(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2022年12月8日(08.12.2022)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2022/255169 A1

(51) 国際特許分類:
C10M 111/04 (2006.01) *C10M 107/32* (2006.01)
C10N 30/06 (2006.01) *C10M 107/36* (2006.01)
C10N 30/12 (2006.01) *C10M 107/38* (2006.01)
C10N 40/00 (2006.01) *C10M 107/44* (2006.01)
C10N 50/08 (2006.01) *F16L 15/04* (2006.01)
C10M 105/24 (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2022/021281

(22) 国際出願日： 2022年5月24日(24.05.2022)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(30) 優先権データ：
特願 2021-091464 2021年5月31日(31.05.2021) JP

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

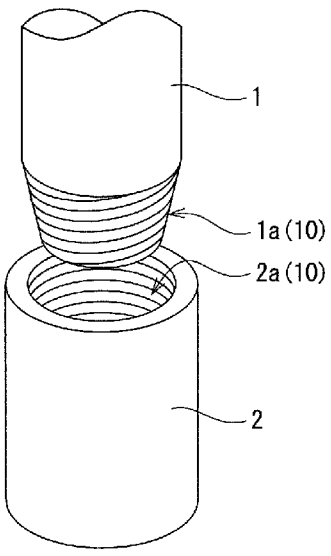
(72) 発明者: 石黒 康英 (**ISHIGURO Yasuhide**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 後藤 城吾(**GOTO Seigo**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 古賀 崇司(**KOGA Takashi**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 川井 孝将(**KAWAI Takamasa**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 尾▲崎▼ 誠二(**OZAKI Seiji**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 佐藤 秀雄(**SATO Hideo**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 藤本 幸子(**FUJIMOTO Sachiko**); 〒1000011 東京都千代田区内幸町二丁目２番３号 ＪＦＥスチール株式会社知的財産部内 Tokyo (JP). 正田 浩一(**SHODA Koichi**);

(54) **Title:** CHEMICAL AGENT, OIL WELL PIPE, AND SCREW JOINT FOR OIL WELL PIPE

(54) 発明の名称： 薬剤、油井管、及び油井管ねじ継手

(57) **Abstract:** Regarding the lubrication properties when fastening and un-fastening an oil well pipe, the present invention achieves, by using a solid lubricate coating film, a baking resistance (galling resistance) equivalent to or better than that obtained from a conventional dope-compound method. This chemical agent is for forming a solid lubricate coating film on a fastening surface of a screw part, and contains, as a matrix component, a solid lubricant dispersed in a binder resin. The main component of the solid lubricant is melamine cyanurate. The mean particle diameter of the melamine cyanurate is 0.1-10.0 μm. An alkyd resin and a nitrocellulose are contained as the binder resin. The alkyd resin and the nitrocellulose are contained in an amount not less than 85 wt% of the weight of all binder resin components. The total weight of the solid lubricant is 10-100 parts by weight with respect to 100 parts by weight of the total weight of the binder resin.

[図1]



WO 2022/255169 A1

[続葉有]

〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP). 大久保 聡(**OKUBO Akira**); 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP). 小林 亮太(**KOBAYASHI Ryota**); 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP). 久保 良太(**KUBO Ryota**); 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP). 豊澤 孝太(**TOYOSAWA Kota**); 〒1550032 東京都世田谷区代沢１－２６－４ 東洋ドライルーブ株式会社内 Tokyo (JP).

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

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

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

添付公開書類：

一　国際調査報告（条約第21条(3)）

(57) 要約：油井管の締付け締戻し時における潤滑特性について、従来技術のドープ・コンパウンドの方法と同等程度若しくは同等以上の耐焼き付け性（耐ゴーリング性）を、固体潤滑被膜を使って実現する。ねじ部の締結面に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、マトリックス成分としてのバインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散し、固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下であり、バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含み、このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含み、固体潤滑剤の全重量が、バインダー樹脂の全重量を１００重量部に対し、１０重量部以上１００重量部以下である、ことを要旨とする。

明　細　書

発明の名称 ： 薬剤、油井管、及び油井管ねじ継手

技術分野

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

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

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

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

背景技術

[0003] 油井管ねじ継手において、ねじ部の潤滑には、従来、雄ねじ側及び雌ねじ側の少なくとも一方の部品のねじ部の締結面（シール面）（以下、単に「締結面」とも呼ぶ）に対し、リン酸Ｍｎ化成処理膜や、Ｃｕ等を用いた電気め

っきによって表面処理を行って被膜を形成する。その後、その被膜の上に、Ｐｂ、Ｚｎ等を含む潤滑コンパウンドを塗って潤滑を図っていた。

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

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

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

[0006] 本開示は、固体潤滑剤の主成分をＭＣＡとし、バインダー樹脂成分として、アルキド樹脂とセルロース及びその誘導体からなる硬質膜を活用する。本開示は、特に、セルロース及びその誘導体を、ニトロセルロースとして活用したものである。また、市販されている塗料群の中にラッカーと呼ばれる群があり、ラッカーと呼ばれる群の主流として、アルキド樹脂とニトロセルロースからなる塗料分類がある。これら塗料分類のものは、特に潤滑に優れているとは言えない。これらは、一般には、汎用的な塗料、および、プラモデル他の趣味分野における、速乾性のペイントとして使われている。これらは

、防錆や装飾のためには最適化されており、潤滑に関する特性は、特に保証されているとは限らない。このため、それに対する潤滑のために、アルキド樹脂とニトロセルロースの成分配合の最適化と共に、潤滑剤の選択と、その成分含有範囲の最適化が必要である。ただし、全く合致する特許文献でないが、個々の構成要素のアルキド樹脂やニトロセルロース系等に関する、過去文献は公開されている。

[0007] ここで、固体潤滑剤としてＭＣＡが挙げられている特許文献としては、例えば、特許文献１～４がある。特許文献１～３では、油井管ねじの固体潤滑剤粉末の候補群の一つとしてＭＣＡが例示されている。また、特許文献４では、油井管の固体潤滑被膜用に構成する必須物の一つとして、ＭＣＡを使うことが示されている。

また、アルキド樹脂について特許文献５に記載されている。特許文献５には、広く金属材料表面において、従来のクロメート処理に代わる処理として、無機シリカ粒子を分散した表面層が提案されている。そして、特許文献５では、シリカを結着する樹脂として、アルキド樹脂が候補群の一つとして挙げられている。

[0008] 特許文献６には、ニトロセルロースの提供事例が記載され、潤滑被膜に混入してよい炭水化物の中の一例としてセルロースが候補群の一つとして例示されている。そして、特許文献６には、セルロース、アクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリビニルブチラール、ゴム、フッ素樹脂などの候補群から、単独又はブレンドしたものが、潤滑性粉末を保持する膜を作るための材料として例示されている。

特許文献７にも、ニトロセルロースが例示されている。特許文献７では、下層に液体状の潤滑層があり、その上に固体潤滑被膜が形成される。そして、固体潤滑被膜のバインダー樹脂として、ニトロセルロースが候補群の一つとして例示されている。特許文献７では、下層の液体潤滑膜を守りながら上層を形成するために、自然乾燥することが前提となる。そして、ニトロセルロースが、自然乾燥で作れる上層のバインダー樹脂の候補群の一つとして例

示されている。

[0009] また、固体潤滑被膜の評価の事例ではないが、非特許文献１には、短尺ピンを使った縦型パワートングでの締付試験方法が記載されている。非特許文献１には、評価する油井管の外径、肉厚に関わらず、５ｋＮの重り（５１０ｋｇ重）を締付け時も締戻し時にも常時負荷した状態で実施する方法が記載されている。非特許文献１では、ピンとして７”２９＃、７”３５＃が記載されており、ピンの長さがＲａｎｇｅ－３の実長に近かしい４０フィート（≒１２ｍ）とすれば、そのピン荷重は、約５２０ｋｇ若しくは約６３０ｋｇである。このため、評価サイズの１本分の重量が、締める時にも緩める時にも掛かっていると思われる。また、トルク・ターン・チャートから判別すると、締付けが半周分で完了していることからして（非特許文献１のＦｉｇ．５等参照）、締付開始時直前の、手締めでのカップリング、ピンの初期セット位置は、ほぼ完全にネジどうしが噛み合った状態から開始されていることが分かる。

先行技術文献

特許文献

[0010] 特許文献1：国際公開第２０１８／２１６４１６号

特許文献2：特開２００８－０６９８８３号公報

特許文献3：特開２００８－５３７０６２号公報

特許文献4：国際公開第２０１４／０２４７５５号

特許文献5：国際公開第２００９／０５７７５４号

特許文献6：特再公表２０１７－１１０６８５号公報

特許文献7：特開２００４－０５３０１３号公報

非特許文献

[0011] 非特許文献1：津留ら： 石油技術協会誌 ６１巻６号 （１９９６） ｐｐ．５２７－５３６．（Ｆｉｇ．１）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0012] 発明者らは、上述の特許文献等の公知の先行文献に記載の固体潤滑被膜の材料を参照して、固体潤滑被膜について検討を行った。具体的には、発明者らは、セルロース及びその誘導体と、アルキド樹脂の配合比を最適化してバインダー樹脂の硬度を調整した上で、更に潤滑を高めるために、固体潤滑剤として使うＭＣＡ（メラミン・シアヌレート）の添加量を最適化した膜構造の潤滑性について検討を行った。更に、防食性に関しても維持できるかどうかを検討した。また、その検討において、セルロース及びその誘導体を、ニトロセルロースに中心において検討を行った。しかし、過去の特許文献には、この組み合わせを、潤滑向上や防食向上に使った例はない。つまり、過去の特許文献には、利用条件他は異なるものの、個々の構成要素が単独で、好適な範囲が指定されているだけである。

[0013] ここで、固体潤滑剤にＭＣＡを使った事例は、特許文献１～４に記載されている。しかし、固体潤滑剤の候補剤として列記されている１個としてＭＣＡを例示されているに過ぎない。また、特許文献１～３は、固体潤滑剤を保持するバインダー樹脂として、アルキド樹脂を指定するものではない。このとき、アルキド樹脂を広くポリエステル樹脂と捉えたとしても、ポリエステル樹脂がバインダー樹脂の候補剤には列記されてはない。特許文献４は、硬質な樹脂膜というよりは、半固体～粘稠質の油脂等を含んだ膜であるため、本開示と活用のされ方が異なっている。そして、特許文献１～４では、ＭＣＡが例示されているだけであり、特定のサイズ範囲、特定の濃度範囲が好適である等、詳細に示されているわけではない。

[0014] また、バインダー樹脂にアルキド樹脂を使った事例は、特許文献５にある。しかし、特許文献５は油井管ねじへの適用事例ではなく、広く金属材料を対象にしたものである。更には、特許文献５は、アルキド樹脂が主体ではない。シリカ粒子を防錆コーティング層として用いる発明の文脈において、アルキド樹脂を、シリカ粒子が、固定する結着剤として用いる塗膜の候補群の中に、結着剤の一つの可能性として列記されているだけである。特に本開示

が対象とする分野とは合致するものではない。

[0015] ニトロセルロースについては、特許文献６，７に記載がある。特許文献６では、潤滑被膜の中に含有させる添加物の一例として、炭水化物が例示されている。そして、高温時に炭化物が高粘性側へ膜質を変化させるものとして例示されている。

本開示ではニトロセルロースをバインダー樹脂として用いるのに対し、特許文献７は、ニトロセルロース系をバインダー樹脂として使うのとは異なる思想に基づく適用例である。すなわち、液体層と固体層の２層構造の潤滑膜構造における、固体層という適用事例である。

特許文献７では、固体潤滑剤を保持するためも、室温域で硬化する樹脂として、ニトロセルロースが候補群の一つとして例示されている。しかし、本開示のように、アルキド樹脂との重合は想定されていない。

[0016] 以上のように、どの特許文献にも、ニトロセルロースとアルキド樹脂をベースとした固体潤滑被膜で、潤滑と防食を両立する目的で記載されたものはない。そもそも、セルロース及びセルロース誘導体、又は、ニトロセルロースを使った潤滑被膜は、これら単体の膜が脆い。このため、潤滑用途には使いものにならない。アルキド樹脂との配合の最適化、適切な量の固体潤滑剤の添加、及び、バインダー樹脂と固体潤滑剤のバランスを含めて最適化する必要がある。すなわち、それら構成要素を単純に持ってきて混ぜるだけでは、期待する潤滑は実現することが困難である。個々の構成要素の詳細な条件を明示すると共に、別途適切な添加材を加えたりする必要があった。しかし、そのような点についていずれの特許文献にも記載がない。

[0017] また、本開示が目的とする油井管ねじの潤滑は、特殊な摺動状況にある。

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

[0018] また、このとき、ピンは、理想的状態で締付け締戻しが行われるとは限らない。つまり、締付けの際に、ピンねじは、ボックスねじに差し込まれるか、少し手締めた状態でセットされる。しかし、ピンはボックスねじに対して直立不動でセットされるわけではない。また、ピンは、斜め方向に傾きつつ真っ直ぐに（撓み無く）立ち上がった状態でセットされるわけでもない。すなわち、ピンは、下部をボックスねじに拘束されつつも、材料の持つ弾性率（ヤング率）と実際のピン長さとに応じて、上端側（締める側の反対側先端側）が、わずかに撓んだ状態になる。特に、８ｍ以上の長さのピンの場合には、下から見上げると、ピンが、ボックスに真っ直ぐにセットされつつ、しなっているように見える。その状態から、ピンは締付け締戻しがなされる。このため、ボックスねじとピンねじは、均質で対称的に荷重が掛かった状態で、締付け締戻しが行われることは皆無である。このため、ねじ表面の一部が、局部的に強く当たるような状態で、締付け締戻しが行われる状況になる（偏荷重状態での潤滑）。また、局部的に強く当たる箇所も、締付け締戻しに応じて変化する。

[0019] 従来のグリース状コンパウンドを使う潤滑技術では、締付け締戻し時に、コンパウンドが追随して動く。このため、多少の潤滑条件の変動等があっても、潤滑剤（潤滑コンパウンド）が、締付け締戻しを良好な方向に収斂させるように機能する。したがって、ねじ継手の締付け締戻しの評価試験（ラボ試験とも呼ぶ）において、実寸ピンを使った評価に頼ることなく、短尺ピンを使った評価で、実寸ピンの潤滑状況を把握することが可能ではある。

[0020] 一方で、発明者の調査によると、固体潤滑被膜を使った油井管ねじの潤滑技術では、不可避的に、固体潤滑被膜は、ある程度は削られてしまう。そして、その削り滓が、ねじ間隙に詰まったりしないように工夫する必要があった。また、このとき、削られた固体潤滑被膜由来の２次形成物は、締付け締戻しに連動して、常に追随して動くとは限らない。

これが、実際の井戸で起こっていることであり、湿式の潤滑コンパウンドを使った潤滑の場合と大きく異なる点である。

[0021] そして、油井管ねじ継手において、従来のグリース状コンパウンドを使う潤滑技術と同様な評価では、固体潤滑被膜を使った油井管ねじの潤滑技術を評価できず、甘い評価になるとの知見を得た。すなわち、従来の特許文献において、油井管ねじ継手の締付け締戻しの評価は、固体潤滑被膜の評価であっても、湿式の潤滑コンパウンドを使った潤滑を用いた評価であることが多いため、過去の特許文献に記載の固体潤滑被膜潤滑の条件（成分の好適範囲など）は、そのまま採用できないとの知見を得た。

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

[0022] このように、従来の短尺ピンを使った評価では、固体潤滑被膜の削り滓からなる２次生成物が詰まって焼き付いたり、２次生成物が再度、締結面に押し付けられて、潤滑膜的な効果を保つ等の状況を模擬できない。すなわち、単純に、短尺ピンを使った従来の評価では、固体潤滑被膜の評価がどうしても甘くなり、固体潤滑被膜の物性パラメータを決める際に、本来は不合格な領域まで、誤って、好適な範囲と評価されてしまうという課題がある。

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

[0023] 上述のように、油井管ねじの潤滑の特異性として、次の（１）（２）を考慮する必要があるとの知見を得た。

（１）ねじの締付初期及びねじの締め戻し後期に、構造的にガタ（あそび）がある

（２）大重量が上部から印加された状態での潤滑・摩擦を対象としている

すなわち、実際の井戸における、油井管ねじが締付け締戻し時に曝される

と同様な状況とする必要がある。つまり、大荷重・偏荷重で締付け締戻しが実行されることを前提で、固体潤滑被膜に関わるパラメータ群の規定を行う必要がある。このような実際の使用条件に沿った、潤滑性の保証と、そのパラメータの上下限の規定の意味が明確にさせた上で、発明を完成させる必要がある、との知見を得た。

[0024] このように、実際の井戸に即した状況で、パラメータの上下限の規定を行うことが重要である。油井管ねじの潤滑において確認されるべき潤滑挙動というのは、従来にあっては、短尺ピンを使った、パワートングでの締付け締戻し挙動、締付け締戻し回数を評価対象にしてきた。従来のグリース状コンパウンドでは、締付け締戻しに連動して、コンパウンドも連動して動く。このため、潤滑を評価するに際して、短尺ピンを使って水平型トングで評価しようとも、縦型トングで評価しようとも、特に問題がなく、潤滑挙動が評価できる。つまり、従来のグリース状コンパウンドでは、ねじ山のデザイン、化成処理や電気めっきなどの下地層の可否、コンパウンド自体の比較評価を含めて、短尺ピンを使っても評価できる。

[0025] 一方で、固体潤滑被膜の潤滑の場合には、そうは行かない。短尺ピンを使った評価では、実際の井戸の模擬になっておらず、潤滑をかなり甘めな評価になってしまっている。短尺ピンを使った「不合格」の評価は、実際の井戸での締付け締戻しで「不合格」と一致する。しかし、一方で、短尺ピンを使った「合格」の評価が、実際の井戸での締付け締戻しで「合格」となることを必ずしも意味しない。短尺ピンを使った「合格」の評価は、実際の井戸での締付け締戻しでの「不合格」も含んだ評価になっている点が問題である。

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

一般に、摩擦する２物体間の潤滑挙動といえば、片方が固定されて、もう片方が動く状況が想定される。そして、動く物体については、固定した物体に密着した状態から潤滑が始まることが想定されている。両方の物体が動く

場合であっても、潤滑は、互いにくっついた状態から始まるのが常である。

[0026] 一方、油井管ねじの潤滑では、締付け初期に、ピンねじ（雄ねじ）が、ボックスねじ（雌ねじ）に対して、ねじの遊び分ガタツキがある状態から開始する。このため、ねじ同士がある程度噛み合うまでは、ねじ同士が常に安定して接触しているわけではない。すなわち、油井管ねじの潤滑では、強く当たる場合と殆ど当たらない場合が偏在する。そして、強く当たる際には、潤滑膜にダメージを与える懸念が高い。更に、ねじが噛み合った以降の潤滑では、その場にある潤滑状況の影響を受けて摺動する。

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

特に、本開示で対象とする、セルロース及びセルロース誘導体、又は、ニトロセルロースとアルキド樹脂からなる潤滑被膜の場合には、このバインダー樹脂が生来持っている脆さが、キーとなる。実際の井戸での使用条件において、特に、ねじ山が噛み合う前のガタのある状態で、被膜が根こそぎ剥離とか、被膜が割れてしまうとかが発生する。この現象で、潤滑を担保できないことがないように、固体潤滑被膜を設計する必要がある。

[0027] また、実際の井戸においては、締付け締戻し時には、ピンねじの総重量が、ボックスねじに印加されることによる影響がある。また、上述のようにガタがあるので、その荷重も、一様に掛かるのではなくて、ねじが噛み合うまでは、ピンが偏心して回転する傾向がある。このため、固体潤滑被膜は、偏荷重として印加する大荷重に、潤滑が耐えるような膜でなければならない。根こそぎ取れてしまうような膜や、殆どが破壊されてしまって無くなるような膜では対応できない。実際の井戸においては、油井管は、１２～１６ｍ程度で運用されることが多い。例えば、約１２ｍ（約４０フィート）の長さの油井管は、９－５／８”の外径では、約１ｔ荷重の自重となる。海上リグでは、予め３本連結させておいたピンねじを締付けて使うことが多い。このため、９－５／８”外径の油井管を用いると、約３トンがボックス側に印加さ

れるような過酷な状況になっている。

[0028] 油井管ねじの潤滑では、このような大荷重と偏荷重に耐える潤滑を想定する必要がある。そして、発明者は、種々検討した結果、重要なのは、大荷重の状況において、かつ、ねじが噛み合うまでの「ガタ」のある状況において、固体潤滑被膜のダメージをいかに抑えるかという点を考慮して、固体潤滑剤とバインダー樹脂を工夫することにあるとの知見を得た。

[0029] 一方、過去の特許文献においては、このような視点に基づく、固体潤滑被膜の設計がなされているとはいいがたかった。例えば、特許文献１では、締結初期にハンドタイトでねじが噛み合うまで締め付けるとあるので、ガタは考慮していないことが明確である。また、ねじ同士が噛み合う部分まで締付けされるということは、短尺ピンを使ったラボ評価であることを間接的に示している。実際の井戸では、ねじが噛み合うところまでは、そうそう締けられるものではない。実寸ピンねじが、必ずしも理想的な直立状態にセットされることは殆ど不可能である。ピンは、ある程度、しなって締付けられる。このため、ピンねじ山が、カップリングには完全に収まり切らない位置で、手締めが完了してしまうのが殆どである。特許文献２、特許文献３、特許文献４、特許文献６では、締付け速度を１０ｒｐｍで行うとある。特許文献７では、実管での操作を模した試験として２０ｒｐｍの締付速度で締付試験を行って、締付け締戻し試験することが記載されている。これらには、初期の締付け位置の情報までは開示されていない。しかし、特に実際の井戸で締付けたとは明記していないので、ラボでの短尺ピンを使った結果と推定される。また、これらの特許文献の出願人が提供しているねじの取扱説明書では、締め上げる時には１ｒｐｍ以下で締めるように指示がある。このことからも、これらの特許文献での締付け締戻し試験は、ラボ試験であろうと推定される。特に明記されていないことから、パワートングで締付を開始するときに、ピンとボックスのねじを、手締めでセットする際に、あえてガタがあるような部分から締付を開始しているようには見えない。

[0030] ここで、グリース状コンパウンドを塗布する方法では、締付け締戻しに連

動して、粘性液体状のグリース状コンパウンドも連動して動く。このため、大荷重や偏荷重の影響がかなりの部分、緩和してしまう。このため、短尺ピンを使って水平型トングで評価しようとも、縦型トングで評価しようとも、特に問題がなく、潤滑挙動が評価できてしまう。

[0031] これに対し、固体潤滑被膜を使った油井管ねじの潤滑挙動の場合には、粘性液体状のグリース状コンパウンドに相当する固体潤滑被膜が、ねじが噛み合うまでの締付けや、噛み合ってからの締付けでも、ダメージを受けて剥離する。若しくは、不可避的に固体潤滑被膜が徐々に薄く削れていく。剥離した滓は、グリース状のコンパウンドと違って、締付け締戻しに連動して動くとは限らない。削り取られてしまった固体潤滑被膜を由来とする２次生成物が、ピンねじとボックスねじの間隙に放出されることによる影響が、潤滑に大きく影響する。ねじ間隙を閉塞させてしまえば焼き付きに直結する。若しくは、それが大荷重で押さえつけられることで、逆に、締付け締戻しに連動して動いく。２次生成物は、押さえつけられることで、再構成されて、ねじのいずれか一方に再度膜として付着して、潤滑を改善する場合もある。

[0032] 短尺ピンを使った従来のケースでは、実際の井戸で起こる、大荷重も偏荷重も模擬できていない。このため、従来のラボ試験では、固体潤滑被膜を由来とする２次生成物自体が少なく、潤滑挙動を、誤って合格と判定してしまうことが多い。このため、パイプを実際の井戸に適用して初めて、固体潤滑被膜の設計がよくないことに気づくことも多かった。その上、ねじが噛みあうまでの「ガタ」がある状況を意図的に作らないと、実際に井戸で起こっていることが模擬できない。

一方で、実寸のピンを使って、実際の井戸や模擬井戸（実寸ピンを立てて締付け締戻し試験する実験場）で、毎回試験するのも現実ではない。実験費用が膨大になり、現実的ではない。後者は、１日約１千万円以上のレンタル費用がかかり、固体潤滑試験においても、小径ならば、締付け締戻しを１０回～２０回するような試験が最大回数と推定され、それを行うには膨大な費用がかかる。

[0033] 過去の特許文献においては、固体潤滑被膜の評価において、このような配慮がないものがほとんどである。そして、ねじの潤滑評価には特に明示がなく、ラボでよくあるような水平型トングや、短尺ピンを使った縦型トングでの適用事例が多い。これらで評価すれば、上記の大荷重・偏荷重の影響を排除した評価になるので、基本的には、ほとんどは良好な結果を示す。このため、これらの評価方法で、好適な上下限を限定しても、真の意味での好適な範囲を意味するものではない。

ラボでの短尺ピン評価で選抜した条件であっても、実際の井戸では、潤滑が良好とはいえないものを含んでいて、技術を特定しているとは言えない。

[0034] ここで、固体潤滑被膜の潤滑挙動の調査ではないが、非特許文献１では、ねじの締め付けも、締戻時も、ずっと、５１０ｋｇ重の荷重を印加し続ける。これは、７”サイズの実寸ピン１本分に相当する重量を印加するという意味かもしれない。上述したように、固体潤滑被膜の評価においては、実井戸で起こっているような、大荷重と偏荷重を模擬することが重要である。固体潤滑被膜を由来とする２次生成物が引き起こす副次現象が、潤滑に大いに影響するからである。しかし、非特許文献１では、サイズによっては必ずしも大荷重を模擬したとは言いがたい。

[0035] また、非特許文献１では、偏荷重の模擬ができていない。非特許文献１のＦｉｇ．１などから判断すると、特にプレミアム・ジョイントの時には、締付けまでに１回転もない。このため、手締めによる初期締付け位置（締付け開始点）が、ねじ山同士が噛み合った状態から行った潤滑を試験するよう意図しているという課題がある。

ここで、なかなか気づかないことではあるが、上記の荷重負荷を、締戻し時にも継続すると、次の課題がある。すなわち、ラボ評価での落とし穴ではあるが、締め戻し時には、重りが逆にバランサーになって、初期締付け位置から真っ直ぐ、ねじが、ガタツキを起こすことなく緩まってくる、との知見を得た。それゆえ、ピンが振れ回りしなくなり、実際の井戸で起こるような締戻し時の焼き付き発生を適切に模擬できない。状況によっては、潤滑特性

が良好であると誤解させるような状況が起こりうる。よって、固体潤滑被膜の膜に関する条件パラメータは、ねじが十分に噛み合わない状態での潤滑状態と、噛み合ってからの潤滑状態とを共に視野に入れて模擬して、潤滑特性に優れたことを証明する必要がある。

[0036] 固体潤滑被膜を使う油井管ねじの潤滑については、バインダー樹脂とバインダー樹脂内の添加物としての固体潤滑剤とを規定して最適化することで、従来のコンパウンドが実現してきた潤滑レベルに相当する潤滑を実現する必要がある。しかし、従来の固体潤滑被膜に対する評価は、上記のような実際の井戸で発生する条件での評価にはなっていなかった。すなわち、上記のような点を反映した試験方法によって、固体潤滑被膜の好適な範囲を規定する必要がある。しかし、従来、そのようなラボ試験となっていなかった。

[0037] 本発明は、上記のような点に着目してなされたもので、油井管の締付け締戻し時における潤滑特性について、従来技術のドープ・コンパウンドの方法と同等程度若しくは同等以上の耐焼き付け性（耐ゴーリング性）を、固体潤滑被膜を使って実現することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0038] 本開示は、従来注目されてこなかった、ＭＣＡ（メラミン・シアヌレート）を固体潤滑剤の主成分とし、ニトロセルロースとアルキド樹脂からなるバインダー樹脂を主体とした固体潤滑被膜を形成するものである。

また、以上のような問題に鑑み、発明者が検討した結果、薬剤の調合、油井管ねじの固体潤滑被膜の展開、その確認方法等を通して、上記の課題を解決することができるとの知見を得た。

[0039] 重要な点は、以下の４つと、それに関わる関連事項の条件を好適範囲へ制御することである、との知見を得た。

（ａ）実際の井戸での締付けで確認するか、実際の井戸での締付け締戻しを模擬する適切な試験方法で、個々のパラメータの上下限を規定し、その好適範囲を明確にすること

（ｂ）上記（ａ）を使って、主となる固体潤滑剤のＭＣＡ（メラミン・シア

ヌレート）の最適範囲を規定すること

（ｃ）上記（ｂ）を使って、主となるニトロセルロースとアルキド樹脂の最適範囲を規定すること

（ｄ）及び、その他、添加剤、可塑剤、溶剤等を規定すること

[0040] 以上に知見から、課題解決のために、本発明の一態様は、油井管のねじ部に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散し、上記固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下であり、上記バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含み、このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含み、上記固体潤滑剤の全重量が、上記バインダー樹脂の全重量を１００重量部に対し、１０重量部以上１００重量部である、ことを要旨とする。

[0041] また、本発明の態様は、固体潤滑被膜を備える潤滑被膜がねじ部に形成された油井管であって、上記ボックス及び上記ピンのうちの少なくとも一方の部品のねじ部の締結面に、固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成され、上記固体潤滑被膜は、バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散して構成され、上記固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下であり、上記バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含み、このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含み、上記固体潤滑剤の全重量が、上記バインダー樹脂の全重量を１００重量部に対し、１０重量部以上１００重量部以下である、ことを要旨とする。

発明の効果

[0042] 本発明の態様によれば、固体潤滑剤としてＭＣＡを採用しつつ、油井管ねじに良好な潤滑性と耐食性を付与可能な固体潤滑被膜を提供することができる。

例えば、本発明の態様によれば、実際の井戸環境で起こりうるような実際

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

図面の簡単な説明

[0043] [図1]油井管及び油井管ねじ継手を示す図である。

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

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

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

[図5]新たなラボ試験（重錘トング試験）を説明する図である。

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

[図7]被膜構造を例示する図である。

発明を実施するための形態

[0044] 次に、本発明の実施形態について図面を参照して説明する。

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

[0045] ＜図２について＞

図２（ａ）は、実際の井戸で発生しているトルク・ターン・チャートの例である。

図２（ａ）の条件は、実際の井戸を模擬して、４０フィート（≒１２ｍ）の実長のピンを使って、締付試験をした時のトルク・ターン・チャート（締付けチャート）である。実際の油田／ガス田では、十分にねじ同士が噛み合った状態でない状況から締付けが開始されることが多い。この状況に鑑み、

図２（ａ）では、初期セット位置が、図２（ｂ）に示すように、ピンねじが、初期締付開始時での露出が約半分くらいあった状態から、締付けを開始した例である。なお、ピンとして、９－５／８”５３．５＃Ｑ１２５　ＪＦＥＬＩＯＮ™ねじを採用した。また、実井戸を模擬する観点から、長さが、約４０フィート強のピン（Ｒａｎｇｅ－３の長さのピン）を使った。

[0046] そして、図２（ａ）は、ピンの全長をリグの上から吊る形式のクレーンで吊りながら、縦型のトングで締付けされる際のチャートである。

この図２（ａ）が、実際の井戸で往々に起こっている状況とみなすことができる。このトルク・ターン・チャートを、２つのフェーズに分けて解釈する。ボックスとピンのネジ山が完全に噛み合っていない状態での締付締戻しの領域を「フェーズ１」とする。ねじ同士が噛み合って定常的なトルクが立ち始めて、締付を応じてトルクが増加している領域を「フェーズ２」とする。

[0047] 図２（ａ）で注目すべきは、連続的にトルクが増えるポイント以前（図２（ａ）では回転数が６．３回転以下の領域：フェーズ１）には、トルクは原理的には立たないはずである。しかし、実際には、フェーズ１では、スパイク状のトルクが非規則に頻繁に立ち上げる傾向が見える点である。

これは、フェーズ１の領域で、ピンねじが、回転しながら、ボックスねじに不規則且つ局部的に、接触していることを示唆する。これが実際の井戸での締付で起こっている状況である。

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

[0048] ＜図３について＞

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

図３では、図２と同一外径・肉厚・ねじ種のピンを採用したが、ピンとして約１ｍ長の短尺ピンを採用したものである。この場合、短尺ピンの自重１００ｋｇ相当がボックスねじに掛かる状況になっている。

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

この図３（ａ）の条件は、従来のラボ試験での締付け時によく使う条件でもあり、手締めでねじが噛むまでセットした事例である。要は、図２の場合と比較すると、荷重が小さく（大荷重の影響がない）、かつ、初期のネジの振れ回りがない（偏荷重の影響がない）事例になっている。

[0049] 図３（ａ）では、図２（ａ）に比較して、横軸の単位が違う点に注意が必要である。

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

図３から分かるように、従来のラボ試験では、手締めでねじ同士が噛み合うまで締め付けた位置をパワートングによる締付けの初期位置としていることが多い。このため、ねじ同士が噛み合うまでのフェーズ１での挙動がない。このため、従来のラボ試験では、ねじが噛み合うまでに発生するはずの固体潤滑被膜の破壊が起こらない条件で（フェーズ１が無い条件で）、つまり、噛み合った後のフェーズ２だけの領域での締付け締戻しについてだけを評価する試験となる。

[0050] ＜図４について＞

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

図４（ａ）が図２の例、図４（ｂ）が図３の例になる。

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

[0051] ここで、多くの過去の文献は、締付け締戻し試験結果から判断すると、ねじが噛み合ってからの潤滑（図４（ｂ）、図３（ａ））を対象にしているように思料される。ねじ同士が噛み合った以降での潤滑、つまり、固体潤滑被膜そのものの潤滑特性の優劣になっていると思料される。このため、短尺ピンを使い、水平型トングや縦型トングを使って、ねじが噛み合う部分まで手締めでセットしてから、締付け締戻しているものと推定される。なお、締付け締戻し回数まで明記してある特許文献の中には、実際の井戸での締付で、小径サイズなら１０回は可能である表記もある。これは、短尺ピンでの評価でも実井戸でも評価でも、ありえる回数に見える。一方で、９－５／８”や１３－３／８”といった大径サイズでは、固体潤滑被膜に基づく締付け締戻しで、締付け締戻し回数が１５－２０回まで行けるという表記も散見される。しかし、これは、実際の井戸の締付け締戻しで、固体潤滑被膜を使った大径の事例においては、殆どありえない。

[0052] また、大径サイズの油井管ねじの方が、締付トルク値が概して高く、かつ、ボックスねじとピンねじとの遊び（がた）が多い。その分、ねじが十分に噛み合うまでに、固体潤滑被膜が、ある程度、破壊・剥離するのが不可避になる。また、試験の冒頭で、ピンねじを、ボックスねじにセットする段階で、ピンの重量が重い分、取り扱いが大変である。このため、ピンねじを、ボックスねじに不用意に当ててしまうことも、ある頻度で起こり、これも固体潤滑被膜を破壊、剥離させる。

そして、本実施形態は、実際の井戸の締付け締戻し状況を見据え、新たな

ラボ試験を考案し、その新たなラボ試験による評価も参照してなしたものである。

[0053] ここで、実際の井戸での締付け締戻しを模擬する適切な方法というのは、油井管ねじを、実際の井戸で締め付ける際に起こる締付挙動を模擬する方法である。これを使って、本開示のパラメータの上下限を確認し、好適な範囲を定める。油井管ねじの潤滑の評価は、実際の井戸で起こることを想定して決める必要がある。そのためには、実際の井戸で起こりうることを模擬して評価するか、実際の実長ピンを使った評価をするしかない。油井管ねじの締付け締戻しの工程は、２段階に分けて考えることができる。ボックスねじに、ピンねじを差し込んで、そのまま回すか、クロススレッドを避けるために、ある程度、ねじが噛むまで手で回す。しかし、ねじ同士が完全に噛み合っていないところからトルクが立つまで、つまり、ねじが十分に噛み合うまでの工程と、ねじが噛んでからの工程がある。前者は、通常の摩擦・摺動を考える状況ではあまり無い状況である。荷重が一定に掛からない後者は、普通に摩擦と言えば、汎用的に想定される状況である。前者では５～２５ｒｐｍでの締付け締戻しが行われ、トルクが立ってからは、１ｒｐｍ未満から高々３ｒｐｍ程度くらいしか回さない低速回転で締付け締戻しが行われる。実際の井戸では、ピンは上から吊るされてセットされるので、最大で、ピン自重が、ボックスねじに印加される状況になる。これを大荷重と呼ぶ。また、ピンは、遠くから見れば直立して締付け締戻し実行されるが、実際には、ねじのガタがある分、ねじ同士が十分に噛み合うまでは、偏心しながら締付け締戻しが実行される。これを偏荷重と呼ぶ。特に、ねじが噛み合わない領域では、固体潤滑被膜がダメージを受けやすく、一部が剥離したりする。このため、その剥離片が、ねじの間隙に詰まったり、焼き付いたりしないように、固体潤滑被膜自体を、固体潤滑剤、バインダー樹脂、及び、その他の規定によって設計する。

[0054] 上記のような、個々の構成要素について、好適な範囲を規定する。更に、その膜評価は、実際の井戸で起こりうる状況に則して、ガタ（あそび）と大

荷重印加条件を踏まえて、潤滑を評価し判定することによって、本発明を完成させた。

[0055] （構成）

本実施形態は、実際の石油／ガスに使用される油井管ねじにおける、締結面に形成した被膜構造及びその被膜構造を潤滑被膜として有するねじ継手に関する発明である。本実施形態は、ねじ継手の締結面に形成される固体潤滑被膜を備える潤滑被膜に特徴を有し、ねじ継手のねじ構造自体について特に限定はない。ねじ継手のねじ構造は、公知の若しくは新規のねじ構造を採用すればよい。

[0056] ＜油井管及び油井管ねじ継手＞

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

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

下記では、ボックスねじ（雌ねじ側）とピンねじ（雄ねじ側）を中心に説明を展開する。、油井管のＴ＆Ｃ（Ｔｈｒｅａｄｅｄ＆Ｃｏｕｐｌｅｄ）方式の継ぎ手も、インテグラル方式の継手も含むものとする。

[0057] ＜薬剤＞

以下、本実施形態における、固体潤滑被膜を形成するための薬剤について説明する。

本実施形態の薬剤は、マトリックス成分としてのバインダー樹脂に対し１又は２種類以上の固体潤滑剤が分散して構成される。

固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下である。固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートとは、例えば、固体潤滑剤の全重量の８０重量％以上、好ましくは９０重量％以上がメラミンシアヌレートとなってい

ることを指す。

[0058] 固体潤滑剤の全重量は、バインダー樹脂の全重量を１００重量部としたとき、１０重量部以上１００重量部以下である。

バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含む。このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含む。

ニトロセルロースの重量は、上記アルキド樹脂の重量の０．５倍以上３倍以下であることが好ましい。

[0059] 薬剤が含む溶剤は、ミネラルスピリット、芳香族類、アルコール類、エステル系溶剤、及びケトン系溶媒から選択した１種類又は２種類以上の材料からなる。芳香族類は、例えば、ミネラルスピリット、又はトルエン、キシレン、ナフサ、ベンゼン等である。アルコール類は、例えば、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノールなどである。エステル系溶剤は、例えば、酢酸ブチル、酢酸メチル、酢酸イソブチルなどである。ケトン系溶媒は、例えば、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノン、アセトンなどである。

[0060] 溶剤の重量は、例えば、固体潤滑剤の全重量とバインダー樹脂の全重量との合計重量の、２０％以上８０％以下である。

アルキド樹脂の油長は、例えば１０～６０である。

また、薬剤は、可塑剤を含んでいても良い。可塑剤は、例えば、ジブチルフタレート（ＤＢＰ）、ジメチルフタレート（ＤＭＰ）、及びジエチルフタレート（ＤＥＰ）から選択した１種類若しくは２種類以上の材料とする。

可塑剤は、含有する場合、例えば、ニトロセルロースの重量を１００重量部に対し、１０重量部以上２０重量部以下、含有する。

[0061] ＜油井管ねじの被膜構造＞

以下、本実施形態における、油井管ねじの被膜構造について説明する。

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

クス成分としてのバインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散して構成される。

固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下である。

バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含む。このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含む。

[0062] 固体潤滑剤の全重量が、上記バインダー樹脂の全重量を１００重量部に対し、１０重量部以上１００重量部以下であり、上記固体潤滑被膜の厚みが、１０μｍ以上１５０μｍ以下である。

潤滑被膜は、締結面と固体潤滑被膜との間に下地層１０Ｂを有していてもよい（図７（ｂ））。

下地層１０Ｂは、例えば、リン酸Ｍｎ化成処理膜、リン酸亜鉛化成処理膜、又はＣｕ、Ｓｎ、及びＺｎから選択した１種類以上の金属を含んだ電気めっき膜からなる。

固体潤滑被膜は、例えば、鉛筆硬度にて、２Ｂ以上の硬度を有する。

[0063] ＜油井管ねじ継手＞

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

又は、ボックス及びピンのうちの一方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成される。一方、ボックス及びピンのうちの他方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜よりも軟質の第２の固体潤滑被膜が形成されている。

[0064] 第２の固体潤滑被膜は、例えば、マトリックス成分としての第２のバインダー樹脂に対し、第２の固体潤滑剤が分散して構成される。第２のバインダー樹脂は、フッ素系有機化合物を主成分とする。第２の固体潤滑剤成分は、下記のＸ群の脂肪酸から選択した材料と下記のＹ群の金属元素から選択した材料を用いた、１種類若しくは２種類以上の化合物からなる。

・Ｘ群：ステアリン酸、イソステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－

ヒドロキシステアリン酸

・Ｙ群：Ｌｉ、Ｎａ、Ｍｇ、Ａｌ、Ｃａ、Ｚｎ、Ｂａ

第２の固体潤滑被膜を形成するための薬剤が有する溶剤は、例えば、下記のＺ群のフッ素溶剤が、溶剤成分重量のうち９０％以上を占める。

・Ｚ群：ＨＦＣ、ＨＦＥ、ＨＦＯ

第２の固体潤滑被膜は、鉛筆硬度が３Ｂ以下であることが好ましい。

[0065] ここで、発明者は、単純に、固体潤滑剤としてＭＣＡを選び、バインダー樹脂としてニトロセルロースとアルキド樹脂からなるバインダー樹脂を選んで、これらを主成分にして固体潤滑被膜を作ってみた。この場合、実際に締付け締戻し試験を行うと、焼き付くものと焼き付かないものが混在して、まったく予想のつかない事態になるとの知見を得た。つまり、公開された発明群を参照して、単に材料を組み合せただけでは、従来の潤滑コンパウンドが達成している潤滑を、実現できるわけでなかった。よって、過去発明を使って類推しても、良好な潤滑は再現できるとは限らなかった。

[0066] そして、本実施形態では、後述する、実際の井戸相当の条件での評価が可能な新たなラボ試験の評価方法を考え、その評価方法で試験を実施した。そして、その試験結果を参照しつつ、固体潤滑被膜について、より耐焼き付け性が向上し、実際の井戸での使用にも耐える固体潤滑被膜、及び、その薬剤、及び、油井管ねじ継手や金属材料まで拡張した範囲をカバーする、個々の薬剤の好適範囲を見出し、本発明を完成するに至った。

更に、詳細に説明する。

[0067] ＜固体潤滑被膜の基本構成と、及び、膜厚について＞

本実施形態の固体潤滑被膜は、ＭＣＡ（メラミン・シアヌレート）主体とした固体潤滑剤を、アルキド樹脂とニトロセルロースからなるバインダー樹脂に分散することから構成される。この組み合わせが好適であるのは、新たに考案した新たなラボ試験による、数多くの実験から導きだされたものである。

固体潤滑剤にＭＣＡを主体成分に選んだのは、次の理由である。すなわち

、高潤滑を得られる潤滑剤として優れ、かつ、多少の焼き付きがあって、局部的に高温になった場合でも、高潤滑を維持できるからである。締付け締戻しの際には、少なからず、ピンねじとボックスねじが互いに擦れ合って、摩擦熱を発することがあるが、その際にも、十分に潤滑を維持するためである。

[0068] アルキド樹脂とニトロセルロースからなるバインダー樹脂を選定したのは、次の理由からである。アルキド樹脂とニトロセルロースの選定は、いわゆる、ラッカー塗料からの技術の水平展開である。ラッカー塗料は、適切な油長のアルキド樹脂を選べば、常温常圧で熱処理がなくても、硬化できる特徴がある。このため、製膜が簡便にでき、かつ、重ね塗りも可能であるためである。更に、ラッカー塗料は、上述のＭＣＡを混入させても、特に問題ないからである。

[0069] バインダー樹脂は、なるべく硬質な膜を得ることが良い。望ましくは鉛筆硬度でＨＢ～２Ｈ程度の硬さである。また、バインダー樹脂は、少しずつ削れるような剥離ではなくて、大部分を持っていかれるような剥離（根こそぎ剥離）が発生しないように、脆さを克服しておく必要がある。

固体潤滑被膜の膜厚は、１０μｍは最低限製膜する必要がある。膜厚１０μｍ以上であれば、潤滑特性を維持し、かつ、防食性を維持することができる。膜厚の上限は、油井管ねじの種類、デザインによって、ボックスねじとピンねじの空隙が異なるので、一概には言いにくい。本実施形態では、例えば、１５０μｍを上限にした。多くの油井管ねじは、ねじ山同士の空隙が１００～２００μｍを目処に設計されているので、１５０μｍを上限規定とした。より好ましくは、膜厚は、１０～５０μｍが好ましい。

[0070] ここで、雄ネジ、雌ネジの山～谷の空隙は、上述のように１００～２００μｍのものがあるかもしれない。しかし、雄ネジ－雌ネジのスタビング・フランク間の空隙、及び、ロード・フランク間の空隙は、締める時と緩める時で、空隙も変わる。空隙が狭くなるときは、ほぼ密着という形態になる。よって、膜厚は、小さい方がよく、１０μｍ～５０μｍが好ましい範囲である

。しかしながら、これらの膜厚は、１回目の締付け前の、Ａｓ－ｆｏｒｍｅｄの状態での膜厚を意味する。締付け締戻す時には、バインダー樹脂が幾分か削れるということと、室温で塗った膜厚は、実際には、押し潰されて、薄い膜になる実態があるから、実際の井戸で想定している空隙以上の厚みがあっても、それが理由になって、焼き付きが起こるような問題は起きない。

[0071] ＜固体潤滑剤について＞

１種類若しくは２種類以上の固体潤滑剤を含有する。その固体潤滑剤のうち、メラミンシアヌレート（ＭＣＡ）が８０重量％以上含む。メラミンシアヌレートの平均粒子径は、０．１～１０．０μｍである。

本実施形態では、ＭＣＡを主体成分とした固体潤滑剤が、バインダー樹脂内で分散している。そして、固体潤滑剤の全重量を分母したときに、ＭＣＡが８０％占めること、及び、ＭＣＡの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下であることを、本開示の構成要素とした。これらの規定は、広い括りのＭＣＡでは、いつでも、高潤滑な状態を作り出せない。このため、油井管ねじの使用環境で、かつ、本開示で用いるバインダー樹脂である、エポキシ樹脂に分散したＭＣＡが、高潤滑性を達成するためには、この範囲で用いると最適で、著しく高潤滑性が見込めるという意味である。

[0072] ＭＣＡの平均粒子径は、細かいほどよい。なお、平均粒子径とは、レーザー回折・散乱法等によって求めた粒度分布における積算値５０％での粒径を意味したパラメータである。

より一層好適な範囲として、ＭＣＡの平均粒子径は、好ましくは、２μｍ以下である。平均粒子径が２μｍ以下でＭＣＡを選定した場合、ごくまれに、１０～２０μｍ程度の粗大なＭＣＡが含まれることがある。より好適な範囲を定めたのは、粗大なＭＣＡが混入することで、焼き付きが発生する懸念を解消するためである。

ＭＣＡを固体潤滑剤の８０重量％以上というのは、ＭＣＡが固体潤滑剤の主流を占めるという意味である。また、固体潤滑剤の全重量を母数としたときに、２０％未満程度のその他の固体潤滑剤を含んでいても、ＭＣＡ主体の

設計で、悪い影響がでないという意味で定義したものである。

[0073] 本開示においては、固体潤滑剤中のうちのＭＣＡの割合が多いほどよい。ＭＣＡに他の成分が混じることで、潤滑性が悪くなる場合もあるので、ＭＣＡ主体を扱える範囲として８０％以上とした。最大２０％未満で、混ぜることを想定できる他の固体潤滑剤としては、例えば、同じ白色調のＢＮや、潤滑性が優れるＰＴＦＥ等が考えられる。また、他の固体潤滑剤として、黒鉛、フッ化黒鉛、MoS_2、WS_2、マイカ、タルク等も例示できる。

また、オイル系物質を一種の固体潤滑剤として混ぜ込んでもよい。例えば、カルバナワックス、ＰＦＰＥ油（パーフルオロポリエーテル）、ＣＴＦＥ油（クロロトリフルオロエチレンの低重合体）等を混ぜてもよい。オイル系物質を混ぜ込むことで、ＭＣＡの潤滑が維持されるか、向上させることができる。

[0074] ＜バインダー樹脂成分＞

バインダー樹脂成分として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含み、この組み合わせが、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含む。好ましくは、ニトロセルロースが占める割合が、アルキド樹脂の重量に対して、０．５倍以上３倍以下である。

また、好ましくは、アルキド樹脂の油長が１０～６０である。

可塑剤として、例えば１種類若しくは２種類以上のフタル酸エステルを混入させてもよい。この場合、好ましくは、ニトロセルロースの重量を１００重量部としたときに、１０重量部以上２０重量部以下、フタル酸エステルを含有するとよい。なお、フタル酸エステルの候補として、ジブチルフタレート（ＤＢＰ）、ジメチルフタレート（ＤＭＰ）、ジエチルフタレート（ＤＥＰ）が例示できる。

[0075] 本実施形態では、バインダー樹脂の構成成分として、いわゆるニトロセルロースラッカーを使った。ニトロセルロースラッカーとは、相溶性のある、ニトロセルロースとアルキド樹脂を速乾性溶剤に溶かしたものである。それを塗布すると、塗布した表面で溶剤が飛んで、硬質の膜が得られる。ニトロ

セルロースラッカーによる膜は、硬い膜ではあるが、脆さを伴うので、ある程度柔軟性を持たせる必要がある。

アルキド樹脂を入れることで膜質を改善させる。この場合、ニトロセルロース成分重量に対して、アルキド樹脂が０．５倍以上３倍以下にする。０．５倍未満であると、脆い特性が際立つ。そして、油井管ねじの締付け締戻し時に、根こそぎ剥離が起きやすく、結果として焼き付きする傾向が高くなる。３倍を超えると、バインダー樹脂の膜に小さな割れが起きやすくなる。

[0076] 本実施形態では、薬剤を塗布したら、その薬剤が自然乾燥で膜化することを、主な使用状況として想定している。このため、アルキド樹脂の油長が１０以上６０未満であることが好ましい。１０未満である場合には、膜化するのに熱処理が必要になる。６０を超えると、粘性が高すぎて、刷毛塗りとかスプレー塗布時にダマになり、一様に塗れない可能性がある。また、油長が大きいことは、アルキド樹脂の強度を低下させることに直結するのでよくない。

また、上述ように、ニトロセルロースは硬いが脆さを伴う。このため、アルキド樹脂を混合して樹脂膜を作らせる。更に、脆さを克服するために、可塑剤として、１種類若しくは２種類以上のフタル酸エステルを混入させことが好ましい。可塑剤を、ニトロセルロースの重量を１００重量部としたときに、１０重量部以上２０重量部以下含有するとよい。この程度の含有であっても、表面の割れを極小化させることができる。

[0077] 一方で、ニトロセルロースは、紫外線に弱い特性を有する。このため、固体潤滑被膜をつけた面には、直接日光を当てないことが好ましい。したがって、固体潤滑被膜をボックスねじ側に形成するのが好ましい。ピンねじ側に本実施形態の固体潤滑被膜を適用する場合には、プロクテタをつけた状態で使うことが推奨される。

また、いずれの場合にせよ、紫外線防止のため、オキシベンゾン系の紫外線吸収能力を持つ薬剤を、ニトロセルロースの重量を１００重量部としたときに、５重量部以下の微量だけ入れることも許容される。

その他、薬剤全体の乾燥性と液粘度を調整、及び、固体潤滑被膜になった際の硬度調整するための添加物、及び、乾燥後に固体潤滑被膜中に残らない溶剤を含有してもよい。

[0078] ＜溶剤について＞

薬剤は、溶剤を含有する。

溶剤は、例えば、ミネラルスピリット、又はトルエン、キシレン、ナフサ、ベンゼン、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノールなどのアルコール類のうち、１種類か２種類以上からなる。

本実施形態では、塗布した薬剤の速乾性を意図している。このため、被膜成分（ニトロセルロース、アルキド樹脂、ＭＣＡ等）を、揮発性の高い有機溶剤に溶かすことが好ましい。ここでいう速乾性とは、５分程度の自然放置で、膜が硬化する性能を指す。状況によっては、膜形成時にエアーブロー等を併用してもよい。

溶媒の重量は、ニトロセルロースとアルキド樹脂を主成分にしてなるバインダー樹脂の全重量とＭＣＡを主成分にしてなる固体潤滑剤の全重量の合計重量に対し、２０％以上８０％以下であることが好ましい。８０％を超えると、薬液自体が薄くて塗布しがたくなり、かつ、乾燥時間もかかりすぎる。このため、使いにくいからである。また、２０％未満では、液の粘性が上がりすぎて、一様に塗布することが困難になる。

[0079] ＜固体潤滑剤と、バインダー樹脂の配合比率＞

バインダー樹脂の全重量を１００重量部においたときに、固体潤滑剤の全重量を、１０重量部以上１００重量部以下とする。ニトロセルロースとアルキド樹脂を主成分にしてなる全バインダー樹脂重量を１００重量部にしたときに、ＭＣＡを主成分にしてなる固体潤滑剤の規定を上記のようにする必要がある。

固体潤滑剤が１０重量部未満の場合、潤滑剤が少なすぎて、適切な潤滑が実現されずに、早々に焼き付きが起こる。逆に、固体潤滑剤が１００重量部を超える場合、固体潤滑剤が多すぎる。すなわち、ニトロセルロースとアル

キド樹脂からなるバインダー樹脂に、固体潤滑剤が埋め込まれる量が多すぎることによって、バインダー樹脂自体が脆くなってしまう。そして、締付け時に被膜の剥離が必要以上に多くなり、焼き付きの懸念が高まる。よって、上記範囲に調整する必要がある。

[0080] ＜固体潤滑被膜の膜硬度＞

上記の固体潤滑被膜が、鉛筆硬度にて、２Ｂ以上の硬質な硬度が好ましい。実際の井戸で固体潤滑被膜が受ける潤滑挙動を想定した場合、ねじが噛み合うまでの挙動時、つまり、ガタがある状態で、油井管ねじが締まる際に、固体潤滑被膜にダメージが発生しやすい傾向にある。しかし、膜質を硬くすることでダメージを極小化させる。具体的には、２Ｂ以上の硬質膜化で、固体潤滑被膜を削られないようにする。

本実施形態では、固体潤滑被膜を硬い膜とする。これによって、締付け時に根こそぎ破壊させないように、膜は脆くない膜質として潤滑を維持する。そのため、ニトロセルロースとアルキド樹脂を主成分にして、バインダー樹脂の硬度が、２Ｂ以上の硬質膜となるように調整すると良い。この硬さの調整は、上述のように、ニトロセルロースとアルキド樹脂の比率、ＭＣＡの粒径サイズ及び濃度により達成できる。

[0081] 鉛筆硬度評価は、ＪＩＳ Ｋ ５６００－５－４（１９９９）で規定して方法で測定するものとする。この規格は、「ＩＳＯ／ＤＩＳ １５１８４，Ｐａｉｎｔｓ ａｎｄ ｖａｒｎｉｓｈｅｓ － Ｄｅｔｅｒｍｉｎａｔｉｏｎ ｏｆ ｆｉｌｍ ｈａｒｄｎｅｓｓ ｂｙ ｐｅｎｃｉｌ ｔｅｓｔ」規格を翻訳したものであることが、ＪＩＳ規格に明記がある。しかし、鉛筆硬度の試験方法自体は、ＪＩＳ規格での規定に基づき評価した。また、膜硬度を、鉛筆硬度で評価した理由は、鉛筆硬度の試験方法が鉛筆での「ひっかき」評価であり、油井管ねじの雄ネジと雌ネジで、固体潤滑被膜が剥離する挙動に似た、「ひっかき」に起因する膜硬度評価方法ゆえである。塗膜等で使われることがある、押し込みに起因する膜硬度測定方法、ロックウエル、ビッカース、ショア、ヌープは、塗膜が薄く、かつ、下地に影響を受け

るので、本開示では鉛筆硬度を使った。

[0082] ＜その他の規定＞

固体潤滑被膜１０Ａは、下地鋼材（締結面）に直接形成させてもよい（図７（ａ）参照）。

又は、図７（ｂ）のように、下地層１０Ｂを形成した後に、固体潤滑被膜を形成させてもよい。このような下地層がある方が、固体潤滑被膜の密着性を高くすることができる。

下地層１０Ｂとしては、例えば、リン酸Ｍｎ化成処理膜、リン酸亜鉛化成処理膜、Ｃｕ、Ｓｎ、Ｚｎを少なくとも１種類以上の含んだ電気めっき膜が例示できる。

[0083] ＜対向する一つの締結面の片側だけに、上記の固体潤滑被膜を形成する場合＞

上記の固体潤滑被膜は、油井管ねじのピンねじ、ボックスねじの両方に形成させても、片方だけに形成させてもよい。

上記の固体潤滑被膜を片側だけに形成する場合、もう片方のねじの締結面は、切削のままでも、ショットブラスト肌でもよい。あるいは、もう片方のねじの締結面に、軟質の第２の固体潤滑被膜を形成させてもよい。

[0084] ［第２の固体潤滑被膜］

第２の固体潤滑被膜は、例えば、マトリックス成分としての第２のバインダー樹脂に対し、第２の固体潤滑剤が分散して構成される。

第２のバインダー樹脂は、フッ素系有機化合物を主成分とする。

第２の固体潤滑剤成分は、下記のＸ群の脂肪酸から選択した材料と下記のＹ群の金属元素から選択した材料を用いた、１種類若しくは２種類以上の化合物からなる。

・Ｘ群：ステアリン酸、イソステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸

・Ｙ群：Ｌｉ、Ｎａ、Ｍｇ、Ａｌ、Ｃａ、Ｚｎ、Ｂａ

第２の固体潤滑被膜を形成するための薬剤の溶剤は、例えば、下記のＺ群

のフッ素溶剤が、溶剤成分重量のうち９０％以上を占める。

・Ｚ群：ＨＦＣ、ＨＦＥ、ＨＦＯ

[0085] 第２の固体潤滑被膜は、３Ｂ以下の軟質であることが好ましい。前出の固体潤滑被膜は、鉛筆硬度で２Ｂ以上の硬質であるのに対して、第２の固体潤滑被膜がそれよりも軟質であることが好ましいのは、次の通りである。すなわち、硬い物同士の接触よりも、硬軟の膜との接触が、より好ましい摩擦を実現できる。具体的には、軟質膜が削られながら、固体潤滑剤が常に徐々に露出してきて供給されることが期待できるので、低摩擦が実現されやすいからである。

[0086] ＜潤滑特性の評価方法＞

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

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

[0087] ＜実際の井戸試験条件を模擬する試験方法（新たなラボ試験（重錘トング試験）について＞

本実施形態では、図２～４を使って説明したように、油井管ねじの潤滑で起こる現象を、ねじが噛み合う前（フェーズ１）とその後（フェーズ２）の２段階に分けて考えた。そして、最初（フェーズ１）の段階での締付け締戻し（潤滑）を踏まえた上で、２段階目（フェーズ２）の潤滑を含めて、ねじ

潤滑を総合的に評価する方法を考えた。

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

[0088] 上述のように、固体潤滑被膜の場合には、ねじが噛み合うまでの締付け等で被膜にダメージが避けられない。そして、剥離したものをベースにして、２次的な生成物ができる。これが、ねじ間隙に詰まってしまうと、焼き付きが発生してしまう。そのため、実際の井戸に即した条件で潤滑評価をしないと、実際には不合格のレベルの固体潤滑被膜のものまで、誤って合格として判定してしまう懸念がある。このような甘い評価に基づく場合、固体潤滑被膜に関わるパラメータの上下限の制限や、好適範囲の選定は意味がなくなってしまう。

つまり、固体潤滑被膜のダメージや剥離を前提にして、それらがベースとなって作り出す２次的な生成物、つまり再構成される「２次的な生成物」が、潤滑に影響を与えるかどうかまで配慮しないと、正確な固体潤滑被膜になりえない。本実施形態では、このような知見を加味した新たなラボ試験による評価を実行する。

[0089] なお、短尺ピンを使った水平型のパワートングでの評価や、短尺ピンを使った縦型のパワートングで評価（従来のラボ試験による評価）に頼ってしまうと、固体潤滑被膜の評価においては、意味がないということになる。過去の特許文献では、固体潤滑被膜に基づく潤滑試験において、９－５／８”や１３－３／８”といった大径サイズにおいても、締付け締戻し回数が１５－２０回まで行けるという表記も散見される。グリース状コンパウンドと比べて若干潤滑を劣る程度の結果となっているが、固体潤滑被膜においては、その回数は、実質的にありえない。これらは、従来のラボ試験でよく見られる

、短尺ピンを使って水平型か縦型のパワートングでの評価によるものと思われる。実際の井戸の締付け締戻しで、固体潤滑被膜を使った大径の事例においては、１５～２０回レベルものは滅多にありえない。

[0090] 本実施形態では、上記の新たなラボ試験の条件に基づき、図５に示す装置構成によって試験を行った。

新たなラボ試験では、締付け時の大荷重負荷と、締付け締戻しの時の偏荷重条件を実現可能な条件で、評価することを基本とする。例えば、実寸ピン相当の大荷重が継手部に負荷され、更に、ねじが締まっていく工程の場合における、ねじ同士が噛みあうまでのガタツキを考慮した。また、ねじが緩まる工程の場合には、ねじ同士の噛み合いがはずれてガタツキが生じる点を反映させた。

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

そして、短尺ねじ１とボックスねじ２が、ピンねじ部１ａとボックスねじ部２ａで締付けられる。

[0091] その際に、ねじ山が噛み合わない状況を模擬するために、初期の仮締付け位置を、ピンねじ山１ａが、ボックスねじ２から、ねじ山総数の半分が露出してみえているようにセットする（図２（ｂ）参照）。これがガタツキの起因のひとつとなる。その状態から締付を開始する。

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

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

[0092] 図５に例示する重錘３は、図６に示すように、重錘本体３Ａと差し込み棒１３とからなる。差し込み棒１３は、重錘本体３Ａの下面に対し溶接で接合

され、重錘３の軸対称位置に配置されている。その差し込み棒１３を、ピン１に遊挿状態で差し込みことで、重錘をピンに取り付ける。符号１ｃは、ピン１の内径面を示す。

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

重錘３の上部の軸中心位置に、自在鉤（Ｓｗｉｖｅｌ）式の引っ掛け１１を溶接でくっつけておいて、天井の吊り下げ装置２０に、吊り鎖２１を介して吊り下げた構造にする。これによって、吊り下げ装置２０による重錘の吊り上げ具合の調整によって、ピンに対する重錘の負荷の大きさを調整可能となる。

[0093] そして、締付ける際には、吊り鎖２１が緩んだ状態として、重錘荷重がボックスねじに掛かるようにして、５～２０ｒｐｍでトルクが立つまで締付ける（フェーズ１）。ここが、ガタツキのシミュレーションになっている。トルクが立ったら、回転速度を０．５～２ｒｐｍに落として、締付け位置まで締付けを実施する（フェーズ２）。

一方、緩める際（締戻す際）には、吊り下げ装置２０により重錘３を吊り上げて、重錘３の荷重を掛けない状態で締戻しを実施する。回転速度は、トルクが立っているところでは、回転速度を０．５～２ｒｐｍで緩め始めて、トルクが締付トルク値の１／１０程度まできたら、５～２０ｒｐｍの高速回転で緩める。

[0094] ここで、緩める際に荷重を掛けない方が、実際の井戸の環境に近い条件となる。これは、実験事実に基づき、重錘３の荷重を印加した場合、印加しない場合よりも、潤滑特性の評価が良好であったデータに基づく知見である。すなわち、発明者は、実際に実験を見て観察したところ、重錘が印加した状態で緩まると、重錘がバランサーになって、締付け完了位置から、ピンが真っ直ぐに、ガタツキもなく緩まるとの知見を得た。一方で、重錘を軽減した

場合、つまり、重錘荷重をゼロにするべく、荷重を吊り上げて試験した場合を想定する。この場合、荷重が完全にゼロにならないものを含めて、荷重を軽減してねじ継手を緩めた状況の方が、ガタツキ激しくて、固体潤滑被膜にダメージを与える傾向が強い条件で試験できるとの知見を得た。

[0095] 以上の条件による新たなラボ試験では、不可避的な剥離等でねじ間隙に放出されてしまう固体潤滑被膜由来成分からの２次生成物が、締付け締戻しに追随して動かずに、ある箇所に詰まって、焼き付きを引き起こす状況をシミュレーションすることができる。または、被膜自体が根こそぎ剥がれるほかの状況をシミュレーションすることができる。その結果、固体潤滑被膜に関わるパラメータの上下限を、実際の井戸条件に即したものとして規定することができる。締戻しが終わったら、ピンねじとボックスねじを切り離して、エアーブローで表面に存在する固体潤滑被膜由来の破片等を飛ばして、表面をチェックし、再度締付を継続する方法で評価を行った。

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

[0096] （効果）

本実施形態では、油井管ねじの固体潤滑被膜を使った潤滑の分野において、実際の井戸での締付に耐える高潤滑性と耐食性を同時に実現することができる。このとき、本実施形態は、固体潤滑剤の主成分をＭＣＡとし、バインダー樹脂成分の主成分を、ニトロセルロースとアルキド樹脂とすることを前提として、高潤滑性と耐食性について同時に実現を図るものである。

本実施形態の固体潤滑被膜は、従来から使われてきている、潤滑用のグリース状コンパウンド、保管用の防錆グリース状コンパウンドやオイル状防錆材に匹敵する、潤滑特性及び防食性を実現できる。

また、本実施形態では、固体潤滑被膜を構成するバインダー樹脂及び固体潤滑剤について、分子量についても規定することによって、従来のコンパウ

ンドを使わずに、従来の油井管ねじに匹敵する締め付け時の潤滑性能を得ることができる。

[0097] 本実施形態では、例えば、実際の井戸環境で起こりうるような実際の井戸相当条件を考慮した、締め付け時の潤滑性能を有する油井管ねじ継手が得られる。なお、実際の井戸相当条件とは、ボックスに対し上からピン重量が掛かり（大荷重）、軸心がずれることで斜めに荷重（偏荷重）が印加される、一様ではなく局部的に荷重が印加される局面が多い状況などの条件を指す。

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

[0098] （その他）

本開示は、次の構成も取り得る。

（１）油井管のねじ部に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散し、上記固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下であり、上記バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含み、このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含み、上記固体潤滑剤の全重量が、上記バインダー樹脂の全重量を１００重量部に対し、１０重量部以上１００重量部以下である。

[0099] （２）上記ニトロセルロースの重量は、上記アルキド樹脂の重量の０．５倍以上３倍以下である。

（３）溶剤を含み、上記溶剤は、ミネラルスピリット、芳香族類、アルコール類、エステル系溶剤、及びケトン系溶媒から選択した１種類又は２種類以上の材料からなり、上記溶剤の重量は、上記固体潤滑剤の全重量と上記バインダー樹脂の全重量との合計重量の、２０％以上８０％以下である。

（４）上記アルキド樹脂の油長が１０～６０である。

（５）ジブチルフタレート（ＤＢＰ）、ジメチルフタレート（ＤＭＰ）、及びジエチルフタレート（ＤＥＰ）から選択した１種類若しくは２種類以上

の材料を可塑剤として含有し、上記可塑剤は、上記ニトロセルロースの重量を１００重量部としたときに、１０重量部以上２０重量部以下、含有する。

[0100] （６）固体潤滑被膜を備える潤滑被膜がねじ部に形成された油井管であって、上記ボックス及び上記ピンのうちの少なくとも一方の部品のねじ部の締結面に、固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成され、上記固体潤滑被膜は、バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散して構成され、上記固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下であり、上記バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含み、このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含み、上記固体潤滑剤の全重量が、上記バインダー樹脂の全重量を１００重量部に対し、１０重量部以上１００重量部以下であり、上記の固体潤滑被膜（バインダー樹脂と固体潤滑剤と他添加物他からなる）の厚みが、１０μｍ以上１５０μｍ以下である。

[0101] （７）上記潤滑被膜は、上記ねじ部の締結面と固体潤滑被膜との間に下地層を有し、上記下地層は、リン酸Ｍｎ化成処理膜、リン酸亜鉛化成処理膜、又はＣｕ、Ｓｎ、及びＺｎから選択した１種類以上の金属を含んだ電気めっき膜からなる。

（８）上記固体潤滑被膜は、鉛筆硬度にて、２Ｂ以上の硬質な硬度を有する。

（９）雌ねじを有するボックスと雄ねじを有するピンとを連結した油井管ねじ継手であって、上記ボックス及び上記ピンのうちの少なくとも一方の油井管が、本開示の、上記潤滑被膜が形成された油井管からなる、油井管ねじ継手。

[0102] （１０）上記ボックス及び上記ピンのうちの一方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成され、上記ボックス及び上記ピンのうちの他方の部品のねじ部の締結面に、上記固体潤滑被膜よりも軟質の第２の固体潤滑被膜が形成されている。

（１１）上記第２の固体潤滑被膜は、第２のバインダー樹脂に対し第２の固体潤滑剤が分散して構成され、上記第２のバインダー樹脂は、フッ素系有機化合物を主成分とし、上記第２の固体潤滑剤は、下記のＸ群の脂肪酸から選択した材料と下記のＹ群の金属元素から選択した材料を用いた、１種類若しくは２種類以上の化合物からなる。

・Ｘ群：ステアリン酸、イソステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸

・Ｙ群：Ｌｉ、Ｎａ、Ｍｇ、Ａｌ、Ｃａ、Ｚｎ、Ｂａ

（１２）上記第２の固体潤滑被膜は、鉛筆硬度が３Ｂ以下である。

実施例

[0103] 次に、本実施形態に基づく実施例について説明する。

まず、締付け締戻し回数に基づく潤滑挙動の、合格判定基準について述べる。判定基準は次の通りである。ケーシングサイズは、３回以上の締付け締戻しを合格として、５回できたものは、より優れたものとして判定した。チュービングサイズは、５回以上を合格として判定し、１０回以上のものを更に優れたものとして評価した。ケーシングサイズの規定は、ＩＳＯ１３６７９の規定に沿ったものである。一方、チュービングは、ＩＳＯ１３６７９の規定よりも低い５回以上から合格と見なした。固体潤滑被膜がゆえに、従来のグリース状のコンパウンドを使った潤滑と比べて、締付け締戻し回数は悪くなる傾向は明らかであり、このことは石油ガス業界でも認識されつつあるからである。上述したように、単に短尺ピンを使って、ねじが噛みあうところから締付け締戻し試験すれば、ＩＳＯ１３６７９の規定は簡単な目標であろうが、本開示は、実際に井戸で起こりうる条件に近いものとして、大荷重と偏荷重の条件下で、かつ、ねじ山が噛み合わないガタのある条件を模擬するべく、新たなラボ試験（重錘トング試験）で評価しているので、この基準にした。

[0104] 重錘トングでの印加荷重は、９－５／８”が実寸１本分の１ｔｏｎ負荷として、重錘１ｔｏｎ負荷を用いて行った。そして、重錘をピンねじの上部に

取り付けて実施した。

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

すなわち、本実施例は、図５、図６で示した装置で実施した。

[0105] また、締付け時には、重錘の荷重が負荷されるようにした。一方、締戻し時には、重錘の荷重が負荷されないように工夫した状態で試験を実施した。もし、締戻し時に、荷重負荷で試験をすると、短尺ピンと重錘を一体化したピンを使った場合には、実際の井戸の実寸ピンとは違って、締付け位置から、重錘と一体化した短尺ピンが真っ直ぐ上がってくる。重錘がバランサーになっているため、ガタツキが起きない。実際の井戸で採用されているピンでは、長いために微妙に撓んでいる。このため、ピンが、徐々に暴れて、ねじ山が噛み合わなくなるにつれて、ガタツキが起きて、固体潤滑被膜を破壊する傾向が高くなる。

[0106] よって、重錘トングを使った潤滑評価では、締戻し時に、荷重を掛けずに実施して、ねじ山が噛まなくなる状況に近くなると、連動して起こるガタツキを模擬した。また、荷重を掛けないことは、必ずしも荷重がゼロであることを意味しない。天井クレーン等で、重錘を吊り上げ勝手で試験して、荷重を掛けないようにした。なお、重錘トングを使った締付け締戻し回数を確認する試験は、２回以上実施した。そして、回数が合格基準に達成しているかどうか、その達成数が試験点数に対して、どれくらいかで比較評価して、パラメータの可否判断を行った。

[0107] （実施例１）

実施例１は、重錘トングを使った潤滑特性評価について説明する。

表１～表４に、各実施例の条件及び評価結果について記載する。なお、固体潤滑被膜をコーティング膜とも呼ぶ。また、第２の固体潤滑被膜を、軟質の膜のコーティング膜とも呼ぶ。

[0108]

[表1]

	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	固体潤滑被膜を形成側	下地膜および下地処理	固体潤滑剤		全固体重量和に、全バインダー樹脂の重量比	バインダー樹脂（アルキド＋ニトロセルロース）			溶剤	
							MCAの分率 他潤滑剤の分率	MCAの平均粒子径 (μm)	※全バインダ樹脂の総重量を100重量部とした時	全バインダ樹脂に対する割合(%)	ニトロセルロース/アルキド樹脂の重量比	アルキド樹脂の油長	薬剤種	膜になる前の固体潤滑剤とバインダー樹脂の合計重量に対して調合割合(%)
1	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	40pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	-								
2	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	40pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	-								
3	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	40pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	-								
4	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	40pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	-								
5	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	40pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	-								
6	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	40pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	-								
7	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	40pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	ショットブラスト								
8	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	40pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	ショットブラスト								

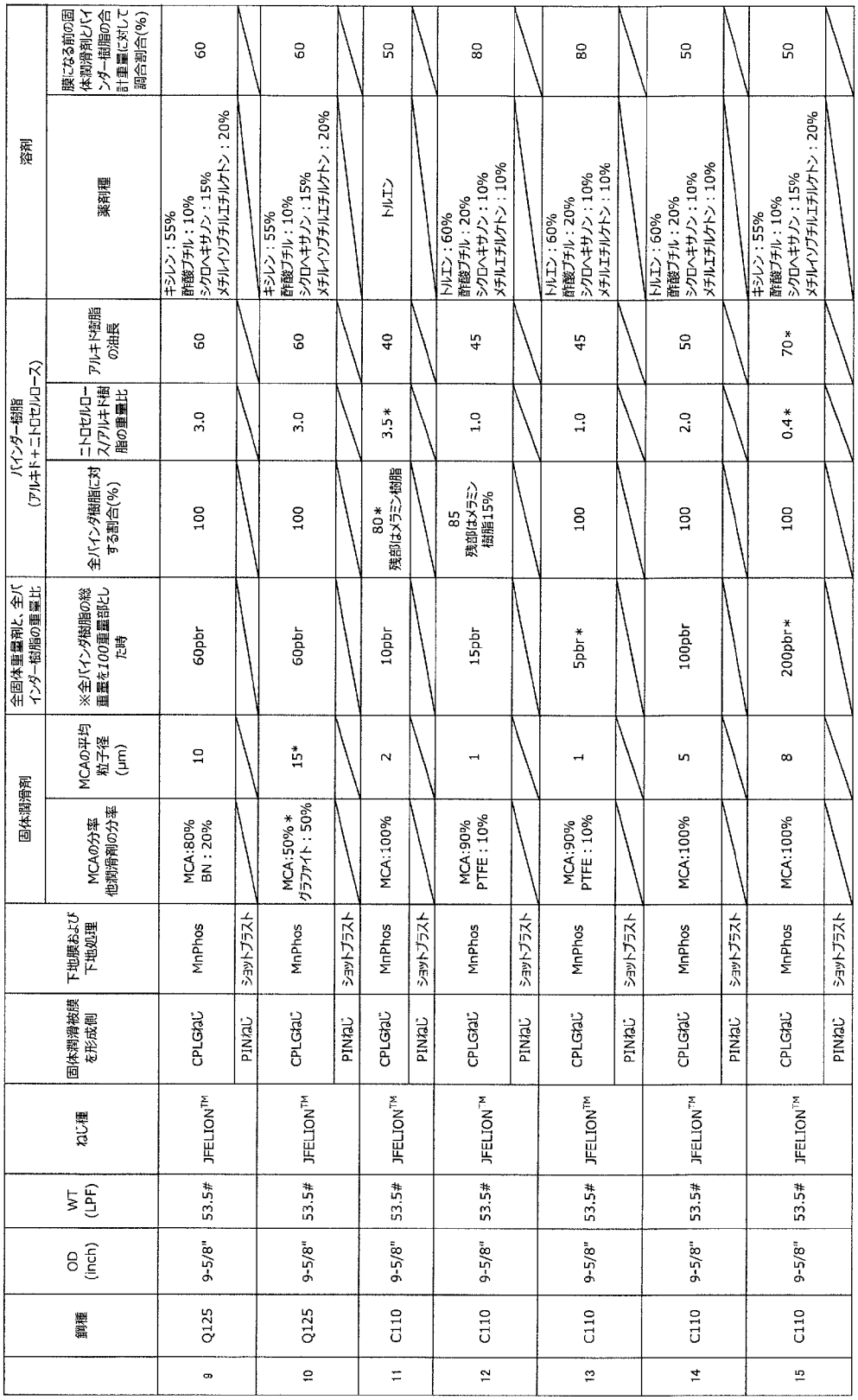
[0109]

[表2]

	その他添加物		軟質の膜のコーティング膜	軟質の膜のコーティング膜	軟質の膜の溶剤	軟質の膜のコーティング膜	固体潤滑被膜の膜厚(μm)	膜硬度(鉛筆硬度)	Make/break回数		備考
	可塑剤(ニトロセルロース重量を100重量部とした時)	他添加物	X群材料	Y群材料	Z群材料				実験装置	M/B回数	
1	ゼロ	ゼロ					45	2H	水平型トング(荷重印加なし)(軸調整してあるので、ガタでない)	≧10回	比較参照例 本発明例
2	ゼロ	ゼロ					45	2H	縦型トング(荷重印加なし)	7回	比較参照例 本発明例
3	ゼロ	ゼロ					45	2H	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	4回 3回	本発明例
4	ゼロ	ゼロ					45	2H	横縦井戸 Range-3のパイプ使用 (実長ピン1本、約1tonが水ッスタルに印加される)	3回 3回 4回	本発明例
5	ゼロ	ゼロ					170＊	2H	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	1回 2回	比較例
6	ジエチルフタレート(DEP):10ppr	ゼロ					45	H	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	≧5回 4回	本発明例
7	ジエチルフタレート(DEP):10ppr	ゼロ	ステアリン酸	Na	HFE	15μm	15	H 5B	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	≧5回 ≧5回 ≧5回	本発明例
8	ジエチルフタレート(DEP):10ppr	ゼロ	ステアリン酸	Na	HFE	15μm	150 15	H 5B	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	3回 3回	本発明例

[0110]

[表3]



	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	固体潤滑被膜を形成側	下地膜および下地処理	固体潤滑剤		全固体重量剤に、全バインダー樹脂の重量比	バインダー樹脂（アルキド＋ニトロセルロース）			溶剤	
							MCAの分率 他潤滑剤の分率	MCAの平均粒子径 (μm)	※全バインダ樹脂の総重量を100重量部とした時	全バインダ樹脂に対する割合(%)	ニトロセルロース/アルキド樹脂の重量比	アルキド樹脂の油長	薬剤種	膜になる前の固体潤滑剤とバインダー樹脂の合計重量に対して調合割合(%)
9	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:80% BN：20%	10	60pbr	100	3.0	60	キシレン：55% 酢酸ブチル：10% シクロヘキサノン：15% メチルイソブチルエチルケトン：20%	60
					PINtaC	ショットブラスト								
10	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:50%＊ グラファイト：50%	15*	60pbr	100	3.0	60	キシレン：55% 酢酸ブチル：10% シクロヘキサノン：15% メチルイソブチルエチルケトン：20%	60
					PINtaC	ショットブラスト								
11	C110	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	2	10pbr	80＊ 残部はメラミン樹脂	3.5＊	40	トルエン	50
					PINtaC	ショットブラスト								
12	C110	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:90% PTFE：10%	1	15pbr	85 残部はメラミン樹脂15%	1.0	45	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	80
					PINtaC	ショットブラスト								
13	C110	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:90% PTFE：10%	1	5pbr＊	100	1.0	45	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	80
					PINtaC	ショットブラスト								
14	C110	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	5	100pbr	100	2.0	50	トルエン：60% 酢酸ブチル：20% シクロヘキサノン：10% メチルエチルケトン：10%	50
					PINtaC	ショットブラスト								
15	C110	9-5/8"	53.5#	JFELION™	CPLGtaC	MnPhos	MCA:100%	8	200pbr＊	100	0.4＊	70＊	キシレン：55% 酢酸ブチル：10% シクロヘキサノン：15% メチルイソブチルエチルケトン：20%	50
					PINtaC	ショットブラスト								

[0111]

[表4]

	その他添加物		軟質の膜のコーティング膜	軟質の膜のコーティング膜	軟質の膜の溶剤	軟質の膜のコーティング膜	固体潤滑被膜の膜厚(μm)	膜硬度(鉛筆硬度)	Make/break回数		備考
	可塑剤(ニトロセルロース重量を100重量部とした時)	他添加物	X群材料	Y群材料	Z群材料				実験装置	M/B回数	
9	ジブチルフタレート(DBP):5pbr	ゼロ					45	3H	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	3回 ≧5回 4回	本発明例
		ステアリン酸		Na	HFE	20μm	15	5B			
10	ジブチルフタレート(DBP):5pbr	ゼロ					50	3H	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	1回 0回 2回	比較例
11							65	6H	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	2回 ≧5回 2回	比較例
12	ジブチルフタレート(DBP)	5pbr					70	2H	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	≧5回 ≧5回	本発明例
		ステアリン酸		Ca, Ba	HFE	20μm		5B			
13	ジブチルフタレート(DBP)	5pbr					70	2H	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	3回 1回 1回	比較例
		ステアリン酸		Ca, Ba	HFE	20μm		5B			
14	ジメチルフタレート(DMP)	20pbr					45	F	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	≧5回 ≧5回 4回	本発明例
		ステアリン酸		Ca, Ba	HFE	20μm		5B			
15	ジメチルフタレート(DMP)	20pbr					45	B	重錘トング 1ton (実長ピン1本当の荷重を印加した縦トング)	3回 2回 2回	比較例
		ステアリン酸		Na,Ca	HFE	20μm		4B			

[0112] Ｎｏ．１～１０は、炭素鋼高強度グレードの材料：Ｑ１２５を用いた。Ｎｏ．１１～１５は、炭素鋼耐サワーグレードの材料Ｃ１１０を用いた。また、全ての例は、サイズが９－５／８” ５３．５＃の油井管カップリングねじとピンねじを使った事例である。また、ねじ種は、ＪＦＥＬＩＯＮ™である。

[0113] ＜Ｎｏ．１～１０＞

［Ｎｏ．１～Ｎｏ．４］

Ｎｏ．１～Ｎｏ．４の事例は、評価するパワートングの違いに関する比較評価結果である。Ｎｏ．１～Ｎｏ．３の事例はすべて、材料のパラメータは好適な範囲にあって、同じ条件である。但し、トングによる締付け締戻しの条件だけが違う。

Ｎｏ．１が水平型トング、Ｎｏ．２が単なる縦型トング、Ｎｏ．３が、縦型トングを用いるが、重錘をつけた新たなラボ試験に基づく試験（以下、重錘トング試験ともいう）を採用した。また、Ｎｏ.４は、模擬井戸で、Ｒａｎｇｅ－３のパイプ（１２ｍ強、約４０ｆｔ強）を使った締付け締戻し試験の結果に相当する。

[0114] Ｎｏ．１は、１０回以上締付け締戻しできた事例である（１０回で打ち止め）。Ｎｏ．２では締付け締戻しが７回までであった。Ｎｏ．３では、２回実施して、３回と４回の締付け締戻し回数できたことを示している。また、Ｎｏ．４では、３回実施して、３回、３回、４回の締付回数ができたことを示している。

Ｎｏ．１では、カップリングねじに短尺ピンねじの自重は掛からない。同時に、Ｎｏ．１では、軸調整もされているので、ねじのガタに基づく偏荷重も掛からない。

一方で、Ｎｏ．２では、短尺ピン１本の自重が、カップリングねじ山に印加される状態での試験になっている。なお、本件のサイズなら、１ｍの短尺ピンで、自重が約１００ｋｇである。

[0115] Ｎｏ．３では、実寸ピン１本分の１トンが印加された状態での模擬である。かつ、Ｎｏ．３では、上述のように、ピンのセット位置が、意図的に、半分程度のピンねじ山がカップリングねじに対して露出するように半締めの状態から、締付けが始まる。この結果、実際の井戸で起こっているような、ねじ同士が噛み合わないで、ガタがある状態である。つまり、固体潤滑被膜がダメージを受ける状態を模擬した締付け締戻し条件になっている。

Ｎｏ．４は実際の井戸での締付条件に酷似する条件での締付締戻し条件に

相当する。

Ｎｏ．３，Ｎｏ．４は本発明例に該当する。

[0116] Ｎｏ．１，２は、締付け締戻し回数が合格ラインを超えているが、比較参照例である。Ｎｏ．３、４は、その結果により、本発明例と言える例にあたる。

Ｎｏ．１やＮｏ．２が意味するところは、実際の井戸に近い、重錘トングで評価して、本開示で規定するパラメータの上下限を説明しないと、甘めの評価になってしまうことである。つまり、今まで、数々の特許文献で用いられてきた、これらの方法では、固体潤滑被膜の評価では、甘めの評価になってしまう。このため、従来のラボ試験では、評価手法として、そぐわないということを示唆する。また、重錘トングの試験方法で、実際の井戸での状況を模擬できることも意味する。

[0117] ここで、この実施例の中には組み込んでいない参照実験（表に記載していない事例）として、Ｎｏ．１～Ｎｏ．４と同じトング条件で、従来から広く行われてきている、次の井戸実験も実行した。すなわち、カップリングねじに、リン酸Ｍｎ被膜が形成され、ピンねじに、ショットブラスト肌において、Ｂｅｓｔ－Ｏ－Ｌｉｆｅ社のＢＯＬ－７２７３３というＡＰＩ－ｍｏｄグレードの、グリース状のコンパウンドを塗って締付け締戻し試験を行った。この場合、いずれも５回以上の締付け締戻し回数が確認でき、差が見いだせなかった。これらは、ねじの締付け締戻し時に連動して、グリース状コンパウンドが動くので、固体潤滑被膜ほどには、評価する試験方法の条件（評価するトング条件）に影響を受けないことを示している。

このように、固体潤滑被膜のパラメータの意義を証明する試験は、実際の井戸か、模擬井戸試験か、新たなラボ試験（重錘トング試験）で行う必要があるということが分かった。

[0118] ［Ｎｏ．５～Ｎｏ．８］

Ｎｏ．５～Ｎｏ．８は、ほぼ同一条件で比較した例である。この事例は、主に固体潤滑被膜の膜厚を変えた検討、ショットブラストの有無、可塑剤有

無、ピンねじ側の別種固体潤滑膜の有無の検討のためである。

Ｎｏ．５は、膜厚が本開示の上限を超えた事例で、それ以外のパラメータは好適な範囲の事例である。Ｎｏ．５は、膜が厚かったために、締付け締戻し時に、ダメージを受けた固体潤滑被膜由来のものが、ねじ間隙に閉塞してしまって、早期に焼付いてしまった事例である。

Ｎｏ．６は、膜厚が好適範囲であり、更に、可塑剤を加えた事例である。Ｎｏ．５は、鉛筆硬度が１ランク軟らかくなったが、規定以上の締付け締戻しができ、本発明例に該当する。

[0119] Ｎｏ．７は、Ｎｏ．６の同一条件のカップリングねじ上の固体潤滑被膜を有し、ピンねじ側に軟質の膜を形成した状態での本発明例である。本開示に合わせＭＣＡ主体の固体潤滑剤にして、ニトロセルロースとアルキド樹脂を本開示の範囲に調合させた膜が形成されたねじとし、相対する相手材側のねじ面に軟質の固体潤滑被膜をつけると、一層、締付け締戻し回数が増加し、つまり、潤滑特性が改善することが明らかである。

Ｎｏ．８は、固体潤滑被膜の膜厚を上限の１５０μｍにした例で、本発明例である。

Ｎｏ．５の膜厚１７０μｍでは、３回未満の締付け締戻ししかできなかったが、Ｎｏ．８は、締付け締戻し回数が合格レベルを実現している。膜厚の上限が１５０μｍであることを示している。

[0120] ［Ｎｏ．９、１０］

Ｎｏ．９の事例は、固体潤滑に８０重量％ＭＣＡと、２０重量％のＢＮからなる固体潤滑剤の事例である。Ｎｏ．９の事例は、パラメータはすべて好適な範囲であり、本発明例に該当する。

Ｎｏ．１０の事例は、固体潤滑剤の中でＭＣＡが占める割合が、開示の規定の範囲より少なくすると共に、ＭＣＡの平均粒子径が開示の規定の範囲を超えて大きい事例である。Ｎｏ．１０の事例は、その他の規定は好適範囲ではあったが、締付け締戻し試験に早々に焼付いた事例であり、比較例に該当する。

[0121] ＜Ｎｏ．１１～１５＞

Ｎｏ．１２とＮｏ．１４は、好適な範囲で成分調整されていて、発明例に該当する。

一方、Ｎｏ．１１、１３、１５は比較例に該当する。

Ｎｏ．１１は、ニトロセルロースとアルキドのバインダー樹脂の構成要素に加えて、２０％メラミン樹脂を入れ、かつ、ニトロセルロースが規定を超えて多く配合されている事例である。この条件も原因のひとつとなって、Ｎｏ．１１は、膜質が、脆くなってしまった事例である。Ｎｏ．１１では、締付け締戻し回数が５回を超えるものも一例だけあったが、残りの２例は、３回に満たずに、比較例になった事例である。

Ｎｏ．１３は、固体潤滑剤が、バインダー樹脂に対して少なすぎるために、潤滑が維持できずに、焼き付いた事例である。

逆に、Ｎｏ．１５は、固体潤滑剤が、開示の規定の範囲を超えて配合された事例であり、ニトロセルロースの配合比も規定よりも低くなり、かつ、アルキド樹脂の油長が規定を超えて大きい事例である。そして、Ｎｏ．１５は、締付け締戻し回数が規定に到達できなかった事例である。

[0122] パラメータが本開示の規定範囲であったＮｏ．１２とＮｏ．１４は、Ｎｏ．１１、１３、１５よりも、締付け締戻し回数が多かった。

Ｎｏ．１～１５を比較することによって、メラミンシアヌレートの平均粒子径は、０．１μｍ以上１０．０μｍ以下が必須案件であることが示された。また、バインダー樹脂の「アルキド樹脂とニトロセルロース」の成分重量が全バインダー樹脂成分重量に対して８５重量％以上が必須案件であることが示された。また、固体潤滑剤の全重量が、バインダー樹脂の全重量を１００重量部とした時に、１０重量部以上１００重量部以下が必須案件であることが示された。更に、固体潤滑被膜の厚みが、１０μｍ以上１５０μｍ以下が必達案件であることが示された。

[0123] （実施例２）

実施例１の例のうち、数例を選んで塩水噴霧試験をして、耐食性を確認し

た。

実施例１で示した事例のうち、Ｎｏ．３、６、１４の炭素鋼ベースの油井管ねじ条件からピックアップして、塩水噴霧を行った。

材料は、この塩水噴霧試験のために、カップリングサンプルに新規に製膜した。

また、比較例として、ＳＰＣＣ（通常の一般軟鋼の薄鋼板・冷延焼鈍板）の厚さ０．８ｍｍｔも使って実施した（条件Ａ）。

[0124] 油井管ねじ材料は、カップリングねじの両端に対して、プロクテタで１回締付け締戻しを行い、そのままの状態（Ｎｏ．３－２、６－２、１４－２）と、及び、再度プロテクタを取り付けて（２回目の締付に相当：Ｎｏ．３－３、６－３、１４－３）とを採用した。そして、各サンプルを横に並べて。つまり、サンプルを立てないで並べて、塩水噴霧試験を実行することで、腐食試験を行った。

このとき、ピンねじは、ねじ山だけのサンプルにして、ねじのある側には、プロクテタで１回締付け締戻しを行った。再度プロテクタを取り付けてない外側は、イミドテープを貼って、パイプ内部に水が入らないように保護した。

[0125] 詳細の条件は以下の通りである。すなわち、Ｎｏ．３－２，３－３、Ｎｏ．６－２，６－３、Ｎｏ．１４－２，１４－３の固体潤滑被膜の条件は、実施例１のＮｏ．３、６、１４と同じものに相当する。

この試験方法の意義は、油井管ねじは、プロテクタで端部を締め付けられてから出荷され、そのまま井戸近くのヤードで保管されることが多い。それは、実際の使用条件に近い環境であるからである。プロテクタを取り付けない条件は、プロテクタを外した時の更に苛酷な条件の意味である。ＳＰＣＣ薄板の事例は、プロテクタで締付け締戻しをしない事例で、膜自体の耐食性をねじ形状で見るものである。

[0126] ＜塩水噴霧条件＞

噴霧条件：ＪＩＳ　Ｋ　５６００－７－１

塩水濃度：５±０．５ｗｔ％

温度：３５℃

湿度：９８～９９％

噴霧量：１－２ｍＬ／ｈｒ　／８０ｃｍ^2

ｐＨ：６．５～７．２

時間：２４ｈｒ

結果を表５に示す。

[0127]

[表5]

No.	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	固体潤滑被膜の条件	塩水噴霧前の処理	塩水噴霧でのサンプル状況	腐食結果	備考
A	SPCC	75mm X 150mm X t0.8mm		(薄鋼板)	実施例1－No.3と同一条件のカップリングねじ膜側の固体潤滑被膜	なし (裏面全面：イミドテープ) (評価側の端面から10mmにイミドテープあり)	斜め立て掛け (塩どのクシ状治具にセット)	腐食なし	比較参照例
3-2	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™ CPLGtaC	実施例1－No.3と同一条件のカップリングねじ膜側の固体潤滑被膜	プロテクタで、1回のMake/Break	そのまま、塩水噴霧装置に横置き（立てないという意味）	腐食なし	本発明例
3-3	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™ CPLGtaC	実施例1－No.3と同一条件のカップリングねじ膜側の固体潤滑被膜	プロテクタで、1回のMake/Break	今一度プロテクタをつけて、塩水噴霧装置に横置き（立てないという意味）	腐食なし	本発明例
6-2	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™ CPLGtaC	実施例1－No.5のカップリングねじ膜側の固体潤滑被膜	プロテクタで、1回のMake/Break	そのまま、塩水噴霧装置に横置き（立てないという意味）	腐食なし	本発明例
6-3	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™ CPLGtaC	実施例1－No.5のカップリングねじ膜側の固体潤滑被膜	プロテクタで、1回のMake/Break	今一度プロテクタをつけて、塩水噴霧装置に横置き（立てないという意味）	腐食なし	本発明例
14-2	C110	9-5/8"	53.5#	JFELION™ CPLGtaC	実施例1－No.13のカップリングねじ膜側の固体潤滑被膜	プロテクタで、1回のMake/Break	そのまま、塩水噴霧装置に横置き（立てないという意味）	腐食なし	本発明例
14-3	C110	9-5/8"	53.5#	JFELION™ CPLGtaC	実施例1－No.13のカップリングねじ膜側の固体潤滑被膜	プロテクタで、1回のMake/Break	今一度プロテクタをつけて、塩水噴霧装置に横置き（立てないという意味）	腐食なし	本発明例

[0128] 表５から分かるように、比較事例のＮｏ．Ａを含み、Ｎｏ．３－２，３－

３、Ｎｏ．６－２，６－３、Ｎｏ．１４－２，１４－３は、いずれも塩水噴霧において、腐食せず、十分な耐食性を有することが分かった。

膜質がＦ以上で硬く、プロテクタで、締付け締戻ししても、致命的なダメージを受けない。かつ、ＭＣＡ、ニトロセルロース、アルキドの主要成分が撥水性であり、水を呼び込まないことも大きいと推定される。

[0129] ここで、本願が優先権を主張する、日本国特許出願２０２１－９１４６４（２０２１年０５月３１日出願）の全内容は、参照により本開示の一部をなす。ここでは、限られた数の実施形態を参照しながら説明したが、権利範囲はそれらに限定されるものではなく、上記の開示に基づく各実施形態の改変は当業者にとって自明なことである。

符号の説明

[0130] １ ピン

１ａ 雄ねじ

２ ボックス（カップリング）

２ａ 雌ねじ

３ 重錘

３Ａ 重錘本体

４ パワートング

１０Ａ 固体潤滑被膜

１０Ｂ 下地層

１２ 貫き棒

１３ 差込棒

２０ 吊り上げ装置（クレーン）

２１ チェーン（吊り索）

請求の範囲

[請求項1] 油井管のねじ部に固体潤滑被膜を形成するための薬剤であって、

バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散し、

上記固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下であり、

上記バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含み、このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含み、

上記固体潤滑剤の全重量が、上記バインダー樹脂の全重量を１００重量部に対し、１０重量部以上１００重量部以下である、

ことを特徴とする薬剤。

[請求項2] 上記ニトロセルロースの重量は、上記アルキド樹脂の重量の０．５倍以上３倍以下である、ことを特徴とする請求項１に記載した薬剤。

[請求項3] 溶剤を含み、

上記溶剤は、ミネラルスピリット、芳香族類、アルコール類、エステル系溶剤、及びケトン系溶媒から選択した１種類又は２種類以上の材料からなり、

上記溶剤の重量は、上記固体潤滑剤の全重量と上記バインダー樹脂の全重量との合計重量の、２０％以上８０％以下である、

ことを特徴とする請求項１又は請求項２に記載した薬剤。

[請求項4] 上記アルキド樹脂の油長が１０～６０である、ことを特徴とする請求項１～請求項３のいずれか１項に記載した薬剤。

[請求項5] ジブチルフタレート（ＤＢＰ）、ジメチルフタレート（ＤＭＰ）、及びジエチルフタレート（ＤＥＰ）から選択した１種類若しくは２種類以上の材料を可塑剤として含有し、

上記可塑剤は、上記ニトロセルロースの重量を１００重量部としたときに、１０重量部以上２０重量部以下、含有する、

ことを特徴とする請求項１～請求項４のいずれか１項に記載した薬剤。

[請求項6] 固体潤滑被膜を備える潤滑被膜がねじ部に形成された油井管であって、

上記固体潤滑被膜は、バインダー樹脂に対し固体潤滑剤が分散して構成され、

上記固体潤滑剤の主成分がメラミンシアヌレートであり、そのメラミンシアヌレートの平均粒子径が０．１μｍ以上１０．０μｍ以下であり、

上記バインダー樹脂として、アルキド樹脂とニトロセルロースを含み、このアルキド樹脂とニトロセルロースを、全バインダー樹脂成分重量の８５重量％以上を含み、

上記固体潤滑剤の全重量が、上記バインダー樹脂の全重量を１００重量部に対し、１０重量部以上１００重量部以下で、

上記固体潤滑被膜の厚みが、１０μｍ以上１５０μｍ以下である、

ことを特徴とする油井管。

[請求項7] 上記潤滑被膜は、上記ねじ部の締結面と固体潤滑被膜との間に下地層を有し、

上記下地層は、リン酸Ｍｎ化成処理膜、リン酸亜鉛化成処理膜、又はＣｕ、Ｓｎ、及びＺｎから選択した１種類以上の金属を含んだ電気めっき膜からなる、

ことを特徴とする請求項６に記載した油井管。

[請求項8] 上記固体潤滑被膜は、鉛筆硬度にて、２Ｂ以上の硬度を有する、

ことを特徴とする請求項６又は請求項７に記載した油井管。

[請求項9] 雌ねじを有するボックスと雄ねじを有するピンとを連結した油井管ねじ継手であって、

上記ボックス及び上記ピンのうちの少なくとも一方の油井管が、請求項６～請求項８のいずれか１項に記載した、上記潤滑被膜が形成さ

れた油井管からなる、

ことを特徴とする油井管ねじ継手。

[請求項10] 上記ボックス及び上記ピンのうちの一方の部品のねじ部に、上記固体潤滑被膜を備える潤滑被膜が形成され、

上記ボックス及び上記ピンのうちの他方の部品のねじ部に、上記固体潤滑被膜よりも軟質の第２の固体潤滑被膜が形成されている、

ことを特徴とする請求項９に記載した油井管ねじ継手。

[請求項11] 上記第２の固体潤滑被膜は、第２のバインダー樹脂に対し第２の固体潤滑剤が分散して構成され、

上記第２のバインダー樹脂は、フッ素系有機化合物を主成分とし、

上記第２の固体潤滑剤は、下記のＸ群の脂肪酸から選択した材料と下記のＹ群の金属元素から選択した材料を用いた、１種類若しくは２種類以上の化合物からなる、

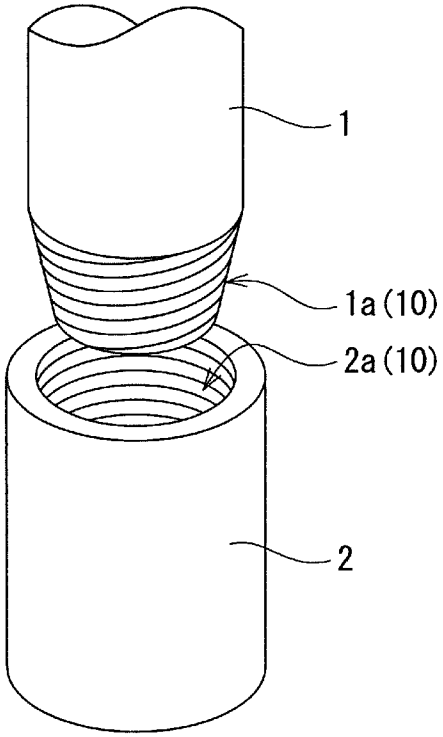
ことを特徴とした請求項１０に記載した油井管ねじ継手。

・Ｘ群：ステアリン酸、イソステアリン酸、ベヘン酸、ラウリン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸

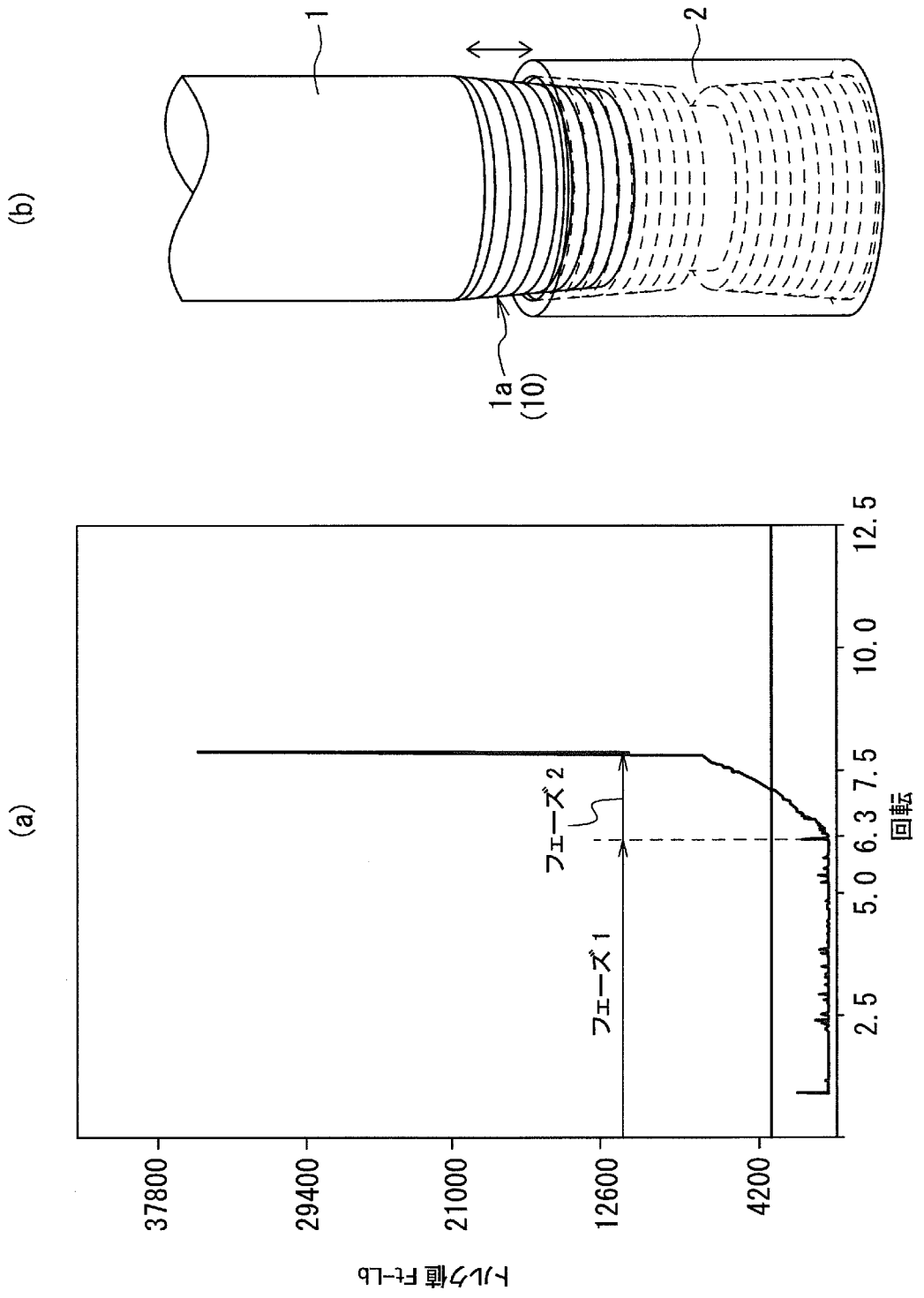
・Ｙ群：Ｌｉ、Ｎａ、Ｍｇ、Ａｌ、Ｃａ、Ｚｎ、Ｂａ

[請求項12] 上記第２の固体潤滑被膜は、鉛筆硬度が３Ｂ以下であることを特徴とする、請求項１０又は請求項１１に記載した油井管ねじ継手。

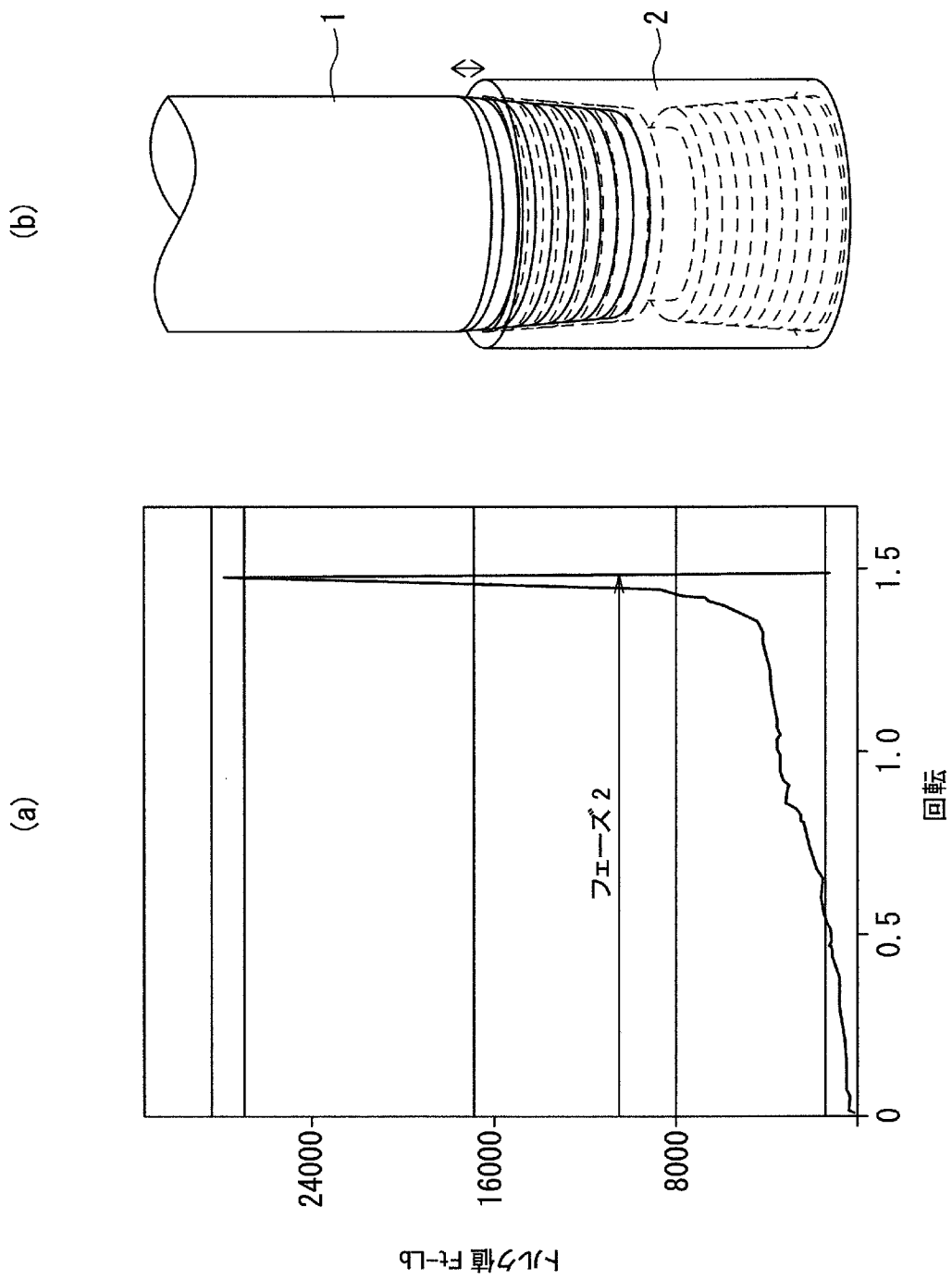
[図1]



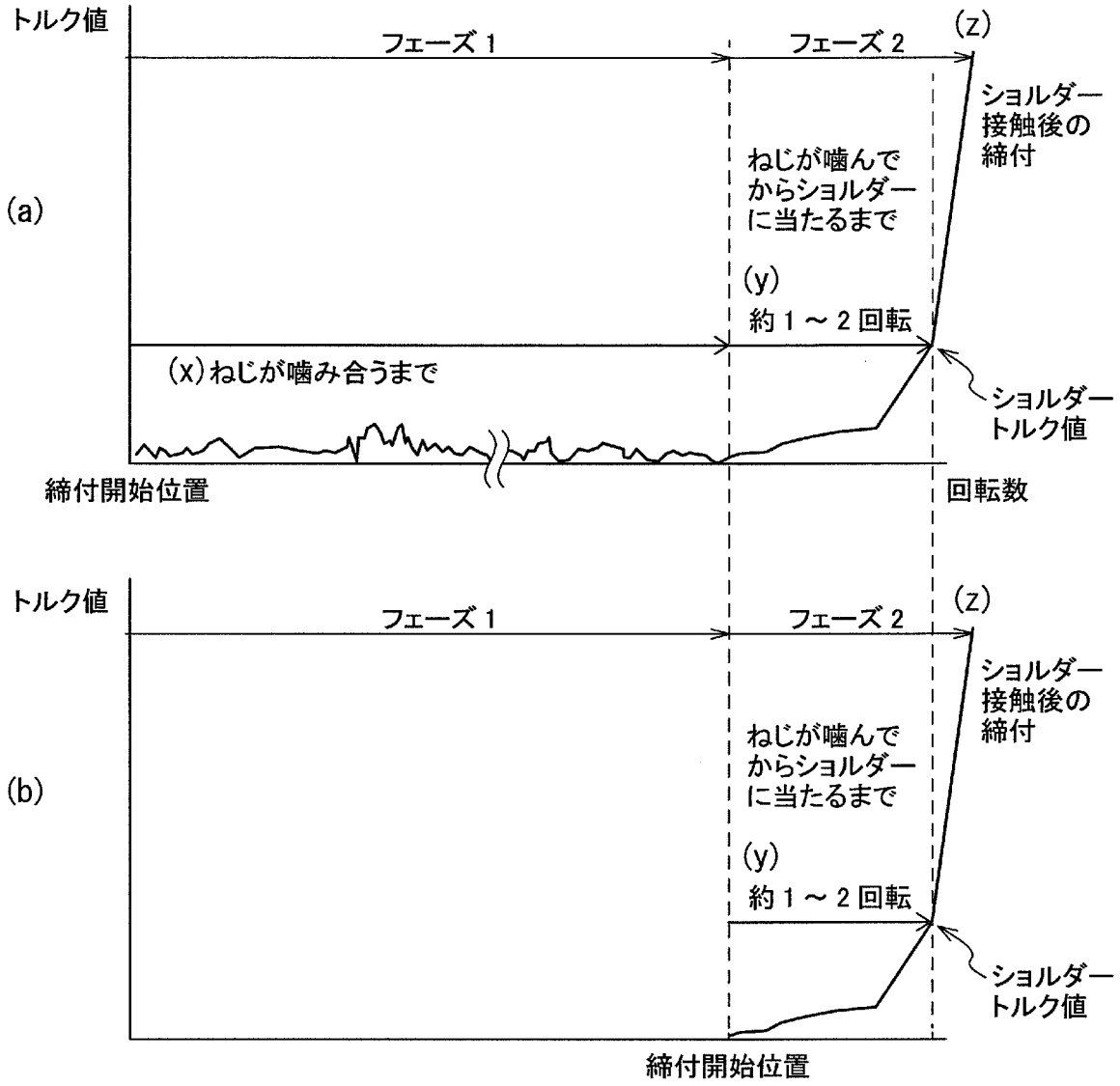
[図2]


(b)
1
2
1a
(10)
(a)
トルク値 ft-lb
37800
29400
21000
12600
4200
フェーズ2
フェーズ1
2.5
5.0
6.3
7.5
10.0
12.5
回転

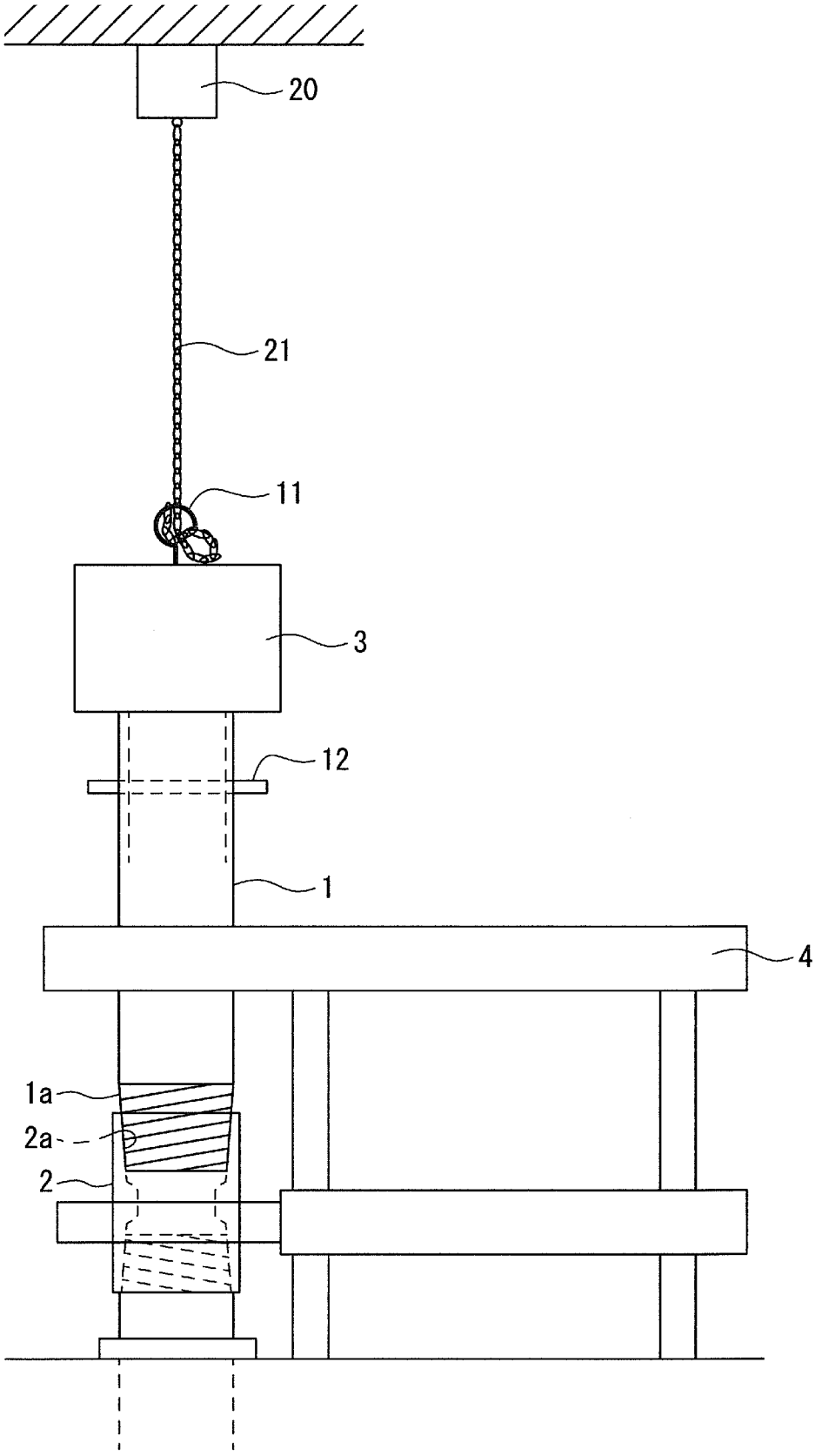
[図3]



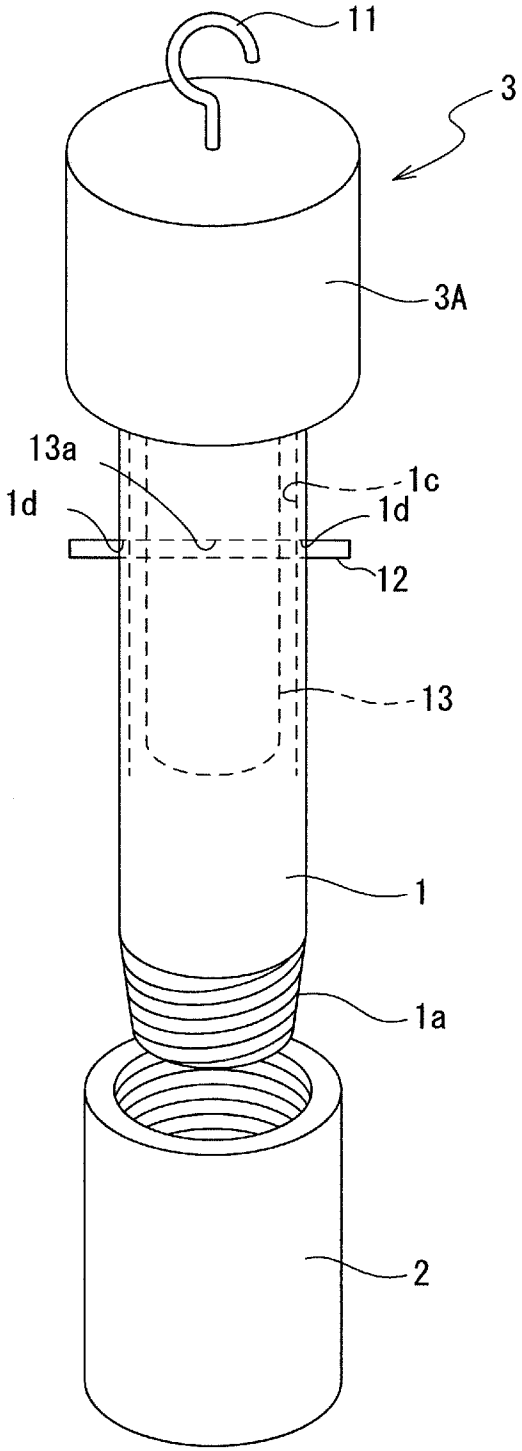
[図4]


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

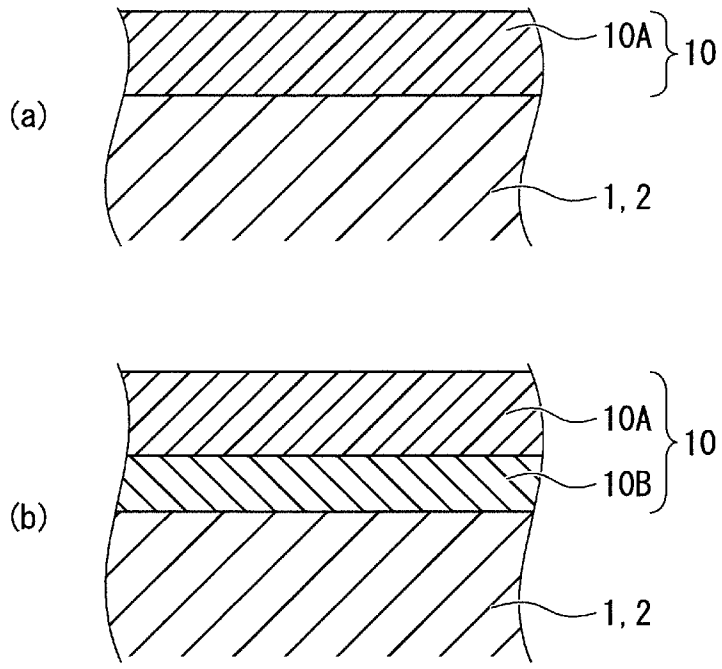
[図5]



[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2022/021281

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10M 111/04(2006.01)i; *C10N 30/06*(2006.01)n; *C10N 30/12*(2006.01)n; *C10N 40/00*(2006.01)n; *C10N 50/08*(2006.01)n; ***C10M 105/24***(2006.01)i; ***C10M 107/32***(2006.01)i; ***C10M 107/36***(2006.01)i; ***C10M 107/38***(2006.01)i; ***C10M 107/44***(2006.01)i; ***F16L 15/04***(2006.01)i

FI: C10M111/04; C10M107/32; C10M107/36; F16L15/04 A; C10M107/38; C10M105/24; C10M107/44; C10N40:00 G; C10N30:12; C10N30:06; C10N50:08

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

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C10M111/04; C10N30/06; C10N30/12; C10N40/00; C10N50/08; C10M105/24; C10M107/32; C10M107/36; C10M107/38; C10M107/44; F16L15/04

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

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2022
Registered utility model specifications of Japan 1996-2022
Published registered utility model applications of Japan 1994-2022

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

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII); CAplus/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2014/024755 A1 (NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORP.) 13 February 2014 (2014-02-13) claims, examples, etc.	1-12
A	JP 2004-53013 A (SUMITOMO METAL INDUSTRIES, LTD.) 19 February 2004 (2004-02-19) claims, examples, etc.	1-12
A	WO 2020/149310 A1 (NIPPON STEEL CORP.) 23 July 2020 (2020-07-23) claims, examples, etc.	1-12
A	WO 2015/016322 A1 (MINEBEA CO., LTD.) 05 February 2015 (2015-02-05) claims, examples, etc.	1-12

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

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

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
21 July 2022	**02 August 2022**
Name and mailing address of the ISA/JP **Japan Patent Office (ISA/JP)** **3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915** **Japan**	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2022/021281

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO 2014/024755 A1	13 February 2014	US 2015/0191674 A1 claims, examples, etc. EP 2881454 A1 CN 104520414 A	
JP 2004-53013 A	19 February 2004	US 2004/0239105 A1 claims, examples, etc. EP 1548346 A1 CN 1656334 A	
WO 2020/149310 A1	23 July 2020	(Family: none)	
WO 2015/016322 A1	05 February 2015	US 2016/0160920 A1 claims, examples, etc. EP 3029105 A1	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2022/021281

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C10M 111/04(2006.01)i; C10N 30/06(2006.01)n; C10N 30/12(2006.01)n; C10N 40/00(2006.01)n; C10N 50/08(2006.01)n; C10M 105/24(2006.01)i; C10M 107/32(2006.01)i; C10M 107/36(2006.01)i; C10M 107/38(2006.01)i; C10M 107/44(2006.01)i; F16L 15/04(2006.01)i
FI: C10M111/04; C10M107/32; C10M107/36; F16L15/04 A; C10M107/38; C10M105/24; C10M107/44; C10N40:00 G; C10N30:12; C10N30:06; C10N50:08

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

C10M111/04; C10N30/06; C10N30/12; C10N40/00; C10N50/08; C10M105/24; C10M107/32; C10M107/36; C10M107/38; C10M107/44; F16L15/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２２年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２２年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２２年

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

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII); CAplus/REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	WO 2014/024755 A1 (新日鐵住金株式会社) 13.02.2014 (2014-02-13) 請求の範囲,実施例等	1-12
A	JP 2004-53013 A (住友金属工業株式会社) 19.02.2004 (2004-02-19) 特許請求の範囲,実施例等	1-12
A	WO 2020/149310 A1 (日本製鉄株式会社) 23.07.2020 (2020-07-23) 請求の範囲,実施例等	1-12
A	WO 2015/016322 A1 (ミネベア株式会社) 05.02.2015 (2015-02-05) 請求の範囲,実施例等	1-12

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

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

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
21.07.2022	02.08.2022

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

権限のある職員（特許庁審査官）
林　建二 4V 6119
電話番号 03-3581-1101 内線 3483

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2022/021281

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO 2014/024755 A1	13.02.2014	US 2015/0191674 A1 特許請求の範囲,実施例等 EP 2881454 A1 CN 104520414 A	
JP 2004-53013 A	19.02.2004	US 2004/0239105 A1 特許請求の範囲,実施例等 EP 1548346 A1 CN 1656334 A	
WO 2020/149310 A1	23.07.2020	（ファミリーなし）	
WO 2015/016322 A1	05.02.2015	US 2016/0160920 A1 特許請求の範囲,実施例等 EP 3029105 A1	