

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **035203**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

- |                                       |               |   |
|---------------------------------------|---------------|---|
| (45) Дата публикации и выдачи патента | (51) Int. Cl. | <i>C10M 169/04</i> (2006.01)<br><i>F16L 15/04</i> (2006.01)<br><i>C10M 107/02</i> (2006.01)<br><i>C10M 107/26</i> (2006.01)<br><i>C10M 109/00</i> (2006.01)<br><i>C10M 125/30</i> (2006.01)<br><i>C10M 147/00</i> (2006.01)<br><i>C10N 40/00</i> (2006.01)<br><i>C10N 50/08</i> (2006.01) |
| 2020.05.15                            |               |   |
| (21) Номер заявки                     |               |   |
| 201691861                             |               |   |
| (22) Дата подачи заявки               |               |   |
| 2015.03.03                            |               |   |

---

(54) **КОМПОЗИЦИЯ ДЛЯ ТВЕРДОГО СМАЗОЧНОГО ПОКРЫТИЯ, РЕЗЬБОВОЕ СОЕДИНЕНИЕ ДЛЯ ТРУБЫ ИЛИ ТРУБОПРОВОДА ТРУБЫ, ВКЛЮЧАЮЩЕЕ ТВЕРДОЕ СМАЗОЧНОЕ ПОКРЫТИЕ, СФОРМИРОВАННОЕ ИЗ КОМПОЗИЦИИ, И СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ РЕЗЬБОВОГО СОЕДИНЕНИЯ**

---

- |   |                    |
|---|--------------------|
| (31) 2014-058702  | (56) JP-B1-5124887 |
| (32) 2014.03.20   | JP-A-2009512819    |
| (33) JP   | JP-A-2010523920    |
| (43) 2017.02.28   | JP-A-2013545940    |
| (86) PCT/JP2015/001112  |                    |
| (87) WO 2015/141159 2015.09.24  |                    |
| (71)(73) Заявитель и патентовладелец:                                       |                    |
| <b>НИППОН СТИЛ КОРПОРЕЙШН<br/>(JP); ВАЛЛУРЕК ОЙЛ ЭНД ГЭС<br/>ФРАНС (FR)</b> |                    |
| (72) Изобретатель:  |                    |
| <b>Гото Кунио (JP)</b>  |                    |
| (74) Представитель:   |                    |
| <b>Медведев В.Н. (RU)</b>   |                    |

---

(57) Изобретение представляет резьбовое соединение для трубы или трубопровода, которое имеет нелипкую поверхность и которое предотвращает возникновение ржавчины и проявляет превосходные устойчивость к фрикционной коррозии и воздухонепроницаемость даже в среде с очень низкой температурой, без использования смазочного компаунда, способ его изготовления и композицию для формирования твердого смазочного покрытия на резьбовом соединении. Твердое смазочное покрытие (24), сформированное из композиции, содержащей связующий материал, фторсодержащую добавку, твердый смазочный материал и антикоррозионную добавку наносят в виде покрытия на самую верхнюю поверхность полученного обработкой покрытия на контактной поверхности по меньшей мере одного из ниппеля и муфты. Даже будучи подвергнутым воздействию среды с очень низкой температурой твердое смазочное покрытие (24) может сохранять адгезионную способность и проявляет смазывающее действие, может предотвращать возникновение фрикционной коррозии резьбового соединения и может также обеспечивать воздухонепроницаемость после свинчивания.

---

**B1**

**035203**

**035203**

**B1**

### **Область техники, к которой относится изобретение**

Настоящее изобретение относится к композиции для формирования твердого смазочного покрытия, применяемого для поверхностной обработки резьбовых соединений для труб или трубопроводов, которые используются для соединения стальных труб, в частности, труб для нефтяных скважин, к резьбовому соединению для трубы или трубопровода, включающему сформированное из композиции твердое смазочное покрытие, и к способу изготовления резьбового соединения.

### **Уровень техники**

Трубы для нефтяных скважин, такие как насосно-компрессорная труба, внутри которой протекает такая текучая среда, как сырая нефть, или обсадная труба, которая окружает насосно-компрессорную трубу, используются при бурении нефтяных скважин для добычи сырой нефти или нефтяного газа. Трубы для нефтяных скважин обычно соединяют (скрепляют) друг с другом с использованием трубных резьбовых соединений. В прошлом глубины нефтяных скважин составляли между 2000 и 3000 м. Однако в глубоких нефтяных скважинах, таких как на современных нефтяных месторождениях в море в недавние годы, глубина иногда может достигать от 8000 до 10000 м. Длина отдельной трубы для нефтяной скважины типично составляет около 10 с небольшим метров. Поэтому в некоторых случаях соединяют друг с другом чрезвычайно большое число, до 1000 или более, труб нефтепромыслового сортамента.

В условиях среды их применения резьбовые соединения труб для нефтяных скважин подвергаются воздействию нагрузок, таких как осевые растягивающие усилия, обусловленные весом труб для нефтяных скважин и самих соединений, сложного воздействия внутреннего и внешнего давления на границах раздела, и тому подобного, и геотермального тепла. Поэтому резьбовые соединения для труб или трубопроводов должны быть в состоянии сохранять воздухо непроницаемость без повреждения даже в таких суровых условиях окружающей среды.

Конструкция "ниппель-муфта", состоящая из части, называемой ниппелем, который имеет наружную резьбу, и части, которая называется муфтой, имеющей внутреннюю резьбу, как описано, например, в патентном документе 1, может быть упомянута как типичное резьбовое соединение для трубы или трубопровода, которое применяется для скрепления труб для нефтяных скважин. Как правило, ниппель формируют на обоих концевых участках одной трубы для нефтяной скважины, и муфту формируют на внутренней поверхности обеих сторон компонента резьбового соединения, называемого соединительным фитингом.

Во время процесса опускания насосно-компрессорной трубы или обсадной колонны в ствол нефтяной скважины, вследствие разнообразных причин, таких как возникновение неисправностей, резьбовое соединение, которое ранее было затянуто, иногда ослабляют, резьбовое соединение временно поднимают из ствола нефтяной скважины, и после этого вновь затягивают и опять опускают в ствол скважины. Согласно стандартам API (Американского нефтяного института) желательно, чтобы не возникал неустраняемый прихват, называемый заеданием, и воздухо непроницаемость сохранялась, даже если затяжка (свинчивание) и ослабление (развинчивание) выполняют десять раз на соединении для насосно-компрессорной трубы или три раза на соединении для обсадной трубы.

Чтобы повысить устойчивость к фрикционной коррозии и воздухо непроницаемость при затягивании резьбовых соединений труб для нефтяных скважин, на контактные поверхности резьбовых соединений (то есть, на резьбовые участки и не имеющие резьбы металлические контактные участки) наносят смазочный материал, называемый смазочным компаундом. Термин "смазочный компаунд" имеет отношение к вязкому жидкому смазочному материалу (консистентной смазке), который содержит порошкообразные тяжелые металлы. Один пример консистентной смазки предписан в инструкции API BUL 5A2.

В прошлом было предложено проводить поверхностную обработку с формированием одного или более слоев на контактных поверхностях резьбовых соединений для повышения удерживающей способности в отношении смазочного компаунда, и для улучшения характеристик скольжения. Примеры такой поверхностной обработки включают азотирование, плакирование разнообразных типов, в том числе цинкование и дисперсионную металлизацию, и фосфатную химическую обработку.

Смазочный компаунд содержит большое количество порошкообразных тяжелых металлов, таких как цинк, свинец и медь. Поэтому было указано, что существует возможность того, что тяжелый металл будет оказывать вредное влияние на среду, в которой он используется, например, на морскую среду, и на среду, в которой проводятся работы.

В недавние годы в глобальном масштабе вступили в силу строгие законодательные предписания в области экологии. В некоторых регионах применение смазочного компаунда также уже ограничено. Соответственно этому, во избежание влияний на окружающую среду и людей во время работ по бурению газовых скважин и нефтяных скважин, появилась потребность в резьбовых соединениях, которые проявляют превосходную устойчивость к фрикционной коррозии без применения смазочного компаунда.

Авторы настоящей заявки в патентном документе 2 предложили резьбовое соединение для трубы или трубопровода, которое может быть использовано для скрепления труб для нефтяных скважин без нанесения смазочного компаунда. В резьбовом соединении, раскрытом в патентном документе 2, контактную поверхность по меньшей мере одного из ниппеля и муфты покрывают двухслойным покрытием, состоящим из вязкого жидкого или полутвердого смазочного покрытия и сформированного на нем сухо-

го твердого покрытия. Сухое твердое покрытие сформировано слоем термореактивной смолы, такой как акриловая смола или отверждаемое ультрафиолетовым излучением полимерное покрытие. Вязкое жидкое или полутвердое смазочное покрытие является липким, и поэтому посторонний материал легко приклеивается к нему. Однако клейкость устраняется в результате формирования сухого твердого покрытия на вязком жидком или полутвердом смазочном покрытии. Поскольку сухое твердое покрытие разрушается во время затягивания резьбового соединения, сухое твердое покрытие не ухудшает смазывающей способности сформированного под ним смазочного покрытия.

Кроме того, в патентном документе 3 авторы настоящей заявки предложили резьбовое соединение, в котором на резьбовых частях (ниппеля и муфты) формируют тонкое нелипкое смазочное покрытие. Описанное в патентном документе 3 смазочное покрытие получают диспергированием частиц твердого смазочного материала в твердой матрице, проявляющей пластические или вязкопластические реологические свойства (характеристики течения). Температура плавления твердой матрицы предпочтительно варьирует в диапазоне от 80 до 320°C. Смазочное покрытие формируют напылением покрытия в расплавленном состоянии (распыление горячего расплава) способом газопламенного напыления с использованием порошка, или напылением покрытия из водной эмульсии. Композиция, применяемая при распылении горячего расплава, содержит, например, полиэтилен в качестве термопластического полимера, воск (например, карнаубский воск) и металлическое мыло (такое как стеарат цинка) в качестве смазочного компонента, и сульфонат кальция в качестве ингибитора коррозии.

Еще сверх того в патентном документе 4 авторы настоящей заявки предложили резьбовое соединение для трубы или трубопровода, в котором на контактной поверхности ниппеля формируют твердое антикоррозионное покрытие, и на контактной поверхности муфты создают твердое смазочное покрытие. Твердое антикоррозионное покрытие включает отверждаемую ультрафиолетовым излучением смолу в качестве основного компонента, и предпочтительно является прозрачным. Твердое смазочное покрытие предпочтительно формируется напылением горячего расплава из композиции, содержащей термопластический полимер, воск, металлическое мыло, ингибитор коррозии, нерастворимую в воде жидкую смолу и твердый смазочный материал, и проявляет пластические или вязкопластические реологические свойства.

#### **Список цитированной литературы**

Патентная литература:

Патентный документ 1: JP2006-526747A.

Патентный документ 2: публикация международной заявки № WO 2006/104251.

Патентный документ 3: публикация международной заявки № WO 2007/042231.

Патентный документ 4: публикация международной заявки № WO 2009/072486.

#### **Сущность изобретения**

##### **Техническая проблема**

В резьбовых соединениях, представленных в вышеупомянутых патентных документах 2-4, благодаря превосходным адгезионной способности и смазывающей способности твердого смазочного покрытия в средах от холодных до теплых при температурах от около -10 до +50°C, устойчивость к фрикционной коррозии резьбового соединения является достаточной. Однако, в условиях среды с очень низкой температурой от -60 до -20°C легко происходит отслаивание твердого смазочного покрытия, которое вызывается снижением адгезионной способности и растрескиванием вследствие охрупчивания покрытия. Поэтому устойчивость к фрикционной коррозии становится ненадлежащей. Кроме того, когда работу по затягиванию и ослаблению резьбового соединения проводят в среде с очень низкой температурой, должен быть очень высоким крутящий момент.

Цель настоящего изобретения состоит в создании композиции для формирования твердого смазочного покрытия, используемого для поверхностной обработки резьбового соединения для трубы или трубопровода, которое не имеет липкой поверхности, которое предотвращает появление ржавчины и проявляет превосходную устойчивость к фрикционной коррозии и воздухонепроницаемость, без применения смазочного компаунда, даже при соединении труб, в особенности труб для нефтяных скважин, в среде с очень низкой температурой, причем резьбовое соединение для трубы или трубопровода включает сформированное из композиции твердое смазочное покрытие, и способа изготовления резьбового соединения.

##### **Разрешение проблемы**

Композиция согласно настоящему варианту исполнения представляет собой композицию для формирования твердого смазочного покрытия на резьбовом соединении для трубы или трубопровода. Вышеуказанная композиция состоит из связующего материала, фторсодержащей добавки, твердого смазочного материала и антикоррозионной добавки. Связующий материал содержит этилен-винилацетатную смолу, полиолефиновую смолу и воск, имеющий температуру плавления 110°C или менее. Отношение массы этилен-винилацетатной смолы к массе полиолефиновой смолы составляет от 1,0 до 1,8. Отношение совокупной массы полиолефиновой смолы и этилен-винилацетатной смолы к массе воска составляет от 0,7 до 1,6.

Резьбовое соединение для трубы или трубопровода согласно настоящему варианту исполнения включает ниппель и муфту. Каждый компонент из ниппеля и муфты имеет контактную поверхность, которая включает участок совместного контакта. Вышеуказанное твердое смазочное покрытие формируют

на контактной поверхности по меньшей мере одного из ниппеля и муфты резьбового соединения.

Способ изготовления резьбового соединения для труб или трубопроводов согласно настоящему варианту исполнения включает стадию, в которой наносят вышеуказанную композицию на контактную поверхность с образованием твердого смазочного покрытия.

Резьбовое соединение для трубы или трубопровода, имеющее твердое смазочное покрытие, которое сформировано с использованием вышеописанной композиции, предотвращает появление ржавчины и проявляет превосходные устойчивость к фрикционной коррозии и воздухонепроницаемость даже в среде с очень низкой температурой, без применения смазочного компаунда, и имеет нелипкую поверхность.

#### **Краткое описание чертежей**

Фиг. 1 представляет конфигурационную диаграмму, иллюстрирующую один пример резьбового соединения для трубы или трубопровода согласно настоящему варианту исполнения.

Фиг. 2 представляет вид, иллюстрирующий один пример уплотнительной части резьбового соединения для трубы или трубопровода, который представляет собой вид в разрезе, иллюстрирующий ненарезанные части металлического контакта (заплевиковые участки и уплотнительные участки) специально-резьбового соединения.

Фиг. 3А представляет вид в разрезе вблизи контактной поверхности в случае, где сама контактная поверхность резьбового соединения для трубы или трубопровода была сделана шероховатой.

Фиг. 3В представляет вид в разрезе вблизи контактной поверхности в случае, где на контактной поверхности резьбового соединения для трубы или трубопровода предварительной кондиционирующей обработкой было сформировано покрытие для создания поверхностной шероховатости.

Фиг. 4 представляет схематический вид испытания на сдвиг для измерения адгезионной прочности твердого смазочного покрытия.

Фиг. 5 представляет технологическую блок-схему, иллюстрирующую стадии испытания на низкотемпературное воздействие вне помещения для твердого смазочного покрытия.

Фиг. 6 представляет график, иллюстрирующий соотношение между числом оборотов резьбового соединения и крутящим моментом.

Фиг. 7 представляет схематический вид испытания на скольжение плоских пластин для измерения коэффициента трения.

Фиг. 8 представляет график, иллюстрирующий соотношение между содержанием талька в твердом смазочном покрытии и коэффициентом трения.

#### **Описание вариантов осуществления изобретения**

В результате исследований, направленных на создание резьбового соединения, которое обеспечивает достаточную устойчивость к фрикционной коррозии, антикоррозионные свойства и воздухонепроницаемость без резкого повышения крутящих моментов при затягивании и ослаблении резьбового соединения, даже когда резьбовое соединение используется не только в регионах с холодным, теплым и тропическим климатом, где температура воздуха составляет от около -20 до +50°C, но также в исключительно холодных регионах, где температура воздуха составляет от -60 до -20°C, авторы настоящей заявки получили следующие обнаруженные факты.

В твердом смазочном покрытии, сформированном на резьбовом соединении для трубы или трубопровода, и в композиции для формирования твердого смазочного покрытия (композиции для формирования твердого смазочного покрытия), в результате:

(1) смешения этилен-винилацетатной (EVA) смолы, полиолефиновой смолы и воска, имеющего температуру плавления 110°C или менее, при определенном соотношении в качестве связующего материала (связующего) композиции;

(2) примешивания фторсодержащей добавки при определенном соотношении; и

(3) дополнительного добавления порошкообразного твердого смазочного материала (смазки) и антикоррозионной добавки, высокая адгезионная способность может поддерживаться даже в условиях исключительно низкой температуры. Таким образом, резьбовое соединение имеет достаточные устойчивость к фрикционной коррозии и воздухонепроницаемость, и предотвращается повышение требуемого крутящего момента при затягивании и ослаблении резьбовых соединений при низкой температуре. Кроме того, в результате

(4) примешивания талька, имеющего определенный размер частиц при определенном соотношении, может быть облегчено регулирование крутящего момента во время затягивания.

Композиция согласно настоящему варианту исполнения, которая была создана на основе вышеуказанных сведений, представляет собой композицию для формирования твердого смазочного покрытия на резьбовом соединении для трубы или трубопровода. Композиция состоит из связующего материала (связующего), фторсодержащей добавки, твердого смазочного материала (смазки) и антикоррозионной добавки. Связующий материал содержит этилен-винилацетатную смолу, полиолефиновую смолу и воск, имеющий температуру плавления 110°C или менее. Отношение массы этилен-винилацетатной смолы к массе полиолефиновой смолы составляет от 1,0 до 1,8. Отношение совокупной массы полиолефиновой смолы и этилен-винилацетатной смолы к массе воска составляет от 0,7 до 1,6.

Соответственно композиции в данном варианте исполнения, термопластичное твердое смазочное

покрытие, имеющее превосходную устойчивость к фрикционной коррозии, может быть сформировано на резьбовом соединении для трубы или трубопровода без применения смазочного компаунда. Твердое смазочное покрытие проявляет превосходные технические характеристики даже в среде с очень низкой температурой от  $-60^{\circ}\text{C}$  до  $-20^{\circ}\text{C}$ . Таким образом, твердое смазочное покрытие проявляет такие же характеристики устойчивости к фрикционной коррозии, воздухонепроницаемости и предотвращения коррозии, как получаемые при применении смазочного компаунда. Кроме того, предотвращается повышение требуемого крутящего момента при свинчивании и развинчивании резьбовых соединений.

Вышеуказанная композиция предпочтительно содержит от 60 до 80% по массе связующего материала, от 8 до 18% по массе фторсодержащей добавки, от 5 до 15% по массе твердого смазочного материала и от 2 до 10% по массе антикоррозионной добавки.

Кроме того, вышеуказанная композиция может содержать от 2 до 15% по массе талька.

В этом случае может быть увеличена разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запяточке, и в результате может облегчаться корректирование крутящего момента при свинчивании.

Размер частиц талька в вышеуказанной композиции составляет, например, от 1 до 12 мкм, и удельная площадь поверхности талька составляет от 4 до 12  $\text{м}^2/\text{г}$ .

Резьбовое соединение согласно настоящим вариантам исполнения включает ниппель и муфту. Каждый компонент из ниппеля и муфты имеет контактную поверхность, которая включает участок взаимного контакта. Твердое смазочное покрытие формируют на контактной поверхности по меньшей мере одного из ниппеля и муфты резьбового соединения. Твердое смазочное покрытие содержит связующий материал, фторсодержащую добавку, твердый смазочный материал и антикоррозионную добавку. Связующий материал содержит этилен-винилацетатную смолу, полиолефиновую смолу и воск, имеющий температуру плавления  $110^{\circ}\text{C}$  или менее. Отношение массы этилен-винилацетатной смолы к массе полиолефиновой смолы составляет от 1,0 до 1,8. Отношение совокупной массы полиолефиновой смолы и этилен-винилацетатной смолы к массе воска составляет от 0,7 до 1,6.

Поскольку резьбовое соединение согласно настоящим вариантам исполнения включает вышеуказанное твердое смазочное покрытие, резьбовое соединение может быть использовано без нанесения смазочного компаунда, и высокая адгезионная способность может поддерживаться, даже когда резьбовое соединение подвергается воздействию среды с очень низкой температурой. Поэтому резьбовое соединение проявляет превосходные характеристики устойчивости к фрикционной коррозии, воздухонепроницаемости и предотвращения коррозии. Соответственно этому, резьбовое соединение особенно пригодно для применения при бурении нефтяных скважин в регионах с исключительно холодным климатом.

В вышеупомянутом резьбовом соединении, например, твердое смазочное покрытие содержит от 60 до 80% по массе связующего материала, от 8 до 18% по массе фторсодержащей добавки, от 5 до 15% по массе твердого смазочного материала, и от 2 до 10% по массе антикоррозионной добавки.

В вышеуказанном резьбовом соединении твердое смазочное покрытие может дополнительно содержать от 2 до 15% по массе талька.

В случае, где вышеупомянутое твердое смазочное покрытие, включенное в резьбовое соединение согласно настоящим вариантам исполнения, содержит тальк, может быть увеличена разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запяточке, и в результате может облегчаться корректирование крутящего момента при затягивании резьбового соединения.

В случае, где твердое смазочное покрытие содержит тальк, размер частиц талька составляет, например, от 1 до 12 мкм, и удельная площадь поверхности талька составляет от 4 до 12  $\text{м}^2/\text{г}$ .

Кроме того, вышеупомянутое резьбовое соединение предпочтительно включает твердое антикоррозионное покрытие, содержащее отверждаемую ультрафиолетовым излучением смолу. Вышеуказанное твердое смазочное покрытие формируют на контактной поверхности одного компонента из ниппеля и муфты. Твердое антикоррозионное покрытие формируют на контактной поверхности другого компонента из ниппеля и муфты.

Толщина вышеупомянутого твердого антикоррозионного покрытия составляет, например, от 5 до 50 мкм.

Толщина вышеупомянутого твердого смазочного покрытия составляет, например, от 10 до 200 мкм.

Вышеуказанное резьбовое соединение предпочтительно используется в трубе для нефтяной скважины.

Способ изготовления резьбового соединения в настоящем варианте исполнения представляет собой способ изготовления резьбового соединения трубы или трубопровода, имеющей ниппель и муфту. Каждый компонент из ниппеля и муфты имеет контактную поверхность, которая включает участок взаимного контакта. Способ изготовления резьбового соединения в настоящем варианте исполнения включает стадию, в которой наносят вышеуказанную композицию на контактную поверхность по меньшей мере одного из ниппеля и муфты с образованием на ней вышеупомянутого твердого смазочного покрытия.

Вышеуказанный способ изготовления резьбового соединения предпочтительно включает стадию, в которой формируют вышеупомянутое твердое смазочное покрытие на контактной поверхности одного компонента из ниппеля и муфты. Вышеуказанный способ изготовления резьбового соединения дополни-

тельно включает стадию, в которой наносят композицию для вышеупомянутого твердого антикоррозионного покрытия, содержащую отверждаемую ультрафиолетовым излучением смолу, на контактную поверхность другого компонента из ниппеля и муфты. Вышеуказанный способ изготовления резьбового соединения дополнительно включает стадию, в которой облучают ультрафиолетовым излучением композицию для твердого антикоррозионного покрытия с образованием вышеупомянутого твердого антикоррозионного покрытия.

Далее, в отношении резьбового соединения согласно настоящему варианту исполнения, вариант его исполнения будет описан более конкретно с целью пояснения на примере. В этом случае резьбовое соединение стальной трубы для трубы в нефтяной скважине будет описано в качестве предпочтительного варианта исполнения. Однако настоящее изобретение конкретно не ограничивается этим вариантом осуществления, и также может быть применено, например, в резьбовом соединении, используемом для труб, которые применяются иначе, нежели трубы для нефтяной скважины.

Фиг. 1 представляет конфигурационную диаграмму, иллюстрирующую один пример резьбового соединения для трубы или трубопровода согласно настоящему варианту исполнения. Резьбовое соединение включает стальную трубу 2 и соединительный фитинг 8. Ниппель 6, имеющий наружный резьбовой участок 4, формируют на наружной поверхности обоих концов стальной трубы 2. Муфту 12, имеющую участок 10 с внутренней резьбой, формируют на внутренней поверхности обеих сторон соединительного фитинга 8. Соединительный фитинг 8 заранее присоединяют навинчиванием на один конец стальной трубы 2. Хотя это не иллюстрировано в чертеже, на ниппель 6 (на левой стороне в примере на чертеже) стальной трубы 2, на котором не смонтирована еще одна деталь, и на муфту 12 (на правой стороне в примере на чертеже) соединительного фитинга 8, перед перевозкой устанавливают протектор (не иллюстрированный в чертежах) для защиты соответствующих резьбовых участков.

В типичном резьбовом соединении для трубы или трубопровода ниппель 6 формируют на наружной поверхности обоих концов стальной трубы 2, и муфту 12 формируют на внутренней поверхности соединительного фитинга 8, как в резьбовых соединениях типа, имеющего соединительный фитинг, показанных на фиг. 1. Однако также существуют резьбовые соединения интегрального типа, в которых соединительный фитинг не используется, и в которых один конец стальной трубы формируют в форме ниппеля, и другой конец формируют в форме муфты. Резьбовое соединение согласно настоящему варианту исполнения может быть применено в резьбовых соединениях как типа с соединительным фитингом, так и интегрального типа.

Фиг. 2 представляет вид в разрезе, иллюстрирующий один пример уплотнительной части резьбового соединения для трубы или трубопровода. Уплотнительные участки 14 и 16 сформированы на наружной периферической поверхности вблизи торцевой поверхности на передней концевой стороне относительно наружной резьбы ниппеля 6, и на внутренней периферической поверхности основной части внутренней резьбы муфты 12, соответственно. Запечиковые участки (также называемые "упорным уступом") 18 и 20 сформированы на торцевой поверхности переднего конца ниппеля 6 и на поверхности самой задней части муфты 12, которая соответствует торцевой поверхности переднего конца ниппеля 6, соответственно. Уплотнительный участок и запечиковый участок составляют участок металлического контакта (так называемую ненарезанную часть металлического контакта), которая не имеет резьбы в резьбовом соединении. Участок металлического контакта и резьбовая часть, на которых ниппель 6 и муфта 12 контактируют друг с другом, составляют контактные поверхности резьбового соединения. Когда ниппель 6 вставляют в муфту 12, и свинчивают наружную резьбу и внутреннюю резьбу, запечиковые участки 18 и 20 ниппеля 6 и муфты 12 стыкуются друг с другом. Крутящий момент в это время называется крутящим моментом на запечике. Когда наружную резьбу и внутреннюю резьбу затягивают, пока они не прижмутся друг к другу при надлежащем крутящем моменте, уплотнительные участки 14 и 16 ниппеля 6 и муфты 12 входят в тесный контакт между собой и образуют металло-металлическое уплотнение, и тем самым обеспечивается воздухопроницаемость резьбового соединения. Крутящий момент в это время называется моментом затяжки. Если наружную резьбу и внутреннюю резьбу продолжают затягивать, металл, составляющий по меньшей мере один компонент из ниппеля 6 и муфты 12, начинает подвергаться пластической деформации. Крутящий момент в это время называется крутящим моментом на пределе текучести. Если наружную резьбу и внутреннюю резьбу затягивают с крутящим моментом, который превышает крутящий момент на пределе текучести, воздухопроницаемость резьбового соединения иногда ухудшается. Момент затяжки регулируют на величину крутящего момента, которая является большей, чем крутящий момент на запечике, и меньшей, чем крутящий момент на пределе текучести. Таким образом, когда разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запечике велика, момент затяжки легко регулируется.

Как было описано выше, в каждом компоненте из ниппеля 6 и муфты 12 резьбовой участок, уплотнительный участок и запечиковый участок соответствуют контактной поверхности резьбового соединения. Эти контактные поверхности должны проявлять характеристики устойчивости к фрикционной коррозии, воздухопроницаемости и противодействия коррозии. Традиционно на контактные поверхности наносили смазочный компаунд, содержащий порошкообразный тяжелый металл. Однако возникли проблемы в отношении влияния тяжелых металлов на людей и окружающую среду, и были исследованы

резьбовые соединения, имеющие твердое смазочное покрытие, которые могут быть применены для свинчивания труб для нефтяных скважин без нанесения смазочного компаунда. Твердое смазочное покрытие обычно представляет собой полимерное покрытие, содержащее твердый смазочный материал.

Однако с традиционным твердым смазочным покрытием возникала такая проблема, что происходит растрескивание вследствие охрупчивания, и повреждение самого покрытия, если оно даже однократно подвергалось воздействию среды с очень низкой температурой от  $-60$  до  $-20^{\circ}\text{C}$ . Кроме того, с традиционным твердым смазочным покрытием возникала такая проблема, что, в зависимости от разницы коэффициентов теплового расширения с базовым металлом (сталью), снижается адгезионная способность покрытия, когда происходит возвращение к температуре, близкой к нормальной, и покрытие легко отслаивается.

В случае применения резьбового соединения в среде с очень низкой температурой от  $-60$  до  $-20^{\circ}\text{C}$ , возрастает момент затяжки (свинчивания). Таким образом, в некоторых случаях участки металлического контакта для обеспечения воздухопроницаемости входят в соприкосновение не полностью, и не контактируют друг с другом с предварительно заданным давлением на поверхности раздела (состояние, называемое высоким натягом). Даже если затяжка достигается, легко происходит фрикционная коррозия во время свинчивания, момент ослабления (развинчивания), когда ослабляют резьбу, становится чрезмерно высоким. Кроме того, когда трубные захваты, используемые для затяжки ниппеля и муфты, имеют низкую допустимую нагрузку, также может быть так, что будет невозможно выполнить затягивание вследствие недостаточного крутящего момента.

Фиг. 3А и 3В представляют виды в разрезе ближайшего окружения контактной поверхности резьбового соединения стальной трубы согласно настоящему варианту исполнения. На контактной поверхности по меньшей мере одного компонента из ниппеля и муфты поверхность стальной трубы 22, составляющей существенную деталь, покрыта твердым смазочным покрытием 22, сформированным из композиции, которая описывается позже. Твердое смазочное покрытие 24 может сохранять адгезионную способность, даже будучи подвергнутым воздействию среды с очень низкой температурой от  $-60$  до  $-20^{\circ}\text{C}$ . Твердое смазочное покрытие 24 также придает скользкость резьбовому соединению. Тем самым может быть предотвращена фрикционная коррозия резьбового соединения, в то же время с предотвращением повышения крутящего момента во время свинчивания и развинчивания, и также обеспечивается воздухопроницаемость после свинчивания.

Достаточно, чтобы твердое смазочное покрытие 24 входило в состав покрытия на поверхности стальной трубы 22. Например, как показано на фиг. 3А, твердое смазочное покрытие 24 может быть сформировано так, чтобы непосредственно контактировать с поверхностью стальной трубы 22. Как показано в Фиг. 3В, твердое смазочное покрытие 24 также может быть включено в покрытие, которое сформировано на поверхности стальной трубы, даже если твердое смазочное покрытие 24 не выполнено в прямом контакте с поверхностью стальной трубы 22. Желательно, чтобы твердое смазочное покрытие 24 было расположено на самой верхней поверхности покрытия на поверхности стальной трубы 22. Однако местоположение, в котором размещено твердое смазочное покрытие 24, не является конкретно ограниченным, и, например, на самую верхнюю поверхность покрытия, которое включает твердое смазочное покрытие 24, могут быть нанесены антикоррозионный агент или покровный материал для предотвращения царапин или тому подобного. Далее в качестве одного примера описывается ситуация, где твердое смазочное покрытие 24 формируют непосредственно на контактной поверхности стальной трубы 22.

Следует отметить, что граничную поверхность между твердым смазочным покрытием 24 и стальной трубой 22 (то есть, контактную поверхность стальной трубы 22) предпочтительно делают шероховатой поверхностью. Как показано на фиг. 3А, такая поверхностная шероховатость может быть достигнута непосредственным огрублением поверхности стальной трубы 22 путем выполнения струйной обработки или травления. Как показано на фиг. 3В, создание поверхностной шероховатости может быть достигнуто формированием покрытия, образованного предварительной кондиционирующей обработкой, которое делает поверхность шероховатой (например, фосфатного покрытия или пористого лакирующего покрытия из цинка (сплава)) 26 на поверхности стальной трубы 22 перед формированием смазочного покрытия 24.

Твердое смазочное покрытие 24 формируют, например, следующим способом. Сначала готовят композицию для формирования термопластичного твердого смазочного покрытия. Вышеупомянутую композицию расплавляют при предварительно заданной температуре, и затем наносят на контактную поверхность подходящим способом, таким как набрызгивание, нанесение кистью, распыление и погружение. После нанесения композицию отверждают известными средствами охлаждения, такими как воздушное охлаждение или оставление для остывания, с образованием тем самым твердого смазочного покрытия 24.

Твердое смазочное покрытие может быть сформировано на контактных поверхностях как ниппеля, так и муфты. Кроме того, как показано в фиг. 1, на месте, где ниппель и муфта свинчены друг с другом во время перевозки, достаточно сформировать твердое смазочное покрытие на контактной поверхности только одного компонента из ниппеля и муфты. В этом случае легче выполнять работу по нанесению покрытия для предварительной кондиционирующей обработки, или для образования смазочного покры-

тия на соединительном фитинге, которое является короткой деталью, чем на стальной трубе, которая представляет собой длинную деталь. Поэтому, как правило, предпочтительно формировать смазочное покрытие на контактной поверхности соединительного фитинга, другими словами, на контактной поверхности муфты.

На месте, где ниппель и муфта не свинчены друг с другом во время перевозки, твердое смазочное покрытие может быть сформировано на контактных поверхностях как ниппеля, так и муфты, чтобы тем самым сообщить им как антикоррозионные свойства, так и скользкость. В альтернативном варианте, твердое смазочное покрытие может быть сформировано на контактной поверхности только одного компонента из ниппеля и муфты (например, муфты), и твердое антикоррозионное покрытие может быть сформировано на другой контактной поверхности (например, ниппеля). В обоих случаях резьбовому соединению могут быть приданы характеристики устойчивости к фрикционной коррозии, воздухопроницаемости и сопротивления коррозии. Твердое антикоррозионное покрытие предпочтительно представляет собой покрытие отверждаемого ультрафиолетовым излучением типа. Кроме того, твердое антикоррозионное покрытие предпочтительно формируют после выполнения предварительной кондиционирующей обработки для создания поверхностной шероховатости.

Твердое смазочное покрытие предпочтительно покрывает целиком всю контактную поверхность по меньшей мере одного компонента из ниппеля и муфты. Однако твердое смазочное покрытие может покрывать только одну часть контактной поверхности (например, только уплотнительный участок).

#### **Твердое смазочное покрытие**

Как было описано выше, согласно настоящему варианту исполнения твердое смазочное покрытие формируют на контактной поверхности по меньшей мере одного компонента из ниппеля и муфты, которые составляют резьбовое соединение. Твердое смазочное покрытие должно сохранять адгезионную способность, даже будучи подвергнутым воздействию среды с очень низкой температурой (от  $-60$  до  $-20^{\circ}\text{C}$ ). Кроме того, твердое смазочное покрытие должно быть сформировано так, что при свинчивании стальных труб с помощью резьбового соединения не только в регионах с холодным, теплым и тропическим климатом (от  $-20$  до  $+50^{\circ}\text{C}$ ), но также в исключительно холодном регионе (от  $-60$  до  $-20^{\circ}\text{C}$ ), не возникла бы ситуация, в которой момент затяжки становится высоким, и возникает состояние высокого натяга, или в которой становится высоким крутящий момент при развинчивании, так что твердое смазочное покрытие может тем самым предотвращать возникновение фрикционной коррозии. Кроме того, твердое смазочное покрытие должно предотвращать ржавление во время хранения. В случае, где адгезионная прочность (жесткость) твердого смазочного покрытия значительно изменяется между средой вблизи нормальной температуры и средой с очень низкой температурой, в среде с очень низкой температурой происходит растрескивание твердого смазочного покрытия, и возникает отслаивание твердого смазочного покрытия, когда температура среды возвращается к состоянию, близкому к нормальной температуре. Поэтому твердое смазочное покрытие в дополнение должно быть сформировано так, чтобы адгезионная прочность (жесткость) твердого смазочного покрытия не изменялась существенно между средой вблизи нормальной температуры и средой с очень низкой температурой.

Композиция для формирования твердого смазочного покрытия согласно настоящему варианту исполнения представляет собой базовый материал покрытия. Композиция содержит связующий материал, который проявляет высокую адгезионную способность от нормальной температуры до очень низкой температуры, фторсодержащую добавку для адгезионной способности и снижения трения при очень низкой температуре, твердый смазочный материал для предотвращения фрикционной коррозии, и антикоррозионную добавку для предотвращения ржавления на протяжении длительного времени от нанесения твердого смазочного покрытия до применения.

#### **Связующий материал**

Связующий материал в настоящем варианте исполнения состоит из этилен-винилацетатной смолы (EVA), полиолефиновой смолы (PO) и воска (W), имеющего температуру расплавления  $110^{\circ}\text{C}$  или менее. Чтобы обеспечить высокую адгезионную способность покрытия в пределах всего диапазона от нормальной температуры до очень низкой температуры, массовое соотношение между этилен-винилацетатной смолой, полиолефиновой смолой и воском является следующим:

$$1,0 \leq (\text{EVA}/\text{PO}) \leq 1,8 \text{ и} \\ 0,7 \leq ((\text{EVA} + \text{PO})/\text{W}) \leq 1,6.$$

Описанное выше массовое соотношение представляет собой результат, выведенный впервые при проведении экспериментов в настоящем изобретении. Следует отметить, что EVA, PO и W в вышеуказанной формуле представляют массы этилен-винилацетатной смолы, полиолефиновой смолы и воска, соответственно.

Если массовое отношение этилен-винилацетатной смолы к полиолефиновой смоле (EVA/PO) составляет меньше 1,0, адгезионная прочность твердого смазочного покрытия будет недостаточной при температуре, которая составляет более  $-20^{\circ}\text{C}$ . С другой стороны, если значение (EVA/PO) составляет более 1,8, адгезионная прочность твердого смазочного покрытия будет недостаточной при очень низкой температуре  $-20^{\circ}\text{C}$  или менее. Чтобы поддерживать адгезионную прочность в хорошо сбалансированном



состоянии во всем диапазоне от очень низкой температуры (от  $-20$  до  $-60^{\circ}\text{C}$ ), низкой температуры (от  $-20$  до  $0^{\circ}\text{C}$ ), и до теплой и тропической температур (от  $-10$  до  $50^{\circ}\text{C}$ ), нижний предел величины (EVA/PO) составляет 1,0, и верхний предел ее составляет 1,8. Для обеспечения более надежного проявления этого эффекта нижний предел величины (EVA/PO) предпочтительно составляет 1,05, более предпочтительно 1,1, еще предпочтительнее 1,15, еще более предпочтительно 1,2 и наиболее предпочтительно 1,35. Предпочтительный верхний предел значения (EVA/PO) составляет 1,7, более предпочтительно 1,65 и еще более предпочтительно 1,6.

Если отношение  $((\text{EVA}+\text{PO})/\text{W})$  совокупной массы вышеуказанных двух смол (этилен-винилацетатной смолы и полиолефиновой смолы) к массе воска составляет менее 0,7, жесткость твердого смазочного покрытия будет низкой, и адгезионная прочность его будет недостаточной. С другой стороны, если значение  $((\text{EVA}+\text{PO})/\text{W})$  превышает 1,6, жесткость твердого смазочного покрытия будет слишком высокой, и будет высоким сопротивление трения, в особенности при очень низкой температуре. В таком случае крутящий момент при свинчивании или развинчивании резьбового соединения будет слишком высоким. Соответственно этому, из соображений регулирования жесткости и корректирования трения, которые пригодны для твердого смазочного покрытия в резьбовом соединении, нижний предел значения  $((\text{EVA}+\text{PO})/\text{W})$  составляет 0,7, и верхний предел его составляет 1,6. Для обеспечения более надежного проявления этого эффекта предпочтительный нижний предел величины  $((\text{EVA}+\text{PO})/\text{W})$  составляет 0,8, более предпочтительно 0,85, и более предпочтительно 0,9. Предпочтительный верхний предел величины  $((\text{EVA}+\text{PO})/\text{W})$  составляет 1,5, более предпочтительно 1,45, и еще предпочтительнее 1,4.

Полиолефиновая смола (PO) представляет родовое наименование углеводородных цепей, имеющих двойную связь в одном положении. Поскольку полиолефиновая смола (PO) составлена кристаллическим полимером, физические свойства его изменяются соответственно кристалличности. Полиэтилен, полипропилен и тому подобные доступны как смолы этого типа, и в качестве конкретного примера их может быть упомянут продукт HM712 (температура размягчения  $120^{\circ}\text{C}$ ) производства фирмы Cemedine Co. Ltd., или тому подобные.

Этилен-винилацетатная смола (EVA) представляет собой сополимер этилена и винилацетата. В качестве конкретного примера ее может быть упомянут продукт HM224 (температура размягчения  $86^{\circ}\text{C}$ ) производства фирмы Cemedine Co. Ltd., или тому подобные.

Воск (W) предотвращает фрикционную коррозию в результате снижения трения твердого смазочного покрытия. Воск также корректирует жесткость твердого смазочного покрытия и повышает ударную вязкость твердого смазочного покрытия. В качестве воска могут быть использованы любые животные, растительные, минеральные и синтетические воски. Воски, которые могут быть применены, представляют собой, например, пчелиный воск и воск жировых тканей кита (животные воски); японский воск, карнаубский воск, канделильский воск и воск рисовых отрубей (растительные воски); парафиновый воск, микрокристаллический воск, петролатум, монтанский воск, озокерит и церезин (минеральные воски); и оксидный воск, полиэтиленовый воск, воск из синтеза Фишера-Тропша, амидный воск, отвержденное касторовое масло (кастовый воск) (синтетические воски). Применяется воск, имеющий температуру плавления  $110^{\circ}\text{C}$  или менее. Если температура плавления воска составляет  $110^{\circ}\text{C}$  или менее, становится малой разница между адгезионной прочностью (жесткостью) твердого смазочного покрытия при близкой к нормальной температуре, и адгезионной прочностью твердого смазочного покрытия в среде с очень низкой температурой. Этим путем может быть предотвращено растрескивание твердого смазочного покрытия в среде с очень низкой температурой. Кроме того, может быть подавлено отслаивание твердого смазочного покрытия, когда оно возвращается к близкой к нормальному значению температуре. То есть, адгезионная прочность (жесткость) твердого смазочного покрытия может сохраняться в надлежащем диапазоне, и в дополнение, возрастает ударная вязкость твердого смазочного покрытия. Температура плавления воска предпочтительно составляет  $100^{\circ}\text{C}$  или менее и более предпочтителен парафиновый воск, имеющий температуру плавления  $90^{\circ}\text{C}$  или менее, и с молекулярной массой от 150 до 500. Кроме того, воск предпочтительно является твердым при нормальной температуре. Предпочтительный нижний предел температуры плавления воска составляет  $40^{\circ}\text{C}$ . При использовании воска, который является твердым при нормальной температуре, адгезионная прочность твердого смазочного покрытия может поддерживаться в надлежащем диапазоне при близкой к нормальному значению температуре.

Содержание связующего материала относительно композиции предпочтительно составляет от 60 до 80% по массе (далее, если конкретно не оговорено иное, содержание описывается в массовых процентах). Если содержание связующего материала составляет 60% или более, дополнительно усиливается адгезионная способность твердого смазочного покрытия. Если содержание связующего материала составляет 80% или менее, более благоприятно поддерживается смазывающая способность.

В качестве связующего материала предпочтительно используют этилен-винилацетатную смолу или полиолефиновую смолу, имеющую температуру плавления (температуру размягчения; то же применимо далее) от  $80$  до  $320^{\circ}\text{C}$ . Расплавленная основа (связующий материал) возвращается в твердое состояние, когда температура становится ниже, чем температура плавления. Температура плавления более предпочтительно варьирует в диапазоне от  $90$  до  $200^{\circ}\text{C}$ . Если температура плавления этилен-винилацетатной смолы или полиолефиновой смолы, которая служит в качестве основы покрытия, является слишком вы-

сокой, затрудняется ее нанесение в расплавленном состоянии, такое как нанесение покрытия из горячего расплава. С другой стороны, если температура плавления связующего материала слишком низка, то, в частности, может возникать ситуация, в которой твердое смазочное покрытие размягчается при воздействии высокой температуры, и ухудшаются ее технические характеристики.

Как описывается позже, контактная поверхность резьбового соединения, на которой формируют смазочное покрытие, может быть подвергнута предварительной кондиционирующей обработке, путем химической обработки, или плакирования, или тому подобного. По соображениям адгезионной способности, пленкообразующих свойств и покровных характеристик твердого смазочного покрытия в отношении контактной поверхности стальной трубы, вязкости во время расплавления твердого смазочного покрытия, и дисперсности твердого смазочного материала, и тому подобного, предпочтительно, чтобы этилен-винилацетатная смола и полиолефиновая смола представляли собой смеси, которые объединяют смолы многочисленных типов, имеющие различные свойства, такие как их температура плавления, температура размягчения и температура стеклования.

Чтобы предотвратить возникновение быстрого размягчения вследствие повышения температуры, в особенности предпочтительно, чтобы этилен-винилацетатная смола, которую используют в качестве основы (связующего материала), представляла собой смесь двух или более сортов этилен-винилацетатных смол, которые имеют различные температуры плавления. Подобным образом, особенно предпочтительно, чтобы полиолефиновая смола, которая применяется в качестве основы (связующего материала), была смесью двух или более типов полиолефиновой смолы, которые имеют различные температуры плавления.

#### **Фторсодержащая добавка**

Твердое смазочное покрытие согласно настоящему варианту исполнения содержит связующий материал в качестве основы, и также содержит фторсодержащую добавку. Фторсодержащая добавка улучшает характеристики скольжения во время проскальзывания. Фторсодержащая добавка также повышает ударную вязкость твердого смазочного покрытия при очень низкой температуре. Фторсодержащая добавка представляет собой, например, простой перфторполиэфир (PFPE) на жидкостной основе или фторированный полимер в форме консистентной смазки, или тому подобные. PFPE и фторированный полимер предпочтительно используются в качестве фторсодержащей добавки благодаря простоте добавления PFPE или фторированного полимера к связующему материалу. В качестве фторсодержащей добавки также может быть использован продукт, модифицированный простым перфторполиэфиром, таким как фторированный простой полиэфир, имеющий базовый скелет с молекулярной массой от 500 до 10000.

Благоприятное содержание фторсодержащей добавки относительно композиции составляет от 8 до 18%. Если содержание фторсодержащей добавки составляет 8% или более, дополнительно повышаются смазывающая способность и адгезионная способность при низкой температуре. Если содержание фторсодержащей добавки составляет 18% или менее, может благоприятным образом поддерживаться адгезионная способность при нормальной температуре.

#### **Твердый смазочный материал**

Для дополнительного улучшения смазывающей способности твердого смазочного покрытия оно содержит твердые смазочные материалы разнообразных типов. Здесь термин "твердый смазочный материал" имеет отношение к порошку, который имеет смазывающую способность. Твердые смазочные материалы в широком смысле классифицируются на следующие четыре типа:

- (1) твердые смазочные материалы, которые проявляют смазывающую способность вследствие того, что имеют специфическую кристаллическую структуру, которая легко проскальзывает, такую как гексагональная слоистая кристаллическая структура (например, графит, оксид цинка и нитрид бора);
- (2) твердые смазочные материалы, которые проявляют смазывающую способность благодаря присутствию реакционноспособного элемента в дополнение к кристаллической структуре (например, дисульфид молибдена, дисульфид вольфрама, фторид графита, сульфид олова и сульфид висмута);
- (3) твердые смазочные материалы, которые проявляют смазывающую способность потому, что имеют химическую реакционную способность (например, определенные тиосульфатные соединения), и
- (4) твердые смазочные материалы, которые проявляют смазывающую способность вследствие пластических или вязкопластических свойств при фрикционной нагрузке (например, политетрафторэтилен (PTFE) и полиамиды).

В настоящем изобретении могут быть применены любые из твердых смазочных материалов, описанных в вышеуказанных пунктах от (1) до (4). Предпочтительными твердыми смазочными материалами являются твердые смазочные материалы, описанные в пункте (1). Твердые смазочные материалы, описанные в пункте (1), могут быть использованы независимо, и также могут быть применены в сочетании с твердыми смазочными материалами, описанными по меньшей мере в одном из вышеуказанных пунктов (2) и (4). Графит является предпочтительным твердым смазочным материалом по соображениям характеристик адгезионной способности и сопротивления коррозии, и с позиции характеристик пленкообразования более предпочтителен аморфный графит. Содержание твердого смазочного материала в твердом смазочном покрытии (и в композиции для твердого смазочного покрытия) предпочтительно варьирует в диапазоне 5-15% по массе.

Композиция для твердого смазочного покрытия может дополнительно содержать неорганический порошок для регулирования характеристик скольжения. Примерами такого неорганического порошка являются диоксид титана и оксид висмута. Неорганический порошок может присутствовать в композиции в общем количестве до 10% по массе.

Твердое смазочное покрытие согласно настоящей заявке на изобретение содержит активную антикоррозионную добавку, чтобы обеспечить характеристики сопротивления коррозии в течение длительного времени от нанесения до фактического использования. Примеры антикоррозионной добавки включают триполифосфат алюминия, фосфит алюминия и кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций. Также могут быть применены имеющиеся в продаже на рынке реактивные водоотталкивающие гидрофобные материалы или тому подобные.

Предпочтительное содержание антикоррозионной добавки в композиции составляет от 2 до 10% по массе. Если содержание антикоррозионной добавки составляет 2% по массе или более, дополнительно улучшаются антикоррозионные характеристики твердого смазочного покрытия. Если содержание антикоррозионной добавки составляет 10% по массе или менее, могут более благоприятно поддерживаться смазывающая способность и адгезионная способность твердого смазочного покрытия.

#### **Модификатор трения**

Вышеописанная композиция для твердого смазочного покрытия может дополнительно содержать тальк в качестве модификатора трения. Тальк представляет собой белый или серого цвета неорганический порошок, который получают размалыванием руды, называемой тальком. Химическим наименованием талька является гидратированный силикат магния, и химический состав его описывается как  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ . Тальк содержит приблизительно 60% по массе  $SiO_2$ , приблизительно 30% по массе  $MgO$ , и приблизительно 4,8% по массе кристаллизационной воды. Абсолютная плотность талька составляет от 2,7 до 2,8, и его твердость по шкале Мооса составляет 1, которая является самой низкой среди неорганических минералов. Тальк также имеет превосходную термостойкость, и представляет собой химически стабильное вещество. Поэтому тальк может быть использован в качестве наполнителя. Дисперсность талька может быть модифицирована химическим или физическим связыванием обрабатываемого материала с поверхностью талька, и поверхностно-модифицированный тальк также предусматривается в качестве талька в настоящем варианте исполнения.

Тальк действует как средство увеличения разности между крутящим моментом на пределе текучести (когда имеется высокое давление на границе раздела) и крутящим моментом на заплечике (когда имеется низкое давление на границе раздела) при свинчивании резьбового соединения. Если существует большая разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на заплечике, может быть широким диапазон момента затяжки при свинчивании резьбового соединения. Таким образом, легко регулировать крутящий момент при свинчивании резьбового соединения. Этот эффект получается потому, что в случае, где давление в стыке контактной поверхности скольжения в резьбовом соединении является высоким, тальк поддерживает коэффициент трения на надлежащем уровне. Если содержание талька в композиции составляет 2% по массе или более, этот эффект может быть усилен, и если содержание составляет 15% по массе или менее, существует незначительная опасность утраты сопротивления фрикционной коррозии. Поэтому содержание талька предпочтительно составляет от 2 до 15% по массе. По соображениям устойчивости к фрикционной коррозии и адгезионной способности твердого покрытия более предпочтительный нижний предел содержания талька составляет 3% по массе, и еще более предпочтительно 5% по массе. Более предпочтительный верхний предел содержания талька составляет 10% по массе, и еще более предпочтительно 8% по массе.

Размер частиц талька согласно настоящему варианту исполнения предпочтительно составляет от 1 до 12 мкм. Если размер частиц талька составляет 1 мкм или более, может быть получен стабильный эффект увеличения разности между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на заплечике. Если размер частиц талька составляет 12 мкм или менее, существует небольшой риск ухудшения дисперсности в твердом смазочном покрытии или адгезионной способности. Более предпочтительный нижний предел размера частиц талька составляет 3 мкм, и еще более предпочтительно 4 мкм. Более предпочтительный верхний предел размера частиц талька составляет 10 мкм, и еще более предпочтительно 8 мкм. В данном описании термин "размер частиц" имеет отношение к медианному диаметру (D50), который определяется на основе распределения частиц по величине.

В отношении размера частиц талька, например, распределение частиц по величине определяют суммированием с использованием лазерного дифракционного анализатора размера частиц. Медианный диаметр затем может быть получен расчетом на основе гранулометрического состава, который был определен.

Удельная площадь поверхности талька согласно настоящему варианту исполнения предпочтительно составляет от 4 до 12 м<sup>2</sup>/г. Если удельная площадь поверхности талька составляет 4 м<sup>2</sup>/г или более, возрастает прочность связывания талька со связующим материалом в твердом смазочном покрытии. Тем самым может быть предотвращено осыпание талька с поверхности твердого смазочного покрытия во время скольжения. Если удельная площадь поверхности талька составляет 12 м<sup>2</sup>/г или менее, может быть получен стабильный эффект увеличения разности между крутящим моментом на пределе текучести и

крутящим моментом на заплечике. Более предпочтительный нижний предел удельной площади поверхности талька составляет  $6 \text{ м}^2/\text{г}$ , и еще более предпочтительно  $7 \text{ м}^2/\text{г}$ . Более предпочтительный верхний предел удельной площади поверхности талька составляет  $11 \text{ м}^2/\text{г}$ , и еще более предпочтительно  $10 \text{ м}^2/\text{г}$ .

Удельная площадь поверхности талька может быть определена, например, методом Брунауэра-Эммета-Теллера (ВЕТ). Более конкретно, с использованием прибора для автоматического измерения удельной площади поверхности проводят адсорбцию газа, в отношении которого уже известна площадь, занятая адсорбированным веществом (например, газообразного азота), на поверхности талька. Затем рассчитывают количество адсорбированных единичных молекул с использованием ВЕТ-уравнения на основе соотношения между давлением газа и адсорбированным количеством газа. Кроме того, удельная площадь поверхности может быть рассчитана умножением занятой адсорбированным веществом площади на единицу объема молекулы газа.

### Прочие компоненты

В дополнение к описанным выше компонентам, композиция согласно настоящему варианту исполнения также может содержать небольшие количества других добавок, выбранных из поверхностно-активных веществ, окрашивающих добавок, антиоксидантов и тому подобных, в совокупном количестве, например, 5% по массе или менее. Композиция для твердого смазочного покрытия может дополнительно содержать противозадирную добавку, жидкий смазочный материал или тому подобные, пока их количество является очень малым количеством на уровне 2% по массе или менее.

Согласно настоящему варианту исполнения, представлена композиция для формирования твердого смазочного покрытия (далее также называемая "покровной композицией") для формирования вышеописанного твердого смазочного покрытия. Покровная композиция может представлять собой бессольвентную композицию, состоящую только из вышеописанных компонентов, или может быть композицией на основе растворителя, которая растворена в растворителе. В случае, где покровная композиция представляет собой композицию на основе растворителя, доля соответствующих компонентов в массовых процентах имеет отношение к массовым процентам, когда общая масса всех компонентов, иных, нежели входящий в состав композиции растворитель, принимается за 100%. Далее будет описан один пример способа изготовления резьбового соединения для трубы или трубопровода с использованием покровной композиции.

Не содержащая растворитель покровная композиция может быть получена, например, смешением твердого смазочного материала и антикоррозионной добавки или тому подобной с основой в расплавленном состоянии, с последующим компаундированием. В качестве покровной композиции может быть использована порошкообразная смесь, в которой все компоненты смешаны в порошкообразном состоянии. Бессольвентная композиция имеет то преимущество, что она может формировать смазочное покрытие в течение короткого периода времени, и что отсутствует испарение органического растворителя, который вредно влияет на окружающую среду.

Такая бессольвентная покровная композиция может формировать твердое смазочное покрытие с использованием, например, способа горячего расплава. Согласно этому способу, покровную композицию (содержащую вышеописанную основу и разнообразные порошки), которая была нагрета, чтобы обеспечить расплавление основы и образовать композицию в текучем состоянии, которая имеет низкую вязкость, напыляют из пульверизатора, имеющего функцию поддержания температуры на фиксированном уровне (как правило, примерно при такой же температуре, как температура композиции в расплавленном состоянии). Температуру, до которой нагревают композицию, предпочтительно выдерживают на уровне от  $10$  до  $50^\circ\text{C}$  выше, чем температура расплавления (температура плавления или температура размягчения) основы (смеси в случае смешанного состава).

Контактную поверхность по меньшей мере одного компонента из ниппеля и муфты, которая должна быть покрыта композицией, предпочтительно предварительно нагревают до более высокой температуры, чем температура расплавления основы. Тем самым можно получить благоприятную пригодность к созданию покрытия.

Покровную композицию нагревают и расплавляют внутри резервуара, оснащенного подходящим перемешивающим устройством, и подают к распылительной головке (которая поддерживается при предписанной температуре) пульверизатора через дозировочный насос с помощью компрессора, и напыляют на соответствующую контактную поверхность. Температуру, при которой поддерживается внутренность резервуара и распылительной головки, регулируют в соответствии с температурой расплавления основы в композиции.

После этого резьбовое соединение охлаждают с использованием воздушного охлаждения или оставлением остывать, или тому подобным путем, чтобы тем самым отвердить композицию для формирования твердого смазочного покрытия и образовать твердое смазочное покрытие согласно настоящему варианту исполнению на контактной поверхности. Толщина твердого смазочного покрытия, сформированного этим способом, предпочтительно варьирует в диапазоне от  $10$  до  $200 \text{ мкм}$ , и более предпочтительно в диапазоне от  $25$  до  $100 \text{ мкм}$ . Если толщина твердого смазочного покрытия является слишком тонкой, смазывающая способность резьбового соединения будет недостаточной, и будет легко происходить фрикционная коррозия во время свинчивания или развинчивания. Хотя твердое смазочное покрытие

до некоторой степени имеет антикоррозионное свойство, если толщина покрытия слишком мала, антикоррозионное свойство также будет ненадлежащим, и коррозионная стойкость контактной поверхности будет снижаться.

С другой стороны, если толщина твердого смазочного покрытия слишком велика, то не только будет напрасно расходоваться твердое смазочное покрытие, но и тем самым может быть причинен ущерб окружающей среде. Когда твердое смазочное покрытие и твердое антикоррозионное покрытие, описываемое позже, которое сформировано, как требуется, создаются на контактной поверхности, в отношении которой поверхностная шероховатость была увеличена предварительной кондиционирующей обработкой, то предпочтительно они оба имеют толщину покрытия, которая является большей, чем величина поверхностной шероховатости  $R_{max}$  подложки. Обоснование состоит в том, что, если это не делается, то иногда невозможно полностью покрыть подложку. Толщина покрытия, когда подложка имеет шероховатую поверхность, представляет собой среднее значение из толщины покрытия по всему слою, которое может быть рассчитано на основе площади, массы и плотности покрытия.

Следует отметить, что в случае, где твердое смазочное покрытие сформировано в виде тонкой пленки с толщиной 25 мкм или менее, на верхнем слое или нижнем слое твердого смазочного покрытия может быть дополнительно нанесена тонкая пленка антикоррозионного покрытия в твердой или жидкой форме.

### **Твердое антикоррозионное покрытие**

Когда вышеописанное термопластичное твердое смазочное покрытие формируют на контактной поверхности только одного компонента из ниппеля и муфты (например, муфты) резьбового соединения, например, только контактная поверхность другого (например, ниппеля) может быть подвергнута предварительной кондиционирующей обработке, которая описывается позже. Однако, чтобы придать антикоррозионные свойства, предпочтительно формируют твердое антикоррозионное покрытие как самый верхний слой покрытия, образованного поверхностной обработкой контактной поверхности другого.

Как было описано выше в отношении фиг. 1, вплоть до времени, когда резьбовое соединение фактически используется, на ниппеле и муфте часто устанавливают протектор, в отношении которого затягивание не выполняется. Твердое антикоррозионное покрытие необходимо формировать так, чтобы покрытие не разрушалось по меньшей мере от усилия, которое прилагается при монтаже на нем протектора, причем покрытие не растворяется, когда подвергается воздействию воды, образующейся при конденсации по достижении точки росы во время перевозки или хранения, и покрытие нелегко размягчается даже при высокой температуре свыше 40°C.

Твердое антикоррозионное покрытие, сформированное из композиции, которая содержит в качестве основного компонента отверждаемую ультрафиолетовым излучением смолу, которая известна своей способностью формировать высокопрочное покрытие, представляет собой покрытие, которое удовлетворяет требованиям в отношении вышеуказанных свойств. В качестве отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы могут быть использованы известные полимерные композиции, составленные по меньшей мере одним мономером, олигомером и инициатором фотополимеризации. Компоненты или состав композиции отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы не являются конкретно ограниченными в той мере, насколько реакция фотополимеризации стимулируется облучением ультрафиолетовой радиацией с образованием отвержденного покрытия.

Примеры мономера, которые могут быть упомянуты, включают поливалентные (ди-, три- или выше) сложные эфиры многоатомных спиртов с (мет)акриловой кислотой, разнообразные (мет)акрилатные соединения, N-винилпирролидон, N-винилкапролактан, и стиролы. Примеры олигомера, которые могут быть упомянуты, включают, но не ограничиваются таковыми, эпокси(мет)акрилаты, уретан(мет)акрилаты, сополимеры сложных полиэфиров и (мет)акрилатов, сополимеры простых полиэфиров и (мет)акрилатов и сополимеры силиконов и (мет)акрилов.

Предпочтительные инициаторы фотополимеризации представляют собой соединения, проявляющие поглощение в диапазоне длин волн от 260 до 450 нм. Примеры инициатора фотополимеризации включают бензоин и его производные, бензофенон и его производные, ацетофенон и его производные, кетон Михлера, бензил и его производные, моносульфиды тетраалкилтиурама и тиоксаны. Тиоксаны являются особенно предпочтительными в качестве инициатора фотополимеризации.

По соображениям прочности покрытия и характеристик скольжения, твердое антикоррозионное покрытие, сформированное из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, может содержать добавки, выбранные из смазочных материалов и антикоррозионных агентов. Примером добавки является волокнистый наполнитель. Волокнистый наполнитель представляет собой, например, игольчатый карбонат кальция, такой как "Whiskal", который производится фирмой Maruo Calcium Co., Ltd. Примерами смазочного материала являются металлические мыла, такие как стеарат кальция и стеарат цинка, и политетрафторэтиленовая (PTFE) смола и волокнистый наполнитель. Эти смазочные материалы одного или более сортов могут быть добавлены в количестве от 0,05 до 0,35 части по массе в расчете на одну часть по массе отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы. Если количество составляет 0,05 части или менее, прочность покрытия иногда является ненадлежащей. С другой стороны, если количество превышает 0,35 части, вязкость покровной композиции является высокой, и снижается легкость нанесения

покрытия, и, напротив, это иногда приводит к ухудшению прочности покрытия.

Антикоррозионная добавка представляет собой, например, триполифосфат алюминия или фосфит алюминия, или тому подобный. Антикоррозионная добавка может быть внесена в количестве до 0,10 части по массе в расчете на одну часть по массе отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы.

Твердое антикоррозионное покрытие, сформированное из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, часто является прозрачным. По соображениям упрощения проверки качества (такой как контроль присутствия или отсутствия покрытия, или однородности/неровности покрытия по толщине) визуальным обследованием или обработкой изображений твердого антикоррозионного покрытия, которое сформировано, твердое антикоррозионное покрытие может содержать окрашивающее вещество. Окрашивающие вещества, которые используются, могут быть выбраны из пигментов, красителей и флуоресцентных материалов. Флуоресцентные материалы иногда не придают покрытию окраски при видимом свете, но они создают окрашивание покрытия по меньшей мере при действии ультрафиолетового излучения. Поэтому они включены в настоящее изобретение как окрашивающие вещества. Для этих окрашивающих веществ могут быть использованы имеющиеся в продаже на рынке продукты, и окрашивающие вещества не являются конкретно ограниченными, пока контроль качества твердого антикоррозионного покрытия возможен визуально или обработкой изображений. Могут быть применены как органические, так и неорганические окрашивающие вещества.

Прозрачность твердого антикоррозионного покрытия сокращается или утрачивается, когда добавляют пигмент. Если твердое антикоррозионное покрытие становится непрозрачным, то становится затруднительной проверка на повреждение нижележащей резьбовой части ниппеля. Соответственно этому, когда применяется пигмент, предпочтителен пигмент, имеющий высокую степень яркости, такой как желтый или белый пигмент. По соображениям предотвращения коррозии, диаметр частиц пигмента предпочтительно является настолько малым, насколько возможно, и предпочтительным является применение пигмента со средним диаметром частиц не более 5 мкм. Красители не очень сильно сокращают прозрачность твердого антикоррозионного покрытия, и поэтому проблема не возникает, даже если, например, используется краситель, имеющий глубокий цвет, такой как красный или синий. Добавляемое количество пигмента или красителя предпочтительно составляет максимально 0,05 части по массе в расчете на одну часть отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы. Если количество составляет более 0,05 части по массе, может снижаться коррозионная стойкость. Более предпочтительное добавляемое количество составляет не более, чем 0,02 части по массе.

Флуоресцентный материал может представлять собой любой флуоресцентный пигмент, флуоресцентный краситель, и люминофор, применяемый во флуоресцентной краске. Флуоресцентные пигменты в широком смысле подразделяются на неорганические флуоресцентные пигменты и флуоресцентные пигменты дневного света. Примеры неорганических флуоресцентных пигментов включают пигменты на основе сульфида цинка или сульфида цинка-кадмия (содержащего металлический активатор), галогенированные фосфаты кальция, активированный редкоземельным металлом хлорид стронция, и тому подобные. Два или более типов этих неорганических флуоресцентных пигментов часто используются в комбинации. Неорганические флуоресцентные пигменты имеют превосходную устойчивость к погодным условиям и нагреванию.

Также имеется ряд сортов флуоресцентных пигментов дневного света, и основными типами являются синтетические полимерные пигменты типа твердого раствора, в которых флуоресцентный краситель внедрен в бесцветную синтетическую смолу с образованием пигмента. Может быть использован флуоресцентный краситель сам по себе. Неорганические или органические флуоресцентные пигменты разнообразных типов, и в особенности синтетические полимерные пигменты типа твердого раствора, также применяются во флуоресцентных красках и флуоресцентных печатных чернилах, и в качестве флуоресцентных пигментов или флуоресцентных красителей могут быть использованы люминофоры.

Хотя твердое антикоррозионное покрытие, содержащее флуоресцентный пигмент или краситель, является бесцветным или имеет прозрачный цвет при освещении видимым светом, когда твердое антикоррозионное покрытие облучают невидимым светом или ультрафиолетовым излучением, твердое антикоррозионное покрытие флуоресцирует и становится окрашенным, и становится возможным выяснение, присутствует ли или нет покрытие, и проверка неравномерности толщины покрытия, или тому подобные. Поскольку покрытие является прозрачным при видимом свете, можно обследовать базовый металл под твердым антикоррозионным покрытием. Соответственно этому, твердое антикоррозионное покрытие не препятствует проверке резьбовых частей резьбового соединения на наличие повреждения. Добавляемое количество этих флуоресцентных материалов предпочтительно составляет максимально около 0,05 части по массе в расчете на одну часть по массе отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы. Если добавляемое количество составляет свыше 0,05 части по массе, может снижаться характеристика коррозионной стойкости. Более предпочтительное добавляемое количество составляет не более 0,02 части по массе. Кроме того, чтобы обеспечить контроль качества не только твердого антикоррозионного покрытия, но также нижележащих резьбовых частей, предпочтительно использовать флуоресцентный материал и, в частности, флуоресцентный пигмент в качестве окрашивающего вещества.

После того, как композиция, имеющая отверждаемую ультрафиолетовым излучением смолу в каче-

стве основного компонента (в том числе композиция, имеющая состав только отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы), нанесена на контактную поверхность резьбового соединения, покрытие отверждают облучением ультрафиолетовыми лучами с образованием твердого антикоррозионного покрытия, выполненного из слоя отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы.

Твердое антикоррозионное покрытие, имеющее два или более слоев отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, также может быть сформировано повторением процесса нанесения, и затем облучением ультрафиолетовой радиацией. При формировании многочисленных слоев твердого антикоррозионного покрытия этим путем дополнительно повышается прочность покрытия, твердое антикоррозионное покрытие не разрушается, даже когда прилагается усилие при затягивании резьбового соединения, и дополнительно улучшается коррозионная стойкость резьбового соединения. В настоящем изобретении, поскольку смазочное покрытие не присутствует под твердым антикоррозионным покрытием, нет необходимости в разрушении твердого антикоррозионного покрытия во время затягивания резьбового соединения, и неповрежденное твердое антикоррозионное покрытие в таком случае повышает коррозионную стойкость резьбового соединения.

Облучение ультрафиолетовым излучением может быть проведено с использованием имеющегося в продаже на рынке устройства для облучения ультрафиолетовым излучением, имеющим длину волны на выходе в диапазоне от 200 до 450 нм. Примеры источника ультрафиолетовой радиации для облучения включают ртутные лампы высокого давления, ртутные лампы сверхвысокого давления, ксеноновые лампы, дуговые угольные лампы, металлогалогеновые лампы, и солнечный свет. Продолжительность периода времени, в течение которого выполняется облучение, и мощность ультрафиолетовой радиации при облучении могут быть надлежащим образом отрегулированы квалифицированным специалистом в этой области технологии.

Толщина твердого антикоррозионного покрытия (общая толщина покрытия, когда покрытие состоит из двух или более слоев отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы) предпочтительно варьирует в диапазоне от 5 до 50 мкм, и более предпочтительно в диапазоне от 10 до 40 мкм. Толщина твердого антикоррозионного покрытия предпочтительно является меньшей, чем толщина твердого смазочного покрытия, сформированного на сопряженной детали. Если толщина твердого антикоррозионного покрытия является слишком малой, покрытие не будет функционировать надлежащим образом как антикоррозионное покрытие, и коррозионная стойкость резьбового соединения может быть недостаточной. С другой стороны, если толщина твердого антикоррозионного покрытия составляет более 50 мкм, то когда защитный элемент, такой как протектор, имеющий воздухонепроницаемость на высоком уровне, устанавливается на конце трубы для нефтяной скважины, твердое антикоррозионное покрытие может быть разрушено усилием, прилагаемым во время монтажа протектора, и коррозионная стойкость резьбового соединения будет становиться недостаточной. Кроме того, порошок, образуемый в результате износа в такое время, выходит в окружающую среду и оказывает вредное влияние на условия труда. Кроме того, если толщина твердого антикоррозионного покрытия является большей, чем толщина твердого смазочного покрытия на сопряженной детали, могут быть подавлены характеристики смазывающей способности смазочного покрытия.

Поскольку твердое антикоррозионное покрытие, имеющее отверждаемую ультрафиолетовым излучением смолу в качестве основного компонента, представляет собой прозрачное покрытие, состояние базового металла может быть обследовано без удаления покрытия, и инспекция резьбовых частей может быть проведена с места над покрытием перед свинчиванием. Соответственно этому, формированием этого твердого антикоррозионного покрытия на контактной поверхности ниппеля, на которой выполнен нарезанный участок на его наружной поверхности, и который поэтому более чувствителен к повреждению, в то же время оставляя покрытие на месте, можно легко проверить на наличие повреждений резьбовую часть ниппеля, которую типично формируют на наружной поверхности одного конца стальной трубы, и которая восприимчива к повреждению.

#### **Предварительная кондиционирующая обработка**

Резьбовые части и уплотнительные части, которые составляют контактные поверхности резьбового соединения, формируют процессами резания, включающими нарезание резьбы, и поверхностная шероховатость контактных поверхностей обычно составляет от около 3 до 5 мкм. Если поверхностная шероховатость контактных поверхностей сделана большей, чем эта величина, может быть повышена адгезионная способность покрытия, образованного на контактных поверхностях, и в результате этого могут быть улучшены такие технические характеристики, как устойчивость к фрикционной коррозии и коррозионная стойкость. Поэтому перед формированием покрытия на контактной поверхности по меньшей мере одного компонента, и предпочтительно обоих из ниппеля и муфты, предпочтительно проводят предварительную кондиционирующую обработку, которая может увеличивать поверхностную шероховатость.

Примеры такой предварительной кондиционирующей обработки включают струйную обработку, при которой выдувают абразивный материал, такой как материал в виде сферической дроби или материал в форме угловатого песка, и травление погружением в раствор сильной кислоты, такой как серная кислота, соляная кислота, азотная кислота или фтористо-водородная кислота, для огрубления поверхност-

ной текстуры. Эти обработки могут повышать поверхностную шероховатость самого базового металла.

Примерами других типов предварительной кондиционирующей обработки являются химические обработки, такие как фосфатная химическая обработка, оксалатная химическая обработка или боратная химическая обработка и металлоплакирование. Они представляют собой способы, которые формируют на поверхности базового металла грунтовочный слой, имеющий большую поверхностную шероховатость и высокую адгезионную способность. Химическое покрытие, выполненное из игольчатых кристаллов, которое имеет большую поверхностную шероховатость, создают химическими обработками. Примеры металлоплакирования включают электроплакирование медью, железом и их сплавами (поскольку в первую очередь металл осаждается на выступы, поверхность становится слегка более шероховатой); ударное плакирование цинком или цинковым сплавом, при котором частицы, имеющие железную сердцевину, покрытую цинком или железо-цинковым сплавом, или тому подобные, выбрасываются с использованием центробежной силы или давления воздуха, образуя тем самым пористое металлическое покрытие в результате осаждения частиц цинка или железо-цинкового сплава; и композитное металлоплакирование, при котором формируют покрытие, имеющее мелкие твердые частицы, диспергированные в металле.

Какой бы способ ни использовался для предварительной кондиционирующей обработки контактной поверхности, поверхностная шероховатость  $R_{max}$ , созданная в результате огрубления поверхности предварительной кондиционирующей обработкой, предпочтительно составляет от 5 до 40 мкм. Если  $R_{max}$  составляет менее 5 мкм, может быть ненадлежащей адгезионная способность с покрытием, которое формируют на сделанной шероховатой поверхности. С другой стороны, если  $R_{max}$  превышает 40 мкм, будет возрастать трение, и покрытие может оказаться не в состоянии выдерживать сдвиговые нагрузки и сжимающие нагрузки, когда покрытие подвергают воздействию высокого давления на стыке, и покрытие может легко разрушаться или отслаиваться. Два или более типов предварительной кондиционирующей обработки для огрубления поверхности могут быть применены в сочетании. Кроме того, в отношении ниппеля и муфты могут быть выполнены предварительные кондиционирующие обработки различных типов.

В плане адгезионной способности твердого антикоррозионного покрытия или твердого смазочного покрытия предпочтительна предварительная кондиционирующая обработка, которая образует пористое покрытие. В частности, в качестве предварительной кондиционирующей обработки предпочтительна фосфатная обработка с использованием фосфата марганца, фосфата цинка, фосфата железа-марганца или фосфата цинка-кальция, или ударная обработка с образованием покрытия из цинка или железо-цинкового сплава. По соображениям адгезионной способности с покрытием, которое должно быть сформировано на нем, предпочтительно покрытие из фосфата марганца, и с позиции коррозионной стойкости предпочтительно покрытие из цинка или железо-цинкового сплава, при котором может ожидать создаваемый цинком эффект защитной коррозии.

Химическая обработка с использованием фосфата марганца особенно предпочтительна в качестве предварительной кондиционирующей обработки для твердого смазочного покрытия. Химическая обработка с использованием фосфата цинка или плакирование цинком или железо-цинковым сплавом с помощью ударной металлизации в особенности предпочтительны в качестве предварительной кондиционирующей обработки для твердого антикоррозионного покрытия.

Оба из покрытия, сформированного фосфатной обработкой, и покрытия из цинка или железо-цинкового сплава, образованного ударным плакированием, представляют собой пористые покрытия. При формировании твердого антикоррозионного покрытия или твердого смазочного покрытия на таком пористом покрытии адгезионная способность верхнего покрытия возрастает благодаря так называемому "якорному эффекту" пористого покрытия. В результате этого становится более затруднительным отслаивание твердого смазочного покрытия, даже когда повторяют свинчивание и развинчивание, и эффективно предотвращается прямой контакт металла с металлом, приводя к дополнительному улучшению устойчивости к фрикционной коррозии, воздухонепроницаемости и коррозионной стойкости.

Фосфатная обработка может быть проведена погружением или набрызгиванием традиционным способом. В качестве раствора для химической обработки может быть применен кислотный фосфатирующий раствор, который обычно используется для оцинкованных стальных материалов. Например, может быть применен цинк-фосфатный раствор, содержащий от 1 до 150 г/л фосфат-ионов, от 3 до 70 г/л ионов цинка, от 1 до 100 г/л нитрат-ионов, и от 0 до 30 г/л ионов никеля. Также может быть применен раствор для обработки фосфатом марганца, который обычно используют для резьбовых соединений. Температура раствора может быть от нормальной температуры до 100°C, и продолжительность обработки может составлять вплоть до 15 мин, в соответствии с желательной толщиной покрытия. Чтобы ускорить формирование покрытия, на обрабатываемую поверхность перед фосфатной обработкой может быть подан водный раствор для кондиционирования поверхности, содержащий коллоидальный титан.

После фосфатной обработки предпочтительно проводят промывание холодной или теплой водой, с последующим высушиванием.

Ударное плакирование может быть проведено механической металлизацией, при которой частицы ударяются о покрываемый материал внутри вращающегося барабана, или способом струйного плакирования, в котором частицы сталкиваются с плакируемым материалом при использовании струйного вы-



дувного устройства. В настоящем изобретении достаточным является плакирование только контактной поверхности резьбового соединения, и поэтому предпочтительно использование струйного плакирования, которым можно выполнять локализованную металлизацию. Например, материал, выдуваемый в форме частиц, имеющих железную сердцевину, поверхность которой покрыта цинком или цинковым сплавом (например, железо-цинковым сплавом), выдувают на покрываемую контактную поверхность. Содержание цинка или цинкового сплава в частицах предпочтительно варьирует в диапазоне от 20 до 60% по массе, и диаметр частиц предпочтительно составляет величину в диапазоне от 0,2 до 1,5 мм. Выдувание частиц обуславливает налипание на контактную поверхность только цинка или цинкового сплава, который представляет собой покровный слой частиц, и тем самым на контактной поверхности образуется пористое покрытие, выполненное из цинка или цинкового сплава. Это струйное плакирование может формировать плакирующее покрытие, имеющее хорошую адгезионную способность в отношении поверхности стали, независимо от качества стального материала.

По соображениям как коррозионной стойкости, так и адгезионной способности, толщина слоя цинка или цинкового сплава, образованного ударным плакированием, предпочтительно составляет от 5 до 40 мкм. Если толщина слоя цинка или цинкового сплава составляет менее 5 мкм, может быть невозможным обеспечение достаточной коррозионной стойкости. С другой стороны, если толщина составляет более 40 мкм, адгезионная способность в отношении смазочного покрытия может фактически снижаться. Подобным образом, толщина фосфатного покрытия предпочтительно варьирует в диапазоне от 5 до 40 мкм.

В качестве еще одной доступной предварительной кондиционирующей обработки, однослойное или многослойное электролитическое плакирование особого типа является эффективным для повышения устойчивости к фрикционной коррозии, когда используется, в частности, для формирования подложки для твердого смазочного покрытия, хотя предварительная кондиционирующая обработка этого типа не создает эффект увеличения поверхностной шероховатости. Примеры плакирования такого типа включают однослойную металлизацию с использованием металлических Cu, Sn или Ni, однослойное плакирование Cu-Sn-сплавом, как раскрыто в Публикации Японской Патентной Заявки № 2003-074763, двухслойное плакирование с нанесением слоя Cu и слоя Sn, и трехслойное плакирование слоем Ni, слоем Cu и слоем Sn. Для стальной трубы, изготовленной из стали, имеющей содержание Cr 5% или более, предпочтительными являются плакирование Cu-Sn-сплавом, двухслойное плакирование слоем Cu и слоем Sn, и трехслойное плакирование слоем Ni, слоем Cu и слоем Sn. Более предпочтительны двухслойное плакирование слоем Cu и слоем Sn, трехслойное плакирование слоем Ni способом гальваностегии, плакирование Cu и плакирование Sn, и плакирование Cu-Sn-Zn-сплавом. Такое плакирование металлом или металлическим сплавом может быть проведено в соответствии со способом, описанным в Публикации Японской Патентной Заявки № 2003-074763. В случае многослойного плакирования самое нижнее плакирующее покрытие (обычно слой Ni) предпочтительно представляет собой исключительно тонкий плакирующий слой, имеющий толщину менее 1 мкм, образованный так называемым электролитическим осаждением (гальваностегией). Толщина плакирующего слоя (общая толщина в случае многослойного плакирования) предпочтительно варьирует в диапазоне от 5 до 15 мкм.

### Примеры

Ниже описаны примеры настоящего изобретения. Однако настоящее изобретение не ограничивается этими примерами. В примерах контактная поверхность ниппеля будет называться поверхностью ниппеля, и контактная поверхность муфты будет называться поверхностью муфты. Если не оговорено иное, процент и часть в примерах означают массовый процент и часть по массе, соответственно.

#### Пример 1.

Поверхность ниппеля и поверхность муфты резьбового соединения VAM 21 (R), изготовленного фирмой Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation (наружный диаметр 24,448 см (9 и 5/8 дюйма), толщина стенки 1,199 см (0,472 дюйма)), выполненного из углеродистой стали (C: 0,21%, Si: 0,25%, Mn: 1,1%, P: 0,02%, S: 0,01%, Cu: 0,04%, Ni: 0,06%, Cr: 0,17%, Mo: 0,04%, остальное количество: железо и примеси) подвергли следующей предварительной кондиционирующей обработке.

Поверхность ниппеля подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 минут в цинк-фосфатный раствор при температуре от 75 до 85°C, с образованием цинк-фосфатного покрытия с толщиной 10 мкм (поверхностная шероховатость 8 мкм). Поверхность муфты подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 минут в марганец-фосфатный раствор при температуре от 80 до 95°C, с образованием марганец-фосфатного покрытия с толщиной 12 мкм (поверхностная шероховатость 10 мкм).

Композицию для формирования твердого смазочного покрытия, имеющую описанный ниже состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенном перемешивающим устройством, чтобы перевести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость, и поверхность ниппеля и поверхность муфты, которые были подвергнуты вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, были предварительно нагреты до температуры 130°C индукционным нагревом. После этого композицию для формирования твердого смазочного покрытия, которое показано в отношении соответствующего изобретению примера 1 настоящего изобретения в табл. 1, в

которой основная смола была в расплавленном состоянии, нанесли как на поверхность ниппеля, так и на поверхность муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения было сформировано твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 30 мкм. Следует отметить, что в отношении каждого из соответствующего изобретению примера 1 настоящего изобретения и соответствующих изобретению примеров 2-8 настоящего изобретения и сравнительных примеров 1-6, которые описываются позже, табл. 1 показывает химический состав (в процентах по массе) композиции для формирования смазочного покрытия, массовое отношение этилен-винилацетатной смолы к полиолефиновой смоле (EVA/PO), отношение суммы масс двух вышеуказанных смол к воску ((EVA+PO)/W), и сумму (в процентах по массе) массовых долей связующего материала в расчете на всю композицию.

Таблица 1

№	Химический состав композиции для формирования твердого смазочного покрытия (в процентах по массе)							EVA/PO	(EVA+PO)/W	Сумма массовых долей связующего материала	
	Связующий материал				Фторсодержащая добавка	Порошкообразный твердый смазочный материал	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (5) добавка				
	Этилен-винилацетатная смола (EVA)	Полиолефиновая смола (PO)	Воск (W)	Другие							
Соответствующий изобретению Пример настоящего изобретения 1	21,6	16	Парафиновый воск, температура расплавления 69°C (32,4)	PFPE (10) фторированный полимер (4)	Графит (5) Фторид графита (4)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (5) добавка	0	нет	1,35	1,16	70
Соответствующий изобретению Пример настоящего изобретения 2	17	12,2	Парафиновый воск, температура расплавления 69°C (36,8)	PFPE (10) фторированный полимер (7)	Графит (10)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (5) фосфит алюминия (2)	0	нет	1,39	0,79	66
Соответствующий изобретению Пример настоящего изобретения 3	22	21	Парафиновый воск, температура расплавления 69°C (31)	PFPE (10) фторированный полимер (4)	PFPE (10)	Фосфит алюминия (2)	0	нет	1,05	1,39	74
Соответствующий изобретению Пример настоящего изобретения 4	26	16	Парафиновый воск, температура расплавления 69°C (37)	PFPE (9) фторированный полимер (4)	Графит (5) Фторид графита (4)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (3) Фосфит алюминия (5)	0	нет	1,63	1,14	79
Соответствующий изобретению Пример настоящего изобретения 5	21,6	16	Полиэтиленовый воск, температура расплавления 110°C (32,4)	PFPE (10) фторированный полимер (4)	Графит (5) Фторид графита (4)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (5) Фосфит алюминия (2)	0	нет	1,35	1,16	70

Соответствующий изобретению Пример настоящего изобретения	6	20,5	19,5	Полиэтиленовый воск, температура плавления 78°C (36)	PPPE (8)	Графит (7)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (3) Фосфит алюминия (4)	Тальк, размер частиц 3,3 мкм, удельная площадь поверхности 12,0 м <sup>2</sup> /г (5) 9,5 м <sup>2</sup> /г (2)	нет	1,05	1,11	76
Соответствующий изобретению Пример настоящего изобретения	7	20,5	19,5	Полиэтиленовый воск, температура плавления 78°C (33)	PPPE (8)	Графит (7)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (3) Фосфит алюминия (4)	Тальк, размер частиц 3,3 мкм, удельная площадь поверхности 12,0 м <sup>2</sup> /г (5)	нет	1,05	1,21	73
Соответствующий изобретению Пример настоящего изобретения	8	20,5	19,5	Полиэтиленовый воск, температура плавления 78°C (32)	PPPE (8)	Графит (7)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (3) Фосфит алюминия (4)	Тальк, размер частиц 8,0 мкм, удельная площадь поверхности 7,0 м <sup>2</sup> /г (6)	нет	1,05	1,25	72
Сравнительный Пример 1	0	19	Карнаубский воск (15)	Поли тетрафтор-этилен (2)	Фторид графита (7) BN (1)	Проводное сульфоната кальция (30)	0	Другие (остальное количество)	0	1,27	34	
Сравнительный Пример 2	0	0	Карнаубский воск (15)	0	Фторид графита (3,5) Триоксид висмута (5)	Проводное сульфоната кальция (40)	0	Другие (остальное количество)	0	0,60	24	
Сравнительный Пример 3	13,5	15	Парафиновый воск, температура плавления 69°C (26,5)	PPPE (10) фторированный полимер (4)	Графит (5) Фторид графита (4)	Проводное сульфоната кальция (15) Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (5) Фосфит алюминия (2)	0	нет	0,9	1,08	55	

Сравнительный Пример 4	25,5	14	Парафиновый воск, температура расплавления 69°C (31,5)	PFPE (10) фторируемый полимер (4)	Графит (5) Фторид графита (4)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (5) Фосфит алюминия (2)	0	нет	1,82	1,25	71
Сравнительный Пример 5	13,5	10	Парафиновый воск, температура расплавления 69°C (46,5)	PFPE (10) фторируемый полимер (4)	Графит (5) Фторид графита (4)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (5) Фосфит алюминия (2)	0	нет	1,35	0,51	70
Сравнительный Пример 6	27	20	Парафиновый воск, температура расплавления 69°C (23)	PFPE (10) фторируемый полимер (4)	Графит (5) Фторид графита (4)	Кремнезем, подвергнутый ионному обмену на кальций (5) Фосфит алюминия (2)	0	нет	1,35	2,04	70

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения был следующим. Следует отметить, что как было описано выше, если конкретно не оговорено иное, содержание (%) указывает массовый процент.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 21,6%;

полиолефиновая смола - 16%;

воск (парафиновый воск, температура плавления 69°C) - 32,4%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 10%;

фторируемый полимер: 4%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 5%;

фторид графита (CFx): 4%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Ca-ионному обмену кремнезем - 5%;

фосфит алюминия - 2%.

Для соответствующего изобретению примера 1 настоящего изобретения испытание на многократные свинчивание и развинчивание (скорость свинчивания 10 об/мин, крутящий момент свинчивания 42,8 кН·м) выполняли 10 раз на резьбовом соединении при низкой температуре приблизительно -40°C. Более конкретно, испытание на свинчивание и развинчивание выполняли после охлаждения наружной части резьбового крепежного участка сухим льдом до температуры приблизительно -40°C. Результаты показали, что даже при охлаждении до -40°C отслаивание или растрескивание твердого смазочного покрытия не происходили. Было исследовано состояние фрикционной коррозии контактных поверхностей ниппеля и муфты после повторяющегося свинчивания (число раз, когда свинчивание могло бы быть выполнено без возникновения фрикционной коррозии (вплоть до максимальных 10 раз); следует отметить, что когда возникала небольшая фрикционная коррозия, которая могла бы быть отремонтирована, выполняли ремонт и продолжали свинчивание). Результаты показаны в табл. 2 как состояние возникающей фрикционной коррозии. Было найдено, что, когда результат выполнения испытания на свинчивание и развинчивание во второй и последующий раз после охлаждения до температуры -40°C был таким же, как в первый раз, фрикционная коррозия не происходила, и затягивание и ослабление могли бы быть выполнены 10 раз.



Сравнительные Примеры	1	o	o	o	Δ	Δ	x	-	-	-	-	Малое количество ржавчины после 1000 часов	1500	900	Малая степень отслаивания покрытия	-
	4	o	o	o	o	o	o	o	o	o	o	Нет ржавчины	5800	3750	Нет отслаивания покрытия	-
	5	o	o	o	o	o	o	o	Δ	Δ	Δ	Нет ржавчины	5500	1500	Слабое отслаивание покрытия	-
	6	o	o	o	o	o	o	o	o	o	o	Нет ржавчины	5000	3550	Нет отслаивания покрытия	120
	7	o	o	o	o	o	o	o	o	o	o	Нет ржавчины	4800	3330	Нет отслаивания покрытия	145
8	o	o	o	o	o	o	o	o	o	o	Нет ржавчины	4300	3120	Нет отслаивания покрытия	180	

2	o	o	o	o	Δ	Δ	x	-	-	-	Малое количество ржавчины после 1001 часа	1600	950	Малая степень отслаивания покрытия	-
3	o	o	o	o	Δ	Δ	x	-	-	-	Нет ржавчины	2400	920	Малая степень отслаивания покрытия	-
4	o	Δ	Δ	x	-	-	-	-	-	-	Нет ржавчины	4720	1410	Слабое отслаивание покрытия	-
5	o	Δ	x	-	-	-	-	-	-	-	Нет ржавчины	1880	730	Высокая степень отслаивания покрытия	-
6	o	o	Δ	Δ	x	-	-	-	-	-	Нет ржавчины	5800	1100	Малая степень отслаивания покрытия	-

Примечание:

1) o: нет возникновения фрикционной коррозии; Δ: слабое проявление фрикционной коррозии (дефект, вызванный фрикционной коррозией, был устранен, и свинчивание было возможным); x: возникновение значительной фрикционной коррозии (отремонтировать невозможно); -: испытание было прекращено.

2) Пригодно для практического применения, если ржавчина не появляется после 750 ч.

3) Слабое: площадь отслаивания <1%.

Малая степень: процентная доля площади отслаивания 5-10%.

Высокая степень: процентная доля площади отслаивания >10%.

Как показано в табл. 2, испытание в соляном тумане выполняли в соответствии с Японским промышленным стандартом JIS Z2371:2000. Результат показал, что ржавление не происходило в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения даже после 1000 ч. Следует отметить, что в отношении данного испытания из прошлого практического опыта известно, что если испытательный образец не имеет ржавчины после 750 ч, характеристика долговременного предотвращения коррозии на реальной трубе является надлежащей.

Кроме того, выполнили испытание на сдвиг для измерения адгезионной прочности твердого смазочного покрытия в условиях, в которых температурой окружающей среды была нормальная температура (приблизительно 25°C) и -40°C. Конкретный метод выполнения испытания на сдвиг будут описан ниже со ссылкой на фиг. 4.

Сначала приготовили две металлических пластины (например, пластины из углеродистой стали) 28 и 30, каждая из которых имела длину 75 мм, ширину 25 мм и толщину 0,8 мм, и между двумя металлическими пластинами в области 25×25 мм сформировали твердое смазочное покрытие 32, имеющее толщину 50 мкм. Более конкретно, листы 34 и 36, выполненные из PTFE, имеющие толщину 50 мкм, вставили на предварительные заданные положения между металлическими пластинами 28 и 30, как листы для регулирования толщины покрытия, и после нанесения покрытия из композиции для твердого смазочного покрытия, которая была нагрета до температуры 120°C, две металлических пластины прижали друг к другу (по вертикальному направлению на фиг. 4), и охладили, чтобы тем самым сформировать покрытие 32.

Затем листы 34 и 36 из PTFE удалили, один конец каждой из металлических пластин 28 и 30 зажали с использованием подходящих зажимов 38 и 40, всю конструкцию поместили внутрь камеры 42, которая схематически иллюстрирована в Фиг. 4, и конструкцию выдерживали внутри камеры 42 при температуре 25°C или -40°C. В этом состоянии зажимы 38 и 40 перемещали со скоростью 50 мм/мин по противоположным относительно друг друга направлениям в продольном направлении металлических пластин (то есть, направлениям, по которым сдвиговые усилия действуют на покрытие 32), и измеряли нагрузку F (кПа), когда покрытие 32 разрывалось. Результат показан в табл. 2. Было подтверждено, что адгезионная прочность в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения была заметно выше как при 25°C, так и при -40°C, по сравнению с традиционными сравнительными примерами 1 и 2, которые описываются позже. Нижний допустимый предел ("испытание выдержано") адгезионной прочности был принят на уровне 1500 кПа или более как при 25°C, так и при -40°C.

Кроме того, исследовали степень повреждения твердого смазочного покрытия, когда его подвергли воздействию окружающей среды вне помещения после того, как выдерживали при холодной температуре в течение предварительно заданного времени (испытание на воздействие низкотемпературной среды вне помещения) в отношении резьбового соединения (муфты), на котором было сформировано такое же твердое смазочное покрытие, как покрытие, когда выполняли испытание на свинчивание и развинчивание. Более конкретно, как схематически иллюстрировано в технологической блок-схеме на фиг. 5, сначала выполняли проверку для подтверждения, что не было отслаивания или растрескивания твердого смазочного покрытия на резьбовом соединении в первоначальном состоянии (стадия S1). Затем резьбовое соединение в течение 24 ч подвергали воздействию низкой температуры -60°C в состоянии, в котором к резьбовому соединению был присоединен протектор (стадия S2). После этого протектор удалили, и проверили состояние отслаивания или растрескивания (стадия S3). Затем протектор присоединили к резьбовому соединению, и резьбовое соединение опять подвергали воздействию в течение 24 ч низкой температуры -60°C (стадия S4). После этого протектор удалили, и проверили состояние отслаивания или растрескивания (стадия S5). Наконец, резьбовое соединение оставили вне помещения на один год, на протяжении которого времени резьбовое соединение обильно обливали водой с регулярными интервалами (один раз в день) (стадия S6). Затем исследовали состояние отслаивания и растрескивания, обусловленное низкотемпературным повреждением, то есть, в циклах воздействия низкотемпературной окружающей среды, твердого смазочного покрытия на резьбовом соединении (стадия S7).

Результаты вышеописанного испытания на воздействие низкотемпературной среды вне помещения показаны в табл. 2. Было найдено, что в отношении Соответствующего изобретению примера 1 настоящего изобретения, даже когда воздействие продолжалось в целом на протяжении 48 ч при низкой температуре -60°C, и к тому же с подверганием перепаду температур между низкой температурой и температурой окружающей среды, не происходило растрескивание, отслаивание или набухание (поднятие покрытия) твердого смазочного покрытия после выдерживания вне помещения в течение одного года. Следует отметить, что табл. 2 показывает результаты вышеописанного состояния с возникновением фрикционной коррозии, испытания в соляном тумане, испытания на сдвиг и испытания на воздействие низкотемпературной среды вне помещения для каждого из соответствующего изобретению примера 1 настоящего изобретения и соответствующих изобретению примеров 2-8 настоящего изобретения и сравнительных примеров 1-6, которые описываются позже.

Пример 2.

Следующую поверхностную обработку выполнили на поверхности ниппеля и поверхности муфты резьбового соединения, изготовленного из углеродистой стали, которая была такой же, как использованная в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения.



Поверхность ниппеля подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 мин в цинк-фосфатный раствор при температуре от 75 до 85°C, с образованием цинк-фосфатного покрытия с толщиной 8 мкм (поверхностная шероховатость 8 мкм). Кроме того, покровную композицию, приготовленную добавлением 0,05 части по массе фосфита алюминия в качестве антикоррозионной добавки и 0,01 части по массе полиэтиленового воска в качестве смазочного материала, к одной части по массе смолы, содержащейся в составе покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на основе акриловой смолы, нанесли как композицию для формирования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на цинк-фосфатное покрытие на поверхности ниппеля, и облучали ультрафиолетовым излучением в следующих условиях для отверждения покрытия и образования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, имеющего толщину 25 мкм. Полученное твердое антикоррозионное покрытие было бесцветным и прозрачным, и части с наружной резьбой можно было обследовать невооруженным глазом или с помощью увеличительного стекла с места над покрытием.

УФ-лампа: ртутная лампа с воздушным охлаждением.

Выходная мощность УФ-лампы: 4 кВт.

Длина волны ультрафиолетового излучения: 260 нм.

Поверхность муфты подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого подвергли электролитическому плакированию сначала в условиях нанесения Ni способом гальваностегии, и затем плакированием Cu-Sn-Zn-сплавом, с образованием плакирующего покрытия, имеющего общую толщину 8 мкм. После этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенный перемешивающим устройством, чтобы привести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 50 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в соответствующем изобретению примере 2 настоящего изобретения был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 17%;

полиолефиновая смола - 12,2%;

воск (парафиновый воск, температура плавления 69°C) - 36,8%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 10%;

фторированный полимер - 7%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм): 10%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Ca-ионному обмену кремнезем - 5%;

фосфит алюминия - 2%.

Для соответствующего изобретению примера 2 настоящего изобретения проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для соответствующего изобретению примера 2 настоящего изобретения в табл. 2. Результаты подтвердили, что были получены разнообразные превосходные эффекты, подобные таким в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения.

Пример 3.

В отношении резьбы такого же типа, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения, поверхность ниппеля и поверхность муфты резьбового соединения (наружный диаметр 24,448 см (9<sup>5</sup>/<sub>8</sub> дюйма), толщина стенки 1,105 см (0,435 дюйма)), выполненного из 13Cr-стали (C: 0,19%, Si: 0,25%, Mn: 0,9%, P: 0,02%, S: 0,01%, Cu: 0,04%, Ni: 0,11%, Cr: 13%, Mo: 0,04%, остальное количество: железо и примеси), которая более чувствительна к фрикционной коррозии, чем углеродистая сталь, подвергли следующей поверхностной обработке.

Поверхность ниппеля подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого покровную композицию, приготовленную добавлением 0,05 части по массе триполифосфата алюминия в качестве антикоррозионной добавки и 0,01 части по массе полиэтиленового воска в качестве смазочного материала, и 0,003 части по массе флуоресцентного пигмента, к одной части по массе смолы, содержащейся в составе покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на основе акриловой смолы, нанесли как композицию для формирования покрытия из

отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на цинк-фосфатное покрытие на поверхности ниппеля, и облучали ультрафиолетовым излучением в нижеследующих условиях для отверждения покрытия и образования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, имеющего толщину 25 мкм. Полученное твердое антикоррозионное покрытие было бесцветным и прозрачным, и части с наружной резьбой можно было обследовать невооруженным глазом или с помощью увеличительного стекла с места над покрытием.

УФ-лампа: ртутная лампа с воздушным охлаждением.

Выходная мощность УФ-лампы: 4 кВт.

Длина волны ультрафиолетового излучения: 260 нм.

Поверхность муфты подвергли чистой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм) и после этого подвергли электролитическому плакированию сначала в условиях нанесения Ni способом гальваностегии, и затем плакированием Cu-Sn-Zn-сплавом, с образованием плакирующего покрытия, имеющего общую толщину 8 мкм. После этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенный перемешивающим устройством, чтобы привести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 25 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в соответствующем изобретению примере 3 настоящего изобретения был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 22%;

полиолефиновая смола - 21%;

воск (парафиновый воск, температура плавления 69°C) - 31%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 10%;

фторированный полимер - 4%.

Твердый смазочный материал:

PTFE: 10%.

Антикоррозионная добавка:

фосфит алюминия: 2%.

Для соответствующего изобретению примера 3 настоящего изобретения проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для соответствующего изобретению примера 3 настоящего изобретения в табл. 2. Результаты подтвердили, что были получены разнообразные превосходные эффекты, подобные таким в соответствующих изобретению примерах 1 и 2 настоящего изобретения.

Пример 4.

С использованием резьбового соединения такого же типа и марки стали, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения, ниппель и муфту подвергли предварительной кондиционирующей обработке, описанной в соответствующем изобретению примере 2 настоящего изобретения, и после этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенный перемешивающим устройством, чтобы образовать композицию, имеющую основу в расплавленном состоянии с пригодной для нанесения покрытия вязкостью. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 30 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в соответствующем изобретению примере 4 настоящего изобретения был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 26%;

полиолефиновая смола - 16%;

воск (парафиновый воск, температура плавления 69°C) - 37%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 9%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 5%;

фторид графита (CFx): 4%.

Антикоррозионная добавка:

фосфит алюминия - 3%.

Для соответствующего изобретению примера 4 настоящего изобретения проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для соответствующего изобретению примера 4 настоящего изобретения в табл. 2. Результаты подтвердили, что были получены разнообразные превосходные эффекты, подобные таким в соответствующих изобретению примерах 1-3 настоящего изобретения.

Пример 5.

С использованием резьбового соединения такого же типа и марки стали, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения, ниппель и муфту подвергли предварительной кондиционирующей обработке, описанной в соответствующем изобретению примере 2 настоящего изобретения, и после этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенный перемешивающим устройством, чтобы образовать композицию, имеющую основу в расплавленном состоянии с пригодной для нанесения покрытия вязкостью. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 30 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в соответствующем изобретению примере 5 настоящего изобретения был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 21,6%;

полиолефиновая смола: 16%;

воск (полиэтиленовый воск, температура плавления 110°C) - 32,4%;

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 10%;

фторированный полимер - 4%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 5%;

фторид графита (CFx) - 4%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Са-ионному обмену кремнезем - 5%;

фосфит алюминия - 2%.

Для соответствующего изобретению примера 5 настоящего изобретения проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для соответствующего изобретению примера 5 настоящего изобретения в табл. 2. По сравнению с соответствующими изобретению примерами 3 и 4 настоящего изобретения, возможно, вследствие того, что сумма массовых долей связующего материала составляла низкое количество в 70%, хотя адгезионная прочность в испытании на сдвиг при температуре 25°C была надлежащей, адгезионная прочность в испытании на сдвиг при температуре -40°C была до некоторой степени низкой. В соответствующем изобретению примере 5 настоящего изобретения возросла разница между адгезионной прочностью вблизи нормальной температуры и адгезионной прочностью в среде с очень низкой температурой. Кроме того, хотя фрикционная коррозия не возникала вплоть до седьмого затягивания в испытании на свинчивание и развинчивание при температуре -40°C, небольшая фрикционная коррозия проявлялась на резьбовых частях на восьмом свинчивании, и эта фрикционная коррозия была устранена, и испытание было завершено до десятого свинчивания. Кроме того, в отношении также испытания на воздействие низкотемпературной среды вне помещения, хотя растрескивание или отслаивание не происходило, даже когда резьбовое соединение подвергали воздействию низкой температуры, и подвергали воздействию перепада температур между низкой температурой и температурой окружающей среды, было обнаружено, что слабое отслаивание (поднятие покрытия) твердого смазочного покрытия происходило после испытания на воздействие среды вне помещения в течение одного года. Однако отслаивание было на уровне, который не составлял проблемы при реальном применении.

Пример 6.

С использованием резьбового соединения такого же типа и марки стали, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения, ниппель и муфту подвергли предварительной конди-

ционирующей обработке, описанной в соответствующем изобретении примере 2 настоящего изобретения, и после этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенный перемешивающим устройством, чтобы образовать композицию, имеющую основу в расплавленном состоянии с пригодной для нанесения покрытия вязкостью. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 30 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в соответствующем изобретении примере 6 настоящего изобретения был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 20,5%;

полиолефиновая смола: 19,5%;

воск (полиэтиленовый воск, температура расплавления 78°C) - 36%;

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 8%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 7%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Са-ионному обмену кремнезем - 3%;

фосфит алюминия: 4%;

Модификатор трения:

тальк (размер частиц 4,5 мкм, удельная площадь поверхности 9,5 м<sup>2</sup>/г) - 2%.

Размер частиц талька определили вышеописанным путем с использованием лазерного дифракционного анализатора размера частиц (производства фирмы Shimadzu Corp., SALD-2000J). Удельную площадь поверхности талька измерили вышеописанным методом.

Для соответствующего изобретению примера 6 настоящего изобретения проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для соответствующего изобретению примера 6 настоящего изобретения в табл. 2. Результаты подтвердили, что были получены разнообразные превосходные эффекты, подобные таким в соответствующих изобретению примерах 1-4 настоящего изобретения.

Для соответствующего изобретению примера 6 настоящего изобретения также измерили разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на заплечике следующим образом. Приготовили образец резьбового соединения, и затянули с использованием подходящего динамометрического ключа. После затяжки опять прилагали крутящий момент для выполнения свинчивания, и затем построили график крутящего момента, иллюстрированный на фиг. 6. Крутящий момент на заплечике, крутящий момент на пределе текучести, и разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на заплечике были измерены на графике крутящего момента. Крутящий момент на заплечике представляет собой значение крутящего момента в то время, когда заплечиковые участки приходят в контакт, и изменение крутящего момента начинало отходить от первой линейной области (область упругой деформации). Напротив, крутящий момент на пределе текучести представляет собой значение крутящего момента в то время, когда начинается отделение от второй линейной области, которая имеет место после достижения крутящего момента на заплечике. Результат показан в строке для соответствующего изобретению примера 6 настоящего изобретения в табл. 2. Когда разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на заплечике в Соответствующем изобретению примере 3 настоящего изобретения принимают за 100, разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на заплечике в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения составляет 120, показывая превосходную характеристику чрезмерного крутящего момента.

Пример 7.

С использованием резьбового соединения такого же типа и марки стали, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения, ниппель и муфту подвергли предварительной кондиционирующей обработке, описанной в соответствующем изобретению примере 2 настоящего изобретения, и после этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенный перемешивающим устройством, чтобы образовать композицию, имеющую основу в расплавленном состоянии с пригодной для нанесения покрытия вязкостью. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного

покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 30 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в соответствующем изобретению примере 7 настоящего изобретения был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 20,5%;

полиолефиновая смола: 19,5%;

воск (полиэтиленовый воск, температура плавления 78°C) - 33%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 8%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 7%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Са-ионному обмену кремнезем - 3%;

фосфит алюминия: 4%.

Модификатор трения:

тальк (размер частиц 3,3 мкм, удельная площадь поверхности 12,0 м<sup>2</sup>/г) - 5%.

Размер частиц и удельную площадь поверхности талька измерили таким же методом, как в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения.

Для соответствующего изобретению примера 7 настоящего изобретения проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для соответствующего изобретению примера 7 настоящего изобретения в табл. 2. Результаты подтвердили, что были получены разнообразные превосходные эффекты, подобные таким в соответствующих изобретению примерах 1-4 настоящего изобретения и в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения.

Для соответствующего изобретению примера 7 настоящего изобретения также измерили разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запяточке таким же методом, как в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения. Результат показан в строке для соответствующего изобретению примера 7 настоящего изобретения в табл. 2. Когда разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запяточке в соответствующем изобретению примере 3 настоящего изобретения принимают за 100, разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запяточке в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения составляет 145, показывая превосходную характеристику чрезмерного крутящего момента.

Пример 8.

С использованием резьбового соединения такого же типа и марки стали, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения, ниппель и муфту подвергли предварительной кондиционирующей обработке, описанной в соответствующем изобретению примере 2 настоящего изобретения, и после этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенный перемешивающим устройством, чтобы образовать композицию, имеющую основу в расплавленном состоянии с пригодной для нанесения покрытия вязкостью. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 30 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в соответствующем изобретению примере 8 настоящего изобретения был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 20,5%;

полиолефиновая смола - 19,5%;

воск (полиэтиленовый воск, температура плавления 78°C) - 32%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 8%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 7%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Са-ионному обмену кремнезем - 3%;

фосфит алюминия: 4%.

Модификатор трения:

тальк (размер частиц 8,0 мкм, удельная площадь поверхности 7,0 м<sup>2</sup>/г) - 6%.

Размер частиц и удельную площадь поверхности талька измерили таким же методом, как в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения.

Для соответствующего изобретению примера 8 настоящего изобретения проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для соответствующего изобретению примера 8 настоящего изобретения в табл. 2. Результаты подтвердили, что были получены разнообразные превосходные эффекты, подобные таким в соответствующих изобретению примерах 1-4 настоящего изобретения и в соответствующих изобретению примерах 6-7 настоящего изобретения.

Для соответствующего изобретению примера 8 настоящего изобретения также измерили разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запяточке таким же методом, как в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения. Результат показан в строке для соответствующего изобретению примера 8 настоящего изобретения в табл. 2. Когда разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запяточке в Соответствующем изобретению примере 3 настоящего изобретения принимают за 100, разность между крутящим моментом на пределе текучести и крутящим моментом на запяточке в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения составляет 180, показывая превосходную характеристику чрезмерного крутящего момента.

Сравнительный пример 1.

На поверхности ниппеля и поверхности муфты резьбового соединения, выполненного из углеродистой стали, которая была такой же, как сталь, использованная в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения, выполнили следующую поверхностную обработку.

Поверхность ниппеля подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 мин в цинк-фосфатный раствор при температуре от 75 до 85°C, с образованием цинк-фосфатного покрытия с толщиной 10 мкм (поверхностная шероховатость 8 мкм). Поверхность муфты подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 мин в марганец-фосфатный раствор при температуре от 80 до 95°C с образованием марганец-фосфатного покрытия (поверхностная шероховатость 10 мкм) с толщиной 12 мкм.

Композицию для формирования твердого смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 130°C внутри резервуара, оснащенного перемешивающим устройством, чтобы привести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость, и после того, как поверхность ниппеля и поверхность муфты, которые были подвергнуты вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, были предварительно нагреты до температуры 140°C индукционным нагревом, композицию для формирования твердого смазочного покрытия, описанную в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения в табл. 1, имеющую базовую смолу в расплавленном состоянии, нанесли как на поверхность ниппеля, так и на поверхность муфты, с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности ниппеля и на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 50 мкм.

Композицию, соответствующую "Примеру", описанному на странице 18 патентного документа 3, использовали в качестве состава композиции для формирования смазочного покрытия в сравнительном примере 1.

Для сравнительного примера 1 проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для сравнительного примера 1 в табл. 2. Хотя фрикционная коррозия не возникала до третьего свинчивания, небольшая фрикционная коррозия проявлялась на резьбовых частях при четвертом свинчивании, и эта фрикционная коррозия была отремонтирована, и испытание было продолжено до пятого свинчивания. Однако на шестом свинчивании фрикционная коррозия возникала до такой степени, что не могла бы быть устранена, и поэтому испытание было прекращено.

Было найдено, что со стандартным твердым смазочным покрытием, как используемым в сравнительном примере 1, даже если испытание на свинчивание и развинчивание могло бы быть выполнено 5 раз при температуре окружающей среды (от -10 до 30°C), эта характеристика значительно снижалась при -40°C. Кроме того, хотя практически не возникало проблем в отношении испытания в соляном тумане, небольшое количество ржавчины возникало к моменту 1000 ч. То есть, было обнаружено, что изобретение согласно настоящей заявке также значительно улучшает характеристику сопротивления коррозии по сравнению с прототипом. Также было показано, что адгезионная прочность в испытании на сдвиг была значительно более низкой, чем в соответствующих изобретению примерах настоящего изобретения, и, в частности, адгезионная прочность при температуре -40°C имела очень низкое значение, менее 1000 кПа.

Кроме того, в отношении сравнительного примера 1, в испытании на воздействие низкотемператур-

ной среды вне помещения, когда протектор удаляли при температуре окружающей среды после того, как резьбовое соединение было подвергнуто воздействию в течение 24 ч среды с низкой температурой  $-60^{\circ}\text{C}$ , происходило слабое отслаивание покрытия. Кроме того, когда резьбовое соединение опять подвергали воздействию температуры  $-60^{\circ}\text{C}$  в течение 24 ч, площадь отслаивания возрастала, и наблюдалось отслаивание (поднятие покрытия) от 5 до 10% твердого смазочного покрытия после того, как резьбовое соединение было подвергнуто воздействию среды вне помещения в течение одного года.

Сравнительный пример 2.

На поверхности ниппеля и поверхности муфты резьбового соединения, выполненного из углеродистой стали, которая была такой же, как сталь, использованная в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения, выполнили следующую поверхностную обработку таким же путем, как в сравнительном примере 1.

Поверхность ниппеля подвергли чистой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 мин в цинк-фосфатный раствор при температуре от  $75$  до  $85^{\circ}\text{C}$ , с образованием цинк-фосфатного покрытия с толщиной 10 мкм (поверхностная шероховатость 8 мкм). Поверхность муфты подвергли чистой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 минут в марганец-фосфатный раствор при температуре от  $80$  до  $95^{\circ}\text{C}$  с образованием марганец-фосфатного покрытия (поверхностная шероховатость 10 мкм) с толщиной 12 мкм.

Композицию для формирования твердого смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры  $130^{\circ}\text{C}$  внутри резервуара, оснащенного перемешивающим устройством, чтобы привести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость, и после того, как поверхность ниппеля и поверхность муфты, которые были подвергнуты вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, были предварительно нагреты до температуры  $140^{\circ}\text{C}$  индукционным нагревом, композицию для формирования твердого смазочного покрытия, описанную в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения в табл. 1, имеющую базовую смолу в расплавленном состоянии, нанесли как на поверхность ниппеля, так и на поверхность муфты, с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности ниппеля и на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 50 мкм.

Для формирования смазочного покрытия в сравнительном примере 2 в качестве состава композиции использовали композицию согласно "Соответствующему изобретению примеру 1 настоящего изобретения", описанному на страницах 20-21 патентного документа 4.

Для сравнительного примера 2 проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для сравнительного примера 2 в табл. 2. Хотя фрикционная коррозия не возникала до четвертого свинчивания, небольшая фрикционная коррозия проявлялась на резьбовых частях при пятом свинчивании, и эта фрикционная коррозия была отремонтирована, и испытание было продолжено до шестого свинчивания. Однако на седьмом свинчивании фрикционная коррозия возникла до такой степени, что не могла бы быть устранена, и поэтому испытание было прекращено.

Было найдено, что со стандартным твердым смазочным покрытием, как используемым в сравнительном примере 2, даже если испытание на свинчивание и развинчивание могло бы быть выполнено 10 раз при температуре окружающей среды (от  $-10$  до  $30^{\circ}\text{C}$ ), эта характеристика значительно снижалась при  $-40^{\circ}\text{C}$ . Кроме того, хотя практически не возникало проблем в отношении испытания в соляном тумане, небольшое количество ржавчины возникало к моменту 1000 часов. То есть, было обнаружено, что изобретение согласно настоящей заявке также значительно улучшает характеристику сопротивления коррозии по сравнению с прототипом. Также было найдено, что адгезионная прочность в испытании на сдвиг была значительно более низкой, чем в соответствующих изобретении примерах настоящего изобретения, и, в частности, адгезионная прочность при температуре  $-40^{\circ}\text{C}$  имела очень низкое значение, менее 1000 кПа.

Кроме того, в отношении сравнительного примера 2, в испытании на воздействие низкотемпературной среды вне помещения, когда протектор удаляли при температуре окружающей среды после того, как резьбовое соединение было подвергнуто воздействию в течение 24 ч среды с низкой температурой  $-60^{\circ}\text{C}$ , происходило слабое отслаивание покрытия. Кроме того, когда резьбовое соединение опять подвергали воздействию температуры  $-60^{\circ}\text{C}$  в течение 24 ч, площадь отслаивания возрастала, и наблюдалось отслаивание (поднятие покрытия) от 5 до 10% твердого смазочного покрытия после того, как резьбовое соединение было подвергнуто воздействию среды вне помещения в течение одного года.

Сравнительный пример 3.

На поверхности ниппеля и поверхности муфты резьбового соединения, выполненного из углеродистой стали, которая была такой же, как сталь, использованная в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения, выполнили следующую поверхностную обработку таким же путем, как в соответствующем изобретении примере 2 настоящего изобретения.

Поверхность ниппеля подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 мин в цинк-фосфатный раствор при температуре от 75 до 85°C, с образованием цинк-фосфатного покрытия с толщиной 8 мкм (поверхностная шероховатость 8 мкм). Кроме того, покровную композицию, приготовленную добавлением 0,05 части по массе фосфита алюминия в качестве антикоррозионной добавки и 0,01 части по массе полиэтиленового воска в качестве смазочного материала, к одной части по массе смолы, содержащейся в составе покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на основе акриловой смолы, нанесли как композицию для формирования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на цинк-фосфатное покрытие на поверхности ниппеля, и облучали ультрафиолетовым излучением в следующих условиях для отверждения покрытия и образования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, имеющего толщину 25 мкм. Полученное твердое антикоррозионное покрытие было бесцветным и прозрачным, и части с наружной резьбой можно было обследовать невооруженным глазом или с помощью увеличительного стекла с места над покрытием.

УФ-лампа: ртутная лампа с воздушным охлаждением.

Выходная мощность УФ-лампы: 4 кВт.,

Длина волны ультрафиолетового излучения: 260 нм.

Поверхность муфты подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого подвергли электролитическому плакированию сначала в условиях нанесения Ni способом гальваностегии, и затем плакированием Cu-Sn-Zn-сплавом, с образованием плакирующего покрытия, имеющего общую толщину 8 мкм. После этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенном перемешивающим устройством, чтобы привести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 35 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в сравнительном примере 3 был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 13,5%;

полиолефиновая смола - 15%;

воск (парафиновый воск, температура плавления 69°C) - 26,5%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 10%;

фторированный полимер - 4%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 5%;

фторид графита (CFx): 4%.

Антикоррозионная добавка:

производное сульфоната кальция - 15%.

подвергнутый Ca-ионному обмену кремнезем - 5%;

фосфит алюминия - 2%.

Для сравнительного примера 3 проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретении примера 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для сравнительного примера 3 в табл. 2. Хотя фрикционная коррозия не возникла вплоть до четвертого свинчивания, небольшая фрикционная коррозия проявлялась на резьбовых частях при пятом свинчивании, и эта фрикционная коррозия была отремонтирована, и испытание было продолжено до шестого свинчивания. Однако на седьмом свинчивании фрикционная коррозия возникла до такой степени, что не могла бы быть устранена, и поэтому испытание было прекращено.

Также было найдено, что адгезионная прочность в испытании на сдвиг была значительно более низкой, чем в соответствующих изобретении примерах настоящего изобретения, и, в частности, адгезионная прочность при температуре -40°C имела очень низкое значение, менее 1000 кПа. Кроме того, в испытании на воздействие низкотемпературной среды вне помещения наблюдалось отслаивание (поднятие покрытия) от 5 до 10% твердого смазочного покрытия после того, как резьбовое соединение было подвергнуто воздействию среды вне помещения в течение одного года.

Таким образом, было найдено, что, когда отношение EVA/ПО составляет менее 1,0, и сумма массовых долей связующего материала составляет 60% или менее, адгезионная прочность является заметно более низкой при температуре -40°C, в частности, и в результате этого не только испытание на воздейст-



вие низкотемпературной среды вне помещения приводит к отслаиванию покрытия, но также значительно снижается и устойчивость к фрикционной коррозии во время испытания на свинчивание и развинчивание.

Сравнительный пример 4.

На поверхности ниппеля и поверхности муфты резьбового соединения, выполненного из углеродистой стали, которая была такой же, как сталь, использованная в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения, выполнили следующую поверхностную обработку подобным путем, как в соответствующем изобретении примере 2 настоящего изобретения.

Поверхность ниппеля подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 мин в цинк-фосфатный раствор при температуре от 75 до 85°C, с образованием цинк-фосфатного покрытия с толщиной 8 мкм (поверхностная шероховатость 8 мкм). Кроме того, покровную композицию, приготовленную добавлением 0,05 части по массе фосфита алюминия в качестве антикоррозионной добавки и 0,01 части по массе полиэтиленового воска в качестве смазочного материала, к одной части по массе смолы, содержащейся в составе покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на основе акриловой смолы, нанесли как композицию для формирования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на цинк-фосфатное покрытие на поверхности ниппеля, и облучали ультрафиолетовым излучением в следующих условиях для отверждения покрытия и образования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, имеющего толщину 25 мкм. Полученное твердое антикоррозионное покрытие было бесцветным и прозрачным, и части с наружной резьбой можно было обследовать невооруженным глазом или с помощью увеличительного стекла с места над покрытием.

УФ-лампа: ртутная лампа с воздушным охлаждением.

Выходная мощность УФ-лампы: 4 кВт.

Длина волны ультрафиолетового излучения: 260 нм.

Поверхность муфты подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого подвергли электролитическому плакированию сначала в условиях нанесения Ni способом гальваностегии, и затем плакированием Cu-Sn-Zn-сплавом, с образованием плакирующего покрытия, имеющего общую толщину 8 мкм. После этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенном перемешивающим устройством, чтобы привести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 35 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в сравнительном примере 4 был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 25,5%;

полиолефиновая смола - 14%;

воск (парафиновый воск, температура плавления 69°C) - 31,5%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 10%;

фторируемый полимер - 4%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 5%;

фторид графита (CFx) - 4%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Ca-ионному обмену кремнезем - 5%;

фосфит алюминия - 2%.

Для сравнительного примера 4 проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для сравнительного примера 4 в табл. 2. Хотя фрикционная коррозия не возникла при первом свинчивании, небольшая фрикционная коррозия проявлялась на резьбовых частях при втором свинчивании, и эта фрикционная коррозия была отремонтирована, и испытание было продолжено до третьего свинчивания. Однако на четвертом свинчивании фрикционная коррозия возникла до такой степени, что не могла бы быть устранена, и поэтому испытание было прекращено.

Для сравнительного примера 4 также было найдено, что адгезионная прочность в испытании на сдвиг была значительно более низкой, чем в соответствующих изобретениях примерах настоящего изобретения, и, в частности, адгезионная прочность при температуре -40°C была низкой. Однако поскольку

сравнительный пример 4 проявлял высокую адгезионную прочность по сравнению со сравнительными примерами 1-3, в испытании на воздействие низкотемпературной среды вне помещения после выдерживания вне помещения в течение одного года степень отслаивания (поднятие покрытия) твердого смазочного покрытия, которое происходило, оставалось на уровне менее 1%. Однако было найдено, что, когда отношение EVA/ПО составляет более 1,8, устойчивость к фрикционной коррозии во время испытания на свинчивание и развинчивание снижается. Как предполагается, это обусловлено тем, что покрытие становится жестким, когда отношение EVA/ПО составляет более 1,8, и тем самым сопротивление скольжению повышается и препятствует проявлению смазывающей способности.

Сравнительный пример 5.

На поверхности ниппеля и поверхности муфты резьбового соединения, выполненного из углеродистой стали, которая была такой же, как сталь, использованная в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения, выполнили следующую поверхностную обработку подобным путем, как в соответствующем изобретении примере 2 настоящего изобретения.

Поверхность ниппеля подвергли чистой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 мин в цинк-фосфатный раствор при температуре от 75 до 85°C, с образованием цинк-фосфатного покрытия с толщиной 8 мкм (поверхностная шероховатость 8 мкм). Кроме того, покровную композицию, приготовленную добавлением 0,05 части по массе фосфита алюминия в качестве антикоррозионной добавки и 0,01 части по массе полиэтиленового воска в качестве смазочного материала, к одной части по массе смолы, содержащейся в составе покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на основе акриловой смолы, нанесли как композицию для формирования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на цинк-фосфатное покрытие на поверхности ниппеля, и облучали ультрафиолетовым излучением в следующих условиях для отверждения покрытия и образования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, имеющего толщину 25 мкм. Полученное твердое антикоррозионное покрытие было бесцветным и прозрачным, и части с наружной резьбой можно было обследовать невооруженным глазом или с помощью увеличительного стекла с места над покрытием.

УФ-лампа: ртутная лампа с воздушным охлаждением.

Выходная мощность УФ-лампы: 4 кВт.

Длина волны ультрафиолетового излучения: 260 нм.

Поверхность муфты подвергли чистой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого подвергли электролитическому плакированию сначала в условиях нанесения Ni способом гальваностегии, и затем плакированием Cu-Sn-Zn-сплавом, с образованием плакирующего покрытия, имеющего общую толщину 8 мкм. После этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры 120°C в резервуаре, оснащенном перемешивающим устройством, чтобы привести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры 130°C индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 35 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в сравнительном примере 5 был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 13,5%;

полиолефиновая смола - 10%;

воск (парафиновый воск, температура плавления 69°C) - 46,5%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 10%;

фторированный полимер: 4%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 5%;

фторид графита (CFx): 4%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Ca-ионному обмену кремнезем - 5%;

фосфит алюминия - 2%.

Для сравнительного примера 5 проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для сравнительного примера 5 в табл. 2. Хотя фрикционная коррозия не возникла при первом свинчивании, небольшая фрикционная коррозия проявлялась на резьбовых частях при втором свинчивании, и эта фрикционная коррозия была отремонтирована, и испытание

было продолжено. Однако при третьем свинчивании фрикционная коррозия возникала до такой степени, что не могла бы быть устранена, и поэтому испытание было прекращено.

Для сравнительного примера 5 также было найдено, что адгезионная прочность в испытании на сдвиг была значительно более низкой, чем в соответствующих изобретению примерах настоящего изобретения, и, в частности, адгезионная прочность при температуре  $-40^{\circ}\text{C}$  была низкой. Кроме того, в испытании на воздействие низкотемпературной среды вне помещения, когда удаляли протектор при температуре окружающей среды после выдерживания резьбового соединения под воздействием температуры  $-60^{\circ}\text{C}$  в течение 24 ч, происходило слабое отслаивание покрытия. Кроме того, когда резьбовое соединение опять подвергали воздействию температуры  $-60^{\circ}\text{C}$  в течение 24 ч, площадь отслаивания возрастала, и отслаивание (поднятие покрытия) свыше 10% твердого смазочного покрытия наблюдалось после того, как резьбовое соединение выдерживали вне помещения в течение одного года.

Когда отношение  $(\text{EVA}+\text{PO})/\text{W}$  составляет менее 0,7, как в сравнительном примере 5, общая адгезионная прочность снижается, и, в частности, имеется заметное снижение адгезионной прочности при температуре  $-40^{\circ}\text{C}$ . В результате этого было найдено, что заметно отслаивание покрытия, вызванное испытанием на низкотемпературное воздействие вне помещения, и значительно снижается также устойчивость к фрикционной коррозии во время испытания на свинчивание и развинчивание. Как предполагается, причина этого состоит в том, что когда отношение  $(\text{EVA}+\text{PO})/\text{W}$  составляет менее 0,7, покрытие становится слишком мягким, и поэтому снижается адгезионная прочность до предельной степени, и к тому же смазывающая способность не может поддерживаться во время испытания на многократное свинчивание и развинчивание.

Сравнительный пример 6.

На поверхности ниппеля и поверхности муфты резьбового соединения, выполненного из углеродистой стали, которая была такой же, как сталь, использованная в соответствующем изобретении примере 1 настоящего изобретения, выполнили следующую поверхностную обработку подобным путем, как в соответствующем изобретении примере 2 настоящего изобретения.

Поверхность ниппеля подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого погрузили на 10 минут в цинк-фосфатный раствор при температуре от  $75$  до  $85^{\circ}\text{C}$ , с образованием цинк-фосфатного покрытия с толщиной 8 мкм (поверхностная шероховатость 8 мкм). Кроме того, покровную композицию, приготовленную добавлением 0,05 части по массе фосфита алюминия в качестве антикоррозионной добавки и 0,01 части по массе полиэтиленового воска в качестве смазочного материала, к одной части по массе смолы, содержащейся в составе покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на основе акриловой смолы, нанесли как композицию для формирования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы на цинк-фосфатное покрытие на поверхности ниппеля, и облучали ультрафиолетовым излучением в следующих условиях для отверждения покрытия и образования покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, имеющего толщину 25 мкм. Полученное твердое антикоррозионное покрытие было бесцветным и прозрачным, и части с наружной резьбой можно было обследовать невооруженным глазом или с помощью увеличительного стекла с места над покрытием.

УФ-лампа: ртутная лампа с воздушным охлаждением.

Выходная мощность УФ-лампы: 4 кВт.

Длина волны ультрафиолетового излучения: 260 нм.

Поверхность муфты подвергли чистовой обработке на шлифовальном станке (поверхностная шероховатость 3 мкм), и после этого подвергли электролитическому плакированию сначала в условиях нанесения Ni способом гальваностегии, и затем плакированием Cu-Sn-Zn-сплавом, с образованием плакирующего покрытия, имеющего общую толщину 8 мкм. После этого композицию для формирования смазочного покрытия, имеющую нижеследующий состав, нагревали до температуры  $120^{\circ}\text{C}$  в резервуаре, оснащенный перемешивающим устройством, чтобы привести композицию в расплавленное состояние, имеющее пригодную для нанесения покрытия вязкость. После того, как поверхность муфты, которая была подвергнута вышеописанной предварительной кондиционирующей обработке, также была предварительно нагрета до температуры  $130^{\circ}\text{C}$  индукционным нагревом, расплавленную композицию для формирования твердого смазочного покрытия нанесли на поверхность предварительно нагретой муфты с использованием пульверизатора, имеющего распылительную головку с функцией поддержания температуры. После охлаждения на поверхности муфты сформировалось твердое смазочное покрытие, имеющее среднюю толщину 35 мкм.

Состав композиции для формирования смазочного покрытия в Сравнительном Примере 6 был следующим.

Связующий материал:

этилен-винилацетатная смола - 27%;

полиолефиновая смола - 20%;

воск (парафиновый воск, температура плавления  $69^{\circ}\text{C}$ ) - 23%.

Фторсодержащая добавка:

PFPE (простой перфторполиэфир) - 10%;

фторированный полимер - 4%.

Твердый смазочный материал:

аморфный графит (средний размер частиц 7 мкм) - 5%.

фторид графита (CFx) - 4%.

Антикоррозионная добавка:

подвергнутый Са-ионному обмену кремнезем - 5%;

фосфит алюминия - 2%.

Для сравнительного примера 6 проводили испытание на многократные свинчивание и развинчивание резьбового соединения таким же путем, как в соответствующем изобретению примере 1 настоящего изобретения. Результаты показаны в строке для сравнительного примера 6 в табл. 2. Хотя фрикционная коррозия не возникла вплоть до второго свинчивания, небольшая фрикционная коррозия проявлялась на резьбовых частях при третьем свинчивании, и эта фрикционная коррозия была отремонтирована, и испытание было продолжено до четвертого свинчивания. Однако при пятом свинчивании фрикционная коррозия возникла до такой степени, что не могла бы быть устранена, и поэтому испытание было прекращено.

Кроме того, было найдено, что адгезионная прочность при температуре  $-40^{\circ}\text{C}$  в испытании на сдвиг была значительно более низкой, чем в соответствующих изобретению примерах настоящего изобретения. Кроме того, разница между адгезионной прочностью при близкой к нормальной температуре и адгезионной прочностью в среде с очень низкой температурой была заметно большой. В испытании на воздействие низкотемпературной среды вне помещения, когда удаляли протектор при температуре окружающей среды после выдерживания резьбового соединения под воздействием температуры  $-60^{\circ}\text{C}$  в течение 24 ч, происходило слабое отслаивание покрытия. Кроме того, когда резьбовое соединение опять подвергали воздействию температуры  $-60^{\circ}\text{C}$  в течение 24 ч, площадь отслаивания возрастала, и отслаивание (поднятие покрытия) от 5 до 10% твердого смазочного покрытия наблюдалось после того, как резьбовое соединение выдерживали вне помещения в течение одного года.

Было найдено, что, когда отношение  $(\text{EVA}+\text{PO})/\text{W}$  составляет значительно более 1,6, как в сравнительном примере 6, адгезионная прочность при температуре  $-40^{\circ}\text{C}$  снижается, и вследствие отслаивания покрытия во время воздействия низкой температуры при испытании на воздействие низкотемпературной среды вне помещения также значительно снижается устойчивость к фрикционной коррозии во время испытания на свинчивание и развинчивание. Как предполагается, причина этого состоит в том, что покрытие становится твердым, когда отношение  $(\text{EVA}+\text{PO})/\text{W}$  составляет более 1,6, и хотя адгезионная прочность при температуре окружающей среды повышается, проявляется незначительное улучшение адгезионной прочности при  $-40^{\circ}\text{C}$ , и поскольку сопротивление скольжению возрастает и препятствует проявлению смазывающей способности, устойчивость к фрикционной коррозии во время испытания на свинчивание и развинчивание является низкой.

Хотя в вышеуказанных примерах было описано резьбовое соединение для трубы или трубопровода с наружным диаметром 24,448 см ( $9\frac{5}{8}$  дюйма), было подтверждено, что подобные благоприятные эффекты также получаются в отношении резьбовых соединений с наружными диаметрами от  $2\frac{3}{8}$  дюйма до 14 дюймов (6,03-35,56 см), марок стали от углеродистой стали до 13Cr-стали, и даже высоколегированной стали (например, 25Cr-стали), и резьбовых соединений разнообразных типов (интегральных соединений, таких как VAM(R)-соединение, VAM(R)TOP-серия, и VAM(R)SLIJ II, которые производятся фирмой Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation).

#### **Испытание на скольжение плоских пластин**

Испытание на скольжение плоских пластин выполняли для исследования взаимосвязи между содержанием талька в твердом смазочном покрытии и коэффициентом трения, когда свинчивают резьбовое соединение. Более конкретно, использовали устройство, иллюстрированное на фиг. 6. Фиг. 6 представляет изображение, который иллюстрирует общий вид испытания на скольжение плоских пластин для измерения коэффициента трения. Стальные пластины 51, показанные на фиг. 6, были выполнены из 13Cr-стали, которая является такой же, как сталь, использованная в соответствующем изобретению примере 3 настоящего изобретения, и имели ширину 10 мм и длину 25 мм. Стальная пластина 52 была изготовлена из такой же 13Cr-стали, как в соответствующем изобретению примере 3 настоящего изобретения. На поверхности стальной пластины 52 было сформировано покрытие из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы способом, подобным нанесению покрытия из отверждаемой ультрафиолетовым излучением смолы, образованного на поверхности ниппеля в соответствующем изобретению примере 3 настоящего изобретения. Твердое смазочное покрытие 53 было сформировано на поверхности каждой из стальных пластин 51 после того, как поверхность была подвергнута плакированию Cu-Sn-Zn-сплавом, подобно поверхности муфты в соответствующем изобретению примере 3 настоящего изобретения. Составы композиции твердого смазочного покрытия 53 были такими же, как твердое смазочное покрытие в соответствующем изобретению примере 6 настоящего изобретения, за исключением содержания талька, и только содержание талька варьировало между 1 и 20%. Стальная пластина 52 была установлена в устройстве так, чтобы она размещалась между двумя стальными пластинами 51 по вертикальному направлению, и один конец стальной пластины 52 был зажат с использованием подходящего зажима 54. Сталь-

ная пластина 52 скользила в горизонтальном направлении в состоянии, в котором давление Р прилагалось по вертикальному направлению к плоским лицевым поверхностям стальной пластины. Давление Р при вертикальном направлении составляло 17,5 кгс/мм<sup>2</sup> относительно стальных пластин 51 и 52. Дистанция скольжения стальной пластины 52 составляла 50 мм, и скорость скольжения составляла 10 мм/с. Коэффициент трения становился постоянным после того, как после начала скольжения проходили приблизительно 10 с. Коэффициент трения измеряли в момент времени, в который после начала скольжения истекли приблизительно 30 с. Результаты показаны в Таблице 3.

Таблица 3

Содержание талька в твердом смазочном покрытии (%)	Коэффициент трения (μ)
1,0	0,09
2,0	0,28
3,3	0,30
4,5	0,31
8,0	0,32
10,0	0,34
13,0	0,35
15,0	0,36
17,0	0,47
20,0	0,58

Фиг. 8 иллюстрирует соотношение между содержанием талька в твердом смазочном покрытии и коэффициентом трения. Со ссылкой на табл. 3 и фиг. 8, было найдено, что, когда содержание талька в твердом смазочном покрытии составляло от 2 до 15% по массе, коэффициент трения стабильно переходил от 0,30 до 0,35. Считается, что, когда содержание талька в твердом смазочном покрытии составляет от 2 до 15% по массе, коэффициент трения может поддерживаться на надлежащем уровне, даже если давление на поверхности раздела относительно радиального направления в резьбовом соединении является высоким. Когда содержание талька составляло свыше 15% по массе, коэффициент трения значительно возрастал. Поскольку фрикционная коррозия происходит, если коэффициент трения слишком высок, существенное повышение коэффициента трения не является предпочтительным. Соответственно этому, пригодным является содержание талька 15% по массе или менее.

Хотя настоящее изобретение было описано выше в отношении вариантов осуществления, которые в данное время представляются предпочтительными, настоящее изобретение не ограничивается раскрытыми выше вариантами осуществления. Можно сделать вариации в пределах области, которая не противоречит технической концепции изобретения, которая следует из пунктов формулы изобретения и всего описания в целом, и резьбовое соединение, в котором предусматриваются такие изменения, должно пониматься как входящее в пределы технической области настоящего изобретения.

#### Промышленная применимость

Настоящее изобретение не ограничивается стальными трубами, описанными в примерах, и также может быть применено к резьбовым соединениям, применяемым для труб, которые используются для иной цели, нежели трубы для нефтяных скважин.

Список условных обозначений:

- 2 - стальная труба;
- 4 - участок наружной резьбы;
- 6 - ниппель;
- 8 - соединительный фитинг;
- 10 - участок внутренней резьбы;
- 12 - муфта;
- 14, 16 - уплотнительный участок;
- 18, 20 - заплечиковый участок;
- 22 - сталь;
- 24 - твердое смазочное покрытие;
- 26 - покрытие, образованное предварительной кондиционирующей обработкой.

#### ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Композиция для формирования твердого смазочного покрытия на резьбовом соединении для трубы или трубопровода, отличающаяся тем, что включает связующее, перфторполиэфир на жидкостной основе,

- твердую смазку и антикоррозионную добавку; причем связующее включает этилен-винилацетатную смолу, полиолефиновую смолу, выбранную из группы, состоящей из полиэтилена и полипропилена и воск, выбранный из группы, состоящей из животного воска, растительного воска, минерального воска, оксидного воска, воска из синтеза Фишера-Тропша, амидного воска и отвержденного касторового масла, имеющий температуру расплавления 110°C или менее;
- отношение массы этилен-винилацетатной смолы к массе полиолефиновой смолы составляет от 1,0 до 1,8 и
- отношение совокупной массы полиолефиновой смолы и этилен-винилацетатной смолы к массе воска составляет от 0,7 до 1,6.
2. Композиция по п.1, отличающаяся тем, что включает от 60 до 80% по массе связующего, от 8 до 18% по массе перфторполиэфира на жидкостной основе, от 5 до 15% по массе твердой смазки и от 2 до 10% по массе антикоррозионной добавки.
3. Композиция по п.1 или 2, дополнительно включающая от 2 до 15% по массе талька.
4. Композиция по п.3, отличающаяся тем, что размер частиц талька составляет от 1 до 12 мкм и удельная площадь поверхности талька составляет от 4 до 12 м<sup>2</sup>/г.
5. Резьбовое соединение для трубы или трубопровода, содержащее ниппель и муфту, отличающееся тем, что
- каждое из ниппеля и муфты содержит контактную поверхность, включающую взаимно контактирующую часть, и резьбовое соединение для трубы или трубопровода содержит твердое смазочное покрытие на контактной поверхности по меньшей мере одного из ниппеля и муфты;
- причем твердое смазочное покрытие содержит связующее, перфторполиэфир на жидкостной основе, твердую смазку и антикоррозионную добавку; причем связующее содержит этилен-винилацетатную смолу, полиолефиновую смолу, выбранную из группы, состоящей из полиэтилена и полипропилена и воск, выбранный, состоящей из животного воска, растительного воска, минерального воска, оксидного воска, воска из синтеза Фишера-Тропша, амидного воска и отвержденного касторового масла, имеющий температуру расплавления 110°C или менее;
- отношение массы этилен-винилацетатной смолы к массе полиолефиновой смолы составляет от 1,0 до 1,8 и
- отношение совокупной массы полиолефиновой смолы и этилен-винилацетатной смолы к массе воска составляет от 0,7 до 1,6.
6. Резьбовое соединение для трубы или трубопровода по п.5, отличающееся тем, что твердое смазочное покрытие включает от 60 до 80% по массе связующего, от 8 до 18% по массе перфторполиэфира на жидкостной основе, от 5 до 15% по массе твердой смазки и от 2 до 10% по массе антикоррозионной добавки.
7. Резьбовое соединение для трубы или трубопровода по п.5 или 6, отличающееся тем, что твердое смазочное покрытие дополнительно включает от 2 до 15% по массе талька.
8. Резьбовое соединение для трубы или трубопровода по п.7, отличающееся тем, что размер частиц талька составляет от 1 до 12 мкм и удельная площадь поверхности талька составляет от 4 до 12 м<sup>2</sup>/г.
9. Резьбовое соединение для трубы или трубопровода по любому из пп.5-8, дополнительно включающее твердое антикоррозионное покрытие, включающее отверждаемую ультрафиолетовым излучением смолу,
- отличающееся тем, что твердое смазочное покрытие формируют на контактной поверхности одного из ниппеля и муфты и твердое антикоррозионное покрытие формируют на контактной поверхности другого из ниппеля и муфты.
10. Резьбовое соединение для трубы или трубопровода по п.9, отличающееся тем, что толщина твердого антикоррозионного покрытия составляет от 5 до 50 мкм.
11. Резьбовое соединение для трубы или трубопровода по любому из пп.5-10, отличающееся тем, что толщина твердого смазочного покрытия составляет от 10 до 200 мкм.
12. Резьбовое соединение для трубы или трубопровода по любому из пп.5-11, отличающееся тем, что резьбовое соединение для трубы или трубопровода используется для трубы в нефтяной скважине.

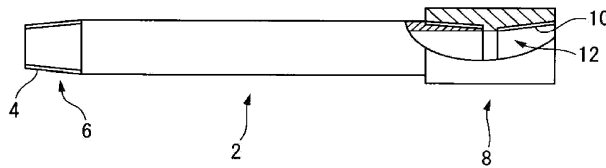
13. Способ изготовления резьбового соединения для трубы или трубопровода, содержащего ниппель и муфту, причем каждое из ниппеля и муфты содержит контактную поверхность, включающую взаимно контактирующую часть, причем резьбовое соединение для трубы или трубопровода дополнительно содержит твердое смазочное покрытие на контактной поверхности по меньшей мере одного из ниппеля и муфты, причем способ включает стадию, на которой наносят композицию по любому из пп.1-4 на контактную поверхность с образованием твердого смазочного покрытия на контактной поверхности.

14. Способ изготовления резьбового соединения для трубы или трубопровода по п.13, отличающийся тем, что на стадии формирования твердого смазочного покрытия формируют твердое смазочное покрытие на контактной поверхности одного из ниппеля и муфты,

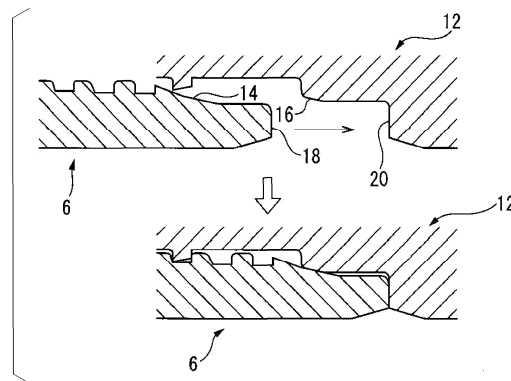
причем способ дополнительно включает

стадию, на которой наносят композицию для твердого антикоррозионного покрытия, включающую отверждаемую ультрафиолетовым излучением смолу, на контактную поверхность другого из ниппеля и муфты, и

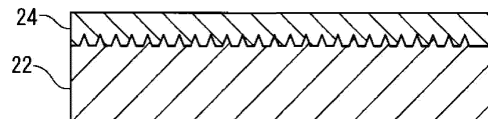
стадию, в которой облучают ультрафиолетовым излучением композицию для твердого антикоррозионного покрытия, которая нанесена, с образованием твердого антикоррозионного покрытия.



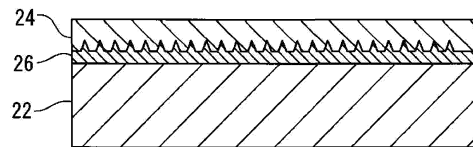
Фиг. 1



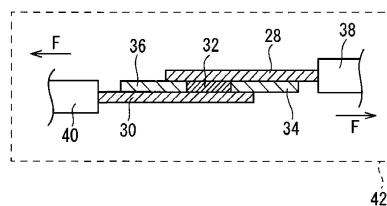
Фиг. 2



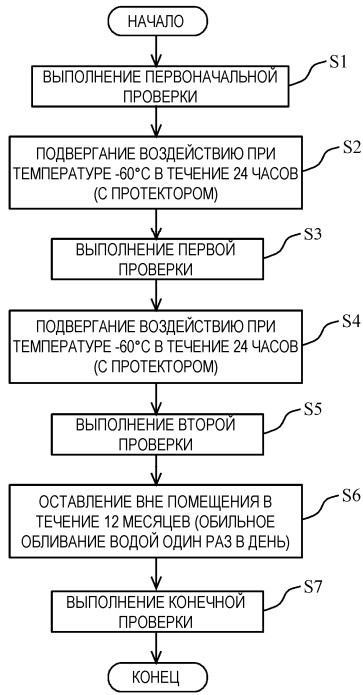
Фиг. 3А



Фиг. 3В



Фиг. 4



Фиг. 5

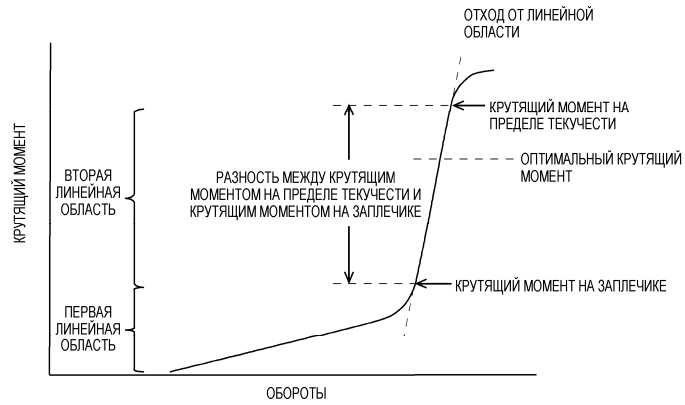
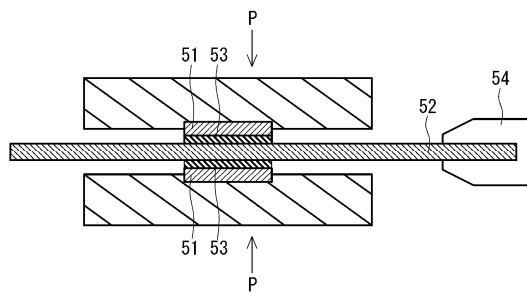


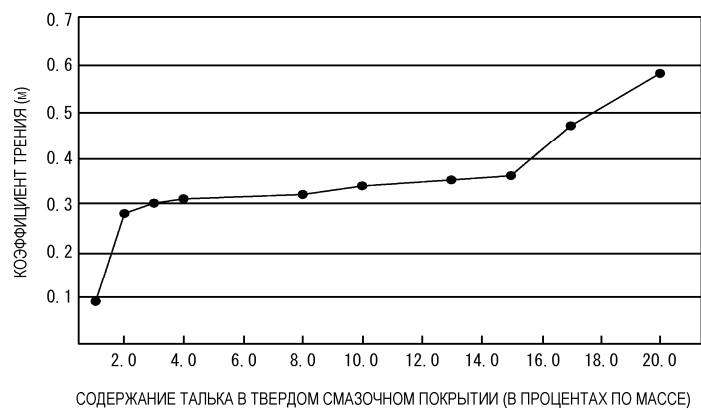
ГРАФИК КРУТЯЩЕГО МОМЕНТА ВО ВРЕМЯ СВИНЧИВАНИЯ

Фиг. 6



Фиг. 7





Фиг. 8

