり、均質な分散状態になりえない。

【0089】

よって、一旦、金属石鹼をエタノール等の低級アルコール群に溶かして、金属石鹼を不溶な状態ではあるが、分散させる。その後、それを水系ポリマーに展開して混ぜることで、金属石鹼の分散が均質な塗料に近づけることができることを発明者は発想した。

ここで、このコーティング用薬剤は、静置しておく、時間が経過するほど、金属石鹼が分離してくる。しかし、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した場合、溶剤の水を飛ばす、つまり蒸発・揮発させることで、均質な固体潤滑被膜になることが確認できた。

なお、直接、水に溶かした場合には、金属石鹼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。

【0090】

本開示では、金属石鹼の調合を、低級アルコールに金属石鹼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、金属石鹼を調合する。これによって、金属石鹼の均質的な調合を図る。

黒鉛についても、金属石鹼の水系溶剤への溶かし込みと同じように、低級アルコールを活用することができる。ただし、本開示のような低級アルコールが、水100に対して10以下のような状況では、金属石鹼ほどには溶かし込むことが難しい。この場合、一部、

10

20

30

40

50

溶剤表面に浮いている場合も含むが、大方の黒鉛は分散しているか、もしくは、塗布前に薬剤全体を振る等して一様分散するように工夫して使うとよい。

後述する潤滑挙動を改善させる点では、アルカリ石鹼は含有させたほうがよい。アルカリ石鹼は、水に可溶なので、水主体の溶剤に溶かす観点では、特に問題はない。本開示では1%を上限にして溶解してもよい。1%以上の溶解は、薬剤全体の粘性を上げてしまって均質塗布が困難になるので、よくない。

【0091】

一方で、本開示は、もっとも厳しい環境として、火気厳禁環境でも使える組成であることを意図している。このため、本開示では、低級アルコールによって、早期乾燥化と、金属石鹼を事前溶解してから水系溶媒に溶かしこむ技術と、引火点を高めに調整して安全に配慮すること、の3つのことを同時に達成する。

10

ここで目指すべき、引火点の不燃と評価される状態が最も好ましい。しかし、薬剤の引火点が60以上の環境であれば、井戸元の環境での火気厳禁の環境ならば利用可能に思われる。したがって、そのレベルまでの低級アルコールの利用は許容できる。なお、アンモニアの揮発も活用してもよい。アンモニア水は、引火点の不燃の扱いである、また、アンモニア水は、コーティング用薬剤を構成するアクリル系バインダー樹脂のpH調整にも使われる。このため、pH調整範囲での上限に近い領域になるようにアンモニア水を使ってpHを上げて、その揮発性を活用することを併用すると好ましい。

【0092】

また、本開示では、潤滑の主体を、金属石鹼と黒鉛とする。潤滑改善のために入れた黒鉛が、締付け締戻し時に、バインダー樹脂と一体化してしまい、長く展伸してテープ状の2次生成物を作らないように成分設計する。また、微量なアルカリ石鹼の含有により、更なる潤滑改善を追加できるようにする。

20

単なる黒鉛だけではなくて、黒鉛がバインダー樹脂成分と一緒に膜の状態では、黒鉛は、ねじ溝に沿って拘束されている。それと同時に、黒鉛がバインダー樹脂と一体化することも影響して、テープ状(カセットテープのような状態)の2次生成物ができやすくなる。これらは、ねじの締付け締戻しに連動して動きづらい。この結果、ねじ間隙に詰まりやすくなり、結果として焼き付きの原因になってしまう公算が高くなる。よって、黒鉛が粉末状や破片状で、テープ状にならないように成分設計するように図る必要がある。

【0093】

30

したがって、金属石鹼+黒鉛(更に微量なアルカリ石鹼)とバインダー樹脂からなる固体潤滑被膜において、次のことを目指す。例えば、締付け締戻しをした際に、上記のねじ溝に沿った、焼き付きの原因になる、テープ状の2次生成物が形成しないよう、形成しても、互いに分断された剥離片状や粉状の2次生成物にして、焼き付きを引き起こさないようにすることを目指す。一方、アルカリ石鹼は、水系溶剤に容易に溶けるので、意識しなくても、溶剤に均質分散した感じになる。したがって、塗布・乾燥した時には、膜内に殆ど分布し、一部が最表面に付着しているような体裁になる。

【0094】

これを実現するための工夫として、本開示では、バインダー樹脂に対して、金属石鹼成分を主成分として、副成分としての黒鉛の量を限定する。黒鉛は潤滑性能を改善させるのに有効ではある。しかし、黒鉛は、ねじ山構造のような、滑る領域が限定されていて、固体潤滑剤や2次生成物が移動するルートが狭く限定されている場合には、テープ状(カセットテープのような状態)の2次生成物ができる。この結果、それがねじ山の間隙に詰まってしまって、焼き付きを誘発する傾向が高くなる。よって、アルカリ石鹼成分を含んだ全固体潤滑剤成分総重量に対して、添加割合を、下限を0.5%以上、上限を5%以下にして、黒鉛を調合する。

40

【0095】

具体的には、黒鉛による潤滑向上効果を生かすための必要含有量から下限が決まる。また、黒鉛を多く入れ過ぎることが原因で、ねじの締付け締戻し時に、黒鉛主体のテープ状2次生成物ができることを阻害するために、黒鉛含有量の上限が決まる。

50

固体潤滑被膜構造が、黒鉛 + 金属石鹼が膜中に完全に取り込まれる状況から、黒鉛単体が、固体潤滑被膜の最表面にも付着するような感じで存在するくらいに分布するくらいの場合を含む。そして、黒鉛総量が、全固体潤滑剤（アルカリ石鹼含有量込みとする）に対して、上限 5 % 以下にすることが必要である。

更に好適な範囲は、1 % 以上 3 % 以下が好ましい。下限を 1 % 以上、かつ、上限を 3 % 以下の方が、この順で、一層黒鉛による潤滑改善効果を期待でき、かつ、テープ構造の 2 次生成物の形成が一層回避されやすくなる。

【0096】

本開示で、潤滑を促進させるものは、金属石鹼と黒鉛、および、微量なアルカリ石鹼である。金属石鹼で足りない潤滑挙動を、黒鉛を添加することで改善させる。しかも、黒鉛含有の潤滑剤で、しかも、油井管ねじのような滑る部分が、ねじ溝のような、狭い領域に限定されるような状況にて往々にして起こることを回避する。

黒鉛の添加が原因となって、テープ状の 2 次生成物が、ねじの締付け締戻し時に形成されてしまって、焼き付きをもたらすことを避ける必要がある。

上記の範囲限定をした時に、黒鉛由来のテープ状の 2 次生成物が出来にくくなる理由は、以下のように考えらえる。

【0097】

黒鉛は、重ねたトランプカードを指で押さえて滑らせると、1 枚 1 枚が横に滑っていくように、変形をする。しかし、黒鉛がバインダー樹脂中に存在するときには、バインダー樹脂が、膜に黒鉛含有量が多いほど、黒鉛と一体化して強固につながってしまってテープ状になる。これが焼き付きの主因になる。互いの黒鉛間隔が小さい方、更に、個々の黒鉛が大きい方が、テープ状の 2 次生成物の長さを長くする主因となる。なお、互いの黒鉛間隔が小さいとは、黒鉛の存在密度が低いことを指す。よって、本開示の黒鉛濃度、0.5 % 以上 5 % 以下（対・全固体潤滑剤重量）である必要がある。下限は、黒鉛の潤滑改善効果を活用するための必要値である。上限は、テープ状の 2 次生成物を剥片状、粉状にすることを誘導するために必要な値である。5 % 以下の場合には、実験的な結果に基づく規定であるが、個々の黒鉛が変形したとしても、互いに、つながって、長いテープ状にはなりにくいと推定できる。さらに、好ましくは、黒鉛の粒径サイズは 5 μm 以下が好ましい。テープ状の 2 次生成物は、締付締戻し時に、個々に伸ばされた黒鉛が互いにつながった場合と、個々の黒鉛のサイズが 5 μm を超えて大きい場合とがある。この場合には、大きい黒鉛単体が伸びた形態が、長いテープ構造状につながる傾向が高い。このため、それを抑止するために黒鉛のサイズを設定する。併せて、当該の固体潤滑被膜を考えた場合に、薄い部分では 5 μm 程度になる場合は否定できない。その局所的な部分において、黒鉛のサイズが膜厚を超えて大きいと、締付締戻し時に、固体潤滑被膜自体が、バインダー樹脂と固体潤滑剤の界面を起点にして、破壊されやすくなる。したがって、これを避ける意味もある。

【0098】

また、金属石鹼のサイズ規定として 5 μm 以下が好ましい理由も、黒鉛と同じように、固体潤滑被膜自体の破壊されやすくなることを避ける意味あいがある。

同時に、金属石鹼、黒鉛共に、微細な構造体であることで、溶剤との接触面積が増えることで乾燥ポイントが増える。したがって、サイズが 5 μm 以下であることによって、早期乾燥を図ることに貢献している。

【0099】

本開示の固体潤滑被膜は、バインダー樹脂と黒鉛とアルカリ石鹼が均質的にバインダー樹脂に入っている構造である。ただし、一部は、最表層に付着してように分布する金属石鹼、黒鉛、アルカリ石鹼から構成された部分もある。いずれにせよ、これらの固体潤滑剤が、油井管ねじの潤滑を達成する元になる。金属石鹼は、単体としての乾式潤滑剤で、乾式のまま潤滑剤として機能する。また、金属石鹼は、締付締戻し時に潤滑がやや不良で摩擦熱をもった時には、半溶融また溶融して、潤滑必要箇所に潤滑被膜を形成するように機能する。本開示は、金属石鹼の活用方法でよくある、油と金属石鹼を混合させてグリース

10

20

30

40

50

状にする効果を活用しているわけではない。

【0100】

金属石鹸だけでは、達成しえない潤滑特性が必要な場合、本開示では、黒鉛を使った潤滑特性改善効果を活用して対応できるようにする。黒鉛は平板面状の強固な構造が、ファンデルワールス力で弱く結合して積層した構造で、黒鉛に力（トルク）が加わった際に、平板面状が滑っていく潤滑効果を活用する。上述したような、油井管ねじ溝へ限定した潤滑挙動では、長いテープ状2次生成物が形成されてしまって、焼き付きが行らないように含有量を工夫し、サイズを好適範囲に調整するとよい。

【0101】

アルカリ石鹸は、金属石鹸と同じように、バインダー樹脂内に乾式の潤滑剤として存在して機能する場合もある。それと同時に、アルカリ石鹸は、むしろ、微小な湿気と結びついて、ぬめりになる。この結果、油井管ねじが、常に、微小に斜めにセットされる状況があるものを、アルカリ石鹸の効果で滑らせて、安定位置へのねじの噛み合いへ誘導する目的もある。実際の油井管ねじの締付等では、Range-2、3（各々8m共、12m共）が、少し斜めにセットされるような状況等がある。後述の図5や図3（b）の符号1a（10）のような、油井管ねじの初期のセット位置、つまりピンねじを軽く、手締め等である程度、噛み合いを保つ位置がむしろ普通である。そして、数回転のパワートングで締付しながら、図4（b）まで持っていく際に、固体潤滑被膜が必要以上に削り取られてダメージを受けることが否定できない。ピンねじが、ボックスねじの正規の位置に、滑り込むように、固体潤滑被膜の必要以上の削り取りを回避して、正規の噛み合いの位置まで誘導するのも有効に機能できる。本開示の特徴の一つは、黒鉛の添加によって、金属石鹸主体の潤滑を向上させ、さらには、微小なアルカリ石鹸を含有させることである。これによって、正規の噛み合い位置に、スムーズに誘導する、つまり滑り込ませることがキーになる。

その際、黒鉛の添加量によっては、黒鉛がむしろ逆に、ねじ溝に沿ってテープ状構造を作ってしまう、焼き付きの原因にならないように工夫する必要がある。

【0102】

本開示では、乾燥して膜になった際に、固体潤滑剤の全てが膜内に取り込まれる場合と、主に膜内に取り込まれるが、膜表面に分布している場合の2通りで薬剤設計している。膜の外にある分とは、膜表面に弱く付着している部分～単に最表層に乗っている部分である。

金属石鹸及び黒鉛は、2つの寄与がある。すなわち、それら固体潤滑剤が、膜から離れて、それぞれが単独及び複合的に潤滑に寄与する部分と、バインダー樹脂と一体となった2次生成物として、潤滑に寄与する分がある。

【0103】

本開示では、高水準の潤滑を実現するために、上述したように、水系ポリマー（アクリル系）からなるバインダー樹脂成分と、固体潤滑剤と、水主体の溶剤の重量の配合規定を、好ましい範囲として、次のように設定した。すなわち、全構成成分の重量に対して、それぞれの下限值として、30%以上、10%以上、40%以上、それぞれの上限值として、40%以下、20%以下、50%以下にした。

【0104】

ここで重要なのは、固体潤滑剤総量に対して、上記黒鉛を、重量比で、全固体潤滑剤の0.5%以上5%以下にした点である。下限を0.5%にしたのは、上記のように、テープ状の2次生成物を作らずに、高潤滑を維持するためである。また、このレベルなら、水主体の溶剤に均質的に混ぜることもできる。上限の5%以下というのは、黒鉛が多くなりすぎることによる弊害を避ける点にある。これを超えると、潤滑の観点に加えて、黒鉛の水系溶剤への溶かし込みがうまく行かない。この場合、どうしても黒鉛同士の会合によってダマになってしまう懸念が高くなることが起こる。また、水系の溶剤にうまく調合しきれないことが起こる。アルカリ石鹸についても、1%を上限に混入することが必要である。この理由は、正規のねじの噛み合い位置への誘導を容易にするためである。

10

20

30

40

50

【0105】

次に、黒鉛が、タッチアップに用いる際の養生箇所の欠落箇所を埋めることにも対応する条件について説明する。

グラインダーやペーパーで養生ししたあとに、本開示の薬剤を塗布して、ねじ焼き付き時の軽度焼き付き等を補修する。

このとき、養生後の状態において、固体潤滑被膜がなくなってしまういたり、固体潤滑被膜が一部欠損していたり、ねじ部分の金属も削られてなくなってしまう場合もある。例えば、1～2mmオーダーの厚みがなくなっている場合もありうる。そのため、まずその部分を埋める目的を達成するために、本開示では、上述の成分規定を同じではあるが、水系ポリマー（アクリル系）と、固体潤滑剤と、水の重量の配合規定を、全構成成分の重量に対して、それぞれ下限値として次のように設定した。すなわち、それぞれの下限値として、30%以上、10%以上、40%以上とした。また、それぞれの上限値として、40%以下、20%以下、50%以下にした。

10

【0106】

固体潤滑剤は、金属石鹸を主体として、黒鉛とアルカリ石鹸を加えた成分にして、バインダー樹脂は、水主体の溶剤に溶け込む、水溶性もしくは水分散性のバインダー樹脂を選択した。薬剤をその削られた部分を中心に塗布して、併せて、それ以外の箇所にも一様に薄く塗布するとよい。焼き付き箇所が塗料で物理的に埋込んだ形になる。一度締付け締戻しがなされると、埋めた部分が上から押えられたようになる。この結果、削られ養生した部分が、最終的にこの薬剤で埋められた状況になる。

20

【0107】

また、コーティング用薬剤の粘度1000mPa・sec以下に調整することによって、その欠損部分に入り込んでいくような流動性の高い状態が確保可能となる。粘度は、水溶剤の組成を多めにすること等で実現する。ただし、それを超えて粘度が高くと、潤滑補助若しくは軽度焼き付き部分を補修できる目的が達成しにくくなる。したがって、その点を考慮して、上記の濃度範囲の調整とする。

また、本開示の固体潤滑被膜、コーティング用薬剤は、実際の井戸で使う環境に即した評価方法で、可否を評価し、パラメータの上下限を規定した。これによって、実際の井戸でも使用が耐えるような、潤滑補助若しくは軽度焼き付き部分を補修が可能となる。

【0108】

ここで、1m程度の短尺ピンを単にを使った評価では、実際の使用条件に沿った評価方法にならないので、評価方法に工夫が必要になる。従来の特許文献群で示させているような、短尺ピンを使った評価では、NGのピンを選別できてOKのピンを選別できない。これは、短尺ピンでの評価は、実井戸や模擬井戸に比べてマイルドな評価になる傾向があり、特に、固体潤滑被膜での潤滑では顕著になるためである。上述の通り、固体潤滑被膜の場合には、不可避免的に、固体潤滑被膜が削られることがある。そして、それらが二次的生成物を作り、これらがねじ間隙に詰まると、焼き付く傾向が高くなる。

30

【0109】

従来のような短尺ピンでの評価では、ピンねじが軽量で、かつ、真っ直ぐ締めることができるので、問題が検知されにくい傾向がある。実長ピンでの評価では、図5で示したように、初期セット位置が常に途中で進まなくなり、そのような斜めに噛んだ状態からパワートングで締付けされる。このため、固体潤滑被膜が削られやすく、結果として焼き付きが起りやすい傾向がある。本開示は、こういった実井戸での状況での動作を確認したうえで、パラメータの上下限を決めるようにして、正確を期した。実井戸や模擬井戸で毎回評価するのは、実験費用と手間を考えると適切ではない。

40

【0110】

本開示では、以下、重錘トングでの評価と呼ぶ方法で、代替評価を行った。なお、重錘トングでの評価と呼ぶ方法は、発明者が発明した評価方法である。この評価方法は、実際の井戸での苛酷な実長ピンの自重を印加することと、しかも、偏った状態でセットさせることで固体潤滑被膜にダメージを与える影響を含めて評価できる。この評価によって、本

50

開示のパラメータの確からしさを提供する。

その評価方法は、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状態とする。そして、締付けときには重錘を印加し、締め戻しとき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する。装置例を図 6 及び図 7 に示す。その構成例については、後述する。

本開示では、この新たな装置構成での評価に基づきパラメータを規定して、実際の井戸でも使用が耐えるような潤滑性能を担保した。

【発明の効果】

【0111】

本発明によれば、油井管ねじ部の補修や潤滑の改善を行うコーティング用の薬剤として、 MoS_2 を使わず且つ環境に優しく、しかも実際の井戸での使用に耐え得る薬剤を提供可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0112】

【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】油井管ねじ継手の締め込み状態を模擬した図である。

【図 5】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 (ねじ山等の記載は省略した)。

【図 6】新たなラボ試験の条件 (重錘トング) を説明する図である (ねじ山等の記載は省略した)。

【図 7】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 では、ねじ山等の記載は省略した。

【発明を実施するための形態】

【0113】

次に、本開示の実施形態について説明する。

(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、溶剤成分とを主成分とする。主成分とは、例えば、残部が不可避免的に入る材料であったり、固体潤滑剤とバインダー樹脂と溶剤成分とで全重量の 95% 以上の場合を指す。

【0114】

[溶剤成分]

溶剤成分は、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る。

添加物の水に対する体積は、水の体積 100 に対し 10 以下である。

溶剤の体積の 95% 以上が、上記水と上記添加物で構成される。

上記添加物として、更にアンモニア水が添加されていても良い。

溶剤は、例えば、薬剤全重量の 40% 以上 50% 以下であることが好ましい。

溶剤は、例えば、炭素数 3 以下の低級アルコール及びアンモニア水のうち、少なくとも炭素数 3 以下の低級アルコールが添加されている。

その炭素数 3 以下の低級アルコールの体積は、溶剤を構成する水の体積 100 に対し 0.5 以上 10 以下とする。アンモニア水の体積は、溶剤を構成する水の体積 100 に対し 0 以上 5 以下とする。

炭素数 3 以下の低級アルコールとしては、メタノール、エタノール、イソプロピルアル

10

20

30

40

50

コール、ノルマルプロピルアルコール、工業用エタノールから 1 又は 2 以上選択した低級アルコールが例示できる。

【 0 1 1 5 】

[固体潤滑剤]

固体潤滑剤として、黒鉛と金属石鹼を含む。その黒鉛と金属石鹼が、全固体潤滑成分重量の 9 5 % 以上である。

固体潤滑剤は、例えば、薬剤全重量の 1 0 % 以上 2 0 % 以下が好ましい。固体潤滑剤の主成分は金属石鹼である。すなわち、金属石鹼は、重量比で、黒鉛よりも多く含有させる。

黒鉛は、例えば、重量比で、全固体潤滑剤の 0 . 5 % 以上 5 % 以下とする。更に好適な範囲は、1 % 以上 3 % 以下が好ましい。下限を 1 % 以上、かつ、上限を 3 % 以下の方が、一層黒鉛による潤滑改善効果を期待でき、かつ、テープ構造の 2 次生成物の形成が一層回避されやすくなる。

10

【 0 1 1 6 】

更に、アルカリ石鹼は、ゼロを含んで 1 % 以下添加する。金属石鹼と黒鉛と同じように潤滑挙動の実現を図る。また、更なる役割として、アルカリ石鹼は、ピンねじとボックスねじの正規の噛み合い位置まで滑り込ませるのにも、有効に機能する。

また、好適な範囲として、金属石鹼、黒鉛の粒径は、共に、例えば 5 μ m 以下が好ましい。理由は、すでに述べているように、固体潤滑被膜が、締付締戻し時にダメージを受けやすくなることを回避するためと、微細サイズにすることで早期乾燥に一助にするためである。

20

【 0 1 1 7 】

金属石鹼、および、アルカリ石鹼について説明する。前者は、次の A 群の脂肪酸と B 群の金属元素（金属イオン）からなる化合物（金属石鹼）からなる、1 種類若しくは 2 種類以上の石鹼からなる。後者は、次の A 群の脂肪酸と C 群の金属元素（金属イオン）からなる化合物（アルカリ石鹼）からなる。

A 群：ステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、1 2 - ヒドロキシステアリン酸、オレイン酸、モンタン酸

B 群：M g、C a、Z n、B a

C 群：N a、K

【 0 1 1 8 】

[バインダー樹脂]

バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマーである。そのポリマーは、アクリレート、メタクリレートに属するモノマーを全バインダー樹脂重量の 9 0 % 以上含むポリマーが共重合体である。

バインダー樹脂は、例えば、薬剤全重量の 3 0 % 以上 4 0 % 以下とする。

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、(1) ~ (4) に記載のモノマーのうち、単体で構成されるポリマーか、2 個以上のモノマーからなる共重合体である。

30

【 0 1 1 9 】

(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

40

(2) 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と一体となったモノマー

(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のいずれか一方か両方のモノマーが、少なくとも (1) ~ (3) のうちの 1 つ以上のモノマーと一体となって構成されるモノマー

薬剤は、薬剤の粘度が、1 0 0 0 m P a · s e c 以下である。

薬剤は、金属面に対し、塗布量 1 m g / m m ² 以下で塗布した場合、常温の無風の 대기環境で放置乾燥をした場合、3 0 分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する。ただし、 대기

50

で常温乾燥とは、常温（15-30、例えば24）での乾燥を意味する。

【0120】

<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、金属石鹸の調合を行う。

【0121】

<油井管補修方法>

油井管のねじ部の潤滑膜を補修する油井管補修方法である。

油井管のねじ部のうち、焼き付きが発生した領域を養生したのちに、少なくとも上記養生部分に対し、本開示のコーティング用薬剤を塗布する。これによって、削れた領域を、黒鉛を含む膜で埋めて補修できる。

10

【0122】

<油井管の潤滑改善方法>

ねじ部に形成された油井管に形成されている既存の潤滑被膜の上に、本開示のコーティング用薬剤を塗布する。これによって、潤滑性能の向上を図る。

【0123】

<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。

20

【0124】

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。

固体潤滑被膜は、マトリック成分としてのバインダー樹脂に固体潤滑剤が分散している。

固体潤滑剤として、黒鉛と金属石鹸を含み、その黒鉛と金属石鹸が、全固体潤滑成分重量の95%以上である。

【0125】

黒鉛の粒径が、例えば5μm以下であり、金属石鹸の粒径が、例えば5μm以下である。

金属石鹸は、例えば、重量比で、全固体潤滑剤の0.5%以上5%以下とする。

金属石鹸は、例えば、次のA群から選択した脂肪酸とB群から選択した金属元素（金属イオン）からなる化合物からなる、1種類若しくは2種類以上の金属石鹸からなる。

アルカリ石鹸は、例えば、次のA群から選択した脂肪酸とC群から選択した金属元素（金属イオン）からなる化合物からなる、1種類若しくは2種類以上のアルカリ石鹸からなる。

30

【0126】

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：Mg、Ca、Zn、Ba

C群：Na、K

【0127】

バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマーであって、そのポリマーは、全バインダー樹脂重量を分母とした場合、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。

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、(1)~(4)に記載のモノマーのうち、単体で構成されるポリマーか、2個以上のモノマーならなる共重合体である。

40

【0128】

50

(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、及び、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と一体となったモノマー

(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、いずれか一方か両方のモノマーが、少なくとも(1)～(3)のうち、1つ以上のモノマーと一体となって構成されるモノマー

【0129】

固体潤滑被膜は、膜厚が、10 μm以上100 μm以下であり、膜硬度が、鉛筆硬度でB以下の軟質である。ただし、この膜厚は、非破壊で超音波他で膜厚測定が可能な、ねじ山部分の表面の、いわゆるクレスト部分(ねじ山相当部)を指す。特に、油井管ねじは、プレミアム・ジョイントでよくある、ボックスねじでは逆フック型、ピンねじではフック型の、ねじの山部分(平らな部分)を指す。スタピング・フランク、ローディング・フランクの、ねじ山が縦に立っている部分の膜厚ではない。

10

なお、固体潤滑被膜の下層に下地膜(不図示)、例えば、リン酸Mn化成処理膜、電気めっき膜等を有していても良い。

【0130】

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。

20

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。

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(水系ポリマー)をバインダー樹脂とし、固体潤滑剤を金属石鹸と黒鉛の混合系にして、溶剤を水にした主成分系のコーティング用薬剤から構成させたコーティング用薬剤である。

【0131】

本開示の薬剤は、油井管ねじの固体潤滑被膜として活用されるものである。同時に、例えば、本開示の薬剤は、既に形成されている固体潤滑被膜に対し、更に1段階レベルアップした潤滑性が必要な場合にも使用される。潤滑性の向上を目的のため、又は、予防的な意味を含めて焼き付きを避ける目的で、既にある固体潤滑被膜の上に、本開示の薬剤を塗布することも可能である。

30

また、例えば、ねじ山部分やシール部分で構成されるねじのうち、ねじ山部分だけに軽度な焼き付きが起きた場合に使用する。つまり、井戸元で行うタッチアップ的な部分補修時に、本開示の薬剤を、養生後に補修する表面に塗る。これによって、本開示の油井管や油井管ねじ継手が構成される。

【0132】

下記に示すパラメータ群は、必要特性について相互に関わり合って設定され、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、そのあとに、個々のパラメータの規定範囲と、その意味を説明する。

40

なお、本開示は、潤滑補助と、タッチアップ的な部分補修時の潤滑を意図している。このため、耐食性は特に意図しない。耐食性は、既にある固体潤滑被膜で達成するものであり、かつ、タッチアップ的な井戸元での部分補修では、補修後にはすぐに締付けが行われるので、潤滑のみを対象にしたものである。

【0133】

(目標とする潤滑特性、潤滑補助特性、軽度焼き付き部分の補修について)

本開示が意図する、油井管ねじの固体潤滑被膜として活用時には、固体潤滑被膜の潤滑特性を元にして判断しつつも、固体潤滑被膜特有である、徐々に膜が消耗していることを鑑みる。そして、API-5C5やISO13679の規定等とは若干異なる基準で潤滑

50

性能を判断する。ケーシングサイズは締付け締戻し回数が2回以上、チュービングサイズは締付け締戻し回数が5回以上を合格判定基準とした。上述してきたように、その特性の確認については、実井戸を模擬出来るような新たな評価方法で確認することを前提とする。

【0134】

潤滑補助としての特性評価では、本開示のコーティング用薬剤を塗布することで、ねじ継手の達成しうる締付け締戻し回数が1回以上増加する潤滑特性を、良好な効果があったものとして判定する。潤滑補助は、ねじ部に既に設けられている固体潤滑被膜の全面に対し、本開示の薬剤を塗布して潤滑性を向上させることを指す。多くの場合、2～3回以上締付け締戻し回数が増加することを目標とするが、潤滑補助は、1回でも多く締付け締戻しが増加できれば良好（合格）とみなす。なお、既に付いている固体潤滑被膜の潤滑特性を元にして判断する。このため、API-5C5やISO13679の規定等で用いられる、「ケーシングサイズは3回以上」の基準は使わない。同じく、実井戸模擬評価で確認することを前提とする。

10

【0135】

軽度の焼き付き部分の補修については、例えば、焼き付き部分は、ねじ山部分の焼き付きに限定して、シール部分の焼き付きは対象外とする。

補修は、グラインダー、やすり、ペーパー等を使って焼き付き部分を養生したあと、潤滑を再度確保するために実行される。具体的には、焼き付き箇所を含んで、その周りだけか、若しくは、全面に本開示の薬剤を塗布して行う。

焼き付いた状態から更に1回以上締め付けが増加することができれば、良好（合格）とみなす。更に、そのまま1回以上（計2回以上）、締付け締戻しできれば、更に良好とみなす。この軽度の焼き付き部分の補修の評価についても、その評価方法は、上述した、実井戸を模擬出来る新たな評価方法で確認することを前提とする。

20

この模擬では、実井戸模擬での締付け締戻しを1回した後に、物理的ダメージを与えて、その部分をグラインダー、やすり、サンドペーパー等で養生した状況を意図的に作る。その後、本開示の薬剤を塗布してタッチアップ補修する。

【0136】

（目標とする早期乾燥性について）

本開示は、水系溶剤を採用するが、次のことで、塗布した薬剤の早期乾燥化を図ることを意図している。すなわち、低級アルコールやアンモニアの揮発性の活用と、金属石鹼と黒鉛についての調合範囲の設定及びサイズ管理を行う。更には、金属石鹼と黒鉛がダマにならない工夫をする。更にまた、固体潤滑剤のバインダー樹脂への取り込み方法を変える等を行う。

30

早期乾燥のレベルについては、2つの基準をもって判断する。

1つ目の基準は、上記のような工夫をしない時と比べて、早く乾燥できることを達成可能か否かの基準である。大気放置なら大気放置同士の比較をし、送風乾燥なら送風乾燥同士で比較をした際に、早期に乾燥することを目標とする。比較する場所・位置も同等な位置で評価する。

【0137】

2つ目の基準は、送風する乾燥（非加熱）で、5分以内、更に望ましくは1分以内で乾燥することができるか否かを基準とする。常温で屋外、屋内に放置した際の乾燥では、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目標とする。ここで言う乾燥は、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。ただし、非加熱で、大気環境での送風は、本開示での検討では、14-18の環境で確認した結果に基づくことにする。

40

具体的には、金属面に塗布量 0.1 g/mm^2 以下としたときに、大気放置乾燥をしたときに、常温において、30分以内に乾燥できる適度の早期乾燥性を持つことが好ましい。この早期乾燥性は、下記の詳細説明も含め、本開示で規定されたパラメータ群によって、達成しうるレベルである。これができるれば、送風乾燥や、温風乾燥では、より早期に乾

50

燥が可能になる。

【0138】

本開示では、粘度が小さく、流動性の速くするように調合したコーティング用薬剤を使う。

これらの評価位置は、水系アクリル系バインダー樹脂ベースの水系塗料を、油井管ねじを横に寝かせて塗った場合には、ねじ溝に沿って、液が垂れていき、6時位置で溜る傾向がある。このため、その部分の乾きが若干遅くなる傾向があるので、比較評価する場所は、9時から3時位置での乾燥の比較とする。油井管ねじを立てて塗った場合には、ピンねじの場合には、そのまま垂れたものは、地面に落ちるので特に溜るところはない。しかし、ピン先端で水滴状の垂れが形成される場合がある。その場合、その部分を除外して乾燥時間を評価する。ボックスねじの場合には、同じく、下方向に垂れていく。しかし、プレミアム・ジョイントの場合、ショルダー部分段差に溜る傾向はゼロとは言えず、その部分を除外して乾燥時間を議論する。

10

【0139】

また、実際に焼き付いた場所で養生された部分は、物理的な凹み等があり、その部分を埋める目的でも本開示の薬剤は塗布される。このため、表面の乾燥状態だけを議論すればよい。上記に述べた箇所のうち、問題のない箇所での乾燥時間を評価して、早期乾燥性を議論する。

早期乾燥性が必要な理由は、このコーティング用薬剤、それを使った固体潤滑被膜が、もっとも厳しい条件として、井戸元で軽度な焼き付き他のトラブルで、タッチアップ的な補修作業に使うことを想定しているからである。そのため、やすりや、研磨ペーパー他で問題箇所を削って手直ししてから、本開示のコーティング用薬剤で補修を行うことを意図しているからである。コーティング用薬剤補修とは、補修部分を埋める、潤滑の確保ことを指す。そのため、火気厳禁で使える前提や、乾燥に関わるユーティリティが使えないことも想定して、大気での放置乾燥、送風による乾燥での、早期乾燥を意図した。

20

【0140】

(早期乾燥性の達成手段について)

本開示は、水系溶剤を使って、次のような工夫で早期に乾燥を図る。すなわち、低級アルコールやアンモニアの揮発性を活用する。また、金属石鹼と黒鉛についての調合範囲の設定及びサイズ管理を行う。更には、金属石鹼と黒鉛がダマにならない工夫、及び、固体潤滑剤のバインダー樹脂への取り込み方法を変える等を行う。これらで早期に乾燥を図る。

30

詳細は、下記で、個々の項目ごとに説明するが、全体の概要について、コーティング用薬剤の設計思想について述べる。

本開示の薬剤は、低級アルコールを含む。

低級アルコールの含有については、火気厳禁な環境でも使えることを意図するため、薬剤の引火点が60以上か、不燃と見なせるように濃度調整する。そして、低級アルコールの揮発性を活用して、早期乾燥を図る。

【0141】

なお、本開示の薬剤は、シンナー系のVOCを使用しない。井戸元の火気厳禁に対応するためと、作業者の安全衛生と、ドラフト等の排気設備の設置等を避けて、作業できるようにするためである。

40

状況により、薬剤には、アンモニア水の揮発性も併せて活用し、ドラフト設備を使用せずに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。

また、含有する金属石鹼や黒鉛の濃度と粒径を、適切な範囲に制御して、早期乾燥を実現させる。具体的には、平均粒径が小さいサイズを選び、また、その濃度を適切な量にする。これによって、固体潤滑剤の表面積総量を稼いで、低級アルコールとアンモニアの揮発を活用して、早期に膜化を図る。

【0142】

金属石鹼及び黒鉛のサイズ(平均粒径)は共に、5 μ m以下、望ましくは、1 μ m以下のものを使う。これにより固体潤滑剤の表面積を増やして、乾燥を強化する。同時に、締

50

付締戻し時に、バインダー樹脂と金属石鹼及び黒鉛の界面から破壊しやすくなるような、固体潤滑被膜へのダメージを小さくさせることができる。5 μmを超えると、固体潤滑被膜が、薄くなりがちな縦壁状部分では、固体潤滑剤が膜を貫通して分布している状況がありうるので、破壊しやすくなってしまふ。縦壁状部分は、例えば、スタビング・フランク、ロード・フランクの部分である。

また、固体潤滑剤の溶かし込みでは、金属石鹼自体や黒鉛自体で会合することでダマになってしまい、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。このダマの形成回避のため、金属石鹼および黒鉛では、金属石鹼を低級アルコールと一旦は溶解させたうえで、水からなる溶剤や水系ポリマーの混合液へ混ぜることで実現を図る。

【0143】

金属石鹼は、潤滑剤の主成分としても働く。同じく、黒鉛は、潤滑剤をサポートするように働くと共に、タッチアップ的な補修のときには、補修面に形成された凹み部分を埋める役割もある。

コーティング用薬剤の粘度を、1000 mPa・sec以下に調合することで、薬剤が厚く塗れないように薬剤を調合する。要は、薬剤として、粘度が低く、サラサラの液粘度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40 mPa・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、水の粘度である1 mPa・secにはなるはずはなく、粘度の高いものになる。この結果、そのレベルがおおよそ40 mPa・sec以上ということになる。

【0144】

(潤滑補助若しくは軽度焼き付き部分を補修できるためのコーティング用薬剤の基本組成)

薬剤は、固体潤滑剤とバインダー樹脂と、薬剤塗布後に被膜に残存しない溶剤から主に構成される。

溶剤は、水主体である。その水に対し、1又は2種類以上の、炭素数3以下の低級アルコールを添加物として更に添加した。状況に応じて、上記添加物としてアンモニア水も添加してもよい。

その添加物は、水の体積100に対し10以下とする。また、水と上記添加物の合計体積は、全溶剤体積の95% (vol/vol%)以上とする。

【0145】

固体潤滑剤の主成分は、黒鉛と金属石鹼とする。主成分とは、黒鉛と金属石鹼の合計重量が、全固体潤滑成分重量の95%以上とする。

バインダー樹脂は、水溶性若しくは水分散性のポリマーを主成分とする。そのポリマーは、アクリレート、メタクリレートに属するモノマーから構成されるポリマーや共重合体が、全バインダー樹脂成分の重量の90%以上となっている。

以上のように、本開示は、基本組成が、水主体の溶剤、黒鉛+金属石鹼を主体とする固体潤滑剤、アクリレート、メタクリレートに属するモノマーから構成されるポリマー及びその共重合体が主体であるバインダー樹脂からなる。それぞれ、主体というのは、個々の構成要素単位で、95%以上、95%以上、90%以上を指す。要は、僅かな不純物、不可避混合物、鼻薬の混入ならば許容できるという意味である。

【0146】

これらの基準に満たない場合には、薬剤の塗布により形成した膜の安定性が落ちるので、本開示が期待する特性を実現しえなくなるおそれがある。なお、膜の状態では、溶剤はアルコールやアンモニア等も含めて、揮発・蒸発して膜には残らない。

アクリレート、メタクリレートに属するモノマーから構成されるポリマーは、それ自体は乾いた膜(マトリクス)になる。膜は、その膜(マトリクス)の中に、金属石鹼と黒鉛の固体潤滑剤を均質的に保持した膜である。固体潤滑剤の一部は、膜(マトリクス)の表層に付着している状況とか、一部を膜(マトリクス)に埋め込まれながら、一部が表面に露出した状態となっている。

10

20

30

40

50

なお、低級アルコールやアンモニアの活用は、金属石鹼の均質的な溶かしこみと、揮発性を活用した膜の早期乾燥のために入れたものである。下記で再度詳細に説明する。

【0147】

(バインダー樹脂、固体潤滑剤、水の調合割合)

本開示では、バインダー樹脂、固体潤滑剤、水の調合割合が、バインダー樹脂(水溶性若しくは水分散性のポリマー)、固体潤滑剤(金属石鹼と黒鉛)、溶剤としての水主体の溶剤が、それぞれ下限値として次の値が好ましい。すなわち、それぞれ30%以上、10%以上、40%以上が好ましい。また、それぞれの上限值として、40%以下、20%以下、50%以下に調合することが好ましい。なお、全体として、これらが100%になるようにコーティング用薬剤を調合する。

10

水は、環境についての問題が一切ない。この理由から、溶剤の主成分に水を選定する。その溶剤としての水は、膜化したときには、揮発・蒸発して膜から抜け出ていくものである。

膜の早期乾燥性を図るために、水が少ない方が乾燥しやすいと考えがちである。しかし、実際にはそうではない。水が少なく粘性が高すぎる場合には、むしろ乾きにくい場合が多い。

【0148】

本開示は、下記に挙げるような量とサイズ固体潤滑剤や、揮発性があるが問題の少ない低級アルコールやアンモニア水を使う。それでも最も重要なのは、薬剤を薄く塗ることができることである。

20

そのため、詳細は後述するが、コーティング用薬剤の粘度を低くして、流動性のよいものにして、薄く塗れるように工夫する。そのために、本開示では、粘度を下げるために、上記のように、水を40%以上入れるのが好ましい。

同時に、水の含有量は、水溶性若しくは水分散性のポリマーの必要量を含有させるために十分な量であることを満足した量になっている。水の上限を50%以下にしたのは、それを超えると、バインダー樹脂自体が薄すぎるようになること、及び、粘度が低くなりすぎて、薬剤を必要量だけ塗れないことが起こりうることから規定されるものである。

水溶性若しくは水分散性のポリマーは、水系アクリル系(メタクリル系)樹脂が主体のポリマーを指す。これを、30%以上40%以下に調合させることが好ましい。

【0149】

30

この範囲の規定は、粘度を適切な範囲して早期乾燥性の確保するためと、バインダー樹脂膜に固体潤滑剤を混ぜ込んで保持させることと、固体潤滑剤単体を、固体潤滑被膜の表面側にも付着するように位置させるためである。30%未満の場合、薬剤の液粘度が低すぎて流動性が高くなり、固体潤滑被膜が薄くなってしまふことで、膜の潤滑特性を維持できない。40%を超えると、薬剤の粘度が上がってしまふと、塗り方によっては、膜が局部的に厚くなって、早期乾燥性が達成できなくなる可能性が高くなる。また、ムラがある膜になってしまふと、潤滑特性が劣化する場合がでてくる。

固体潤滑剤は、金属石鹼と黒鉛を主成分とし、しかも主体は金属石鹼ではある。すなわち、金属石鹼は黒鉛よりも多く含有させる。

【0150】

40

固体潤滑剤の含有量を10%以上20%以下は好ましい範囲としたのは、これも、複合的な因子を同時に満足させるために設定された適正範囲であるためである。10%以上としたのは、固体潤滑剤を必要以上入れないと、目的の潤滑が達成できないことによる。また、同時に、後述される、固体潤滑剤の表面積と量を確保して、早期乾燥を促進する効果を期待するためである。また、20%以下としたのは、黒鉛が多くなりすぎることによる弊害を避ける点にある。これを超えると、水系アクリルの量とも連動するが、潤滑時に形成される2次生成物が、テープ状になって、その破片がねじ間隙に詰まってしまふと、焼き付く可能性が高くなるからである。同時に、どうしても黒鉛同士の間隙によってダマになってしまう懸念が高くなって、潤滑自体が劣化するとか、水系の溶剤にうまく調合しきれないことが起こるからである。

50

【 0 1 5 1 】

ここで、溶剤は揮発してなくなるために、ねじ表面に固体潤滑被膜として形成されて残るのは、固体潤滑剤とバインダー樹脂である。

よって、固体潤滑被膜として性質を実現するために、上記の水主体の溶剤に溶け込める前提で、バインダー樹脂と固体潤滑剤の重量比は、バインダー樹脂の重量に対して、固体潤滑剤の重量比が、0.25～0.66の間に位置させて調合することが重要である。更に望ましくは、0.3以上0.5の重量比の範囲が好ましい。この比率のものが結果として、ねじ表面に固体潤滑被膜として形成される。

バインダー樹脂の中に、固体潤滑剤を均質に分散配置するには、潤滑改善につき限界値がある。固体潤滑剤が多すぎると膜内に入りきらずに、表面に付着しただけのものになり、潤滑の改善を十分に実現するには不利になる。よって、好適範囲として上限が0.5になる。逆に少なすぎると、潤滑に必要な固体潤滑剤が少ない状況になり、潤滑目標レベルを維持できない。よって、好適な下限が0.3になる。

10

【 0 1 5 2 】

(低級アルコールの活用、アンモニア水の活用)

水以外の溶剤成分として、1種又は2種類以上の、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10以下添加される。更に、アンモニア水が、水の体積を100に対し0以上5以下添加することができる。

炭素数3以下の低級アルコールは、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、工業用エタノールから選択した1種以上の低級アルコールであることが好ましい。

20

【 0 1 5 3 】

低級アルコールは、早期乾燥を促進するための手段の1つである。本開示の薬剤を、井戸元でのタッチアップ的な補修時に使うことを想定している。このため、もっとも厳しい条件では、薬剤は、火気厳禁でも使える必要がある。また、作業者への安全衛生への配慮のため、トルエン、キシレン、ベンゼンに代表されるシンナー系の有機溶媒を使用せず且つ薬剤の引火点が低いものとならないようにすることが好ましい。このために、炭素数3以下の低級アルコールを用いる。

下記で詳細は述べるが、薬剤の引火点を60以上、又は、不燃であるためには、これらの低級アルコールの濃度の上限を制限して、薬剤の引火点を高くように調整する必要がある。

30

【 0 1 5 4 】

これらの低級アルコールは、単味では個々が100%組成の場合、10～15の引火点を持ち、沸点も65～100くらいである。このため、低級アルコールを、溶剤としての水やバインダー樹脂や固体潤滑剤と混合させることで、薬剤が適切な引火点になるように調合する必要がある。そして、低級アルコールを大量に混合して、薬剤の早期乾燥を促進するのは、火気厳禁環境では危険である。

下限(水の体積100に対し0.5以上)の規定は、揮発性の活用を行える最低限を意味する。上限(水の体積100に対し10以下)の規定は、引火点の調整のための許されるうる上限として設定されたものである。

40

【 0 1 5 5 】

アンモニア水は、水系ポリマーが安定的に存在できるpHへ調整するために添加する場合がある。このため、各水系ポリマーが規定しているpH範囲の上限域になるように、アンモニア水を添加し、更にそのアンモニアの揮発を活用することもできる。アンモニア水の添加上限を水の体積100に対し5以下としたのは、次の理由である。すなわち、現実的に、5以下程度の添加しかないと設定された上限値である。通常は、水の体積100に対し1～2が上限であることがほとんどである。

本明細書では、アンモニア水を、濃アンモニア水(28-30%アンモニア含有)として表現している。薄いアンモニアを使う際には、濃アンモニア水の調合割合に、割り戻して規定されているものとして読み替えることとする。

50

【 0 1 5 6 】

また、炭素数 3 以下の低級アルコールは、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、工業用エタノールを指す。炭素数 4 以上のアルコールを対象にしなかったのは、水との固溶性が、若干落ちてくることが挙げられる。

同時に、低級アルコールは、固体潤滑剤である金属石鹸をダマにすることなく、金属石鹸を添加した際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。

【 0 1 5 7 】

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薬剤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、金属石鹸が、バインダー樹脂に均質に取り込まれることなく、片寄りのある膜になり、潤滑にもよくない。このため、水溶性若しくは水分散性のポリマーと水の分散液に、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べきである。この際、低級アルコールの濃度や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。

10

【 0 1 5 8 】

(固体潤滑剤の黒鉛と金属石鹸について)

黒鉛の平均粒径を 5 μm 以下、金属石鹸の平均粒径を 5 μm 以下とする。

また、固体潤滑剤のうち、黒鉛の重量比を 0 . 5 % 以上 5 % 以下とし、残りの主要成分を金属石鹸とする。併せて、上限 1 % にして、アルカリ石鹸を含有することができる。

20

本開示では、主に潤滑を金属石鹸で持たせて、黒鉛で更に改善させる。アルカリ石鹸も潤滑改善効果を期待できる。しかし、アルカリ石鹸がもたらす更なる効果として、次の機能がある。すなわち、アルカリ石鹸は、初期のピンねじとボックスねじの噛み合いの位置のズレから、正規な噛み合い位置へ滑り込むように誘導させるのに有効に機能する。アルカリ石鹸は、特に少し湿気がある状況でも効果がある。かつ、アルカリ石鹸は、降雨や、井戸からの逆流があるような状況で、ねじ山が濡れた状況においても、効果的に、正規なねじの噛み合い位置へ滑らせる効果がある。

【 0 1 5 9 】

固体潤滑剤のサイズの規定は、早期乾燥を促進するための手段の 1 つである。特に、水に不溶性固体潤滑剤である、金属石鹸および黒鉛は、粒径を小さくすることによって、溶剤との接触表面積を増やし、また、低級アルコールやアンモニアの揮発性も併せて活用することによって、早期乾燥を実現させる。

30

黒鉛と金属石鹸の粒径は小さいほどよい。好ましくは 1 μm 以下のサイズである。5 μm を超えた場合には、固体潤滑被膜になった際の膜厚と同じレベルの固体潤滑剤が出てくる状況になる。また、膜厚内に埋め込まれない場合には、膜が、油井管ねじの締付け締戻し時に、容易に破壊することにもつながる場合もある。この観点から、5 μm 以下である必要がある。本開示では、後述するが、膜厚は 10 μm 以上 100 μm 以下が好ましい範囲として規定する。黒鉛と金属石鹸の粒径が 5 μm 以下、望ましくは、1 μm 以下の粒径であれば、油井管ねじの締付け締戻し時に、膜が容易に破壊される懸念も小さくすることができる。

40

【 0 1 6 0 】

上述したように、固体潤滑剤は、主に黒鉛と金属石鹸から構成される。ただし、5 % 未満であれば、固体潤滑剤として、それ以外の不純物的な位置づけで混入しているものがある。例えば、BN (窒化ボロン)、マイカ (雲母)、タルク、MCA (メラミンシアヌレート)、PTFE (ポリテトラフルオロエチレン)、アルカリ石鹸群は、微量であれば、本開示の意図する発明の効果を邪魔しない。

【 0 1 6 1 】

(テープ状の 2 次生成物を作らないための方策)

テープ状 2 次生成物は黒鉛の添加に伴い締付け締戻し時に形成される傾向が高い。そのテープ状 2 次生成物の根源は、ねじ溝に沿って伸びた黒鉛が主体になって形成された構造

50

体である。黒鉛の添加による潤滑向上効果を打ち消すように、黒鉛によるテープ状の2次生成物が長く形成されてしまって、ねじ間隙のどこかで詰まってしまう時には、焼き付きが発生する懸念が高くなる。

黒鉛がバインダー樹脂に分散されているために、構造的にテープ状の2次生成物を作る傾向は否定できない。しかし、テープ状を、剥離片状、破片状、粉状的に変化させることで、焼き付きを回避する。

【0162】

黒鉛は、重ねたトランプカードを指で押さえて滑らせると、1枚1枚が横に滑っていくように、変形をする。しかし、黒鉛がバインダー樹脂中に存在するときには、バインダー樹脂が、膜に黒鉛含有量が多いほど、黒鉛と一体化して強固につながってしまってテープ状になる。これが焼き付きの主因になる。互いの黒鉛間隔が小さい方（黒鉛の存在密度が低い方）、更に、個々の黒鉛が大きい方が、テープ状の2次生成物の長さを長くする主因となる。よって、本開示の黒鉛濃度が、全固体潤滑剤重量に対し0.5%以上5%以下である必要がある。下限は、黒鉛の潤滑改善効果を活用するための必要値である。上限は、テープ状の2次生成物を剥片状、粉状にすることを誘導するために必要な値である。5%以下の場合には、実験的な結果に基づく規定であるが、個々の黒鉛が変形したとしても、互いに、つながって、長いテープ状にはなりにくいからと推定できる。5%を超えだすと、バインダー樹脂内の固体潤滑剤に由来するテープ状2次生成物と、バインダー樹脂内に取り込まれずに表面に付着する形態での黒鉛の量が多すぎることになるおそれがある。このため、黒鉛のみからのテープ状2次生成物ができて、結果として、強固なテープ状2次生成物ができるおそれがある。そして、締付締戻し時に、ねじ間隙に詰まってしまう、焼き付きが起こることが避けられなくなる。

【0163】

さらに、好ましくは、黒鉛のサイズは5 μ m以下が好ましい。テープ状の2次生成物は、締付け締戻し時に、個々に伸ばされた黒鉛が互いにつながった場合と、個々の黒鉛のサイズが5 μ mを超えて大きい場合には、次の傾向がある。すなわち、大きい黒鉛単体が伸びた形態が、長いテープ構造状につながる傾向が高い。5 μ m以下とすることで、それを抑止するためである。併せて、当該の固体潤滑被膜を考えた場合に、薄い部分では5 μ m程度になる場合は否定できない。このため、その局所的な部分において、黒鉛のサイズが膜厚を超えて大きいと、締付け締戻し時に、固体潤滑被膜自体が、バインダー樹脂と固体潤滑剤の界面を起点にして、破壊されやすくなる。そして、5 μ m以下とすることで、これを避ける意味もある。

また、金属石鹸のサイズ規定として5 μ m以下が好ましい理由も、黒鉛と同じように、固体潤滑被膜自体の破壊されやすくなることを避ける意味合いがある。

同時に、金属石鹸、黒鉛共に、微細な構造体であることで、溶剤との接触面積が増えることで乾燥ポイントが増えるの。このため、5 μ m以下であることによって、早期乾燥を図ることに貢献している。

【0164】

本開示では、金属石鹸にせよ、黒鉛にせよ、それらが単独及び複合的に潤滑に寄与する部分と、膜上に載っているように分布する固体潤滑剤が存在する場合を含む。黒鉛が主体で形成されるテープ状の2次生成物の作り込みがないように、上記のような濃度分布と、好適なサイズになるように調整する。このようなことが実現するために、水系ポリマー（アクリル系）のバインダー樹脂と、固体潤滑剤と、水の重量との配合規定を、全構成成分の重量に対して、それぞれ下限値として、30%以上、10%以上、40%以上とした。また、それぞれの上限值として、40%以下、20%以下、50%以下にした。

【0165】

重要なのは、固体潤滑剤を、薬剤全重量に対し10%以上20%以下にした点である。そして、その固体潤滑剤の大部分が、黒鉛よりも金属石鹸であり、黒鉛が、全固体潤滑剤の重量（含：アルカリ石鹸）に対し0.5%以上5%以下相当の量に調整する。そして、下限を0.5%にしたのは、上記のように、テープ状の2次生成物を作らずに、高潤滑を

10

20

30

40

50

維持するためである。また、このレベルなら、溶剤の水に均質的に混ぜることもできる。上限の5%以下というのは、黒鉛が多くなりすぎることによる弊害を避ける点にある。これを超えると、どうしても黒鉛どうしの会合によってダマになってしまう懸念が高くなるか、水系の溶剤にうまく調合しきれないとか、テープ状2次生成物の発生が著しくなるからである。

【0166】

(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)

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については、下記(1)~(4)のモノマー単体で構成されるポリマーか、2個以上のモノマーならなる共重合体であることが好ましい。

【0167】

(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、及び、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と一体になったモノマー

(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のいずれか一方か両方のモノマーが、少なくとも(1)~(3)のうちの1つ以上のモノマーと一体になって構成されるモノマー

【0168】

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(揮発・蒸発してから)膜になるものを当然想定している。このため、狭い意味で、バインダー樹脂は合成ポリマーを指している。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、乾燥させた(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。なお、完全に乾燥しないものは、塗布したものが、炭素鋼の場合には、腐食を誘因する懸念がある。

【0169】

具体的に、本開示で、水溶性若しくは水分散性のポリマーに該当するものとして、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、上記(1)~(4)のモノマーが相当する。(1)~(4)から少なくとも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のいずれか、又は両方が、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。基本構造にアクリレート、メタクリレートを含むポリマー及び共重合体を、アクリレート、メタクリレートに属するモノマーとしてみなす。

【0170】

アクリレート(アクリル)樹脂を選定したのは、汎用的に手に入りやすい薬剤であるためと、水系ポリマーを作るのに容易であるためである。また、広く使われてきており、各国の化学薬剤ルールにも登録されている薬剤が多く、使い勝手がよいからである。アクリレートと、固体潤滑剤の適切な規定のもとに調合することによって、早期乾燥性を有した、潤滑補助若しくは軽度焼き付き部分を補修できるためのコーティング用薬剤が可能になる。

本開示の薬剤では、水がほとんどを占める溶剤の中にバインダー樹脂が溶けている。そして、これを塗布し、水を飛ばして、つまり蒸発・揮発させて膜化する。なお、環境に配慮するという基本方針がある。このため、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。

【0171】

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95%

10

20

30

40

50

以上含むポリマーか、その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95%以上という規定を満たすこととする。95%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ることを意味する。また、5%未満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%に近いのが実態になる。

【0172】

(金属石鹸、アルカリ石鹸の種類)

金属石鹸、および、アルカリ石鹸は、1種類若しくは2種類以上の高級脂肪酸と、金属元素(金属イオン)の組み合わせからなる。その各金属石鹸は、下記のA群から選択した脂肪酸とB群から選択した金属元素(金属イオン)からなる化合物であることが好ましい。各アルカリ石鹸は、A群から選択した脂肪酸とC群から選択した金属元素(金属イオン)からなる化合物であることが好ましい。

・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：Mg、Ca、Zn、Ba、Al

・C群：Na、K

【0173】

本開示の金属石鹸は、固体潤滑剤として活用する。本開示の金属石鹸は、油系の溶剤の粘度を高めるような、増粘剤として使うものではない。金属石鹸の粒径が5μm以下であれば、その金属石鹸を固体潤滑剤として使うことができる。

油井管ねじの潤滑で、潤滑状況がよくないものでは、潤滑部分が熱を発生することがあるので、形成した固体潤滑被膜の融点は高いものが好ましい。固体潤滑被膜の融点は、100以上の融点であることが好ましく、上記の好ましい事例は、この条件をクリアできている。

【0174】

一方で、アルカリ石鹸(脂肪酸のNa塩、K塩)は、含有させない場合を含んで、1%以下を上限に積極的に添加することが好ましい。水系ポリマーに対して、アルカリ石鹸が入ると、水の粘度を上げてしまい、乾燥時間が長くなってしまふ懸念がある。また、塗布しにくくなり、偏った塗布になる可能性がある。一方で、アルカリ金属は潤滑特性を改善させる。それ自体が固体潤滑剤として効くと共に、ピンねじとボックスねじの初期噛み合い位置が、実井戸では、図5のようになるのが避けられない。しかし、パワートングで締め始めた時に、石鹸の効果で、正規の噛み合い位置に滑り込むように誘導して、結果として潤滑特性を上げるのに貢献する。アルカリ石鹸は、日常生活で経験するように、少しの湿気があると、滑るような粘性を持つので、上記のことが実現しやすい。

【0175】

(引火点)

薬剤の引火点が60以上であることか、好ましくは引火点が150、引火点が測定することができず不燃扱いであることが好ましい。

井戸元でタッチアップ的補修を想定したときに、火気厳禁の環境で使う場合が想定される。まずは、塗布する環境温度として、-50~+50くらいを想定する。余裕を見て、-60~+60で使うことを想定しうる。また、現状の井戸底の温度でもっとも高い温度として、例外的に250、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。このため、上記のように、温度範囲を設定した。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。これは、低級アルコールの選択と、その調合割合によって調整することができる。

【0176】

(コーティング用薬剤の粘度と塗り方)

コーティング用薬剤の粘度が、 $1000 \text{ mPa} \cdot \text{sec}$ 以下であることが好ましい。

薬剤の粘度を低めに設定することは、早期乾燥を促進するための手段の1つである。また、コーティング用薬剤の粘度を下げて流動性を高めておいて、物理的に厚く塗れないようにして、薄膜化を図る。早期乾燥を図る手段として、粘度を $1000 \text{ mPa} \cdot \text{sec}$ 以下にすることが好ましい。刷毛塗り等の取り回しで薄くする工夫もできる。しかし、個人差が出るので、液粘度を低くして、流動性を高めて薄くする方法をとることが好ましい。また、粘度が低いために、タッチアップ的な部分補修部分への薬剤の入り込みが容易で、その部分を埋める補修にも有効になる。

【0177】

この規定によって、塗る際における不用意な厚膜を避けることができる。また、結果として早期乾燥に貢献できる。粘度の下限は、設定しないが、おおよそ $40 \text{ mPa} \cdot \text{sec}$ 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： $1 \text{ mPa} \cdot \text{sec}$ にはならない。ポリマー材料の影響で、粘度が上がる傾向にある。このため、そのレベルがおおよそ $40 \text{ mPa} \cdot \text{sec}$ ということになる。コーティング用薬剤の粘度を $1000 \text{ mPa} \cdot \text{sec}$ 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。その分、均質的に塗膜の厚みを薄くすることができる利点がある。粘度の調整には、水の量、水系ポリマーを構成するモノマーの選択、金属石鹼やアルカリ石鹼の濃度、溶剤を含めた調合割合を調整して実現を図る。

【0178】

一方で、コーティング用薬剤の粘度が $1000 \text{ mPa} \cdot \text{sec}$ 以下であるがために、粘度が小さく、流動しやすい。乾燥が遅いものほど、乾かなった部分のコーティング用薬剤は、液だれが起きて、油井管を横置きして塗ると、時計でいうところの、6時位置に液が溜まる傾向がある。その部分は、不用意に厚膜になる傾向がある。このため、12時位置は乾いて膜化していたとしても、溜ってしまう6時の部分だけは、上記の時間で乾かないことが起こる場合がある。よって、好ましくは、 0.1 g/mm^2 以下で塗布することが好ましい。さらに、その塗布量において、常温大気放置環境で30分以内であること、 1 m/秒 以上の送風をあてておこなう送風乾燥で3分以内であることが好ましい。これは、6時位置での未乾燥を避けるために、好適な範囲と言える。

【0179】

薬剤の塗り方は、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、コーティング用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、塗布対象が管状のものは、静置して塗るよりも、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る。かつ、膜化されなかったコーティング用薬剤の残量分が、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、6時位置に溜ることも避けることができる。

【0180】

(部分補修の方法、及び、既にある固体潤滑被膜の上に塗布して潤滑性を改善する方法)

コーティング用薬剤の条件は、上述の条件で規定された条件のものを採用する。

油井管のねじ継手のねじ山領域において軽度焼き付きが発生したときに、グラインダー、やすり、ペーパー等を使って焼き付き部分を養生する。養生後、その部分を薬剤で補修し、潤滑を再度確保する。このために、焼き付き箇所を含んでその周りだけか、若しくは、全面に塗布するようにして部分補修をすることができる。ねじ山領域において軽度焼き付き部分が補修された油井管ねじ継手は、再度、締付け締戻しが1回以上継続できるように改善することができる。

又は、別の油井管のねじ継手の潤滑向上を図るために、既にある固体潤滑被膜(一度も締付け締戻していない)の上に、本開示の薬剤を塗布してもよい。この場合、本開示のコーティング用薬剤を塗らない場合に比べて、1回以上、締付け締戻しできるように、潤滑特性を改善することができる。

10

20

30

40

50

【 0 1 8 1 】

(膜としての特性：膜厚)

上述してきたコーティング用薬剤を使って形成された固体潤滑被膜の膜厚が10 μm以上100 μm以下であり、形成された固体潤滑被膜の膜硬度が、鉛筆硬度でB以下の軟質であることが好ましい。

この膜厚は、薬剤が乾いて固体潤滑被膜になった段階での膜厚である。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。

10

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。

【 0 1 8 2 】

部分補修のときの本開示の薬剤により固体潤滑被膜を形成する場合と、一度も締付け締戻ししていない固体潤滑被膜に本開示の薬剤による固体潤滑被膜を形成して全面的な潤滑改善を図る場合とで、膜厚の意味が異なる。ここで、本開示で好ましい範囲として規定する膜厚：10 μm以上100 μm以下というのは、次の意味を指す。すなわち、前者の場合には、ダメージを受けて部分補修されている以外の、まだ健全な部分に塗布する膜厚の意味を指す。後者の場合には、既にある固体潤滑被膜から、更にどれくらい塗布されたかを示す膜厚を指す。タッチアップ的な削られた部分を埋める目的の塗料厚みは、この膜厚の議論から除外される。

20

【 0 1 8 3 】

本来ならば、10 μm～50 μm程度の均質な膜厚であれば、潤滑の実現は十分である。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たり、塗布量を低めに制御しても、膜化できない塗料が垂れながら移動する傾向がある。ただし、この膜厚は、ピンねじ、ボックスねじ共に、クレスト(ねじ山部)の厚みと定義する。非破壊で確認できる、つまりプローブを当てられるのは、その部位しかないので、膜厚測定ポイントとした。

30

【 0 1 8 4 】

下限を10 μm以上としたのは、固体潤滑剤の黒鉛や金属石鹸のサイズが5 μm以下で規定されていることも関係する。油井管ねじの締付け締戻しの際に、ねじ部に荷重やトルクが掛かったときに、10 μm未満の場合、本開示の固体潤滑被膜が破壊されてしまう懸念が高くなる。また、絶対的な膜厚不足で、潤滑改善に結びつかない場合があるからである。上限が100 μm以下と設定したのは、それを超えると、逆に、潤滑補助・改善に働くよりも、締付け締戻し時に削られて剥離片や粉状物質となったものが、ねじ間隙に詰まって、焼き付きを助長する懸念が高くなるからである。100 μmを超える場合には、潤滑時に削り取られ、その剥離片が、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。

40

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、コーティング用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。

【 0 1 8 5 】

(膜としての特性：鉛筆硬度)

形成した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、自らが僅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。膜の鉛筆硬度は、H以下の軟質であることが好ましい。Hを超えた高硬度のものでは、固体潤滑剤の黒鉛や金属石鹸を入れた際には、締付け締戻し時の衝撃で、脆く、根こそぎ取れてしま

50

う場合がある。そして、それらが、ねじ間隙に詰まると、焼き付く懸念が高くなってしまふ。軟質である方が好ましく、2 B以下の鉛筆硬度がよく、更に好ましくは、4 B以下の鉛筆硬度がよい。

【0186】

なお、膜硬度の測定は、鉛筆硬度による。その測定方法は、J I S K 5 6 0 0 - 5 - 4 (1 9 9 9) で規定して方法で測定するものとする。この規格は、「I S O / D I S 1 5 1 8 4、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、J I S 規格には書いてある。本開示の鉛筆硬度の試験方法は、J I S 規格での規定に基づき評価したものとする。

10

【0187】

(潤滑の評価方法)

本開示は、タッチアップ的な部分補修と、既にある固体潤滑被膜(一度も締付け締戻していない)の上に塗布して、潤滑特性を上げる目的で考案されたものである。

その特性を評価するにあたって、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。

【0188】

実際の井戸条件に近かしい条件の新たな評価方法として、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、且つ、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状態とする。そして、締付けときには重錘を印加し、且つ、締め戻しときには重錘を印加しない若しくは印加荷重を軽減するようにして、実際の井戸での締付けを模擬する。そして、この評価で、パラメータ上下限を、実際の条件に沿って決定するようにした。以下では、重錘の印加、荷重の印加有無(締めるときには荷重ON、緩めるときには荷重OFF~軽減)、初期セット位置、を含めた評価手法全体を、重錘トングでの評価と呼ぶ。

20

【0189】

この背景は、1 m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、評価を誤るおそれがある。すなわち、本開示の対象である「固体潤滑被膜の評価」においては、誤って優れたものとして評価してしまうおそれがある。このために、本開示が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。固体潤滑被膜は、締付け締戻し時に、不可避免的に固体潤滑被膜がダメージを受ける場合がある。このため、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。したがって、剥離片がねじ間隙に詰まって焼き付きを誘発する。しかし、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。なお、従来のコンパウンドを使う潤滑では、粘度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とで、大きな乖離がない。

30

40

以上のことから、固体潤滑被膜の潤滑評価では、実井戸模擬になるように工夫した新たな評価方法で評価する必要がある。

【0190】

なお、過去の数多くの特許文献(なお、文献番号は本開示には記載していない)では、固体潤滑被膜に基づく潤滑試験において、9 - 5 / 8 " や 1 3 - 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回まで行けるといった表記も散見される。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、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、短尺ピンを使い且つ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、その特性は可能である。しかし、実際の井戸の締付け締戻しにおいて、固体潤滑被膜を使った、大径の油井管で

50

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、実施例での評価方法では、図6及び図7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、図5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ものである。

【0191】

実際の井戸で起こっていることは、実長ピンが長い、つまり約40フィート（約12m強）の長さのために、初期セットする際には、「ピンを完全には真っ直ぐセット」することができない。すなわち、ピンが斜めに差し込まれるのがほとんどである。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直ぐセットを試みても、理想的に真っ直ぐにセットされることはありえない。ごく僅かに斜めに傾いてセットされてしまう。ピンねじをボックスねじに差し込んで、手締めで更に締め込んでセットできる位置は、ピンのねじ山がボックスねじに隠れるまで締め込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。途中でねじ山同士が部分的に当たってしまって、ピンのねじ山を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。図5がその例にあたる。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（図3（a）では約6.3回転までは）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、テーパ構造（図5）になっている。このため、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（図3（b））。図5に示すように、誇張して表現すると、丸で囲った部分が強くダメージを受ける。すなわち、亀裂、剥離等が微視的なレベルでは必ず起きている。ピンねじ1aがやや斜めにセットされてしまう。このため、ボックスねじ2のねじ山部2aとの関係で、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。ボックスねじのねじ山部2aの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、及び、ピンねじ1aの中央付近である。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2の入り口付近である。

【0192】

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、時々スパイク状のトルクが立つのがみられる。この挙動は、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免的に削れる。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ので、ねじ間隙に詰まってしまうと、焼き付きの主要因になる。

【0193】

ピンねじの初期セット位置が、理論的に真っすぐに噛み合うような、正規の噛み合い位置には、セットされえない。このため、それに起因するガタツキ、実長ピンの自重、これらが重畳することによって、一様ではなく偏った荷重が、ピンねじとボックスねじとの最初にコンタクトする部分に付加される。この大荷重・偏荷重の結果、固体潤滑被膜を不可避免的に剥離したり、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。これらの影響を、ラボで模擬する新たな方法で評価した。本開示の基本デザインの「少量の黒鉛が含有している金属石鹸からなる固体潤滑剤組成」においては、黒鉛が存在するがゆえに起こる、テープ状の2次生成物が、締付け締戻し時に、ねじ間隙に閉塞しやすくなる。これを模擬した上で、パラメータの上下限規定を明確にする必要がある。これをしないと、ラボでよく行う、1mくらいの短尺ピンを使った水平型のパワートング、縦型のパワートングで行う従来の試験では、上記の大荷重・偏荷重がかからないマイルドな条件の試験になる。結果、従来のラボ試験では、実井戸では不合格になるものでも、合格と見なされることが起こりうる。よって、パラメータの規定に意味をもたなくなる。

10

20

30

40

50

【 0 1 9 4 】

図 6 は、その試験方法の全体概念図、図 7 は、重錘に係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 1 a のねじ山とボックスねじ部 2 a 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、初期の仮締め付け位置を、ピンねじ部 1 a が、ボックスねじ 2 から、ねじ山総数の半分が露出させ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 1 つとなる。その状態から締め付けを開始する。その際に、ピン 1 の締め付けねじとは反対側の上端部に、重錘 3 を取り付けておく。重錘 3 の重量は、実長ピンを 1 本 ~ 3 本に相当する荷重として、ピンの外径・肉厚の実長ピンをもとに算出したものを載せる。9 - 5 / 8 " 5 3 . 5 # なら、1 本約 1 t o n (2 , 2 0 0 L b)、3 本連結相当なら約 3 トン (6 , 6 0 0 L b) 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め付けを想定している。

10

【 0 1 9 5 】

重錘 3 は、図 7 のように、重錘本体 3 A に溶接で差し込み棒 1 3 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 1 3 をピン 1 に差し込んで、重錘をピン 1 の上端に取り付ける。ピン 1 と差し込み棒 1 3 に、貫通穴 1 d、1 3 a を予め開けておく。その貫通穴 1 d、1 3 a に、重錘 3 とピン 1 を一体化するべく、貫き棒 1 2 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 (S w i v e l) 式の引っ掛け 1 1 を溶接でくっつけておいて、天井の吊り下げ装置 2 0 に、吊り鎖 2 1 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 ~ 2 0 r p m でトルクが立つまで締め付ける。初期の仮締め付け位置と、締め付け・締め戻しの高速回転が、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 ~ 2 r p m に落として、締め付け位置まで締め付けを実施する。

20

【 0 1 9 6 】

実際の井戸での締め付け締め戻し試験の模擬として、特に締め付けを緩める際には、重錘 3 の荷重を掛けても、あるいは、掛けなくても、いずれでもよい。締め戻しときには、重錘の荷重を掛けない方が好ましい。荷重を掛けたまま締め戻しを実施すると、締め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。つまり、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からである。荷重をゼロとしなくても、荷重を吊り上げることで印加荷重を小さくして試験すればよい。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、ガタツキが激しくて、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。このため、以下の評価では、締め付け時は全荷重を印加するようにして、締め戻しときには荷重を掛けないように、重錘を上吊りして、ゼロ荷重 ~ 荷重低減になるようにした。

30

【 0 1 9 7 】

締め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 ~ 2 r p m で緩め始めて、トルクが締め付けトルク値の 1 / 1 0 程度まできたら、5 ~ 2 0 r p m の高速回転で緩める。本例では、締め戻しが終わったら、ピンねじとボックスねじを締め戻して互いに切り離して、それぞれの表面をエアブローで固体潤滑被膜由来の破片等を飛ばして、表面をチェックし、再度締め付けを継続する方法で評価を行った。

40

潤滑評価に対しては、上に述べてきた重錘トングを使った方法で、以下の判定基準を使って、可否判断した。

【 0 1 9 8 】

タッチアップ的な部分補修の場合には、後で詳細を述べるが意図的な軽度焼き付きサンプルを作った。そして、グラインダーとペーパーで焼き付き箇所を削って養生したあとにコーティング用薬剤を塗った。そして、締め付け締め戻しが、1 回以上できたか否かで判定した。再度焼き付いたものは比較例 (N G) と判定し、1 回以上 ~ 2 回締め付け締め戻しが継続できたものを合格判定とした。3 回以上締め付け締め戻しが継続できたものは、一層優れた合格判定とした。

【 0 1 9 9 】

50

既にある固体潤滑被膜（一度も締付け締戻ししていない）の上に塗布して、潤滑特性を上げる目的の事例の判定基準は、コーティング用薬剤を使って全面的に塗布した膜を付けた場合が、付けていない事例に比べて、1回以上～2回締付け締戻しが継続できたものを合格判定とした。3回以上締付け締戻しが継続できたものは、一層優れた合格判定とした。コーティング用薬剤を付けていない事例と、同じ締付け締戻し回数か、むしろ回数が少なくなったものを、比較例（NG）として判定した。

締付け締戻し回数に加えて、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踏まえて判断するものとする。

【0200】

（人工的な焼き付き発生の模擬方法）

本開示は、タッチアップ的な部分補修の効果を説明するために、人工的な焼き付きを以下のように作った。

まず、ボックスねじに、人工焼き付き用に特別な固体潤滑被膜を形成させた。具体的には、ボックスねじの全周に対して、1/8周分を紙でマスキングして、固体潤滑被膜用の薬剤をスプレー塗布した。その後、仮乾燥の後に焼成して、特殊な固体潤滑被膜を付けたボックスねじを作った。なお、マスキングしても、境界域は、膜厚が有り/無しの絶壁状の構造は作れず、マスキングの境界には不可避的な固体潤滑被膜の膜厚が徐々に薄くなりながらも形成された膜になった。一方で、マスキングした中心（紙マスキングの両端から見た中央付近）は、下地膜（リン酸Mn化成処理膜か、電気めっき膜）を露出させた状態になっている。その状態で締付け締戻しをすると、下地のリン酸Mn層や、電気メッキのみからなるマスキング分が焼き付き、焼き付くサンプルを再現よく作ることができる。なお、そのサンプルを評価する際にも、上で示した重錘トング試験方法を用いた。

【実施例】

【0201】

次に、本開示に基づく実施例について説明する。

（実施例1：金属石鹼の調合の仕方）

本実施例1の検討群では、金属石鹼の混合方法について、液への混じり方で条件の選別を行った。

コーティング用薬剤の最終的な基本組成として、水系ポリマー、固体潤滑剤、水の重量比率を、40：20：40に調合した。ここに、重量比率相当で全薬剤重量100に対し1の割合でエタノールを混入させた。また、pH調整として僅かなアンモニア水を微添加した。

水系ポリマー（バインダー樹脂）として、酢酸ビニル100重量部に対しアクリル酸を10重量部として調合させてモノマーとして、酢酸ビニル、アクリル酸の共重合体を用いた。これは、結果として、アクリレートに属するポリマー100%の状態になった。

【0202】

固体潤滑剤は、金属石鹼と黒鉛からなり、それぞれの粒径が5μm以下であるものを使った。このとき、金属石鹼：黒鉛の重量比は96：4とした。これは、黒鉛の占める重量%では、4%を指す。これらの調合するにあたり、水に対して、水系ポリマーの「酢酸ビニル、メタクリル酸の共重合体」を作るためのそれぞれのモノマーを混ぜたものを用意して、金属石鹼と黒鉛を投入して分散させる。本実施例では、金属石鹼と黒鉛を、水主体の溶剤に溶けた水系ポリマーに一樣に溶解させる方法を、様々な検討した内容を示す。つまり、下記に示す方法で工業用エタノールと混合させる一連の検討における均質分散具合を調査した。なお、ここで言う、金属石鹼として、ステアリン酸Caを用いた。

【0203】

<条件1>

条件1は、金属石鹼および黒鉛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攪拌した事例である。工業用エタノールを一切使わない事例である。

10

20

30

40

50

条件 1 では、十分に混じり切らずに、表面に金属石鹼や黒鉛が浮いて互いに集合しているものがあつたため、うまく均質に混ぜることができなかった。条件 1 は、これらの固体潤滑剤が撥水性を有し、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。

【 0 2 0 4 】

< 条件 2 >

条件 2 は、金属石鹼と黒鉛を、上記の調合比にしたがって、基礎薬剤中に投入して攪拌して、V o l / V o l 比で、水：1 0 0 に対し工業用エタノール：2 . 5 を、水からなる溶剤へ投入したものである。これは、上述のコーティング溶剤の最終的な基本組成「水系ポリマー、固体潤滑剤、水」を1 0 0 重量部としたときに、1 重量部に相当する。この事例は、金属石鹼や黒鉛が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見られたため、金属石鹼や黒鉛が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、金属石鹼や黒鉛はうまく混ざりきらないことを示している。

10

【 0 2 0 5 】

< 条件 3 >

条件 3 は、水：1 0 0 に対して、工業用エタノール：2 . 5 の量とし、工業用エタノール中に金属石鹼と黒鉛を別容器で攪拌させてから、つまり均質に混じってから、基礎薬剤中に投入して攪拌した例である。条件 3 は、ほぼ均質に混じった例といえる。金属石鹼や黒鉛は、水に不溶と言われている。しかし、アルコール（工業用エタノール；エタノールが主成分）では、金属石鹼や黒鉛が、それぞれ、かつ、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ようであった。よって、一旦、金属石鹼を工業用エタノールに溶かしたあと、その状態を、基礎薬剤へ展開して攪拌することで、金属石鹼や黒鉛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。

20

【 0 2 0 6 】

< 条件 4 >

条件 4 は、水：1 0 0 に対し工業用エタノール：0 . 5 の量とし、工業用エタノール中に金属石鹼や黒鉛を別容器で十分攪拌させる。ただし、アルコール量が少なく金属石鹼や黒鉛が溶解はしているものの、少量は混じっていない感じに見える状態で、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：2 の量を基礎薬剤中に投入して攪拌した例である。

工業用アルコールでの事前溶解したものを、水溶剤に投入すると、ほぼ均質に調整できた事例である。さらに、工業用エタノール：2 だけ、更に、基礎薬剤へ投入することで、溶解が更に進んで、均質分散が実現できたように認識できた。

30

【 0 2 0 7 】

< 条件 5 >

条件 5 は、水：1 0 0 に対し工業用エタノール：2 の量とし、工業用エタノール中に金属石鹼と黒鉛を別容器で十分攪拌させてから、基礎薬剤中に投入した。そのあとに続けて、工業用エタノール：0 . 5 の量を基礎薬剤中に投入して攪拌した例である。この系では、金属石鹼であるステアリン酸 C a と、黒鉛は、工業用エタノール：2 に、既に均質に混じっている状態であった。したがって、その状態から、更に工業用エタノールを加えても、金属石鹼であるステアリン酸 C a は、特に変化なく、均質に混じった例といえる。

40

【 0 2 0 8 】

以上の条件 1 ~ 5 の例で分かるように、適切な低級アルコールの適切な量（十分に金属石鹼が混ぜることができる量）で、適分量以下の金属石鹼や黒鉛を均質に溶解したものを事前溶解したものを一旦用意した。それを、薬剤本体に入れて攪拌することで、金属石鹼を、水が主体な溶剤に混ぜることができると分かった。なお、低級アルコールの体積で、一様に混ぜることができない量の金属石鹼や黒鉛の場合には、水1 0 0 に対して、0 . 5 以上の低級エタノールに事前溶解しない限り、単に、黒鉛や金属石鹼をそのまま基礎薬剤に投入した。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くなることが明らかである。

【 0 2 0 9 】

50

更に、以下の実施例は、金属石鹼が一様に混ざったコーティング用薬剤であることを前提にしたものである。

(実施例 2 : 早期乾燥性と、塗布量と、固体潤滑剤の粒径、乾燥方法他の検討)

本実施例 2 の検討群は、油井管ねじの構造に塗って、乾燥具合で良悪を選別した事例である。

本実施例 2 では、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、金属石鹼や黒鉛のサイズについて検討した。すなわち、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。

水系ポリマー、固体潤滑剤、水の重量比率、その外数としての低級アルコール、アンモニア水の添加量は、水 100 に対する重量比で表現する。なお、アンモニア水 (約 28% - 30% の濃アンモニア水) は、水系ポリマーの指摘する pH 範囲になるように添加した。
【0210】

固体潤滑剤は、金属石鹼とアルカリ石鹼と黒鉛からなる。水系ポリマー (バインダー樹脂) として、アクリル酸を 100 重量部のとき、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。それぞれの調合比は、実施例 2 の検討内容に示されているように系統的に変化させて検討した。ポリビニルアルコールとは、例えば、ポパールで、酢酸ビニルモノマーを重合したポリ酢酸ビニルを鹼化したものである。

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 J F E B E A R^T M のピンねじで、短尺 700 - 1000 mm 長さで両端に加工した油井管ねじとした。

【0211】

薬剤の塗り方は、まず、一般のペンキ用ハケ (刷毛の日本規格 : 20 号 : 刷毛幅 50 mm) にコーティング用薬剤を浸した。その後、短尺ピンを、2 本のローラによって一回数で回した。この場合、2 本のローラは、5.5" 23 # ピンねじの、おおよそ、時計で言うところの 5 時及び 7 時の位置で接触する。なお、対象のピンねじを端面側から見たアナログ時計に見立て、断面中心位置を中央として、その垂直方向上側位置を 12 時位置、下側位置を 6 時位置と定め、水平方向における右側位置を 3 時位置、左側位置を 9 時位置と定める。その条件で、ハケを用いて、1 周 10 秒程度の速度で短尺ピンを回しながら塗った。1 塗りをベースで、つまり、刷毛を回転するパイプの 12 時の位置に設定しておく。そして、ピンねじの先端から、ねじ山の切り上がりまで一定速で刷毛で掃くよう 1 回だけ塗布した。塗った部分は、次の部分である。すなわち、ねじ全域、及びピンねじ先端の端面である。更に、内側に 10 mm 程度の部分である。この部分は、ハケが回り込むので不可避免的に塗れてしまう。更に、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 ~ 50 mm 程度の部分である。この部分は、ハケが回り込むので不可避免的に塗れてしまう。片端あたり、6 ~ 9 g 塗った。塗布量は、刷毛の重量変化で塗布量を推定した。ただし、6 時の位置から、コーティング用薬剤が垂れ落ちた分は考慮していない。

【0212】

ピンの両端を 1 セットとし、まず、片側を大気放置乾燥の例として、その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約 0.5 m / 秒の流速の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、油井管の回転を止めて、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。

乾燥を判断する位置は、油井管の上部側、時計で言うところの 8 時から 4 時位置の乾燥を判断した。なお、放置乾燥側でも同じ判断位置とした。

【0213】

大量に塗布した場合には、静置位置で 6 時位置に薬剤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、既に硬化していた。このため、塗料が果たす役割 (潤滑) の観点では問題ないと判断に基づき、この判断基準とした。静置乾燥は 30 分で乾燥とみなせない場合には、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た。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、厳しい条件ではある。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。これは、もっとも想定されうる厳しい条件での検討という意味合いがある。

【0214】

なお、ピンねじの横置きを前提とした塗り方を使ったのは、縦にセットするよりも、横置きの方が厳しい条件での評価になるからである。実際に、タッチアップ的な部分補修では、ボックスねじやピンねじが垂直にセットさせている。この状況で、前者が、井戸の掘削穴の上部にあり、後者はクレーンに懸架された状態である。低粘度のコーティング用薬剤を塗布する状況であれば、余分な塗料分が下へ流れ落ちていくため、塗料が溜まるようなことにはなりえない。しかし、横置きで塗った試験の方が、コーティング用薬剤が溜まりやすいので、乾燥については厳しくなりがちとなる。このため、横置き前提の塗布条件とした。

10

なお、この基礎薬剤の中に金属石鹼や黒鉛を混ぜる際には、実施例1の検討群で判明している方法「低級アルコール(エタノール:実施例1)」に金属石鹼を事前に混ぜてから混入方法を使った。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が、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。アルカリ石鹼については、薬剤の調合の最終段階で添加して攪拌させた。

【0215】

塗布重量は、刷毛の重量差から算出した。ただし、揮発成分が含有するため、飛んだ分だけは、膜構成物質にはなりえないので、厳密にいうと塗布重量とは言い難い。しかし、本開示では、刷毛の重量差を、塗布重量として見なして整理する。ただし、粘度が小さく、流動性が高いコーティング用薬剤なので、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、その量は無視した塗布量とした。また、液の粘度は、例外を除き、約600~900 mPa・secで大きくは変化がないものを用意して、他条件の影響を判断できるようにした。例外とは、溶剤の調合比を大きくした、つまり、水系溶剤で薄く混合したコーティング用薬剤の場合と、逆に、水を少なくするか、水系ポリマーを増量して、粘度を上げた事例を作った事例にあたる例である。

20

その結果及び条件の詳細を、表1、2に示す。

30

【0216】

40

50

【表 1】

* : 規定範囲を超えるもの
 ** : 好適範囲を超えるもの

No.	調合割合 (後から加えられる、低級アルコールやア ンモニウム水を除いた薬剤重量に対する重量%)			水溶性もしくは水分散性 のポリマーの種類と、各モ ノマーの調合割合	固体潤滑剤				
	水溶性もしくは水 分散性のポリマー	固体潤滑剤	水		金属石鹸		黒鉛		他潤滑剤
					サイズ	金属石鹸の薬品名	サイズ	調合割合 (固体潤 滑剤の全重量に対す る黒鉛重量%)	
2- 1	35	15	50	(無添加)*	-	(無添加)*	-	-	
2- 2	35	15	50	(無添加)*	-	(無添加)*	-	-	
2- 3	35	15	50	5um	ステアリン酸Ca	5um	0.5	-	
2- 4	35	15	50	5um	ステアリン酸Ca	(無添加)*	0.5	-	
2- 5	35	15	50	(無添加)*	-	5um	-	-	
2- 6	35	15	50	5um	ステアリン酸Ca	5um	0.5	-	
2- 7	30	20	50	(無添加)*	-	(無添加)*	-	-	
2- 8	30	20	50	5um	ステアリン酸Ca	5um	0.5	-	
2- 9	30	20	50	1um	ステアリン酸Ca	1um	0.5	-	
2- 10	30	20	50	5um	ステアリン酸Ca	5um	5	-	
2- 11	30	20	50	5um	ステアリン酸Ca	5um	6*	-	
2- 12	30	20	50	1um	ステアリン酸Zn	1um	0.5	-	
2- 13	30	20	50	1um	ステアリン酸Mg	1um	0.5	-	
2- 14	30	20	50	5um	1,2-ヒドロキシステアリン酸Ca	1um	0.5	-	
2- 15	30	20	50	5um	モンタン酸Ca	1um	0.5	-	
2- 16	30	20	50	5um	ベヘン酸Ca	1um	1.0	-	
2- 17	30	20	50	3um	オレイン酸Ba	1um	1.0	-	
2- 18	30	20	50	3um	ラウリン酸Ba	1um	1.0	-	

【 0 2 1 7 】

10

20

30

40

50

【表 2】

* : 規定範囲を超えるもの
** : 好適範囲を超えるもの

No.	水以外の溶剤添加 (水100に対する重量比)			粘性 (mPa・sec)	鉛筆 硬度	塗布量 (g)	塗布量 (mg/ mm ²)	引火点 (℃)	乾燥時間	備考																		
	アルコール		アンモニア水																									
	アルコールの薬品 名	アルコールの種 別と、水に対 する割合	調合比 水に対する、 アンモニア水																									
2- 1	-*	(無添加)*	0.1~0.2	700~850mPa・sec	2B	7~11g	0.05~ 0.08mg/ mm ²	不燃	送風乾燥側： 15分** 放置乾燥側： 30分で乾燥完了せず。さらに5~7時に未乾燥が溜まっていた**	参照例 (※基準)																		
2- 2	工業エタノール	0.5									0.2~0.3	350~550mPa・sec	4B	5~8g	0.04~ 0.06mg/ mm ²	不燃	送風乾燥側： 7分** 放置乾燥側： 22分**	比較例										
2- 3	-*	(無添加)*																	4B	送風乾燥側： 12分** 放置乾燥側： 27分**	比較例							
2- 4	工業エタノール	0.5																				送風乾燥側： 3分50秒** 放置乾燥側： 13分	比較例					
2- 5	工業エタノール	0.5																						送風乾燥側： 58秒 放置乾燥側： 4.5分	比較例			
2- 6	工業エタノール	0.5																								送風乾燥側： 50秒 放置乾燥側： 4.5分	本発明例	
2- 7	-*	(無添加)*																										0.2~0.3
2- 8	工業エタノール	0.5	送風乾燥側： 65秒 放置乾燥側： 5.5分	本発明例																								
2- 9	工業エタノール	0.5			送風乾燥側： 53秒 放置乾燥側： 4分15秒	本発明例																						
2- 10	工業エタノール	10					60℃ 送風乾燥側： 40秒 放置乾燥側： 3分10秒	本発明例																				
2- 11	工業エタノール	50*							38℃** 送風乾燥側： 25秒 放置乾燥側： 1分20秒	比較例 (火気厳禁でないなら利用可)																		
2- 12	工業エタノール	1									不燃 送風乾燥側： 70秒 放置乾燥側： 5分50秒	本発明例																
2- 13	工業エタノール	1											不燃 送風乾燥側： 70秒 放置乾燥側： 5分45秒	本発明例														
2- 14	メタノール	0.5													不燃 送風乾燥側： 75秒 放置乾燥側： 6分	本発明例												
2- 15	イソプロピルアルコール	0.5															不燃 送風乾燥側： 80秒 放置乾燥側： 6分15秒	本発明例										
2- 16	イソプロピルアルコール	2																	不燃 送風乾燥側： 80秒 放置乾燥側： 6分15秒	本発明例								
2- 17	イソプロピルアルコール	2																			不燃 送風乾燥側： 70秒 放置乾燥側： 5分45秒	本発明例						
2- 18	ノルマルプロピルアルコール	2	不燃 送風乾燥側： 53秒 放置乾燥側： 3分50秒	本発明例																								

10

20

30

【 0 2 1 8 】

No. 2 - 1 ~ 2 - 6 の検討事例は、アクリル酸とポリビニルアルコール (ポバール ; 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) の共重合体で、アクリル酸が100重量部のときに、ポリビニルアルコールが6重量部からなる水系ポリマーの早期乾燥性を検討して事例である。コーティング用薬剤の粘度は、700~850mPa・secの低粘度の薬剤を使った事例である。水系ポリマー、固体潤滑剤 (金属石鹼と黒鉛)、水の調合比が、35 : 15 : 50で共通で、かつpH調整のために、アンモニアは微量だけ共通で入れてある。また、金属石鹼、黒鉛のサイズと、アルコールの種類、その調合量比を系統的に変えて検討した事例である。なお、これらの形成された膜は、鉛筆硬度で2Bであり、これらの引火点は全事例で、不燃という扱いであった。アルカリ石鹼は、これらの調合が終わったあとで、固体潤滑剤の合計重量 : 15に対して、0.1の重量比で添加したものである。アルカリ石鹼は、水に可溶であり、粘性を増す傾向があり、乾燥しにくくなる影響を与えるので、早期乾燥に関する検討を苛酷条件側で確認するために、

40

50

本検討で添加されている。ただし、以下の説明、かつ、表 2、3 では、特にその効果・影響は特に触れず、共通な影響因子として存在するものとする。

【0219】

No. 2 - 1 は、金属石鹸、黒鉛、アルコールが全て入っていない比較例である。早期乾燥を評価するにあたっての基準になる。これに対して早期乾燥できたか、早期乾燥以外のパラメータ規定を満足しているかを判断した。

No. 2 - 2 は、金属石鹸なし、黒鉛なし、溶剤に工業アルコール添加されている事例である。すなわち、金属石鹸や黒鉛が添加されていない事例である。潤滑特性のための、黒鉛や金属石鹸が入っていないので、比較例の扱いである。No. 2 - 2 は、アルコールの揮発を使っているため、乾燥時間が早くなっているが、送風乾燥の目標値 5 分を切れない例であり、比較例である。

10

No. 2 - 3 は、金属石鹸あり、黒鉛あり、アルコール無しの比較例である。金属石鹸や黒鉛は、表面積を増やすことで乾燥を促進させるためのものではある。しかし、アルコールを使わないので、金属石鹸が会合してしやすくダマになる。併せて黒鉛の溶解も若干ダマになる傾向があった。潤滑挙動を脇においたとしても、乾燥時間の基準条件（送風 5 分以下、静置乾燥 30 分以下）を同時に満たせないため、比較例にあたる。

【0220】

No. 2 - 4 は、金属石鹸あり、黒鉛なし、アルコールありの事例である。No. 2 - 5 は、金属石鹸なし、黒鉛あり、アルコールありの事例である。乾燥時間の判定基準をクリアはしているが、潤滑の観点では、固体潤滑剤の調合割合が規定範囲にないので、比較例にあたる。No. 2 - 5 の黒鉛のみの条件も、乾燥時間の判定基準をクリアはしている。若干乾燥時間が早い傾向はあった。理由は明確ではないが、黒鉛の微細構造で、微小な孔状的なものを有することが効いている可能性もある。しかしながら、固体潤滑剤の調合割合が本開示の規定範囲になく、黒鉛だけは潤滑特性が覚束ないので、比較例（参照例）の扱いである。

20

No. 2 - 6 は、金属石鹸あり、黒鉛あり、アルコールありの本発明例である。本開示の規定範囲に、固体潤滑剤、アルコール、アンモニア等の組み合わせを設計することで、早期乾燥を実現できることを示している。

【0221】

また、No. 2 - 7 ~ 2 - 18 の事例は、水系ポリマーが、メタクリル酸・スチレン共重合体からなる事例である。また、メタクリル酸が 100 重量部のときに、スチレンが 9 重量部の混合比の共重合体である。共重合体であるため、このバインダー樹脂成分は、100%メタクリレート扱いの例である。また、当事例は、石鹸の種類、アルコールの種類・濃度等を検討した事例である。コーティング用薬剤の粘度は、350 ~ 550 mPa・sec レベルで、低粘度の薬剤を使った事例である。No. 2 - 7 ~ 2 - 18 の事例は、水系ポリマー、固体潤滑剤（金属石鹸と黒鉛）、水の調合比が、30 : 20 : 50 で共通である。かつ pH 調整のために、アンモニアは微量に共通に入れてある。そして、金属石鹸、黒鉛のサイズと、アルコールの種類、その調合量比を系統的に変えて検討した事例である。なお、これらの形成された膜は、鉛筆硬度で 4B であった。アルコールの添加量によって、引火点は連動して変化している。

30

40

【0222】

No. 2 - 7 が、金属石鹸、黒鉛、アルコールが全て入っていない基準になる。

これに対して早期乾燥できたか、早期乾燥以外のパラメータ規定を満足しているかが判断基準となる。No. 2 - 8 ~ 2 - 9 は、金属石鹸である、ステアリン酸 Ca のサイズを変えた検討事例である。No. 2 - 8 ~ 2 - 9 は、共に早期乾燥の基準値を満たす本発明例である。No. 2 - 8 よりも No. 2 - 9 の方が乾燥が速いのは、金属石鹸と黒鉛の粒径が 1 μm であり、No. 2 - 8 の 5 μm の粒径よりも細粒化して、表面積が増えたため、早期乾燥が促進されたためと推定される。

【0223】

No. 2 - 10 ~ 11 は、金属石鹸の量を増やすと共に、工業用エタノールの添加量を

50

増やした事例である。No. 2 - 10 は、発明例にあたり、金属石鹼の添加量上限にあたるものを、多めの工業用エタノールで溶かしこんだ事例である。No. 2 - 10 は、乾燥時間が速く、乾燥に関する基準を満たす。ただし、エタノールの増量によって、引火点が60 程度まで下がってくるが、好適な引火点下限にとどまっており、本発明例にあたる。No. 2 - 11 は、乾燥時間こそ満足するが、引火点の好適下限基準を切って、低温域に引火点を持つ事例である。火気厳禁環境でない限り使うことは問題ないが、井戸元の火気厳禁環境では使いにくいものになっていて、比較例に位置付けた。

No. 2 - 12 ~ 2 - 18 の事例は、さまざまなアルコール種と、金属石鹼の検討を行ったものである。No. 2 - 12 ~ 2 - 18 の事例は、いずれも、早期乾燥の目標をクリアしており、本開示の規定の範囲であれば、早期乾燥性を満足することを示している。

10

【0224】

(実施例3：潤滑性(タッチアップ的部分補修特性)に対する各条件の影響)

実施例3の検討群では、実際の固体潤滑被膜で潤滑を持たせた油井管ねじを意図的に、人工的に焼き付きを起こした。そして、実施例3は、グラインダーや紙やすりで、焼き付き箇所を削り取るように養生した。その後、その部分を含めて、本開示で検討しているコーティング用薬剤の候補を塗って潤滑を検討した事例である。

その条件を表3、表4に示す。

【0225】

【表3】

No.	ボックスねじ側 固体潤滑被膜	
	下地膜	Dry膜
3- B1	リン酸Mn (炭素鋼) Cu-Sn2元系の電気めっき (ステンレス、高合金系)	バインダー樹脂： ポリイミド樹脂 固体潤滑剤： PTFE
3- B2	リン酸Mn (炭素鋼) Cu-Sn2元系の電気めっき (ステンレス、高合金系)	バインダー樹脂： ポリアミドイミド樹脂 固体潤滑剤： MoS2
3- B3	リン酸Mn (炭素鋼) Cu-Sn2元系の電気めっき (ステンレス、高合金系)	バインダー樹脂： ポリアミドイミド樹脂 固体潤滑剤： PTFE

20

【0226】

【表4】

No.	ピンねじ側 固体潤滑被膜
	Dry膜
3- P1	バインダー樹脂： PFAS(C4)含有のアクリル樹脂 固体潤滑剤： PTFE
3- P2	バインダー樹脂： PFAS(C4)含有のアクリル樹脂 固体潤滑剤： MoS2
3- P3	バインダー樹脂： PFAS(C4)含有のアクリル樹脂 固体潤滑剤： 金属石鹼 (増粘剤ではなく、純粋に固体潤滑剤)

30

40

【0227】

表3、表4に示した固体潤滑被膜のボックスねじ側、ピンねじ側の候補の組み合わせで、油井管ねじに潤滑被膜を作ったものを用意する。ただし、ボックスねじへ固体潤滑被膜を形成させるときには、周方向で内角30度×1か所で、かつ、シール部分を除いて、完全ねじ部～ねじ全長にかけて紙を張り付けてマスキングを行った。そして、その部分に、固体潤滑被膜を形成させないようにした。これによって、下地の化成処理膜が電気めっき膜を露出する部分を意図的に作った。つまり、時計でいうところの、0時～1時に紙やテ

50

ープを付けて、固体潤滑被膜が形成されないようにした。マスキングの境界域は、固体潤滑被膜を形成するときに回り込み分があるので、境界では、ボックスねじ向けの薬剤の回り込みによって、固体潤滑被膜が有り無しが明確な感じになってはいない。

【0228】

その状態で、重錘トングを使って1回締付け締戻しを行った。すると、マスキングしたドライ膜のない箇所を中心に、ほぼ同じような焼き付きが実現した。これを手直しすることで、本開示の発明範囲を説明する。なお、重錘トングの試験方法は、上述の方法にしたがう。また、焼き付き箇所のタッチアップ(手直し)は、ボックスねじは、パワートングにセットされた状態で行う。つまり、パワートング下部掴み込み部分(図6の4の下部掴み部)にセットされた状態で、その場所をグラインダーや、やすりや、研磨紙で養生したあとに、刷毛塗りで当該薬剤を塗布する。ピンねじは、同じく、例えば、図7にあるように、ボックスねじ上部に吊り上げて、その状態から行う。又は、ボックスねじの直上から、やや、軸心をずらした位置にまで、クレーンで吊った状態で動かして、その位置で実施する。

10

締付け締戻し回数が1回以上増えたものについて、タッチアップ(リペア)できた発明例として扱う。次の締付け締戻し試験をした時に、再度焼き付いたものは、比較例に位置付けるよう判断した。手直し後に3回以上の締付け締戻し回数が増えたものは一層優れると判断できる。表5、表6が本実施例の条件や結果である。

【0229】

20

30

40

50

【表 5】

No.	脚種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	ボクスねじ部の固体潤滑被膜	ピンねじ部の固体潤滑被膜	重錘トンガでの試験有無 ✓: 有 -: ない (括弧は重量と、実長PINに相当の本数)	人工的分岐き付き ✓: 有 -: ない	配合割合 (後から加えられる、低級アクリルやアブロンモニア水を除いた薬剤重量に対する重量%)		水溶性もしくは水分散性のポリマーの割合	
									水溶性もしくは水分散性のポリマー	水		
3- 1	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B2	3-P2	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420:100:75)
3- 2	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B2	3-P2	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420:100:75)
3- 3	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B2	3-P2	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420:100:75)
3- 4	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B2	3-P2	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	20*	30*	50	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420:100:75)
3- 5	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B2	3-P2	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	55*	5*	40	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420:100:75)
3- 6	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B1	3-P1	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	40	10	50	ポリビニルアルコール: アクリル酸 (6:100)
3- 7	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B1	3-P1	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	40	10	50	ポリビニルアルコール: アクリル酸 (6:100)
3- 8	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B1	3-P1	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	30	30*	40	ポリビニルアルコール: アクリル酸 (6:100)
3- 9	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B1	3-P1	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	50*	10	40	ポリビニルアルコール: アクリル酸 (6:100)
3- 10	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELLION	3-B1	3-P1	✓ (1ton: 実長PINが1本相当)	✓	35	10	55*	ポリビニルアルコール: アクリル酸 (6:100)
3- 11	UHP-15CR-125	9-5/8"	47.0#	JFELLION	3-B3	3-P3	✓ (2.5ton: 実長PINが3本に相当)	✓	40	20	40	エチレン・メタクリル酸共重合樹脂 (30:100) ※ただし、エチレンオキサライドプロピレンオキサラ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
3- 12	UHP-15CR-125	9-5/8"	47.0#	JFELLION	3-B3	3-P3	✓ (2.5ton: 実長PINが3本に相当)	✓	40	20	40	エチレン・メタクリル酸共重合樹脂 (30:100) ※ただし、エチレンオキサライドプロピレンオキサラ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
3- 13	UHP-15CR-125	9-5/8"	47.0#	JFELLION	3-B3	3-P3	✓ (2.5ton: 実長PINが3本に相当)	✓	40	20	40	エチレン・メタクリル酸共重合樹脂 (30:100) ※ただし、エチレンオキサライドプロピレンオキサラ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
3- 14	UHP-15CR-125	9-5/8"	47.0#	JFELLION	3-B3	3-P3	✓ (2.5ton: 実長PINが3本に相当)	✓	40	20	40	エチレン・メタクリル酸共重合樹脂 (30:100) ※ただし、エチレンオキサライドプロピレンオキサラ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
3- 15	UHP-15CR-125	9-5/8"	47.0#	JFELLION	3-B3	3-P3	✓ (2.5ton: 実長PINが3本に相当)	✓	55*	5*	40	エチレン・メタクリル酸共重合樹脂 (30:100) ※ただし、エチレンオキサライドプロピレンオキサラ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

* : 規定範囲を超えるもの
** : 好適範囲を超えるもの

【 0 2 3 0 】

10

20

30

40

50

【表 6】

* : 規定範囲を超えるもの
** : 好適範囲を超えるもの

No.	固体潤滑剤				水以外の溶剤添加 (x1.100に対する重量比)				粘性 (mPa·sec)	鉛筆 硬度	塗布量 (g)	塗布量 (mg/mm ²)	引火点 (°C)	乾燥時間	M/B回数 (括弧は、手直し後のM/B回数) or (塗布後のM/B回数の増加)	備考
	金属石鹸		黒鉛		アルコール		アンモニア水									
	サイズ	金属石鹸の薬品名	サイズ	調整割合(固体潤滑剤の全重量に対する黒鉛重量%)	アルコールの薬品名	アルコールの種類と、水に対する割合	アンモニア水	調整割合								
3-1	1um	ステアリン酸Ca	1um	0.5	工業エタノール	2	0.8	1000mPa·sec	2B	13-15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風55秒	(+3回以上)	本発明例	
3-2	1um	ステアリン酸Ca	5um	0.5	工業エタノール	2	0.8	1000mPa·sec	2B	13-15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風50秒	(+3回以上)	本発明例	
3-3	1um	ステアリン酸Ca	10um**	0.5	工業エタノール	2	0.8	1000mPa·sec	2B	13-15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風63秒	(+1回)	本発明例	
3-4	1um	ステアリン酸Ca	1um	0.5	工業エタノール	5	0.8	800mPa·sec	B	13-15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風90秒	(ゼロ回)	比較例	
3-5	1um	ステアリン酸Ca	1um	0.5	工業エタノール	0.3*	0.8	1800mPa·sec**	2B	13-15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風3分	(ゼロ回)	比較例	
3-6	1um	ステアリン酸Zn	1um	1.0	なし	1	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風50秒	(+3回以上)	本発明例	
3-7	1um	ステアリン酸Zn	10um**	5.0	なし	10	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風35秒	(+2回)	本発明例	
3-8	1um	ステアリン酸Zn	1um	1.0	なし	1	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風60秒	(ゼロ回)	比較例	
3-9	1um	ステアリン酸Zn	0.8um	0.5	なし	2	1.1	850mPa·sec	2B	10g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風50秒	(ゼロ回)	比較例	
3-10	1um	ステアリン酸Zn	0.8um	0.5	なし	2	0.7	600mPa·sec	2B	10g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風1分50秒	(ゼロ回)	比較例	
3-11	5um	12-ヒドロキシステアリン酸Ca	1um	2.0	ステアリン酸Na:0.5%	1.5	1.0	600mPa·sec	4B	15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風50秒	(+3回以上)	本発明例	
3-12	5um	12-ヒドロキシステアリン酸Ca	1um	5	ステアリン酸Na:0.5%	8	1.0	600mPa·sec	4B	15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風50秒	(+3回以上)	本発明例	
3-13	5um	12-ヒドロキシステアリン酸Ca	1um	7*	なし	15*	1.0	600mPa·sec	4B	15g相当	定義できない(養生箇所あり)	65°C	送風50秒	(ゼロ回)	比較例	
3-14	5um	無添加*	1um	100*	なし	1.0	1.0	600mPa·sec	4B	15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風50秒	(ゼロ回)	比較例	
3-15	1um	12-ヒドロキシステアリン酸Ca	無添加*	- *	なし	8.0	1.0	600mPa·sec	4B	15g相当	定義できない(養生箇所あり)	不燃	送風50秒	(ゼロ回)	比較例	

【0231】

No. 3-1~3-5は、油井管として、炭素鋼Q125材料、9-5/8"53.5#サイズの油井管で、JFELION™ねじを用いた。そして、No. 3-1~3-5は、ボックスねじの固体潤滑被膜、ピンねじの固体潤滑被膜が順に、表3、表4の3-B2、3-P2に相当するものとした。そして、人工的に焼き付きを引き起こしたものを用意した。なお、評価は重錘 Tongue で、1トンの荷重を重錘によって掛けて締付けを実施した。すなわち、実長ピンの1本分の重量に相当する荷重を印加していることになる。

【0232】

程度の違いは多少あるものの、1回の締付締戻しで、マスキングしたボックスねじと、

10

20

30

40

50

それに対するピンねじには、それぞれ、固体潤滑被膜の焼き付きが発生した。前者は、マスキング箇所（固体潤滑被膜がない箇所）に、焼き付きが起こり、ピンねじには、焼き付きが起こった時に、擦れた部分に焼き付きが起こった。

焼き付き後に、その場所をグラインダーや、やすりや、研磨紙で養生したあと、コーティング用薬剤を塗布した。パインダー樹脂を、酢酸ビニル - ブチルアクリレート、ポリビニールの共重合体として、金属石鹸、黒鉛、アルコール、アンモニア等を調合したものを塗布して、再度、締付け締戻しを再開した。

【 0 2 3 3 】

No. 3 - 1 ~ 3 - 2 は、本開示の規定するところの範囲の薬剤で、タッチアップ的な部分補修ができて、締付け締戻しが更に3回以上可能になった事例で、本発明例にあたる。また、金属石鹸 + 黒鉛ベースの薬剤は、テープ状の2次生成物を作ることなく、養生部を膜で埋めると共に、高潤滑の復活へ貢献していた。

10

No. 3 - 3 は、黒鉛のサイズが好適な規定を超えて大きい例である、1回分は、さらに締付け締戻しができるよう改善できている。しかし、改善効果は大きくはない。No. 3 - 4 は、固体潤滑剤が多すぎた、つまり、黒鉛が多めに配合された比較例である。

No. 3 - 5 は、逆に、固体潤滑剤が少なすぎた事例である。これらは共に、タッチアップ的な部分補修後に、締付け締戻しを改善することなく、ただちに焼き付いた比較例である。No. 3 - 4 は、固体潤滑剤が多すぎ、つまり、黒鉛が多すぎて、黒テープ状の2次生成物が、ねじ間隙に詰まってしまって焼き付いた。No. 3 - 5 は、逆に、固体潤滑被膜の潤滑剤成分が少ないため、潤滑不足に陥って焼き付いたと考えられる。

20

【 0 2 3 4 】

No. 3 - 6 ~ 3 - 10 の事例は、同じく、炭素鋼 Q125 材料、9 - 5 / 8 " 53 . 5 # サイズの油井管で、J F E L I O NTMねじを用いた。No. 3 - 6 ~ 3 - 10 の事例は、ボックスねじの固体潤滑被膜、ピンねじの固体潤滑被膜が異なり、順に、表3の3 - B1、3 - P1に相当するもので、同じように、人工的に焼き付きを引き起こしたものを用意した。なお、評価は重錘トングで、1トンの荷重を重錘で掛けて締付け締戻しを実施した。これは、実長ピンの1本分の重量に相当する荷重を印加していることになる。異なる点は、コーティング用薬剤であり、膜は、ポリビニールとアクリル酸の共重合被膜である。

【 0 2 3 5 】

No. 3 - 6 ~ 3 - 7 は、本開示の規定するところの範囲の薬剤の場合である。両者ともタッチアップ的な部分補修ができていた。前者が、締付け締戻しが更に3回以上可能になった事例である。後者が2回だけ改善したものである。両者は共に本発明例にあたる。黒鉛はテープ状の2次生成物を作ることなく、養生部を埋めると共に、高潤滑の復活へ貢献していた。No. 3 - 6 と 3 - 7 の違いは、黒鉛の大きさの違いによるものであろうと推定される。後者の方が改善効果が少ないのは、黒鉛が大きいことによる、ねじ間隙の閉塞影響の悪化にもとづくものと推定される。

30

一方で、No. 3 - 8 は、固体潤滑剤の割合が多い事例である。No. 3 - 9 は、水系ポリマーの割合が多い事例である。No. 3 - 10 は、水が多い事例である。No. 3 - 8 ~ 3 - 10 は、固体潤滑被膜の安定度がよくなくて、必要な潤滑を確保できずに、補修後にも、焼き付いてしまった比較例である。

40

【 0 2 3 6 】

No. 3 - 11 ~ 3 - 15 の事例は、材料がステンレス鋼：J F E 製の U H PTM - 1 5 C R - 1 2 5 で、9 - 5 / 8 " 4 7 . 0 # サイズの油井管で、J F E L I O NTMねじを対象とした。No. 3 - 11 ~ 3 - 15 の事例は、ボックスねじの固体潤滑被膜、ピンねじの固体潤滑被膜が異なり、順に、表3の3 - B3、3 - P3に相当するものである。そして、同じように、人工的に焼き付きを引き起こしたものを用意した。なお、評価は重錘トングで、重錘で2.5トンの荷重を掛けて締付けを実施した。これは、実長ピンの3本分連結分の重量に相当する荷重を印加していることになる。水系ポリマーは、エチレン・メタクリル酸共重合樹脂（30 : 100）である。ただし、ここで言う、エチレンとは、エ

50

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ものとする。

【0237】

No. 3-11~3-12は、本開示の規定するところの範囲の薬剤を用いた場合である。No. 3-11~3-12は、タッチアップ的な部分補修ができて、締付け締戻しが更に3回以上可能になった事例で、本発明例にあたる。黒鉛はテープ状の2次生成物を作ることなく、養生部を埋めると共に、高潤滑の復活へ貢献していた。

一方で、No. 3-13は、黒鉛が多すぎた事例である。水系組成のペイントに事前にアルコールに混ぜてから投入してもダマになる傾向があって、その影響も懸念される比較例である。No. 3-14は、金属石鹼を入れない事例であり、比較例にあたる。No. 3-14は、補修後には潤滑は復活しなかった。つまり、黒鉛だけの潤滑剤だけは達成しえない潤滑があり、これらの協働で潤滑が達成していることを示唆する結果になった。No. 3-15は、逆に、黒鉛がない系で、金属石鹼だけの系の事例であるが、比較例にあたる。No. 3-15から、水系の溶剤には、アルコールでの事前溶解をもってしても、金属石鹼は混ざりきらず、ダマになることを含めて、潤滑が足りなかったと推定される。

【0238】

(実施例4：潤滑性(全体の潤滑向上の特性)から見た各条件の影響)

実施例4のNo. 4-1~4-5の事例は、前の実施例3で使った固体潤滑被膜に対して、2つの並行的な比較試験を行ったものである。1つは、単に、締付け締戻し試験を行って、その締付け締戻し回数を調査することである。その上で、締付け前に、本開示の薬剤を表面に様に塗って、締付け締戻し回数を調査するべく、重錘トング試験を行い、その回数の変化で改善の有無を知る方法である。今回は、焼き付きを意図的に作らず、様な膜を形成させた。

その結果を表7~表10に示す。

【0239】

10

20

30

40

50

【表 7】

No.	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	ボックスねじ側の固体潤滑被膜	ピンねじ側の固体潤滑被膜	重錘ハングでの試験有無 ✓：有 (括弧は重量、実長PIN相当本数) -：しない	人工的な焼き付き ✓：有 -：しない	M/B回数	右記の条件のコーティング剤を塗布する回数 潤滑補助膜をつけた場合のM/B回数	薬剤を塗布するネジ面	調合割合 (後から加えられる、低級アルコールやアンモニア水を除いた薬剤重量に対する重量%)			水溶性もしくは水分散性のポリマーの種類と、各モノマーの調合割合
												水溶性もしくは水分散性のポリマー	固体潤滑剤	水	
4-1-B	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B2	3-P2	✓ (1ton : 実長PINが1本相当)	-	7回 8回 10回	≥10回 ≥10回 ≥10回	ボックスねじ	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420 : 100 : 75)
4-1-P	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B2	3-P2	✓ (1ton : 実長PINが1本相当)	-	7回 8回 10回	≥10回 ≥10回 ≥10回	ピンねじ	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420 : 100 : 75)
4-1-BP	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B2	3-P2	✓ (1ton : 実長PINが1本相当)	-	7回 8回 10回	≥10回 ≥10回 ≥10回	ボックスねじ ピンねじ 共	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420 : 100 : 75)
4-1-BP2	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B2	3-P2無し で本番薬剤を塗布	✓ (1ton : 実長PINが1本相当)	-	-	≥10回 ≥10回 ≥10回	ピンねじ 固体潤滑剤被膜として形成	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420 : 100 : 75)
4-2-B	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B2	3-P2	✓ (3ton : 実長PINが1本相当)	-	3回 5回	≥10回 8回	ボックスねじ	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420 : 100 : 75)
4-2-P	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B2	3-P2	✓ (3ton : 実長PINが1本相当)	-	3回 5回 5回	≥10回 8回 ≥10回	ピンねじ	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420 : 100 : 75)
4-2-BP	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B2	3-P2	✓ (3ton : 実長PINが1本相当)	-	3回 5回 5回	7回 8回 8回	ボックスねじ ピンねじ 共	35	20	45	酢酸ビニル-ブチルアクリレート、ポリビニル重合体 (420 : 100 : 75)
4-3-B	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B1	3-P1	✓ (1ton : 実長PINが1本相当)	✓	≥10回 ≥10回 10回	≥10回 ≥10回 ≥10回	ボックスねじ	40	10	50	ポリビニルアルコール : アクリル酸 (6:100)

【 0 2 4 0 】

10

20

30

40

50

【 表 8 】

No.	銅種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	ボックス ねじ側の 固体潤滑被膜	ピンねじ側の 固体潤滑被膜	重錘ハングでの試験有無 ✓：有 (括弧は重量、 実長PIN相当帆本数) -：しない	人工的な 焼き付き ✓：有 -：しない	M/B 回数	右記の条件 のコーティング 薬剤を使って 潤滑補助膜 をつけた場合 のM/B回数	薬剤を 塗布する ネジ面	調査割合 (後から加えられる、 低級アルコールやアノニア水を 除いた薬剤重量に対する重 量%)			水溶性もしくは 水分散性のポリマーの種類と、 各モノマーの調査割合
												水溶性もしくは 水分散性 のポリマー	固体潤滑剤	水	
4-4-B	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B1	3-P1	✓ (3ton:実長PIN が1本相当)	✓	7回 8回 10回	≥10回 ≥10回 ≥10回		40	10	50	ポリビニルアルコール : アクリル酸 (6:100)
4-4-B -0	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B1	3-P1	✓ (3ton:実長PIN が1本相当)	✓	6回 8回 7回	≥10回 ≥10回 ≥10回		40	10	50	ポリビニルアルコール : アクリル酸 (6:100)
4-4-B -0.5	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B1	3-P1	✓ (3ton:実長PIN が1本相当)	✓	9回 ≥10回 8回	≥10回 ≥10回 ≥10回		40	10	50	ポリビニルアルコール : アクリル酸 (6:100)
4-4-B -1.0	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B1	3-P1	✓ (3ton:実長PIN が1本相当)	✓	≥10回 ≥10回 ≥10回	≥10回 ≥10回 ≥10回		40	10	50	ポリビニルアルコール : アクリル酸 (6:100)
4-4-B -3.0	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B1	3-P1	✓ (3ton:実長PIN が1本相当)	✓	≥10回 ≥10回 ≥10回	≥10回 ≥10回 ≥10回		40	10	50	ポリビニルアルコール : アクリル酸 (6:100)
4-4-B -5.0	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B1	3-P1	✓ (3ton:実長PIN が1本相当)	✓	9回 9回 8回	≥10回 ≥10回 ≥10回		40	10	50	ポリビニルアルコール : アクリル酸 (6:100)
4-4-B -8.0	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION	3-B1	3-P1	✓ (3ton:実長PIN が1本相当)	✓	3回 5回 5回	≥10回 ≥10回 ≥10回		40	10	50	ポリビニルアルコール : アクリル酸 (6:100)
4-5-B	UHP- 15CR- 125	9-5/8"	47.0#	JFELION	3-B3	3-P3	✓ (2.5ton:実長PIN が3本に相当)	✓	≥10回 ≥10回 ≥10回	≥10回 ≥10回 ≥10回	ボックス ねじ	40	20	40	エチレン・メタクリル酸 共重合樹脂 (30:100) ※ただし、エチレンとは、 エチレンオキシサイドプロピレン オキシ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)

【 0 2 4 1 】

10

20

30

40

50

【表 9】

No.	固体潤滑剤				水以外の溶剤添加（水100に対する重量比）			粘性 (mPa·sec)	膜厚 (μm)	鉛筆 硬度	塗布量 (g)	塗布量 (mg/mm ²)	引火点 (°C)	乾燥時間	備考
	金属石鹸		黒鉛		他潤滑剤										
	サイズ	金属石鹸の 薬品名	サイズ	調合割合 (固体潤滑 剤の全重量に 対する重 量%)	アルコール の種類 と、水に対 する割合	アルコール の割合	アンモニア水 の割合								
4-1-B	1μm	ステアリン酸 Ca	1μm	0.5	なし	工業エタノール	2	0.8	1000mPa· sec	2B	13-15g 相当	定義できない (養生箇所あ り)	不燃	送風 55秒	本発明例
4-1-P	1μm	ステアリン酸 Ca	1μm	0.5	なし	工業エタノール	2	0.8	1000mPa· sec	2B	13-15g 相当	定義できない (養生箇所あ り)	不燃	送風 55秒	本発明例
4-1-BP	1μm	ステアリン酸 Ca	1μm	0.5	なし	工業エタノール	2	0.8	1000mPa· sec	2B	13-15g 相当	定義できない (養生箇所あ り)	不燃	送風 55秒	本発明例
4-1 -BP2	1μm	ステアリン酸 Ca	1μm	0.5	なし	工業エタノール	2	0.8	1000mPa· sec	2B	13-15g 相当	定義できない (養生箇所あ り)	不燃	送風 55秒	本発明例
4-2-B	1μm	ステアリン酸 Ca	1μm	0.5	なし	工業エタノール	2	0.8	1000mPa· sec	2B	13-15g 相当	定義できない (養生箇所あ り)	不燃	送風 55秒	本発明例
4-2-P	1μm	ステアリン酸 Ca	1μm	0.5	なし	工業エタノール	2	0.8	1000mPa· sec	2B	13-15g 相当	定義できない (養生箇所あ り)	不燃	送風 55秒	本発明例
4-2-BP	1μm	ステアリン酸 Ca	1μm	0.5	なし	工業エタノール	2	0.8	1000mPa· sec	2B	13-15g 相当	定義できない (養生箇所あ り)	不燃	送風 55秒	本発明例
4-3-B		ステアリン酸 Zn	1μm	1.0	なし	工業エタノール	1	0.8	750mPa· sec	2B	10g相当	定義できない (養生箇所あ り)	不燃	送風50秒	本発明例

【 0 2 4 2 】

10

20

30

40

50

【表 10】

No.	固体潤滑剤				水以外の溶剤添加 (水100に対する重量比)			粘性 (mPa·sec)	膜厚	鉛筆硬度	塗布量 (g)	塗布量 (mg/mm ²)	引火点 (°C)	乾燥時間	備考
	金属石鹸のサイズ	金属石鹸の薬品名	サイズ	割合 (固体潤滑剤の全重量に対する重)	アルコール		アンモニア水								
					他潤滑剤の種類と割合	アルコールの薬品名									
4-4-B-0		ステアリン酸 Zn	1µm	0.0	なし	工業エタノール	1	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない (養生箇所あり)	送風50秒	比較例	
4-4-B-0.5		ステアリン酸 Zn	1µm	0.5	なし	工業エタノール	1	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない (養生箇所あり)	送風50秒	本発明例	
4-4-B-1.0		ステアリン酸 Zn	1µm	1.0	なし	工業エタノール	1	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない (養生箇所あり)	送風50秒	本発明例	
4-4-B-3.0		ステアリン酸 Zn	1µm	3.0	なし	工業エタノール	1	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない (養生箇所あり)	送風50秒	本発明例	
4-4-B-5.0		ステアリン酸 Zn	1µm	5.0	なし	工業エタノール	1	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない (養生箇所あり)	送風50秒	本発明例	
4-4-B-8.0		ステアリン酸 Zn	1µm	8.0	なし	工業エタノール	1	0.8	750mPa·sec	2B	10g相当	定義できない (養生箇所あり)	送風50秒	比較例	
4-5-B	5µm	12-ヒドロキシステアリン酸 Ca	1µm	2.0	なし	イソプロピルアルコール	1.5	1.0	600mPa·sec	4B	15g相当	定義できない (養生箇所がある) ^(c)	送風50秒	本発明例	

10

20

30

40

【0243】

No. 4-1-B、4-1-P、4-1-BP、4-1-BP2の例は、共に、No. 3-1~3-5の事例で使った、サイズ、グレードの油井管ねじパイプを用いた。そして、本開示に該当する薬剤として、実施例3のNo. 3-1の条件のものを使った検討事例である。また、すでに存在する固体潤滑被膜(表3の3-B2、3-P2)の上に、潤滑補助として、本開示の薬剤を塗布した際の適用具合を見たものである。No. 4-1-B、4-1-P、4-1-BP、4-1-BP2では、重錘1tonの重錘トング試験で実行した。

No. 4-1-B、4-1-P、4-1-BPの事例は、順に、ボックスねじ(雌ネジ

50

)のみ、ピンねじ(雄ネジ)のみ、ボックスねじ・ピンねじ両方に、本開示の薬剤を潤滑補助剤として適用した事例である。No. 4-1-BP2の事例は、ピンねじ表面に3-P2の薬剤で形成させた固体樹脂被膜ではなくて、実施例3のNo. 3-1の条件の薬剤を使って、固体潤滑被膜を形成させた事例である。

【0244】

No. 4-1-B、4-1-P、4-1-BPの潤滑補助膜を形成させる前の評価では、7回、8回、10回の締付け締戻し回数を得られた。そして、既にある固体潤滑被膜に、実施例3のNo. 3-1に示した当該薬剤を塗った場合には、3回とも10回以上の締付け締戻し回数を実現した。具体的には10回で試験を打ち止めにした。このことから、潤滑の改善がなされたことがわかる。また、1ton分の荷重を印加させた重錘トング試験では、この3条件で差がなく、いずれも、潤滑挙動が改善することが明らかである。

10

No. 4-1-BP2は、ピンねじ側の固体潤滑膜：3-P2を、本開示の潤滑補助膜に置換した条件である。この場合には、潤滑補助膜は、ピンねじ側の固体潤滑被膜自体としても機能することがわかり、潤滑特性を実現できることがわかる。

【0245】

No. 4-2-B、4-1-P、4-1-BPの事例群では、重錘トングが3tonの場合で、3本連結させた実長ピンの重量に相当する試験を行ったものである。順に、ボックスねじ(雌ネジ)のみ、ピンねじ(雄ネジ)のみ、ボックスねじ・ピンねじ両方に、本開示の薬剤を潤滑補助剤として適用した事例である。ピン3本連結条件は、海上リグでの締付けでみられる条件を模擬した事例である。潤滑膜の改善前の評価では、締付け締戻し回数は、3回、5回、5回であった。これに対し、潤滑挙動の改善、潤滑補助として、No. 4-2に示した薬剤(No. 4-1-B、4-1-P、4-1-BP、4-1-BP2と同じ)を塗った場合、締付け締戻し回数が、No. 4-2-B、4-1-P、4-1-BPの順に、「10回、10回、10回」、「10回、8回、10回」、「7回、8回、8回」というように、潤滑挙動が改善した。ボックスねじだけ、ピンねじだけのNo. 4-2-B、4-1-Pの潤滑改善効果は、ボックスとピンねじ両方に塗布した条件よりも優れている。両方に塗ったことで、潤滑補助膜で塗布した量が倍程度になる。このため、締付け締戻しの際に、固体潤滑被膜が削れて粉状、破片状になるものでも、多くなったために、ねじの間隙に閉塞しやすくなり、焼き付きやすくなったと推定される。いずれも合格範囲内での優劣での比較である。

20

30

【0246】

No. 4-3-Bの例でも同様の結果になった。すなわち、規定範囲内にあるコーティング用薬剤をボックスねじ側に潤滑補助効果を期待した塗ったトップコートを形成することで、潤滑が改善することが分かった。

No. 4-4-B-0、4-4-B-0.5、4-4-B-1.0、4-4-B-3.0、4-4-B-5.0、4-4-B-8.0の事例は、規定範囲内にあるコーティング用薬剤をボックスねじ側に潤滑補助効果を期待した事例である。これらの事例は、黒鉛の含有量を、全固体潤滑剤重量に対して黒鉛の添加量を、順に、0.0%、0.5%、1.0%、3.0%、5.0%、8.0%の条件で比較検討調査した結果である。

【0247】

40

黒鉛の添加無い条件では、潤滑の改善効果がなく、0.5~5.0%の含有の時に、潤滑改善効果があった。特に1.0~3.0%の範囲内で優れた潤滑改善効果が明らかである。一方で、5.0%を超えた8.0%の事例では、潤滑特性の劣化が見られた。このように、黒鉛は適正範囲に調合することが、優れた潤滑挙動を達成するためのキーになる。

No. 4-5-Bの例は、既に、潤滑サポートを行わなくても、既に、評価結果が、3回のトライとも、10回の締付け締戻し回数を実現できているので、その改善が評価出来なかった。しかし、一層の厳しい潤滑条件では、少なからず改善の効果があることが、No. 4-1~4-4の事例から推察できる。

【0248】

(その他)

50

本開示は、次の構成も取り得る。

- (1) 金属面に塗布して固体潤滑被膜を形成するためのコーティング用薬剤であって、
 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、水の体積100に対し0.5以上10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、黒鉛と金属石鹸を全固体潤滑成分重量の95%以上含み、
 更に上記固体潤滑剤として、アルカリ石鹸を全固体潤滑成分重量の0%以上1%以下含み、
 上記黒鉛は、重量比で、全固体潤滑剤の0.5%以上5%以下であり、
 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であって、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上記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。
- (2) 上記添加物として、更にアンモニア水が添加されている。
- (3) 上記バインダー樹脂が、薬剤全重量の30%以上40%以下であり、
 上記固体潤滑剤が、薬剤全重量の10%以上20%以下であり、
 上記溶剤が、薬剤全重量の40%以上50%以下である。
- (4) 溶剤成分として、上記溶剤を構成する水に、低級アルコール及びアンモニア水のうち、
 少なくとも低級アルコールが添加物として添加され、上記低級アルコールは、1種類
 又は2種類以上の、炭素数3以下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、溶剤を構成する水の体積100に対し0.5以上10以下
 であり、
 上記アンモニア水の体積は、溶剤を構成する水の体積100に対し0以上5以下である。
- (5) 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、工業用エタノールから選択した低級アルコールである。
- (6) 上記黒鉛の平均粒径が、5 μm以下であり、
 上記金属石鹸の平均粒径が、5 μm以下である。
- (7) 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(1)
 ~ (4)に記載のモノマーのうち、単体で構成されるポリマー、又は、下記(1)~ (4)
)に記載のモノマーの2個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
 を含んだモノマーと一体となったモノマー
 (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のいずれか一方か両方のモノマーが、少な
 くとも(1)~ (3)のうちの1つ以上のモノマーと一体となって構成されるモノマー
- (8) 上記金属石鹸として、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金属石鹸を1種類若しくは2種類以上含み、
 上記アルカリ石鹸として、下記のA群から選択した脂肪酸と下記のC群から選択した金
 属元素からなる化合物であるアルカリ石鹸を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：Mg、Ca、Zn、Ba
 C群：Na、K
- (9) 薬剤の引火点が60以上、又は不燃性の、本開示のコーティング用薬剤。
- (10) 薬剤の粘度が、1000 mPa・sec以下である、本開示のコーティング用薬剤。
- (11) 金属面に対し塗布量0.1 g/mm²以下で塗布し、常温大気環境で放置乾燥を

10

20

30

40

50

した場合、30分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する。

(12) 金属面に対し塗布量 0.1 g/m^2 以下で塗布し、常温大気環境で 1 m/秒 以上の送風乾燥をした場合、3分以内に乾燥可能な早期乾燥性を有する。

(13) 本開示のコーティング用薬剤の製造方法であって、

上記低級アルコールに上記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、上記金属石鹸の調合を行う。

(14) 油井管のねじ部の潤滑膜を補修する油井管補修方法であって、

油井管のねじ部のうち、焼き付きが発生した領域を養生したのちに、少なくとも上記養生部分に対し、本開示のコーティング用薬剤を塗布する。

(15) 固体潤滑被膜がねじ部に形成された油井管に対し、上記固体潤滑被膜の上に、本開示のコーティング用薬剤を塗布する。

(16) 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て構成され、

上記固体潤滑剤として、黒鉛と金属石鹸を全固体潤滑成分重量の95%以上であり、

更に上記固体潤滑剤として、アルカリ石鹸を全固体潤滑成分重量の0%以上1%以下含み、

上記黒鉛は、重量比で、全固体潤滑剤の0.5%以上5%以下であり、

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であって、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上記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。

(17) 上記黒鉛の平均粒径が、 $5 \mu\text{m}$ 以下であり、

上記金属石鹸の平均粒径が、 $5 \mu\text{m}$ 以下である。

(18) 上記金属石鹸は、重量比で、全固体潤滑剤の0.5%以上5%以下である。

(19) 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(1)~(4)に記載のモノマーのうち、単体で構成されるポリマー、又は、下記(1)~(4)に記載のモノマーの2個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と一体となったモノマー

(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か両方のモノマーが、少なくとも(1)~(3)のうちの一つ以上のモノマーと一体となって構成されるモノマー

(20) 上記金属石鹸として、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金属石鹸を1種類若しくは2種類以上含み、

上記アルカリ石鹸として、下記のA群から選択した脂肪酸と下記のC群から選択した金属元素からなる化合物であるアルカリ石鹸を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：Mg、Ca、Zn、Ba

C群：Na、K

(21) 上記固体潤滑被膜は、膜厚が $10 \mu\text{m}$ 以上 $100 \mu\text{m}$ 以下であり、膜硬度が、鉛筆硬度でB以下の軟質である。

【0249】

ここで、本願が優先権を主張する、日本国特許出願2022-134376(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】

10

20

30

40

50

【 0 2 5 0 】

1 ピン

1 a ねじ部

2 ボックス

2 a ねじ部

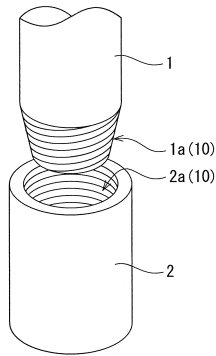
【要約】

環境に優しく、しかも実際の井戸での使用に耐え得る薬剤を提供する。金属面に塗布して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、添加物の体積は水の体積100に対し0.5以上10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、黒鉛と金属石鹸を全固体潤滑成分重量の95%以上、アルカリ石鹸を1%以下含み、黒鉛は重量比で全固体潤滑剤の0.5%以上5%以下であり、バインダー樹脂は水溶性若しくは水分散性のポリマーであって、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。

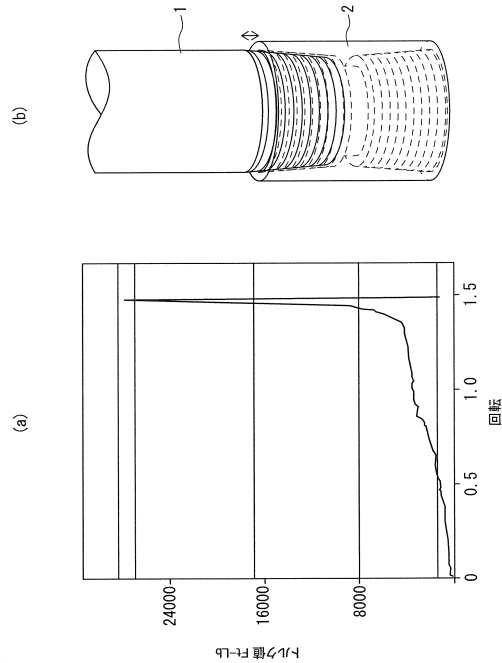
10

【図面】

【図1】



【図2】



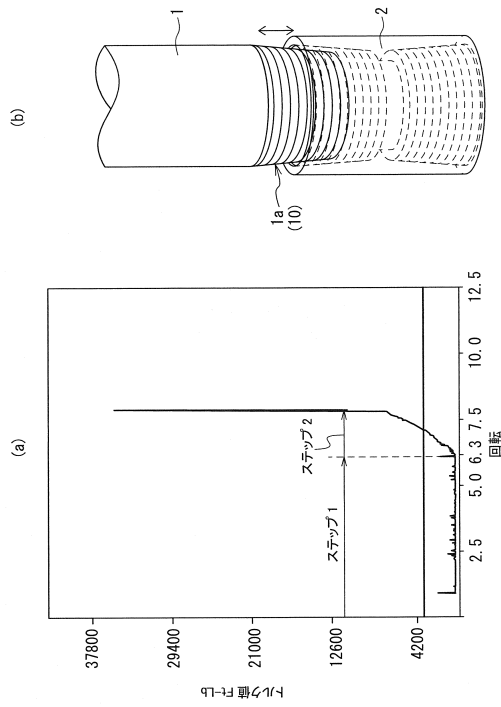
20

30

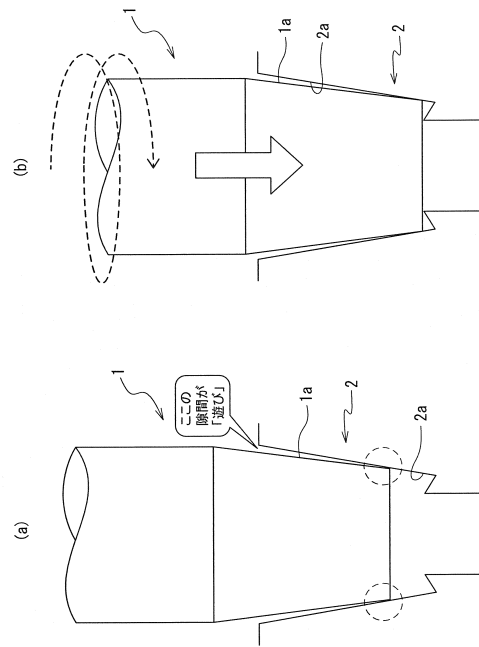
40

50

【図3】



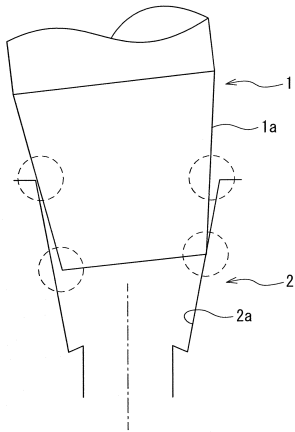
【図4】



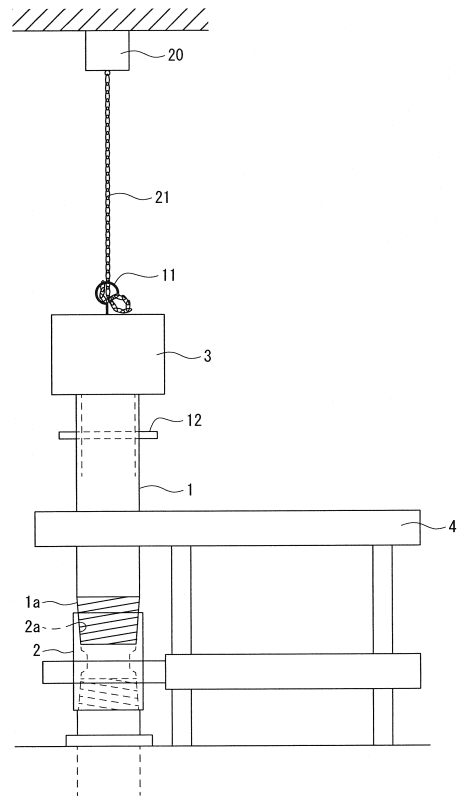
10

20

【図5】



【図6】

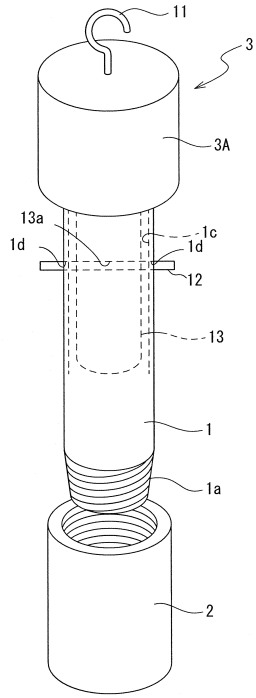


30

40

50

【 7 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I

F 1 6 L 15/04 (2006.01)

F 1 6 L 15/04

A

- (72)発明者 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社知的財産部内
後藤 城吾
- (72)発明者 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社知的財産部内
古賀 崇司
- (72)発明者 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社知的財産部内
川井 孝将
- (72)発明者 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社知的財産部内
尾 崎 誠二
- (72)発明者 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社知的財産部内
佐藤 秀雄
- (72)発明者 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社知的財産部内
藤本 幸子
- (72)発明者 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社知的財産部内
高野 順
- (72)発明者 東京都千代田区内幸町二丁目2番3号 J F E スチール株式会社知的財産部内
大久保 聡
- (72)発明者 東京都世田谷区代沢1-26-4 東洋ドライループ株式会社内
正田 浩一
- (72)発明者 東京都世田谷区代沢1-26-4 東洋ドライループ株式会社内
小林 亮太
- (72)発明者 東京都世田谷区代沢1-26-4 東洋ドライループ株式会社内
久保 良太
- (72)発明者 東京都世田谷区代沢1-26-4 東洋ドライループ株式会社内
豊澤 孝太
- 審査官 井上 明子

(56)参考文献

特表2008-537062(JP, A)

特表2014-501885(JP, A)

特開昭62-84193(JP, A)

国際公開第2009/072486(WO, A1)

特開平10-36876(JP, A)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C 0 9 D 1 3 3 / 0 0

C 0 9 D 5 / 0 2

C 0 9 D 7 / 6 1

C 1 0 M 1 0 3 / 0 6

C 1 0 M 1 0 3 / 0 2

F 1 6 L 1 5 / 0 4