



(10) **DE 695 27 635 T4** 2010.10.28

(12) **Berichtigte Übersetzung der geänderten
europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 786 616 B2**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **695 27 635.2**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/JP95/02034**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **95 933 616.5**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 1996/010710**

(86) PCT-Anmeldetag: **04.10.1995**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **11.04.1996**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **30.07.1997**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **31.07.2002**

(97) Veröffentlichungstag

des geänderten Patents beim EPA: **11.02.2009**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **28.10.2010**

(51) Int Cl.⁸: **F16L 15/00** (2006.01)

B32B 15/08 (2006.01)

B05D 7/14 (2006.01)

F16L 15/04 (2006.01)

E21B 17/042 (2006.01)

C23C 22/18 (2006.01)

C23C 22/83 (2006.01)

Patentschrift wurde im Einspruchsverfahren geändert

(30) Unionspriorität:

23985094 **04.10.1994** **JP**

23985194 **04.10.1994** **JP**

4324595 **02.03.1995** **JP**

4324695 **02.03.1995** **JP**

(73) Patentinhaber:

NSCT Preinium Tublars B.V., Amsterdam, NL

(74) Vertreter:

Vossius & Partner, 81675 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB, IT

(72) Erfinder:

TSURU, Eiji, Kitakyushu-shi, Fukuoka 804, JP;
OKA, Masaharu, Kitakyushu-shi, Fukuoka 804, JP;
NAGAYOSHI, Haruyuki, Kitakyushu-shi, Fukuoka
804, JP; NAKASHIMA, Akira, Kitakyushu-shi,
Fukuoka 804, JP; HIGUTI, Seijun, Kitakyushu-shi,
Fukuoka 804, JP; INOUE, Ryusuke,
Kitakyushu-shi, Fukuoka 803, JP; AKIYAMA,
Toshio, Shimotsuga-gun, Tochigi 329-01, JP;
SAGARA, Kazumi, Sashima-gun, Ibaraki 306-04,
JP

(54) Bezeichnung: **STAHLROHRKUPPLUNG MIT ERHÖHTER BESTÄNDIGKEIT GEGEN ABREIBUNGSVER-
SCHLEISS UND IHR VERFAHREN ZUR OBERFLÄCHENBEHANDLUNG**

Die berichtigte Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 4 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden.
Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Fachgebiet

[0001] Die Erfindung betrifft eine Schraubkupplung bzw. -verbindung, deren Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß auch dann hoch ist, wenn sie im schmiermittellosen Zustand verwendet wird. Insbesondere betrifft die Erfindung eine Schraubkupplung, die bei der Gewinnung von Rohöl zum Verbinden von Ölbohrlochstahlrohren verwendet wird und außerdem nach der Gewinnung von Rohöl zum Verbinden von Stahlrohren in einer Fernleitung zum Transport von Rohöl verwendet wird, und die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß der Schraubkupplung ist auch dann hoch, wenn sie im schmiermittellosen Zustand verwendet wird, d. h. in dem Zustand, wo kein Schmiermittel auf die Schraubkupplung aufgebracht wird, die wiederholt festgezogen und gelöst wird. Die Erfindung betrifft außerdem ein Verfahren zur Oberflächenbehandlung der Schraubkupplung von Stahlrohren.

Hintergrund

[0002] Im allgemeinen werden Schraubkupplungen für die Rohre und die Futterrohre verwendet, wenn ein Ölbohrloch gebohrt wird. Wenn diese Schraubkupplungen in einer echten Umgebung verwendet werden, wirkt auf sie eine zusammengesetzte Kraft, einschließlich eines inneren und äußeren Druckes, einer Axialkraft und einer Biegekraft. Demzufolge dürfen diese Schraubkupplungen auch dann nicht undicht sein oder beschädigt werden, wenn die zusammengesetzte Kraft auf sie wirkt. Wenn dagegen die Stahlrohre und die Futterrohre in ein Ölbohrloch eingesetzt werden, werden die Schraubkupplungen zum Verbinden der Ölbohrlochrohre gelöst, nachdem sie einmal festgezogen worden sind. Im allgemeinen ist es nach API (American Petroleum Institute) erwünscht, daß auch dann kein Abreibungsverschleiß an den Schraubkupplungen auftritt, wenn die Rohre zehnmal festgezogen und gelöst werden und die Futterrohre dreimal festgezogen und gelöst werden. Um die oben genannten Anforderungen zu erfüllen, ist es gegenwärtig üblich, daß die Schraubkupplungen festgezogen werden, nachdem ein in API BUL5A2 gefordertes Compoundfett auf die Kupplungen aufgebracht worden ist. In diesem Fall stellt das Compoundfett die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß und eine Verbesserung der Dichtungseigenschaften der Schraubkupplungen sicher.

[0003] Um die Dichtungseigenschaften der Schraubkupplungen weiter zu verbessern, sind spezielle Schraubkupplungen mit einem Kontaktabschnitt, in dem Metall mit Metall in Kontakt kommt, d. h. hochwertige Kupplungen aktiv entwickelt worden. Wie in den geprüften japanischen Patentveröffentlichungen 59-44 552 und 5-41 876 offenbart, sind hochwertige Kupplungen mit Dichtteilen verschiedener Formen erfunden worden. Nach den oben genannten Erfindungen werden die Gasdichtungseigenschaften der oben genannten Kupplungen bis auf die gleiche Stufe wie die Streckgrenze des Stahlrohres erhöht. Um jedoch die Dichtungseigenschaften weiter zu erhöhen, muß ein Oberflächendruck, der höher ist als die Streckgrenze des Ursprungsmetalls, auf den Metallkontaktabschnitt der Schraubkupplung ausgeübt werden. Demzufolge tritt mitunter ein irreparabler Abreibungsverschleiß in der Schraubkupplung auf. Deshalb haben die Erfinder die Verhinderung des Abreibungsverschleißes aktiv untersucht.

[0004] Es sind verschiedene Maßnahmen vorgesehen, die das Auftreten von Abreibungsverschleiß verhindern, was nachstehend beschrieben wird. Ein Compound- bzw. Verbindungsfett enthält zweckmäßigerweise ein Pulver aus einem Schwermetall, z. B. Zink, Blei oder Kupfer; als Alternative enthält das Compoundfett zweckmäßigerweise ein Pulver aus einer anorganischen Verbindung, z. B. Glimmer; eine Form des Dichtteils ist so konstruiert, daß der lokale Oberflächendruck auf die Schraubkupplung reduziert werden kann, wie in den ungeprüften japanischen Patentveröffentlichungen 62-209 291 und 4-277 392 offenbart; eine Charakteristik der Dichtfläche wird gesteuert, wie in der geprüften japanischen Gebrauchsmusterveröffentlichung 6-713 offenbart; und die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß wird durch eine Oberflächenbehandlung an der Schraubkupplung verbessert, wie in der geprüften japanischen Patentveröffentlichung 3-78 517 und in den ungeprüften japanischen Patentveröffentlichungen 5-117 870, 62-258 283, 60-26 659, 58-31 097, 58-17 285, 61-124 792 und 61-136 087 offenbart. Die oben erwähnten Techniken wirken entsprechend, um das Auftreten von Abreibungsverschleiß zu verhindern. Besonders wenn eine geeignete Oberflächenbehandlung an der Schraubkupplung erfolgt und ein geeignetes Compoundfett verwendet wird, um die Schraubkupplung zu beschichten, kann die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß auf eine so hohe Stufe erhöht werden, daß sie praktisch verwendet werden kann.

[0005] Nach der geprüften japanischen Patentveröffentlichung 3-78 517 werden die Schraubkupplungen, die für Stahlrohre zum Bohren eines Ölbohrlochs verwendet werden, mit einer Harzbeschichtung beschichtet, in der Molybdändisulfidpulver dispergiert und vermischt ist. Nach der in der oben genannten Patentveröffentli-

chung offenbarten Technik wird die Harzüberschicht in einem Bereich innerhalb der Oberflächenrauigkeit eines Abschnitts gebildet, in dem Metall mit Metall in Kontakt kommt. Bei der oben genannten Technik geht es um das Aufbringen des Compoundfettes, das heißt, das Ziel der oben genannten Technik ist es, Compoundfett in die kleinen Zwischenräume einzuschließen, die durch Unregelmäßigkeiten auf der Oberfläche der Schraubkupplung gebildet werden. Wenn die Schraubkupplung im schmiermittellosen Zustand festgezogen wird, kommt demzufolge Metall selektiv mit Metall in Kontakt. Deshalb kann keine stabile Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß erreicht werden. Ferner geht es bei der oben genannten Technik nicht um eine Oberflächenvorbehandlung zur Verhinderung der mit der Zeit eintretenden Qualitätsverschlechterung, sondern nur um die Oberflächenrauigkeit. Deshalb kann mit der oben genannten Technik keine stabile Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß über eine lange Zeitperiode erreicht werden.

[0006] Ferner offenbart die ungeprüfte japanische Patentveröffentlichung 6-10 154 eine Technik, bei der eine Beziehung zwischen der größten Oberflächenrauigkeit vor einer Oberflächenbehandlung und der Dicke einer Oberflächenbeschichtung festgelegt ist. Es ist jedoch eine Aufgabe der oben genannten Technik, die Dichtungseigenschaften dadurch zu verbessern, daß ein Zwischenraum, der zwischen Metall und Metall im Metallkontaktabschnitt entsteht, reduziert wird. In der oben genannten Patentveröffentlichung wird die Wirkung von Compoundfett beschrieben, jedoch nicht die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß im schmiermittellosen Zustand beschrieben. Wie oben beschrieben, kann durch die in dem Beispiel beschriebene Metalloberflächenbehandlung keine Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß im schmiermittellosen Zustand erreicht werden.

[0007] In diesem Zusammenhang ist in jüngster Zeit Fett untersucht worden, das auf Schraubkupplungen aufgebracht werden kann. In den ungeprüften japanischen Patentveröffentlichungen 63-210 487 und 6-11 078 ist offenbart, daß sich das Betriebsverhalten eines Fettes verschlechtert, wenn hoher Druck auf das auf eine Schraubkupplung aufgebrachte Fett im Verfahren des Schließens der Schraubkupplung ausgeübt wird, d. h. im Verfahren des Festziehens der Schraubkupplung. Ferner werden Umweltprobleme beschrieben, die durch Schwermetall verursacht werden, das im Compoundfett enthalten ist. Deshalb wird versucht, ein Compoundfett zu entwickeln, das kein Schwermetall enthält, und dieses auf den Markt zu bringen. Nach API RP5C5, die 1991 in Kraft trat, wird gefordert, die Wirkungen zu bewerten, die durch eine Fettmenge und einen auf das Schmiermittel ausgeübten Druck entstehen. Wenn, was die Sache noch schlimmer macht, ein Compoundfett vor Ort aufgebracht wird, verschlechtern sich die Arbeitsumweltbedingungen, und gleichzeitig wird die Arbeitseffektivität herabgesetzt. Angesichts der oben genannten Umstände muß eine epochemachende Schraubkupplung bereitgestellt werden, mit der eine Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß ohne Verwendung eines Compoundfettes sichergestellt werden kann. Trotz der oben genannten Umstände ist es unvermeidlich, ein Compoundfett zu verwenden, wenn eine Schraubkupplung verbunden wird. Der Grund dafür ist, daß die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß sich stark verschlechtert, wenn die Schraubkupplung im schmiermittellosen Zustand verbunden wird.

[0008] In US-A-4 692 988 wird die Verwendung von Molybdändisulfid als Festschmiermittel beschrieben, das auf eine Schraubkupplung aufzubringen ist, und dann wird die Schraubkupplung mit PTFE eingefast, und außerdem wird ein Verfahren zum Aufbringen von PTFE durch einen Träger beschrieben. Es wird anerkannt, daß die oben beschriebene Technik bestimmte Wirkungen haben kann, wenn sie bei einer Schraubkupplung zusammen mit einem flüssigen Schmiermittel verwendet wird. Wenn die oben genannte Technik im schmiermittellosen Zustand verwendet wird, was letztlich die Aufgabe der Erfindung ist, kann die oben genannte Technik keine ausreichende Wirkung haben. Der Grund dafür wird nachstehend beschrieben. Insbesondere wenn eine Schraubkupplung dicht verschlossen wird, erfolgen wiederholt Gleitbewegungen in der Schraubkupplung, während ein Oberflächendruck, der größer ist als die Streckgrenze des Rohrkörpers, auf die Schraubkupplung ausgeübt wird. Deshalb tritt im Gewindeabschnitt der Kupplung Abreibungsverschleiß auf.

[0009] Um die oben beschriebenen Probleme zu lösen, haben die Erfinder der vorliegenden Erfindung Untersuchungen zur Oberflächenvorbehandlung durchgeführt und schließlich ein Mittel zur Erreichung der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß im schmiermittellosen Zustand gefunden. Das Mittel wird nachstehend beschrieben. Nachdem der Dichtungsabschnitt und der Gewindeabschnitt der Schraubkupplung einer entsprechenden Behandlung zur Phosphatbeschichtung unterzogen worden sind, wird eine feste Schmiermittelbeschichtung auf die Phosphatbeschichtung aufgebracht.

[0010] US-A-4 414 247 offenbart ein Beispiel, in dem ein festes Schmiermittel auf eine Schraubkupplung auf die gleiche Weise wie oben beschrieben aufgebracht wird. Erfindungsgemäß wird, nachdem eine Schraubkupplung der Sandstrahlvorbehandlung der Oberfläche unterzogen worden ist, Molybdändisulfid auf die Kupplung zusammen mit einem Harz aufgebracht und auf dieser durch Erwärmung gehärtet. Wenn die Sandstrahlvorbehandlung der Oberfläche an der Kupplung durchgeführt wird, kann jedoch keine ausreichend hohe Be-

ständigkeit gegen Abreibungsverschleiß im schmiermittellosen Zustand erreicht werden. Wenn dagegen die Kupplung einer Phosphatbeschichtungsbehandlung unterzogen wird, tritt auch im schmiermittellosen Zustand kein Abreibungsverschleiß auf, wie in dem Beispiel beschrieben, und die Kupplung kann mehr als zehnmals geschlossen und getrennt werden.

[0011] Der Grund, warum die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß durch die Phosphatbildungsüberzugschicht verbessert werden kann, wird nachstehend beschrieben. Unregelmäßigkeiten und Hohlräume, die auf der Phosphatbildungsüberzugschicht ausgebildet sind, verbessern die Ankerwirkung des Harzes. Deshalb verbleibt, auch nachdem eine Gleitbewegung wiederholt erfolgt ist, eine dünne Schmiermittelbeschichtung auf einer Oberfläche der Phosphatbildungsüberzugschicht.

Erfindungsgemäßer Aufbau

[0012] Um die oben genannten Probleme zu lösen, haben die Erfinder der vorliegenden Erfindung gewissenhafte Untersuchungen angestellt. Eine Aufgabe der Erfindung ist es, eine Stahlrohrkupplung mit einer hohen Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß und außerdem ein Oberflächenbehandlungsverfahren dafür bereitzustellen. Erfindungsgemäß kann eine Stahlrohrkupplung mit einer hohen Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß ohne Verwendung eines Flüssigschmiermittels, z. B. Compoundfett, das herkömmlicherweise vor dem Schließprozeß auf die Kupplung aufgebracht wird, bereitgestellt werden. Dadurch tritt auch dann kein Abreibungsverschleiß auf, wenn die Kupplung wiederholt festgezogen und gelöst worden ist, und das Dichtungsverhalten kann hoch bleiben. Die Zusammenfassung der Erfindung wird nachstehend beschrieben.

(1) Die Erfindung stellt eine Schraubkupplung mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß bereit, mit: einem Zapfen, der aus einem Außengewinde und einem Metallkontaktabschnitt ohne Gewinde besteht, und einer Muffe, die aus einem Innengewinde und einem Metallkontaktabschnitt ohne Gewinde besteht, wobei eine Nitrierschicht von 1 bis 20 µm Dicke und eine chemische Phosphatbildungsüberzugschicht von 5 bis 30 µm Dicke auf einer Kontaktfläche der Muffe und des Zapfens vorgesehen sind und eine Harzüberzugschicht von 10 bis 45 µm Dicke, in der Molybdändisulfidpulver oder Wolframdisulfidpulver dispergiert ist, auf der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht ausgebildet ist und die Gesamtdicke der Harzschicht größer ist als die Gesamtdicke der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht und der Nitrierschicht.

(2) Die Erfindung stellt eine Schraubkupplung mit einer hohen Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nach Punkt (1) bereit, wobei die Dicke der Harzbeschichtung größer ist als die Oberflächenrauigkeit der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht.

(3) Die Erfindung stellt eine Schraubkupplung mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nach Punkt (1) oder (2) bereit, wobei die Oberflächenrauigkeit der Gleitflächen, die einander gegenüberliegen, kleiner ist als die Dicke der Harzüberzugschicht.

(4) Die Erfindung stellt eine Schraubkupplung mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nach einem der Punkte (1) bis (3) bereit, wobei die Menge des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers nach der folgenden Gleichung bestimmt wird:

$$0,2 \leq \{\text{Menge des (Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfid-)pulvers}\} / \{\text{Menge des (Harzes)}\} \leq 9,0$$

(5) Die Erfindung stellt eine Schraubkupplung mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nach einem der Punkte (1) bis (4) bereit, wobei ein Korrosionshemmstoff im Harz dispergiert und vermischt ist.

(6) Die Erfindung stellt ein Verfahren zur Durchführung einer Oberflächenbehandlung an einer Stahlrohrkupplung zur Bereitstellung einer dreischichtigen Überzugschicht bereit, mit den Schritten: Aufbringen einer Nitrierschicht, deren Dicke 1 bis 20 µm ist, auf einen Gewindeabschnitt oder einen Metalldichtungsabschnitt der Kupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs aus Legierungsstahl, dessen Cr-Gehalt nicht kleiner als 10 Gew.-% ist, Herstellen einer Oberflächenbehandlungsschicht einer Eisengalvanisierungsschicht, deren Dicke 0,5 bis 15 µm ist, oder einer Eisenlegierungsgalvanisierungsschicht, die Ni oder Cr oder Ni und Cr enthält, deren Gew.-% nicht mehr als 10% ist, und außerdem Aufbringen einer chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht, deren Dicke 5 bis 30 µm ist, und Aufbringen eines Festschmiermittels, das Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver enthält und außerdem Epoxidharz, Furanharz oder Polyamidimidharz enthält und dessen Zusammensetzung die folgende Gleichung erfüllt:

$$0,2 \leq \{\text{Menge des (Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers)}\} / \{\text{Menge des (Epoxidharzes, Furanharzes oder Polyamidimidharzes)}\} \leq 9,0 \text{ (Gewichtsanteil);}$$

und Durchführen einer Wärmebehandlung, um eine Festschmiermittelüberzugschicht von 10 bis 45 µm Di-

cke auszubilden.

(7) Die Erfindung stellt ein Verfahren zur Durchführung einer Oberflächenbehandlung an einer Stahlrohrkupplung nach Punkt (6) bereit, ferner mit dem Schritt: Aufbringen eines Festschmiermittels, das entweder Cu- oder Zn-Pulver oder Cu- und Zn-Pulver Pulver enthält, deren Menge 10 bis 50 Gew.-% ist, bezogen auf eine Menge des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers.

(8) Die Erfindung stellt ein Verfahren zur Durchführung einer Oberflächenbehandlung an einer Stahlrohrkupplung nach Punkt (6) bereit, wobei ein Partikeldurchmesser des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, das eine wesentliche Komponente des Festschmiermittels zur Ausbildung einer Festschmiermittelüberzugschicht ist, in einem Bereich von 0,45 bis 10 µm liegt, gemessen nach dem Fisherschen Meßverfahren, und das Festschmiermittel aus Epoxidharz, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 2000 bis 10000 liegt, Furanharz, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 150 bis 250 liegt, oder Polyamidimidharz besteht, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 10000 bis 25000 liegt.

(9) Die Erfindung stellt ein Verfahren zur Durchführung einer Oberflächenbehandlung an einer Stahlrohrkupplung nach Punkt (7) bereit, wobei ein Partikeldurchmesser des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, das eine wesentliche Komponente des Festschmiermittels zur Ausbildung einer Festschmiermittelüberzugschicht ist, in einem Bereich von 0,45 bis 10 µm liegt, gemessen nach dem Fisherschen Meßverfahren, ein Partikeldurchmesser des Cu- oder Zn-Pulvers oder ein Partikeldurchmesser des Cu- und Zn-Pulvers in einem Bereich von 0,5 bis 10 µm liegt und das Festschmiermittel aus Epoxidharz, dessen Molekulargewicht in Bereich von 2000 bis 10000 liegt, Furanharz, dessen Molekulargewicht im Bereich von 150 bis 250 liegt, oder Polyamidimidharz besteht, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 10000 bis 25000 liegt.

Kurzbeschreibung der Zeichnungen

[0013] [Fig. 1](#) ist eine schematische Darstellung der Bestandteile einer erfindungsgemäßen Kupplung.

[0014] [Fig. 2](#) ist eine Ansicht, die eine Verbindungsstruktur der Bestandteile einer Kupplung zeigt.

[0015] [Fig. 3](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen den verschiedenen Oberflächenbehandlungsarten und der Häufigkeit des Auftretens von Abreibungsverschleiß zeigt.

[0016] [Fig. 4](#) ist eine schematische Darstellung, die die erfindungsgemäß durchgeführte Prüfung im Umriß zeigt.

[0017] [Fig. 5](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Oberflächenbeschichtungsart, die durch Dispersionsgalvanisierung entsteht, und der Gleitstrecke zeigt, bei der der Abreibungsverschleiß aufgetreten ist.

[0018] [Fig. 6](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Beschichtungsart, bei der Molybdändisulfidpulver in verschiedenen Harzen dispergiert und vermischt ist, und der Gleitstrecke zeigt, bei der Abreibungsverschleiß aufgetreten ist.

[0019] [Fig. 7](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Beschichtungsart, bei der Molybdändisulfidpulver dispergiert und vermischt ist und die verschiedenen Substratbehandlungen unterzogen worden ist, und der Gleitstrecke zeigt, bei der Abreibungsverschleiß aufgetreten ist.

[0020] [Fig. 8](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Dicke der Beschichtung, die durch chemische Phosphatbehandlung entsteht, und der Gleitstrecke zeigt, bei der Abreibungsverschleiß aufgetreten ist.

[0021] [Fig. 9](#) ist eine schematische Darstellung, die eine Beziehung zwischen der Dicke einer erfindungsgemäßen Harzbeschichtung und der Dicke einer chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht zeigt.

[0022] [Fig. 10](#) ist eine schematische Darstellung, die eine Beziehung zwischen der Dicke einer erfindungsgemäßen Harzbeschichtung, der Dicke einer chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht und der Oberflächenrauigkeit einer gegenüberliegenden Gleitfläche zeigt.

[0023] [Fig. 11](#) ist eine schematische Darstellung, die eine Beziehung zwischen der Dicke einer erfindungsgemäßen Harzbeschichtung und der Oberflächenrauigkeit einer chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht zeigt.

[0024] [Fig. 12](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen den verschiedenen Oberflächenbehandlungsarten und der Häufigkeit des Auftretens von Abreibungsverschleiß zeigt, wenn Sandstrahlen auf einem gegenüberliegenden Gleitteil erfolgt.

[0025] [Fig. 13](#) ist eine schematische Darstellung, die eine Beziehung zwischen der Dicke einer erfindungsgemäßen Harzbeschichtung, der Oberflächenrauigkeit einer chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht und der Oberflächenrauigkeit einer gegenüberliegenden Gleitfläche zeigt.

[0026] [Fig. 14](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Dicke einer Harzbeschichtung, der Oberflächenrauigkeit und der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß zeigt.

[0027] [Fig. 15](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Oberflächenrauigkeit, der Häufigkeit des Schließens und Trennens einer Kupplung und der Reduzierung der Dicke einer Harzbeschichtung zeigt.

Beste Ausführungsform der Erfindung

[0028] [Fig. 1](#) ist eine schematische Darstellung der Bestandteile einer erfindungsgemäßen Kupplung. Wie in [Fig. 1](#) dargestellt, weist die Kupplung eine Muffe **1** und einen Zapfen **2** auf, der ein Kupplungsabschnitt ist, der an einem Ende eines Stahlrohrs angeordnet ist. In jedem Kupplungsteil sind ein Gewindeabschnitt **3** und ein Metall-Metall-Kontaktabschnitt **4** vorgesehen. Was den Gewindeabschnitt **3** und den Metall-Metall-Kontaktabschnitt **4** betrifft, die die Kupplung bilden, so sind nur an der Muffe **1** oder an der Kontaktgrenzfläche der Muffe **1** und des Zapfens **2** eine Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht, eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht und eine Harzüberzugschicht vorgesehen. Wenn die Kupplung verschraubt ist, gleitet die oben erwähnte Oberflächenbehandlungsschicht auf der Fläche des Ursprungsmetalls.

[0029] [Fig. 2](#) ist eine Ansicht, die eine Verbindungsstruktur der Bestandteile der Kupplung zeigt. Wie in [Fig. 2](#) dargestellt, sind die Muffe **1** und der Zapfen **2** in Eingriff miteinander, und die entsprechenden Gewindeabschnitte **3** und die entsprechenden Metall-Metall-Kontaktabschnitte liegen aneinander, während ein hoher Oberflächendruck auf sie ausgeübt wird. Wenn ein Kupplungsdurchmesser größer ist, wird von einer Kupplung eine starke Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß gefordert. Deshalb wurde eine Bewertungsprüfung zur Bewertung der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß bei einer hochwertigen Kupplung mit einem Metall-Metall-Kontaktabschnitt durchgeführt, dessen Durchmesser 178 mm war, was die größte Rohrgröße war, bei der auch dann kein Abreibungsverschleiß verursacht wurde, wenn ein Festziehen und Lösen wiederholt erfolgten, z. B. zehnmal.

[0030] [Fig. 3](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen verschiedenen Verfahren der Oberflächenbehandlung und der Häufigkeit des Auftretens von Abreibungsverschleiß zeigt. [Fig. 3](#) zeigt die Häufigkeit des Auftretens von Abreibungsverschleiß, wenn verschiedene Muffen verwendet wurden, die einer Verzinkung, Verkupferung, Verzinnung, Phosphatbehandlung und Sandstrahlung unterzogen worden waren. In den oben genannten Fällen wurden Zapfen verwendet, wie sie hergestellt worden waren, und es wurde kein Schmiermittel auf die Zapfen aufgebracht. Wenn die Muffen und die Zapfen wiederholt festgezogen und gelöst wurden, trat Abreibungsverschleiß auf. [Fig. 3](#) zeigt die Häufigkeit des Auftretens von Abreibungsverschleiß. Auch bei Verkupferung, dessen Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß als am höchsten gilt, trat Abreibungsverschleiß auf, wenn die Muffe und der Zapfen nur dreimal festgezogen und gelöst wurden. Angesichts des Ergebnisses der oben genannten Prüfung ist es verständlich, daß es sehr schwierig ist, die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß im schmiermittellosen Zustand sicherzustellen. Der Grund dafür wird nachstehend beschrieben. Um Gasdichtheit zu erreichen, wird normalerweise bei einer hochwertigen Kupplung auf den Metall-Metall-Kontaktabschnitt der hochwertigen Kupplung ein hoher Oberflächendruck von 600 MPa ausgeübt, der die Streckgrenze des Ursprungsmetalls überschreitet. Während die Kupplung geschlossen und getrennt wird, gleitet eine Metallfläche auf einer anderen Metallfläche im Zustand des hohen Oberflächendrucks.

[0031] Um die oben beschriebenen Probleme zu lösen, haben die Erfinder Molybdändisulfid und Wolframdisulfid in Betracht gezogen, deren Schmiereigenschaften unter hohem Oberflächendruck hoch sind. Sie haben Untersuchungen zu einer Beschichtung aus Festschmiermittel durchgeführt, das für die Schraubkupplung eines Ölbohrlochrohres verwendet wird.

[0032] Es ist bekannt, daß die Wirkung eines Festschmiermittels im allgemeinen von dem Zustand abhängt, in dem das Festschmiermittel verwendet wird. Das heißt, die Wirkung eines Schmiermittels hängt stark vom Oberflächendruck, von der Gleitgeschwindigkeit, von der Art des Festschmiermittels, dem Oberflächenzustand und der Temperatur ab. Wenn Molybdändisulfid oder Wolframdisulfid als Festschmiermittel verwendet wird, er-

gibt sich eine hohe Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß, wenn es in einem geeigneten Zustand verwendet wird, oder aber seine Schmierwirkung ist schlechter als die eines normalen Schmiermittels, wenn es nicht in einem geeigneten Zustand verwendet wird. Wenn Molybdändisulfid oder Wolframdioxid als Festschmiermittel verwendet wird, kann man ohne Übertreibung sagen, daß die Schmiereigenschaften von der Oberflächenvorbehandlung und dem Binder abhängen.

[0033] Wenn aus den oben beschriebenen Gründen die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß einer Kupplung bewertet wird, wird besonders bevorzugt, eine echte Kupplung zu verwenden. Um einen relativen Vergleich der Schmiereigenschaften einer Beschichtung durchführen zu können, haben die Erfinder der vorliegenden Erfindung jedoch ein Abreibungsverschleißbewertungsprüfgerät des Zapfen-Scheibe-Typs entwickelt, und die Bewertung erfolgte mit kleinen Proben. Der Grund dafür, warum bei dieser Prüfung kein herkömmliches Prüfgerät zur Abreibungsverschleißbewertung, z. B. ein Bouden-Reibungsprüfgerät, verwendet wurde, besteht darin, daß die Wirkung zur Verbesserung der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß der Beschichtung stark von der Umgebung abhängt, in der es verwendet wird. Da bei einer hochwertigen Kupplung der Kontakflächendruck sehr hoch ist, wie oben beschrieben, muß auch dann, wenn die Prüfung in einem kleinen Umfang erfolgt, ein hoher Oberflächendruck ausgeübt werden. [Fig. 4](#) ist eine schematische Darstellung, die die erfindungsgemäß durchgeführte Prüfung im Umriß darstellt. Proben und experimentelle Bedingungen sind nachstehend aufgeführt:

Zapfen	Form der zu prüfenden Oberfläche: R24 mm
Scheibe	Außendurchmesser: 250 mm Oberflächenrauigkeit: 0,007 mm
Prüfbedingungen	Last: 230 kg Gleitgeschwindigkeit: 5 m/min Drehdurchmesser: 178 mm Temperatur: 20°C Schmiermittel: nicht verwendet

[0034] Bei der Prüfung wurden Zapfen mit einer Beschichtung beschichtet, deren Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß hoch war. Es wurde angenommen, daß die Zapfen und Scheiben solche von echten Kupplungen waren. Sie waren also mit einer Drehmaschine bearbeitet, so daß die Oberflächenrauigkeit die gleiche sein konnte wie bei der echten Kupplung. Eine Gleitstrecke pro Umdrehung entsprach einem Rohr, dessen Außendurchmesser 178 mm war. Bei der höchsten Gleitgeschwindigkeit, die bei der echten Kupplung zulässig war, wurde der gleiche hohe Oberflächendruck wie bei der echten Kupplung ausgeübt. Diese Prüfung war dadurch gekennzeichnet, daß die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß ohne Verwendung eines Schmiermittels, z. B. Fett, bewertet wurde.

[0035] Zunächst bewerteten die Erfinder der vorliegenden Erfindung die Dispersionsgalvanisierung, bei der die Matrix durch eine bestehende Metallgalvanisierungsschicht gebildet wurde und Molybdändisulfid dispergiert und beigemischt war. Das Bewertungsergebnis ist in [Fig. 5](#) gezeigt. Das heißt, [Fig. 5](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der durch Dispersionsgalvanisierung gebildeten Oberflächenbeschichtungsart und der Gleitstrecke zeigt, bei der Abreibungsverschleiß auftrat. Wie in dem Diagramm in [Fig. 5](#) gezeigt, hängt die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß des Dispersionsüberzugs stark von der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß der Matrix ab, und durch das dispergierte Molybdändisulfid wurden keine Wirkungen erreicht. Es ist erkennbar, daß die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß des einzelnen Körpers der metallischen Matrix höher war als die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß der Dispersionsgalvanisierungsschicht, in der Molybdändisulfid verwendet wurde. Das oben beschriebene Phänomen tritt speziell dann auf, wenn hoher Oberflächendruck ausgeübt wird. Unter der Bedingung einer leichten Last, so heißt es im allgemeinen, kann Molybdändisulfid eine hohe Schmierwirkung erreichen, so daß die Dispersionsgalvanisierungsschicht eine höhere Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß als der einzelne Körper der metallischen Matrix aufweisen kann. Die Umstände sind die gleichen, wenn Wolframdioxid verwendet wird.

[0036] Als nächstes zeigt [Fig. 6](#) das Bewertungsergebnis einer Beschichtung, bei der Molybdändisulfidpulver in einem Binder dispergiert und vermischt wurde, der aus Harz, z. B. Polyamidimid-, Epoxid- oder Furanharz, bestand. [Fig. 6](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Beschichtungsart, bei der Molybdändisulfidpulver in verschiedenen Harzen dispergiert und vermischt wurde, und der Gleitstrecke zeigt, bei der Abreibungsverschleiß auftrat. In dem oben genannten Fall wurde als Oberflächenvorbehandlung eine chemische Manganphosphatbildungsbehandlung durchgeführt. Die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß der oben genannten Beschichtung war zehnmal höher als bei der Verkupferung, die herkömmlich als die beste galt.

Auch wenn die Gleitstrecke die längste Prüfgleitstrecke von 80 m erreichte, die vorübergehend festgelegt wurde, trat kein Abreibungsverschleiß auf. Wolframdisulfid kann die gleiche Wirkung wie die oben beschriebene erreichen.

[0037] Die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß hängt von der Art des in der Beschichtung zu verwendenden Binders ab. Die höchste Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß wurde mit Polyamidimid erreicht. Die Reihenfolge der Bindemittel zur Erreichung einer hohen Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß war Polyamidimid, Epoxid und Furan. Die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß hängt zusammen mit der Zugfestigkeit und dem der Kerbschlagzähigkeit des Harzes selbst.

[0038] Eine Menge des oben genannten organischen Harzes muß nach der folgenden Formel bestimmt werden:

$$0,2 \leq \{ \text{Menge des (Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers)} \} / \{ \text{Menge des (Harzes)} \} \leq 9,0,$$

und die Dicke der Harzüberzugschicht muß 10 bis 45 µm sein, und die Harzüberzugschicht muß auf einer chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht ausgebildet sein, die eine Oberflächenvorbereitungsschicht ist. Wenn ein Mengenanteil des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers an der Menge des organischen Harzträgers kleiner ist als 0,2, ist es schwierig, das Schmierverhalten einer auszubildenden Festschmiermittelüberzugschicht zu verbessern. Wenn das Verhältnis 9 überschreitet, verschlechtert sich die Haftfestigkeit der ausgebildeten Festschmiermittelüberzugschicht, und insbesondere löst sich Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver von der Überzugschicht ab. Deshalb wird das Verhältnis über 9 nicht bevorzugt. Demzufolge ist festgelegt, daß der Mengenanteil des Molybdändisulfids oder Wolframdisulfids, das eine wesentliche Komponente zur Ausbildung der Festschmiermittelüberzugschicht ist, an der Menge des organischen Harzes in einem Bereich von 0,2 bis 9 liegt.

[0039] Die Harzüberzugschicht wird mit der Dicke von 10 bis 45 µm auf der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht ausgebildet, die einer Oberflächenvorbereitung unterzogen worden ist. Wenn die Beschichtungsdicke kleiner als 10 µm ist, kann das Schmierverhalten nicht hinreichend verbessert werden, und ferner wird die Häufigkeit des Schließens und Trennens einer Stahlrohrkupplung reduziert. Dadurch wird eine Beschichtungsdicke kleiner als 10 µm nicht bevorzugt.

[0040] Wenn dagegen die Beschichtungsdicke 45 µm überschreitet, ist eine Verbesserung des Schmierverhaltens erschöpft, und ferner wird das Schließdrehmoment zu stark erhöht. Deshalb ist es nachteilig, eine Beschichtungsdicke von über 45 µm zu verwenden. Wenn die Beschichtungsdicke 45 µm überschreitet, besteht die Tendenz, daß sich die Haftfestigkeit der Festschmiermittelüberzugschicht verschlechtert. Demzufolge löst sich die Überzugschicht ab. Aus den oben genannten Gründen wird nicht bevorzugt, eine Beschichtungsdicke von über 45 µm zu verwenden. Demzufolge wurde vorzugsweise festgelegt, daß die Dicke der Harzüberzugschicht in einem Bereich von 10 bis 45 µm liegt, und als besonders bevorzugt wurde festgelegt, daß die Dicke der Harzüberzugschicht in einem Bereich von 15 bis 40 µm liegt.

[0041] Die Oberflächenvorbereitung ist der wichtigste Faktor, um die Charakteristik von Molybdändisulfid am besten auszunutzen. Deshalb wurde der Einfluß der Oberflächenvorbereitung in bezug auf die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß bewertet, und das Bewertungsergebnis ist in [Fig. 7](#) gezeigt. [Fig. 7](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Beschichtungsart, bei der Molybdändisulfidpulver in einem Harz dispergiert und vermischt wurde und die verschiedenen Substratbehandlungen unterzogen worden ist, und der Gleitstrecke zeigt, bei der Abreibungsverschleiß aufgetreten war. Was die Oberflächenvorbereitung betrifft, so erfolgte die Bewertungsprüfung mit der chemischen Manganphosphatbildung, Nitrierung, Sandstrahlung und ohne Oberflächenvorbereitung. Im Ergebnis der Auswertung war die Reihenfolge der Erreichung der besten Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß: chemische Manganphosphatbildung, Nitrierung, Sandstrahlung und keine Oberflächenvorbereitung. Es wurde festgestellt, daß die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß die gleiche war wie bei Verkupferung, wenn keine Oberflächenvorbereitung erfolgte. Die Umstände waren die gleichen wie bei Wolframdisulfid. Wenn eine Manganphosphatbehandlung nach Beendigung einer Nitrierung erfolgte, konnte die stabilste Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß erreicht werden. Ferner beachte man, daß die Wirkung, die durch Molybdändisulfid erreicht wurde, stark schwankte, wenn Sandstrahlen als Mittel der Oberflächenvorbereitung verwendet wurde. Als Grund gilt folgender. Bei einer Abreibungsverschleißprüfung, bei der kein Schmiermittel verwendet wird, kommen Vorsprünge auf der Oberfläche, die durch Sandstrahlen entstehen, selektiv mit dem gegenüberliegenden Metall in Berührung, so daß die Harzbeschichtung lokal abgetragen wird. Im Ergebnis verschmelzen Metall und Metall miteinander, und es besteht die Tendenz, daß Abreibungsverschleiß auftritt.

[0042] Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben den oben genannten Mechanismus erkannt und Untersuchungen zur Wirkung der Beschichtungsdicke in bezug auf die chemische Manganphosphatbildung durchgeführt. Im Ergebnis der Untersuchungen wurde festgestellt, daß besonders bevorzugt wurde, eine chemische Phosphatbildungsüberzugschicht bereitzustellen, deren Dicke 5 bis 30 μm war. Das heißt, wenn die Dicke einer chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht kleiner als 5 μm ist, kann die chemische Phosphatbildungsüberzugschicht nicht gleichmäßig ausgebildet werden. Dadurch kann die chemische Phosphatbildungsüberzugschicht nicht eng mit der Festschmiermittelüberzugschicht in Kontakt treten. Insbesondere wenn die Kupplung einer Korrosionsumgebung über eine lange Zeitperiode ausgesetzt ist, kann die Überzugschicht nicht eng mit ihr in Kontakt treten. Nachdem die Festschmiermittelüberzugschicht abgetragen worden ist, kann außerdem das Schmierverhalten nicht hoch bleiben. Das heißt, die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß einer Stahlkupplung kann nicht hinreichend verbessert werden.

[0043] Wenn dagegen eine chemische Phosphatbildungsüberzugschicht, deren Dicke 30 μm überschreitet, hergestellt wird, besteht die Neigung, daß Sekundärkristalle entstehen. Demzufolge verschlechtert sich die Haftfestigkeit der Beschichtung selbst, und ferner verschlechtert sich die Haftfestigkeit der Harzüberzugschicht ebenfalls. Dadurch wird eine Dicke über 30 μm nicht bevorzugt. Aus den oben beschriebenen Gründen ist festgelegt, daß die Dicke der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht erfindungsgemäß in einem Bereich von 5 bis 30 μm liegt. Es wird bevorzugt, die Dicke der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht auf einen Bereich von 10 bis 25 μm zu beschränken.

[0044] Ferner ist erfindungsgemäß eine Nitrierschicht, die durch Dispersionsbehandlung hergestellt wird, als Flächenvorbehandlungsschicht der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht vorgesehen. Wenn die Nitrierschicht vorhanden ist, können die folgenden Aufgaben erfüllt werden. Die Haftfestigkeit der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht kann verbessert werden, und insbesondere kann die Haftfestigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht verbessert werden. Die chemische Manganphosphatbildungsschicht kann in bezug auf eine Stahlrohrkupplung gleichmäßig erzeugt werden, deren Zusammensetzung eine gleichmäßige Erzeugung dieser Überzugschicht verhindert. Auch nachdem die Harzbeschichtung abgetragen worden ist, kann die Schmierwirkung über eine lange Zeitperiode beibehalten werden.

[0045] Um jedoch die oben beschriebenen Wirkungen zu erreichen, ist die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht auf einen Bereich von 1 bis 20 μm beschränkt. Wenn die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht kleiner als 1 μm ist, entstehen fehlerhafte Abschnitte auf der Nitrierschicht, so daß die oben beschriebene Wirkung nicht erreicht werden kann. Deshalb wird eine Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht nicht bevorzugt, die kleiner als 1 μm ist. Wenn dagegen die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht 20 μm überschreitet, ist die oben erwähnte Wirkung erschöpft. Da die Härte der Nitrierschicht hoch ist, ändert sich die Eigenschaft der Stahlrohrkupplung, wenn die Dicke der Nitrierschicht erhöht wird. Demzufolge wird keine Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht bevorzugt, die 20 μm überschreitet. Erfindungsgemäß ist festgelegt, daß die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht in einem Bereich von 1 bis 20 μm liegt, und es wird vorzugsweise festgelegt, daß die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht in einem Bereich von 5 bis 15 μm liegt.

[0046] [Fig. 8](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Dicke einer durch chemische Phosphatbildung entstandene Beschichtung und der Gleitstrecke zeigt, bei der Abreibungsverschleiß aufgetreten ist. Wie man in der Zeichnung sehen kann, besteht ein spezifisches Verhältnis zwischen der Dicke einer chemischen Manganphosphatbildungsschicht und der Dicke einer Harzbeschichtung, mit der eine höhere Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß erreicht werden kann. Das Wichtige dabei ist, daß die Dicke einer Harzbeschichtung größer ist als die Dicke einer chemisch gebildeten Schicht. Der Grund, warum die oben genannte Kombination diese Wirkung hat, wird nachstehend beschrieben. Auch wenn die chemische Bildung, deren Mechanismus der gleiche ist wie bei der oben genannten Oberflächenvorbehandlung des Sandstrahlens, durchgeführt wird, treten Unregelmäßigkeiten entsprechend der Dicke der chemisch gebildeten Beschichtung auf der Oberfläche auf. Um das Auftreten eines selektiven Kontakts zu verhindern, muß demzufolge eine Harzbeschichtung ausgebildet werden, deren Dicke nicht kleiner ist als die Dicke einer chemisch gebildeten Beschichtung. Wenn keine chemische Phosphatbildung erfolgt und die Oberflächenrauigkeit durch Sandstrahlung reduziert wird, so daß sie niedriger sein kann als die Dicke der Harzbeschichtung, kann eine beträchtlich hohe Wirkung erreicht werden. Aus den nachstehenden Gründen wird jedoch bevorzugt, eine chemische Phosphatbildung durchzuführen.

[0047] Der Grund, warum festgelegt ist, daß die Oberflächenvorbehandlung eine chemische Phosphatbildungsüberzugschicht ist, wird nachstehend beschrieben. Im Vergleich zu der Oberflächenvorbehandlung, die durch Sandstrahlung erfolgt, ist die chemische Phosphatbildung insofern vorteilhaft, als eine Veränderung mit

der Zeit selten bewirkt wird, wenn die chemische Phosphatbildung mit einer Harzschicht in engen Kontakt tritt, und ferner ist die Bearbeitbarkeit der chemischen Phosphatbildung gut. Um Untersuchungen zur Veränderung mit der Zeit durchzuführen, erfolgte die folgende Prüfung. Eine Oberflächenvorbehandlung wurde mit Proben in Form von chemischer Manganphosphatbildung und Sandstrahlung durchgeführt. Auf diesen Proben wurden auf die gleiche Weise Harzüberzugsschichten ausgebildet, und die Proben wurden für einen Monat in Wasser getaucht. Danach wurde die Haftung der Harzbeschichtung bewertet. An den Proben, die einer chemischen Manganphosphatbildung unterzogen worden waren, gab es keine Veränderungen. Aber an den Proben, die einer Sandstrahlung unterzogen worden waren, wurden die Harzüberzugsschichten von der sandgestrahlten Oberfläche getrennt. Besonders wenn die Proben in einer feuchten Umgebung gelagert wurden, können Probleme auftreten. In bezug auf die Bearbeitbarkeit gilt folgendes: Wenn Sandstrahlung als Mittel der Oberflächenvorbehandlung verwendet wird, dann muß jedoch unmittelbar nach Beendigung des Sandstrahlens, vorzugsweise innerhalb von 30 min nach Beendigung des Sandstrahlens, die Beschichtungsbehandlung erfolgen; die Beschichtungsbehandlung kann jedoch an der Fertigungsproduktionslinie nicht innerhalb der oben bestimmten Zeitperiode durchgeführt werden. Dagegen wurde bei der chemischen Manganphosphatbildungsbehandlung, auch nachdem die Proben für zwei Wochen nach Beendigung der Behandlung unberührt blieben und eine Harzbeschichtung an den Proben durchgeführt wurde, bestätigt, daß keine Probleme im Hinblick auf die praktische Verwendung auftraten.

[0048] Wenn kein Fett zur Schmierung verwendet wird, verschlechtert sich die Gasdichtungseigenschaft des metallischen Dichtungsabschnitts. Um die Gasdichtungseigenschaft im schmiermittellosen Zustand zu bewerten, wurde die Kupplung wiederholt zehnmal festgezogen und gelöst, und dann wurde die Gasdichtungseigenschaft entsprechend den Lastbedingungen bewertet, die in API R25C5 festgelegt sind. Im Ergebnis der Bewertungsprüfung, die bei der gleichen Bearbeitungstoleranz durchgeführt worden war wie bei herkömmlicher Fettschmierung, ließ die Kupplung kein Gas entweichen. Der Grund, warum die Kupplung kein Gas entweichen ließ, ist nachstehend beschrieben. Um die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß sicherzustellen, wurde die Harzbeschichtungsdicke dicker ausgeführt als die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsbeschichtung. Dadurch werden die Unregelmäßigkeiten auf der Grenzfläche des metallischen Kontaktabschnitts, der die Dichtung im wesentlichen bewirkt, sehr glatt, und ferner wird ein Zwischenraum zwischen den Gleitflächen, die einander gegenüberliegen, mit Harz gefüllt. Auch wenn kein Fett verwendet wird, kann demzufolge eine hohe Dichtungseigenschaft erreicht werden.

[0049] [Fig. 9](#) ist eine schematische Darstellung, die eine Beziehung zwischen der Dicke einer erfindungsgemäßen Harzbeschichtung und der Dicke einer chemischen Phosphatbildungsüberzugsschicht zeigt. Um die Aufgabe der Erfindung zu lösen, muß der Oberflächenzustand der Stahlrohrkupplung die folgende Ungleichung erfüllen, wie in [Fig. 9](#) dargestellt:

$$\delta_M < \delta_C$$

wobei δ_M eine Beschichtungsdicke der Nitrierschicht und einer chemischen Phosphatbildungsüberzugsschicht ist und δ_C eine Dicke der Harzüberzugsschicht **6** ist, bei der Molybdändisulfid- oder Wolframdissulfidpulver im Harz dispergiert und vermischt ist und die auf der oben genannten Oberflächenvorbehandlungsschicht ausgebildet ist. Das heißt, die Beschichtungsdicke δ_C der Harzüberzugsschicht muß dicker gemacht werden als die Beschichtungsdicke δ_M der Nitrierschicht und der chemischen Phosphatbildungsüberzugsschicht. Wenn δ_C kleiner ist als δ_M , kann die Abreibungsverschleißeigenschaft der Kupplung nicht beibehalten werden, wobei die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß eine Aufgabe der Erfindung ist, und ferner kann die Dichtungseigenschaft der Kupplung nicht beibehalten werden.

[0050] Die Beschichtungsdicke δ_M der chemischen Phosphatbildungsüberzugsschicht ist 5 bis 30 μm , und die Beschichtungsdicke δ_C der Harzüberzugsschicht ist 10 bis 45 μm , wie oben beschrieben. Deshalb müssen beide Überzugsschichten ausgebildet werden, während die Bedingung $\delta_M < \delta_C$ eingehalten wird.

[0051] [Fig. 10](#) ist eine schematische Darstellung, die eine Beziehung zwischen der Dicke einer erfindungsgemäßen Harzbeschichtung, der Dicke einer chemischen Phosphatbildungsüberzugsschicht und der Oberflächenrauigkeit der gegenüberliegenden Gleitfläche zeigt. Nachstehend wird die zweite Ausführungsform der Erfindung beschrieben, die die Aufgabe der Erfindung löst. Um die Aufgabe der Erfindung zu lösen, muß der Oberflächenzustand die folgende Ungleichung erfüllen, wie in [Fig. 10](#) dargestellt:

$$\delta_M < \delta_C$$

wobei δ_M eine Beschichtungsdicke der Nitrierschicht und der chemischen Phosphatbildungsüberzugsschicht ist

und δ_c eine Dicke der Harzüberschicht **6** ist, bei der Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver im Harz dispergiert und vermischt ist und die auf der oben genannten Oberflächenvorbehandlungsschicht ausgebildet ist. Außerdem muß festgelegt sein, daß die Oberflächenrauigkeit R_{\max} die folgende Ungleichung erfüllt:

$$R_{\max} < \delta_c$$

wobei R_{\max} die Oberflächenrauigkeit der gegenüberliegenden Gleitfläche **7** ist. Das heißt, wenn die Oberflächenrauigkeit R_{\max} der gegenüberliegenden Gleitfläche größer ist als die Beschichtungsdicke δ_c der Harzüberschicht, läßt die Kupplung Gas entweichen, da kein Fett oder Schmiermittel auf der Fläche der erfindungsgemäßen Kupplung vorhanden ist, so daß die Aufgabe der Erfindung nicht gelöst werden kann.

[0052] [Fig. 11](#) ist eine schematische Darstellung, die eine Beziehung zwischen der Dicke einer erfindungsgemäßen Harzbeschichtung und der Oberflächenrauigkeit der chemischen Phosphatbildungsüberschicht zeigt. Um die Aufgabe der Erfindung zu lösen, muß der Oberflächenzustand die folgende Ungleichung erfüllen, wie in [Fig. 11](#) dargestellt:

$$R_M < \delta_c$$

wobei R_M eine Oberflächenrauigkeit der Nitrierschicht und der chemischen Phosphatbildungsüberschicht ist und δ_c eine Dicke der Harzüberschicht **6** ist, bei der Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver im Harz dispergiert und vermischt ist und die auf der oben genannten Oberflächenvorbehandlungsschicht ausgebildet ist. Das heißt, die Beschichtungsdicke δ_c der Harzüberschicht muß dicker gemacht werden als eine Oberflächenrauigkeit R_M der Nitrierschicht und der chemischen Phosphatbildungsüberschicht. Wenn δ_c kleiner ist als R_M , kann die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß beibehalten werden, die eine Aufgabe ist, die von der Erfindung zu lösen ist, und ferner kann außerdem die Dichtungseigenschaft beibehalten werden.

[0053] Die Oberflächenrauigkeit R_M dieser chemischen Phosphatbildungsüberschicht wird in einem Bereich von 3 bis 30 μm gehalten. Wenn die Oberflächenrauigkeit R_M dieser chemischen Phosphatbildungsüberschicht kleiner als 3 μm ist, verschlechtert sich die Haftfestigkeit der Harzschicht auf der chemischen Phosphatbildungsüberschicht. Wenn die Oberflächenrauigkeit R_M dieser chemischen Phosphatbildungsüberschicht 30 μm überschreitet, erhöht sich die Dicke der chemischen Phosphatbildungsüberschicht, und die Tendenz zur Entstehung von Sekundärkristallen verstärkt sich deutlich, und die Überschicht wird zerbrechlich. Deshalb verschlechtert sich andererseits deren Haftfähigkeit. Aus den oben genannten Gründen ist die Oberflächenrauigkeit R_M der chemischen Phosphatbildungsüberschicht erfindungsgemäß auf einen Bereich von 3 bis 30 μm beschränkt.

[0054] Die folgenden Verfahren werden gewöhnlich verwendet, um die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß des metallischen Kontaktabschnitts einer Kupplung zu verbessern. Die Oberflächenrauigkeit der Kontaktgrenzfläche wird absichtlich durch eine Bearbeitung der Oberfläche erhöht, oder als Alternative wird die Oberfläche sandgestrahlt, um die Oberflächenrauigkeit zu erhöhen, so daß die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß verbessert werden kann, ohne ein spezifisches Mittel der Oberflächenbehandlung zu verwenden. In der Arbeitsumgebung, wo Compoundfett verwendet wird, verbessert das oben genannte verbreitete Verfahren die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß. Das oben genannte Verfahren, bei dem der Oberflächenzustand des gegenüberliegenden Gleitteils so verändert wird, wie oben beschrieben, ist jedoch nicht im schmiermittellosen Zustand bewertet worden. [Fig. 12](#) ist ein Diagramm, das ein Ergebnis des Experiments zeigt, bei dem ein Zapfen, dessen Oberfläche bis zur Rauigkeit von $R_{\max} = 30 \mu\text{m}$ behandelt wurde, im schmiermittellosen Zustand mit/von dem Ursprungsmetall wiederholt festgezogen/gelöst wurde, das einer Verkupferung unterzogen worden war. Das heißt, [Fig. 12](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen den Verfahren verschiedener Oberflächenbehandlungen und der Häufigkeit des Auftretens von Abreibungsverschleiß zeigt, wenn Sandstrahlen auf dem gegenüberliegenden Gleitteil erfolgt ist. Wenn, wie man in dem Diagramm sehen kann, die Oberfläche eines gegenüberliegenden Gleitteils sandgestrahlt wurde, verschlechterte sich die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß. Der Grund, warum die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß sich verschlechterte, wird nachstehend beschrieben. Die Erhöhung der Oberflächenrauigkeit bewirkt die Entstehung eines Zwischenraums auf der Kontaktgrenzfläche, so daß das Compoundfett zur Verbesserung der Abreibungsverschleißwirkung in den Zwischenraum gelangen kann. Im schmiermittellosen Zustand kann die oben genannte Wirkung demzufolge nicht erreicht werden. Dazu kommt noch, daß die Oberflächenbehandlung, die die Funktion hat, die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß zu verbessern, durch Sandstrahlen abgetragen worden ist.

[0055] [Fig. 13](#) ist eine schematische Darstellung, die eine Beziehung zwischen der Dicke einer erfindungsgemäßen Harzbeschichtung, der Oberflächenrauigkeit der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht und der Oberflächenrauigkeit der gegenüberliegenden Gleitschicht zeigt. Nachstehend wird die zweite Ausführungsform beschrieben, die die Aufgabe der Erfindung löst. Um die Aufgabe der Erfindung zu lösen, muß der Oberflächenzustand die folgende Ungleichung erfüllen, wie in [Fig. 13](#) dargestellt:

$$R_M < \delta_C$$

wobei R_M eine Oberflächenrauigkeit der Nitrierschicht und der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht ist und δ_C eine Dicke der Harzüberzugschicht **6** ist, bei der Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver im Harz dispergiert und vermischt ist und die auf der oben genannten Oberflächenvorbereitungsschicht ausgebildet ist. Außerdem muß festgelegt sein, daß die Oberflächenrauigkeit R_{max} folgende Ungleichung erfüllt:

$$R_{max} < \delta_C$$

wobei R_{max} die Oberflächenrauigkeit der gegenüberliegenden Gleitfläche **7** ist. Das heißt, wenn die Oberflächenrauigkeit R_{max} der gegenüberliegenden Gleitfläche größer ist als die Beschichtungsdicke δ_C der Harzüberzugschicht, läßt die Kupplung Gas entweichen, weil kein Fett oder Schmiermittel auf der Oberfläche der erfindungsgemäßen Kupplung vorhanden ist, so daß die Aufgabe der Erfindung nicht gelöst werden kann. Die Oberflächenrauigkeit R_{max} wird in einem Bereich von 1 bis 25 μm gehalten. Wenn die Oberflächenrauigkeit R_{max} kleiner als 1 μm ist, dann ist die Effizienz der Kupplungsproduktion betroffen. Wenn die Oberflächenrauigkeit R_{max} 25 μm überschreitet, tritt Abreibungsverschleiß auf, da kein Schmiermittel vorhanden ist, und die Dichtungseigenschaft verschlechtert sich. Demzufolge wird die Oberflächenrauigkeit R_{max} der gegenüberliegenden Gleitfläche vorzugsweise in einem Bereich von 1 bis 25 μm gehalten. Das Betriebsverhalten und die Wirkung sind in [Fig. 14](#) und [Fig. 15](#) gezeigt.

[0056] [Fig. 14](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Dicke der Harzbeschichtung, der Oberflächenrauigkeit und der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß zeigt. In diesem Fall erfolgte die Oberflächenvorbereitung durch chemische Manganphosphatbildung, und die Harzschicht wurde ausgebildet, wenn Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver im Polyamidimidharz dispergiert und vermischt wurde. In diesem Diagramm sind eine Harzbeschichtungsdicke im Anfangsstadium und eine Harzbeschichtungsdicke nach zehnmaligem Festziehen und Lösen der Kupplung gezeigt. Wie man im Diagramm sehen kann, verringert sich die Beschichtungsdicke der Restbeschichtung um so mehr, je mehr die Oberflächenrauigkeit der gegenüberliegenden Gleitfläche erhöht wird, und die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß verschlechtert sich.

[0057] [Fig. 15](#) ist ein Diagramm, das eine Beziehung zwischen der Oberflächenrauigkeit, der Häufigkeit des Schließens und Trennens einer Kupplung und der Reduzierung der Dicke einer Harzbeschichtung zeigt. [Fig. 15](#) zeigt den Reduzierungsprozeß der Harzbeschichtungsdicke, wenn der Schließ- und Trennvorgang wiederholt wird. Wenn, wie man im Diagramm in [Fig. 15](#) sehen kann, eine Größe einer Harzbeschichtungsdicke, die abgetragen worden ist, genauso groß wird wie die Rauigkeit der Gleitoberfläche, wird die Größe der abzutragenden Harzbeschichtungsdicke reduziert. Um die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß stabil zu halten, muß deshalb eine Kupplung so ausgeführt sein, daß die Beschichtungsdicke der Harzbeschichtung größer sein kann als die Rauigkeit der Gleitfläche.

[0058] Im schmiermittellosen Zustand ist es eine wichtige Bedingung, eine Harzbeschichtung zu verwenden, bei der nur Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver als dispergierende Partikel dispergiert ist. Wenn jedoch die oben genannten dispergierenden Artikel verwendet, können die folgenden Probleme auftreten. Das heißt, wenn die oben genannten dispergierenden Partikel verwendet werden, reagiert S mit Wasserstoff, der in der Feuchtigkeit enthalten ist, und es entsteht Schwefelwasserstoff. Wenn die mechanische Festigkeit eines Ursprungsmetalls hoch ist, entstehen daher Spannungskorrosionsrisse. Um die oben genannten Probleme zu lösen, wird ein Korrosionshemmstoff, z. B. 2-Polymerleinsamen oder 1-Triethylentriaminoimidazolin, im Harz dispergiert, so daß das Auftreten von Spannungskorrosionsrissen verhindert werden kann, während die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß hoch bleibt.

[0059] Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben folgendes festgestellt. Wenn eine geeignete Menge Cu- oder Zn-Pulver oder alternativ eine geeignete Menge Cu- und Zn-Pulver dem Festschmiermittel beigegeben wird, kann die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß auch dann verbessert werden, wenn ein hoher Oberflächendruck auf die Festschmiermittelüberzugschicht ausgeübt wird. Erfindungsgemäß wird die oben genannte Gegenmaßnahme ergriffen, um die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß zu verbessern. Wenn eine Festschmiermittelüberzugschicht unter Verwendung des in der Erfindung beschriebenen Fest-

schmiermittels ausgebildet wird, können demzufolge die Schmiereigenschaft und die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß verbessert werden, das heißt, die mechanische Festigkeit der Beschichtung kann verbessert werden.

[0060] Um die Haftfestigkeit zu verbessern, wenn die Festschmiermittelüberzugschicht der Korrosionsumgebung ausgesetzt ist, d. h. um die Haftfestigkeit mit der Zeit zu verbessern und außerdem um die Lebensdauer der Schmierung auch dann zu erhöhen, wenn die Festschmiermittelüberzugschicht durch die Wiederholung des Gleitens unter einem hohen Oberflächendruck abgetragen worden ist, sind erfindungsgemäß als untere Schicht der Festschmiermittelüberzugschicht vorgesehen: eine Nitrierschicht, eine Eisengalvanisierungsschicht, eine Eisenlegierungsgalvanisierungsschicht, die Ni oder Co enthält oder eine Eisenlegierungsgalvanisierungsschicht, die Ni und Co enthält, und eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Das heißt, bei einer Stahlrohrkupplung aus einem hochlegierten Cr-Stahl, der Cr enthält, dessen Anteil nicht kleiner als 10% ist, so daß es schwierig ist, eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht auszubilden, ist folgendes vorgesehen: eine Nitrierschicht und Eisengalvanisierungsschicht oder eine Eisenlegierungsgalvanisierungsschicht. Demzufolge kann die chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht gleichmäßig ausgebildet werden, und das Verhalten der Kupplung kann durch die Wirkung, die durch die chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht und die Festschmiermittelüberzugschicht erreicht wird, verbessert werden. Auf der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht entstehen eine große Anzahl von Hohlräumen zwischen den entstandenen Kristallpartikeln. Demzufolge wird die Festschmiermittelüberzugschicht unter der Bedingung ausgebildet, daß ein großer Teil der Festschmiermittelüberzugschicht in den Hohlräumen eingeschlossen ist. Infolgedessen kann eine Festschmiermittelüberzugschicht ausgebildet werden, deren Haftfestigkeit hoch ist, und ferner kann die Haftfestigkeit mit der Zeit durch die Wirkung der Korrosionsverhinderung der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht verbessert werden. Auch wenn die Festschmiermittelüberzugschicht abgetragen oder beschädigt worden ist, kann das Schmierverhalten über eine lange Zeitperiode durch die Wirkung, die durch die chemische Manganphosphatbildungsbearbeitungsschicht und die in der chemischen Manganphosphatbildungsbearbeitungsschicht eingeschlossene Festschmiermittelüberzugschicht erreicht wird, beibehalten werden.

[0061] Wie oben beschrieben, ist nach dem erfindungsgemäßen Verfahren in einer Stahlrohrkupplung aus einem hochlegierten Cr-Stahl eine Nitrierschicht, eine Eisengalvanisierungsschicht oder eine Eisenlegierungsgalvanisierungsschicht und eine chemische Manganphosphatbildungsschicht vorgesehen. Ferner wird eine Festschmiermittelüberzugschicht ausgebildet, deren Zähigkeit, Härte und Schmierverhalten hoch sind. Demzufolge kann eine Oberflächenbehandlungsüberzugschicht ausgebildet werden, deren Haftfestigkeit, mechanische Festigkeit und Schmierverhalten hoch sind, und die Schmierlebensdauer der Oberflächenbehandlungsüberzugschicht kann über eine lange Zeitperiode beibehalten werden. Wenn die Stahlrohrkupplung aus einem hochlegierten Chromstahl, der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt ist, hat er eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß und gegen Abrieb und eine ausgezeichnete Haltbarkeit, wenn er über eine lange Zeitperiode verwendet wird, d. h. wenn er einer sehr häufigen Wiederholung des Schließens und Trennens unterzogen wird. Das heißt, erfindungsgemäß kann eine Stahlrohrkupplung bereitgestellt werden, deren Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß hoch ist, so daß das Auftreten von Abreibungsverschleiß im Vergleich zu dem herkömmlichen Verfahren auch dann verhindert werden kann, wenn die Kupplung wiederholt über eine lange Zeitperiode verwendet wird.

[0062] Ein Oberflächenbehandlungsverfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Stahlrohrkupplung wird nachstehend ausführlich beschrieben.

[0063] In der erfindungsgemäßen Stahlrohrkupplung sind eine Nitrieroberflächenvorbehandlungsschicht, deren Dicke in einem Bereich von 1 bis 20 µm liegt, und eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht vorgesehen, deren Dicke in einem Bereich von 5 bis 30 µm liegt. Wenn die Dicke der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht kleiner als 5 µm ist, kann die chemische Bildungsüberzugschicht die Oberfläche nicht hinreichend überziehen, und die Haftfestigkeit der Festschmiermittelüberzugschicht auf der chemischen Bildungsüberzugschicht kann nicht verbessert werden, und insbesondere wenn die Kupplung über einen längeren Zeitraum einer Korrosionsumgebung ausgesetzt ist, ist es schwierig, eine hinreichend hohe Haftfestigkeit zu erreichen. Nachdem die Festschmiermittelüberzugschicht abgetragen worden ist, kann ferner kein hinreichend hohes Schmierverhalten, d. h. keine Verbesserung der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß erreicht werden, die eine Aufgabe der Erfindung ist. Wenn dagegen die Dicke der chemischen Manganphosphatbildungsbehandlungsschicht 30 µm überschreitet, verstärkt sich die Tendenz zur Erzeugung von Sekundärkristallen deutlich, und die Haftfestigkeit der Überzugschicht selbst verschlechtert sich, und die Haftfestigkeit der Festschmiermittelüberzugschicht verschlechtert sich auch. Deshalb wird eine Dicke der chemischen Manganphosphatbearbeitungsschicht über 30 µm nicht bevorzugt. Aus den oben erwähnten Gründen

ist die Dicke der chemischen Manganphosphatbildungsbearbeitungsschicht auf einen Bereich von 5 bis 30 µm beschränkt, und vorzugsweise ist die Dicke der chemischen Manganphosphatbildungsbearbeitungsschicht auf einen Bereich von 10 bis 20 µm beschränkt.

[0064] Erfindungsgemäß ist als Oberflächenvorbehandlungsschicht der chemischen Manganphosphatbildungsbearbeitungsschicht eine Nitrierschicht vorgesehen, die durch eine Dispersionsbehandlung entsteht. Die Aufgabe der Herstellung der Nitrierschicht ist nachstehend beschrieben. Die Haftfestigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsbearbeitungsschicht kann weiter erhöht werden. Die chemische Manganphosphatbildungsbearbeitungsschicht kann gleichmäßig auf einer Stahlrohrkupplung ausgebildet werden, deren Zusammensetzung die gleichmäßige Ausbildung der Überzugsschicht behindert. Die Schmierwirkung kann über eine lange Zeitperiode beibehalten werden, nachdem die Festschmiermittelüberzugsschicht abgetragen worden ist.

[0065] Um die oben beschriebene Wirkung zu erreichen, ist die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht auf einen Bereich von 1 bis 20 µm beschränkt. Wenn die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht kleiner als 1 µm ist, entstehen fehlerhafte Abschnitte auf der Nitrierschicht, so daß die oben beschriebene Wirkung nicht erreicht werden kann. Demzufolge wird eine Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht, die kleiner als 1 µm ist, nicht bevorzugt. Wenn dagegen die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht 20 µm überschreitet, ist die oben beschriebene Wirkung erschöpft. Da die Härte der Nitrierschicht hoch ist, verschlechtert sich die Eigenschaft der Stahlrohrkupplung, wenn sich die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht erhöht. Demzufolge wird eine Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht über 20 µm nicht bevorzugt. Aus den oben genannten Gründen ist die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht erfindungsgemäß auf einen Bereich von 1 bis 20 µm beschränkt. Es wird bevorzugt, daß die Dicke der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht auf einen Bereich von 5 bis 15 µm beschränkt ist.

[0066] Das Verfahren zur Ausbildung einer Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht und einer chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht auf einer Stahlrohrkupplung ist nicht auf die spezifische Ausführungsform beschränkt. Was die chemische Manganphosphatbildung betrifft, so wird das herkömmliche chemische Manganphosphatbildungsverfahren angewendet, das zur Verbesserung der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß einer Stahlrohrkupplung nach Beendigung eines Oberflächenreinigungsprozesses, z. B. einer Entfettung und einer Säurereinigung, oder nach Beendigung eines Oberflächenaktivierungsprozesses, z. B. einer Entfettung und einer Schrotstrahlung, durchgeführt wird. Beispielsweise erfolgt unmittelbar nach dem oben genannten Oberflächenreinigungsprozeß oder Oberflächenaktivierungsprozeß die chemische Manganphosphatbildung, oder alternativ erfolgt nach dem oben genannten Oberflächenreinigungsprozeß oder Oberflächenaktivierungsprozeß die Vorbehandlung, und dann erfolgt die chemische Manganphosphatbildung. Was das Vorbehandlungsbad betrifft, so wird beispielsweise ein Bad aus (Titankolloid-Natriumpyrophosphat) oder aus (Mangankolloid-Natriumpyrophosphat) verwendet, dessen Konzentration 0,1 bis 3,0 g/l ist, wobei das Vorbehandlungsbad jedoch nicht auf das spezifische Beispiel beschränkt ist. Die chemische Manganphosphatbildung, die nach dem Vorbehandlungsbad nacheinander erfolgt, ist nicht auf das spezifische erfindungsgemäße Beispiel beschränkt. Beispiele für die geeignete chemische Manganphosphatbildung sind: ein chemisches Bildungsbad aus ($Mn^{2+} - Ni^{2+} - PO_4^{3-} - NO_3^-$), dessen primäre Komponente Mangan-Dihydrogenphosphat ist; und aus ($Mn^{2+} - Ni^{2+} - Fe^{2+} - PO_4^{3-} - NO_3^- - F^-$). In dem chemischen Bildungsbad wird eine Überzugsschicht bei einer Temperatur von 75 bis 98°C in einer Behandlungszeit hergestellt, die der Dicke der zu erreichenden Überzugsschicht entspricht.

[0067] Die Nitrierschicht wird folgendermaßen hergestellt. Zunächst wird eine Stahlrohrkupplung einer Oberflächenreinigungsbehandlung und einer Oberflächenaktivierungsbehandlung unterzogen, z. B. Entfettung, Säurereinigung oder Entfettung und Sandstrahlung. Dann wird die Kupplung einem Salzschnmelzebad unterzogen, dessen Zusammensetzungsbeispiele nachstehend beschrieben sind:

Bad (A)	NaCN	25%
	KCN	10%
	NaCNO	25%
	KCNO	10%
	Na ₂ CO ₃	20%
Bad (B)	K ₂ CO ₃	10%
	NaCNO	10%
	KCNO	45%
	Na ₂ CO ₃	10%
	K ₂ CO ₃	35%

[0068] Im Salzschnmelzebad sind die oben genannten Stickstoffverbindungen enthalten. Bei einer Temperatur in einem Bereich von 400 bis 700°C wird die Stahlrohrkupplung einer Behandlung entsprechend der Größe der Kupplung unterzogen, so daß eine vorbestimmte Dicke der Nitrierschicht erreicht werden kann.

[0069] Nach Beendigung der Nitrierbehandlung wird die Stahlrohrkupplung einer Oberflächenreinigungsbehandlung unterzogen, z. B. Entfettung oder Waschen mit Wasser, oder als Alternative wird die Stahlrohrkupplung einer Oberflächenreinigungsbehandlung, z. B. Entfettung und Waschen mit Wasser, und einer Oberflächenaktivierungsbehandlung unterzogen. Nach dem oben beschriebenen gleichen Verfahren wird die chemische Phosphatbildungsüberzugschicht ausgebildet. Um die Aufgabe der Erfindung zu lösen, wird zur Verbesserung des Verhaltens zur Verhinderung des Auftretens von Abreibungsverschleiß und Festfressen der Stahlrohrkupplung mit der Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht und der chemischen Manganphosphatbildungsschicht die Schmierüberzugschicht hergestellt. Um die Aufgabe der Erfindung zu lösen, muß die Haftfestigkeit der Festschmiermittelüberzugschicht auf der chemischen Manganphosphatbildungsschicht hoch sein, und das Schmierverhalten und die mechanische Festigkeit der Überzugschicht müssen unter der Bedingung eines hohen Oberflächendrucks auch hoch sein.

[0070] Was die Eisengalvanisierung bzw. -plattierung oder Legierungsstahlgalvanisierung bzw. -plattierung betrifft, so sind die Beispiele der Zusammensetzung des Behandlungsbads folgende: Eisensulfat-Eisenchlorid-Ammoniumchlorideisen; Eisensulfat-Nickelchlorid-Eisenborat-Nickellegierung; Eisensulfat-Cobaltchlorid-Eisenborat-Cobaltlegierung; Eisensulfat-Nickelchlorid-Kobaltchlorid, Ammoniumchlorideisen-Nickel-Cobaltlegierung. Unter der Bedingung, daß die elektrische Stromdichte 1 bis 20 A/dm² ist und die Temperatur des Bades in einem Bereich von Raumtemperatur bis 60°C liegt, erfolgt die Galvanisierung für eine Elektrolysezeitperiode, die vorher festgelegt worden ist, um eine vorbestimmte Galvanisierungsdicke zu erreichen. Wenn Legierungsstahl galvanisiert wird, wird die Badzusammensetzung so eingestellt, daß die beizumischenden Mengen von Ni²⁺ und Co²⁺ und die elektrische Stromdichte entsprechend festgelegt sind.

[0071] Um das Schmierverhalten einer Beschichtung zu erhöhen, ist erfindungsgemäß ein Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver, das eine wesentliche Komponente ist, im Festschmiermittel enthalten. Ferner ist ein Binder im Festschmiermittel zum Zweck der Verbesserung der Haftfestigkeit und der mechanischen Festigkeit der Beschichtung enthalten. Beispiele für verwendbare Binder sind: Epoxidharz, dessen Molekulargewicht 2000 bis 10000 ist; Furanharz, dessen Molekulargewicht 150 bis 250 ist; und Polyamidimid, dessen Molekulargewicht 10000 bis 25000 ist. Um die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß der auszubildenden Beschichtung weiter zu verbessern, ist bei Bedarf entweder Cu- oder Zn-Pulver oder Cu- und Zn-Pulver in dem oben genannten Festschmiermittel enthalten.

[0072] Um die Aufgabe der Erfindung zu lösen, muß ein Festschmiermittel auf die zu behandelnde Kupplung aufgebracht werden. Das Festschmiermittel enthält Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver, dessen Partikelgröße 0,45 bis 10 µm ist, gemessen nach dem Fisherschen Meßverfahren. Außerdem enthält das Festschmiermittel ein organisches Harz, dessen Zusammensetzung in der folgenden Formel angegeben ist: $0,2 \leq \{ \text{Menge des (Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers)} \} / \{ \text{Menge des (Epoxidharzes, Furanharzes oder Polyamidimidharzes)} \} \leq 9,0$ (Gewichtsanteil). Dann wird die aufgebrachte Festschmiermittelschicht einer Härtungswärmebehandlung in einem Bereich von 150 bis 300°C unterzogen, um eine Festschmiermittelüberzugschicht von 10 bis 45 µm Dicke auszubilden.

[0073] Wenn der Partikeldurchmesser des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, gemessen nach dem Fisherschen Meßverfahren, kleiner als 0,45 µm ist, kann das Schmierverhalten durch Beimischung eines Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers verbessert werden, um das Auftreten von Abreibungsverschleiß zu verhindern.

[0074] Wenn dagegen die Partikelgröße 10 µm überschreitet, ist die Wirkung der Verbesserung der Schmier-eigenschaft durch Molybdändisulfid oder Wolframdisulfid erschöpft, und es wird schwierig, die Dicke der Festschmiermittelüberzugschicht zu regulieren. Demzufolge wird die Partikelgröße über 10 µm nicht bevorzugt. Deshalb ist der Partikeldurchmesser von Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver, gemessen nach dem Fisherschen Meßverfahren, auf einen Bereich von 0,45 bis 10 µm beschränkt. Es wird bevorzugt, daß der Partikeldurchmesser von Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver auf einen Bereich von 2 bis 5 µm beschränkt ist. Was den organischen Harzträger betrifft, der das Schmiermittel bildet, so ist das Molekulargewicht des Epoxidharzes auf einen Bereich von 2000 bis 10000 beschränkt, das Molekulargewicht von Furanharz ist auf einen Bereich von 150 bis 250 beschränkt, und das Molekulargewicht von Polyamidimid ist auf einen Bereich von 10000 bis 25000 beschränkt. Wenn das Molekulargewicht des Epoxidharzes kleiner als 2000 und das Molekulargewicht des Furanharzes kleiner als 150 und das Molekulargewicht des Polyamidimids kleiner

als 10000 ist, kann eine hinreichend hohe Zähigkeit und Härte erreicht werden. Wenn das Molekulargewicht des Epoxidharzes 10000 und das Molekulargewicht des Furanharzes 250 und das Molekulargewicht des Polyamidimidis 25000 überschreitet, ist die Wirkung der Verbesserung der Zähigkeit und Härte der zu erzeugenden Beschichtung erschöpft, und ferner wird es schwierig, das Behandlungsmittel gleichmäßig aufzubringen, und ferner verschlechtert sich die Haftfestigkeit der erzeugten Beschichtung auf der chemischen Manganphosphatbildungsbeschichtung. Demzufolge wird sie nicht bevorzugt.

[0075] Deshalb ist der organische Harzträger, der für das Schmiermittel verwendet wird, das zur Ausbildung der erfindungsgemäßen Festschmiermittelüberzugschicht verwendet wird, beschränkt auf: Epoxidharz, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 2000 bis 10000 liegt, vorzugsweise in einem Bereich von 3000 bis 5000; Furanharz, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 150 bis 250 liegt, vorzugsweise in einem Bereich von 170 bis 220; und Polyamidimidharz, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 10000 bis 25000 liegt, vorzugsweise in einem Bereich von 15000 bis 20000. Eines der oben genannten Harze wird gewählt und erfindungsgemäß verwendet.

[0076] Um die Aufgabe der Erfindung zu lösen, ist beim Festschmiermittel zur Bildung der Festschmiermittelüberzugschicht ein Anteil des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers am Binder von Bedeutung. Erfindungsgemäß ist der Anteil nach der folgenden Formel eingeschränkt:

$$0,2 \leq \frac{\text{Menge des (Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers)}}{\text{Menge des (Epoxidharzes, Furanharzes oder Polyamidimidharzes)}} \leq 9,0 \text{ (Gewichtsanteil)}$$

[0077] Wenn der Anteil kleiner als 0,2 ist, kann das Schmierverhalten der auszubildenden Festschmiermittelüberzugschicht nicht hinreichend verbessert werden. Wenn der Anteil 9,0 überschreitet, verschlechtert sich die Haftfestigkeit der ausgebildeten Festschmiermittelüberzugschicht. Insbesondere löst sich das Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver von der Überzugschicht ab. Deshalb wird ein Anteil von über 9,0 nicht bevorzugt.

[0078] Demzufolge ist der Anteil des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, das eine wesentliche Komponente zur Ausbildung der Festschmiermittelbearbeitungsschicht ist, am Harzträger bzw. -binder vorzugsweise in einem Bereich von 0,5 bis 3,0 und besonders bevorzugt in einem Bereich von 0,8 bis 2,0.

[0079] Um die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß der ausgebildeten Festschmiermittelüberzugschicht weiter zu verbessern, wird bei Bedarf erfindungsgemäß entweder Cu- oder Zn-Pulver oder Cu- und Zn-Pulver dem Behandlungsmittel beigemischt. Die Partikelgröße dieses Pulvers ist in einem Bereich von 0,5 bis 10 µm, und eine Menge des beizumischenden Cu- oder Zn-Pulvers ist in einem Bereich von 10 bis 50 Gew.-%, bezogen auf eine Menge des im Behandlungsmittel enthaltenen Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers. Auch wenn das Cu- oder Zn-Pulver, dessen Partikelgröße kleiner als 0,5 µm ist, in der Festschmiermittelüberzugschicht enthalten ist, ist die Wirkung zur Verbesserung der mechanischen Festigkeit der Überzugschicht klein, und wenn die Partikelgröße des Cu- oder Zn-Pulvers 10 µm überschreitet, wird es schwierig, die Dicke der Festschmiermittelüberzugschicht zu regulieren.

[0080] Wenn eine Menge des Cu- oder Zn-Pulvers kleiner ist als 10 Gew.-%, bezogen auf eine Menge des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, kann die Aufgabe der Verbesserung der Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nicht gelöst werden. Wenn eine Menge des Cu- oder Zn-Pulvers 50 Gew.-% überschreitet, bezogen auf eine Menge des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, verschlechtern sich das Schmierverhalten und die Haftfestigkeit der erzeugten Festschmiermittelüberzugschicht auf der chemischen Manganphosphatbildungsbehandlungsschicht.

[0081] Wenn dem Festschmiermittel Cu- oder Zn-Pulver beigemischt wird, ist demzufolge die Partikelgröße auf einen Bereich von 0,5 bis 10 µm beschränkt, und es wird bevorzugt, daß die Partikelgröße auf einen Bereich von 0,8 bis 6,5 µm beschränkt ist, und die Menge des beizumischenden Cu- oder Zn-Pulvers ist auf einen Bereich von 10 bis 50 Gew.-% beschränkt, bezogen auf die Menge des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, und es wird bevorzugt, daß die Menge des beizumischenden Cu- oder Zn-Pulvers auf einen Bereich von 20 bis 42,5 Gew.-% beschränkt ist, bezogen auf die Menge des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers.

[0082] Die Viskosität des auf die oben beschriebene Weise hergestellten Festschmiermittels wird entsprechend der Beschichtungsdicke und dem Beschichtungsverfahren reguliert. Dann wird das Festschmiermittel auf eine Stahlrohrkupplung aufgebracht, deren Oberfläche der Oberflächenvorbehandlungsnitrier- und der

chemischen Manganphosphatbildung unterzogen worden ist. Das Verfahren zur Regulierung der Viskosität des Festschmiermittels oder das Beschichtungsverfahren zum Aufbringen des Festschmiermittels ist nicht auf das spezifische erfindungsgemäße Beispiel beschränkt. Es können herkömmliche Verfahren verwendet werden. Beispielsweise wird Keton als Lösemittel verwendet, so daß die Viskosität verändert ist, und dann wird das Festschleifmittel durch Sprühen aufgebracht. Als nächstes wird die Stahlrohrkupplung mit dem Festschmiermittel einer Erwärmung und Härtung unterzogen. Erfindungsgemäß ist das Verfahren oder die Bedingungen der Erwärmung und Härtung nicht auf das spezifische Beispiel beschränkt. Die Erwärmungstemperatur kann beliebig nach den Eigenschaften des im Festschmiermittel enthaltenen organischen Harzträgers bestimmt werden. Als Erwärmungsverfahren kann das herkömmliche Erwärmungsverfahren verwendet werden. Beispiele für verwendbare Erwärmungsverfahren sind: Heißlufttrocknung, Gaserwärmung, elektrische Erwärmung und Infrarot Erwärmung. Erwärmung und Härtung erfolgen in einem Temperaturbereich von 150 bis 300°C. Es wird bevorzugt, die Erwärmung und Härtung in einem Temperaturbereich von 180 bis 270°C durchzuführen.

[0083] In diesem Zusammenhang kann die Erwärmungszeit beliebig nach der Größe und Form der Stahlrohrkupplung bestimmt werden. Um die Erwärmungszeit zu reduzieren und ein Abtropfen des Festschmiermittels im Härtungsprozeß, der nach dem Aufbringen des Festschmiermittels erfolgt, zu verhindern, kann die Stahlrohrkupplung vorher erwärmt werden, nämlich bevor das Festschmiermittel auf die Stahlrohrkupplung aufgebracht wird.

[0084] Nach den oben beschriebenen Verfahren ist die Dicke der auf der Stahlrohrkupplung ausgebildeten Festschmiermittelüberzugschicht auf einen Bereich von 10 bis 45 µm beschränkt. Wenn die Beschichtungsdicke kleiner als 10 µm ist, kann die erfindungsgemäße Aufgabe der Verbesserung des Schmierverhaltens nicht hinreichend erfüllt werden. Wenn die Beschichtungsdicke kleiner als 10 µm ist, entsteht ein Problem, nämlich daß sich die Häufigkeit des Schließens und Trennens der Stahlrohrkupplung verringert. Wenn dagegen die Dicke der Überzugschicht 45 µm überschreitet, ist die Verbesserungswirkung des Schmierverhaltens erschöpft. Deshalb ist die Dicke der Überzugschicht über 45 µm nicht wirtschaftlich. Wenn die Dicke der Überzugschicht 45 µm überschreitet, besteht die Tendenz, daß sich das Haftverhalten der Festschmiermittelüberzugschicht verschlechtert, und die Überzugschicht löst sich ab. Demzufolge ist die Dicke der Festschmiermittelüberzugschicht erfindungsgemäß auf einen Bereich von 10 bis 45 µm beschränkt, und es wird bevorzugt, daß die Dicke der Festschmiermittelüberzugschicht auf einen Bereich von 15 bis 30 µm beschränkt ist.

[0085] Wenn die Festschmiermittelüberzugschicht mit dem oben beschriebenen Festschmiermittel auf der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht ausgebildet ist, ist die Haftfestigkeit der Festschmiermittelüberzugschicht auf der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht sehr hoch, so daß die Zähigkeit und Härte der Überzugschicht verbessert werden kann, das heißt, eine Beschichtung mit hoher mechanischer Festigkeit und hohem Schmierverhalten kann hergestellt werden. Erfindungsgemäß besteht die Festschmiermittelüberzugschicht aus einem Festschmiermittel, das Molybdändisulfid- oder Wolframdissulfidpulver und den Polyamidimidharzträger bzw. -binder enthält, dem das Cu- oder Zn-Pulver beigemischt ist. Die derartig ausgebildete Festschmiermittelüberzugschicht hat eine ausgezeichnete Zähigkeit und Härte im Vergleich zu der Überzugschicht, die aus anderen Harzen besteht. Wenn ferner Cu-Pulver beigemischt wird, kann die Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß weiter verbessert werden, und es kann eine höhere Wirkung erreicht werden. Die mechanische Festigkeit der derartig ausgebildeten Festschmiermittelüberzugschicht ist besonders hoch. Demzufolge kann auch dann, wenn die Festschmiermittelüberzugschicht im Zustand eines hohen Oberflächendrucks wiederholt einem Gleitvorgang unterzogen wird, die Lebensdauer der Beschichtung verlängert werden. Demzufolge ist auch dann, wenn die Stahlrohrkupplung wiederholt geschlossen und getrennt wird, die erfindungsgemäße Festschmiermittelüberzugschicht sehr effektiv.

[0086] Wie oben beschrieben, kann erfindungsgemäß auf einer Stahlrohrkupplung eine Compoundüberzugschicht mit folgendem ausgebildet werden: einer Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht und einer chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht; und einer Schmiermittelüberzugschicht, deren mechanische Festigkeit und Schmierverhalten sehr hoch sind. Wenn sich die Wirkungen der oben genannten Überzugschichten summieren, kann eine Stahlrohrkupplung hergestellt werden, deren Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß sehr hoch ist. In diesem Zusammenhang kann die Stahlrohrkupplung mit einer nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Verbundüberzugschicht unter normalen Arbeitsbedingungen verwendet werden, bei denen das Compoundfett auf einen metallischen Dichtungsabschnitt aufgebracht wird und die Kupplung wiederholt geschlossen und getrennt wird. Ferner kann die Stahlrohrkupplung, die mit einer erfindungsgemäß hergestellten Verbundüberzugschicht beschichtet ist, verwendet werden unter Arbeitsbedingungen, bei denen keine ausreichende Menge Compoundfett aufgetragen wird, oder als Alternative unter Arbeitsbedingungen, bei denen absichtlich kein Compoundfett aufgebracht wird. Auch wenn die Stahlrohrkupp-

lung, die mit einer erfindungsgemäß hergestellten Verbundüberzugschicht beschichtet ist, unter den oben genannten Bedingungen verwendet wird, tritt ein Abreibungsverschleiß der Beschichtung selten auf, d. h. es kann eine hohe Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß erreicht werden.

[0087] Die Erfindung kann auf eine erfindungsgemäße Kupplung angewendet werden, die zum Verbinden von Ölbohrlochrohren verwendet wird. Das heißt, die Erfindung kann sowohl auf einen Zapfen, der aus einem Gewindeabschnitt, der am Ende eines Ölbohrlochrohrs ausgebildet ist, und einem verjüngten Abschnitt besteht, der im Basisabschnitt des Ölbohrlochrohres ausgebildet ist, und auf eine Kupplung angewandt werden, die aus einem Gewindeabschnitt, der mit dem oben genannten Gewindeabschnitt in Eingriff ist, und einem verjüngten Abschnitt besteht, der am Ende ausgebildet ist. Als Alternative kann die Erfindung auf eines von beiden angewendet werden. Insbesondere kann die Erfindung nur auf die Kupplung angewendet werden. In der Erfindung ist die Struktur der Beschichtung auf der Schraubkupplung beschrieben, die für ein Ölbohrlochrohr verwendet wird. Daher ist zu beachten, daß die Erfindung nicht auf ein spezifisches Beispiel der Kombination aus der Beschichtung und der Form der Kupplung beschränkt ist.

[0088] Mit Bezug auf die Beispiele wird die Erfindung nachstehend ausführlich beschrieben.

Beispiele

Beispiel 1

[0089] Was die Muffe und den Zapfen betrifft, die in [Fig. 1](#) dargestellt sind und die Teile sind, die eine Stahlrohrkupplung bilden, so werden die entsprechenden Gewindeabschnitte und Metall-Metall-Kontaktabschnitte der nachstehend beschriebenen Behandlung unterzogen. Als Oberflächenvorbehandlung wurde auf der Kontaktgrenzfläche der Muffe eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht hergestellt, oder es wurden eine Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht und eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht hergestellt. Als Alternative wurde eine Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht hergestellt, und die derartig hergestellte Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht wurde einer Sandstrahlung unterzogen. Was die Harzbeschichtung betrifft, so wurden eine Harzüberzugschicht aus Molybdändisulfid- und Polyamidimidharz, eine Harzüberzugschicht aus Molybdändisulfid- und Epoxidharz und eine Harzüberzugschicht aus Molybdändisulfid- und Furanharz hergestellt, wobei die Anteile auf vorbestimmte Werte festgelegt waren. Die derartig hergestellten Festschmiermittel wurden aufgebracht, und die Dicke der Harzbeschichtung wurde verändert. Tabelle 1 zeigt die Häufigkeit des Auftretens von Abreibungsverschleiß, wenn die Rauigkeit der gegenüberliegenden Gleitflächen verändert wurde. Wie man in Tabelle 1 sehen kann, wurde bei der Prüfung einer echten Kupplung, bei der die Kupplung im schmiermittellosen Zustand mindestens zwanzigmal wiederholt festgezogen und gelöst wurde, nachgewiesen, daß die erfindungsgemäße Wirkung hoch war. Wie man in Tabelle 1 sehen kann, wirkte die Gleitfläche im schmiermittellosen Zustand wie eine Feile. Demzufolge muß bei der Harzbeschichtung, bei der Molybdändisulfidpulver dispergiert und vermischt ist, die Harzbeschichtung so ausgebildet werden, daß die Dicke nicht größer sein kann als die Rauigkeit der Oberflächenvorbehandlung, und außerdem muß die Gleitfläche so ausgebildet sein, daß die Oberflächenrauigkeit kleiner sein kann als die Dicke der Harzbeschichtung.

Tabelle 1

	Oberflächenvorbehandlung (Oberflächenrauigkeit der Beschichtung)	Harzbeschichtung (Beschichtungsdicke)	Oberflächenrauigkeit der relativen Gleitflächen	Häufigkeit des Auftretens von Abreibungsverschleiß	Bem.
1	Nitrierung Oberflächenrauigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht	2 µm 25 µm	7 µm	nicht weniger als 20 mal	Erf.
2	Nitrierung Oberflächenrauigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht	2 µm 20 µm	20 µm	5 mal	Vgl.
3	Nitrierung Oberflächenrauigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht	2 µm 20 µm	7 µm	8 mal	Vgl.
4	Nitrierung Oberflächenrauigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht	2 µm 15 µm	7 µm	nicht weniger als 20 mal	Erf.
5	Oberflächenrauigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht	5 µm	7 µm	nicht weniger als 20 mal	Erf.
6	Oberflächenrauigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht	5 µm	3 µm	nicht weniger als 20 mal	Erf.
7	Nitrierung Oberflächenrauigkeit der chemischen Zinkphosphatbildungsüberzugsschicht	2 µm 12 µm	7 µm	nicht weniger als 20 mal	Erf.
8	Sandstrahlung	30 µm	7 µm	7 mal	Vgl.
9	Sandstrahlung	20 µm	7 µm	12 mal	Vgl.
10	Oberflächenrauigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht	5 µm	7 µm	nicht weniger als 20 mal	Erf.
11	Oberflächenrauigkeit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht	5 µm	7 µm	nicht weniger als 20 mal	Erf.

Beispiel 2 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0090] Eine Bewertung der Kupplung wurde folgendermaßen durchgeführt. Bei der Kupplung eines Stahl-

rohrs, d. h. bei der Muffe (Kupplungsteil) **1** und dem Zapfen (Endabschnitt eines Stahlrohrs) **2**, wurden die entsprechenden Gewindeabschnitte **3** und die Metall-Metall-Dichtungsabschnitte **4** mit der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht oder der Oberflächenvorbehandlungsnitrier- und der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht und der erfindungsgemäßen Festschmiermittelüberzugschicht beschichtet. Die derartig hergestellten Kupplungen wurden einer Bewertungsprüfung unterzogen.

[0091] Wie in [Fig. 2](#) dargestellt, wurden die derartig hergestellte Muffe **1** und der Zapfen **2**, die zu bewerten sind, miteinander in Eingriff gebracht. Als nächstes wurden die Muffe **1** und der Zapfen **2** mit einer Spannmaschine geschlossen, während ein vorbestimmtes Drehmoment entsprechend den Experimentbedingungen ausgeübt wurde. Die Muffe **1** und der Zapfen **2** wurden aufeinandergeschoben, während der Gewindeabschnitt **3** und der Metall-Metall-Dichtungsabschnitt **4** einem hohen Oberflächendruck ausgesetzt wurden. Danach wurden die Muffe **1** und der Zapfen **2** in der entgegengesetzten Richtung zu der des Schließens gedreht, so daß die Muffe **1** und der Zapfen **2** sich trennten. Nach Beendigung des Trennens wurden die Gewindeabschnitte **3** und die Metall-Metall-Dichtungsabschnitte **4** der Muffe **1** und des Zapfens **2** bewertet, und der Zustand des Ablösens der Oberflächenbehandlungsbeschichtung und das Auftreten von Abreibungsverschleiß wurden untersucht.

[0092] Wenn im Ergebnis der Untersuchung die Beschichtung sich nicht ablöste und kein Abreibungsverschleiß auftrat oder wenn die Ablösung und der Abreibungsverschleiß nicht problematisch waren, wurden die Muffe **1** und der Zapfen **2** weiter miteinander in Eingriff gebracht und von der oben erwähnten Spannmaschine unter den gleichen Bedingungen geschlossen.

[0093] Auf die oben beschriebene Weise wurde die zu bewertende Kupplung wiederholt geschlossen und getrennt, bis die Beschichtung sich löste und Abreibungsverschleiß auftrat. Die Untersuchung erfolgte, bis das Schließen und Trennen höchstens zwanzigmal wiederholt wurde. In diesem Zusammenhang wurde beim Schließ- und Trennvorgang der Zapfen mit einer Drehgeschwindigkeit von 1 bis 3 U/min in bezug auf die Muffe gedreht.

[0094] Es wurde eine Muffe aus Stahl entsprechend API P110 hergestellt, deren Innendurchmesser 5,5 Zoll war. Außerdem wurde ein Zapfen **2** hergestellt, dessen Größe der oben genannten Muffe entsprach. Die Muffe **1** und das vordere Ende des Zapfens **2** wurden in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in Wasser gewaschen. Dann wurden sie in einer wäßrigen 12%-igen HCl-Lösung bei Raumtemperatur 20 s gereinigt und in Wasser gewaschen. Unmittelbar danach wurden sie in dem chemischen Manganphosphatformierungsbad aus $(9,5 \text{ g/1Mn}^{2+} - 0,15 \text{ g/1Ni}^{2+} - 1,0 \text{ g/1Fe}^{2+} - 36 \text{ g/1PO}_4^{3-} - 6,1 \text{ g/1NO}_3^- - 0,3 \text{ g/1F}^-)$ bei 95°C für 10 min behandelt. Infolge der oben genannten Behandlung wurde eine chemische Manganphosphatformierungsbearbeitungsschicht ausgebildet.

[0095] Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 2,5 µm war, und Epoxidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 4200 war, wobei der Anteil 1,3 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** und den Zapfen **2** aufgebracht. Dann wurden sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 180°C für 20 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand.

[0096] Das heißt, durch die erfindungsgemäße Behandlung wurde eine zweischichtige Überzugschicht, die aus der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 18 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 16,5 µm Dicke bestand, in den Gewindeabschnitten **3** und den metallischen Dichtungsabschnitten **4** der Muffe **1** und des Zapfens **2**, die zu bewerten waren, ausgebildet. Die Gewindeabschnitte **3** und die metallischen Dichtungsabschnitte **4** der Muffe **1** und des Zapfens **2** wurden mit Compoundfett entsprechend API BU15A2, Sektion **2** beschichtet. Während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 3000 kg/cm² ausgeübt wurde, wurde die Schließ- und Trennprüfung mit der Kupplung wiederholt durchgeführt.

[0097] Nachdem die oben beschriebene Prüfung fünfzehnmal wiederholt worden war, traten kein Abreibungsverschleiß und Festfressen im Dichtungsabschnitt auf, aber in der sechzehnten Prüfung traten Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 1

[0098] Es wurde eine Muffe **1** aus Stahl entsprechend API P110 hergestellt, deren Innendurchmesser 5,5 Zoll war. Außerdem wurde ein Zapfen **2** hergestellt, dessen Größe der oben genannten Muffe entsprach. Die Muffe **1** und das vordere Ende des Zapfens **2** wurden in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in Wasser

gewaschen. Dann wurden sie in einer wäßrigen 12%-igen HCl-Lösung bei Raumtemperatur für 20 s gereinigt und in Wasser gewaschen. In den Gewindeabschnitten **3** und den metallischen Dichtungsabschnitten **4** der Muffe **1** und des Zapfens **2** wurde nur eine Festschmiermittelüberzugschicht von 16,5 µm Dicke aus dem in Beispiel 1 verwendeten Festschmiermittel ausgebildet. Das Vergleichsbeispiel 1 wurde auf die gleiche Weise hergestellt.

[0099] Die Vergleichskupplung wurde unter den gleichen Bedingungen wie im Beispiel 2 bewertet. Im Ergebnis der Bewertung löste sich die Festschmiermittelüberzugschicht in der siebenten Prüfung deutlich ab, und in der achten Prüfung traten Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Beispiel 3 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0100] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend N-80 bestand, wurde in einem Lösemittelenfettungsmittel entfettet und in Wasser gewaschen. Dann wurde sie einer Erwärmungsnitrierung bei 450°C für 30 min in dem Salzschnmelzebad aus (20% NaCN – 15% KCN – 17,5% NaCNO – 17,5% KCNO – 10% Na₂CO₃ – 20% K₂CO₃) unterzogen. Danach wurde die Muffe **1** in einem Ölbad abgekühlt. Die Muffe **1**, die der Nitrierung auf die oben beschriebene Weise unterzogen worden war, wurde in einem Lösemittel entfettet und in einer wäßrigen 5%-igen H₂SO₄-Lösung bei Raumtemperatur für 5 s gereinigt und dann in Wasser gewaschen. Danach wurde die Muffe **1** einer Vorbehandlung in einem Bad mit 0,8 g/l (Titankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 2 min unterzogen. Danach wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8,7 g/1Mn²⁺ – 0,2 g/1Ni²⁺ – 0,6 g/1Fe²⁺ – 32,3 g/1PO₄³⁻ – 5,7 g/1NO₃⁻ – 0,6 g/1F⁻) bei 90°C für 15 min behandelt. Bei der oben genannten Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 2,8 µm war, und Furanharz, dessen Molekulargewicht 185 war, wobei der Anteil 2,5 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, durch die erfindungsgemäße Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von 6,4 µm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 14 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 14 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0101] Während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 6000 kg/cm² ausgeübt wurde, wurde die Schließ- und Trennprüfung mit der Kupplung wiederholt durchgeführt. Nachdem die oben genannte Prüfung dreizehnmal wiederholt worden war, traten kein Abreibungsverschleiß und Festfressen im Dichtungsabschnitt auf, aber in der fünfzehnten Prüfung traten Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 2

[0102] Bei der Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend N-80 bestand, wurden eine Nitrierschicht von 6,4 µm Dicke und eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 14 µm Dicke im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 3 hergestellt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 2,8 µm war, und Furanharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 185 war, wobei der Anteil 0,15 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und es wurde einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht von 14 µm Dicke entstand. Das Vergleichsbeispiel wurde auf die gleiche Weise hergestellt.

[0103] Die Kupplung des Vergleichsbeispiels wurde unter den gleichen Bedingungen wie Beispiel 3 bewertet. Im Ergebnis der Bewertung war die Schmiereigenschaft nicht hinreichend hoch. Wenn die Prüfung achtmal wiederholt wurde, traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 4 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0104] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend T-90 bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in Wasser gewaschen. Danach wurde die Muffe **1** der Abstrahlvorbehandlung mit Glaskugeln unterzogen (Durchmesser: Nr. 100, Druck: 5 kp/cm², Dauer: 60 s). Dann wurde die Muffe einer Wärmenitrierung in dem Bad aus (25% NaCN – 10% KCN – 25% NaCNO – 10% KCNO

– 20% Na₂CO₃ – 10% K₂CO₃) bei 570°C für 20 min unterzogen. Dann wurde sie in einem Ölbad abgekühlt. Die Muffe, die der Nitrierbehandlung unterzogen worden war, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in einer wäßrigen 10%-igen H₂SO₄-Lösung bei Raumtemperatur für 10 s gereinigt und dann gewaschen. Danach wurde die Muffe der Vorbehandlung in dem Bad aus 0,5 g/l (Mangankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 20 s unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8 g/1Mn²⁺ – 0,3 g/1Ni²⁺ – 0,2 g/1Fe²⁺ – 29,5 g/1PO₄³⁻ – 5,4 g/1NO₃⁻ – 0,8 g/1F⁻) bei 85°C für 13 min unterzogen. Bei der oben genannten Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen Partikeldurchmesser 3,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 2000 war, wobei der Anteil 0,8 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 250°C für 30 min ausgesetzt, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von 10 µm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 12 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 18,5 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0105] Während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 6000 kg/cm² ausgeübt wurde, wurde der Schließ- und Trennversuch mit der Kupplung wiederholt durchgeführt. Nachdem die oben genannte Prüfung fünfzehnmal wiederholt worden war, traten kein Abreibungsverschleiß und Festfressen im Dichtungsabschnitt auf. Aber im achtzehnten Versuch traten Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 3

[0106] Bei der Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend T-90 bestand, wurden eine Nitrierschicht von 10 µm Dicke und eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht aus 12 µm Dicke im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** des Muffenabschnitts **1** nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 4 hergestellt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 0,3 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 20000 war, wobei der Anteil 9,5 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und sie wurde einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen, so daß ein Festschmiermittelüberzugschicht von 18,5 µm Dicke entstand. Das Vergleichsbeispiel wurde auf die oben beschriebene Weise hergestellt.

[0107] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 4 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels 3 zu Prüfwzwecken wiederholt geschlossen und gelöst. Im Ergebnis der Prüfung löste sich die Festschmiermittelüberzugschicht deutlich ab, so daß die Bewertungsprüfung bei der siebenten Prüfung beendet wurde.

Beispiel 5 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0108] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus einem 9%Cr-1%Mo-Legierungsstahl bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet. Danach wurde die Muffe **1** einer Abstrahlvorbehandlung mit Glaskugeln unterzogen (Durchmesser: Nr. 100, Druck: 5 kp/cm², Dauer: 90 s). Dann wurde die Muffe **1** der Wärmenitrierung in dem Bad aus (25% NaCN – 10% KCN – 20% NaCNO – 15% KCNO – 20% Na₂CO₃ – 10% K₂CO₃) bei 580°C für 15 min unterzogen. Dann wurde sie in einem Ölbad abgekühlt. Die Muffe **1**, die der Nitrierbehandlung unterzogen worden war, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in einer wäßrigen 10%-igen H₂SO₄-Lösung bei Raumtemperatur für 5 s gereinigt. Danach wurde die Muffe **1** der Vorbehandlung in dem Vorbehandlungsbad aus 0,5 g/l (Mangankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 2 min unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (9 g/1Mn²⁺ – 0,2 g/1Ni²⁺ – 0,6 g/1Fe²⁺ – 33,5 g/1PO₄³⁻ – 5,7 g/1NO₃⁻ – 0,6 g/1F⁻) bei 88°C für 10 min behandelt. Bei der oben genannten Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Als nächstes wurde die Muffe bei 175°C für 15 min vorbereitend erwärmt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 3,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 2000 war, wobei der Anteil 1,0 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 240°C für 30 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von 11,5 µm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 13,5 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 20 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0109] Die zu bewertende Kupplung wurde folgendermaßen geprüft. Unter der Bedingung, daß kein Compoundfett auf die Gewindeabschnitte **3** und die metallischen Dichtungsabschnitte **4** des Zapfens **2** und der Muffe **1** aufgebracht wurden, wurde die Kupplung wiederholt geschlossen und getrennt, während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 3500 kg/cm² ausgeübt wurde. Nachdem die Kupplung zwölfmal geschlossen und getrennt worden war, war die Ablösung der Überzugschicht relativ klein, und im Dichtungsabschnitt traten kein Abreibungsverschleiß und Festfressen auf. In der dreizehnten Prüfung traten jedoch deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 4

[0110] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Legierungsstahl mit 9% Cr – 1% Mo bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet, und dann wurde eine Sandstrahlung als Vorbehandlung auf der Innenfläche der Muffe **1** durchgeführt, so daß die höchste Oberflächenrauigkeit auf 25 µm verändert wurde. Als nächstes wurde die Muffe **1** auf 175°C für 15 min vorbereitend erwärmt. Danach wurde eine Festschmiermittelüberzugschicht von 20 µm Dicke unter den gleichen Bedingungen wie im Beispiel 5 ausgebildet. Das Vergleichsbeispiel 4 wurde auf die gleiche Weise hergestellt.

[0111] Auf die gleiche Weise wie Beispiel 5 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis traten in der vierten Prüfung deutlich Abreibungsverschleiß und Festfressen auf, so daß die Bewertungsprüfung beendet wurde.

Beispiel 6 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0112] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend L-80 bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittellösung entfettet und in Wasser gewaschen. Die Muffe **1** wurde in einer wäßrigen 10%-igen H₂SO₄ Lösung bei 50°C für 10 s gereinigt und dann in Wasser gewaschen. Danach wurde die Muffe **1** der Vorbehandlung im Vorbehandlungsbad aus 0,5 g/l (Titankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 1 min unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (9 g/1Mn²⁺ – 0,15 g/1Ni²⁺ – 0,9 g/1Fe²⁺ – 36 g/1PO₄³⁻ – 6,1 g/1NO₃⁻ – 0,5 g/1F⁻) bei 95°C für 10 min behandelt. Bei der oben genannten Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 4,0 und 1,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 16000 war, wobei der Anteil 1,1 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und sie wurde einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 260°C für 25 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, durch die erfindungsgemäße Behandlung wurde eine zweischichtige Überzugschicht, die aus der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 15 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 15 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0113] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 3 wurde der Kupplungsabschnitt so geprüft, daß er wiederholt geschlossen und getrennt wurde. In der achtzehnten Prüfung traten kein Abreibungsverschleiß und Festfressen auf. Aber in der neunzehnten Prüfung traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 5

[0114] Bei der Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend L-80 bestand, wurde eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 15 µm Dicke im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** des Muffenabschnitts **1** nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 6 hergestellt. Es wurde ein Schmiermittel hergestellt, dessen Zusammensetzung die gleiche war wie im Beispiel 6. Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und sie wurde einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 260°C für 25 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht von 5 µm Dicke entstand. Das Vergleichsbeispiel wurde auf die gleiche Weise hergestellt.

[0115] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 6 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels 5 zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis der Prüfung traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen in der neunten Prüfung auf, so daß die Bewertungsprüfung beendet wurde.

Beispiel 7 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0116] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend API P110 bestand,

wurde in einem wäßrigen Lösemittelentfettungsmittel entfettet und in Wasser gewaschen. Dann wurde die Muffe **1** in einer wäßrigen 15%-igen H_2SO_4 -Lösung bei Raumtemperatur für 18 s gereinigt und dann in Wasser gewaschen. Unmittelbar danach wurde die Muffe **1** in den chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (9,5 g/1Mn²⁺ – 0,15 g/1Ni²⁺ – 0,4 g/1Fe²⁺ – 36 g/1PO₄³⁻ – 6,1 g/1NO₃⁻ – 0,3 g/1F⁻) bei 90°C für 20 min behandelt. In dem oben beschriebenen Verfahren entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Als nächstes wurde die Muffe **1** bei 180°C für 15 min vorbereitend erwärmt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver mit dem durchschnittlichen Partikeldurchmesser von 4,3 µm und Cu-Pulver mit dem durchschnittlichen Partikeldurchmesser von 1,0 µm und Polyamidharz mit dem durchschnittlichen Molekulargewicht 20000, wobei der Anteil 1,0 war (Gewichtsprozent). Das Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und sie wurde einer Wärmebehandlung bei 270°C für 20 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, in dem erfindungsgemäßen Verfahren wurde eine zweischichtige Überzugschicht, die aus der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 16 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 17 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0117] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 3 wurde der Kupplungsabschnitt so geprüft, daß er wiederholt geschlossen und getrennt wurde. Nachdem die Prüfung zwanzigmal wiederholt durchgeführt worden war, traten im Dichtungsabschnitt kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen auf, das heißt, in der Prüfung wurden sehr gute Ergebnisse erreicht.

Vergleichsbeispiel 6

[0118] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend API P110 bestand, wurde in einer wäßrigen Entfettungsmittellösung entfettet und in Wasser gewaschen. Danach wurde das Innere der Muffe **1** einer Sandstrahlung zwecks Vorbehandlung unterzogen, und die Oberflächenrauigkeit wurde auf die höchste Oberflächenrauigkeit von 35 µm verändert. In dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 7 wurde eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht, deren Dicke 16 µm war, auf dem Gewindeabschnitt **3** und dem metallischen Dichtungsabschnitt **4** der Muffe **1** ausgebildet. Ein Vergleichsbeispiel wurde auf die gleiche Weise hergestellt.

[0119] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 7 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis der Prüfung traten beträchtlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen in der neunten Prüfung auf, so daß die Bewertungsprüfung beendet wurde.

Beispiel 8 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0120] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend L-80 bestand, wurde in einer wäßrigen Entfettungsmittellösung entfettet und in Wasser gewaschen. Dann wurde die Muffe **1** in einer wäßrigen 12,5%-igen H_2SO_4 -Lösung bei Raumtemperatur für 15 s gereinigt und dann in Wasser gewaschen. Danach wurde die Muffe **1** einer Vorbehandlung in einem Vorbehandlungsbad aus 0,3 g/l (Mangankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 30 s unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** in einem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8 g/1Mn²⁺ – 1,15 g/1Ni²⁺ – 0,4 g/1Fe²⁺ – 29,5 g/1PO₄³⁻ – 6,1 g/1NO₃⁻ – 0,7 g/1F⁻) bei 80°C für 10 min behandelt. Bei der oben genannten Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Als nächstes wurde die Muffe auf 180°C für 15 min vorbereitend erwärmt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 4,3 µm war, und Cu-Pulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 1,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 19000 war, wobei der Anteil 1,0 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe aufgebracht, und es wurde einer Erwärmungsbehandlung bei 270°C für 20 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, in dem erfindungsgemäßen Verfahren wurde eine zweischichtige Überzugschicht, die aus der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 10,5 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 28,5 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0121] Nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 5 wurde unter der Bedingung, daß kein Compoundfett auf die Gewindeabschnitte **3** und die metallischen Dichtungsabschnitte **4** des Zapfens **2** und der Muffe **1** aufgebracht wurde, die Kupplung wiederholt geschlossen und getrennt, während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 4000 kg/cm² ausgeübt wurde. Nachdem die Kupplung dreizehnmal geschlossen und getrennt worden war, traten kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen im Dichtungsabschnitt auf. Aber in der vierzehnten Prüfung traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 7

[0122] Eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 10,5 µm Dicke wurde nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 8 im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** einer Muffe **1** ausgebildet, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend L-80 bestand. Ein Vergleichsbeispiel wurde auf die oben beschriebene Weise hergestellt.

[0123] In dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 8 wurde unter der Bedingung, daß kein Compoundfett auf die Gewindeabschnitte **3** und die metallischen Dichtungsabschnitte **4** aufgebracht wurde, die Kupplung wiederholt geschlossen und getrennt, während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 4000 kp/cm² ausgeübt wurde. Nachdem die Kupplung dreimal geschlossen und getrennt worden war, traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 9 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0124] Eine Nitrierschicht und eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht wurde nach dem gleichen Verfahren und unter den gleichen Behandlungsbedingungen wie im Beispiel 5 an einer Muffe **1** ausgebildet, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend T-90 bestand. Als nächstes wurde die Muffe **1** bei 160°C für 20 min vorbereitend erwärmt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 3,5 µm war, und Cu-Pulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 0,8 µm war, und Cn-Pulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 5,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 18000 war, wobei der Anteil 1,2 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungsbehandlung bei 250°C für 25 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand.

[0125] Das heißt, in dem erfindungsgemäßen Verfahren wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von 11,5 µm Dicke und der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 13,5 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 18,5 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0126] Nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 3 wurde eine Kupplung zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Nachdem die Kupplung zwanzigmal geschlossen und getrennt worden war, traten im Dichtungsabschnitt kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen auf, das heißt, es wurden sehr gute Ergebnisse erreicht.

Vergleichsbeispiel 8

[0127] Eine Nitrierschicht und eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht wurden nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 5 im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** einer Muffe **1** ausgebildet, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend T-90 bestand. Das Vergleichsbeispiel wurde auf die gleiche Weise hergestellt. Das heißt, auf die gleiche Weise wie in den Beispielen 5 und 9 wurden auf der Muffe **1** eine Nitrierschicht von 11,5 µm Dicke und eine chemische Manganphosphatbildungsschicht von 13,5 µm Dicke hergestellt, und das derartig hergestellte Vergleichsbeispiel wurde bewertet.

[0128] In dem oben beschriebenen Verfahren wurde wie im Beispiel 9 unter der Bedingung, daß Compoundfett aufgebracht wurde, die Kupplung des Vergleichsbeispiels wiederholt geschlossen und getrennt, während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 4000 kg/cm² ausgeübt wurde. Nachdem die Kupplung zehnmal geschlossen und getrennt worden war, traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

[0129] Wie oben beschrieben, besteht die erfindungsgemäße Stahlrohrkupplung aus einer Compoundüberzugschicht mit: einer chemischen Manganphosphatbildungsschicht oder einer Oberflächenvorbehandlungsnitrierschicht und einer chemischen Manganphosphatbildungsschicht; und einer Festschmiermittelüberzugschicht. Die Überzugschicht der derartig zusammengesetzten Kupplung hat eine ausgezeichnete Haftfestigkeit, mechanische Festigkeit und Schmiereigenschaft. Demzufolge treten auch dann, wenn sich die Wiederholungshäufigkeit des Schließens und Lösens erhöht, Abreibungsverschleiß und Festfressen der Überzugschicht selten auf. Das heißt, die erfindungsgemäße Stahlrohrkupplung hat eine ausgezeichnete Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß.

[0130] Tabelle 2 zeigt die Zusammensetzung eines hochlegierten Cr-Stahls, dessen Cr-Gehalt nicht kleiner als 10% ist. Aus dem oben genannten Cr-Legierungsstahl wurden zu bewertende Stahlrohrkupplungen hergestellt. Bei der Muffe (Kupplungsteil) **1** und dem Zapfen (Kupplungsteil des Stahlrohrendes) **2** wurden auf dem Gewindeabschnitt **3** und dem Metall-Metall-Dichtungsabschnitt **4** lediglich der Muffe **1** oder auf den Gewindeabschnitten **3** und den Metall-Metall-Dichtungsabschnitten **4** der Muffe **1** und des Zapfens **2** eine Nitrierschicht, eine Oberflächenvorbehandlungsschicht einer Eisengalvanisierung oder Eisenlegierungsgalvanisierung, eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugsschicht und eine erfindungsgemäße Festschmiermittelüberzugsschicht hergestellt. Die derartig hergestellten Kupplungen wurden der Bewertungsprüfung unterzogen. In der Bewertungsprüfung wurde die zu bewertende Kupplung wiederholt geschlossen und getrennt, bis sich die Beschichtung auf der Kupplung löste und oder Abreibungsverschleiß auftrat. Die Wiederholungshäufigkeit zur Bewertung war höchstens 15. In diesem Zusammenhang wurde, wenn in der Bewertungsprüfung die Kupplung wiederholt geschlossen und getrennt wurde, der Zapfen in bezug auf die Kupplung mit einer Drehgeschwindigkeit von 1 bis 3 U/min gedreht.

Tabelle 2

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Ni	Mo	Ti	Al	N
geprüfter Stahl A	0,19	0,36	0,44	0,012	0,004	0,02	12,93	0,13	0,01	Spuren	0,024	0,027
geprüfter Stahl B	0,05	0,33	0,13	0,018	0,002	0,03	16,14	0,08	0,02	0,003	0,124	0,011
geprüfter Stahl C	0,02	0,45	0,28	0,008	0,006	0,01	25,18	7,52	2,80	0,05	0,028	0,017

[0131] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 5,5 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl A bestand, und ein vorderer Endabschnitt des Zapfens **2**, dessen Größe der Muffe **1** entsprach, wurden in einer Entfettungsmittellösung entfettet. Danach wurden die Muffe **1** und der Zapfen **2** der Wärmenitrierbehandlung in einem Salzsammelbad aus (20% NeCN – 15% KCN – 17,5% NaCNO – 17,5% KCNO – 10% Na₂CO₃ – 20% K₂CO₃)

bei 450°C für 30 min unterzogen. Dann wurden sie in einem Ölbad abgekühlt. Die Teile, die der Nitrierbehandlung auf die oben beschriebene Weise unterzogen worden waren, wurden in einer Lösung entfettet und in einer wäßrigen 5%-igen H_2SO_4 -Lösung bei Raumtemperatur für 5 s gereinigt und in Wasser gewaschen. Danach wurden die Muffe **1** und der Zapfen **2** der Vorbehandlung in einem Vorbehandlungsbad aus 0,8 g/l (Titankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 2 min unterzogen. Dann wurden sie in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8,7 g/1 Mn^{2+} – 0,2 g/1 Ni^{2+} – 0,6 g/1 Fe^{2+} – 32,3 g/1 PO_4^{3-} – 5,7 g/1 NO_3^- – 0,6 g/1 F^-) bei 90°C für 10 min behandelt. Bei der oben beschriebenen Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht.

[0132] Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 2,5 μm war, und Epoxidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 4200 war, wobei der Anteil 1,3 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** und den Zapfen **2** aufgebracht, und es wurde einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 180°C für 20 min ausgesetzt, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand.

[0133] Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von 6,4 μm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 13 μm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 16,5 μm Dicke bestand, in den Gewindeabschnitten **3** und den metallischen Dichtungsabschnitten **4** der Muffe **1** und des Zapfens **2**, die zu bewerten waren, ausgebildet. Die zu bewertende Kupplung wurde folgendermaßen geprüft. Unter der Bedingung, daß Compoundfett entsprechend API BU15A2, Sektion **2** auf die Gewindeabschnitte **3** und die metallischen Dichtungsabschnitte **4** der Kupplung **1** und des Zapfens **2** aufgebracht wurde, wurde die Kupplung wiederholt geschlossen und getrennt, während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 3000 kg/cm^2 ausgeübt wurde.

[0134] Nachdem die Kupplung zehnmal wiederholt geschlossen und getrennt worden war, traten kein Abreibungsverschleiß und Festfressen in der Kupplung auf. Aber in der elften Prüfung traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 9

[0135] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 5,5 Zoll war, und ein vorderer Endabschnitt eines Zapfens **2**, die beide aus dem geprüften Stahl A bestanden, wurden in einem Lösemittel entfettet. Danach wurden die Gewindeabschnitte **3** und die metallischen Dichtungsabschnitte **4** der Muffe **1** und des Zapfens **2** einer Schrotstrahlung unterzogen, und die größte Oberflächenrauigkeit wurde auf 35 μm verändert. Nach Beendigung der Schrotstrahlung wurden die Gewindeabschnitte **3** und die metallischen Dichtungsabschnitte **4** der Muffe **1** und des Zapfens **2** in Wasser gewaschen. Danach wurden sie der Vorbehandlung in einem Vorbehandlungsbad aus 0,8 g/l (Titankolloid-Natriumpyrophosphat) unterzogen. Dann wurden sie in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8,7 g/1 Mn^{2+} – 0,2 g/1 Ni^{2+} – 0,6 g/1 Fe^{2+} – 32,3 g/1 PO_4^{3-} – 5,7 g/1 NO_3^- – 0,6 g/1 F^-) bei 90°C für 10 min behandelt.

[0136] Die chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht wurde jedoch auf den Teilen des Vergleichsbeispiels selten ausgebildet. Die Bewertungsprüfung erfolgte unter der gleichen Bedingung wie im Beispiel 10. Im Ergebnis der Bewertungsprüfung traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen in der zweiten Prüfung auf. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 11 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0137] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus geprüfem Stahl C bestand, wurde in einer wäßrigen Entfettungsmittellösung entfettet und in einer wäßrigen Lösung aus (10% HNO_3 + 1% HF) bei Raumtemperatur für 30 s gereinigt. Nachdem die Muffe **1** in Wasser gewaschen worden war, wurde sie in das Galvanisierungsbad aus (250 g/1 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 42 g/1 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ – 20 g/ NH_4Cl) getaucht, und es erfolgte eine Elektrolyse für 60 s mit der elektrischen Stromdichte von 10 A/dm^2 . Auf diese Weise wurde die Eisengalvanisierungsschicht auf der Muffe **1** ausgebildet. Unmittelbar nachdem die Muffe **1** in Wasser gewaschen worden war, wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (9,5 g/1 Mn^{2+} – 0,15/1 Ni^{2+} – 1,0 g/1 Fe^{2+} – 36 g/1 PO_4^{3-} – 6,1 g/1 NO_3^- – 0,3 g/1 F^-) bei 95°C für 10 min behandelt. Bei der oben genannten Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 2,8 μm war, und Furanharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 185 war, wobei der Anteil 1,8 war (Gewichtsanteil). Das Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und es wurde einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüber-

zugschicht entstand. Das heißt, durch die erfindungsgemäße Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Eisengalvanisierungsschicht von 1,5 µm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 18 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 15 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und dem metallischen Dichtungsabschnitt **4** der Muffe **1** ausgebildet.

[0138] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 10 wurde der Kupplungsabschnitt, während er mit dem Compoundfett beschichtet war und auf den Dichtungsabschnitt ein Oberflächendruck von 4000 kg/cm² ausgeübt wurde, zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Bis die elfte Prüfung beendet war, traten im Dichtungsabschnitt kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen auf. Aber in der zwölften Prüfung traten beträchtlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 10

[0139] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl C bestand, wurde der gleichen Vorbehandlung wie im Beispiel 11 unterzogen. Danach wurden die Eisengalvanisierungsschicht von 1,5 µm Dicke und die chemische Manganphosphatbildungsschicht von 18 µm Dicke unter den gleichen Bedingungen ausgebildet. Ferner wurde das gleiche Festschmiermittel wie im Beispiel 2 auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde die Muffe **1** der Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen. Auf diese Weise wurde die Festschmiermittelüberzugschicht von 5 µm Dicke, deren Zusammensetzung die gleiche war wie im Beispiel 11, im Vergleichsbeispiel ausgebildet.

[0140] Die derartig hergestellte Kupplung des Vergleichsbeispiels wurde in der gleichen Bewertungsprüfung wie im Beispiel 11 bewertet. Im Ergebnis der Bewertungsprüfung traten Abreibungsverschleiß und Festfressen in der achten Prüfung deutlich auf. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 12 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0141] Eine Kupplung (Muffe) **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl B bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet. Danach wurde die Muffe der Abstrahlvorbehandlung mit Glaskugeln unterzogen (Durchmesser: Nr. 100, Druck: 5 kp/cm², Dauer: 60 s). Dann wurde die Muffe **1** der Erwärmungsnitrierung in dem Bad aus (20% NaCN – 10% KCN – 25% NaCNO – 10% KCNO – 20% Na₂CO₃ – 10% K₂CO₃) bei 570°C für 20 min unterzogen. Dann wurde sie in einem Ölbad abgekühlt. Die Muffe **1**, die der Nitrierbehandlung unterzogen worden war, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in einer wäßrigen 10%-igen H₂SO₄-Lösung bei Raumtemperatur für 10 s gereinigt und dann in Wasser gewaschen. Danach wurde die Muffe **1** einer Vorbehandlung in dem Bad aus 0,5 g/l (Mangankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 20 s unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8 g/1Mn²⁺ – 0,3 g/1Ni²⁺ – 0,2 g/1Fe²⁺ – 29,5 g/1PO₄³⁻ – 5,4 g/1NO₃⁻ – 0,3 g/1F⁻) bei 85°C für 13 in behandelt. Bei der oben beschriebenen Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdänsulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 3,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 20000 war, wobei der Anteil 0,8 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde es einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 250°C für 30 min unterzogen, und es entstand eine Festschmiermittelüberzugschicht. Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von 10 µm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 12 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 15 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0142] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 11 wurde der Kupplungsabschnitt zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Bis die dreizehnte Prüfung beendet war, traten kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen in der Kupplung auf. In der vierzehnten Prüfung traten jedoch deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 11

[0143] Bei einer Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl B bestand, wurden die Nitrierschicht aus 10 µm Dicke und die chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 12 µm Dicke im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** des Muffenabschnitts **1** nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 12 hergestellt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdänsulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 0,3 µm

war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 20000 war, wobei der Anteil 9,5 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe 1 aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen, und es entstand eine Festschmiermittelüberzugsschicht von 15 µm Dicke. Das Vergleichsbeispiel wurde auf die gleiche Weise hergestellt. Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 11 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels zu Prüfungszwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis der Prüfung löste sich die Festschmiermittelüberzugsschicht deutlich ab, so daß die Bewertungsprüfung in der sechsten Prüfung beendet wurde.

Beispiel 13 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0144] Eine Muffe 1, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl B bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in einer wäßrigen Lösung von (10% HNO₃ + 1% HF) bei Raumtemperatur für 45 s gereinigt. Nachdem die Muffe 1 in Säure gewaschen worden war, wurde sie in das Galvanisierungsbad aus (330 g/1FeSO₄·7H₂O – 10 g/1NiCl₂·6H₂O – 10 g/1CoCl₂·6H₂O – 20 g/NH₄Cl) getaucht, und es erfolgte eine Elektrolyse für 130 s mit der elektrischen Stromdichte von 7,5 A/dm². Auf diese Weise entstand die Legierungsgalvanisierungsschicht aus Fe – 1% Ni – 1% Co. Als nächstes wurde die Muffe in Wasser gewaschen und in der 10%-igen H₂SO₄-Säure gereinigt und in Wasser gewaschen. Unverzüglich wurde die Muffe 1 in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8 g/1Mn²⁺ – 0,3 g/1Ni²⁺ – 0,7 g/1Fe²⁺ – 29,5 g/1PO₄³⁻ – 5,4 g/1NO₃⁻ – 0,5 g/1F⁻) bei 92°C für 15 min behandelt. Bei der oben beschriebenen Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugsschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 3,5 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 18000 war, wobei der Anteil 1,8 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe 1 aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 260°C für 25 min unterzogen, und es entstand eine Festschmiermittelüberzugsschicht. Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugsschicht, die aus einer Fe-1%Ni-1%Ni-1%Co-Legierungsgalvanisierungsschicht von 2,5 µm Dicke, einer chemischen Manganphosphatbildungsüberzugsschicht von 17 µm Dicke und einer Festschmiermittelüberzugsschicht von 12 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt 3 und im metallischen Dichtungsabschnitt 4 der zu bewertenden Muffe 1 ausgebildet.

[0145] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 11, wurde der Kupplungsabschnitt zu Prüfungszwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Bis die zwölfte Prüfung beendet war, traten kein Abreibungsverschleiß und kein Festfressen in der Kupplung auf. Bei der dreizehnten Prüfung traten jedoch beträchtlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 12

[0146] Bei der Muffe 1, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl B bestand, wurden die Legierungsgalvanisierungsschicht aus Fe – 1% Ni – 1% Co von 2,5 µm Dicke und die chemische Manganphosphatbildungsüberzugsschicht von 17 µm Dicke im Gewindeabschnitt 3 und im metallischen Dichtungsabschnitt 4 des Muffenabschnitts 1 nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 12 hergestellt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 3,5 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 18000 war, wobei der Anteil 0,15 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe 1 aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 250°C für 30 min ausgesetzt, so daß eine Festschmiermittelüberzugsschicht von 12 µm Dicke entstand. Das Vergleichsbeispiel wurde auf die gleiche Weise hergestellt. Auf die gleiche Weise wie das Beispiel 11 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels zu Prüfungszwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis der Prüfung wurde das Schmierverhalten der Festschmiermittelüberzugsschicht nicht hinreichend verbessert, und es traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen in der fünften Prüfung auf. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 14 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0147] Eine Muffe 1, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl C bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in einer wäßrigen Lösung aus (10% HNO₃ + 1% HF) bei Raumtemperatur für 60 s gereinigt. Nachdem die Muffe 1 in Säure gewaschen worden war, wurde sie in das Galvanisierungsbad aus (300 g/1FeSO₄·7H₂O – 35 g/1NiCl₂·6H₂O – 30 g/1H₃BO₃) getaucht, und es wurde eine Elektrolyse für 82,5 s bei einer elektrischen Stromdichte von 15 A/dm² durchgeführt. Auf diese Weise wurde die Legierungsgalvanisierungsschicht aus Fe-Ni hergestellt, deren Ni-Gehalt 3,5% war. Als nächstes wurde die Muffe in Wasser gewaschen und in einer 3%-igen H₂SO₄-Säure gereinigt und in Wasser gewaschen. Un-

mittelbar danach wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus ($8,7 \text{ g/1Mn}^{2+} - 0,2 \text{ g/1Ni}^{2+} - 0,6 \text{ g/1Fe}^{2+} - 32,3 \text{ g/1PO}_4^{3-} - 5,7 \text{ g/1NO}_3^- - 0,5 \text{ g/1F}^-$) bei 95°C für 10 min behandelt. Bei der oben beschriebenen Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser $4,0 \mu\text{m}$ war, Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser $1,0 \mu\text{m}$ war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 16000 war, wobei der Anteil 1,1 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und sie wurde einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 260°C für 25 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, bei dem erfindungsgemäßen Verfahren wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus einer Legierungsgalvanisierungsschicht aus Fe-Ni von $3,0 \mu\text{m}$ Dicke, einer chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht aus $15 \mu\text{m}$ Dicke und einer Festschmiermittelüberzugschicht von $16 \mu\text{m}$ Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und dem metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0148] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 11 wurde der Kupplungsabschnitt zu Prüfungszwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Bis die dreizehnte Prüfung beendet war, traten kein Abreibungsverschleiß und Festfressen in der Kupplung auf. Aber in der vierzehnten Prüfung traten beträchtlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 13

[0149] Bei der Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus geprüftem Stahl C bestand, wurde eine Fe-3,5%Ni-Legierungsgalvanisierungsschicht, deren Dicke $3,0 \mu\text{m}$ war, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 13 hergestellt. Als nächstes wurde die Muffe **1** mit dem gleichen Festschmiermittel wie im Beispiel 14 beschichtet, und es erfolgte die gleiche Behandlung. Auf diese Weise entstand die Festschmiermittelüberzugschicht von $16 \mu\text{m}$ Dicke des Vergleichsbeispiels.

[0150] Eine derartig hergestellte Kupplung des Vergleichsbeispiels wurde zu Prüfungszwecken auf die gleiche Weise wie im Beispiel 14 wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis traten in der siebenten Prüfung Abreibungsverschleiß und Festfressen deutlich auf, die durch Abreibungsverschleiß und lokales Ablösen der Festschmiermittelüberzugschicht bewirkt wurden. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 15 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0151] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl A bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet. Dann wurde die Muffe **1** einer Wärmenitrierung in einem Salzschnmelzebad aus ($15\% \text{ NaCN} - 20\% \text{ KCN} - 15\% \text{ NaCNO} - 10\% \text{ KCNO} - 20\% \text{ Na}_2\text{CO}_3 - 10\% \text{ K}_2\text{CO}_3$) bei 590°C für 10 min unterzogen. Dann wurde sie in einem Ölbad abgekühlt. Die Muffe **1**, die der Nitrierbehandlung unterzogen worden war, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in einer wäßrigen 5%-igen H_2SO_4 -Lösung bei Raumtemperatur für 1 s gereinigt. Dann wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus ($9,5 \text{ g/1Mn}^{2+} - 0,15 \text{ g/1Ni}^{2+} - 0,4 \text{ g/1Fe}^{2+} - 36 \text{ g/1PO}_4^{3-} - 6,1 \text{ g/1NO}_3^- - 0,3 \text{ g/1F}^-$) bei 90°C für 20 min behandelt. Bei der oben beschriebenen Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht auf der Nitrierschicht. Als nächstes wurde die Muffe **1** bei 180°C für 15 min vorbereitend erwärmt. Es wurde ein Schmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser $4,3 \mu\text{m}$ war, Kupferpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser $1,0 \mu\text{m}$ war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 20000 war, wobei der Anteil 1,0 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 270°C für 20 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von $7,5 \mu\text{m}$ Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von $16 \mu\text{m}$ Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von $15 \mu\text{m}$ Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Kupplung **1** ausgebildet.

[0152] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 11 wurde der Kupplungsabschnitt zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Nachdem die Prüfung fünfzehnmal wiederholt worden war, traten kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen im Dichtungsabschnitt auf, das heißt, es wurden gute Ergebnisse erreicht.

Vergleichsbeispiel 14

[0153] Bei einer Muffe **1**, die aus dem geprüften Stahl A besteht und deren Innendurchmesser 7 Zoll war, wurden Nitrierschichten von 7,5 µm Dicke auf dem Gewindeabschnitt **3** und dem metallischen Dichtungsabschnitt **4** nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 15 ausgebildet. Als nächstes wurden die Oberflächen mit einer wäßrigen Entfettungsmittellösung entfettet und in Wasser gewaschen. Dann wurden die Oberflächen mit dem gleichen Festschmiermittel wie im Beispiel 15 beschichtet, und es erfolgte die gleiche Behandlung. Auf diese Weise entstand die Festschmiermittelüberzugschicht des Vergleichsbeispiels.

[0154] Die derartig hergestellte Kupplung des Vergleichsbeispiels wurde zu Prüfungszwecken auf die gleiche Weise wie im Beispiel 11 wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis wurde in der achten Wiederholungsprüfung die Festschmiermittelüberzugschicht deutlich abgetragen und örtlich abgelöst. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 16 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0155] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl B bestand, wurde in einer Entfettungsmittellösung entfettet und in einer wäßrigen Lösung aus (10% HNO₃ + 1% HF) bei Raumtemperatur für 60 s gereinigt. Dann wurde die Muffe **1** in Wasser gewaschen. Sie wurde in das Galvanisierungsbad aus (330 g/1FeSO₄·7H₂O – 12 g/1CoCl₂·6H₂O – 15 g/1H₃BO₃) getaucht, und es erfolgte eine Elektrolyse für 40 s mit einer elektrischen Stromdichte von 20 A/dm². Auf diese Weise entstand die Fe-1,2%Co-Legierungsgalvanisierungsschicht. Als nächstes wurde die Muffe **1** in Wasser gewaschen und in der 5%-igen H₂SO₄-Säure für 10 s gereinigt und dann in Wasser gewaschen.

[0156] Danach wurde die Muffe **1** einer Vorbehandlung in einem Vorbehandlungsbad aus (Mangankolloid-Natriumpyrophosphat) mit der Konzentration von 0,3 g/l bei Raumtemperatur für 1 min unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** in einem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (9,5 g/1Mn²⁺ – 0,15 g/1Ni²⁺ – 0,9 g/1Fe²⁺ – 36 g/1PO₄³⁻ – 6,1 g/1NO₃⁻ – 1,0 g/1F⁻) bei 90°C für 12,5 min behandelt. Bei der oben beschriebenen Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Als nächstes wurde die Muffe **1** bei 160°C für 20 min vorbereitend erwärmt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 3,5 µm war, Cu-Pulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 0,8 µm war, Zn-Pulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 5,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 18000 war, wobei der Anteil 1,2 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und sie wurde einer Wärmebehandlung bei 250°C für 25 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand.

[0157] Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Fe-1,2%Co-Legierungsschicht von 2,0 µm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 10 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 21 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0158] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 11 wurde der Kupplungsabschnitt so geprüft, daß er wiederholt geschlossen und getrennt wurde. Nachdem die Prüfung fünfzehnmal wiederholt worden war, traten kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen im Dichtungsabschnitt auf, das heißt, in der Prüfung wurden sehr gute Ergebnisse erreicht.

Vergleichsbeispiel 15

[0159] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus dem geprüften Stahl B bestand, wurde in Säure nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 14 entfettet und gereinigt. Danach wurde sie in das Galvanisierungsbad aus (150 g/1FeSO₄·7H₂O – 100 g/1CoCl₂·6H₂O – 20 g/1H₃BO₃) getaucht, und es erfolgte eine Elektrolyse für 40 s bei einer elektrischen Stromdichte von 20 A/dm². Auf diese Weise entstand die Fe-15%Co-Legierungsgalvanisierungsschicht. Als nächstes wurden nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 16 die chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht und die Festschmiermittelüberzugschicht ausgebildet. Das Vergleichsbeispiel wurde wie oben beschrieben hergestellt.

[0160] Bei der oben beschriebenen Behandlung wurden auf dem Gewindeabschnitt **3** und dem metallischen Dichtungsabschnitt **4** der Kupplung des Vergleichsbeispiels eine Fe-15%Co-Legierungsgalvanisierungsschicht von 20 µm Dicke, eine gleichmäßige chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht und eine Festschmiermittelüberzugschicht von 21 µm Dicke in der gleichen Zusammensetzung wie im Beispiel 16 her-

gestellt.

[0161] Nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 16 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis löste sich in der siebenten Wiederholungsprüfung die Überzugschicht deutlich ab. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 17 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0162] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus einem Stahl entsprechend N-80 war, wurde in einer Entfettungsmittellösung entfettet und in Wasser gewaschen. Dann wurde die Muffe **1** einer Erwärmungsnitrierung in dem Bad aus (20% NaCN – 15% KCN – 17% NaCNO – 17,5% KCNO – 10% Na₂CO₃ – 20% K₂CO₃) bei 450°C für 30 min unterzogen. Dann wurde sie in einem Ölbad abgekühlt. Die Muffe **1**, die der Nitrierbehandlung unterzogen worden war, wurde in einer Entfettungsmittellösung entfettet und in einer wäßrigen 5%-igen H₂SO₄-Lösung bei Raumtemperatur für 5 s gereinigt und dann in Wasser gewaschen. Danach wurde die Muffe **1** einer Vorbehandlung in dem Bad aus 0,8 g/l (Titankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 2 min unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8,7 g/1Mn²⁺ – 0,2 g/1Ni²⁺ – 0,6 g/1Fe²⁺ – 32,3 g/1PO₄³⁻ – 5,7 g/1NO₃⁻ – 0,6 g/1F⁻) bei 90°C für 15 min behandelt. Bei der oben beschriebenen Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 2,8 µm war, und Furanharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 185 war, wobei der Anteil 5,0 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen, und es entstand eine Festschmiermittelüberzugschicht. Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von 6,4 µm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 14 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 14 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0163] Während auf den Dichtungsabschnitt ein Oberflächendruck von 6000 kg/cm² ausgeübt wurde, wurde der Kupplungsabschnitt zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Bis die fünfzehnte Prüfung beendet war, traten kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen im Dichtungsabschnitt auf. Aber in der zwanzigsten Prüfung traten Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 16

[0164] Bei der Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend N-80 bestand, wurden die Nitrierschicht von 6,4 µm Dicke und die chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 14 µm Dicke im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** des Kupplungsabschnitts **1** nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 17 hergestellt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 2,8 µm war, und Furanharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 185 war, wobei der Anteil 0,15 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht von 14 µm Dicke entstand. Das Vergleichsbeispiel wurde auf die gleiche Weise hergestellt.

[0165] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 17 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels zu Prüfungszwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis der Prüfung konnte keine ausreichend hohe Schmier-eigenschaft erreicht werden, und bei der zehnten Wiederholung der Prüfung traten deutlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung beendet.

Beispiel 18 (nicht zur Erfindung gehörend)

[0166] Eine Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend T-90 bestand, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in Wasser gewaschen. Danach wurde die Muffe **1** einer Abstrahlvorbehandlung mit Glaskugeln (Durchmesser: Nr. 100, Druck: 5 kp/cm², Dauer: 60 s) unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** einer Erwärmungsnitrierung in dem Salzschnmelzebad aus (25%NaCN – 10%KCN – 25%NaCNO – 10%KCNO – 20%Na₂CO₃ – 10%K₂CO₃) bei 570°C für 20 min unterzogen. Dann wurde sie in einem Ölbad abgekühlt. Die Muffe **1**, die der Nitriererwärmung unterzogen worden war, wurde in einem wäßrigen Entfettungsmittel entfettet und in einer wäßrigen 10%-igen H₂SO₄-Lösung bei Raumtemperatur für 10 s gereinigt und dann in Wasser gewaschen. Danach wurde die Muffe **1** einer Vorbehandlung in dem Bad aus 0,5

g/l (Mangankolloid-Natriumpyrophosphat) bei Raumtemperatur für 20 s unterzogen. Dann wurde die Muffe **1** in dem chemischen Manganphosphatbildungsbad aus (8 g/1Mn²⁺ – 0,3 g/1Ni²⁺ – 0,2 g/1Fe²⁺ – 29,5 g/1PO₄³⁻ – 5,4 g/1NO₃⁻ – 0,8 g/1F⁻) bei 85°C für 13 min behandelt. Bei der oben beschriebenen Behandlung entstand eine chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Wolframdisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 3,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 20000, wobei der Anteil 8,0 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht, und dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 250°C für 30 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht entstand. Das heißt, bei der erfindungsgemäßen Behandlung wurde eine dreischichtige Überzugschicht, die aus der Nitrierschicht von 10 µm Dicke, der chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 12 µm Dicke und der Festschmiermittelüberzugschicht von 18,5 µm Dicke bestand, im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** der zu bewertenden Muffe **1** ausgebildet.

[0167] Während auf den Dichtungsabschnitt **4** ein Oberflächendruck von 6000 kg/cm² ausgeübt wurde, wurde der Kupplungsabschnitt zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Bis die achtzehnte Prüfung beendet war, traten kaum Abreibungsverschleiß und Festfressen an der Kupplung auf. Aber in der zwanzigsten Prüfung traten beträchtlicher Abreibungsverschleiß und Festfressen auf.

Vergleichsbeispiel 17

[0168] Bei der Muffe **1**, deren Innendurchmesser 7 Zoll war und die aus Stahl entsprechend T-90 bestand, wurden die Nitrierschicht von 10 µm Dicke und die chemische Manganphosphatbildungsüberzugschicht von 12 µm Dicke im Gewindeabschnitt **3** und im metallischen Dichtungsabschnitt **4** des Kupplungsabschnitts nach dem gleichen Verfahren wie im Beispiel 18 hergestellt. Es wurde ein Festschmiermittel hergestellt, dessen Hauptkomponenten waren: Molybdändisulfidpulver, dessen durchschnittlicher Partikeldurchmesser 3,0 µm war, und Polyamidharz, dessen durchschnittliches Molekulargewicht 20000 war, wobei der Anteil 10 war (Gewichtsanteil). Dieses Festschmiermittel wurde auf die Muffe **1** aufgebracht. Dann wurde sie einer Erwärmungs- und Härtingsbehandlung bei 200°C für 30 min unterzogen, so daß eine Festschmiermittelüberzugschicht von 18,5 µm Dicke entstand. Das Vergleichsbeispiel wurde auf die gleiche Weise hergestellt.

[0169] Auf die gleiche Weise wie im Beispiel 18 wurde die Kupplung des Vergleichsbeispiels zu Prüfzwecken wiederholt geschlossen und getrennt. Im Ergebnis der Prüfung löste sich die Festschmiermittelüberzugschicht deutlich ab. Deshalb wurde die Bewertungsprüfung in der neunzehnten Wiederholungsprüfung beendet.

Industrielle Anwendbarkeit

[0170] Wie oben beschrieben, ist auf der Kontaktfläche der Muffe oder des Zapfens der erfindungsgemäßen Schraubkupplung eine chemische Phosphatformierungsüberzugschicht vorgesehen, oder es ist als Alternative eine Nitrierschicht und eine chemische Phosphatformierungsüberzugschicht vorgesehen, und auf dieser chemischen Phosphatformierungsüberzugschicht wird eine Harzüberzugschicht ausgebildet. Wenn die Dicke dieser Harzüberzugschicht größer ist als die Dicke oder die Oberflächenrauigkeit der chemischen Phosphatformierungsüberzugschicht und wenn außerdem die Dicke dieser Harzbeschichtung größer ist als die Oberflächenrauigkeit der gegenüberliegenden Gleitfläche, dann muß kein Flüssigschmiermittel, z. B. Compoundfett, verwendet werden, das normalerweise aufgebracht wird, bevor eine bekannte Kupplung geschlossen wird. Auch wenn die erfindungsgemäße Kupplung wiederholt festgezogen und gelöst wird, tritt kein Abreibungsverschleiß auf, und die Dichtungseigenschaft kann hoch bleiben. Erfindungsgemäß kann eine Hochleistungsschraubkupplung bereitgestellt werden.

Patentansprüche

1. Schraubkupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß, mit: einem Zapfen, der aus einem Außengewinde und einem Metallkontaktabschnitt ohne Gewinde besteht; und einer Muffe, die aus einem Innengewinde und einem Metallkontaktabschnitt ohne Gewinde besteht, wobei eine chemische Phosphatbildungsüberzugschicht von 5 bis 30 µm Dicke oder eine Nitrierschicht von 1 bis 20 µm Dicke und eine chemische Phosphatbildungsüberzugschicht von 5 bis 30 µm Dicke auf einer Kontaktfläche der Muffe oder des Zapfens vorgesehen sind und eine Harzüberzugschicht von 10 bis 45 µm Dicke, in der Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver dispergiert ist, auf der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht ausgebildet ist und die Dicke der Harzsicht größer ist als die Gesamtdicke der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht und der Nitrierschicht.

2. Schraubkupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nach Anspruch 1, wobei die Dicke der Harzbeschichtung größer ist als die Oberflächenrauigkeit der chemischen Phosphatbildungsüberzugschicht.

3. Schraubkupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Oberflächenrauigkeit der Gleitflächen, die einander gegenüberliegen, kleiner ist als die Dicke der Harzüberzugschicht.

4. Schraubkupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Menge des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers nach der folgenden Gleichung bestimmt wird:

$$0,2 \leq \{\text{Menge des (Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfid-)pulvers}\} / \{\text{Menge des (Harzes)}\} \leq 9,0.$$

5. Schraubkupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs mit hoher Beständigkeit gegen Abreibungsverschleiß nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei ein Korrosionshemmstoff im Harz dispergiert und vermischt ist.

6. Verfahren zur Durchführung einer Oberflächenbehandlung an einer Kupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs zur Herstellung einer dreischichtigen Überzugschicht mit den Schritten: Herstellen einer Nitrierschicht, deren Dicke 1 bis 20 μm ist, auf einem Gewindeabschnitt oder einem metallischen Dichtungsabschnitt der Kupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs aus Legierungsstahl, dessen Cr-Gehalt nicht kleiner als 10 Gew.-% ist; Herstellen einer Oberflächenbehandlungsschicht einer Eisengalvanisierungsschicht, deren Dicke 0,5 bis 15 μm ist, oder einer Eisenlegierungsgalvanisierungsschicht, die entweder Ni oder Co oder Ni und Co enthält, deren Gewichtsprozentanteil nicht mehr als 10% ist, und außerdem Herstellen einer chemischen Manganphosphatbildungsüberzugschicht, deren Dicke 5 bis 30 μm ist; und Aufbringen eines Festschmiermittels, das Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulver enthält und außerdem Epoxidharz, Furanharz oder Polyamidimidharz enthält, deren Zusammensetzung die folgende Gleichung erfüllt:

$$0,2 \leq \{\text{Menge des (Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers)}\} / \{\text{Menge des (Epoxidharzes, Furanharzes oder Polyamidimidharzes)}\} \leq 9,0 \text{ (Gewichtsanteil)};$$

und Durchführen einer Wärmebehandlung, um eine Festschmiermittelüberzugschicht von 10 bis 45 μm Dicke auszubilden.

7. Verfahren zur Durchführung einer Oberflächenbehandlung an einer Kupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs nach Anspruch 6, ferner mit dem Schritt: Aufbringen eines Festschmiermittels, das Cu- oder Zn-Pulver oder Cu und Zn-Pulver enthält, dessen Menge 10 bis 50 Gew.-% ist, bezogen auf eine Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvermenge.

8. Verfahren zur Durchführung einer Oberflächenbehandlung an einer Kupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs nach Anspruch 6, wobei ein Partikeldurchmesser des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, das eine wesentliche Komponente des Festschmiermittels zur Bildung einer Festschmiermittelüberzugschicht ist, im Bereich von 0,45 bis 10 μm liegt, gemessen nach dem Fisherschen Meßverfahren, und das Festschmiermittel aus Epoxidharz, dessen Molekulargewicht im Bereich von 2000 bis 10000 liegt, Furanharz, dessen Molekulargewicht im Bereich von 150 bis 250 liegt, oder Polyamidimidharz besteht, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 10000 bis 25000 liegt.

9. Verfahren zur Durchführung einer Oberflächenbehandlung an einer Kupplung eines Ölbohrlochstahlrohrs nach Anspruch 7, wobei ein Partikeldurchmesser des Molybdändisulfid- oder Wolframdisulfidpulvers, das eine wesentliche Komponente des Festschmiermittels zur Bildung einer Festschmiermittelüberzugschicht ist, im Bereich von 0,45 bis 10 μm liegt, gemessen nach dem Fisherschen Meßverfahren, ein Partikeldurchmesser des Cu- oder Zn-Pulvers oder ein Partikeldurchmesser des Cu und Zn-Pulvers in einem Bereich von 0,5 bis 10 μm liegt und das Festschmiermittel aus Epoxidharz, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 2000 bis 10000 liegt, Furanharz, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 150 bis 250 liegt, oder Polyamidimidharz besteht, dessen Molekulargewicht in einem Bereich von 10000 bis 25000 liegt.

Es folgen 12 Blatt Zeichnungen

Fig.1

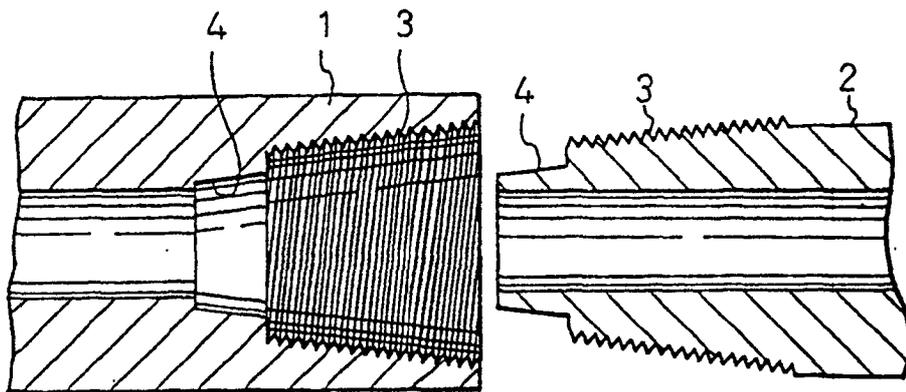


Fig.2

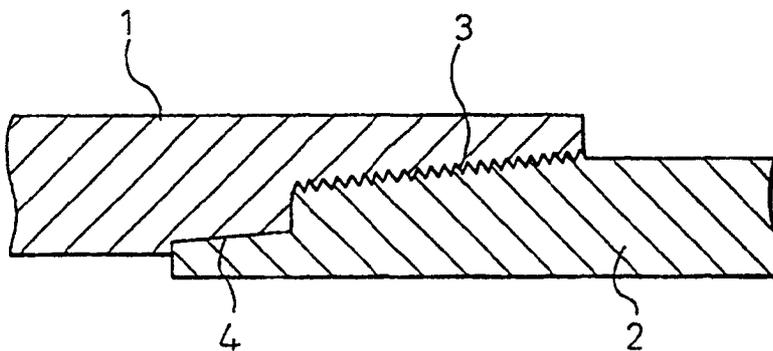


Fig. 3

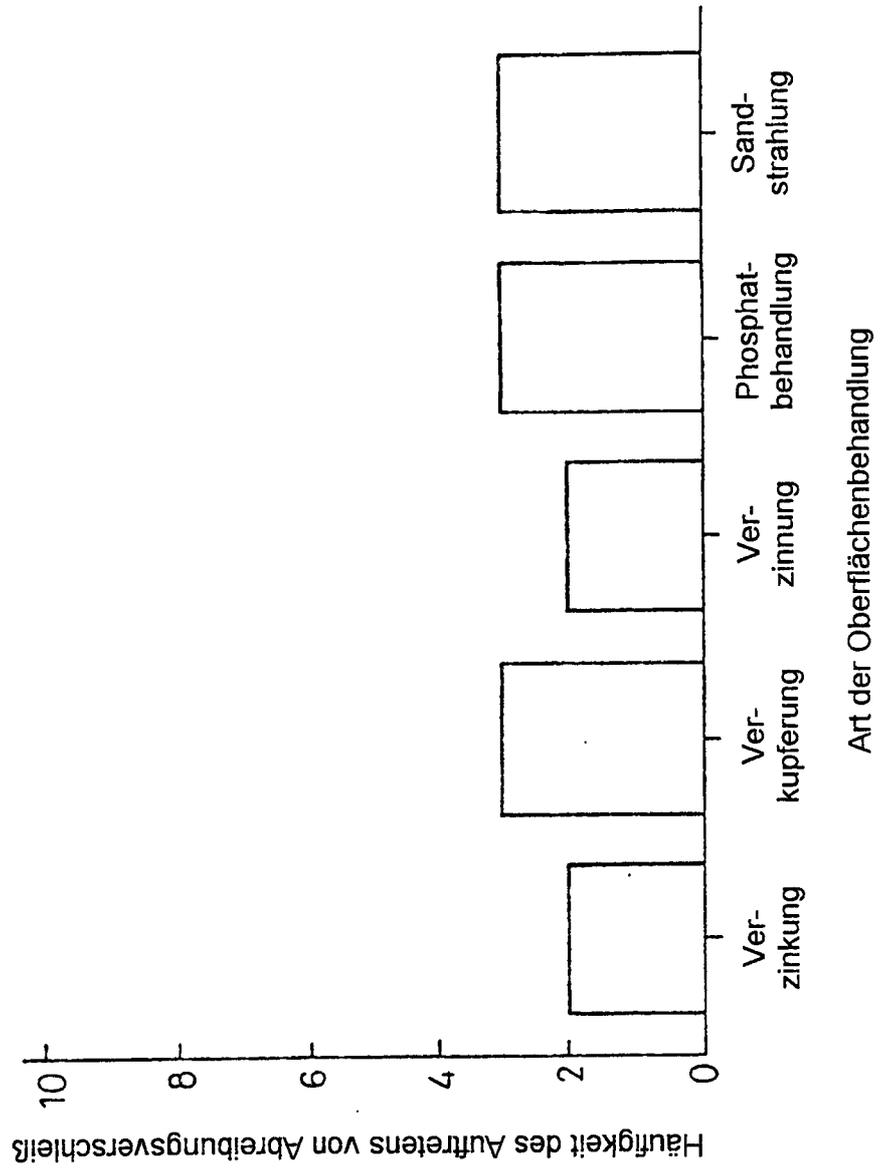


Fig.4

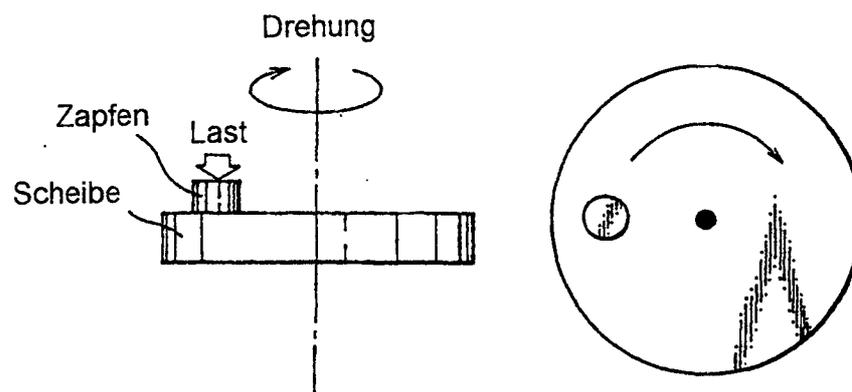


Fig.5

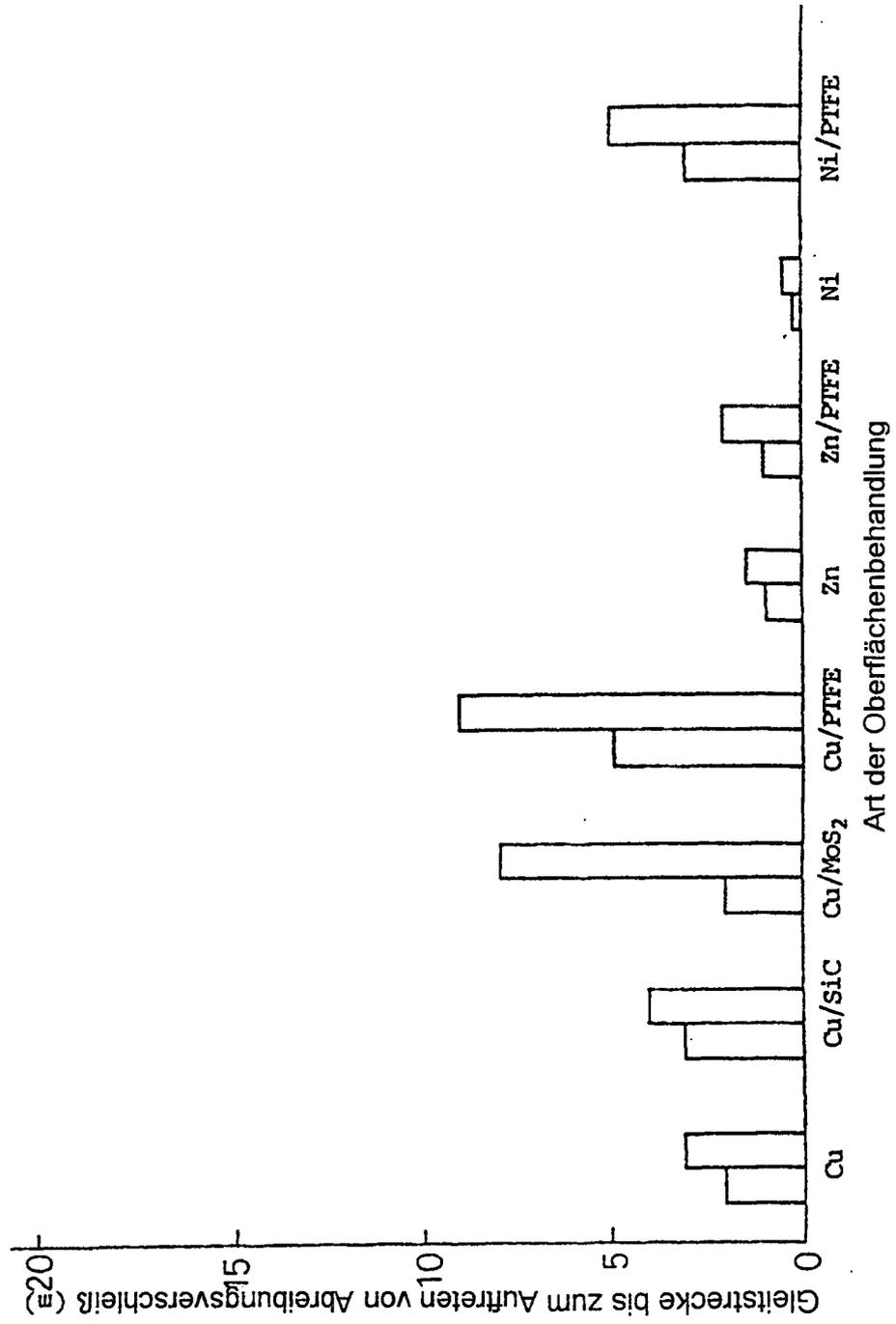


Fig.6

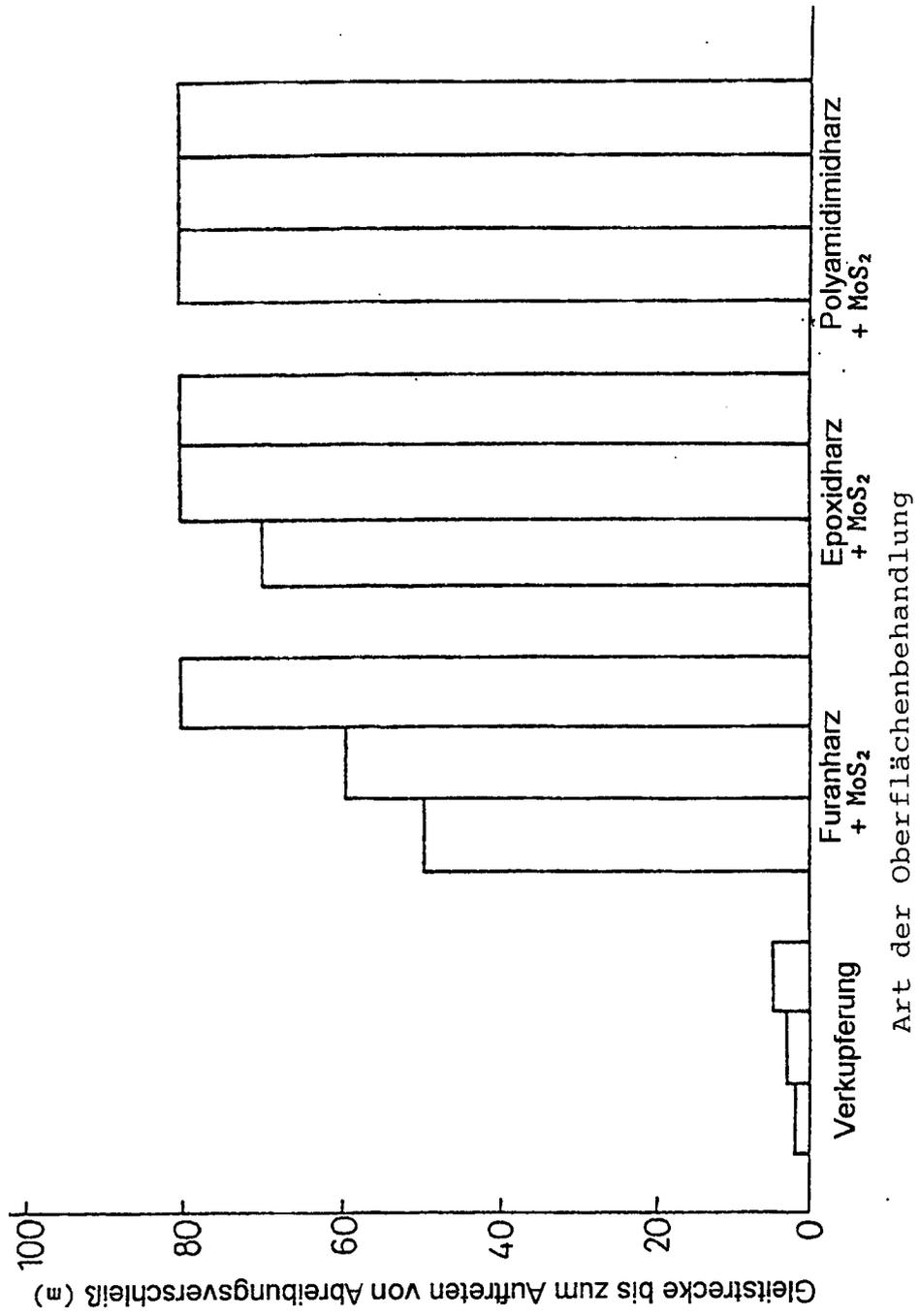


Fig. 7

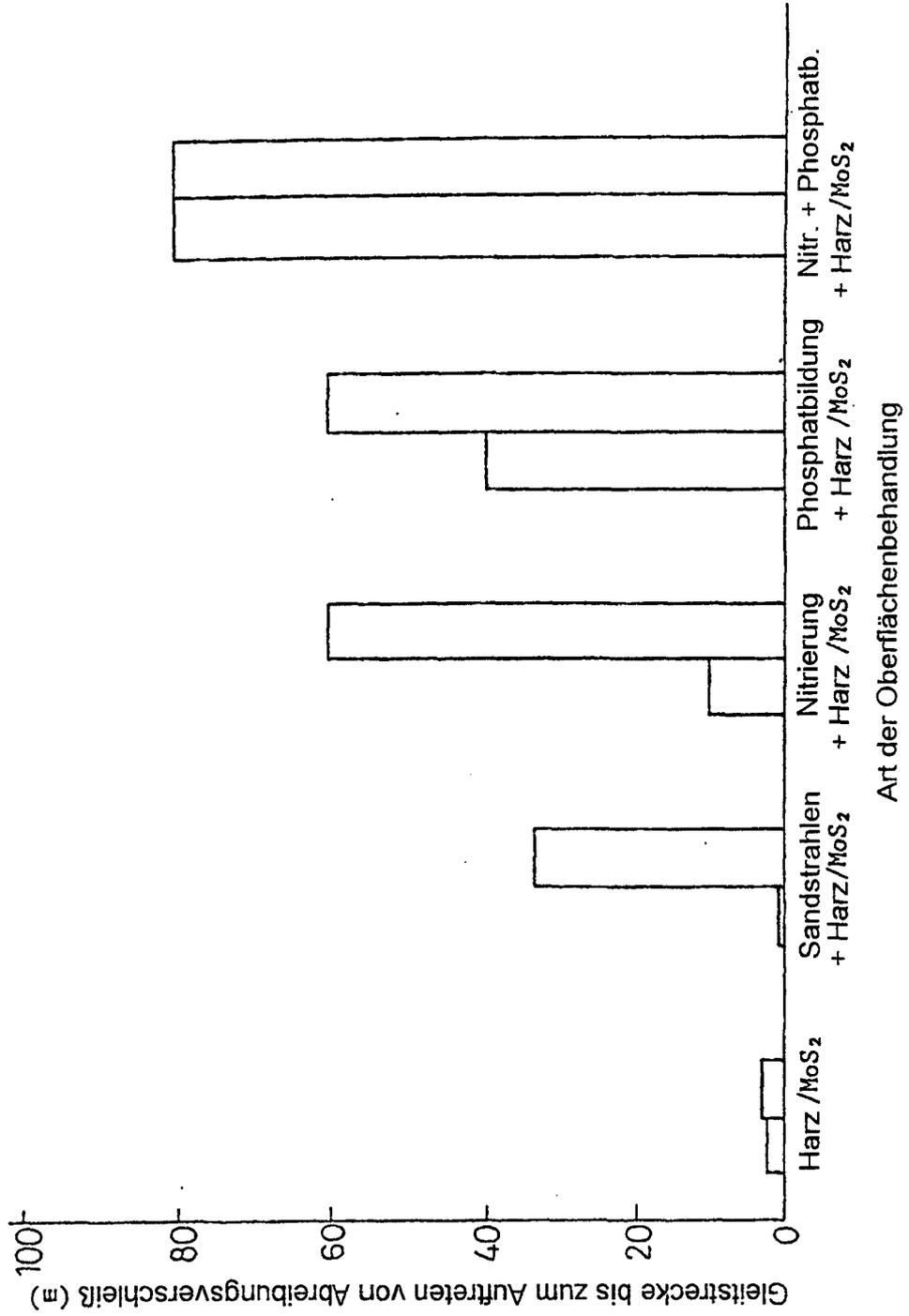


Fig.8

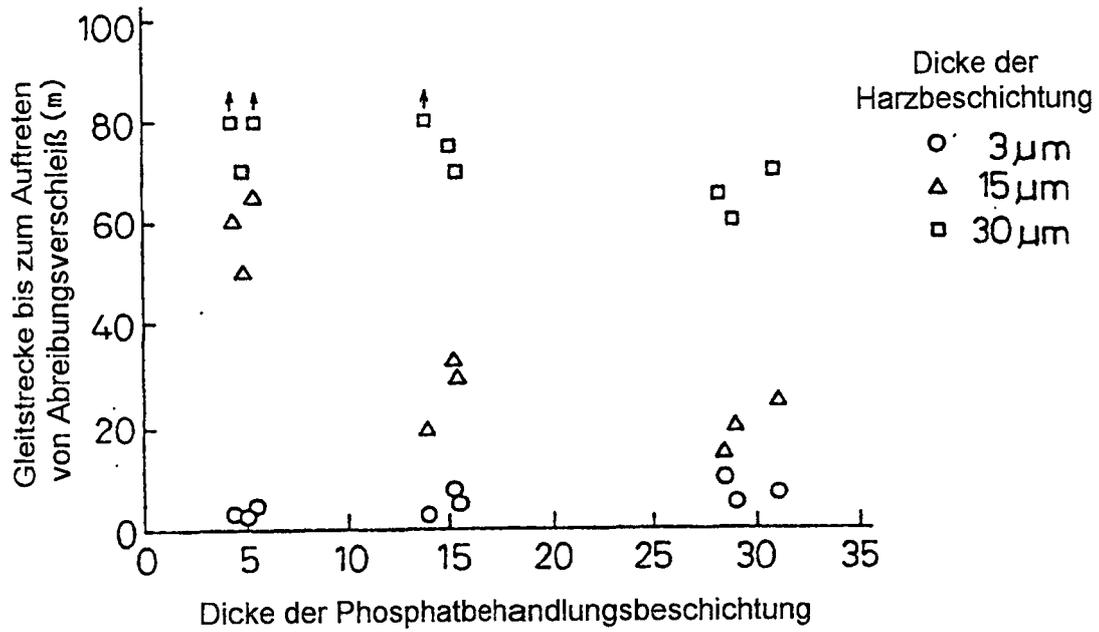


Fig.9

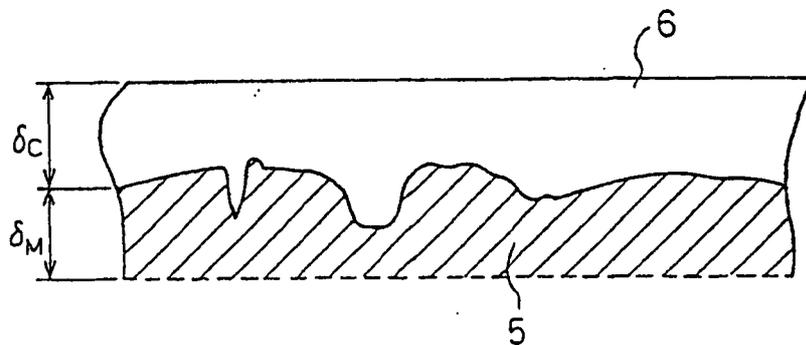


Fig.10

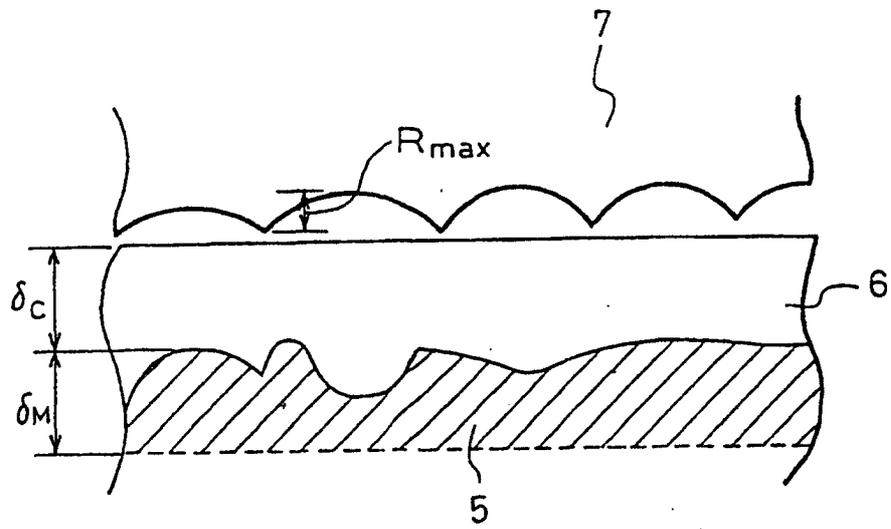


Fig.11

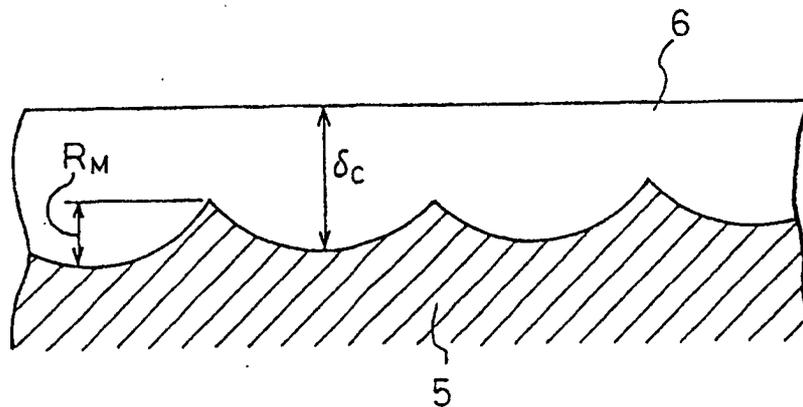


Fig.12

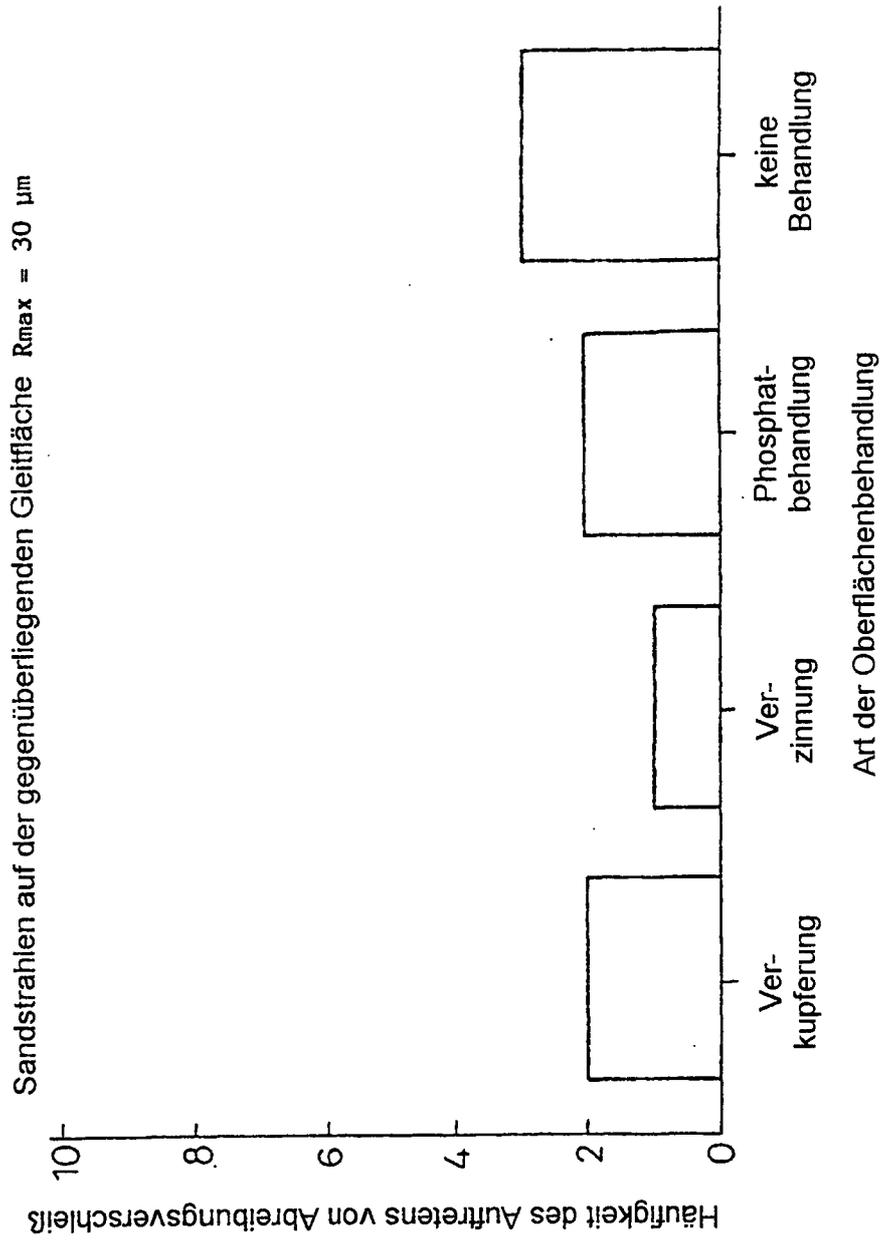


Fig. 13

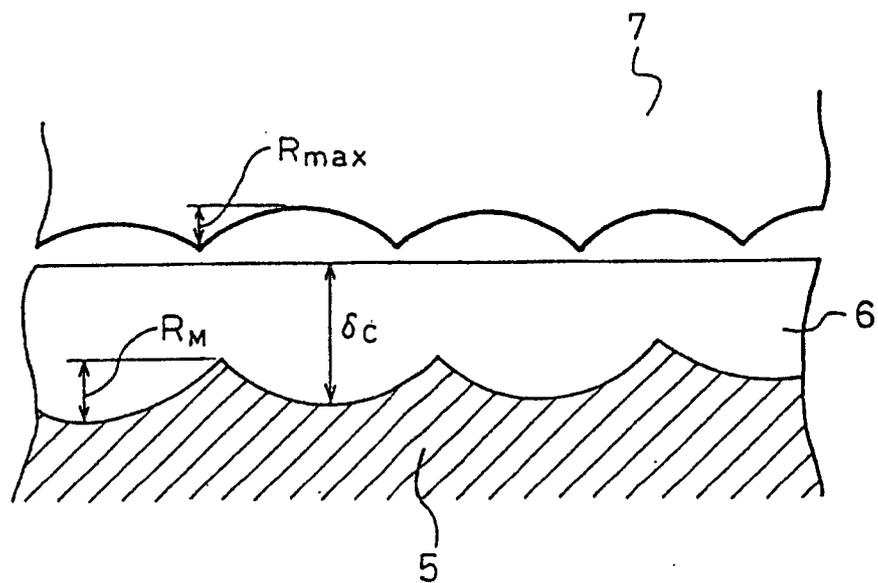


Fig.14

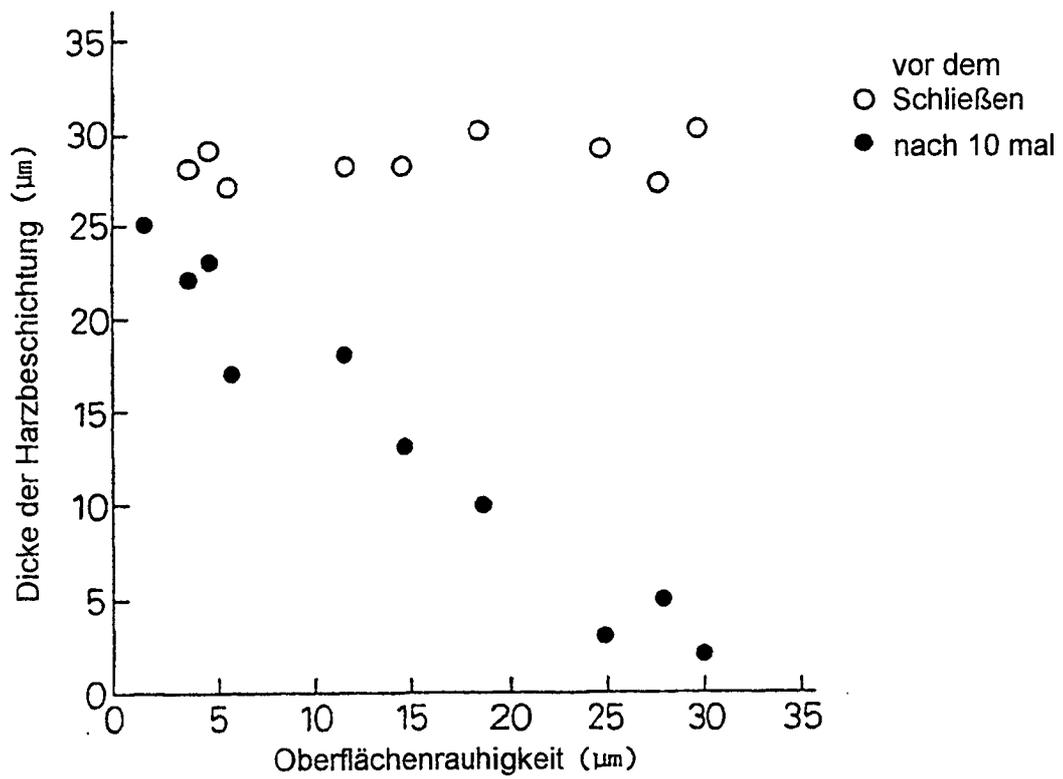


Fig.15

