

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7474449号
(P7474449)

(45)発行日 令和6年4月25日(2024.4.25)

(24)登録日 令和6年4月17日(2024.4.17)

(51)国際特許分類		F I	
C 1 0 M 169/04 (2006.01)		C 1 0 M 169/04	
F 1 6 L 15/04 (2006.01)		F 1 6 L 15/04	A
C 1 0 M 147/02 (2006.01)		C 1 0 M 147/02	
C 1 0 M 107/44 (2006.01)		C 1 0 M 107/44	
C 1 0 M 129/40 (2006.01)		C 1 0 M 129/40	
請求項の数 9 (全54頁) 最終頁に続く			
(21)出願番号	特願2022-550246(P2022-550246)	(73)特許権者	000001258
(86)(22)出願日	令和4年5月24日(2022.5.24)		J F E スチール株式会社
(86)国際出願番号	PCT/JP2022/021278		東京都千代田区内幸町二丁目 2 番 3 号
(87)国際公開番号	WO2022/255166	(73)特許権者	591056396
(87)国際公開日	令和4年12月8日(2022.12.8)		東洋ドライループ株式会社
審査請求日	令和4年8月22日(2022.8.22)		東京都世田谷区代沢 1 - 2 6 - 4
(31)優先権主張番号	特願2021-91461(P2021-91461)	(74)代理人	100103850
(32)優先日	令和3年5月31日(2021.5.31)		弁理士 田中 秀▲てつ▼
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)	(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】 固体潤滑被膜形成用の薬剤、油井管、及び油井管ねじ継手

(57)【特許請求の範囲】

【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、
バインダー樹脂に固体潤滑剤が分散して構成され、
上記バインダー樹脂の 9 0 重量 % 以上がポリアミドイミド樹脂であり、そのポリアミドイミドの平均分子量が 2 0 , 0 0 0 以上 4 0 , 0 0 0 以下であり、
上記固体潤滑剤の 8 0 重量 % 以上が P T F E (ポリテトラフルオロエチレン)であり、その P T F E の平均分子量が 3 0 , 0 0 0 以下であり、
上記固体潤滑剤を構成する上記 P T F E が、上記固体潤滑被膜の全重量の 2 0 重量 % 以上 5 0 重量 % 以下である、
ことを特徴とする固体潤滑被膜形成用の薬剤。

【請求項 2】

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、
上記バインダー樹脂の 9 0 重量 % 以上が P A I (ポリアミドイミド樹脂)であり、その P A I の平均分子量が 2 0 , 0 0 0 以上 4 0 , 0 0 0 以下であり、
上記固体潤滑剤の 8 0 重量 % 以上が P T F E (ポリテトラフルオロエチレン)であり、その P T F E の平均分子量が 3 0 , 0 0 0 以下であり、
上記固体潤滑剤を構成する上記 P T F E が、上記固体潤滑被膜の全重量の 2 0 重量 % 以上 5 0 重量 % 以下である、

ことを特徴とする油井管。

【請求項 3】

上記固体潤滑被膜の硬度は、鉛筆硬度で F 以上 4 H 以下である、
ことを特徴とする請求項 2 に記載した油井管。

【請求項 4】

上記潤滑被膜は、上記ねじ部の締結面と上記固体潤滑被膜との間に下地膜を有し、
上記下地膜は、リン酸塩処理膜、又はピッカース硬度が 200 HV 以上の電気めっき処理膜で構成される、
ことを特徴とする請求項 2 に記載した油井管。

【請求項 5】

上記潤滑被膜は、上記固体潤滑被膜の上に表面層を有し、
上記表面層は、固体潤滑剤とバインダー樹脂とを備え、
上記表面層の固体潤滑剤は、下記の X 群の脂肪酸と下記の Y 群の金属元素からなる化合物から 1 種類若しくは 2 種類以上の組合せであり、
上記表面層のバインダー樹脂は、フッ素系有機化合物である、
ことを特徴とする請求項 2 に記載した油井管。

・ 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 6】

上記表面層は、融点が 70 以上であることを特徴とする、
請求項 5 に記載した油井管。

【請求項 7】

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、
上記ボックス又は上記ピンの一方の部品が、請求項 2 ~ 請求項 5 のいずれか 1 項に記載した上記潤滑被膜を有する油井管からなり、
上記ボックス又は上記ピンのうちの他方の部品のねじ部の締結面には、被膜が形成されていないか、耐食性及び防食性の少なくとも一方の性質を有する被膜が形成されている、
ことを特徴とする油井管ねじ継手。

【請求項 8】

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両方の部品がそれぞれ、請求項 2 ~ 請求項 5 のいずれか 1 項に記載した上記潤滑被膜を有する油井管からなる、
ことを特徴とする油井管ねじ継手。

【請求項 9】

上記ボックス及び上記ピンの両方に形成した上記固体潤滑被膜の膜厚はそれぞれ、ねじ部のクレスト位置で、5 μm 以上 95 μm 以下であり、
上記ボックスのねじ部に形成する上記固体潤滑被膜のクレスト位置での膜厚を A1 (μm) とし、上記ピンのねじ部に形成する上記固体潤滑被膜のクレスト位置での膜厚を A2 (μm) としたとき、下記 (1) 式を満足する、
ことを特徴とする請求項 8 に記載した油井管ねじ継手。

$$A1 + A2 \geq 110 \mu\text{m} \quad \cdots (1)$$

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、油井管ねじ継手の潤滑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

10

20

30

40

50

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。また、本開示は、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ることを意図する。

【0002】

また、本明細書において、「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、低摩擦係数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（M/B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

10

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、次のような処理が行われていた。すなわち、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う。その後、その表面処理によって形成した被膜の上に、Pb、Zn等を含む潤滑コンパウンドを塗って、ねじ部の潤滑を図っていた。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。

20

【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】

30

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ある。それ自体で、ねじ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。

油井管ねじ継手に用いられる従来の固体潤滑被膜については、例えば特許文献1～特許文献5に記載されている。また、油井管ねじ継手とは異なる用途に使用される潤滑技術としては、例えば特許文献6～14に記載されている。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【文献】特開2002-348587号公報

【文献】特開2002-310345号公報

【文献】特開2005-299693号公報

【文献】特開2008-069883号公報

【文献】特開2002-327874号公報

50

【文献】特開平 1 1 - 1 9 9 8 8 4 号公報
【文献】特開 2 0 0 1 - 4 9 2 8 5 号公報
【文献】特開 2 0 0 8 - 3 8 1 0 8 号公報
【文献】特開 2 0 1 1 - 1 0 5 8 3 1 号公報
【文献】特開平 8 - 1 0 3 7 2 4 号公報
【文献】特開平 8 - 1 0 5 5 8 2 号公報
【文献】特開 2 0 0 1 - 6 5 7 5 1 号公報
【文献】特開 2 0 0 1 - 9 9 3 6 4 号公報
【文献】特開 2 0 0 2 - 3 4 8 5 8 7 号公報
【非特許文献】

10

【0 0 0 7】

【文献】津留ら： 石油技術協会誌 6 1 巻 6 号 (1 9 9 6) P P . 5 2 7 - 5 3 6 .

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 8】

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、発明者らは、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、複数の固体潤滑剤の候補を選定し、選定した固体潤滑剤の中から、固体潤滑剤として P T F E (テトラフルオロエチレン重合体) を主成分に選んだ。更に、複数の固体膜 (バインダー樹脂) を選定し、選定した固体膜の候補の中から、固体膜として P A I (ポリアミドイミド共重合体) を主成分に選んだ。そして、発明者らは、固体潤滑剤として P T F E を主成分とし、バインダー樹脂として P A I を主成分とする固体潤滑被膜の膜構造の潤滑性について検討を行った。

20

【0 0 0 9】

しかし、単純に過去の記載を参照して、固体潤滑剤として P T F E を主成分とすると共にバインダー樹脂として P A I を主成分とした固体潤滑被膜を、油井管ねじ継手の潤滑に用いた場合、次のことが分かった。すなわち、油井管ねじの締付け締戻し (締付け締戻し) 試験において、実際の井戸で使われるような環境を想定した新たな試験で評価すると、全くといっていいほど、潤滑挙動が足らず、実際の井戸で想定する潤滑に堪えないことが分かった。

30

なお、発明者らは、後述のように、短尺ピンを使ったラボ評価試験にて行われていた、従来の締付け締戻し試験 (以下、単に試験とも記載する) では、油井管ねじ継手の潤滑に固体潤滑被膜を用いた場合、潤滑性 (耐焼き付き性) を正しく評価できないとの知見を得た。

【0 0 1 0】

ここで、固体潤滑剤として P T F E が記載されている公報としては、例えば、特許文献 4 がある。特許文献 4 には、硬度の異なる金属又は合金層を 2 層重ねた上に、固体潤滑被膜を形成する発明が開示されている。また、特許文献 4 には、好適な固体潤滑被膜について特に限定をせずに、固体潤滑被膜には全てを包含すると記載されている。そして、固体潤滑剤として M o S ₂、W S ₂、B N、黒鉛、P T F E 等が例示されているだけである。また、バインダー樹脂については、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂、ポリエーテルサルホン樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂、フェノール樹脂等が開示されているだけである。

40

【0 0 1 1】

バインダー樹脂として P A I が記載されている特許文献もある。しかし、多くの場合、バインダー樹脂を特段規定することなく、あらゆる有機高分子体 (樹脂)、無機高分子、ガラス等が例示されている中の 1 つとして、P A I が記載されているだけである。すなわち、好適なバインダー樹脂として P A I が記載されていない。例えば、特許文献 1 ~ 5 には、有機樹脂 (バインダー樹脂) の例として、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂、ポリカルボジイミド樹脂、ポリエーテルサルホン樹脂、ポリエーテルエーテルケトン樹脂、フェノ

50

ール樹脂、フラン樹脂、尿素（ウレア）樹脂、アクリル樹脂などの熱硬化性樹脂、ならびに、ポリアミドイミド樹脂、ポリエチレン樹脂、シリコン樹脂、ポリスチレン樹脂などが例示されている。このように、複数の有機樹脂の一例としてP A Iが例示されているだけである。

【 0 0 1 2 】

また、潤滑が固体潤滑被膜ではない技術においては、油井管のねじ潤滑用途で分子量を規定した技術がある。ただし、その技術は、マトリックス成分がP A Iではなく、基油ベースのマトリックス成分に、固体潤滑剤としてP T F Eを添加したものである。そのような文献として、例えば、特許文献9がある。特許文献9には、P T F Eの分子量規定が、1万～30万程度、かつ好ましい範囲として、分子量が2万～20万が開示されている。特許文献9の記載は、どちらかといえば、P T F Eのサイズを大きい方が好ましいものとして規定した発明に位置付けられる。

10

【 0 0 1 3 】

また、特許文献10及び11には、バインダー樹脂としてP A Iが記載されている。特許文献10及び11には、油井管用途においてP A Iの分子量が規定されている。特許文献10及び11には、固体潤滑剤として粒径を規定した二硫化モリブデンの粉末を選択して、その二硫化モリブデンの粉末を、分子量が15,000のP A Iに適切な範囲で混ぜる薬剤の発明が開示されている。そして、特許文献10及び11には、2,000～10,000のエポキシ樹脂、150～250のフラン樹脂、10,000～25,000のP A Iの中より選定した一種から構成されるという記載の中に、P A Iの分子量規定が記載されている。特許文献12、13には、分子量が15,000のP A I（バインダー樹脂）と平均粒径が1.0 μmの二硫化モリブデン（固体潤滑剤）の混合からなる発明が開示されている。

20

【 0 0 1 4 】

特許文献12、特許文献13には、固体潤滑をP T F E、バインダー樹脂をP A Iとして含む例が示されている。具体的には、特許文献12は、固体潤滑粉末の全重量に対して、P T F Eが1%～30%の範囲を規定したものである。特許文献13に記載の発明は、P T F Eが、潤滑性材の全重量の10%以下程度の少量であれば存在させてよい発明である。しかし、特許文献12、特許文献13は、発明の主体が、MoS₂、WS₂、黒鉛が主体の固体潤滑剤から構成されたものであって、P T F Eが少量混じってよいとされる副次的な添加薬剤の扱いである。

30

【 0 0 1 5 】

以上のように、油井管ねじの潤滑分野において、固体潤滑剤のP T F E（テトラフルオロエチレン重合体）、及びバインダー樹脂膜のP A I（P A I共重合体）を好適な主成分とし、これらの組合せのもと、それぞれの分子量を規定した発明はない。仮に規定されていたとしても、適切に潤滑の評価がされて記載されたものではない。

ここで、本開示が対象とする潤滑は、潤滑特性の評価に関し、潤滑の主体が固体潤滑被膜であることによる特有の事情がある。更に、本開示が対象とする潤滑は、潤滑特性の評価に関し、潤滑の対象が油井管ねじであることによる特有の事情もある。

【 0 0 1 6 】

40

これについて、次に、発明者らの得た新たな知見に基づき、説明を加える。

上記に挙げた特許文献1～14には、固体潤滑被膜の発明、若しくは、膜構造の構成要素などの過去の知見が記載されている。しかし、発明者らの検討によれば、各特許文献の実施例から推定すると、従来のねじ締付け時の潤滑技術と比して、固体潤滑被膜特有の潤滑特性の評価を正当に評価しているかどうかは不明瞭な点が多い。具体的には、発明者らは、従来の評価方法が、実際の井戸で使用される長さの油井管ねじ（8～12m級）を、実際の井戸で締め付けられることを想定した潤滑挙動を意図した条件で試験を行っているかどうか、不明確であるとの見解を得た。実際の井戸では、8～12m級の長尺ピン（雄ねじ）が上側にセットされると共に、カップリング（雌ねじ：ボックス）が下側にセットされ、締付けされてランニングされている。締付けは、状況によっては締戻しされ、再度

50

締付けがおこなわれる。また、海上リグでは、あらかじめ3本連結させたピン単位で、ランニングされるケースがほとんどである。ここで、8～12m級とは、API-5CTや5CRAに規定されるRange-2やRange-3の長さに相当する。

【0017】

固体潤滑被膜を用いない従来のコンパウンドにより潤滑を図った締付け締戻しでは、ねじを締付け時及び締戻す時に連動して、グリース状のコンパウンドが動く。これは、コンパウンドが粘性液体的であるためである。このため、従来のコンパウンドを使う潤滑評価の場合には、ねじ潤滑評価が、水平型トング（水平型締付機）での試験（水平型試験とも呼ぶ）で評価しようが、短尺ピンを使った縦型トングでの試験（縦型試験とも呼ぶ）で評価しようが、実際の井戸で締付をしようが、評価方法について、あまり意識しなくてもよい場合もある。すなわち、コンパウンドによる潤滑の場合、ねじの潤滑評価方法のラボ評価は、実際に井戸で想定される評価結果とほぼ同じ結果で、ラボ評価が特段、異なって評価してしまう懸念がほとんどない。

10

【0018】

これに対し、潤滑に固体潤滑被膜を用いる場合には、実際の井戸での締付の状況を考慮して固体潤滑被膜を決定しないと、ラボ試験で高評価であっても、実際の井戸ではうまく行かないという事態に必ず遭遇する。その理由は、固体潤滑被膜は、構造的に、締付け締戻す時に、部分的に膜が剥離することが不可避であって、コンパウンドのように連動して動かないためである。したがって、潤滑に固体潤滑被膜を用いる場合には、水平型試験のように荷重が掛からない状況での評価で合格と評価されたねじ継手であっても、実際の井戸では、うまくいかない場合に直面する。

20

【0019】

その理由は以下のように説明できる。

例えば、図2(a)は、固体潤滑被膜を実長ピン（8～14m長さを有することが多い）を使った模擬井戸での締付け時のトルク・ターン・チャートの典型例である。実長ピンは長く、どうしても微妙に斜めにセットされ、ピンねじ山が半分程度露出するような所で、これ以上手締めでは締め付けられない。実際に、実寸ピンをボックスねじに差し込んでセットして、下から見上げると、ピンがたわんだ感じになっている。よって、ピンねじを締め付けようとトライしても、初期セット位置は、ピンねじのねじ山の総数のうち、半分以上が、ボックスねじから露出するような位置にしかセットできない（図2(b)参照）。そのため、図2(a)は一例であるが、セット後の回転が約6回転までは、ねじ同士が十分に噛み合うまでに、不規則なスパイク状のトルクが立つだけで、定常的なトルクは立たないことが日常的に起こる。図2(b)の位置から、パワートングで締め付けると、ピンねじ山がボックスねじに隠れるように、正規のねじ位置に進んでいく動きをする。しかし、初期セットが真っ直ぐにできないために、締付け当初には、ガタ（あそび）があり、ピンねじがボックスねじに、一様に当たらず、偏在して当たってしまう。その時に、上述のようにスパイク状のトルクが不定期に立つ傾向がある。ねじ同士が噛みあった以降は、図2(a)のように、トルクが右肩あがりには上昇していく。実長ピンを使った実際の井戸では、単に偏在して強く当たるだけではなく、ピン全長の自重にもとづき、大きな荷重が強く当ることによって発生する悪影響が重畳する。スパイク状のトルクは、固体潤滑被膜の締付け時に、ねじ同士が十分に噛み合うまでのタイミングで特有的に起こるが、従来のドープ・コンパウンドを用いた場合には起きない。ドープ・コンパウンドは、粘性液体状であるがゆえに、締付け締戻しに連動して動くために、固体潤滑被膜で発生するスパイク状のトルクの不規則な立ち上がりが起こることがない。裏返せば、固体潤滑被膜での潤滑では、ねじ同士が噛み合うまでに、時折、不規則に、偏って強く当たり、かつピン自重起因の大荷重が付与されるために、固体潤滑被膜に少なからずダメージが与えられる、ことを意味する。

30

40

【0020】

一方で、ラボでよく行う評価であるが、短尺ピンを使った、固体潤滑被膜の評価は、図2(a)とは対照的で、図3(a)にトルク・ターン・チャートを示す。図3(b)は、

50

初期セット位置を示す。短尺ピンの場合には、締付け開始直前の、初期セット位置は、手締めで、ピンねじが1～3山くらいの露出まで締め付けることができる。図3(a)にあるように、セット後の回転が1.5回転しかなく、図2(a)に見られた、不規則なトルクはほとんどゼロである。つまり、不定期にトルクがスパイク状に立ちあがるプロセスは無く、締付当初から、トルクが右肩上がりに上がっていく。つまり、初期セット時に、すでにねじが噛み合っている位置にセットできるので、固体潤滑被膜のダメージはほとんどないレベルから、締付け時の潤滑がスタートできる。また、短尺ピンゆえに、ピン由来の自重は、実長ピンに比べれば、1/10未満のレベルの軽度な荷重であることによる有利さもある。

【0021】

固体潤滑被膜の潤滑評価には、図2(a)の不定期にみられるスパイク状のトルクが立つような、固体潤滑被膜がダメージを受けるような、ガタツキの影響(偏荷重の影響)、及び大荷重の影響を模擬するような潤滑評価方法を採用しない限り、潤滑の膜の良悪を峻別できない。図3(a)(b)にあるような、短尺ピンを使った評価での「合格」は、実際の環境での「合格」を必ずしも意味しない。

【0022】

これらの本発明者らの検討によれば、潤滑に固体潤滑被膜を採用し、実際の井戸での締付け締戻しを想定した場合、主に考慮すべき点は次の2点であった。

(1) ねじのガタ(あそび)に起因する固体潤滑被膜へのダメージがある。

(2) 最悪の場合には、ピンの全重量(上側の雄ねじ側のピンの全重量)が、カップリング(下側のボックスの雌ねじ側)に掛かってくるような、大重量印加時の潤滑を考慮する必要がある。

【0023】

そして、この(1)と(2)の重畳的な作用によって、固体潤滑被膜は、構造的に不可避である、部分的に剥離する現象自体が発生する。更に、その剥離した屑が締付け締戻し時に再構成されて、潤滑に寄与したり、逆に固まって、雄ねじ/雌ねじの隙間を閉塞させて焼き付きの原因になるような状況が発生したりする。そして、そのような現象を視野に入れないと、固体潤滑被膜の潤滑評価が甘くなってしまうと、固体潤滑被膜の潤滑評価が不十分になるとの知見を得た。

【0024】

実際、潤滑に固体潤滑被膜を用いた油井管ねじ継手の潤滑について、水平型締付機によって短尺ピンを使って評価すると、ほとんどの場合、潤滑の評価が合格であり、問題がないと判定されてしまう。しかし、その同一長さのピン(短尺ピン)を立て、縦型締付機で、固体潤滑被膜を用いた油井管ねじ継手の潤滑について締付け締戻し試験を行うと、この条件だけで焼き付きが起こってしまうものがあつた。更には、固体潤滑被膜に工夫を行わない限り、ピンの長さを実際の井戸で使用する実寸ピンとして、縦型締付機で締付け締戻し試験を行うと、1回目の締戻しで大方のものは焼き付いてしまっていた。実寸ピンは、例えば、8-12m級で、Range-2又はRange-3である。

【0025】

つまり、実際の井戸で使用する実寸ピンよりも短い短尺ピンで固体潤滑被膜の潤滑を評価する従来の試験の場合には、水平型試験でも縦型試験でも、完全に不合格となるねじ継手だけを抽出できるだけである。このため、実際の井戸での潤滑において合格であるか否かを精度良く評価出来ていなかった。すなわち、従来にあっては、固体潤滑被膜の潤滑評価は、短尺ピンを用いた試験ではシミュレーションできないのが実態である、との知見を得た。よって、実際の井戸を考慮した試験方法によって、技術を特定するパラメータの上下限値を正確に評価しないと、固体潤滑被膜の潤滑性の良好な範囲を特定できない、との知見を得た。そして、従来の縦型試験での評価では、実際の井戸で使用する実寸ピンよりも短い短尺ピンを用いて評価する。このため、従来の縦型試験での評価では、精度良く評価することができていないという、知見を得た。

【0026】

ここで、短尺ピンに荷重を負荷した技術例として、非特許文献 1 で公開された技術がある。非特許文献 1 では、縦型トングを用い、ピンの上端に 5 0 0 k g の重りを載せて、締め付け締戻しをすることが開示されている。しかし、5 0 0 k g の重りでは軽すぎて、実寸ピン相当の荷重を模擬できていない。また、油井管ねじの潤滑を意図した特許文献として特許文献 5 がある。特許文献 5 には、特許文献 5 に記載の図面等を参酌すると、短尺ピンを使つての評価が記載されていることが分かる。また、特許文献 1 ~ 4、1 0 ~ 1 4 には、潤滑性の評価の具体的な方法について記載されていない。しかし、特許文献 1 ~ 4、1 0 ~ 1 4 には、実際の長尺ピンを使ったという記載も示唆もないことから、当業者の従来の知見によれば、ラボレベルで簡単に評価でき、かつ、従来のコンパウンドでの潤滑評価で使う際に、標準的に使われる、1 m 程度の短尺ピンを使つて試験・評価していると推定される。

10

【 0 0 2 7 】

なお、特許文献 5 には、縦型の締め付け機を使い、ピンの軸が傾いた状態での過酷試験で固体潤滑被膜を評価することが記載されている。すなわち、特許文献 5 には、初期セットでピンの軸を意図的に斜めに傾けることによって、ねじの締め初期における、過酷な状況での潤滑・摩擦を評価対象にする、ことが記載されている。しかしながら、特許文献 5 の方法は、単にガタ（あそび）を模擬した評価にすぎず、固体潤滑被膜の潤滑膜に対して、甘めの評価であることは否定できない。すなわち、特許文献 5 の方法は、実寸ピンの状況で想定されるような過酷な条件を考慮して評価しているとは言えない。特許文献 5 に記載の固体潤滑被膜の評価では、短尺ピンを使った上記従来の評価方法と同様に、実際の井戸で現実に起こることを評価できているとはいえない。また、実長のピンを使った試験、いわゆる、Full-length のピンを用い、縦型の締め付け機を使った締め付け試験は、テストサイトを借りきつて行う必要があり、実験を実施する費用が著しく高くなる。このため、固体潤滑被膜の効果判定に際して、Full-length のピンを使った試験を繰り返し行うのも、現実的とはいえないがたく、常に行われるわけではない。

20

【 0 0 2 8 】

ここで、改めて、油井管ねじの潤滑の特異性を論じると、上述のように、(1) ねじの締め初期、及び、ねじの締め戻し後期に、構造的に、ガタ（あそび）があること、(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点である。

【 0 0 2 9 】

本発明者らの知見によれば、ガタがあるのは、油井管ねじの構造的なものである。すなわち、雄ねじ側（例：ピンねじ）と、雌ねじ（例：カップリングねじ）には、ピンねじをセットする際にスムーズに差し込めるように、ねじが噛み始める前には、ねじ特有のガタ（あそび）が存在する。また、油井管ねじの締め付け締戻しは、上にセットするピンを吊りながら実施するものの、上部に位置するピン自重が雌ねじ側にある程度は印加されるような、大荷重印加条件を想定する必要がある。例えば、上部に位置する 8 ~ 1 2 m 級（API-5CT や 5CRA に規定される Range-2 や Range-3 の長さ）のピン（雄ねじ）が上部にセットされ、カップリング（雌ねじ）が下部にセットされて、締め付け締戻しがなされる。このため、大径のピンであれば、1 本あたり約 1 t o n のピンの重量が印加された状態で締め付け、締め戻しが行われる。海上の井戸では、よくあるように、ピンを 3 本連結させたものが使用される。この結果、もっとも厳しい場合には、重量約 3 トンが、ピンから雌ねじ部分に印加された状態で、締め付けられる。このために、著しく厳しい摩擦条件になる。上述のように締め込み初期と締め戻し後期にガタツキがあるために、上からの大荷重が、雌ねじに対し一様に掛かるわけではなく偏ってしまう。このため、当該大荷重が、ねじ山部分に局部的に掛かる。これに耐えうる固体潤滑被膜について、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、こ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。

30

40

【 0 0 3 0 】

50

なお、油井管ねじ以外の潤滑用途（本開示とは異なる用途の潤滑）ではあるが、特許文献には、固体潤滑剤として P T F E が記載されると共に、バインダー樹脂として P A I が記載され、それらの分子量やサイズ等を規定して、潤滑性が優れた領域を示した文献もある。例えば、固体潤滑剤としての P T F E については、特許文献 6 ～ 9 に記載されている。特許文献 6 ～ 9 には、分子量を低めに規定して、潤滑を実現する発明が開示されている。また、潤滑剤や表面改質剤用途では、従来の P T F E はおよそ 1 0 0 , 0 0 0 程度であり、この値に対して低分子側を潤滑特性が良好として規定している発明が存在する。ただし、これらの先行文献には、バインダー樹脂がないか、単に P T F E を潤滑対象面に振りかけただけである。若しくは、本開示が対象とするようなバインダー樹脂である P A I との組み合わせで使われていない点に留意する必要がある。

10

【 0 0 3 1 】

例えば、特許文献 6 は、軸受部材での潤滑に係るものである。特許文献 7、8 は、広く潤滑薬剤としての規定が記載されるものである。そして、特許文献 6 には、P T F E 分子量 2 5 , 0 0 0、より好ましい範囲として、P T F E 分子量：7 , 0 0 0 ~ 1 5 , 0 0 0 が提示されている。特許文献 7 には、分子量が 5 0 0 ~ 2 0 , 0 0 0、特に優れた範囲を分子量 1 , 0 0 0 ~ 5 , 0 0 0 というように提示している。特許文献 8 では、分子量 3 0 0 ~ 3 , 0 0 0 のテトラフルオロエチレン重合体（P T F E）、クロロトリフルオロエチレン重合体を規定している。

【 0 0 3 2 】

しかし、油井管ねじ以外の潤滑分野においては、潤滑する 2 物体は、自動車の軸受鋼の潤滑や、機械部品のギヤの潤滑であるように、潤滑させる 2 物体は、常に定位置で、互いがすでに接触しているか、密着状態に近い状態となっている。そして、その状態からの潤滑を対象とする状況が多い。若しくは、プレス加工、型抜き等の潤滑であるように、滑る方向が一方向に限定されていて、しかも、プレス対象材を挟んで、金型同士における、いつも決まった位置での潤滑を想定されたものである。これらの潤滑例では、潤滑剤はすでにそこに塗られていて、密着状態を前提とした使われ方である。このため、摩擦係数や摩擦等を意図すればよく、およそ一定な応力が付加し続けた状態での摩擦現象を対象とする。また、その際の潤滑を確保するために、単に、油をスプレーする、又は、固体潤滑剤である M o S₂ をスプレーしたもの等が使われたり、又は潤滑油が常に供給されたりして使われている。従って、これらの油井管ねじ以外の潤滑分野で用いられる潤滑の条件は、油井管ねじの状況に想定されるような条件を全く想定していない。すなわち、油井管ねじ以外の潤滑分野での前提は、2 物体にガタ（あそび）がないか小さい状態であり、潤滑膜が、ガタと大荷重印加条件がゆえに、一部が剥離して 2 次的な影響を及ぼす状況とは全く異なっている。このため、油井管ねじの潤滑に対し、油井管ねじ以外の潤滑を単純には適用することが難しい。

20

30

【 0 0 3 3 】

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（耐ゴースリング性）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】

40

【 0 0 3 4 】

本発明の一態様は、実際の井戸で起こる潤滑条件、つまり、ガタ（あそび）が存在する条件、つまり、偏荷重が掛かりうる条件、かつ、大荷重印加条件において、固体潤滑被膜によっても、有効な潤滑を確保するための技術である。また、本発明の一態様は、締付け締戻し時に、固体潤滑被膜の一部が剥離して、その剥片が詰まって焼き付かないように、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ことを目的としている。

【 0 0 3 5 】

本発明者らは、油井管ねじの締付け締戻し時の潤滑特性に対して、実際の井戸での油井管の締付け締戻し時に発生する、油井管ねじ特有のガタ（あそび）による偏荷重や、ピン

50

からボックスへの大荷重印加を考慮した。更に、その偏荷重や大荷重印加によって、ねじ部の締結面に形成した固体潤滑被膜が不可避免的に一部削られることも考慮した。その上で、固体潤滑剤及びバインダー樹脂の最適な組み合わせ、かつ、個々の材料の最適範囲を見出して、油井管向けの固体潤滑被膜の本発明を完成するに至った。

【 0 0 3 6 】

すなわち、本発明の一態様は、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、上記バインダー樹脂の 9 0 重量 % 以上が P A I (ポリアミドイミド樹脂) であり、その P A I の平均分子量が 2 0 , 0 0 0 以上 4 0 , 0 0 0 以下であり、上記固体潤滑剤の 8 0 重量 % 以上が P T F E (ポリテトラフルオロエチレン) であり、その P T F E の平均分子

10

子量が 3 0 , 0 0 0 以下である、ことを要旨とする。

なお、本発明の態様は、潤滑被膜の一部として、潤滑補助膜を付けた条件も含む。しかし、潤滑の主体は上記の固体潤滑被膜であり、ねじ初期セット時のバラツキによって、初期にカップリングとピンが接触する時に、安定位置に移行するように補助することを併せて意図するものである。

【 0 0 3 7 】

また、本発明の他の態様は、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、バインダー樹脂に固体潤滑剤が分散して構成され、上記バインダー樹脂の 9 0 重量 % 以上がポリアミドイミド樹脂であり、そのポリアミドイミドの平均分子量が 2 0 , 0 0 0 以上 4 0 , 0 0 0 以下であり、上記固体潤滑剤の 8 0 重量 % 以上が P T F E (ポリテトラフルオロエチレン) であり、その P T F E の平均分子量が 3 0 , 0 0 0 以下である、ことを要旨とする。

20

【発明の効果】

【 0 0 3 8 】

本発明の態様によれば、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。

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る状況、軸心がずれることで斜めに荷重が印加される状況、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。

30

【図面の簡単な説明】

【 0 0 3 9 】

【図 1】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】固体潤滑被膜を備える潤滑被膜の例を示す模式図である。

40

【図 5】固体潤滑被膜を備える潤滑被膜の他の例を示す模式図である。

【図 6】表面層のフッ素有機化合物の例を示す図である。

【図 7】ピッカース硬度の測定を説明する図である。

【図 8】重錘トング試験 (新たな試験方法) を説明する図である。

【図 9】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 1 0】重錘トング試験における初期セット位置の例を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 4 0 】

次に、本発明に基づく実施形態について説明する。

ここで、上述のように、従来、油井管ねじ継手に適用する固体潤滑被膜において、固体

50

潤滑剤の一例として P T F E が例示されている文献がある。また、バインダー樹脂の一例として P A I が例示されている文献もある。そして、例えば、特許文献 5 には、潤滑性粉末の例として P T F E が例示されると共に、結合剤の例として P A I が記載されている。しかし、実施例に P T F E と P A I を用いた例、具体的には好適な組み合わせ例はなく、単なる固体潤滑剤やバインダー樹脂の一例として記載されているだけである。更に、本開示が対象とするような、油井管ねじの潤滑分野において、固体潤滑剤に P T F E を主成分とし、バインダー樹脂膜に P A I を主成分として、これらの組合せのもと、更に、それぞれの分子量を規定する点について、特許文献には記載も示唆もない。

【 0 0 4 1 】

更に、発明者らは、単純に、過去の特許文献で例示されている材料から、固体潤滑剤として P T F E を選び、バインダー樹脂として P A I を選んで、これらを主成分にして固体潤滑被膜を作って、実際に締付け締戻し試験を行った。この場合、焼き付くもの、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。例えば、C A S 番号が同じ薬剤を購入し薬剤を調合・製膜したところで、同じ結果にはなるとは限らない。つまり、過去の特許文献で公開された発明群では、単に組合せただけでは、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はなかった。よって、過去発明を使っても類推しても、良好な潤滑は再現できるとは限らなかった。

【 0 0 4 2 】

また、油井管ねじ継手以外の用途の潤滑技術については、P T F E 単独について分子量の規定や、P A I 単独における分子量の規定が記載されている。しかし、油井管ねじの潤滑とは技術が全く異なるため、油井管分野にはそのまま適用できるものではない。

また、発明者の検討によれば、固体潤滑被膜について、特許文献 5 や非特許文献 1 などに記載の、従来の油井管用ねじ継手の試験・評価では、固体潤滑被膜特有の潤滑特性の評価が十分でない、との知見を得た。特に、従来の評価では、実際の長さの油井管ねじ（8 - 12 m 級）が、実際の井戸で締め付けられることを想定した潤滑挙動を評価できていない。具体的には、固体潤滑被膜の潤滑評価が甘くなってしまって、固体潤滑被膜の潤滑評価が不十分である、との知見を得た。すなわち、従来の評価は、コンパウンドで締付け締戻しを実施する従来の試験を想定して、固体潤滑被膜の潤滑を試験・評価するもので、固体潤滑被膜の潤滑評価が不十分であった。

【 0 0 4 3 】

つまり、実際の井戸を模擬するような潤滑評価方法で評価し、固体潤滑被膜の詳細条件を決める必要がある。更に、ドライな固体潤滑被膜を用いるために、新たに発生してしまう問題がある。つまり、不可避免的に削られてしまう膜由来成分が固まって焼き付きの原因にならないようにするとか、膜由来成分が締付け締戻しの際に再構成させて、雄ねじ、雌ねじ表面に転写させて潤滑を維持するなどの技術課題をクリアする必要があった。

【 0 0 4 4 】

そして、発明者らは、実際の井戸相当の条件での評価が可能な新たな試験の評価方法を考えた。そして、その評価方法で試験をしつつ、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を有する油井管ねじ継手の構造を提供することを考えた。

そして、本発明者らは、上述の課題である、油井管ねじの締付け締戻し時の潤滑特性に対して、実際の井戸での油井管の締付け締戻し時に特有のガタ（あそび）による偏荷重や大荷重印加時に、固体潤滑被膜が不可避免的に一部削られることも考慮した上で、固体潤滑剤及びバインダー樹脂の最適な組み合わせ、かつ、個々の薬材の最適範囲を見出し、本実施形態の、油井管向けの固体潤滑被膜の完成に至った。

【 0 0 4 5 】

（構成）

以下の、本発明に基づく実施形態について説明する。

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

10

20

30

40

50

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。

【0046】

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。なお、ボックス2及びピン1は油井管を構成する。

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、例えば図4に示すように、固体潤滑被膜3を備える潤滑被膜が形成されている。

【0047】

以下、本実施形態における、固体潤滑被膜3を備える潤滑被膜について説明する。潤滑被膜は、油井管のねじ部に形成される。

本実施形態の固体潤滑被膜3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。バインダー樹脂の90重量%以上がポリアミドイミド樹脂であり、そのポリアミドイミド樹脂の平均分子量が20,000以上40,000以下である。また、固体潤滑剤の80重量%以上がPTFE（ポリテトラフルオロエチレン）であり、そのPTFEの平均分子量が30,000以下である。

【0048】

固体潤滑剤を構成するPTFEは、固体潤滑被膜3の全重量の20重量%以上50重量%以下であることが好ましい。

また、固体潤滑被膜3の硬度は、鉛筆硬度でF以上4H以下であることが好ましい。

締結面10に形成する潤滑被膜は、図5(a)に示すように、固体潤滑被膜3を形成するねじ部の締結面10と当該固体潤滑被膜3との間に下地膜4を有していてもよい。この下地膜4は、例えば、リン酸塩処理膜（リン酸化処理膜）、又は、ビッカース硬度が200HV以上の電気めっき処理膜（電気めっき膜）で構成すればよい。

【0049】

潤滑被膜が、ボックス2又はピン1の一方の部品のねじ部の締結面10に形成される場合には、ボックス2又はピン1のうちの他方の部品のねじ部の締結面10には、被膜が形成されていないか、耐食性を有する膜が形成されていることが好ましい。すなわち、潤滑被膜がない締結面10は、ねじ加工のままとする。若しくはショットブラスト加工したままではなく、塗料ベース膜で耐食性を有する膜を形成させることが好ましい。耐食性を有する膜の形成は、金属面（締結面10）と固体潤滑被膜3との接触による潤滑に比べ、潤滑を補助するためにも有効である。塗料ベース膜は、ハケ塗り、スプレー、機械塗りいずれの方法で形成してもよい。塗料ベース膜は、乾燥時間が短く大気放置で膜化するものでもよく、塗ってから、乾燥させて膜化するものでもよい。

【0050】

また、潤滑被膜が形成されたねじ部の締結面10の少なくとも1つ締結面に形成された潤滑被膜は、図5(b)(c)に示すように、固体潤滑被膜3の上に表面層5が形成されていることも良い。

この場合、表面層5は、例えば、下記に示す表層コーティング剤が塗布されて形成される。すなわち、表層コーティング剤は、固体潤滑剤とバインダー樹脂と、当該表層コーティング剤塗布・乾燥後に被膜に残存しない溶剤成分から構成される。

表面層5は、固体潤滑剤成分として、脂肪酸と金属元素からなる化合物、例えば、石鹼及び金属石鹼からなる潤滑剤と、バインダー樹脂成分として、フッ素系有機化合物からなるコーティング剤を表層に薄く後天的に塗布することで形成される。表面層5は、油井管ねじ部の締結面10を滑りやすくする作用を有し、互いのねじ同士が、安定位置に移行しやすくすることによって、より優れた潤滑特性を補填する。

【0051】

表面層5用の固体潤滑剤は、下記のX群の脂肪酸と下記のY群の金属元素からなる化合

10

20

30

40

50

物から１種類若しくは２種類以上の組合せで構成すればよい。表面層５用のバインダー樹脂は、フッ素系有機化合物で構成すればよい。また、表面層５用の溶剤成分は、下記のＺ群のフッ素溶剤が、溶剤成分重量のうち９０％以上を占めた上で、１種類若しくは２種類以上の組合せから構成すればよい。

・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

・Ｚ群：ＨＦＣ、ＨＦＥ、ＨＦＯ

表面層５は、融点が７０以上であることが好ましい。

【００５２】

本実施形態の固体潤滑被膜３を形成するための薬剤は、次のような薬剤を用いる。

すなわち、薬剤は、マトリックス成分としてのバインダー樹脂に固体潤滑剤が分散して構成され、バインダー樹脂の９０重量％以上がポリアミドイミド樹脂である。そのポリアミドイミドの平均分子量が２０，０００以上４０，０００以下であり、固体潤滑剤の８０重量％以上がＰＴＦＥ（ポリテトラフルオロエチレン）であり、そのＰＴＦＥの平均分子量が３０，０００以下である、薬剤である。また薬剤は、溶剤成分を含む。

【００５３】

また、ボックス及びピンの両方に本開示の固体潤滑被膜を形成する場合、膜厚は、次の規定の両方を満足することが好ましい。

・ボックス及びピンの両方に形成した固体潤滑被膜の各膜厚はそれぞれ、ねじ部のクレスト位置で、５μｍ以上９５μｍ以下である。

・ボックスのねじ部に形成する固体潤滑被膜のクレスト位置（ねじ山部）での膜厚をＡ１（μｍ）とし、ピンのねじ部に形成する固体潤滑被膜のクレスト位置での膜厚をＡ２（μｍ）としたとき、下記（１）式を満足することが好ましい。

$$A1 + A2 \geq 110 \mu m \quad \cdots (1)$$

【００５４】

また、ボックス及びピンの一方にだけ本開示の固体潤滑被膜を形成する場合、膜厚は次の規定の両方を満足することが好ましい。

・本開示の潤滑被膜を有する油井管のねじ部に形成される固体潤滑被膜の膜厚は、ねじ部のクレスト位置（ねじ山部）で、５μｍ以上９５μｍ以下である。

・本開示の固体潤滑被膜を有する油井管のねじ部に形成される潤滑被膜のクレスト位置での膜厚をＡμｍ、その油井管に対面する相手材側の油井管のねじ部に形成された被膜の膜厚をＢμｍ（被膜がない場合は「０」）としたとき、 $A + B \geq 110 \mu m$ である。

【００５５】

本実施形態の構成について更に詳細に説明する。

<固体潤滑被膜３を構成するバインダー樹脂及び固体潤滑剤>

本実施形態の固体潤滑被膜３を構成する、バインダー樹脂及び固体潤滑剤の規定は、実際の井戸の締付け締戻し条件を想定したものである。すなわち、バインダー樹脂及び固体潤滑剤の規定は、大荷重・偏荷重が掛かった際にも固体潤滑被膜３が潤滑を維持できるように工夫されたものである。

【００５６】

ここで、実際の井戸で想定される条件では、締付け初期において、固体潤滑被膜３の一部が剥離してしまうことが不可避である。剥離した固体潤滑被膜３の屑は、カップリングとピン１と間の隙間に局部的に詰まって焼き付きの原因になる場合がある。このため、剥離・破壊後の固体潤滑被膜３の屑自体が、柔軟性を持っていること、及び集合合体しないことが重要である。かつ、これらの屑自体が、カップリング表面やピン表面に押し付けられることによって再構成されて、潤滑に貢献できる範囲の膜であるように、本実施形態の固体潤滑被膜３の組成は、実験的に決められたものである。

【００５７】

これらの挙動は、固体潤滑被膜３を構成するバインダー樹脂と固体潤滑剤の組合せによ

10

20

30

40

50

って決まる。このためには、固体潤滑被膜 3 が、剥離しにくくなるような膜の柔らかさや、剥離・破壊後の固体潤滑被膜 3 の屑自体が柔軟性を持っていること、及び屑自体が集合体しないようにすることで実現できる。それを実現するように、バインダー樹脂を選び、かつそのバインダー樹脂の分子量を制御することが重要になる。かつ、潤滑特性を持たせるために、適切な固体潤滑剤を選定して、かつその固体潤滑剤の分子量を制御することが重要になる。なお、固体潤滑被膜 3 の組成を特定の範囲に規定しないと、次の問題がある。すなわち、一部剥離した固体潤滑被膜由来物が、相対するねじ山部分の間隙部分に局部的詰まってしまって、焼き付きの原因になる。また、シール部分に、バーニッシュ(Burnish)状の安定した再構成された潤滑膜(一種のつやがある肌を有する潤滑膜)を形成しえない。

10

【 0 0 5 8 】

そして、以上のような観点から、本実施形態では、バインダー樹脂の規定として、P A I が重量%で 9 0 % 以上を含む規定とすると共に、固体潤滑剤の規定として、P T F E が重量%で、8 0 % 以上を含む規定とした。本実施形態で規定する、バインダー樹脂の主成分が P A I、固体潤滑剤の主成分が P T F E から固体潤滑被膜 3 を構成することで、上記の同じ技術思想に沿った潤滑挙動が維持できるからである。これらの範囲を逸脱すると、別薬材の影響が重畳して、最適な領域が出来ないおそれがある。更に、新たな試験方法(後述する試験方法)で評価することで、主成分を上記のような範囲に規定した。

【 0 0 5 9 】

また、固体潤滑被膜 3 は、潤滑を良好に保つだけではなく、防食性も有する必要がある。すなわち、実際の井戸で使用されるまでに暴露される環境においても、ねじ継手が、錆びない、劣化しないことが重要である。また、耐熱性も重要であり、固体潤滑被膜 3 は、井戸底温度に耐える膜、つまり、融点が 2 0 0 以上、望ましくは 2 5 0 以上であることが好ましい。

20

【 0 0 6 0 】

「バインダー樹脂の平均分子量」

バインダー樹脂の平均分子量は、バインダー樹脂の主成分である P A I と、固体潤滑剤の主成分での P T F E の組合せの範囲から、新たな試験方法での評価も加味して、規定されたものである。P A I 単体での分子量規定が、以下で説明する硬さや剥離に影響するものではない。

30

【 0 0 6 1 】

本実施形態では、上記組合せを前提として、P A I の分子量を 2 0 , 0 0 0 以上 4 0 , 0 0 0 以下に規定した。

P A I の分子量を 2 0 , 0 0 0 以上としたのは、2 0 , 0 0 0 未満であると、膜自体が柔らかくなりすぎるために、それが主因になって、固体潤滑被膜 3 の剥離が多く起こる傾向があるためである。そして、剥離した固体潤滑被膜由来物が、ねじ部の間隙に詰まるためである。

また、P A I の分子量を 4 0 , 0 0 0 以下に規定したのは、4 0 , 0 0 0 を超えると、膜自体が硬くなりすぎて、膜が適度に剥離することができなくなるためである。そのため、大荷重・偏荷重が掛かった場合に、根こそぎ固体潤滑被膜 3 が取れてしまう傾向が高くなるからである。

40

P A I の分子量のより好ましい範囲は、2 0 , 0 0 0 以上 3 0 , 0 0 0 以下の領域である。これは上記の理由に沿ったものである。

【 0 0 6 2 】

本実施形態では、従来と異なり、8 ~ 1 2 m 級の長さのピン 1 が縦に吊るされて締め付けられるような、実際の石油 / ガス井戸で想定されるような荷重負荷条件(大荷重・偏荷重条件)での新たな試験での評価に基づき、固体潤滑被膜成分を構成する安定範囲を適切に設定した。すなわち、本実施形態では、実際の井戸条件、又はそれよりも過酷な条件において、大荷重かつ偏荷重に耐えうるために必要な条件による新たな評価試験によって確認した。そして、その確認結果に基づき、P A I の分子量の上記上下限を検討して設定し

50

た。具体的には、膜が硬すぎず柔らかすぎず、かつ、締付け締戻し時に、固体潤滑被膜 3 由来の剥がれたものが再構成される際に、詰まってしまって焼き付きが起こらないという観点を考えた。その観点のもとに、実験的に、この薬剤（バインダー樹脂と固体潤滑）の組み合わせで、M / B 回数が多くできる条件のものを選定した。

【 0 0 6 3 】

「バインダー樹脂における、主成分（P A I）以外の構成要素」

バインダー樹脂は、P A I だけから構成されていても良い。

本実施形態のバインダー樹脂は、バインダー樹脂の重量の 1 0 % 未満であれば、不純物や添加物が含有されていても良い。

ここで、P A I 製造時には、重合溶液中での塩化水素捕捉剤、その後の中和剤として用いる無機塩が含有する不純物が残留することがある。その不純物としては、N a C l や F e S O₄ 等や無機カチオン等自体、また、塩化水素（H C l）などが例示できる。これらの不純物は、長期の保管時に、固体潤滑被膜 3 の劣化に悪影響を与える懸念がある。しかし、1 0 % 未満程度、好ましくは 1 % 未満程度の含有までは許容できる。

【 0 0 6 4 】

また、P A I 樹脂には、グラスファイバー及びカーボンファイバー等の添加物を積極添加・充填して膜硬度を硬くしてもよい。この場合、実際の井戸での締付け締戻し過程で、ねじの初期の締付け時や、締戻しの後期に、不可避免的なガタつくことに起因して、固体潤滑被膜 3 が必要以上で剥離されてしまうことに対抗できる。このように、膜が硬くなることによって良好な方向に働くことがある。しかし、膜硬度を強化しすぎたバインダー樹脂は、固体潤滑剤の P T F E の含有を拒絶して、少ない P T F E しか含有できなくなる。かつ、バインダー樹脂自身が硬くなりすぎる傾向となる。バインダー樹脂が硬すぎる場合、剥離屑が一様に発生するのではなくて、局部的に剥離する傾向が高くなる。このため、剥離屑をもとにして、締付け締戻し時に再構成される 2 次的に再構成される潤滑性を有する膜を作るといふ、基本的なことが阻害されてしまう。そして実験結果で評価したところ、バインダー樹脂は、9 0 重量 % 以上が P A I 樹脂から構成させる必要があるとの知見を得た。

【 0 0 6 5 】

「固体潤滑剤の平均分子量」

固体潤滑剤の主成分を P T F E とし、P T F E の平均分子量を 3 0 , 0 0 0 以下と規定したのは、次の理由である。

P T F E の分子量が多くなると、P T F E 分子が滑り合って高潤滑を維持するという技術思想が維持できなくなると推定されたためである。すなわち、P T F E の分子量が多くなると、P T F E 同士の分子が絡みあって、摩擦抵抗が高まるためであると推定される。そして、P T F E の平均分子量が 3 0 , 0 0 0 以下との規定は、実際の油井管ねじ継手の使われ方を想定した条件での新たな試験で確認し、M / B 回数を多くすることができるとの評価からである。

P T F E の平均分子量は、より好ましくは、1 5 , 0 0 0 以下、更に好ましくは、1 0 , 0 0 0 以下である。P T F E の平均分子量の低分子化より、低摩擦を図るためである。これらの規定範囲は、新たな評価試験方法を用いて実験的に導出できるものである。

【 0 0 6 6 】

しかしながら、本実施形態の固体潤滑被膜 3 は、単に固体潤滑剤だけで油井管ねじ継手の潤滑を図ったものではない。固体潤滑剤としての P T F E は、バインダー樹脂に分散されて固体潤滑被膜 3 内に分布したものであり、バインダー樹脂の一部剥離・破壊や変形に伴って潤滑を実現する本体になる。このため、固体潤滑被膜 3 は、単に、P T F E の分子量だけではなく、バインダー樹脂の分子量との組合せで潤滑を実現している点が重要である。この観点から、P T F E と P A I との組合せに基づいて、P T F E の分子量を最適範囲に規定したものであり、そのために実際の評価試験で確認して規定したものである。

【 0 0 6 7 】

「固体潤滑剤における P T F E 以外の構成要素」

固体潤滑剤は、P T F E だけから構成してもよい。固体潤滑剤は、重量比で 2 0 % 未満であれば、P T F E 以外の他の薬剤を含有しても良い。

他の薬剤は、例えば、フッ素系の P F A (4 フッ化エチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体)、F E P (フッ素化エチレンプロピレン ; つまり、ヘキサフルオロプロピレンとテトラフルオロエチレンの共重合体)、グラファイト、B N、M C A (メラミンシアヌレート)、マイカ (雲母)、タルク (滑石) などである。

【 0 0 6 8 】

なお、M o S₂、及び W S₂ の添加は、石油 / ガス生産現場では、H₂ S の発生源になりうるといわれるために、積極的には混入させない。しかし、M o S₂、及び W S₂ については、微量レベルの混入があってもよい。ただ、今後の研究開発によって、M o S₂ が全

10

【 0 0 6 9 】

「締付け締戻しの際に再構成される固体潤滑被膜由来物について」

本実施形態で規定のバインダー樹脂と固体潤滑剤からなる固体潤滑被膜 3 は、上記の組合せとすることで、締付け締戻し時に、固体潤滑被膜 3 は一部が不可避免的に削れたり、剥離したりしても、その屑が、雄ねじ 1 a、雌ねじ 2 a の表面 (締結面 1 0) に対し、新たな潤滑膜を再形成して、潤滑を保持する効果を有する。こういった副次的な効果を促進する観点からも、上記で述べた固体潤滑剤成分、及びバインダー樹脂成分の最適範囲が有効である。

20

【 0 0 7 0 】

ここで、締付け締戻しした後に、雄ねじ 1 a 側、雌ねじ 2 a 側の両方のねじシール相当位置に、1 周分途切れなく、バーニッシュ (Burnish) 状色調の変色帯、いわゆる、ツヤ状の変色帯が形成されることが好ましい。それにより、2 回目以降の締付け締戻し過程での潤滑が良好になる。また、剥離して再構成される膜は、固体潤滑被膜 3 に加えて、固体潤滑被膜 3 を雄ねじ 1 a、雌ねじ 2 a のいずれか一方の締結面 1 0 にしか形成しない場合でも、固体潤滑被膜 3 を形成していないねじ部側に形成するなんらかの膜や、固体潤滑被膜 3 の上に形成される潤滑補助膜が重なりあって構成される。ただし、その潤滑の主体は、固体潤滑被膜 3 である。したがって、上記の分子規定で最良範囲を指定することで、優れた潤滑特性範囲を規定できる。

30

【 0 0 7 1 】

ここで、1 回の締付け締戻し時に、固体潤滑被膜 3 が、不可避免的に削れたり、又は、剥離したりしたものが再構成される際に、剥離したものが、雄ねじ 1 a と雌ねじ 2 a の間隙やシール部分の間隙に挟まって、焼き付きを起こす場合がある。このいわゆる「削り屑」が、焼付けを起こさないようにするためには、「削り屑」が、厚み 5 0 μ m 未満の条件、及び長さ 5 0 mm 以下の帯状になる条件のうちの一方の条件を満足するように制御すると良い。また、それらの条件とは別に、又は併せて、「削り屑」が塊状の場合、最も大きい長さ部分で厚さ 5 mm 以下となるように制御するとよい。

【 0 0 7 2 】

「削り屑」が帯状の場合には、「削り屑」の厚みを必要以上に厚くしないことが重要である。厚みが 5 0 μ m を超えると焼き付きしやすく傾向がある。また、帯状の長さが 5 0 mm を超えると、ねじ溝で焼き付く可能性が高くなることが多い。

40

また、「削り屑」が塊状の場合というのは、糸屑的なものとか、綿ごみみたいな形状を指す。「削り屑」が塊状の場合、締戻しでねじ表面が見えた時に、5 0 mm を超えたものが観察されると、焼き付いている公算が高い。実際、ねじ山を触ると、軽度ではあるが焼き付いていることがある。5 0 mm を超えた塊状の「削り屑」が詰まってしまうために、焼き付きを引き起こす。

【 0 0 7 3 】

なお、上記の「削り屑」のサイズは、実験的に決めたものである。潤滑膜の構成成分の分子量や配合量を規定して、潤滑自体を高めることに加えて、同時に、剥片に由来する「

50

削り屑」のサイズが、必要以上に大きくしない。これによって、焼き付きを抑止して潤滑を維持するが、この「削り屑」の条件を達成する手段として、上述の分子量や配合比率の規定で実現を図る。

【 0 0 7 4 】

「薬剤の溶剤成分について」

固体潤滑被膜形成用の薬剤には、溶剤成分を含有する。

固体潤滑被膜 3 は、固体潤滑剤成分を分散させながら、上記のバインダー樹脂成分が（共）重合することによって形成される。そして、固体潤滑被膜 3 は、これらの成分を溶剤に分散させた薬剤を締結面 1 0 に塗布し、乾燥させることで、形成することができる。

固体潤滑被膜 3 を形成するための薬剤は、固体潤滑剤成分とバインダー樹脂成分とを溶剤に溶かした溶剤系薬剤からなる。溶剤は、固体潤滑被膜 3 が形成された後には残存しないものである。

【 0 0 7 5 】

薬剤に用いられる溶剤は、特に規定しない。どの溶剤であっても本開示に含まれるものとする。溶剤としては、例えば、高沸点の極性溶媒系の N M P（N - メチルピロリドン）、D M A C（ジメチルアセトアミド）、D M F（ジメチルホルムアミド）、γ - ブチロラクトン、ケトン系の M E K（メチルエチルケトン）、M I B K（メチルイソブチルケトン）、エステル系薬剤の酢酸エチル、酢酸ブチル、芳香族のトルエン、キシレン、環状エーテル系の T H F（テトラヒドロフラン）、環状炭化水素の n - ヘキサン等が挙げられる。

【 0 0 7 6 】

また溶剤として、微量であれば、本開示の主要なバインダー樹脂成分：P A I と相性がよくないとされる、アルコール系のメタノール、エタノール、I P A（イソプロピルアルコール）などが混入していてもよい。その量は、溶剤成分中 3 0 % 未満ならば、混入しても、主体的に使っても問題ない。

そして、ねじ部の締結面 1 0 に対し、薬剤をスプレーやドブ付けやハケ塗り等で塗ってから乾燥させることで、固体潤滑被膜 3 が形成される。乾燥方法は、焼成、赤外線照射、遠赤外線照射、紫外線照射、熱風乾燥いずれの方法でよい。固体潤滑被膜 3 の形成面（締結面 1 0）は、ねじ山部分を必ず含み、それ以外の隣接部分にも形成させてもよい。

【 0 0 7 7 】

「固体潤滑被膜 3 の形成面（締結面 1 0）」

固体潤滑被膜 3 の形成面は、T & C 式のカップリング（雌ねじ 2 a 側）の場合、特に、ねじ山が形成されている内径面側（締結面 1 0 側）だけであることが好ましい。

カップリング外面側の表面に単色の塗料を塗ったり、更に識別のためにカラーバンドを塗布したりすることが多い。しかし、本実施形態の固体潤滑被膜 3 は樹脂系である。樹脂の上にペイントすると、容易に剥離しやすくなる傾向がある。このため、固体潤滑被膜 3 の形成面は、T & C 式のカップリング（雌ねじ 2 a 側）の場合には、固体潤滑被膜 3 を、ねじ山のある、内面側（ねじ面側）に限定した方が好ましい。

【 0 0 7 8 】

「固体潤滑被膜 3 内の固体潤滑剤 P T F E の重量 % の最適範囲」

上記のバインダー樹脂の規定、及び固体潤滑剤の規定に加えて、固体潤滑剤の全重量に対する P T F E の重量が、2 0 % 以上 5 0 % 以下であることが好ましい。

固体潤滑被膜 3 の全重量に対する P T F E の構成重量の割合は、固体潤滑被膜 3 の潤滑性を確保することに連動すると同時に、固体潤滑被膜 3 の硬さとも連動する。

固体潤滑被膜 3 の全重量に対する P T F E の構成重量が 2 0 % 未満の場合、固体潤滑被膜 3 中に占める固体潤滑剤成分の P T F E が少なすぎるために、良好な潤滑を保ちにくくなるおそれがある。特に、ピン 1 を 3 本連結することで実寸ピンとする条件を想定した厳しい条件での評価では、P T F E の構成重量が、固体潤滑被膜 3 の全重量 2 0 % 以上でない場合、焼き付きリスクが高まる。なお、後述するように、実寸のピン 1 の潤滑状態を模擬する、ピンを 3 本連結を想定した重錘を用いた重錘トング試験での評価でもよい。

【 0 0 7 9 】

一方、P T F E の構成重量の最適な上限値を 5 0 % 以下としたのは、次の理由である。すなわち、P T F E の構成重量が増えることに連動して固体潤滑被膜 3 が柔らかなる傾向がある。そして、P T F E の構成重量が 5 0 % を超えると、締付け締戻し時に、バインダー樹脂の P A I の規定の組合せも影響して、固体潤滑被膜 3 の剥離が多くなり、焼き付きリスクが高くなるからである。

ただし、この条件は、上述のように、3 本連結での実寸ピンでの極めて厳しい条件を想定した際にも、高潤滑を維持するための規定である。このため、3 本連結での実寸ピンとする厳しい条件よりも低い条件で採用するねじ継手の場合には、P T F E の構成重量の範囲を上記よりも高めの範囲に設定可能である。

【 0 0 8 0 】

10

「固体潤滑被膜 3 の硬度の最適範囲」

固体潤滑被膜 3 の硬度は、鉛筆硬度で、F 以上で 4 H 以下あることが好ましい。

固体潤滑被膜 3 の硬度は、主としてバインダー樹脂の硬さによって決定される。ただし、固体潤滑剤は、バインダー樹脂に少し混じることで膜硬度が硬くなることもあり、一方で混じりすぎることによって膜が軟らかくなる。このように、固体潤滑被膜 3 の硬度は、バインダー樹脂自体と、当該バインダー樹脂と固体潤滑剤の混ぜ方によって制御可能である。

【 0 0 8 1 】

本実施形態における、固体潤滑被膜 3 の鉛筆硬度は、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点が、当該規格に書いてある。しかし、本実施形態で適用する硬度は、J I S 規格での規定に基づき評価したものである。

20

【 0 0 8 2 】

この鉛筆硬度の最適範囲の規定も、厳しい潤滑条件、具体的には、上述のように、ピン 3 本連結で実寸ピンを構成する条件という、極めて厳しい条件を想定した際にも、高潤滑を維持できる好適な範囲を規定することを意図したものである。

本実施形態は、P A I と P T F E を主成分とする固体潤滑被膜 3 である。このため、固体潤滑被膜自体の硬さを硬く維持することが重要であるとの考えに沿ったものである。

【 0 0 8 3 】

30

ここで、固体潤滑被膜 3 の鉛筆硬度は硬い方がよい。しかし、固体潤滑被膜 3 の鉛筆硬度が 4 H を超えて硬い場合には、硬すぎるために、固体潤滑被膜 3 に大荷重・偏荷重が掛かった際、固体潤滑被膜 3 が根こそぎ大きく剥離するおそがある。このため、固体潤滑被膜 3 の鉛筆硬度の上限値を 4 H とした。また、固体潤滑被膜 3 の鉛筆硬度が F 未満になる場合には、固体潤滑被膜 3 の剥離由来物が多くなりすぎる。このため、ねじ山部分の隙間に屑が局部的に詰まって、焼き付きを誘発する懸念が高くなるため、固体潤滑被膜 3 の鉛筆硬度の下限を F とした。

【 0 0 8 4 】

「固体潤滑被膜 3 を形成させるねじ面」

本実施形態では、固体潤滑被膜 3 は、雌ねじ 2 a 側又は雄ねじ 1 a 側のいずれか一方の締結面 1 0 か、雌ねじ 2 a 側及び雄ねじ 1 a 側の両方の締結面 1 0 に形成する。

40

本実施形態の固体潤滑被膜 3 は、締付け締戻しに応じて不可避免的に一部の剥離が伴い、これらの固体潤滑被膜由来物（屑）が再構成されて潤滑が維持される。よって、固体潤滑被膜 3 の形成は、雌ねじ 2 a 側又は雄ねじ 1 a 側のいずれか一方の締結面 1 0 でも、雌ねじ 2 a 側及び雄ねじ 1 a 側の両方の締結面 1 0 でも良い。上記の「再構成されて潤滑が維持される」反応が真っ当に進めば、雌ねじ 2 a 側及び雄ねじ 1 a 側の少なくとも一方の締結面 1 0 に固体潤滑被膜 3 を形成しておけば、良好な潤滑を実現できる。

【 0 0 8 5 】

「固体潤滑被膜 3 を形成していないねじ側の締結面 1 0 について」

ここでは、固体潤滑被膜 3 が、雄ねじ 1 a 側及び雌ねじ 2 a 側のいずれか一方の締結面

50

10 だけに形成された場合について説明する。

固体潤滑被膜3が形成されていない側のねじ側の締結面10は、ねじ加工で形成した面の状態でも、ショットブラスト仕上げでもよい。若しくは、その締結面は、ショットブラストすることなく、塗料ベース膜によって耐食性を有する膜を形成させるか、ショットブラスト後に塗料ベースの膜によって耐食性を有する膜を形成させることが好ましい。耐食性を有する膜は、耐食性を付与することを目的とする。特に炭素鋼のねじ表面では、切削のまま、若しくは、ショットブラストしたままとした場合には、容易に腐食する場合がある。また、塗膜の密着性を考慮すると、ショットブラストして塗料ベースの膜を形成させた方が好ましい。耐食性の膜を形成することで、腐食を防止する。

【0086】

10

また、耐食性を有する膜を形成することは、ねじの金属表面が露出している場合よりも、潤滑を高める効果も期待できる。ねじの締付け時に、耐食性を有する膜の一部が破壊されたり、根こそぎ取れたりした場合、耐食性を有する膜の屑が固まってダマになり、その屑がねじの間隙を挟んで、潤滑を阻害する場合もある。しかし、耐食性を有する膜として、適切な塗料ベースの膜を選定することで、潤滑挙動も同等以上にできる。

【0087】

「表面層5」

締結面10に形成した固体潤滑被膜3の上層表面に、潤滑コーティング膜を構成する表面層5を設けても良い。表面層5を設けることで、一層好ましい潤滑特性を維持できる。この最上層の膜となる表面層5は、特に規格が7"以上の油井管パイプに有効である。表面層5は、潤滑を補填、維持するために有効である。

20

表面層5は、固体潤滑被膜3の潤滑自体を強化するのではない。

雄ねじ1a側を、雌ねじ2a側に対し適切な位置までセットした際に、両者の軸を真っ直ぐセットしたつもりでも、実際の井戸では若干斜めにセットされる場合が起こりうる。このとき、表面層5が、締付けの際に雄ねじ1aを滑らせて、ねじ継手における本来の安定位置まで移行させることに寄与する。それにより、表面層5が、固体潤滑被膜3が本来発揮できる潤滑を実現させることに貢献することで、固体潤滑被膜3による潤滑をサポートする。

【0088】

この表面層5は、固体潤滑被膜3の上層表面に後天的に薄く展開されたものである。この表面層5は、固体潤滑被膜3の表面に載っているだけのものである。このため、表面層5は、固体潤滑被膜3に対し、物理的なアンカー効果等により密着しているものではなく、かつ、界面で化学的に成分のやり取りがあつて、徐々に成分が移行するものではない。

30

本発明の特徴の1つは、何度も強調しているように、固体潤滑被膜3が、不可避免的に、一様に、かつ、一部剥離が伴うものであるとの知見に基づく。そして、これらの固体潤滑被膜由来物(屑)が一様に潤滑膜として再構成され、局部的に詰まらないように固体潤滑被膜3をデザイン設計することで、潤滑を維持することである。表面層5は、表面層5を設けない場合と比べて、締付け締戻しの際に固体潤滑被膜3の一部剥離する量を少なくし、かつ、固体潤滑被膜由来物が一様にできるようするために設ける。

【0089】

40

ここで、固体潤滑被膜3を形成したカップリングの上側に対し、表面層5を形成したカップリングと、形成しないカップリングを用意した。また、ピン1側に固体潤滑被膜3がなく、単にねじ加工のままの表面にショットブラストしたものを用意した。そして、縦型締付機によって、1回の締付け締戻し試験を実施した。その結果によると、表面層5を設けた場合、一様にカップリング側の固体潤滑被膜3が再構成されて、一様に転写されていた。一方、表面層5がない場合には、表面層5を設けた場合に比べ、カップリング側の固体潤滑被膜3がやや不均質に転写されていた。このように、表面層5がある場合には、固体潤滑被膜3が一様に剥離することを示唆した結果が得られた。なお、固体潤滑被膜3は、本実施形態に基づく膜を用いた。

【0090】

50

「表面層 5 の組成」

表面層形成用の薬剤は、固体潤滑剤と、バインダー樹脂と、コーティング剤塗布後に被膜に残存しない溶剤成分との混合物で構成される。

表面層形成用の固体潤滑剤は、例えば、下記の X 群の脂肪酸と下記の Y 群の金属元素とからなる化合物から 1 種類若しくは 2 種類以上の組み合わせから構成する。

表面層形成用のバインダー樹脂は、例えば、フッ素系有機化合物からなる。

【0091】

表面層形成用の溶剤成分は、例えば、Z 群のフッ素溶剤から選択した 1 種類若しくは 2 種類以上の組み合わせからなる。

X 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

Y 群：Li、Na、Mg、Al、Ca、Zn、Ba

Z 群：HFC、HFE、HFO

ここで、X 群、Y 群から構成される化合物は、石鹼成分及び金属石鹼（反応石鹼）の単独、あるいは、これらの組合せで固体潤滑を形成するものである。

【0092】

本実施形態の表面層 5 は、これらの固体潤滑剤成分を、フッ素樹脂系有機化合物のバインダー樹脂に分散させた速乾性ペイントで形成して、本実施形態の固体潤滑被膜 3 の潤滑性を向上させるものである。

実際の井戸では、油井管は、中性の泥水やドリリングマッド主体のアルカリ水が共存した環境で使われることもある。この環境は、水分が充満している環境ともいえる。このため、油井管に対し、他の分野でよくある、単に、石鹼成分や金属石鹼成分等を、単体で表面に振りかけたり、塗ったりするだけで潤滑を図るという使い方は期待できない。その理由は、これら石鹼成分や金属石鹼成分等が洗い流されてしまって、潤滑性の更なる改良を実現できないからである。また、酸性の薬液（水）に触れることで、石鹼がその場を流れてしまうと共に、酸性の薬液に反応して効力を失う。

このため、表面層用の薬剤として、バインダー樹脂に、上記に示す成分を分散させた塗料を対象とした。本実施形態の表面層 5 用の薬剤を用いた場合、膜の中に取り込んで、その場に保持することによって、溶け流れる懸念を解消することができる。

【0093】

表面層 5 用の薬剤は、予め固体潤滑被膜 3 が形成されている状態で、固体潤滑被膜製造ラインで固体潤滑被膜 3 の上に塗っても良い。また、表面層 5 用の薬剤は、現場である実際の井戸で、ランニング前に、固体潤滑被膜 3 の上に塗ってもよい。表面層 5 用の薬剤を実際の井戸でランニング前に塗る場合には、表面層 5 用の薬剤に、速乾性が要求される。このため、表面層 5 用の薬剤中の溶剤成分は、Z 群のフッ素溶剤から 1 種類若しくは 2 種類以上の組合せから構成させることとした。

また、表面層 5 用のバインダー樹脂も同じく、速乾性に耐える設計にするために、フッ素系有機化合物から構成させている。

【0094】

なお、表面層 5 の固形分（バインダー成分）として膜として残るフッ素系有機化合物は、特に指定することではなく、あらゆるフッ素樹脂を包含する。例えば、フッ素含有のモノマーを含んだ薬剤を、アクリル酸又はメタクリル酸エステルと重会合させたものが一例として挙げられる。ここで重要なのは、フッ素含有のモノマーを含んだ薬剤であり、これ自体は、メタクリル酸アルキルエステル構造を有する薬剤がより好ましい。つまり、図 6 のフッ素樹脂モノマー（1）で、R3 がメチル基（-CH₃）で、R4 のアルキレン基の炭素数が 0～3 であるようなものが、脂肪酸と金属元素からなる石鹼、金属石鹼を保持するバインダー樹脂として特に好ましい。つまり、メタクリル酸メチル系、メタクリル酸エチル系、メタクリル酸プロピル系、メタクリル酸ブチル系で、これらの末端が、F で修飾されているものが、脂肪酸と金属元素からなる石鹼、金属石鹼を保持するバインダー樹脂として特に好ましい。

【0095】

10

20

30

40

50

また、表面層 5 用のバインダー樹脂は、220 以上、好ましくは 250 以上の温度に耐えることが望ましい。固体潤滑被膜 3 の潤滑においては、潤滑性が悪い場合に、ねじ山部分からシール部分が発熱するので、固体潤滑被膜 3 の使用可能温度が高いほど好ましい。しかし、実際の井戸での使用条件を考えた場合、つまり、一旦締付けて、油の生産が始まれば、井戸内に長期に置かれる場合であっても、ワークオーバー等するタイミングや、井戸に問題が起きないかぎり、地上に上げられることはない。しかし、高温の難環境井戸に設置されているときに変性して、固体潤滑被膜 3 上の表面層 5 が機能を果たさないことが想定しうることを考慮して、バインダー樹脂は、220 以上、好ましくは 250 以上の温度に耐えることが望ましいとした。

【0096】

10

なお、最表面に形成される表面層 5 において、表面層 5 を構成する固体潤滑剤の含有金属分の重量が、最表面に形成される表面層 5 を構成するバインダー樹脂含有の膜全重量に対し、2%以上25%以下であることが好ましい。また、表面層 5 は、融点が70 以上であり、沸点及び分解温度のうちの低い方の温度値が250 以上であることが好ましい。表面層 5 を構成する固体潤滑剤の含有金属分の重量は、5%以上15%以下がより好ましい。また、表面層 5 は、融点が70 以上であり、沸点及び分解温度が共に300 以上であることが、より好ましい。

これらの好ましい範囲の規定は、実験データによる結果に基づき規定したものである。

【0097】

20

なお、これらの好ましい範囲の規定は、以下に起因すると考えられる。すなわち、表面層 5 で重要なのは、まず融点（軟化点）である。すなわち、締付け締戻しの発熱によって、石鹼及び金属石鹼が分解して黒変して機能を果たさなくなるおそれがある。このことに鑑み、融点を70 以上にしたのは、次のようなことからである。すなわち、全く焼き付かないようなものでも、締付け締戻しを繰り返すに伴い、固体潤滑被膜 3 の僅かな削り込みが進む。それに伴い、若干の発熱が蓄積してくる傾向があつて、管に人が軍手で触れることが可能な範囲までの発熱を考慮する必要があるからである。よって、融点を70 以上にした。

【0098】

上記の物性値は、金属元素と、それらと結合する脂肪酸部位とに依存する。そして、上記の X 群及び Y 群から選んだものを使って、石鹼及び金属石鹼成分を構成するとよい。

30

固体潤滑剤の金属含有重量が、固体潤滑剤を構成する成分、つまり、金属石鹼及び石鹼の全重量に対して、2～25%であることが好ましいのは、次の理由である。2%未満の場合には、脂肪酸と結びつく金属元素の影響が少なく、潤滑をサポートすることを期待できないためである。また、25%を超えた場合には、逆に金属元素の影響が大きすぎて、潤滑をサポートすることを期待できないためである。

【0099】

このとき、融点（軟化点）が低すぎる場合は、融点（軟化点）を上昇させるために酢酸、プロピオン酸など炭化水素鎖の短いカルボン酸を脂肪酸へ添加して、金属石鹼を合成させることも補助的な役割として許容できる。しかし、X 群及び Y 群からなるものを主成分として構成させた方が、固体潤滑被膜 3 の潤滑を一層高めてサポートすることができる。

40

【0100】

融点（軟化点）が低すぎることを補填する（高く変化させる）目的で行うような、炭化水素鎖の短いカルボン酸を使う場合、使用するカルボン酸のうちの20%以下にとどめることが好ましい。20%を越えると、本来の意味である「固体潤滑被膜 3 の潤滑を一層高めてサポートする」ことが達成しにくくなる。固体潤滑被膜 3 の潤滑サポートは、B 群に指定したような長めの炭化水素鎖のカルボン酸の方が、滑りを主眼とする石鹼 / 金属石鹼にとっては有利であり、短い炭化水素鎖のカルボン酸は、ただ、融点（軟化点）、及び、沸点及び分解温度を高めるだけの機能しかないからである。

【0101】

また、表面層 5 において、表面層 5 を構成する固体潤滑剤の含有重量が、最表面に形成

50

される表面層 5 を構成するバインダー樹脂含有重量の 0.1 倍以上 10.0 倍以下であることが望ましい。0.1 倍未満であると、バインダー樹脂だけの影響が強くて、潤滑改善の効果がでない。一方、10.0 倍を超えると、逆に、固体潤滑剤成分が多すぎて、膜として成立しがたくなり、水等があたった際に、表面に露出したものが溶け始めて、固体潤滑被膜 3 の潤滑をサポートする効果が期待できないからである。

【0102】

更に、表面層用の薬剤の塗布重量が 0.01 mg/mm^2 以上 1 mg/mm^2 以下となるように、薬剤が塗布されていることが望ましい。 0.01 mg/mm^2 未満であると、その効力を期待できないおそれがある。また、 1 mg/mm^2 を超えると、効果が飽和することがあり、それ以上に塗った場合には、その表面層が締付け締戻しの過程で一部剥離する際に、その剥離片由来の物体が目詰まりする懸念も高まるからである。なお、塗布重量というのは、塗った領域で定義される数値限定とする。

10

【0103】

また、表面層は、固体潤滑被膜 3 全面に塗布しなくても良い。例えば、固体潤滑被膜 3 自体が締付け締戻し時に最も破壊される傾向がある。このため、表面層は、剥離片に由来する物体が発生する傾向の高い部分の面、具体的には、ピン 1 ねじ（雄ねじ 1 a）と、カップリングねじ（雌ねじ 2 a）に嵌め込んだ時に主に当たる領域を含んだ一部や、シール部分を含んだ一部分だけに形成してもよい。

【0104】

「固体潤滑被膜 3 の下地処理」

20

固体潤滑被膜 3 と、その固体潤滑被膜 3 を形成する締結面 10 との間に、下地処理を施して、表面処理膜を構成する下地膜 4 を形成することが好ましい。

下地膜 4 は、例えば、リン酸塩処理で形成したり、電気めっき処理による電気メッキ膜で形成したりする。下地膜 4 を設けることで、固体潤滑被膜 3 の形成及び密着性が安定すると共に、M/B 回数が改善できる。

油井管が炭素鋼の場合には、下地膜 4 は、リン酸塩処理で形成した膜、及び電気メッキ膜のいずれでもよい。油井管がステンレス系及び高合金系の場合には、下地膜 4 は電気めっき膜で形成するとよい。ただし、電気めっき膜は、例えば、Ni フラッシュメッキと呼ばれるような薄メッキ層を含んだものとする。

【0105】

30

この下地膜 4 は、高硬度な膜であることが好ましい。Cu 電気めっき膜等の柔らかい膜の場合には、焼き付きのリスクが高くなる。このため、下地膜 4 は高硬度であることを望ましい。下地膜 4 が柔らかい膜の場合には、むしろ下地膜 4 がない方が好ましい。固体潤滑被膜 3 の下に柔らかい膜があると、固体潤滑被膜 3 が根こそぎ剥離してしまって、潤滑を維持できないことが起こるからである。

具体的に、下地膜 4 の硬さは、HV 硬度で HV 200 以上であることが望ましい。下地膜 4 の硬さが高硬度の方が M/B 回数が増える傾向があるからである。

【0106】

下地膜 4 は、表層で厚い場合でも、膜厚が $20 \mu\text{m}$ には到達しない。多くの場合で、膜厚が $10 \mu\text{m}$ 程度のものになる。よって、ここで定義する HV 硬度というのは、埋め込み断面検鏡によって、下地膜 4 を断面方向から観察して、ピッカース硬度を測定するものを想定する。ピッカース硬度の押し付け荷重は、 1 kgf 以下でないと測定できないことが多い。しかし、図 7 に示したように、下地膜 4 にピッカース圧痕が膜厚方向に入ることを必須条件として、膜厚方向とは垂直方向の対角線長から算出したものと定義する。ここでは、JIS 規格 JIS Z 2244 (2009) での換算表を使う。なお、圧痕サイズが隣接する固体潤滑被膜 3 や母材から離す距離のルールから逸脱しているが、上記方法で定義したものとする。一定の距離を離すルールを厳格に適用すると、押し付け荷重が低くなりすぎ、データがバラツキを助長して精度が出ないためである。金属メッキの場合には $N = 3$ で実施し、平均を取った。リン酸塩処理の場合には、角状（立方体～直方体状）～半球状～小判状の粒状の集合体からなる。このため、バラツキが大きいゆえに、 $n = 5$ 以

40

50

上で実施して、HVで50を離れるようなデータを捨てて、 $n = 3$ 以上で平均を取って評価した。

【0107】

下地処理膜である下地膜4が高硬度膜の場合、固体潤滑被膜3がその上に形成されると潤滑挙動が良好になる。逆に、下地膜4の上にHV200を切る軟質な膜を付けると、逆に潤滑を劣化させる傾向がある。それは、実施例でも示すように、Cuめっき膜のような70HV~150HVくらいの軟質の下地膜4（下地メッキ）に、本実施形態の固体潤滑被膜3を形成させると、締付け締戻し時に、固体潤滑被膜3が、根こそぎ剥離して、焼き付きことを起こるからである。この現象は、コンパウンドを塗布する従来の方法では、問題はならないが、固体潤滑被膜3で潤滑を得る場合には注意する必要がある。

10

【0108】

一方で、下地膜4がない場合、例えば、ねじ山に直接、固体潤滑被膜3を形成させる場合には、潤滑に問題にならない。すなわち、ねじ山上に固体潤滑被膜3を形成する場合には、良好な潤滑が実現する。更に、HV200以上の下地膜4がある場合には、本実施形態の固体潤滑被膜3を形成させると、更に良好な潤滑が実現する。しかしながら、HV200未満の下地膜4があると、本実施形態の固体潤滑被膜3を形成しても、締付け締戻しを実行した時に、固体潤滑被膜3が破れて、むしろ潤滑が悪くなる傾向となる。

【0109】

「固体潤滑被膜3の潤滑評価方法」

固体潤滑被膜3の潤滑評価方法は、短尺のピン1を試験用のピン1として使用しつつ、ラボにて模擬試験できるような、下記に示す、新たな試験方法で評価を行った。実寸ピン1本相当の長さ（8 - 12mm級）~3本連結相当の長さのピンを使って試験評価しても良い。ただし、複数種類の評価を行うことを考えると、下記の新たな試験方法が好適であった。

20

すなわち、本発明を構成する技術要素の上下限範囲について評価するにあたり、本発明者らが新たに考えた試験方法を適用した。

【0110】

「新たな試験方法」

次に、新たに考えた試験方法について説明する。

本実施形態で採用した試験方法は、実際の井戸で使用するピン（評価対象のピン）の実長よりも短い短尺ピンを試験用のピン1とし、図8に示すように、その短尺ピン1を、軸を上下に向けて設置した（カップリング（ボックス2））の上部に取り付ける。そして、縦型のパワートング13で締付け締戻しを実行する、締付け締戻し試験方法である。

30

【0111】

ただし、新たな試験方法では、次の条件A及び条件Bを採用するものである。

（条件A）試験用のピン1の上部に、重錘11を取り付ける。その重錘11の重量を、評価対象のピン（実際の井戸で使用するピン）の重量相当以上とする。

（条件B）試験用のピン1を縦型のパワートング13で締付ける際の、締付け前の締付け開始位置である初期セット位置を、従来よりも緩めの位置とする。具体的には、初期セット位置を、例えば、試験用のピン1のねじ山が5個、又は上記試験用のピン1の全ねじ山数の1/4のうちのいずれか大きい方のねじ山個数以上、上記ボックス2の上端面から露出した状態とする（図10参照）。

40

なお、図8中、符号20はクレーンであり、符号21はチェーンである。

【0112】

なお、締め付ける際に、重錘11による荷重をピン1に負荷し、締め戻す際には、重錘11による荷重をピン1に負荷しない方が、より条件が厳しくなって、より実際の井戸での締付け締戻しの条件に近づくので好ましい。後述の実施例における「重錘トング試験」では、締め戻す際に、重錘11による荷重をピン1に負荷（印加）しない試験方法にて実行した。これは、例えば、締め戻す際に、ピン1に対し、重錘11を吊り上げることで実現可能である。重錘11と共にピン1も吊り上げた状態で締め戻しを行っても良い。

50

新しい試験方法では、実施例に記載のように、実寸ピン本相当の長さ（８ - １２ｍ級）～３本連結相当の長さを使って試験評価した条件以上の条件での評価であることを確認している。

【０１１３】

ここで、海上の井戸のように、ピンを複数本連結して締め付ける場合、実寸ピンが実際の井戸で印加されるといっても、ピンはデリックレーンに吊られる形態で締め付け締戻しが行われる。確かに、もっとも厳しい条件では、実寸ピンの重量分が雌ねじ２ａに印加されるが、ありうる状況としては、吊られながら締め付けられる。このため、ピンの全重量がボックス２の雌ねじ２ａに印加されるよりも、ある程度の荷重は軽減されると推定される。このため、粗く見積もって、ピン１の半分程度の重量が吊られている実態がある。従って、実際に用いるピンが３本連結して用いられる場合での評価試験であっても、実寸ピン本以上の応力がボックス２側に印加された状態で試験を行うことが好ましいと判断した。

10

【０１１４】

また、油井管ねじ継手の締め付け・締戻しでは、固体潤滑被膜３は、特有の「あそび（ガタ）」と、偏在して当たる「ピン１の自重（大荷重）」のために、必然的に固体潤滑被膜３は不可避免的に剥離する。その固体潤滑被膜３の剥離片（屑）が、局部的に詰まってしまおうと焼き付きの直接原因にもなる。逆に、その固体潤滑被膜３に起因の剥離片が、締め付け締戻し時に強くねじ面に押さえつけられるために、再構成されて潤滑膜化されて、むしろ潤滑が改善することもありうる。固体潤滑被膜３の構成要素の固体潤滑剤とバインダー樹脂は、それぞれが独立して機能するわけではなく、これらの組合せで、高潤滑を実現するものである。このため、いずれか一方の構成要素の過去文献での規定範囲がそのまま適用できることもなく、また、高潤滑を実現できるものではない。この好適な潤滑の有無を試験で評価するため、条件Ｂのように、初期セット位置を完全に締め付けずに緩めに設定して、締め付け・締戻しの際に、従来に比べ、継手部にガタツキが発生し易い条件として試験を行った。

20

本実施形態では、油井管ねじ継手の固体潤滑被膜３の潤滑評価として、Ｍ／Ｂ回数の評価を採用した。

【０１１５】

「新たな試験方法の具体的な構成」

次に、新たな試験方法についてより具体的に説明する。

30

本明細書で、この新たな試験は、重錘トンゲ試験とも呼ぶ。

図８に示すように、軸を上下に向けて固定したボックス２の上部（ねじ部）に、上側からピン１の下部（ねじ部）を取り付けてなる油井管ねじ継手に対し、パワートング１３を用いて、締め付け締戻し試験を実行する。これは実際の井戸でのランニングが、雌ねじ２ａが下にセットされ、雄ねじ１ａ側を上側にセットすることに拠っている。Ｔ＆Ｃ式ねじ継手の場合、下側がカップリング（ボックス２）、上側がピン１に当たる。インテグラル式ねじ継手の場合、下側がボックス２、上側がピン１になる。

【０１１６】

（試験用のピン１）

試験用のピン１として、評価対象の実長ピンよりも長さの短尺のピン１を使用する。試験用のピン１は、評価対象の実長ピンを切断することで作製した。なお、試験用のピン１は、パワートング１３の掴み部を確保できるだけの長さとする。

40

【０１１７】

（重錘１１による負荷荷重）

試験用のピン１の上部に重錘１１を取付け、荷重を負荷して締め付け締戻し試験を行う。より厳しい条件で、実際の井戸での締め付け締戻し条件に近い条件である、締め付け時に重錘荷重を付与して、締戻し時には重錘荷重をゼロ～かけない方法で実施した。ちなみに、重錘１１の重量は、例えば（評価対象のピン（実際に井戸で採用されるピン）の重量相当以上とした。

【０１１８】

50

なお、実際の井戸での締付け締戻しでは、デリック・クレーンで実長ピンを吊って締付けるため、実長ピンの自重が全部、ボックス 2 側に掛かるわけではない。具体的には、現場では、ねじを締めながら実長ピンを下げて行くので、原理的に、完全に吊り上げて自重の負荷をゼロにできるわけではない。よって、試験で用いる重錘 1 1 の重量は、最大に掛かり得る負荷荷重を模擬可能な重量を考慮して決定した。つまり、実長ピン 1 本から最大 3 本までの荷重印加の可能性がある。

【 0 1 1 9 】

上述にあるように、負荷荷重の印加については、締付け時に重錘荷重を付与して、締戻し時には重錘荷重をゼロ、つまり重錘荷重を掛けない方法で実施した。その理由は、実際の井戸で起こりうるような、大荷重印加と、ガタツキに基づく偏荷重による、固体潤滑被膜のダメージを含めて、実際に起こりうる井戸での締付け締戻しを模擬するためである。つまり、締付け時には、重錘 1 1 を吊らないで、つまり、吊り鎖 2 1 を張力を掛けないようにして、重錘 1 1 の荷重が、ピンねじを介して、ボックスねじに全量にかかるようにして締付を実施した。下記で説明するピンねじの締付前のセット位置を、ピンねじ山がボックスねじ山に半分程度露出するようにして、重錘 + 短尺ピンの荷重がかかるようにして締め付けると、実際の井戸の締付け時のように、大荷重の悪影響と、ガタツキに伴う偏荷重の悪影響を模擬できるからである。

【 0 1 2 0 】

締戻す時には、当業者の直観とは逆にはなるが、重錘 1 1 を吊り鎖 2 1 に張力を張って巻き上げるようにして、重錘 1 1 の荷重をゼロ、つまり掛けない方法で実施した。締戻し時に、重錘 1 1 の荷重が、ピンねじに掛かっていると、当業者の直観とは逆に、ある種のバランサーとして機能して、ピンねじが真っ直ぐ上に緩まる。この場合、ガタツキに伴う偏荷重が模擬できず、固体潤滑被膜の破壊が起きずに、締付け締戻し回数も向上するような結果になる傾向になる。逆に、重錘 1 1 の荷重を掛けないように、重錘 1 1 を吊り鎖 2 1 に天井クレーン 2 0 を使って巻き上げて、張力をかけないようにすると、ガタツキながらピンねじが緩まり、固体潤滑被膜にダメージが与えられ、実際の井戸の条件に近い状況になる。ピンねじ、および、ボックスねじに掛かる重錘の荷重は、ゼロ、又はゼロに近づけるようにして実施するが、ゼロでない領域も含んだものになっている。吊り鎖 2 1 に強い張力が掛らないように実施することを含むものである。実際、吊り鎖 2 1 は、鉄製のチェーンやスリングを使うが、自重のために下に直線的にぶら下がっている。このため、張力がかかっているか否かの判断は、重錘 1 1 の上部の *Swivel* (自在かぎ) にて、吊り鎖が立っているか緩んでいるかで判断することが可能である。

【 0 1 2 1 】

(重錘 1 1 のセット方法、及び、重錘 1 1 の形状)

重錘 1 1 は、試験用のピン 1 の反締付け側となるピン 1 の上部に取り付ける。締付けの際に、荷重を掛けて実際のねじの使用状況に近い状況を模擬するためである。

次に、重錘 1 1 の取付けについて説明する。

図 9 に示すように、重錘 1 1 を、下面が試験用のピン 1 の径よりも大きなピレット状の円柱形状とする。その重錘 1 1 の下面に対し、差込棒 1 2 の上端部を溶接その他で一体に固定しておく。差込棒 1 2 の径は、試験用のピン 1 の内径面 1 c の径よりも小さい径とする。

【 0 1 2 2 】

そして、試験用のピン 1 の上端開口部に、上側から差込棒 1 2 を差し込んだ状態で、当該試験用のピン 1 の上端に重錘 1 1 を載せた状態とする。

この場合、ピン 1 が横方向への振れに応じて、重錘 1 1 の重心が横方向に偏心して変化するようになる。また、差込棒 1 2 によって、重錘 1 1 がピン 1 上部から脱落し難くなる。

また、サイズの異なるねじ継手を評価可能なように、各種の外径及び重量の重錘 1 1 を複数種類、用意した。

【 0 1 2 3 】

(ピン 1 の初期セット位置)

本試験では、ボックス 2 の雌ねじ 2 a に対する、試験用のピン 1 の雄ねじ 1 a をセットする位置も重要である。

本実施形態では、試験用のピン 1 の上部に重錘 1 1 によって荷重を掛けた状態で、ねじ部のガタツキを意図的に与えた状態を締付け前の初期セット位置（締付け開始位置）とする。そこからパワートング 1 3 を用いて、ねじを締付けることによって、実際のねじ締付け条件を模擬することが可能となる。すなわち、本実施形態では、ピン 1 を、締付可能な位置まで、あえて締め付けられない位置で意図的にセットした。

【 0 1 2 4 】

本実施形態では、パワートング 1 3 を用いた締付け締め戻し試験における、締付けの際の初期セット位置として、次のようにセットした。すなわち、雌ねじ 2 a に雄ねじ 1 a を、噛み違い（クロススレッド）が発生しないようにして挿入した後にねじを手締めで締めて、ねじ同士がある程度噛みあって引っ張っても（ピン 1 を上にあげても）抜けない状態とした。ただし、ねじが完全に噛み合った状態にはしていない。具体的には、初期セット位置を、ピン 1 のねじ山がボックス 2 上端面（カップリング端面）から 5 個以上、又は、ピン 1 の全ねじ山数の $1/4$ 以上のうちの、いずれか大きい方のねじ山個数以上残す位置とする（図 10 参照）。

10

【 0 1 2 5 】

このような緩めの締付けの際の初期セット位置を採用するのは、締付け締め戻しを行う際のガタツキを実現させて、厳しい条件を模擬するためである。

ここで、1 ~ 3 山残す位置まで手締めしてしまうと、ガタツキを模擬していることにはならない。あと 1 ~ 3 回転で締まる状況になっている場合には、ピン 1 はただ真下に下がりがねじが締まるだけで、実際の井戸で起こりうるような、ピン 1 ねじが、締付け時に、カップリングねじ（ボックス 2 の雌ねじ 2 a）に局所的に当たるような状況が起き難い。このため、一様に、カップリングねじ（ボックス 2 の雌ねじ 2 a）に当たりながら締め付けられて行く。

20

【 0 1 2 6 】

逆に、雄ねじ 1 a を雌ねじ 2 a に単に差しただけでは、締付け締め戻し時に、クロススレッド（ねじの段違い締め）が起こり得る。このため、本来目的とする締付け締め戻し試験にはならないリスクがある。クロススレッドによって、ねじ表面に形成されている固体潤滑被膜 3 が破壊されたり、ねじ山自体が損傷する状況では、固体潤滑被膜 3 の潤滑性を評価することにはならなかったりする。このため、締付け前の初期セット位置における、ねじ山残しの山数は、全ねじ山数の $2/3$ 以下とする必要がある。

30

本実施形態の重錘トング試験では、重錘 1 1 による荷重負荷だけではなく、ピン 1 が締まる時 / 緩まる時のガタツキまで考えることによって、実際の締付け締め戻しを理想的に模擬できる。これによって、本開示の固体潤滑被膜の潤滑性が優れることについて、確認を行った。

【 0 1 2 7 】

（膜厚の影響）

膜厚の定義を行う理由は、次の通りである。潤滑剤は塗れば塗るほど滑りやすくなるので、ある程度は多く付けたり、塗ったほうがよいという従来の常識がある。この従来の常識に捉われて、あまり意識することなく、固体潤滑被膜や、防錆・潤滑の目的で膜を構成する時にも、厚すぎ、塗りすぎの傾向になってしまう。ラボ評価では問題ない膜厚でも、実際の井戸や、模擬井戸で焼き付き事例が時折起こる事例がある。

40

【 0 1 2 8 】

ラボでの短尺ピンを使った水平型もしくは縦型パワートングでの従来の締付け試験では、最適膜厚の評価には感受性が低すぎる。すなわち、かなり厚い膜厚でも、合格とみなせてしまう。繰り返しになるが、短尺ピンを使った事例では、固体潤滑被膜の膜厚が厚くても、膜が破壊されることが少ない。このため、ねじ間隙に、固体潤滑被膜由来のゴミが詰まって、焼き付き事例はあまり起きない。締付け締め戻し試験時に、固体潤滑被膜がダメージを受けないからである。

50

【 0 1 2 9 】

そのため、多くの場合、カップリング側の固体潤滑被膜は、多くの場合、 $50 - 100 \mu\text{m}$ 、防錆・潤滑の目的で膜でのピン側では、 $20 - 100 \mu\text{m}$ 程度は形成させる場合が多い。これを実際の井戸へもっていくと、焼き付くものと、焼き付かないものが混在してしまう。多くの場合は、常識的な膜厚で問題がないことが多いが、本開示の膜厚規定範囲の上下限を外れると実際の井戸で、すぐに焼付いてしまうおそれがある。そのため、実際の井戸で固体潤滑被膜を使った油井管ねじの締付け締戻しを行う際には、膜厚を適切に制御することで、安定した潤滑挙動を実現するように図る。

【 0 1 3 0 】

実際の井戸では、実長ピンねじの自重に基づく大荷重がボックスねじに掛かる。かつ、締付を開始する段階でのピンねじのセット位置が、ピンねじ全部が、ボックスねじに全て隠れるようにはセットできない。それゆえ、ガタつきが締付け初期、および、締戻し末期によく起こり、ピンねじが振れ回るため、固体潤滑被膜はダメージをうけることを考慮する必要がある。固体潤滑被膜が厚い方が、図2(a)のスパイク状のトルクが立つ領域で、固体潤滑被膜が破壊され、剥離片や破片由来の2次生成物が多く作られる。再度、ねじ山に再付着・再構成されるならば潤滑性は維持される。しかし、削られる量が多い場合には、ねじの間隙に局所的に詰まってしまって、焼き付きの原因になる。

10

【 0 1 3 1 】

よって、本開示では、ポリアミドイミドを主成分にしたバインダー樹脂と、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）を主成分にした固体潤滑剤からなる膜の膜厚（ $A \mu\text{m}$ と記す）につき、 $5 \mu\text{m}$ 以上 $95 \mu\text{m}$ 以下に規定することが好ましいとする。本開示の主眼となる固体潤滑被膜について、その膜厚の下限を、潤滑が維持できる最低厚みと規定し、剥離片・破片由来の2次生成物が局所的に詰まることを避けるために上限を規定する。より望ましくは $30 \sim 80 \mu\text{m}$ であり、更に望ましくは、 $50 \sim 80 \mu\text{m}$ である。なお、この上下限は、後述する重錘トンゲ試験での実験事実から決めたものである。

20

【 0 1 3 2 】

ただし、この膜厚は、室温で、締付け締戻し試験前に測定される膜厚である。締付け締戻し時に変形される。具体的には押しつぶされる点に注意が必要である。この膜は、その化学組成から、高硬度の膜を構成することが多く、稀なケースを除いて、鉛筆硬度で、F以上4H以下の硬度になることが多い。このため、この硬度範囲も併せて規定する。鉛筆硬度がF未満の場合、具体的には、HB以下の場合には、膜質が軟らかいために、締付け締戻し試験時には、著しく押しつぶされる。この場合、締付け締戻しを一旦行ってしまうと、固体潤滑被膜が潰されて、室温で測定した厚みが意味をなさなくなる。そして、潰されていて厚みが小さくなるので、ねじ間隙に詰まる懸念も少なくなる。このような理由から、F以上という下限規定を併せて行った。また、4H以下という硬度上限の規定は、本開示の組成の固体潤滑被膜が、特別な添加物を入れる状況を除いて、おおよそ到達しうる上限の鉛筆硬度ゆえ設定した。これにより、優れた潤滑挙動を示すことが一層確実になる。

30

【 0 1 3 3 】

本開示が主とする固体潤滑被膜は、ボックスねじ側、ピンねじ側にいずれか一方、あるいは両方に形成することを含んでいる。その膜厚を $A \mu\text{m}$ と規定する。更に、対面側には、同じか違う固体潤滑被膜が形成される場合（どちら一方の固体潤滑被膜を $A1 \mu\text{m}$ 、もう一方のものを $A2 \mu\text{m}$ の膜厚と規定する）や、防錆・潤滑目的の塗膜が形成される場合や、および、膜を形成しない場合までを含んでいる。その場合の膜厚を $B \mu\text{m}$ と規定する。

40

上記のような、ねじ間隙に2次生成物が局所的に目詰まりして焼き付くのは、正確には、2次生成物である。2次生成物は、ねじ両側の膜が、締付け締戻し途上で剥離、破片化したものである。剥離片になりうるような固体潤滑被膜や、防錆 and / or 潤滑のために塗った塗膜について、これらの膜厚の全体量を少なくして、焼き付き懸念が減少させるのが有効である。

【 0 1 3 4 】

$A + B \quad 110 \mu\text{m}$ 、または、 $A1 + A2 \quad 110 \mu\text{m}$ と規定することが好ましい。前

50

者がカップリングねじ、ピンねじのいずれか片側だけに、本発明の固体潤滑被膜が形成されている事例である。後者は固体潤滑被膜がねじ両方に形成されている事例である。A 1、A 2 の下限は、上述した、固体潤滑被膜の膜厚定義の下限値の「5 μm 以上」である。固体潤滑被膜に対面する側で、固体潤滑被膜がついていない場合には、膜がないものを含むので、B はゼロを含んだ状況があるので、「0 μm 以上」と規定する。

【0135】

110 μm の上限規定は、ピンねじの山の部分（クレスト部）と、ボックスねじの谷の部分（ルート部）が、油井管ねじのデザインにおいて、100 ~ 150 μm 空いている事実とも連動するが、ねじデザインは各社各様で様々である。上限を110 μm としたのは、実験的に決めたものである。また、膜厚は、本来ならば、ボックスねじのルート部と、ピンねじのクレスト部で測定するのが重要である。しかし、非破壊で、締付け締戻し前に測定するのは困難であるので、両方のねじ共に、ねじのクレスト部で、電磁膜厚計で測定した値を使って評価した膜厚の数値を使うとよい。クレスト（ねじ山）、ルート（ねじ谷）の膜厚は同じであることが多いため、そうしている。断面検鏡は正確であるが、締付け締戻し試験に使うものを試験前に切り刻めない。また、終わったあとは、強いトルクをかけて締付け締戻しされるので、固体潤滑被膜、塗膜が、押しつぶされたり、削れたりして、正規の膜厚を示さないからである。好適な膜厚範囲の規定は、クレスト部同士の膜厚規定で行っている。

【0136】

また、膜厚規定に、表層膜を入れなくてもよいのは、表層膜は、上述のように、固体潤滑被膜による高潤滑をサポートするものであり、安定位置に移行することに機能するだけのものであるからである。脂肪酸と金属元素のから化合物からなる潤滑は、実際に滑りやすく、削れたところで、ねじ表面に再構成されるので、局所的にねじ間隙に詰まって焼付く原因になることが少ないからである。

【0137】

（その他）

本開示は、次のような構成も取り得る。

（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、バインダー樹脂に固体潤滑剤が分散して構成され、上記バインダー樹脂の90重量%以上がポリアミドイミド樹脂であり、そのポリアミドイミドの平均分子量が20,000以上40,000以下であり、上記固体潤滑剤の80重量%以上がPTFE（ポリテトラフルオロエチレン）であり、そのPTFEの平均分子量が30,000以下である。

【0138】

（2）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、上記バインダー樹脂の90重量%以上がPAI（ポリアミドイミド樹脂）であり、PAIの平均分子量が20,000以上40,000以下であり、上記固体潤滑剤の80重量%以上がPTFE（ポリテトラフルオロエチレン）であり、そのPTFEの平均分子量が30,000以下である。

【0139】

（3）上記固体潤滑剤を構成する上記PTFEが、上記固体潤滑被膜の全重量の20重量%以上50重量%以下である。

（4）上記固体潤滑被膜の硬度は、鉛筆硬度でF以上4H以下である。

（5）上記潤滑被膜は、上記ねじ部の締結面と上記固体潤滑被膜との間に下地膜を有し、上記下地膜は、リン酸塩処理膜、又はビッカース硬度が200HV以上の電気めっき処理膜で構成される。

【0140】

（6）上記潤滑被膜は、上記固体潤滑被膜の上に表面層を有し、上記表面層は、固体潤滑剤とバインダー樹脂とを備え、上記表面層の固体潤滑剤は、下記のX群の脂肪酸と下記のY群の金属元素からなる化合物から1種類若しくは2種類以上の組合せであり、上記表

10

20

30

40

50

面層のバインダー樹脂は、フッ素系有機化合物である。

・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

【0141】

(7) 上記表面層は、融点が70 以上である。

(8) 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、上記ボックス又は上記ピンの一方の部品が、本開示の上記潤滑被膜を有する油井管からなり、上記ボックス又は上記ピンのうち他方の部品のねじ部の締結面には、被膜が形成されていないか、耐食性及び防食性の少なくとも一方の性質を有する被膜が形成されている。

10

(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両方の部品のねじ部にそれぞれ、本開示の潤滑被膜を有する。

【0142】

(10) 上記ボックス及び上記ピンの両方に形成した上記固体潤滑被膜の各膜厚はそれぞれ、ねじ部のクレスト位置で、5 μm以上95 μm以下であり、上記ボックスのねじ部に形成する上記固体潤滑被膜のクレスト位置(ねじ山部)での膜厚をA1(μm)とし、上記ピンのねじ部に形成する固体潤滑被膜のクレスト位置での膜厚をA2(μm)としたとき、下記(1)式を満足する。

20

なお、膜厚は、締付け前の膜厚である。

$$A1 + A2 \leq 110 \mu m \quad \cdots (1)$$

【0143】

(11) 本開示の上記潤滑被膜を有する油井管のねじ部に形成される上記固体潤滑被膜の膜厚は、ねじ部のクレスト位置(ねじ山部)で、5 μm以上95 μm以下であり、本開示の上記固体潤滑被膜を有する油井管のねじ部に形成される潤滑被膜のクレスト位置での膜厚をA μm、その油井管に対面する相手材側の油井管のねじ部に形成された防錆・潤滑塗料の膜厚をB μmとしたとき、 $A + B \leq 110 \mu m$ である。

なお、膜厚は、締付け前の膜厚である。

【実施例】

30

【0144】

次に、本実施形態に基づく実施例について説明する。

本実施例は、主として、油井管ねじ継手の締結面10に設けた、固体潤滑被膜3を備えた潤滑被膜の可否判定を評価する実施例である。本実施例では、表1～表8に示す条件にて、締付け締戻し試験を行い、潤滑被膜の可否判定を行った。なお、表中の、Dry膜は固体潤滑被膜3を指す。

【0145】

40

50

【表 1】

No.	銅種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	Dry膜条件						CPLG				PIN		
					バインダー樹脂			固体潤滑			Dry膜 の鉛筆 硬度	下地膜 のHV 硬度	Dry膜	他	下地膜	下地膜 のHV 硬度	PIN膜 (塗料) 他
					PAI重量% (全バインダー 樹脂成分 重量に対し)	PAIの 平均 分子量	他含有/ 混入の 成分情報	PTFE重量% (全固体 潤滑被膜 成分重量 に対し)	PTFE の平均 分子量	他含有 /混入の 成分情報							
1	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	12,000	-	100%	45,000	-	F	440	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
2	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	12,000	-	100%	45,000	-	F	440	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
3	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	12,000	-	100%	45,000	-	F	440	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
4	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	40,000	-	100%	18,000	-	3H	450	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
5	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	41,000	-	100%	20,000	-	5H	430	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
6	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	28,000	-	100%	11,000	-	2H	400	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
7	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™							リン酸 Mn	490	BOL-72733 塗布		As-machined		BOL-72733 塗布
8	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™							リン酸 Mn	490	BOL-72733 塗布		As-machined		BOL-72733 塗布
9	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	38,000	-	100%	18,000	-	B	430	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
10	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	28,000	-	100%	7,000	-	2B	420	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
11	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	22,000	-	100%	14,000	-	2H	450	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P1タイプ
12	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	22,000	-	100%	14,000	-	2H	410	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	なし
13	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	29,000	-	95%	9,000	5%PFA	3H	430	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P1タイプ
							※純度80%の ものを利用 (溶剤残渣物、 HCl、酢酸等 の不純物 混入)										
14	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	99%	29,000		100%	9,000	-	3H	410	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P1タイプ
15	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	27,000		80%	9,000	10%EP 5%MCA 5%BN	2H	400	CPLG のみ	-	As-machined	なし	P1タイプ
16	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	100%	26,000	-	100%	9,500		4H	As-shotblasted	CPLG のみ		As-shotblasted	なし	P1タイプ

【 0 1 4 6 】

10

20

30

40

50

【表 2】

No.	表面層の薬剤							Make/Break 試験方法	M/B 回数	合否	備考
	表面層 の膜成分	形成されて いる面	固体 潤滑剤 の融点 (°C)	固体潤滑剤 の金属元素 の重量割合 (%)	表面に 残存しない 溶剤成分	固体樹脂 含有重量/ バインダ樹脂 含有成分重量比	塗布量 (mg/cm ²)				
1								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	2回	不合格	比較例
2								水平型トンク (ねじ山に荷重かから ない、偏荷重も無い)	≥5回	合格(優)	比較例
3								約1mの短尺PIN+ 縦型トンク(PIN:1mの 荷重がかかる)	≥5回	合格(優)	比較例
4								約1mの短尺PIN+ 1000kg縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例
5								約1mの短尺PIN+ 500kg縦型重錘トンク	2回	不合格	比較例
6								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	≥5回	合格(優)	本発明例
7								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	≥5回 4回	合格	比較例
8								実井戸相当の実長 PINを使った試験 (8m級1本)	≥5回	合格(優)	比較例
9								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例
10								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例
11								約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	≥5回	合格(優)	本発明例
12								約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例
13								約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	≥5回	合格(優)	本発明例
14								約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	≥5回	合格(優)	本発明例
15								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	4回	合格	本発明例
16								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例

【 0 1 4 7 】

10

20

30

40

50

【表 3】

No.	銅種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	Dry膜条件					CPLG				PIN				
					バンダー樹脂			固体潤滑		PTFE 重量% (全重量 に対し)	Dry膜 の鉛筆 硬度	他	下地膜 のHV 硬度	Dry膜	PIN膜 (塗料) 他			
					PAI重量% (全バンダー 樹脂成分 重量に対し)	PAIの 平均 分子量	他含有/ 混入の 成分情報	PTFE重量% (全固体 潤滑剤膜 成分重量 に対し)	PTFE の平均 分子量							他含有 /混入の 成分情報		
17	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	リン酸 Mn	430	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
18	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	リン酸 Mn	435	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
19	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	リン酸 Mn	435	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	なし
20	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	リン酸 Mn	435	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
21	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	リン酸 Mn	435	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
22	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	リン酸 Mn	435	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
23	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	Cu-Sn めっき	570	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
24	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	Cu-Sn めっき	570	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	なし
25	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	リン酸 Mn	435	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
26	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	35%	リン酸 Mn	435	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
27	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	24,000	-	100%	11,000	-	40%	リン酸 Mn	420	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
28	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	27,000	-	100%	9,000	-	40%	リン酸 Mn	545	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
29	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	27,000	-	100%	9,000	-	40%	リン酸 Mn	410	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
30	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	27,000	-	100%	9,000	-	40%	リン酸 Mn	430	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
31	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	27,000	-	100%	9,000	-	40%	リン酸 Mn	425	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
32	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	27,000	-	100%	9,000	-	40%	リン酸 Mn	420	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
33	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	27,000	-	100%	9,000	-	40%	リン酸 Mn	415	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
34	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	27,000	-	100%	9,000	-	40%	リン酸 Mn	420	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
35	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	29,000	-	100%	10,000	-	35%	リン酸 Mn	420	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	なし
36	Q125	9-5/8"	47#	JFELION™	100%	29,000	-	100%	10,000	-	35%	リン酸 Mn	430	CPLG のみ	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ

【 0 1 4 8 】

10

20

30

40

50

【表 4】

No.	表面層の薬剤							Make/Break 試験方法	M/B 回数	合否	備考
	表面層 の膜成分	形成されて いる面	固体 潤滑剤 の融点 (°C)	固体潤滑剤 の金属元素 の重量割合 (%)	表面に 残存しない 溶剤成分	固体樹脂 含有重量/ バインダ樹脂 含有成分重量比	塗布量 (mg/cm ²)				
17								約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例
18	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	3.0	0.05	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	5回	合格(優)	本発明例
19	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	3.0	0.05	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	5回	合格(優)	本発明例
20	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	3.0	<0.005	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例 (改善はし ていない)
21	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	3.0	0.01	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	7回	合格(優)	本発明例
22	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	10.0	0.3	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	8回	合格(優)	本発明例
23	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	10.0	0.3	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	≥10回	合格(優)	本発明例
24	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	10.0	0.3	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	≥10回	合格(優)	本発明例
25	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	0.1	0.6	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	7回	合格(優)	本発明例
26	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	0.05	0.005	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例 (改善はし ていない)
27	ステアリン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	15.0	2.0	約1mの短尺PINを 使った3000kg 縦型重錘トンク	2回 3回 3回	合格 ～ 不合格	比較例
28								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	4回	合格	本発明例
29								実井戸相当の 実長PINを使った 試験	≥5回	合格(優)	本発明例
30	ステアリン酸 Zn/Ca	CPLG側の Dry膜上 に形成	125	19	HFE ハイドロフル オロエーテル	2.0	0.1	約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	5回	合格(優)	本発明例
31	12-ヒドロキシ ステアリン酸 カルシウム	CPLG側の Dry膜上 に形成	150	6	HFE ハイドロフル オロエーテル	1.5	0.1	約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	5回	合格(優)	本発明例
32	ステアリン酸 Zn	CPLG側の Dry膜上 に形成	120	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	1.0	0.1	約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	5回	合格(優)	本発明例
33	ベヘン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥230	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	2.0	0.1	約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	7回	合格(優)	本発明例
34	ベヘン酸 Na	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥230	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	5.0	0.3	約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	9回	合格(優)	本発明例
35	ラウリン酸 Li	CPLG側の Dry膜上 に形成	≥230	2.4	HFO ハイドロフル オロオレフィン	3.0	0.1	約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	6回	合格(優)	本発明例
36	ステアリン酸 Al	CPLG側の Dry膜上 に形成	160	8	HFO ハイドロフル オロオレフィン	0.8	0.1	約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	5回	合格(優)	本発明例

【 0 1 4 9 】

10

20

30

40

50

【表 5】

No.	銅種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	Dry膜条件						CPLG				PIN		
					バインダー樹脂			固体潤滑			Dry膜 の鉛筆 硬度	下地 膜 硬度	下地膜 のHV 硬度	他	下地膜	Dry膜	PIN膜 (塗料) 他
					PAI重量% (金/バインダー 樹脂成分 重量に対し)	PAIの 平均 分子量	他含有/ 混入の 成分情報	PTFE重量% (全固体 潤滑総膜 成分重量 に対し)	PTFE の平均 分子量	他含有/ 混入の 成分情報							
37	L80	7"	29#	JFEBEAR™	100%	18,000	-	100%	11,000	-	B	リン酸 Mn	410	-	As-machined	なし	P1タイプ
38	L80	7"	29#	JFEBEAR™	100%	22,000	-	100%	40,000	-	F	リン酸 Mn	420	-	As-machined	なし	P1タイプ
39	L80	7"	29#	JFEBEAR™	100%	22,000	-	100%	37,000	-	H	リン酸 Mn	450	-	As-machined	なし	P1タイプ
40	T95	7"	38#	JFELION™	100%	31,000	-	100%	8,500	-	5H	リン酸 Mn	430	-	As-machined	なし	P1タイプ
41	T95	7"	38#	JFELION™	100%	31,000	-	100%	8,500	-	5H	リン酸 Mn	435	-	As-machined	なし	P1タイプ
42	T95	7"	38#	JFELION™	100%	31,000	-	100%	8,000	-	F	リン酸 Mn	410	-	As-machined	なし	P1タイプ
43	T95	7"	38#	JFELION™	100%	31,000	-	100%	9,000	-	3H	リン酸 Mn	390	-	As-machined	なし	P1タイプ
44	T95	7"	38#	JFELION™	100%	31,000	-	100%	9,000	-	3H	リン酸 Mn	400	-	As-machined	なし	P1タイプ
45	P110	7"	38#	JFELION™	100%	28,000	-	100%	13,000	-	3H	As-shotblasted	As-shotblasted	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
46	P110	7"	38#	JFELION™	100%	28,000	-	100%	13,000	-	3H	As-shotblasted	As-shotblasted	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
47	P110	7"	38#	JFELION™	100%	28,000	-	100%	13,000	-	3H	As-shotblasted	As-shotblasted	P2タイプ	リン酸 Mn	PIN のみ	-
48	P110	7"	38#	JFELION™	100%	28,000	-	100%	13,000	-	3H	リン酸 Mn	450	-	リン酸 Mn	CPLG PINとも	-
49	P110	7"	38#	JFELION™	100%	28,000	-	100%	13,000	-	4H	As-shotblasted	As-shotblasted	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ

【 0 1 5 0 】

10

20

30

40

50

【表 6】

No.	表面層の薬剤							Make/Break 試験方法	M/B 回数	合否	備考
	表面層 の膜成分	形成されて いる面	固体 潤滑剤 の融点 (°C)	固体潤滑剤 の金属元素 の重量割合 (%)	表面に 残存しない 溶剤成分	固体樹脂 含有重量/ バインダ樹脂 含有成分重量比	塗布量 (mg/cm ²)				
37								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	1回	不合格	比較例
38								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	2回	不合格	比較例
39								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	2回	不合格	比較例
40								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例
41	ステアリン酸 Na		≥220	8	HFE ハイドロフル オロエーテル	15.0	2.0	約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	5回	合格(優)	本発明例
42								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	4回	合格	本発明例
43								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	8回	合格(優)	本発明例
44								実井戸相当の 実長PINを使った 試験	≥10回	合格(優)	比較例
45								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	8回 9回	合格(優)	本発明例
46								実井戸相当の 実長PINを使った 試験	12回	合格(優)	比較例
47								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	7回	合格(優)	本発明例
48								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	5回	合格(優)	本発明例
49								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例

【 0 1 5 1 】

10

20

30

40

50

【表 7】

No.	鋼種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	Dry膜条件						CPLG				PIN		
					バインダー樹脂			固体潤滑			PTFE 重量% (Dry膜の鉛筆 硬度 全重量 に対し)	下地 膜	下地膜 のHV 硬度	他	下地膜 のHV 硬度	Dry膜	PIN膜 (塗料) 他
					PAI重量% (金バインダー 樹脂成分 重量に対し)	PAIの 平均 分子量	他含有/ 混入の 成分情報	PTFE重量% (全固体 潤滑樹脂 成分重量 に対し)	PTFE の平均 分子量	他含有/ 混入の 成分情報							
50	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™	100%	32,000	-	100%	7,500		45%	Cu めっき	125	-	As-shotblasted	なし	-
51	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™	100%	22,000	-	100%	9,500		35%	Cu-Sn めっき	560	-	As-shotblasted	なし	-
52	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™	100%	26,000	-	90%	11,000	3%ガラス 7%BN	30%	Cu-Sn めっき	535	-	As-shotblasted	なし	-
53	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™								Cu めっき	110	BOL-72733 塗布	As-shotblasted		BOL-72733 塗布
54	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™								Cu-Sn めっき	545	BOL-72733 塗布	As-shotblasted		BOL-72733 塗布
55	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™								Cu めっき	110	BOL-72733 塗布	As-shotblasted	なし	BOL-72733 塗布
56	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™								Cu-Sn めっき	545	BOL-72733 塗布	As-shotblasted	なし	BOL-72733 塗布
57	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™	100%	26,000	-	100%	9,500	-	30%	Cu-Zn めっき	250	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
58	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™	100%	26,000	-	100%	9,500	-	30%	Cu-Zn めっき	220	-	As-shotblasted	なし	P2タイプ
59	HP2-13CR-110 (13CR-3N-2Mn)	5.5"	23#	JFELION™								Cu-Sn めっき	270	BOL-72733 塗布	As-machined		BOL-72733 塗布
60	P110	3.5"	9.2#	JFELION™	100%	38,000	-	75%	15,000	25% ガラス	22%	リン酸 Mn	535	-	As-machined	なし	P2タイプ
61	P110	3.5"	9.2#	JFELION™	95%	38,000	15%重量の 炭素繊維を 混入させたもの	100%	12,000	-	15%	リン酸 Mn	535	-	As-machined	なし	P2タイプ
62	P110	3.5"	9.2#	JFELION™	90%	22,000	10%重量の 炭素繊維を 混入させたもの	100%	9,000	-	20%	リン酸 Mn	535	-	As-machined	なし	P2タイプ
63	P110	3.5"	9.2#	JFELION™	100%	27,000	-	100%	8,000	-	40%	As-shotblasted	なし	-	リン酸 Mn	PIN のみ	P2タイプ
64	UHP-15CR-125 (15CR-6N-3Mo)	3.5"	9.2#	JFEBEAR™	100%	25,000	-	100%	10,000		30%	Cu-Sn めっき	535	-	As-shotblasted	なし	-
65	UHP-15CR-125 (15CR-6N-3Mo)	3.5"	9.2#	JFEBEAR™	100%	41,000	-	100%	32,000		35%	Cu-Sn めっき	560	-	As-machined	なし	-

【 0 1 5 2 】

10

20

30

40

50

【表 8】

No.	表面層の薬剤							Make/Break 試験方法	M/B 回数	可否	備考
	表面層 の膜成分	形成されて いる面	固体 潤滑剤 の融点 (°C)	固体潤滑剤 の金属元素 の重量割合 (%)	表面に 残存しない 溶剤成分	固体樹脂 含有重量/ バインダ樹脂 含有成分重量比	塗布量 (mg/cm ²)				
50								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	3回	合格	本発明例
51								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	≥10回	合格(優)	本発明例
52								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	9回	合格	本発明例
53								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	7回 7回	合格(優)	比較例
54								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	8回 9回	合格(優)	比較例
55								実井戸相当の 実長PINを使った 試験	≥12回	合格(優)	比較例
56								実井戸相当の 実長PINを使った 試験	≥12回	合格(優)	比較例
57								約1mの短尺PINを 使った1000kg 縦型重錘トンク	7回	合格	本発明例
58								実井戸相当の 実長PINを使った 試験	≥12回	合格(優)	比較例
59								実井戸相当の 実長PINを使った 試験	≥12回	合格(優)	比較例
60								約1mの短尺PIN +500kg縦型 縦型重錘トンク	1回	不合格	比較例
61								約1mの短尺PIN +500kg縦型 縦型重錘トンク	2回	不合格	比較例
62								約1mの短尺PIN +500kg縦型 縦型重錘トンク	7回	合格	本発明例
63								約1mの短尺PIN +500kg縦型 縦型重錘トンク	≥10回	合格(優)	本発明例
64								約1mの短尺PIN +500kg縦型 縦型重錘トンク	≥10回	合格(優)	本発明例
65								約1mの短尺PIN +500kg縦型 縦型重錘トンク	5回	不合格	比較例

【0153】

< 試験方法 >

各例で採用する締付け締戻し試験には、主として上記の重錘トンク試験（新たな試験方法）を採用した。その理由は、実井戸での締付けに耐えうる、固体潤滑被膜の上下限規定を証明するためである。

ただし、No. 2は、短尺ピン1と水平型トンクを用いた従来の評価方法で試験を行った例である。また、No. 3は、短尺ピン1と縦型トンク（重錘11を用いていない従来の方法）を用いた従来の方法で試験を行った例である。これら従来の方法では、トンクで締付け前の締付け開始位置である初期セット位置を、従来と同様に、手締めで完全に締め付けた位置とした。

【0154】

また、No. 8、29、44、46、55～56、58～59は、実際の井戸相当の実寸ピンを用い、縦型トンクを用いて試験を行った例である。この例では、1本のピン1をクレーンで吊り上げ且つコンペンセータを使って試験を行った。この試験では、縦型トンクで締付け前の締付け開始位置である初期セット位置を、従来と同様に、手締めで完全に締め付けた位置とした。以下、この試験を、実際の井戸試験とも呼ぶ。

重錘トンク試験では、実際の井戸で採用するピンの重量相当以上の重さからなる重錘11によって、ボックス2の雌ねじ2aに実寸ピン本以上の大荷重が付加される条件で試験

を行った。この試験では、縦型トングで締付け前の締付け開始位置である初期セット位置を、従来よりも緩めた位置とし、ピン 1 の全ねじ山数の 1 / 4 がボックス 2 から露出した位置とした。

【 0 1 5 5 】

< 合否判定の基準 >

締付け締戻し試験の合否判定は、次の通りとした。

ケーシング適用材（外径 7 インチ以上）の場合には、3 回以上の締付け締戻しまでできたものを「合格」と判定した。更に、5 回以上の締付け締戻しができたものを、「合格（優）」と判定した。

チューピング適用サイズ（多くの通例にしたがい、外径 7 インチ未満とした）の場合では、7 回以上の締付け締戻しまでできたものを「合格」と判定した。更に、10 回以上の締付け締戻しができたものを、「合格（優）」と判定した。なお、7 インチ材そのものは、チューピング、ケーシングのいずれかで使うかはケースバイケースである。

【 0 1 5 6 】

なお、これらの基準は、ISO 13679（2019）とは若干異なる。ケーシング適用材では、ISO 13679 に沿って判定技術を決めたものである。ケーシングサイズは、2 回の締付け締戻しの後に、再度締め付けられるというのが規定である。焼き付きは締戻し時に起こるので、3 回の締付け締戻しを合格と見なした。しかし、チューピング適用材では、ISO 13679 の規定（9 回の締付け締戻しの後に、再度締め付けるのが規定）ではなくて、表に示す実験事例に基づいて決めたものである。ここで、重錘トング試験は、実長ピンを使った実際の井戸試験よりも厳しめに結果が評価されることが多い。且つ、固体潤滑被膜での潤滑は、従来のコンパウンドの潤滑よりも、悪い傾向があることは否定できない。このため、このような評価基準で判定した。

【 0 1 5 7 】

この背景には、固体潤滑被膜は、締付け締戻し回数が増えるにつれて、潤滑被膜自体が徐々に削れていく。しかし、従来のコンパウンドの場合には、締付け締戻しが 1 回終わるたびに、コンパウンドを洗い流して、再度コンパウンドを塗るため、潤滑の主体がリセットされることが影響しているかもしれない。

なお、7 インチ材は、いずれの評価にも入りうるものである。しかし、No. 36 ~ 48 に示した 7 インチ材は、LPF（Lb / Ft.）29 #、38 # の厚肉の例であるので、ケーシング適用材として見なして、3 回以上の締付け締戻しまでできたものを「合格」と判定し、5 回以上の締付け締戻しができたものを、「合格（優）」と判定した。

【 0 1 5 8 】

以下、本開示の請求項を説明するために実験評価した事例群を、表 1 ~ 表 8 に示す。表中にある、Dry 膜というのは、固体潤滑被膜の意味である。

実施例の条件などは、表 1 ~ 表 8 に示す。No. 48、49、50 の例外を除き、ボックスねじ側（カップリング）、ピンねじ側の固体潤滑被膜の膜厚は、前者が 40 ~ 50 μm、後者が、10 ~ 40 μm にした検討結果で統一したのものを使った検討結果である。後者のピンねじ側の固体潤滑被膜の膜厚にバラツキがあるように見えるのは、刷毛塗りして対応したので、一様に潤滑膜を作れずに重なった部分の膜厚を含んだものであるからである。主に 10 ~ 25 μm レベルでほぼ同じ厚みの領域から構成されている。

【 0 1 5 9 】

< 評価 >

「重錘トング試験を用いる理由」

No. 1 ~ 3 は、重錘トング試験、又は水平型トングによる従来の試験、及び重錘 11 のない縦型トングによる従来の試験の評価結果を比較したものである。

No. 1 は、固体潤滑被膜 3 を構成する固体潤滑剤とバインダー樹脂が本開示の範囲から逸脱するために、1 t o n の重錘 11 を用いた重錘トング試験にて不合格と判定された。

これに対し、No. 2 の水平型トング及び No. 3 の重錘 11 のない縦型トングによる試験では合格と判定された。

10

20

30

40

50

【 0 1 6 0 】

水平型トングのように、ねじ山（特に、雌ねじ 2 a 側）に荷重が印加されない条件は、実際の井戸の使用条件から乖離した甘い条件になっている。また、重錘 1 1 のない縦型トングでも、短尺ピン 1 本の荷重（このサイズの場合、約 1 0 0 k g 程度）だけが印加されるだけで、実際の使用条件から乖離して甘い条件になっている。このため、N o 1、2 では、合格と評価されてしまう。しかし、実際の井戸では、N o . 1 の重錘トング試験の結果で模擬されるように、焼き付いてしまった。

以上の N O . 1 ~ 3 の評価から、固体潤滑被膜 3 の潤滑の評価は、実際の井戸に則した締付試験か、重錘トング試験で評価しないと、固体潤滑被膜 3 の各成分の上下限を評価できないことが分かった。

10

【 0 1 6 1 】

「判定条件の可否について」

N o . 7、8、5 3 ~ 5 6 は、固体潤滑被膜 3 を採用せず、潤滑に A P I - m o d コンパウンドを用いた例であって、実際の井戸試験と重錘トング試験との判定を比較したものである。具体的には、潤滑として、カップリング側（雌ねじ 2 a 側）に、下地膜 4 としてリン酸 M n 膜、C u めっき膜、C u - S n めっき膜等を形成させて、B e s t - O - L i f e 社製の B O L - 7 2 7 3 3 コンパウンドを塗布した。

【 0 1 6 2 】

N o . 7、8 は、9 - 5 / 8 " 5 3 . 5 #（外径：2 4 4 . 4 8 m m、肉厚：1 3 . 8 4 m m）の炭素鋼で、カップリングに下地膜 4 としてのリン酸 M n 処理した例である。N o . 5 3 - 5 7 は、5 - 1 / 2 " 2 3 #（外径：1 3 9 . 7 0 m m、肉厚：1 0 . 5 4 m m）の高合金系（1 3 C r - 5 N i - 2 M o 系：H P 2 - 1 3 C r - 1 1 0）では、下地膜 4 として、C u めっき、又は C u - S n めっきを施した例である。

20

【 0 1 6 3 】

N o . 7 は、1 t o n の重錘を用いた重錘トング試験での試験結果である。N o . 8 は、実際の井戸試験（R a n g e - 2 のパイプ：8 m 以上で 1 本のピン）での結果である。

N o . 7、8 から、M / B 回数は、実際の井戸試験の方が若干、重錘トング試験より多いことが分かる。

また、N o . 5 3 と 5 5 は、下地膜 4 として C u めっきを使用した例である。N o . 5 4 と 5 6 は、下地膜 4 として C u - S n めっきを使用した例である。そして、N o . 5 3 ~ 5 6 は、重錘トング試験と実際の井戸試験とをそれぞれ実施して比較したものである。

30

【 0 1 6 4 】

N o . 5 5、5 6 では、実際の井戸試験による評価であって、いずれのメッキも、I S O 1 3 6 8 9 の規格の 1 0 回を超えて 1 5 回以上の締付け締戻しの試験が可能であった。一方、N o . 5 3、5 4 の重錘トング試験では、その締付け締戻しの回数が、実際の井戸試験での回数よりも減少した。

この例からも、実際の井戸試験よりも、重錘トング試験の方が厳しい条件で評価されることが分かった。併せて、重錘トングで選別できた条件は、実際の井戸での適用でも良好であることを示している。

【 0 1 6 5 】

40

N o . 7、8、5 3 ~ 5 6 の結果から、次のことが分かる。

大径側（今回の例では、9 - 5 / 8 " 以上（外径：2 4 4 . 4 8 m m 以上））の場合、重錘トング試験の評価では、3 回以上の締付け締戻しができれば O K と判断できることが分かった。また、小径側（今回の例では、5 . 5 " 程度（外径：1 3 9 . 7 0 m m 程度）を含む小径グループ群からそれ以下の小径のもの）の場合、重錘トング試験の評価では、7 回以上の M / B 回数が確認できれば O K と判断できることが分かった。同時に、一層優れた潤滑性があるという判断基準として、大径でも 5 回以上、小径では 1 0 回以上の M / B 回数を用いることにする。

なお、この例は、A P I - m o d コンパウンド（B e s t - O - L i f e 社：B O L - 7 2 7 3 3）を使った従来例であっても、重錘トング試験では、I S O 1 3 6 7 9 に書か

50

れているようなM / B回数が実現できない。特に小径では実現できないことを示唆している。

【0166】

「ピン塗料について」

実施例に共通する、ピン塗料のP1タイプ、P2タイプについて説明する。ピン塗料で形成された膜は、固体潤滑被膜を形成しない側の締結面に形成する、「耐食性を有する膜（塗料ベース膜）」である。

P1タイプとは、フッ素樹脂のみから構成されるペイントである。P2タイプとは、そのP1タイプのペイントに金属石鹸を分散させた構造のものを指す。いずれも、雄ねじ1a側の耐食性を実現するために塗布させるものである。実施例では、これらが潤滑にどう効いているかを評価した。

10

【0167】

No. 1 ~ No. 16は、炭素鋼系のQ125材料の9 - 5 / 8 " 53.5 #（外径：244.48 mm、肉厚：13.84 mm）、J F E L I O NTMの油井管ねじを用いた事例である。No. 1 ~ No. 16は、表面層5がない事例を示したものである。

No. 1 ~ No. 15は、カップリング側に下地膜4としてのリン酸Mn化成処理膜が形成されている事例である。No. 16は、カップリング側がショットブラスト肌のままのものである。

ピン1側の塗料については、No. 7、8はBOL - 72733を塗布した事例であり、No. 12は塗料を塗っていない事例である。その他の事例（No. 1 ~ 6、9 ~ 11、13 ~ 15）は、ピン1側の塗料としてP1タイプを塗布した。

20

【0168】

まず、No. 7、8は、カップリング側の下地膜4としてのリン酸Mn被膜が形成され、ピン1側がねじ加工のままである肌に対しBest - O - Life社製のAPI - modコンパウンド：BOL - 72733を指定量塗って試験したものである。また、No. 7が重錘トング試験で試験をしたもので、No. 8が実際の井戸試験で試験したものである。そして、No. 7、8はともに、判定基準を超えた回数、締付け締戻しが実行できることを確認した。なお、締戻しを行う度に、締結面に形成したコンパウンドを有機溶剤（IPA：イソプロピルアルコール）で除去して、BOL - 72733を再塗布して、締付け締戻しを繰り返した。一方、固体潤滑被膜の例は、締付け締戻しのたびに、ねじ面をエアブローでクリーニングしたあとに、締付け締戻しを繰り返した。

30

【0169】

No. 1は、従来技術での評価の状態のレベルを把握するための比較例である。No. 1は、バインダー樹脂のPAIの分子量が本開示での範囲の下限を切っていて、かつ、固体潤滑剤のPTFEの分子量が本開示での範囲の上限を超えている比較事例である。また、重錘11として重錘トング試験での重錘荷重よりも軽い、500 kgの荷重を掛けて締付け締戻し試験した例である。No. 1は、わずか2回のM / B回数が不合格と判定された比較例である。

【0170】

No. 2は、No. 1と同じ固体潤滑被膜条件のものを、重錘11を印加することがなく、かつ、水平型トングで締付け締戻し試験を行ったものである。なお、これらの例No. 1、No. 2の例は、以下の固体潤滑被膜3の事例と同じように、締付け締戻しの1セットごとに、エアブローで埃（固体潤滑被膜3の剥離片に由来する屑）を飛ばして、締付け締戻しを繰り返したものである。水平型トングを用いたNo. 2では、5回以上（5回で試験を止めた）のM / B回数が達成できていて、評価が合格水準を超えているが、比較例の扱いである。すでに何度も強調したように、No. 1、2の評価から分かるように、水平型パワートングや、単なる短尺ピン1を使った縦型パワートングでの試験では、実際の井戸で受ける大荷重や、締付け締戻し時に発生する偏荷重を模擬できないため、固体潤滑被膜3の選定がうまくできないことも示している。

40

【0171】

50

No. 3の事例は、重錘11のない短尺ピン1だけを縦側トングで試験した結果であり、No. 3の評価も、5回以上（5回で試験を止めた）のM/B回数が達成できていて、判定では合格水準を超えているが、比較例の扱いである。

No. 4、6は、PTFEの重量比や、膜硬度までも好ましい範囲に制御されているので、それぞれ、合格、合格（良）の扱いのものである。

No. 5は、バインダー樹脂PAIの分子量が本開示の上限を超えのために、不合格判定された事例である。併せて、固体潤滑被膜の硬度の上限を超えて5Hになっている例にもなっている。

【0172】

No. 7、8は、固体潤滑被膜3の代わりに、リン酸Mnからなる下地膜の上にBOL-72733を塗った条件で、重錘トング試験又は実際の井戸試験を実行した場合の比較結果である。この比較結果から、重錘トングで評価し選抜したものは、実寸ピンでの結果よりもやや厳格に評価されることが分かった。

No. 9、10は、本開示で規定する固体潤滑被膜3の構成要素の条件は満たすが、その他の本開示で規定する条件までは満足されていない事例である。No. 9、10では、3回の締付け締戻しが確認され、ギリギリレベルの合格判定である。

【0173】

No. 11、13、14は、No. 6と同様に、固体潤滑被膜3の成分は本開示の範囲に制御されていると同時に、固体潤滑被膜3全体に対するPTFEの重量比や、膜硬度についても、本開示で規定する好ましい範囲に制御されている例である。No. 11、13、14は、「合格（良）」という判定された事例である。

【0174】

No. 12は、No. 11とほぼ同一条件である。ただし、No. 12は、固体潤滑被膜3が形成されていないピン1側に、P1タイプの塗料（耐食性を有する膜）を付けずに、ブラストのままの状態として実施した試験結果である。No. 12は、No. 11と比べて、M/B回数は減少したが、合格範囲であることを示している。ここから示唆されるのは、固体潤滑被膜3がない側に、防食主体の塗料を塗った場合でも、いくぶんかは潤滑改善効果を期待できるということが分かる。

【0175】

No. 13は、固体潤滑剤について、PTFEを主成分（80重量%以上）に対し、5%のPFAが入っている場合の発明例の事例である。No. 13は、「合格（良）」という判定である。

No. 14は、固体潤滑剤の構成要素のうち、PTFEが、全固体潤滑剤成分に対する割合が、本開示の下限80重量%の場合の事例である。また、No. 14は、固体潤滑被膜3に対し、FEP（フッ素化エチレンプロピレン；つまり、ヘキサフルオロプロピレンとテトラフルオロエチレンの共重合体）、MCA（メラミンシアヌレート）、BN（窒化ホウ素）をそれぞれ、10%、5%、5%の割合で混入させた例である。本開示は、PTFEを主体とする固体潤滑剤で、平均分子量を規定した特許である。しかし、No. 14から分かるように、20%以下の添加（混入）であれば、M/B回数は良好を維持できることが分かった。なお、No. 14は、重錘トング試験での評価事例であり、「合格（良）」という判定である。

【0176】

No. 16は、No. 1～No. 15とは異なり、カップリング側にリン酸Mn膜（下地膜）を設けることなく、締結面の上に直接、固体潤滑被膜3を形成させた事例である。また、No. 16は、固体潤滑被膜3の条件を、更なる好適な範囲に規定した条件である。つまり、No. 16は、バインダー樹脂のPAI分子量が、20,000～30,000の好適な範囲内にあり、かつ、固体潤滑剤のPTFE分子量が好適な範囲内にある。同時に、PTFE重量割合や固体潤滑被膜3の鉛筆硬度も併せて好適な範囲内にある条件となっている。No. 16は、重錘トング試験での評価事例であるが、M/B回数は3回実現している事例である。固体潤滑被膜3に関する規定が好適な範囲であっても、下地

10

20

30

40

50

の下地膜 4 がない場合には、M / B 回数が規定下限ぎりぎりになってしまう。このため、硬質な下地膜 4 が、HV 硬度 200 以上の硬さで形成されていることは、固体潤滑被膜 3 の潤滑特性の改善に大いに貢献していることが分かる。下地膜の硬度の件は、再度、No . 57 ~ 59 の検討でも触れる。

【0177】

No . 17 ~ 27 の事例は、炭素鋼系の Q125 材料の、9 - 5 / 8 " 47 # (外径 : 244 . 48 mm、肉厚 : 11 . 99 mm) の油井管を用いて、潤滑膜の最表層にコーティング膜がある事例を中心に、比較例を含めて示したものである。ただし、No . 23、24 の事例のみ、Cu - Sn メッキからなる下地膜 4 を形成し、それ以外 (No . 17 ~ 22 , 25 ~ 27) では、リン酸 Mn からなる下地膜 4 を形成した事例である。No . 17 ~ 27 のいずれも、3,000 kg の荷重の重錘 11 による重錘トング試験での評価事例である。これはピン 1 を 3 本強を連結した状態での締付状況を模擬したものである。

10

No . 17 は、No . 18 ~ 27 に対する比較事例で、表面層 5 を形成しなかった事例である。No . 17 は、3 トンの荷重が印加されていることもあり、3 回の M / B 回数であるが、合格判定基準には達している。

【0178】

No . 17 ~ 22、25 ~ 27 では、下地膜 4 としてのリン酸 Mn のビッカース硬度がほぼ同じ硬度レベルではあるが、若干硬度にバラツキがある。その理由は、次の通りである。下地膜 4 は高々 10 μ m 以下であり、肉眼レベルでは均質膜に見えるが、ミクロでは、リン酸 Mn 単結晶が緻密に形成して堆積したものである。また、ビッカース圧痕が図 7 にあるように下地膜 4 が固体潤滑被膜 3 から離れていないために、それらの影響を受けたと推定される。ただし、いずれも、下地膜 4 処理条件は同じであった。

20

No . 17 ~ 27 は、すべて、固体潤滑被膜 3 は同一条件で、バインダー樹脂の PAI 分子量が 24,000 で、20,000 ~ 30,000 の好適な範囲内にある。また、固体潤滑剤の PTFE 分子量が 11000 で、好適な範囲内の 15,000 以下のものである。

【0179】

固体潤滑被膜全重量に対する PTFE 重量比 (%) は、No . 11 ~ 17 までは同一で 35 %、固体潤滑被膜 3 の鉛筆硬度は 3 H である。No . 27 だけは、PTFE 重量比が 40 %、鉛筆硬度が 2 H であった。これらに表面層 5 を付ける際には、固体潤滑被膜 3 を付けてから、手塗り (ハケ塗り) でできる限り一様に塗布した。また、No . 18 ~ No . 27 にある表面層 5 を構成するバインダー樹脂は、フッ素含有の複数のモノマーを含んだ薬剤を、溶剤成分を大気放置にて乾燥して飛ばして重合させたものである。

30

【0180】

No . 18 ~ 27 は、表面層 5 を設けた事例である。No . 18 ~ 27 の結果は、表面層 5 がない No . 17 の事例と比較することで、潤滑性能を論じる。

No . 18 ~ 27 のうち、No . 18 ~ 26 は、M / B 回数が No . 17 の事例と同等か優れたものになっている。

一方、No . 27 は、M / B 回数が 3 回に満たずに不合格と判断されてしまっている例である (比較例) 。

40

【0181】

No . 18、19、21 ~ 25 は、表面層 5 は、全重量に対する固体潤滑剤成分重量の比を好適な範囲内の 0 . 1 倍 ~ 10 . 0 倍の範囲に管理した事例である。更に、塗布量を 0 . 01 mg / mm² 以上 1 mg / mm² 以下の好適な範囲内に管理した事例である。No . 18、19、21 ~ 25 では、5 回以上レベルであることを確認でき、「合格 (優) 」と見なすことができる例であり、本発明例である。表面層 5 を適切な量だけ塗布することで、M / B 回数を著しく改善することができることが分かった。

その中でも、No . 19 は、ピン 1 側に耐食性を有する膜を形成しなかった場合での潤滑の事例である。この事例から、表面層 5 が、固体潤滑被膜 3 の上層に形成されていれば、固体潤滑被膜 3 のない側に耐食性を有する塗膜を形成しなくても、良好な潤滑挙動を示

50

すことが分かった。

【 0 1 8 2 】

また、No. 23、24は、下地膜4がCu-Snめっき膜の場合である。No. 24は、No. 19と同様に、ピン1側に耐食性を有する膜を付けていない事例でもある。No. 23、24から、硬質な下地膜4であるCu-Snメッキが形成されている効果と、固体潤滑被膜3の上部の表面層5が良好な範囲に形成される時には、非常に優れた潤滑特性を示すことが分かった。

【 0 1 8 3 】

No. 20は、表面層5の塗布量が少なかった例で、M/B回数は3回であり、合格範囲である。No. 20は、No. 17の比較事例の3回に対して変化がなく、改善はしていないが、発明例と見なせるものである。No. 20は、本発明例であるが、表面層5を好適な範囲で塗布しないと、M/B回数の改善が見込めないことも併せて意味する。

ちなみに、No. 20は、表面層5の形成として薄く塗りすぎたあまり、ミクロスコピック的には若干斑状になっている可能性もあった。そして、カップリングとピン1が噛み始めるまでに、固体潤滑被膜3を必要以上に局部的に剥離される効果が少なかったからと推定される。

【 0 1 8 4 】

No. 26の事例は、表面層5の重量に対する固体潤滑剤成分重量の比が好適な範囲から低めに逸脱して、かつ、表面層5の塗布量も好適な範囲の下限を切って少なくなった場合の事例である。No. 26は、M/B回数は3回であり、合格範囲である。しかし、No. 26は、No. 17のレベルと同じレベルで改善はしていない例である。

【 0 1 8 5 】

No. 27の事例は、表面層5の重量に対する固体潤滑剤成分重量の比が好適な範囲に対し大きい方向に逸脱していて、かつ、表面層5の塗布量也多すぎた事例である。No. 27の事例は、M/B回数は2回までで、不合格になっている。No. 27の事例の不合格は、次の理由が考えられる。すなわち、固体潤滑剤成分が多すぎる。また、塗布量が多すぎる時には、表面層5に由来の剥離片が原因で、ねじ山の間隙を閉塞させることによって、焼き付きが発生しまう傾向が高くなるからと推定される。

【 0 1 8 6 】

上述のNo. 17～27の事例のうち、炭素鋼系のQ125材料の、9-5/8" 47 # (外径: 244.48 mm、肉厚: 11.99 mm) 事例では、表面層5は、3,000 kg 荷重の重錘11を用いた重錘トンゲ試験による評価であり、固体潤滑剤としてステアリン酸Naを用いて検討した事例である。

カップリングねじ側に本開示の規定範囲の固体潤滑被膜が形成されている場合、ピンねじ側の固体潤滑被膜があろうがなくても、表面層5を形成するのと、本開示が規定する好適の範囲であれば、潤滑挙動は改善することが明らかである。また、好適な範囲を下限に切っていても、潤滑挙動は劣化することなく、表面層5が無い状況と同じ特性が維持されている。逆に、好適範囲を超えて、塗布量が多い場合、合格範囲の潤滑挙動はあるものの、不合格レベルのものが混じるようにはなってくることが、No. 20、26、27の例からも明らかである。

【 0 1 8 7 】

以下のNo. 28～36は、表面層5の固体成分である、石鹼成分系及び金属石鹼系の成分の効果を比較する事例である。No. 28～36は、主に1,000 kgの荷重の重錘11による重錘トンゲ試験による評価事例である。

No. 28は、基準になる条件で、表面層5がないものである。No. 28は、4回のM/B回数を確認できた。近しい固体潤滑被膜条件のNo. 17(3 tonの重錘トンゲ)と比べて、No. 28は、荷重が1 ton(8 m相当ピン1の1本相当の重量)であるので、荷重が軽い分回数が増えたとも解釈できる。

【 0 1 8 8 】

No. 29は、比較条件として、この重錘トンゲ試験の条件と同じ印加荷重での事例で

10

20

30

40

50

ある。すなわち、1本の実寸ピンを用いた場合における実際の井戸試験での結果である。No. 29では、M/B回数が5回以上であることが確認された。

No. 28と29の比較から、実際の井戸であるような実寸ピンの締付条件よりも、重錘トングでの締付試験の方が、やや厳しい評価になっていることが分かる。

【0189】

No. 30～36は、No. 28との比較で、表面層5の材料特性を論じる例である。No. 30～36の評価から、上述のX群、Y群からなる固体潤滑剤を、本開示が決めた好適範囲で制御すればM/B回数が改善することが分かった。No. 30～36とNo. 28との比較で、固体潤滑剤の融点が高いNo. 33～35の事例の方が、回数が増える改善効果が高い。また、No. 35は、No. 19やNo. 24にあるように、ピン1側に耐食性を有する膜がない場合の事例である。No. 35のように、表面層5が塗布されているときには、ピン1側の耐食性を有する膜の影響よりは、表面層5が改善に寄与する程度が高いことが分かった。

10

【0190】

No. 37～49の事例は、管が外径7インチ級の例である。No. 37～39は、管が7" 29#の炭素鋼系のL80材料の事例である。No. 40～44は、管が7" 38#の炭素鋼系のT95の事例である。No. 45～49は、管がP110材料の事例である。No. 37～49の事例では、ケーシング適用とみなし、M/B回数の合否判定を、3回以上を「合格」、5回以上を「合格(優)」と見なしして評価した。

【0191】

20

No. 44と46は、実寸1本を使った実際の井戸試験で評価した。No. 37～49のうちのNo. 44と46以外は、1,000kgの荷重の重錘11を用いた重錘トング試験での評価事例である。なお、1,000kgとは当該サイズの2本連結時の重量を模擬したものである。No. 37～43は、固体潤滑被膜3全体の重量に対するPTFE重量割合(%)、及び、固体潤滑被膜3の鉛筆硬度の規定を評価した事例である。

No. 47は、固体潤滑被膜3をピン1のみ形成した事例である。No. 48は、カップリング側とピン1側の両方に固体潤滑被膜3を形成した事例である。No. 49は、下地膜4としてのリン酸Mn層がなく、カップリング側のみに固体潤滑被膜3を形成させた事例である。

【0192】

30

まず、No. 37～43の例について説明する。No. 37は、固体潤滑被膜3の鉛筆硬度が本開示の好適な範囲の下限を外れて柔らかくなりすぎた事例である。No. 37は、固体潤滑被膜3の鉛筆硬度がBであり、M/B回数は1回だけであった事例であり、不合格判定された事例である。ただし、その硬度を作るために、バインダー樹脂のPAIの平均分子量が、好適な範囲の下限の20,000を切っているため、それが主因で未達だった可能性もある。

【0193】

No. 38は、固体潤滑被膜3の全重量に対するPTFE重量(%)が好適な範囲を超えて大きくした場合の例である。No. 38は、M/B回数は2回に留まった事例であり、不合格判定になっている。ただし、No. 38は、PTFEの平均分子量が好適範囲の上限の30,000を超えていることも関係している可能性もある。かつ、固体潤滑剤を含有しすぎた可能性のいずれか、若しくは両方が効いたともいえる。

40

【0194】

No. 39は、固体潤滑被膜3の鉛筆硬度は規格範囲内、かつ、固体潤滑被膜3の全重量に対するPTFE重量(%)も規格範囲内である事例である。ただし、この事例は、本開示の根幹である固体潤滑被膜規定のうちの一つである、固体潤滑剤のPTFEの平均分子量が、規格上限の30,000を超えて大きい事例である。No. 39は、M/B回数は2回で不合格の事例である。

【0195】

No. 40は、固体潤滑剤、バインダー樹脂の規定は本実施形態の満足するものである

50

。しかし、No. 40は、固体潤滑被膜3全重量に対するPTFE重量割合(%)が下限を切って小さい事例で、かつ、固体潤滑被膜3の鉛筆硬度は上限を超えて硬い場合の事例である。ただし、固体潤滑被膜3自体の規定は満足している事例である。No. 40は、固体潤滑被膜3自体の規定は守ってはいるが、潤滑を担当する固体潤滑剤が少なく調合されている事例である。それがゆえに、固体潤滑被膜3が硬くなっている事例ともいえる。No. 40は、少なくとも、PTFE重量割合(%)が18%まで、鉛筆硬度5Hまでは、M/B回数が基準の3回を超えて、4回までは確認できる事例になっている。この事例は、本発明例という扱いである。

【0196】

No. 41は、No. 40に対して、固体潤滑被膜3の上部に、表面層5を形成したものであるが、潤滑の改善効果があって、「合格(優)」と見なせる事例である。

10

No. 42は、PTFE重量割合(%)が、規定を超えて多い事例で、固体潤滑剤が多く調合された事例である。No. 42は、固体潤滑被膜3はそれがために柔らかくなっている事例である。No. 42は、少なくとも、PTFE重量割合(%)が53%までは、M/B回数が基準の3回を超えて、4回までは確認できる事例になっている。本発明例という扱いである。

【0197】

一方、No. 43は、固体潤滑被膜3自体の規定以内で、PTFE重量割合(%)、及び、固体潤滑被膜3の鉛筆硬度も規定値以内の事例である。No. 43は、8回までのM/B回数を確認できており、「合格(優)」の判定で、本発明例である。

20

No. 44は、No. 43と同じ条件で且つ実寸ピンを使った実際の井戸試験の結果である。実際の環境では、10回以上(10回で試験打ち切り)が可能であることを示唆している。No. 44は、同時に、重錘トンゲ試験の方がやや厳しいことを示している。

【0198】

No. 45~46は、固体潤滑被膜3自体の規定は好適な範囲を満足している事例で、重錘トンゲ試験と実際の井戸試験の試験結果を比較したものである。No. 45~46は、No. 45~49までの基準的な評価指標となる。

No. 45は、重錘トンゲ試験を用いて、8回又は9回のM/B回数であった。一方、No. 46は、実際の井戸試験での評価であって、M/B回数が12回に増加している。このパイプサイズ、かつ、固体潤滑被膜条件の場合には、重錘トンゲ試験に比べ、実際の井戸試験の方が、締付可能回数が3、4回増えることが分かる。同時に、重錘トンゲ試験の方が厳しめの評価になっていることが分かる。

30

【0199】

No. 47~49は、下地処理の仕方を変えた条件を、7"38#で確認した事例である。No. 47は、カップリングはショットブラストのままの肌で、ピン1に下地膜4としてリン酸Mn処理を施して、規定範囲内の固体潤滑被膜3を形成した事例である。No. 48では、No. 47の条件のうち、カップリングがショットブラスト仕上げではなく、下地膜4としてリン酸Mn処理をした条件とした。

【0200】

No. 48、47は、いずれも、M/B回数が8回以上(8回で試験を止めた)である。これらの事例は、「合格(優)」の判定で、本発明例である。ピン1側に固体潤滑被膜3が形成されていても、特に、潤滑に問題がないことを示した事例である。

40

No. 49も、No. 47や48と同じ固体潤滑被膜条件であるが、固体潤滑被膜3を、下地膜4を形成していないショットブラスト肌の上に形成した事例である。No. 49は、M/B回数が3回に減少してはいるが、合格判定で、本発明例にあたる。

【0201】

No. 50~59の事例は、外径肉厚が、5.5"23#で、HP2-13CR-110材(JFEスチール製; Mod-13Cr、Super-13Crのgeneric; 13Cr-5Ni-2Mo系)に固体潤滑被膜3を付けた時の検討事例で、主に、下地膜の種類を検討した事例である。

50

No. 60～63の事例は、外径肉厚が、3.5×9.2#（外径：88.90mm、肉厚：6.45mm）で、炭素鋼：P110に固体潤滑被膜3を付けた時の検討事例である。これらの事例は、主に、炭素繊維を固体潤滑被膜に入れ込んだ検討した事例である。No. 64～65の事例は、外径肉厚が、3.5×9.2#で、UHPTM-15CR-125材（15%Cr含有のマルテンサイト系ステンレス鋼管）に固体潤滑被膜3を付けた時の検討事例である。

【0202】

No. 55、56、58～60、64は、実際の井戸に則した実際の井戸試験での評価、若しくは、実寸のピンを2本連結した重量相当の重量の1,000kgを印加する重錘トングによる評価の事例である。

10

No. 50は、固体潤滑被膜3の規定は本開示の規定範囲内であるが、下地膜4に、Cuめっきを使った事例である。No. 50は、下地膜4であるCuめっきの硬度が125HVであり、下地膜の好適な規格を外れるものである。No. 50は、M/B回数が僅か3回に留まり、ぎりぎり合格レベルと判定されるもので、本発明例になる。No. 50では、固体潤滑被膜3が、Cuめっき膜から4回目の締付け締戻しで、根こそぎ剥がれるようになり焼き付きが発生した。

【0203】

No. 51、52は、Cu-Sn系の2元系の電気めっき膜を下地膜4として検討した事例である。No. 51、52の僅かな違いは、前者が、固体潤滑被膜3の固体潤滑剤がPTFE100%であるのに対して、後者が、固体潤滑剤として、PTFE90%と合計10%のBNとグラファイトの混入があることである。また、No. 51、52は、固体潤滑被膜3の全重量に対するPTFE重量（%）が、前者が多めで、後者が少なめであるように規定した。この結果、No. 51、52は、上記条件が連動して、鉛筆硬度が、前者が3H、後者が4Hになっている。またNo. 51、52は、下地膜4としてのCu-Snめっきの硬度は、前者が硬めで560HVで、後者が柔らかめで535HVであることが挙げられる。M/B回数について、No. 51が10回越え（10回で試験を止めた）となっている。No. 52が9回となっている。ただし、この2つの事例は、共に、「合格（優）」の扱いで、本発明例となっている。

20

【0204】

一方で、No. 53～56は、固体潤滑被膜3の事例ではない。これらの事例は、下地膜4としてのCuメッキ又はCu-Snめっきをカップリング側に形成して、BOL-72733コンパウンドをカップリング、ピン1に塗布した条件で締付け締戻したものである。なお、No. 53～54は、1,000kgの重錘11（実長ピン：約2.5本重量に相当）による重錘トング試験を採用し、No. 55～56は、実長1本時の実際の井戸試験を採用した評価である。

30

【0205】

No. 53は、下地膜4としてCuめっきを用い且つ重錘トング試験の条件を採用し、2回の評価ともM/B回数が7回であった。No. 54は、下地膜4としてCu-Snめっきを用い且つ重錘トング試験の条件を採用し、2回の評価はM/B回数が8回と9回であった。No. 54は、下地膜4としてCuめっきを用い且つ実寸ピンでの実際の井戸試験を採用し、M/B回数が12回以上（12回で試験打ち切り）であった。No. 55は、下地膜4としてCu-Snめっきを用い且つ実際の井戸試験を採用し、M/B回数が12回以上（12回で試験打ち切り）であった。実際の井戸試験では、ISO13679で規定されているチューピングサイズのM/B回数が10回はクリアできる。しかし、重錘トング試験では、厳しめに評価されるので、この基準には到達できない。一方で、No. 53、54の結果からすれば、当該サイズにおいて、固体潤滑被膜3の条件において、M/B回数が、7回程度以上あれば、実際の井戸において、ISO13679の規定を満たす固体潤滑被膜3を実現できることを意味すると思われる。つまり、No. 51、52の固体潤滑被膜3であれば、実際の井戸で、10回以上のM/B回数を実現するものと推定してよい。

40

50

【0206】

No. 57～59は、下地膜4がCu-Znメッキの場合である。No. 57～59は、下地膜4がCu:Zn=6:4のメッキの場合で、HVが220-270の事例である。No. 57～58は、固体潤滑被膜自体の規定は本開示の範囲を満足している事例である。No. 59は、固体潤滑被膜3の代わりに、API-modコンパウンドのBOL-72733を使った事例である。No. 57が1,000kgの重錘11を用いた重錘トング試験の実験結果である。No. 58～59は、実長ピン(Range-2相当、8m強)を使った実際の井戸試験の結果である。No. 57、58の結果は、順に、7回(合格)、12回(合格「優」)になった。No. 57、58から、硬度がHV200以上であれば、良好な潤滑を持つことが分かった。

10

【0207】

No. 60～63の事例は、外径肉厚が、3.5"9.2#で、P110材に固体潤滑被膜3を付けた時の検討事例である。No. 60～63の事例は、主に、下地膜4の種類を検討した結果である。No. 60-63の事例は、いずれも、500kgの荷重の重錘付きパワートングでの評価事例である。なお、500kgは、当該サイズの3本連結時に荷重に相当する。

No. 60は、固体潤滑被膜3の構成要素の固体潤滑剤に、規定の80%を超えて、全固体潤滑剤成分重量に対して、25%のグラファイトを混入させた条件である。No. 60は、固体潤滑被膜3の規格のPTFE分率の下限を逸脱しており、M/B回数が僅か1回で比較例の扱いである。大量のグラファイトは、PTFEが実現する潤滑性を破壊してしまうように見える。

20

【0208】

No. 61は、固体潤滑被膜3の構成要素のバインダー樹脂として、バインダー樹脂の構成物の全重量に対し好適な範囲を超えて炭素繊維を入れ込んだ事例である。No. 61は、全バインダー樹脂成分重量に対し15%の炭素繊維を混入させた条件である。No. 61は、M/B回数が2回で、これも比較例の扱いである。

No. 62は、炭素繊維の入れ込みを10%に抑制した事例である。この事例では、7回の締付け締戻しが実現でき、この事例は本発明例である。No. 63は、カップリング側はショットブラストままで、ピン1側にリン酸Mnを形成させて、規定範囲内の固体潤滑被膜3を形成させた事例である。この事例では10回以上の締付け締戻しを実現でき、この事例は、「合格(優)」の扱いで、本発明例にあたる。

30

【0209】

No. 64、65は、高合金系の事例で、JFEスチール株式会社製のUHPTM-15CR-125材を用いた評価である。こらは、JFEBEARTMねじを用いた評価になっている。また、500kgの荷重の重錘付きパワートングでの評価事例である。なお、500kgは、当該サイズの3本連結時に荷重に相当する。

No. 64は、カップリング側にCu-Snめっきを施し、固体潤滑被膜3を形成させた事例である。No. 64は、M/B回数が、10回以上(10回で試験を止めた)を確認できて、「合格(優)」の扱いで、本発明例にあたる。

一方、No. 65は、固体潤滑被膜3の構成要素のひとつである、固体潤滑剤の分子量が規定を超えて大きい場合の事例である。No. 65の場合には、潤滑性が担保されずM/B回数が5回に留まり、不合格の扱いで、比較例にあたる。

40

【0210】

<膜厚の最適範囲>

表9と表10を使って、固体潤滑被膜の膜厚の影響についての最適範囲に関する検討例を示す。表中にDry膜とあるのは、固体潤滑被膜に相当する。

【0211】

50

【表 9】

No.	銅種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	評価方法	CPLG削 下地膜	CPLG Dry膜の膜 厚(μm)	CPLG膜の 鉛筆硬度	最表面コーティング層 塗布量(mg/cm ²)	PIN 防食・潤 滑膜の膜厚 (μm)	PIN側の 塗膜鉛筆 硬度	M/B回数	合否	備考
57-1	HP2-13CR-110 (13CR-5Ni- 2Mo)	5.5"	23#	JFELION™	約1 mの短尺 PINを使って 1000kg縦型 重錘トンガ	Cleraplate™ (Cu-Snメッキ)	10	4H	0.3-0.5 (CPLG Dry膜の上 のみに塗布)	10-20 P2タイプ	5B~6B	7	合格	本発明例
57-2							30					10	合格 (優)	本発明例
57-3							50					≥15	合格 (優)	本発明例
57-4							80					≥15	合格 (優)	本発明例
57-5							95					7	合格	本発明例
57-6							120					5	不合格	比較例

10

20

30

40

【 0 2 1 2 】

【表 1 0】

No.	銅種	OD (inch)	WT (LPF)	ねじ種	評価方法	CPLG側 下地膜	A: CPLG Dry膜の膜 厚(μm)	CPLG膜の 鉛筆硬度	最表層コー ティング層 塗布量 (mg/cm ²)	B: PIN 防食・潤 滑膜の膜厚 (μm)	PIN薬剤	PIN側の 塗膜鉛筆 硬度	A+B um	M/B 回数	可否	備考
6-1	Q125	9-5/8"	53.5#	JFELION™	約1 mの短尺 PINを使って 1000kg縦型 重錘トンガ	Cleraplate™ (Cu-Snメッキ)	50	2H	なし	30	P1タイプ	6B	80	4	合格	本発明例
6-2		9-5/8"	53.5#				80	2H		30		6B	110	3	合格	本発明例
6-3		9-5/8"	53.5#				95	2H		30		6B	125	2	不合格	比較例

【 0 2 1 3 】

すでに表 1 ～ 8 で検討したカップリングねじ膜（ボックス）と、ピンねじ膜に関する固体潤滑被膜、下地膜等の検討のうち、ねじ部を数条だけ切り出して、膜厚の最適範囲について検討した。

【 0 2 1 4 】

まず、表 9 は、表 7 , 8 にある No . 5 7 サンプル（ 5 . 5 " 2 3 # J F E L I O N ™ M ねじ）と同じ膜材料を構成して、カップリングねじ側（ボックス）のみの膜厚を系統的に変えたものを用意した。カップリングねじの下地膜として、C l e a r P l a t e ™ めっき（ C u - S n 2 元系めっき）を形成させた上に、固体潤滑被膜を製膜した。また、

同じように、最表層コーティングも実施した。1 t o n 荷重の重錘トングで締付け締戻し試験を実施した。実験方法は、表 1 ~ 8 に沿ったものにした。サンプルとして、カップリング側（ボックス側）の膜厚を、1 0 μ m、3 0 μ m、5 0 μ m、8 0 μ m、9 5 μ m、1 2 0 μ m と変えたものを用意した。ピンねじ側には潤滑・防食塗料を薄く、全条件とも同じように塗布して、1 0 ~ 2 0 μ m にした。幅がある記載をせざるを得ないのは、次の理由である。刷毛で塗ったが、刷毛の重なり合い部分で 2 0 μ m に近い膜厚を示すからで、多くの場所では、電磁膜厚計で見える限り、1 0 ~ 1 5 μ m である部分が多かったからである。

【 0 2 1 5 】

なお、カップリング側の膜厚については、固体潤滑被膜をつけたあと、電磁膜厚計で、管端部分から 5 山目のクレスト部分（ねじ山部分）を測定した値である。これらに対して締付け締戻し試験を行い、チューピングサイズの合格基準：7 回以上が「合格」、1 0 回以上が「合格：優」という評価を行った。この順で、7 回（合格）、1 0 回（合格：優）、1 5 回（1 5 回打ち止め；合格：優）、1 5 回（1 5 回打ち止め；合格：優）、7 回（合格）、5 回（不合格）という結果になった。これらの結果から、本開示の固体潤滑被膜の膜厚は、5 μ m ~ 9 5 μ m が好ましい規定範囲であり、好適な範囲は 3 0 ~ 8 0 μ m であり、更に優れた範囲として、5 0 ~ 8 0 μ m ということが、示されている。

なお、厚みについては、同様の試験を実施し、他サイズにおいても上記のような膜厚範囲で効果が得られることを確認した。

【 0 2 1 6 】

次に、カップリングねじの膜厚と、ピンねじの膜厚の和に関する検討について述べる。表 1 0 は、表 1、2 から、N o . 6 サンプル（9 - 5 / 8 " 5 3 . 5 # J F E L I O NTM ねじ）について、カップリング側には、本開示の主題である、ポリアミドイミド樹脂と P T F E（ポリテトラフルオロエチレン）からなる固体潤滑被膜（鉛筆硬度：2 H）の膜厚を変えて形成した。また、ピンねじ側には、防錆・防食塗料（鉛筆硬度：6 B）の膜厚を変えた条件のものから構成して、検討した結果である。前者の膜厚を、5 0 μ m、8 0 μ m、9 5 μ m の 3 条件に設定し、後者の膜厚は 3 0 μ m として、合計の膜厚が、8 0 μ m、1 1 0 μ m、1 2 5 μ m のものを用意して、締付け締戻し試験を行った。この条件順に、締付け締戻し回数が、4 回（合格）、3 回（合格）、2 回（不合格）という結果になった。これによって、膜厚の和が、1 1 0 μ m までが良好な範囲であることが確認できた。なお、カップリングとピンでの固体潤滑被膜と潤滑・防錆膜の厚みの和については、同様の試験を実施し、他サイズにおいても上記のような膜厚範囲で効果が得られることを確認している。

【 0 2 1 7 】

ここで、本願が優先権を主張する、日本国特許出願 2 0 2 1 - 9 1 4 6 1（2 0 2 1 年 0 5 月 3 1 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 】

【 0 2 1 8 】

1 ピン

1 a 雄ねじ

2 ボックス

2 a 雌ねじ

3 固体潤滑被膜

4 下地膜

5 表面層

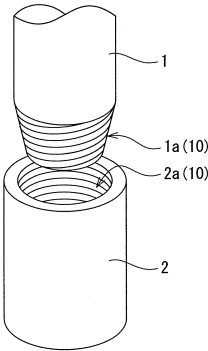
1 0 締結面

1 1 重錘

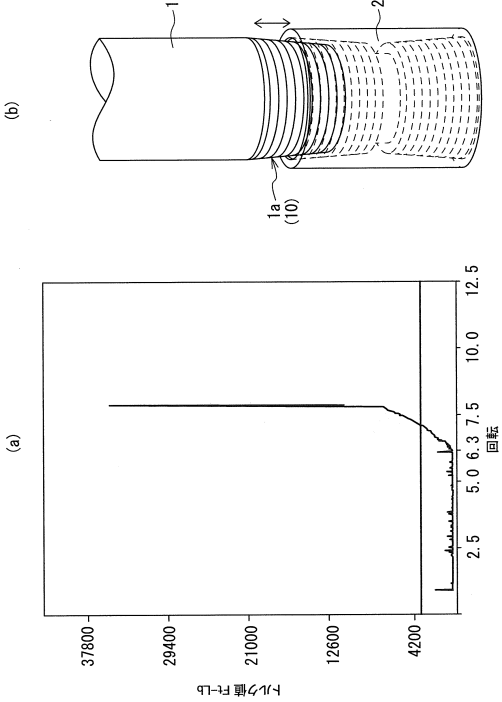
1 3 パワートング

【図面】

【図 1】



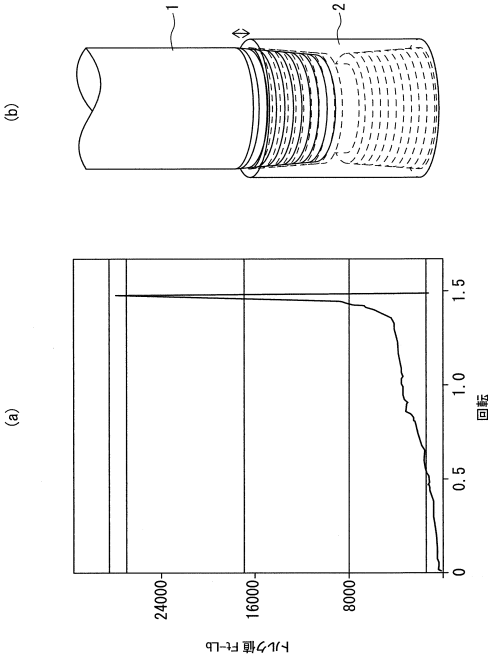
【図 2】



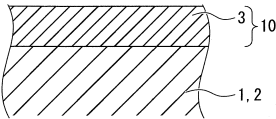
10

20

【図 3】



【図 4】

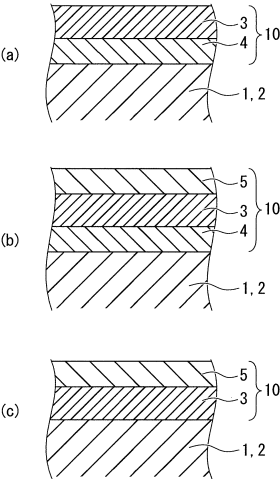


30

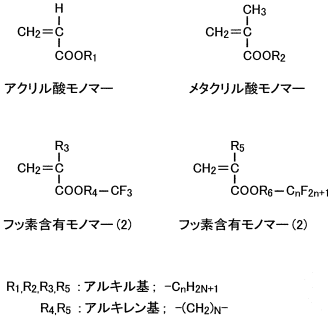
40

50

【図 5】

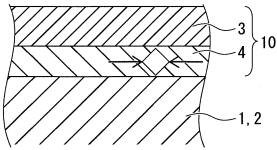


【図 6】

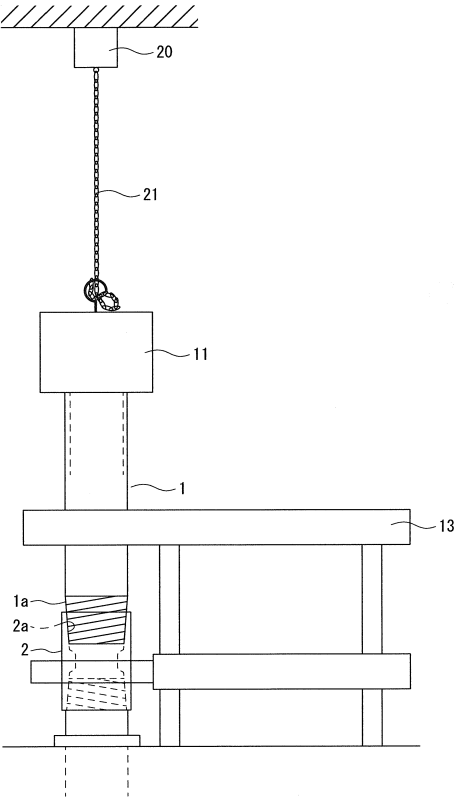


10

【図 7】



【図 8】



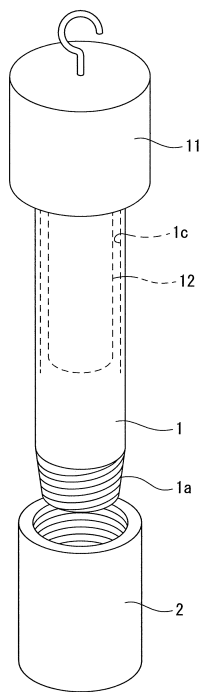
20

30

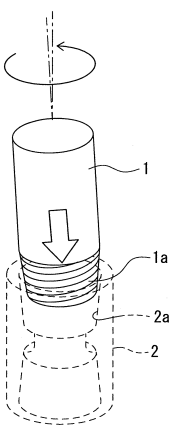
40

50

【 図 9 】



【 図 10 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I
C 1 0 M 129/44 (2006.01)	C 1 0 M 129/44
C 1 0 N 20/06 (2006.01)	C 1 0 N 20:06 Z
C 1 0 N 50/02 (2006.01)	C 1 0 N 50:02
C 1 0 N 40/00 (2006.01)	C 1 0 N 40:00 G
C 1 0 N 30/06 (2006.01)	C 1 0 N 30:06
(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 吉川 正樹
(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 澤木 哲郎
(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 正田 浩一
(72)発明者	東京都世田谷区代沢 1 - 2 6 - 4 東洋ドライループ株式会社内 大久保 聡
(72)発明者	東京都世田谷区代沢 1 - 2 6 - 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 - 2 6 - 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 - 2 6 - 4 東洋ドライループ株式会社内 豊澤 孝太
審査官	齊藤 光子
(56)参考文献	国際公開第 2 0 1 4 / 0 4 2 1 4 4 (W O , A 1) 国際公開第 2 0 1 5 / 0 3 0 2 5 2 (W O , A 1) 特開 2 0 1 3 - 1 0 8 5 5 6 (J P , A) 国際公開第 2 0 0 9 / 0 7 2 4 8 6 (W O , A 1)
(58)調査した分野	(Int.Cl. , D B 名) C 1 0 M 1 0 1 / 0 0 - 1 7 7 / 0 0 F 1 6 L 1 5 / 0 4