

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.  
F16L 15/04 (2006.01)



# [12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02804104.6

[45] 授权公告日 2006年11月15日

[11] 授权公告号 CN 1284946C

[22] 申请日 2002.1.23 [21] 申请号 02804104.6

[30] 优先权

[32] 2001.1.25 [33] JP [31] 17257/01

[86] 国际申请 PCT/JP2002/000466 2002.1.23

[87] 国际公布 WO2002/059519 日 2002.8.1

[85] 进入国家阶段日期 2003.7.25

[71] 专利权人 住友金属工业株式会社

地址 日本大阪府

[72] 发明人 后藤邦夫 安乐敏朗

审查员 周晓军

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公

司

代理人 柳春琦

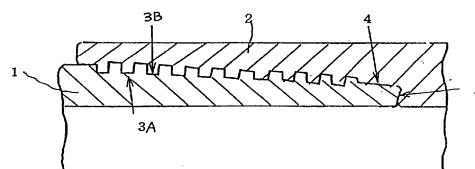
权利要求书 1 页 说明书 24 页 附图 1 页

## [54] 发明名称

具有改良的耐磨损和防锈性的钢管丝扣接头

## [57] 摘要

一种含能够相互配合的销和盒的钢管丝扣接头，其中销和盒中至少一个的螺纹部分和无螺纹的金属接触部分用喷镀法涂有多孔锌或锌合金底层，和固体润滑膜（膜含在有机或无机粘合剂中的润滑粉末），或者是不含重金属粉的液体润滑膜（例如主要以高碱性有机酸金属盐，例如高碱性磺酸盐为基础的液体膜）。这种丝扣接头即使暴露在高温下也表现出改善的耐卡住、防腐蚀和气密性，并且可以在不使用含重金属粉的复合润滑脂的情况下，在高温油井中进行重复多次扣紧和松开操作。



1、一种含能够相互配合的销和盒的钢管丝扣接头，销具有外螺纹部分和无螺纹金属接触部分作为配合表面，而盒具有内螺纹部分和无螺纹接触部分作为配合表面，

这种丝扣接头的特征在于销和盒中至少一个的配合表面上涂有多孔锌或锌合金底层和润滑涂料上层，润滑涂料选自固体润滑涂料和以有机酸金属盐为基础的不含重金属粉的液体涂料。

2、权利要求 1 的丝扣接头，其中在销和盒中一个的配合表面上形成多孔锌或锌合金底层和润滑涂料上层。

3、权利要求 2 的丝扣接头，其中销和盒中另一个的配合表面涂有选自多孔锌或锌合金层、金属镀层、磷酸盐涂层、草酸盐涂层和硼酸盐涂层中的一种或多种涂层。

4、权利要求 1 的丝扣接头，其中多孔锌或锌合金层的厚度为 2~40 微米。

5、权利要求 1 的丝扣接头，其中多孔锌或锌合金层是通过冲击镀法形成的。

6、权利要求 5 的丝扣接头，其中冲击镀是通过喷砂镀进行的。

7、权利要求 1~6 中任何一项的丝扣接头，其中润滑涂料是固体润滑涂料，固体润滑涂料包含分散在有机或无机粘合剂中的具有固体润滑作用的粉末。

8、权利要求 1~6 中任何一项的丝扣接头，其中润滑涂料是以高碱性有机酸金属盐为基础的液体润滑涂料。

9、权利要求 8 的丝扣接头，其中液体润滑涂料还包括选自热塑性树脂粉、过压剂和除高碱性有机酸金属盐以外的润滑剂的一种或多种组分。

## 具有改良的耐磨损和防锈性的钢管丝扣接头

### 5 技术领域

本发明涉及一种钢管、特别是油井管的丝扣接头，这种丝扣接头具有改良的耐磨损、防生锈和气密性，可用于不使用含重金属粉末的液体润滑脂，例如复合脂的情况下。

### 10 背景技术

油井钻井所用的油井管，例如管道和套管一般是通过丝扣接头相互连接的。过去，油井的深度一般为 2000~3000 米，但是最近海上油井和其他深井的油井深度可以达到 8,000~10,000 米。油井管的丝扣接头在使用环境中受到多种力，包括诸如由油井管和丝扣接头重量产生的轴向张力之类的负荷，内压和外压的合并，以及随着深度加大而增加的地热。因此，丝扣接头必须在这种环境中能够保持气密性而不破裂。

在管道或套管向井中下降的过程中，经常需要将已经扣紧进行连接的接头松开，然后再扣紧。API（美国石油学会）要求：即使重复扣紧（接通）和松开（打开）操作 10 次（对油管连接而言）和 3 次（对套管连接而言），也不出现磨损，该磨损是不可恢复的磨损，并保持气密性。

油井管一般是采用销-盒结构的丝扣接头连接的，其中金属和金属接触部分形成一个良好的密封。在这种丝扣接头中，一般在油井管的每一端的外表面上形成销，销具有外部的螺纹部分和没有螺纹的金属接触部分。这种金属接触部分在下文中称作“无螺纹的金属接触部分”。配套的盒形成于分离的套状接合元件的内表面，具有内部的螺纹部分和无螺纹的金属接触部分，以和相应的销的螺纹和无螺纹部分配合。当把销拧入盒中固定时，销和盒的无螺纹金属接触部分相互紧密接触，形成一个金属密封。

为了保证丝扣接头的金属密封在油井管环境中具有足够的密封性，

5 必须在固定过程中向无螺纹的金属接触部分施加非常高的表面压力，该压力可能超过丝扣接头材料的屈服点。这种高压使得磨损容易发生。因此，在固定之前，在金属接触部分和螺纹上使用称作复合润滑脂的润滑脂，该润滑脂是粘性的、可流动的液体，以增加耐磨损和气密性。因为复合润滑脂具有良好的防锈性，经常在运送接头之前在丝扣接头上涂上复合润滑脂，以防止接头在用于油井之前生锈。

已经有人建议：在现有技术条件下，对丝扣接头进行表面处理，来改善复合润滑脂的保持力并减少摩擦。

10 例如，日本未审查的专利出版物 No. 61-79797(1986)公开了一种具有镀 Zn 或 Sn 螺纹部分和镀金或铂金属密封（无螺纹的金属接触部分）的丝扣接头。日本已审查的专利出版物 No. 3-78517(1991)公开了一种含合成树脂涂层的管接头，涂层中分散有 20~90%的颗粒直径小于等于 10 微米的二硫化钼。日本未审查的专利出版物 No. 8-103724(1996)公开了一种钢管接头的表面处理方法，该方法包括形成底层的磷酸锰化学  
15 转化涂层和上层的含二硫化钼的树脂涂层。日本未审查的专利出版物 No. 8-105582(1996)公开了一种管接头的表面处理方法，该方法包括形成氮化物第一层，镀铁或铁合金的第二层，和第三层，最上层的含二硫化钼的树脂涂层。

20 日本未审查的专利出版物 No. 62-258283(1987)公开了一种油井管接头，这种接头至少在其金属密封部分的表面上镀有多孔的锌或锌合金镀层，镀层是通过喷镀法形成的，喷镀法是用具有铁或铁合金核、表面涂有锌或锌合金层的颗粒进行喷砂而进行的。其中描述到：镀层不会因为氢脆化而发生延迟断裂，并由于其多孔性而对润滑剂具有良好的保持力，从而即使是对高强度、高合金钢的油井管也可以获得气密性和耐磨  
25 损性优点。因此，考虑在喷镀形成镀层时采用复合润滑脂作为润滑剂。

上述专利出版物中公开的所有丝扣接头都被假设为使用复合润滑脂来保证有足够的抗磨损性。但是，使用复合润滑脂涉及下面将要描述的环境和高温下气密性问题。

30 复合润滑脂含大量重金属，例如铅、锌或铜粉末。由于用于丝扣接头的复合润滑脂有一部分被洗掉或在扣紧时流出而排放到周围环境中，

使用复合润滑脂增加了造成环境污染的担心。此外，使用复合润滑脂也使工作环境变差。

最近，高温油井，其温度随着深度的增加高达约 250~300°C，以及注入蒸汽的油井，向油井中注入接近临界温度（例如，约 350°C）的高温蒸汽以提高油的开采率，这样的油井逐渐增多。这就要求在这种高温环境中使用的油井丝扣接头具有良好的耐热性，如在测试中将扣紧的接头在超过 350°C 的温度下保持一段时间，然后进行松开和再扣紧操作时（依然）保持气密性所证实的那样。使用复合润滑脂时，在这样的高温下，由于润滑脂的一种或多种成分的蒸发而可能降低润滑性，从而导致在测试中将松开的接头重新扣紧时无法获得所需的气密性。

为了避免使用复合润滑脂，已经有人提出了含固体润滑涂料的丝扣接头。例如，日本未审查专利出版物 Nos. 8-233163(1996)、8-233164(1996)和 9-72467(1997)中公开了一种含固体润滑涂料的丝扣接头，涂料中包含诸如环氧树脂的树脂，树脂中分散有二硫化钼作为固体润滑剂。

但是，在从运输丝扣接头乃至在油井中使用的野外条件下，这种固体润滑涂料在防止丝扣接头生锈方面次于复合润滑脂。因此，丝扣接头易于生锈而在固体润滑涂料中形成气泡或造成剥离，反过来使接头固定不稳定，导致出现磨损或气密性的降低。

## 发明内容

本发明的一个目的是提供一种具有改良的耐磨损、气密性和防锈性的钢管丝扣接头，这种丝扣接头可以在不使用含重金属粉的液体润滑脂，例如复合润滑脂的情况下，在重复进行扣紧和松开后，依然保证其金属密封部分的气密性。

本发明的另一个目的是提供一种具有改良的耐磨损、气密性和防锈性的钢管丝扣接头，即使将这种丝扣接头用于放置在高温环境，例如在深的高温油井或注汽油井中所遇到的高温环境下的固定油井管，以及/或者即使这种丝扣接头是由包括从碳钢到高合金钢的任何种类的钢材制成的，该丝扣接头在重复进行扣紧和松开后，依然可以保证其金属密封部

分的气密性。

本发明者发现通过如下方法可以达到这些目的：在丝扣接头的螺纹部分和无螺纹金属接触部分表面上，采用诸如喷镀的冲击镀法形成多孔锌或锌合金涂料下层或底层，以及上面的固体润滑涂层或不含重金属粉的液体润滑涂层。

尽管不愿拘泥于任何理论，据认为本发明的机理如下。

采用日本已审查的专利出版物 No. 59-9312(1984)中公开的、含铁-基核、核表面涂有锌或锌合金的颗粒，以这种颗粒作为喷射材料，可以在钢管丝扣接头的表面上形成锌或锌合金的喷镀镀层，无论用于接头的钢材是碳钢还是含超过 13 重量%Cr 的高合金钢。

与电镀涂层不同，所得的喷镀涂层是多孔的。因此，当其上形成固体或液体润滑涂层时，下面的喷镀涂层可以改善固体润滑涂层的附着力或者液体润滑涂层的保留性。结果是可以使润滑涂层达到最佳性能，从而获得改善的耐磨损和气密性，而不必使用复合润滑脂。

底层中存在的锌是贱金属，先于组成丝扣接头基础的铁离子化，从而表现出牺牲性保护作用，防止接头的腐蚀。但是，由于底层的多孔涂料包含大量气泡，其表面积巨大，如果不再对底层进行处理，该层的牺牲性保护作用趋向于很快消失。形成覆盖润滑涂层起到密封底层孔的作用，使底层得到持续保护，实现改良的防锈性。特别是当覆盖涂层是固体润滑涂层时，可以在耐磨损、防锈性和气密性方面得到更大的改善，从而可以提供一种即使在高温环境中也具有改良性能的丝扣接头。

因此，为了改善耐磨损、防锈性和气密性，在多孔锌或锌合金底层上形成液体或优选固体润滑涂层是很重要的。

本发明是一种含能够相互配合的销和盒（结构）的钢管丝扣接头，销具有外部螺纹部分和无螺纹金属接触部分作为配合表面，而盒具有内部螺纹部分和无螺纹接触部分作为配合表面，这种丝扣接头的特征在于销和盒中至少一个的配合表面上涂有多孔锌或锌合金底层和上层润滑涂层，润滑涂料选自固体润滑涂料和不含重金属粉的液体涂料。

本发明实施方案中的丝扣接头中，只有一个销或盒的配合表面上涂有多孔锌或锌合金层和覆盖润滑涂层。在这个实施方案中，其他配合表

面可以是涂或不涂选自如下涂层的一种或多种涂层：多孔锌或锌合金层，金属镀层，磷酸盐涂层，草酸盐涂层和硼酸盐涂层。

#### 附图说明

5 图 1 是钢管和连接到管上的螺纹配合元件在运输时的组装结构示意图。

图 2 是钢管丝扣接头的示意图。

#### 具体实施方式

10 如图 1 所示，典型的用作油井管的钢管是以这样一种状态运输的：钢管 A 有一个套状接合元件 B，该元件事先接在管 A 的一端。钢管 A 在每一端的外表面上有外螺纹部分 3A，形成销 1。螺纹接合元件 B 在其每一端的内表面上有内螺纹部分 3B，形成盒 2。销 1 和盒 2 的形状能够相互配合。

15 从原理上讲，钢管 A 可以在一端形成销，在另一端形成盒，从而两节钢管可以相互连接，而不需要单独的接合元件。钢管 A 还可以在每一端的内表面作出内螺纹形成盒，而接合元件可以在每一端的外表面上作出外螺纹形成销。

图 2 所示意的是含销和盒的钢管丝扣接头结构，其中销和盒每个都有一个金属密封部分。销 1，一般形成于钢管每一端的外表面上，包括位于管尖端的无螺纹金属接触部分 4 和从金属接触部分 4 向内延伸的外螺纹部分 3A。另一方面，盒 2，一般形成于螺纹接合元件每一侧的内表面上，该盒能够和销 1 配合，包括从元件尖端向内延伸的内螺纹部分 3B 和位于螺纹部分 3B 内部的无螺纹金属接触部分 4。销 1 和盒 2 的螺纹部分 3A 和 3B 以及无螺纹金属接触部分 4 组成配合表面。

25 丝扣接头的销和盒的配合表面是要求具有耐磨损、气密性和防锈性。按照本发明，丝扣接头的销和盒中至少一个的配合表面涂有多孔锌或锌合金底层和固体润滑涂料或不含重金属粉的液体润滑涂料上层，从而可以在不使用复合润滑脂的情况下提供具有所有上述所需性质的配合表面。与在配合表面上使用复合润滑脂相反，用上述方式涂层的配合表

面即使在高温环境中也可以有效地表现出这些性能。

丝扣接头配合表面上形成的多孔锌或锌合金底层可以是任何和丝扣接头钢表面有良好附着力的多孔锌或锌合金涂层。这样的多孔涂层可以用干法镀法中的冲击镀法制成。冲击镀制造出由金属颗粒组成的镀层，  
5 这些金属颗粒一个接一个铺开并和底基表面强力键合。镀层包括大量均匀分布于颗粒之间的微小气泡。冲击镀法包括机械镀法和喷镀法，机械镀法是在旋转桶中用颗粒撞击待镀物，而喷镀是通过吹风装置用颗粒撞击待镀物。

因为本发明中只有丝扣接头的配合表面需要镀层，所以适合采用能够进行局部镀层的喷镀法。可用于喷镀的吹风装置包括高压流体吹风装置和机械吹风装置，其中高压流体吹风装置是用诸如压缩空气的高压流体喷射颗粒，而机械吹风装置采用的是旋转叶片，例如叶轮。这两种装置都可以被采用。  
10

本发明中冲击镀法，例如喷镀法中使用的颗粒是至少在表面上含锌或锌合金的金属颗粒。尽管颗粒可以完全由锌或锌合金组成，还是优选日本已审查专利出版物 No. 59-9312(1984)中公开的喷射颗粒。喷射的颗粒是含铁或铁合金核的颗粒，核涂有锌或锌合金层，在它们之间形成铁-锌合金层。  
15

这种颗粒可以这样制备，例如以铁或铁合金作为核，用无电极电镀和/或电解电镀法涂以锌或锌合金（例如 Zn-Fe-Al 合金），随后进行热处理形成界面上的铁-锌合金层，或者进行机械合金化。这些颗粒可以从日本 Dowa Teppun kogyo 购买，商标为“Z Iron”。优选这些颗粒的锌或锌合金含量为 20~60 重量%，颗粒大小为 0.2~1.5mm。  
20

当含涂有锌或锌合金的铁-基核的颗粒被喷到底基上时，只有核上所涂的锌或锌合金附着在底基上，从而在底基上形成锌或锌合金镀层。喷镀法可以形成多孔镀层，这种镀层无论钢组成如何与钢表面都有良好的附着力。因此，可以形成和从碳钢至高合金钢的任一种钢材的丝扣接头配合表面具有良好附着力的多孔锌或锌合金镀层。  
25

本发明的丝扣接头由于多孔镀层底层中含能够表现出良好的牺牲性保护作用的锌，即使在高温、高湿环境中也能防止生锈。在多孔含锌镀  
30

层上覆盖固体或液体润滑涂层上层，保持底层的保护作用。底涂层的多孔性使得润滑涂层具有良好的附着力（当涂料为固体时）或良好的保留性（当涂料为液体时）。

从防锈性和吸附性考虑，优选锌或锌合金底层的厚度为 2~40 $\mu\text{m}$ 。

- 5 厚度小于 2 $\mu\text{m}$  不能保证有足够的防锈性。厚度超过 40 $\mu\text{m}$  可能降低覆盖的固体或液体润滑涂层的吸附性。更优选厚度为 5~30 $\mu\text{m}$ ，最优选为 10~25 $\mu\text{m}$ 。

- 10 从底层吸附性考虑，优选丝扣接头底基配合表面（上面涂有底层）的表面粗糙度为 3~30 $\mu\text{m}$ （用  $R_{\text{max}}$  表示）。表面粗糙度  $R_{\text{max}}$  小于 3 $\mu\text{m}$  不能保证足够的吸附性。另一方面，底基的表面粗糙度大于 30 $\mu\text{m}$  ( $R_{\text{max}}$ ) 使丝扣接头的摩擦增加，结果是底层易于破裂或者不能承受剪切力或扣紧丝扣接头时所施高压产生的压缩力而分离。

- 15 为了将丝扣接头配合表面的表面粗糙度调整到 3~30 $\mu\text{m}$  ( $R_{\text{max}}$ )，可以对配合表面进行适当地预处理，例如在用冲击镀法形成锌或锌合金底层前进行浸泡或喷砂。预处理还有这样的优点：它暴露了活性新表面，从而增加了表面所形成的底层的吸附性。可以采用任何一种已知的技术进行喷砂，例如喷砂处理，喷丸处理，喷钢砂处理，线喷处理（wire blasting）等。尽管优选对配合表面进行如上所述的预处理，本发明的目的可以通过在表面用冲击镀法形成锌或锌合金层而实现，不必
- 20 进行这样的预处理。

- 25 优选在丝扣接头配合表面上形成的多孔锌或锌合金层的表面粗糙度在其上形成润滑涂层时为 5~40 $\mu\text{m}$  ( $R_{\text{max}}$ )。如果  $R_{\text{max}}$  小于 5 $\mu\text{m}$ ，润滑涂层可能没有足够的附着力或保留性。另一方面， $R_{\text{max}}$  大于 40 $\mu\text{m}$ ，可能使丝扣接头的摩擦增加，结果是底层易于破裂或者不能承受剪切力或扣紧丝扣接头时所施高压产生的压缩力而剥离。在本发明的一个实施方案中，只对销和盒中的一个或第一个元件进行表面处理，同时对第二个元件进行表面处理以单独形成多孔锌或锌合金层，为了保证在第一个元件上形成的润滑涂层的耐久性，优选在第二个元件上形成的锌或锌合金层的表面粗糙度较小， $R_{\text{max}}$  为 1~10 $\mu\text{m}$ 。用喷镀法形成锌或锌合金层时，
- 30 可以通过喷射颗粒的大小或涂层厚度以及喷射速度来控制所形成的锌或

锌合金层的表面粗糙度。

5 在多孔锌或锌合金镀层的底层上形成固体润滑涂层或不含重金属粉的液体润滑涂层。润滑涂层通常是通过涂敷形成的，可以用本领域已知的任何合适的方法进行，包括刷涂、浸涂和气喷或无空气喷涂。因为底层是多孔的，可以使覆盖的固体或润滑涂层分别具有良好的附着力或保留性。

10 固体润滑涂层基本上由粘合剂和分散在粘合剂中的表现出固体润滑作用的粉末（下文中将这种粉末称作“润滑粉”）组成。可以用含润滑粉末的涂料组合物形成这样的涂层，其中润滑粉末分散在含粘合剂的流体中。在所得的固体润滑涂层中，润滑粉末是通过粘合剂和丝扣接头结合的，但是通过扣紧丝扣接头时施加的压力拉伸固体润滑涂层，使其变薄以发挥其润滑性。

15 润滑粉末的实例包括，但不局限于下列粉末：二硫化钼，二硫化钨，有机钼化合物（例如二烷基硫代磷酸钼和二烷基硫代氨基甲酸钼），PTFE（聚四氟乙烯）和BN（氮化硼）。可以使用它们中的一种或多种。

粘合剂可以是有机树脂或无机聚合物。

20 适合用作粘合剂的是具有耐热性和中等硬度和耐磨性的有机树脂。这种树脂的实例包括热固性树脂，例如环氧树脂，聚酰亚胺，聚酰胺酰亚胺，聚碳化二亚胺，酚醛树脂和呋喃树脂，以及热塑性树脂，例如聚醚砜，聚醚醚酮，聚乙烯和硅氧烷树脂。优选热固树脂。

25 将润滑粉末分散在树脂流体中，该流体含溶解或分散于合适的溶剂中的有机树脂，形成涂料组合物。溶剂可以是根据所用树脂选自包括烃类（例如甲苯）和醇类（例如异丙醇）在内的各种低沸点溶剂中的一种或多种溶剂。

30 将涂料组合物用于上述的在丝扣接头配合表面上形成的底层上，干燥除去溶剂，形成固体润滑涂层。当粘合剂是热固性树脂时，优选对所得固体润滑涂层进行固化热处理。优选在 120°C 或更高温度下，更优选在 150~380°C 下进行热处理 30 分钟或更长时间，更优选处理 30~60 分钟。

可用作粘合剂的无机聚合物是具有金属-氧键，例如 Ti-O、Si-O、Zr-O、Mn-O、Ce-O 或 Ba-O 的三维交联结构的金属氧化物-型化合物。这种无机聚合物可以通过水解可水解的有机金属化合物，例如以金属烷氧化物为原料化合物，随后将所得水解产物进行缩合而生成。可用的金属烷氧化物包括含小分子烷氧基，例如甲氧基、乙氧基、丙氧基、异丁氧基、丁氧基、叔-丁氧基等的金属烷氧化物。优选的金属烷氧化物是钛或硅烷氧化物，特别是钛烷氧化物。最优的化合物是异丙氧基钛，因为该化合物具有优异的成膜性。

还可以用可水解的无机化合物，例如四氯化钛，取代有机金属化合物作为原料化合物。此外，部分可水解有机金属化合物可以是诸如硅烷偶合剂或钛酸盐偶合剂的化合物，其中依附金属的有机基团部分是不可水解的基团（例如含诸如氨基或环氧基的官能团的烷基，特别是取代的烷基）。在这种情况下，不可水解基团保留在水解原料化合物、随后缩合水解产物产生的无机聚合物中。因此，从严格意义上讲，该产物不能称作“无机”聚合物，但是包括在此处可用的无机聚合物之内。

当粘合剂是无机聚合物时，可以将润滑粉末分散在这种化合物原材料（例如金属烷氧化物）溶液中，形成涂料组合物。将涂料组合物涂在上述的丝扣接头配合表面上形成的底层上，然后进行湿化和任选加热以促进金属烷氧化物的水解和缩合，从而形成含润滑粉末的固体润滑涂层，其中润滑粉末分布在由金属-氧键形成的无机聚合物涂料中。用于溶解金属烷氧化物的溶剂可以从各种有机溶剂中选择，例如醇类（例如乙醇，异丙醇和丁醇），酮类，烃类和卤代烃。为了促进涂层的形成，所得溶液中的金属烷氧化物可以预先进行部分水解。此外，可以向涂料组合物中加入少量的水和/或作为水解催化剂的酸，来加速使用组合物后的水解过程。

在使用组合物后为了促进金属烷氧化物的水解而进行的湿化可以这样进行：将它放置在潮湿环境中一段时间，湿度优选为 70%或更高。优选湿化以后进行加热以加速烷氧化物的水解，水解产物的缩聚以及作为水解副产物形成的醇的释放，从而可以在短期内形成涂层。加热还使所得固体润滑涂层具有更强的吸附性和改善的耐磨损性。优选在接近醇副

产物沸点，100~200°C 的温度下进行加热。热空气加热更有效。

5 润滑粉含量 (B) 与粘合剂含量 (A) 的质量比 (或重量比)，即 B/A，优选为至少 0.3 和至多 9.0。如果该比例小于 0.3，所得固体润滑涂层的润滑性下降，可能不足以改善耐磨损性。如果该质量比 B/A 大于 9.0，固体润滑涂层的附着力降低，导致包括润滑粉从涂层中明显脱离在内的问  
10 题。当需要进一步改善耐磨损性的情况下，例如在螺纹部分需要有非常大的螺纹界面时，更优选质量比 B/A 至少为 0.5 和至多为 7.0。而当需要还要高的耐磨损性时，如在使用高合金钢的情况下，最优选 B/A 至少为 3.0 和至多为 6.5。

10 固体润滑涂层的厚度优选为 5~40 $\mu\text{m}$ 。润滑涂层中存在的润滑粉在扣紧丝扣接头时在高压下延伸，覆盖整个配合表面，从而表现出改善的耐磨损性。如果润滑涂层厚度小于 5 $\mu\text{m}$ ，则存在于润滑涂层中的润滑粉数量过少而不足以通过上述机理改善润滑性。厚度超过 40 $\mu\text{m}$  的润滑涂层易于剥落。这样厚的涂层还可能在扣紧过程中由于不够紧密而导致气密  
15 性的下降，或者如果增加扣紧时所用的压力来保证气密性，很容易发生磨损 (粘扣)。固体润滑涂层的厚度更优选为 15~40 $\mu\text{m}$ 。

可以任选向固体润滑涂层中加入各种添加剂，前提是其数量不会干扰涂层的耐磨损性。例如，可以加入选自原料锌、铬酸盐、二氧化硅和氧化铝的一种或多种粉末，从而可以改善固体润滑涂层本身的防锈性。

20 在用液体润滑涂层取代固体润滑涂层覆盖在底层上的实施方案中，采用的是不含重金属粉的液体润滑涂料。液体润滑涂料含粘性液体形式的具有高润滑性的基础润滑剂和其他任选的添加剂。

基础润滑剂是液体形式的，但是考虑到其高粘度，优选用溶剂稀释基础润滑剂形成涂料组合物。结果可以形成具有更均匀厚度和组成的涂  
25 层。这种稀释还起到改善被涂底层表面的润湿性和润滑剂的覆盖性，并使基础润滑剂和其他添加剂容易被底层表面吸附，从而导致有效形成涂层。溶剂在使用涂料组合物后被蒸发掉，因此不包括在所得液体润滑涂层中。

30 优选用于形成涂料组合物的溶剂是对基础润滑剂和其他添加剂具有高溶解度或分散性，并且有中等挥发性的溶剂。这样的溶剂的实例包括

石油溶剂，例如 JIS K2201 规定的洗涤剂和对应于工业汽油的溶剂油，芳香族石脑油，二甲苯和溶纤剂。可以将这些溶剂两种或多种混合使用。优选溶剂的闪点至少为 30°C，起始沸点至少为 150°C，终沸点最高为 210°C，因为这样的溶剂相对容易处理和蒸发。

- 5 溶剂在涂料组合物中的数量没有苛求，但是优选为 25~80 重量%，更优选为 30~70 重量%。如果溶剂量过少，则难以充分实现上述的溶剂作用，或者涂料组合物的粘度变得过高而干扰涂层过程。过量溶剂的存在使得所得液体润滑涂层太薄而不能给予丝扣接头所需的性质。

基础润滑剂是对液体润滑涂料润滑性有最大贡献的成分。可以使用本身具有高润滑性的液体物质作为基础润滑剂。优选的基础润滑剂是高碱性（过碱性）有机酸金属盐。但是，基础润滑剂不局限于此，还可以采用能够形成具有和高碱性有机酸金属盐相当的润滑性的液体润滑涂料的任何其他物质。

高碱性有机酸金属盐可以是选自如下物质的一种或多种：高碱性金属磺酸盐，高碱性金属水杨酸盐，高碱性金属酚盐和高碱性金属羧酸盐。这些高碱性有机酸金属盐是粘性液体中的物质，粘性液体中含过量的碱或碱土金属盐，使它们呈碱性，并具有改善的防锈性和润滑性。

高碱性有机酸金属盐可以是诸如锂、钠或钾盐的碱金属盐，或者诸如钙、镁或钡盐的碱土金属盐。上述每一种有机酸盐中，从耐磨损性考虑，碱土金属盐优于碱金属盐，而钙盐是更优选的。

组成高碱性金属磺酸盐的磺酸部分可以是将石油馏分中的芳香组分进行磺化而得到的石油磺酸，或者是合成的烷基芳香族磺酸。合成磺酸的实例包括十二烷基苯磺酸，二壬基萘磺酸等。如上所述，磺酸盐可以是碱金属或碱土金属盐，优选碱土金属盐，更优选钙盐。下面将通过实例来解释这种优选的高碱性磺酸钙，但是高碱性金属磺酸盐并不局限于此。高碱性磺酸钙是可以购买到的。其商品的实例有 Matsumura Petroleum Institute 制造的 Sulfol 1040 和 Japan Lubrizol 制造的 Lubrizol 5318。

将中性磺酸盐溶解在合适的溶剂中，例如选自芳香烃、醇和矿物油的一种溶剂中，加入氢氧化钙，其量足以产生高碱性磺酸钙所需的碱

量，并混合制备出高碱性磷酸钙。其后，向混合物中通入超过使所加氢氧化钙碳酸化所需二氧化碳气体量的二氧化碳，然后在助滤剂，例如活性高岭土的存在下进行过滤。真空蒸馏滤出液，除去挥发性溶剂，剩余物为所需的高碱性磷酸钙。

- 5 用这种方法制备的高碱性磷酸钙是粘性液体物质，包含以稳定状态分散在油性物质中的磷酸钙胶体细颗粒。由于分散的磷酸钙颗粒可以起到固体润滑剂作用，与一般的液体润滑油相比，高碱性磷酸钙可以表现出非常优异的润滑性。而且，当摩擦表面有微小的不规则度（表面粗糙度）时，由于高碱性磷酸钙结合了由流体静压力产生的微流体膜润滑性
- 10 效果和细颗粒的固体润滑效果，可以在丝扣接头上表现出更加优异的防磨损效果。

高碱性金属水杨酸盐可以是烷基水杨酸的碱金属或碱土金属盐。烷基水杨酸可以这样制备：将苯酚烷基化得到的烷基酚和含约 14~约 18 个碳原子的  $\alpha$ -烯烃进行 Kolbe-Schmitt 反应，以引入羧基。

- 15 高碱性金属水杨酸盐可以这样制备：采用和高碱性磷酸钙相同的方法，将中性水杨酸盐转化称高碱性金属盐，例如钙盐。其商品实例包括 OSCA Chemicals 的 OSCA 431 和 OSCA 453，以及 Shell Chemicals 的 SAP 005。

- 20 高碱性金属酚盐可以用和高碱性金属磷酸盐相同的方法，将中性酚盐转化成高碱性金属盐，例如钙盐，而制备出来。中性酚盐可以通过将上述烷基苯酚和金属氢氧化物在元素硫催化剂存在下，在醇溶剂中反应而获得。

- 组成高碱性金属羧酸盐的羧酸部分优选是一元羧酸或二元羧酸，优选含 5~19 个碳原子。一元羧酸的实例包括己酸，辛酸，癸酸，月桂酸，十三烷酸，肉豆蔻酸，棕榈酸，硬脂酸，异硬脂酸，油酸，亚油酸，亚麻酸，环烷酸和苯甲酸。二元羧酸的实例包括辛二酸，壬二酸和癸二酸。中性盐转换成高碱性盐的方法和上述方法相同。
- 25

- 所有上述的高碱性有机酸金属盐都是粘性液体或流体，其中含以细颗粒形式分散在油中的过量的碱性碳酸盐，例如磷酸钙。可以选择一种
- 30 或多种这样的高碱性有机酸金属磷酸盐作为基础润滑剂。当使用两种或

多种基础润滑剂时，它们可以是同一类型的（例如两种高碱性金属磺酸盐），或者不同类型（例如高碱性金属磺酸盐和高碱性金属酚盐的组合）。

作为基础润滑剂的高碱性有机酸金属盐的碱值越高，其中所含的过  
5 量碱性细颗粒量越大，润滑性越高。此外，碱性超过一定水平的润滑涂  
料能够提高防锈性，因为它具有中和可能引起生锈的酸性物质的作用。  
出于这些原因，优选本发明所用的高碱性有机酸金属盐的碱值（JIS  
K2501）至少为 40 mg KOH/g。但是，所含碱量超过 500 mg KOH/g 的基  
础润滑剂的亲水性增加，并降低了防锈性。更优选基础润滑剂的碱量为  
10 100~500 mg KOH/g，最优选为 250~450 mg KOH/g。

优选涂料组合物中存在的高碱性有机酸金属盐含量，以涂料组合物  
固体总含量计，至少为 10 重量%，更优选至少 20 重量%，最优选至少 30  
重量%。如果高碱性有机酸金属盐含量不足 10 重量%，所得的液体润滑涂  
层可能没有足够的润滑性和防锈性。出于上述原因，还优选选择基础润  
15 滑剂的数量以使所得润滑涂层的碱值为 40~500 mg KOH/g。

用于形成液体润滑涂层的润滑涂料组合物可以含热塑性树脂，这些  
热塑性树脂起到增加所得润滑涂层厚度的作用，在引入到摩擦界面上时  
还具有耐磨损性。可用的热塑性树脂实例包括聚乙烯树脂，聚丙烯树  
脂，聚苯乙烯树脂，聚甲基丙烯酸酯树脂，苯乙烯/丙烯酸酯共聚物树  
20 脂，聚酰胺树脂等。

优选热塑性树脂以颗粒或粉末形式存在于涂料组合物中，而不是溶  
解在组合物中。颗粒形式的热塑性树脂在引入到摩擦界面时，可以起到  
类似于固体润滑剂的润滑作用，并改善耐磨损性。出于这个目的，颗粒  
可以是溶胀的。优选热塑性树脂的密度（JIS K7112）为 0.9~1.2。考  
25 虑到需要热塑性树脂在摩擦表面容易变形并表现出润滑性，优选热塑性  
树脂的热变形温度（JIS K7206）为 50~150°C。为了增加润滑涂层厚度  
并改善耐磨损性，热塑性树脂颗粒直径小是有优势的。但是，颗粒直径  
小于 0.05 微米使润滑涂料组合物非常容易磨损（粘扣），而难以形成均  
匀厚度的涂层。直径超过 30 微米的颗粒难以被引入到摩擦界面上，并容  
30 易在涂料组合物中通过沉淀或浮动而分离，使得难以形成均质的涂层。

因此，优选颗粒直径为 0.05~30 微米，更优选为 0.07~20 微米。

当向涂料组合物中加入热塑性树脂时，热塑性树脂含量以涂料组合物固体总含量计，优选为 0.5~30 重量%，更优选为 1~20 重量%，最优选为 2~15 重量%。在热塑性树脂是颗粒形式的情况下，加入过量的这种

5 颗粒可能造成涂料组合物的胶凝。

用于形成液体润滑涂层的涂料组合物还可以包括除上述组分外的一种或多种添加剂。适用于本发明的这些添加剂的实例包括高碱性有机酸金属盐以外的润滑剂和过压剂。这样的润滑剂实例包括，但不局限于：

10 脂肪酸盐，合成酯，天然油和脂肪，蜡和矿物油。这些添加剂中，优选向涂料组合物中加入合成酸和过压剂，因为前者具有增加热塑性树脂可塑性的作用，而后者具有改善耐磨损性作用。

脂肪酸盐具有和上述高碱性有机酸金属盐类似的性质，尽管要低一些，可以把脂肪酸盐作为一种稀释剂包含在涂料组合物中。从润滑性和防锈性观点出发，优选脂肪酸盐含 12~30 个碳原子。脂肪酸可以是衍生

15 自天然油或脂肪的混合脂肪酸或单个脂肪酸化合物。优选脂肪酸盐是碱土金属盐，特别是钙盐，可以是中性盐或碱性盐。

合成酯具有增加热塑性树脂可塑性的作用，同时可以增加润滑涂层在静液压力下的流动性。还可以用高熔点合成酯来调整所得润滑涂层的熔点和柔软度。适用的合成酯包括脂肪酸单酯，二元酸二酯和三羟甲基

20 丙烷和季戊四醇的脂肪酸酯。脂肪酸单酯的实例包括含 12~24 个碳原子的羧酸和含 8~20 个碳原子的高级醇形成的单酯。二元酸二酯的实例包括含 6~10 个碳原子的二元酸和含 8~20 个碳原子的高级醇形成的二元酯。组成三羟甲基丙烷或季戊四醇脂肪酸酯的脂肪酸是含 8~18 个碳原子的脂肪酸。

可以采用天然油和脂肪，例如牛脂，猪油，羊毛脂，棕榈油，菜籽油和椰子油；蜡，例如天然蜡或分子量为 150~500 的石蜡；以及矿物油

25 或 40°C 下粘度为 10~300 cSt 的合成矿物油，来调节润滑涂料的粘度。

涂料组合物中其他润滑剂的加入量以组合物固体总含量计，优选最大为 90 重量%，更优选最大为 75 重量%，最优选最大为 60 重量%。因为

30 其他润滑剂促进了均匀润滑涂层的形成，优选组合物中至少含 5 重量%的

一种或多种其他润滑剂。还优选选择其他润滑剂的数量使形成的润滑涂料的皂化值为 30~100 mg KOH/g。

过压剂包括，但不局限于硫化油和脂肪，多硫化物，磷酸酯，亚磷酸酯，硫代磷酸酯和二硫代磷酸金属盐。

- 5 硫化油和脂肪的实例是通过将含不饱和键的动物或植物油或脂肪和硫一起加热而制备的硫含量为 5~30 重量%的那些化合物。

多硫化物的实例是通式如下的化合物： $R^1-S_c-R^2$ （其中  $R^1$  和  $R^2$  可以相同或者不同，代表含 4~22 个碳原子的烷基、芳基，烷基芳基或芳烷基， $c$  是 2~5 的整数），以及含 2-5 个连续硫基的硫化烯烃。优选的多  
10 硫化物的实例包括二苄基二硫化物，二-叔-十二烷基多硫化物和二-叔-壬基多硫化物。

磷酸酯、亚磷酸酯、硫代磷酸酯和二硫代磷酸金属盐可以是具有如下通式的化合物：

磷酸酯： $(R^3O)(R^4O)P(=O)(OR^5)$

15 亚磷酸酯： $(R^3O)(R^4O)P(OR^5)$

硫代磷酸酯： $(R^3O)(R^4O)P(=S)(OR^5)$

二硫代磷酸金属盐： $[(R^3O)(R^6O)P(=S)-S]_2-Me$

上式中， $R^3$ ~ $R^6$  每个代表含最多 24 个碳原子的烷基、环烷基、烷基环烷基、芳基、烷基芳基或芳烷基，或者  $R^4$  和  $R^5$  可以是氢。Me 代表选自  
20 钼 (Mo)、锌 (Zn) 和钡 (Ba) 的金属。

这些化合物的优选实例包括磷酸酯中的磷酸三甲苯酯和磷酸二辛酯；亚磷酸酯中的亚磷酸三硬脂基酯、亚磷酸三癸基酯和亚磷酸氢二月桂基酯；硫代磷酸酯中的三-十二烷基和三-十三烷基硫代磷酸酯以及三  
25 烷基苯基硫代磷酸酯；和二硫代磷酸金属盐中的二烷基二硫代磷酸锌，其中  $R^3$  和  $R^6$  是含 3~20 个碳原子的一级或二级烷基。

涂料组合物中过压剂的数量以组合物中固体总含量计，优选为 0~20 重量%，更优选为 1~15 重量%。如果过压剂的量过大，可能对防锈性有副作用。

涂料组合物中还可以包括一种或多种抗氧化剂，防腐剂、倾点下降  
30 剂和粘度指数改进剂。抗氧化剂的实例包括诸如亚甲基-4, 4-双(2, 6-二-

叔-丁基苯酚)的双酚, 诸如二-叔-丁基甲酚的烷基苯酚, 以及萘胺。倾点下降剂和粘度指数改进剂的实例包括聚甲基丙烯酸酯和聚烯烃。如果存在这些组分的话, 以涂料组合物固体总量计, 一般抗氧化剂的加入量为约 0.01~1.0 重量%, 倾点下降剂和粘度指数改进剂的加入量分别为 1~5 重量%。

优选用于形成不含重金属粉的液体润滑涂料的涂料组合物的粘度为 2-300 Cst (40°C)。粘度不足 2cSt 的涂料组合物可能形成的润滑涂层太薄而不具有足够的润滑性。粘度超过 300cSt 可能对涂料组合物的应用性有副作用。粘度可以通过溶剂数量来调节。

可以将上述的涂料组合物涂在事先镀有锌或锌合金底层的丝扣接头配合表面上, 随后进行加热(如果需要的话), 以除去溶剂, 形成不含重金属粉的液体润滑涂层。优选所得涂层的厚度至少为 10 微米, 这足以充满例如螺纹之间配合表面间的微小间隙, 从而保证气密性。如果厚度不足 10 微米, 可能不足以产生液体润滑涂层如下所需的现象: 润滑剂在扣紧时产生的静液压作用下渗入摩擦表面或从其他间隙中移出。

因为液体润滑涂层含具有极高润滑性的高碱性有机酸金属盐, 不需要过多增加其厚度。涂层太厚不仅造成润滑剂的浪费, 而且还对液体润滑涂层在多孔锌或锌合金底层上的保留性有副作用。润滑涂层厚度上限没有苛求, 但是一般为 200 微米。优选液体润滑涂层的厚度为 20~150 微米。

上述的包括形成多孔锌或锌合金底层和固体润滑涂层或不含重金属粉的液体涂层上层在内的双层表面处理可以应用在组成丝扣接头的销和盒中一个或两个的配合表面上。尽管优选将这种双层表面处理应用在销和/或盒的整个配合表面上, 还可以只将这种处理应用在配合表面的一部分上, 例如只用于配合表面中无螺纹金属接触部分的表面上。

双层表面处理即使只应用于销或盒中的任何一个上, 也可以实现本发明的目的, 这在成本方面是有优势的。在这种情况下, 在形成在配合元件上的接头元件(一般为盒)上进行双层表面处理相对较容易, 因为其长度远小于钢管。其他没有进行双层表面处理的接头元件(例如销)可以是没有涂层的。特别是当如图 1 所示的, 销和盒在运输前暂时被固

定时，其他接头元件，例如销，即使是不含涂层的，也可以被预防生锈，因为通过暂时固定，销的配合表面是和盒配合表面上形成的表面处理层而紧密接触的。

5 但是，当螺纹配合元件像图1所示的那样连接到钢管的一端时，所得组件在另一端还有销和盒，分别在配合元件未连接的那一半中。本发明中，当只对形成于配合元件两侧的盒进行双层表面处理时，形成于钢管一端的、未连接到配合元件上的销如果是不含涂层的，则裸露在大气中。

10 当将本发明的表面处理只应用在销和盒的一个元件上时，可以对其他元件进行适当的表面处理，以形成能够单独产生防锈性或同时产生润滑性的涂层。

这样的涂层包括被用作本发明底层的多孔锌或锌合金层，金属镀层，磷酸盐涂层，草酸盐涂层和硼酸盐涂层。多孔锌或锌合金层和金属镀层能够产生高防锈性，而磷酸盐涂层，草酸盐涂层和硼酸盐涂层，15 这些都是通过化学转化处理形成的涂层，具有高度的改善滑动性质（润滑性）的能力。

金属镀层可以通过，例如镀锌，镀锌合金，镀镍或镀铜而形成。磷酸盐涂层包括磷酸锰涂层，磷酸锌涂层，磷酸锌钙涂层，磷酸锌铁涂层等。草酸盐涂层可以这样形成，例如，通过在草酸（ $C_2H_2O_4$ ）水溶液中浸泡，20 形成由诸如草酸铁（ $FeC_2O_4$ ）和草酸镍（ $NiC_2O_4$ ）的金属草酸盐组成的涂层。硼酸盐涂层可以是诸如硼酸钾的金属硼酸盐涂层。可以选择这些涂层的涂量，以充分产生防锈性和/或润滑性，但又不过量。可以采用两种或多种上述涂层，例如多孔锌或锌合金底层或金属镀层和磷酸盐，草酸盐或硼酸盐上层。

25 还可以在暴露的销和/或盒上附着合适的保护器，以防止在用于油井前生锈。

## 实施例

30 给出如下的实施例是为了说明本发明，而不是试图限制本发明。如下的描述中，将销的配合表面，包括螺纹部分和无螺纹金属接触部分，

称作销表面，而盒的相应部分称作盒表面。

丝扣接头（外径：7 英寸，壁厚：0.408 英寸）由选自碳钢 A，Cr-Mo 钢 B，13% Cr 钢 C 和高合金钢 D（每一种的组成见表 1）的材料制成，对其销表面和盒表面进行如表 2 所示的表面处理，该表简述了丝扣  
5 接头的钢标志（表 1），进行包括形成底层在内的预处理的条件，和形成固体润滑涂层或不含重金属粉的液体润滑涂层的条件。采用商购的膜厚度计，或通过测定涂层重量并将其转换成厚度来测定底层和润滑涂层的厚度。表 3 为用于形成液体润滑涂层的涂料组合物的组成。用刷涂法刷涂形成固体或液体润滑涂层的涂料组合物。

10 进行表 2 所示的喷砂处理，其中表面粗糙度为 10 微米时用#80 砂，或者表面粗糙度为 20 微米时用#62 砂。

表 2 中预处理栏中所示的 Zn 层和 Zn-Fe 层分别是通过喷镀法形成的多孔锌层和多孔锌-铁合金层。进行喷镀时使用的是 Dowa Teppun Kogyo 销售的商标为“Z Iron”的颗粒，这种颗粒有一个铁核，铁核涂有锌金属或锌-铁合金（Zn-Fe-Al）。那些含锌涂层的颗粒用于形成多孔锌层，  
15 而那些含锌-铁合金涂层的颗粒用于形成多孔锌-铁合金层。

表 2 所示的固体润滑涂料中，对其中粘合剂是有机树脂（例如聚酰胺酰亚胺树脂）的涂料，在其形成涂层后，进行热处理，在表 2 “T” 栏所示的温度下固化 30 分钟，以硬化涂层。

20 固体润滑涂料中粘合剂是具有表 2 中“Ti-0”所示的 Ti-O 骨架的无机聚合物，这样的固体润滑涂料是通过使用涂料组合物而制成的，这种涂料组合物的制备方法如下：将润滑粉分散在溶解在溶剂中的异丙氧基钛溶液中，所述溶剂是二甲苯：丁醇：三氯乙烯为 3:1:3 的混合溶剂。此后，将涂层放置在空气中湿化 3 小时，吹热空气在 150°C 下加热 30 分  
25 钟。

表 2 中，“M”表示固体润滑涂料中的润滑粉和粘合剂（有机树脂或无机聚合物）的质量比，“D”表示润滑粉的平均颗粒直径。

不含重金属粉的液体润滑涂层是这样形成的：涂敷表 3 所示的涂料组合物，然后室温下放置 12 小时蒸发溶剂。

30 对实施例 3 中的销表面、实施例 4 中的盒和销表面以及其余实施例中的盒表面进行本发明的双层表面处理。

为了进行比较，在比较例 1 制备了磷酸锰涂料底层，在比较例 2 中制备了镀铁和磷酸锰底层。底层上覆盖着固体润滑涂层。比较例 3 中，在销和盒表面上都只形成多孔锌底层。

至于实施例，在表 2 所示的实施例 1 中，对由具有表 1 所示组成的碳钢 A 制成的丝扣接头进行如下表面处理。对盒表面进行机械抛光（至表面粗糙度为 3 微米），然后喷砂形成 12 微米厚的多孔锌层作为底层。此后，在底层上形成厚 27 微米的固体润滑涂层。固体润滑涂层含聚酰胺酰亚胺树脂，该树脂中含平均颗粒直径为 5 微米的二硫化钼粉末，二硫化钼粉末和树脂的质量比为 4: 1。然后对所得固体润滑涂层进行加热处理，在 260°C 下固化 30 分钟，硬化涂层。销表面只进行机械抛光（至表面粗糙度为 3 微米）。

同样，在实施例 2~13 和比较例 1~3 中，对由表 2 所示钢制成的丝扣接头的销和盒，按照上述方式进行如表 2 所示的表面处理。实施例 12 中通过化学转化处理在销表面形成的草酸盐涂层被认为是由草酸铁和草酸镍组成的涂层。

用如下方法对销和盒没有固定的、表面处理过的丝扣接头进行防锈性测试。对于实施例 1~13 和比较例 1~2 中的丝扣接头，按照 JIS Z2371，对其上已经形成了固体或液体润滑涂层的销和/或盒进行 336 小时的盐喷射测试，然后检查生锈情况。对于比较例 3 中没有形成润滑涂层的丝扣接头，用上述方式对销和盒都进行测试。

采用已经进行了盐喷射测试的丝扣接头，在表 4 所示的条件下重复进行扣紧（接通）和松开（打开）操作至最多 20 次，以检查是否出现卡住和磨损。为了模拟高温环境中的油井，在第 11 和第 16 次循环时，在室温下接通后在 400°C 下加热 24 小时，待温度冷却到室温后再打开。在剩余的第 1~10 次循环，第 12~15 次循环和 17~20 次循环中，接通和打开是在室温下进行的，没有进行加热。接通速度是 10rpm，接通扭矩为 10340 ft · lbs。

表 5 为重复接通和打开测试中卡住和磨损结果，以及盐喷射测试中的生锈情况。

表 1  
丝扣接头的钢组成 (重量%)  
(余额: Fe 和不可避免的杂质)

标记	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
A	0.24	0.30	1.30	0.02	0.01	0.04	0.07	0.17	0.04
B	0.25	0.25	0.80	0.02	0.01	0.04	0.05	0.95	0.18
C	0.19	0.25	0.80	0.02	0.01	0.04	0.10	13.0	0.04
D	0.02	0.30	0.50	0.02	0.01	0.50	7.00	25.0	3.20

5

表 2

实施例 序号 <sup>1</sup>	SM <sup>2</sup>	销 <sup>3</sup>		盒 <sup>4</sup>	
		预处理	润滑涂层	预处理	润滑涂层
Ex. 1	A	抛光 (R=3)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=12)	聚酰胺酰亚胺树脂 MoS <sub>2</sub> (D=5, M=4) (t=27) (T=260)
Ex. 2	B	抛光 (R=2)	无	1. 喷砂 (R=10) 2. Zn-Fe 层 (t=15)	环氧树脂 MoS <sub>2</sub> (D=5, M=5) BN (D=3, M=1) (t=20) (T=230)
Ex. 3	A	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=8)	Ti-O MoS <sub>2</sub> (D=2, M=3) WS <sub>2</sub> (D=3, M=2) (t=10)	抛光 (R=2)	无
Ex. 4	D	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=8)	Ti-O MoS <sub>2</sub> (D=2, M=3) (t=15)	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=15)	聚酰胺酰亚胺树脂 MoS <sub>2</sub> (D=5, M=3.5) (t=35) (T=260)
Ex. 5	A	抛光 (R=2)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn-Fe 层 (t=1.5)	聚酰胺酰亚胺树脂 MoS <sub>2</sub> (D=1, M=3) (t=25) (T=260)
Ex. 6	A	抛光 (R=2)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn-Fe 层 (t=50)	聚酰胺酰亚胺树脂 MoS <sub>2</sub> (D=5, M=3) (t=25) (T=260)
Ex. 7	B	抛光 (R=3)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=15)	表 3 中的液体润 滑涂料 A (T=30)
Ex. 8	B	抛光 (R=3)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn-Fe 层 (t=15)	表 3 中的液体润 滑涂料 B (T=100)

Ex. 9	C	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=12)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=15)	聚酰胺酰亚胺树脂 MoS <sub>2</sub> (D=3, M=4) (t=30) (T=260)
Ex. 10	B	1. 抛光 (R=3) 2. 磷酸锌涂 层(t=20)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=15)	聚酰胺酰亚胺树脂 MoS <sub>2</sub> (D=3, M=4) (t=30) (T=260)
Ex. 11	C	1. 抛光 (R=3) 2. 磷酸锌涂 层(t=20)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=20)	表 3 中的液体润 滑涂料 C (T=150)
Ex. 12	C	1. 抛光 (R=3) 2. 草酸盐涂 层(t=10)	无	1. 喷砂 (R=20) 2. Zn 层 (t=25)	环氧树脂 MoS <sub>2</sub> (D=5, M=4) (t=27) (T=230)
Ex. 13	A	1. 抛光 (R=3) 2. 硼酸钾涂 层(t=5)	无	1. 喷砂 (R=10) 2. Zn-Fe 层 (t=15)	酚醛树脂 石墨 (D=2, M=4) (t=25) (T=200)
Comp. Ex. 1	A	抛光 (R=3)	无	1. 抛光 (R=3) 2. 磷酸锰涂 层(t=15)	聚酰胺酰亚胺树 脂 MoS <sub>2</sub> (D=5, M=4) (t=25) (T=260)
Comp. Ex. 2	C	抛光 (R=3)	无	1. 抛光 (R=3) 2. 镀铁 (t=15) 3. 磷酸锰涂 层(t=20)	聚酰胺酰亚胺树 脂 MoS <sub>2</sub> (D=5, M=4) (t=35) (T=260)
Comp. Ex. 3	A	1. 抛光 (R=2) 2. Zn 层 (t=8)	无	1. 抛光 (R=3) 2. Zn 层 (t=15)	无

(注释)<sup>1</sup>Ex.: 实施例, Comp. Ex.: 比较例

<sup>2</sup>SM: 钢标记 (表 1 中)

<sup>3, 4</sup>“Ti-0”表示具有 Ti-0 骨架的无机聚合物;

“R”表示表面粗糙度, R<sub>max</sub> (μm);

5 “D”表示润滑粉末的平均颗粒大小 (μm);

“M”表示润滑粉末/粘合剂质量比;

“t”表示涂层厚度 (μm); 和

“T”表示热处理固化固体润滑涂料时的温度 (°C)。

表 3  
形成液体润滑涂层的涂料组合物 (重量%)

成分		涂料组合物		
		A	B	C
溶剂		50	40	50
基础润滑剂	Z-1	25	-	15
	Z-2	-	20	-
	Z-3	-	-	5
热塑性树脂粉	Y-1	-	4	-
	Y-2	-	-	5
过压剂	X-1	-	2	2
	X-2	-	3	-
	X-3	-	-	3
其他润滑剂	W-1	10	-	-
	W-2	10	15	20
	W-3	5	16	-
碱值 (mgKOH/g)		200	83	160
皂化值 (mgKOH/g)		40	45	72

溶剂: 溶剂油 (JIS K2201 4)

基础润滑剂:

- 5 Z-1: 高碱性磷酸钙 (碱值: 400 mgKOH/g)  
 Z-2: 高碱性水杨酸镁 (碱值: 150 mgKOH/g)  
 Z-3: 高碱性酚钙 (碱值: 400 mgKOH/g)

热塑性树脂粉末:

- Y-1: 聚乙烯粉末 (颗粒直径 20 $\mu$ m)  
 10 Y-2: 丙烯酸树脂粉末 (颗粒直径 2 $\mu$ m)

过压剂:

- X-1: 硫化猪油 (S: 10%, 皂化值 180 mgKOH/g)  
 X-2: 磷酸氢二月桂基酯  
 X-3: 二烷基二硫代磷酸锌 (Zn:8%, P:9%, S:17%)

15 其他润滑剂:

- W-1: 牛脂脂肪酸钙皂 (皂化值 20 mgKOH/g)  
 W-2: 三羟甲基丙烷三油酸酯 (皂化值 20 mgKOH/g)  
 W-3: 纯化矿物油 (ISO VG46)

碱值和皂化值是蒸发溶剂后形成的涂料数值。

表 4  
重复接通和打开的操作程序

循环 1~10	在室温 (RT) 下接通和打开
循环 11	RT 下接通→400°C 加热 24 小时→冷却至 RT→RT 下打开
循环 12~15	RT 下接通和打开
循环 16	RT 下接通→400°C 加热 24 小时→冷却至 RT→RT 下打开
循环 17~20	RT 下接通和打开

表 5

实例 No. <sup>3)</sup>	卡住或磨损的出现情况 <sup>1)</sup> (数字: 循环数)															生锈性 <sup>2)</sup>	
	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	销	盒
Ex. 1	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	○
Ex. 2	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	○
Ex. 3	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-
Ex. 4	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
Ex. 5	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	△	-	△
Ex. 6	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	-	○
Ex. 7	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	△	-	○
Ex. 8	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	-	○
Ex. 9	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	○
Ex. 10	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	○
Ex. 11	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	△	-	○
Ex. 12	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	○
Ex. 13	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	○
Com Ex. 1	○	○	△	△	△	×	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	×
Com Ex. 2	○	○	○	△	△	△	×	-	-	-	-	-	-	-	-	-	×
Com Ex. 3	×	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	○	○

5 (注释)<sup>1)</sup> ○: 无卡住或磨损;      △: 轻微卡住(可修复);

×: 磨损(不可修复);    -: 未进行。

<sup>2)</sup> ○: 不生锈;      △: 轻微生锈, 但不造成问题;

×: 明显生锈(有问题);    -: 未测试。

<sup>3)</sup> Ex.: 实施例;      Com Ex.: 比较例。

10

从表 5 可见, 实施例 1~13 中, 丝扣接头的盒和/或销已经按照本发

5 明进行了表面处理，这些丝扣接头具有改善的耐磨损和防锈性。关于防锈性，实施例 5，其中多孔锌-铁合金底层的厚度较小，为 1.5 微米，在盐喷射测试中观察到轻微的生锈现象，但是还不足以成为问题。在实施例 5 和实施例 6 中，底层的厚度厚达 50 微米，还有在实施例 7、8 和 11 中润滑涂层是液体形式的，在这些实施例中，当重复接通和打开测试时，在接通第 18 或 19 次以后出现轻微的卡住现象，但是经过正常的修复操作后可以进行测试直至最终的第 20 次循环。从实施例 7、8 和 11 的结果估计，不含重金属粉的液体润滑涂层的润滑性比固体润滑涂层要略低一些。

10 在比较例 1 和 2 中，底层由磷酸锰或镀铁和磷酸锰结合组成，在盐喷射测试中对其整个表面的生锈情况进行观察。而且，尽管磷酸锰底层是多孔层，重复接通和打开测试中在第 11 或 12 次循环时出现磨损，不得不在该循环终止测试。似乎生锈时容易出现磨损，生锈使润滑涂层容易剥落并使底基表面粗糙度增加。

15 在比较例 3 中，盐喷射测试中没有发现生锈现象。但是，在重复接通和打开测试中，在第 6 循环时出现磨损。据证实在现有技术下，仅仅用喷镀的多孔锌层是不能防止磨损的，除非在上面覆盖常规的含重金属粉的复合润滑脂。

## 20 工业应用性

本发明的丝扣接头表现出改良的润滑性、防锈性和气密性，而不必使用含重金属粉的润滑脂，例如复合润滑脂。而且，与复合润滑脂不同，这些性质在高温下依然保持着。其结果是，即使在高温油井，例如深井或注汽井中，用这种丝扣接头来连接油井管，也可以在重复接通和  
25 打开过程中消除或最小化磨损的出现，并保持良好的气密性而没有重金属粉可能污染环境的问题。

已经就某些实施方案对本发明进行了描述，上述的公开内容仅仅是用于说明本发明，而没有限制意义。对于本领域的技术人员而言，应当理解可以对上述的发明进行大量的变更和修改。

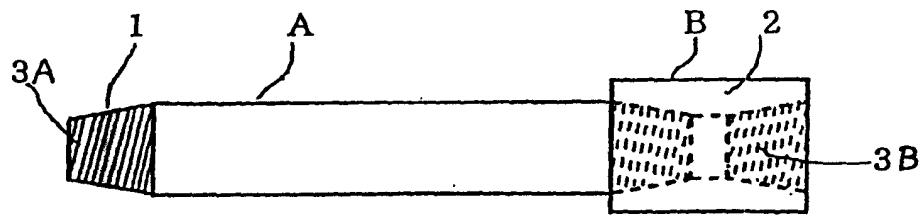


图 1

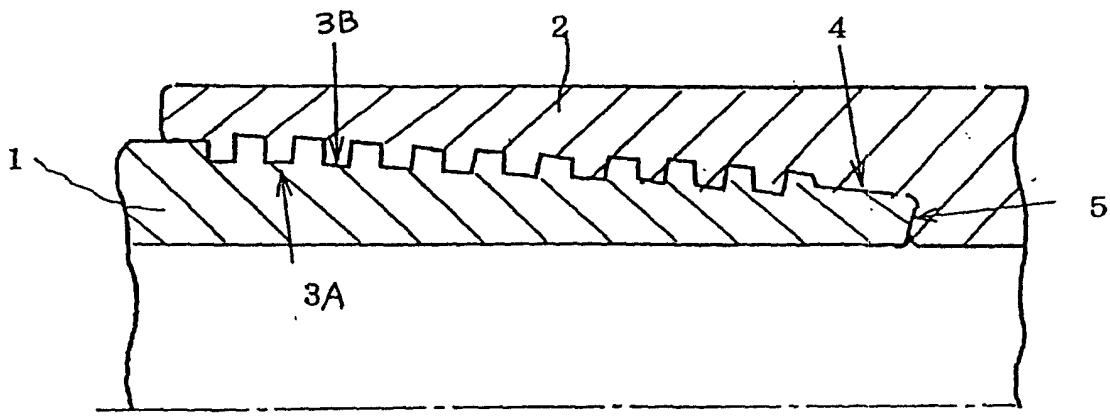


图 2