

グリース潤滑された高温高圧用メタルシールの密封機構に関する研究

井瀬, 景太

<https://hdl.handle.net/2324/5068226>

出版情報 : Kyushu University, 2022, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :

グリース潤滑された

高温高圧用メタルシールの密封機構に関する研究

九州大学大学院

井瀬景太

目次

1. 緒言	1
1.1. はじめに.....	1
1.2. シールの分類.....	2
1.3. メタルシールに関する従来理論.....	4
1.3.1. Hertz の接触理論.....	4
1.3.2. 真実接触部と密封性能の関係.....	5
1.4. 油井管ねじ継手におけるシール技術.....	15
1.4.1. 油井管ねじ継手の用途と分類.....	15
1.4.2. 油井管特殊ねじ継手のメタルシールの構造.....	17
1.4.3. 油井管特殊ねじ継手に適用される表面処理および潤滑剤.....	18
1.4.4. 油井管特殊ねじ継手のメタルシールに関する先行研究と課題.....	19
1.5. 本研究の目的.....	22
1.6. 本論文の構成.....	22
参考文献.....	23
2. メタルシールの密封性能評価手法の構築	29
2.1. 本章の目的.....	29
2.2. シール性能基礎試験機.....	29
2.3. 試験片.....	31
2.3.1. 試験片の鋼種.....	31
2.3.2. 試験片の表面処理.....	31
2.3.3. 試験片の形状.....	31
2.3.4. 試験片の軸心調整機構.....	37
2.3.5. 試験に用いたグリース.....	40
2.4. 試験要領.....	42
2.4.1. 摺動試験.....	42
2.4.2. ベーキング処理.....	45
2.4.3. 密封試験.....	46
2.5. まとめ.....	48
参考文献.....	48
3. メタルシールの密封性能評価	49
3.1. 本章の目的.....	49
3.2. 単純押し付け後密封試験.....	49

3.2.1.	単純押し付け後密封試験の試験要領.....	49
3.2.2.	単純押し付け後密封試験の結果.....	50
3.2.3.	メタルシールにおけるグリースの基本的な作用.....	50
3.2.4.	試験後のメタルシール面の観察結果.....	51
3.3.	回転摺動試験によるメタルシール面摺動が密封性能に及ぼす影響の評価.....	52
3.3.1.	回転摺動試験後密封試験の要領.....	52
3.3.2.	回転摺動試験後密封試験の結果.....	53
3.3.3.	回転摺動によるメタルシール面の粗さの変化.....	54
3.3.4.	回転摺動試験後のメタルシール面の成分分析結果.....	57
3.3.5.	回転摺動試験によるメタルシールの接触状態の変化と 密封性能に及ぼす影響.....	58
3.4.	グリースの高温劣化が密封性能に及ぼす影響の評価.....	59
3.4.1.	ベーキング後密封試験の要領.....	59
3.4.2.	ベーキング後密封試験の結果.....	60
3.4.3.	ベーキングが密封性能に及ぼす影響.....	62
3.5.	らせん摺動試験によるメタルシール面摺動が密封性能に及ぼす影響の評価.....	63
3.5.1.	らせん摺動後密封試験の要領.....	64
3.5.2.	らせん摺動試験の結果.....	65
3.5.3.	らせん摺動後密封試験の結果.....	68
3.5.4.	らせん摺動後密封試験の結果と先行研究との比較.....	70
3.5.5.	らせん摺動後密封試験にて得た密封性能指標とメタルシール設計への活用.....	71
3.6.	試験温度が密封性能に及ぼす影響の評価.....	72
3.6.1.	高温密封試験の試験要領.....	72
3.6.2.	高温密封試験の結果.....	73
3.6.3.	加熱時間が密封性能に及ぼす影響の確認.....	73
3.7.	まとめ.....	74
	参考文献.....	75
4.	高圧ガス密封試験中のメタルシール面のその場観察.....	77
4.1.	本章の目的.....	77
4.2.	試験方法.....	77
4.2.1.	試験装置および試験片.....	77
4.2.2.	メタルシール試験片とサファイアガラス板の接触状態.....	78
4.2.3.	メタルシール面のその場観察試験の要領.....	80
4.3.	メタルシール面のその場観察結果.....	80
4.3.1.	押し付け荷重の増加に伴うシール接触状態の変化.....	80

4.3.2.	シール面摺動に伴うシール接触状態の変化.....	82
4.3.3.	ガス圧の昇圧に伴うシール接触状態の変化.....	83
4.3.4.	定圧密封試験中のシール接触状態の変化.....	86
4.4.	グリース含有固形粒子の密封性能への寄与.....	90
4.4.1.	シール面摺動の有無によるグリース含有固形粒子の挙動の違い.....	90
4.4.2.	グリース含有固形粒子の有無が密封性能に及ぼす影響.....	92
4.5.	まとめ.....	95
	参考文献.....	96
5.	グリースの物性測定.....	97
5.1.	本章の目的.....	97
5.2.	油井管ねじ継手用グリースの流動特性.....	97
5.2.1.	不混和ちょう度.....	97
5.2.2.	離油度.....	98
5.2.3.	基油の動粘度.....	98
5.2.4.	グリースおよび基油の圧力粘度係数.....	99
5.2.5.	グリースの粘弾性特性.....	102
5.3.	熱劣化に伴うグリースの性状変化.....	107
5.3.1.	赤外分光分析.....	108
5.3.2.	増ちょう剤の走査電子顕微鏡観察.....	110
5.3.3.	示差熱-熱重量分析.....	115
5.4.	高温劣化に伴うグリースの状態変化と密封性能の関係.....	117
5.4.1.	Grease A.....	117
5.4.2.	Grease B.....	119
5.5.	まとめ.....	120
	参考文献.....	121
6.	高温高圧での密封機構の考察.....	123
6.1.	本章の目的.....	123
6.2.	グリースの流動抵抗による密封機構.....	123
6.2.1.	グリース基油の流動.....	123
6.2.2.	ベースグリースの流動.....	127
6.3.	グリース含有固形粒子の密封性能への寄与.....	130
6.3.1.	軟質重金属粒子によるメタルシール面の平滑化.....	131
6.3.2.	固形粒子による基油保持効果.....	131
6.3.3.	凝集固形粒子による密封効果.....	131

6.3.4.	固形粒子によるグリースの熱劣化への影響.....	138
6.4.	グリース潤滑されたメタルシールの密封機構.....	138
6.5.	まとめ.....	141
	参考文献.....	142
7.	結言.....	144
7.1.	結論.....	144
7.1.1.	油井管特殊ねじ継手のメタルシールの密封性能評価手法.....	145
7.1.2.	メタルシールの密封性能に影響を及ぼす因子.....	145
7.1.3.	密封状態からリークにいたるまでのメタルシール面の接触状態の変化.....	146
7.1.4.	油井管特殊ねじ継手用のグリースの基本物性と熱劣化特性.....	146
7.1.5.	高温高圧での密封機構の考察.....	146
7.1.6.	メタルシールの密封性能向上に向けた提言.....	147
7.2.	今後の課題と展望.....	148
	参考文献.....	149

謝辞

1. 緒言

1.1. はじめに

世界のエネルギー消費量は人口増加や経済成長とともに増加を続けており、1971年から2018年までの48年間で約2.3倍に増加した [1]。また、今後急速に脱炭素化が進んだ場合でも、2030年頃まではエネルギー消費量はさらに増え続けるという予測もある [2]。

2020年時点でのエネルギー構成をみると使用量が大きいものから順に石油、石炭、天然ガスとなっており、化石燃料が全体の80%以上を占めている [2]。今後、カーボンニュートラル社会を実現するためには、まずは化石燃料の中でも環境負荷が小さい天然ガス [3]の使用割合を増加させるとともに、水素や再生可能エネルギーの普及が必要である [4]。

このエネルギー構成の変革を進めるためには、これらの新しいエネルギーを安定かつ安全に供給・使用するためのシステムの構築が必要であるが、そのための基盤技術の一つにシール技術がある。シールは「機器からの流体の漏洩の防止または軽減、外部からの異物や流体の侵入の防止を目的として用いられる機械要素」の総称である [5]。シールの損傷や機能喪失による漏れ(リーク)が生じた場合、リークした流体による直接的な経済的損失およびエネルギー損失が生じるだけでなく、外部環境の汚染や、大規模な火災・爆発など、システム全体の致命的な損傷や社会的な問題を引き起こす可能性がある。そのため、各使用環境に適したシールの開発とその密封信頼性の適切な評価が重要である。

例えば、天然ガス開発において用いられるシールには高温高圧環境におけるガス密封性能が要求される。天然ガスの採掘用の抗井は油井管と呼ばれる鋼管の入れ子構造となっており、それぞれの油井管はシールを備えたねじ継手により接続される。この抗井はいわば巨大な圧力容器であり生産中はもとより掘削段階から常に井戸内の圧力をコントロールする必要があり [6] [7] [8]。

いわゆる在来型天然ガスの埋蔵深度は原油よりも深く 4000 m を超えるものもあり [9] [10]、このような大深度抗井の多くは高温高圧の過酷環境となる。中には圧力が 150 MPa、温度が 180 °C を超えるものもあるため [10] [11] [12] [13] [14]、天然ガス開発の加速・拡大のためには当該抗井で使用されるねじ継手のシール技術の革新が必要不可欠である。

水素の普及拡大においてもシールの果たす役割は大きい。クリーンエネルギーとしての水素を動力源や発電のエネルギー源として利用するためには、第一に CO₂ を排出することなく安価で大量に製造する技術の確立が必要である。例えば、天然ガスなどの安価な化石燃料を原料とした水素の製造方法に水蒸気改質法があるが、この製造工程では CO₂ が排出される。そのため、CO₂ を回収し地中に貯留する CCS(Carbon Capture and Storage)技術との組み合わせが必要となる。この場合、実質的なカーボンニュートラルを実現したブルー水素が得られるが、原料となる天然ガスの採掘には先述のシール技術が必要であるし、CCS 井戸においても高圧の CO₂ を地中に確実に埋設するためには、用いる配管や継手部の密封性能

が必要不可欠である。燃料電池自動車(Fuel Cell Vehicle, FCV)に高圧水素を充填するための水素ステーションにおいても、70 MPa 以上の高圧水素ガスを5分程度でFCVに満充填することが求められており [15] [16] [17]、ここでも高圧ガスに対するシール技術が必要不可欠である。

以上のように、今後のエネルギー需要拡大とカーボンニュートラルに対応した持続可能な社会の実現には、シール技術の革新が必要不可欠であるといえる。

1.2. シールの分類

シールは使用環境や使用条件によっていくつかのグループに分類される。Fig. 1-1 にシールの分類例 [18]を示す。まずシールを分類する際に最も大きな要因となるのはシール面における相対運動の有無である。シール面が相対運動する運動用シールの場合、使用中のシール面摺動より生じる摩擦や摩耗の影響までを考慮してシール形状や材質、潤滑方法などを検討する必要がある。また、近年の省エネルギー化に対する要求の高まりにより、特に接触形シールにおいては、シールからのリーク量の低減だけでなく、シールで発生する摩擦抵抗によるエネルギー損失を小さくする低トルク化の両立が求められている [19]。一般に、シール接触圧力が高いほどリーク量は低下するが、シールで発生するトルクが高くなるというトレードオフの関係にある。そこでメカニカルシールなどの分野では、動圧溝の配置の工夫や表面テクスチャリング技術の適用による低漏れ化と低トルク化との両立に関する研究が活発に進められている [19] [20]。

運動用シールのうち非接触形シールはシール面間にわずかな隙間が設けられているため、リークを完全に止めることはできない。そのため、一定量の密封流体のリークが許容される条件で用いられる。一方、シール面同士が直接接触しないため、シール面間の潤滑が不要でありシール面の相対運動に伴うエネルギー損失が小さいという利点がある。

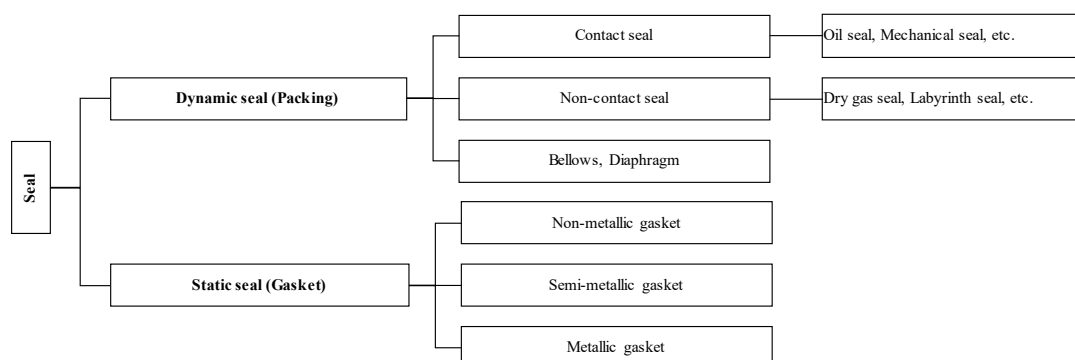


Fig. 1-1 Categorization of seals [18]

一方、シール面が相対運動しないものを静止シールと呼ぶ。ただし、ここでの相対運動とは巨視的な往復運動や回転運動を指しており、静止シールであっても使用中にシールに負荷される各種荷重や流体圧力、温度変化などにより微視的にはシール面の相対運動が生じる可能性があることには注意が必要である。

代表的な静止シールとしてはフランジ継手などで用いられるガスケットがある。ガスケットは材質により合成ゴムやフッ素樹脂などの非金属ガスケット、非金属フィラーと金属製フープ材を重ね合わせるなどしたセミメタリックガスケット、各種金属単体からなる金属ガスケットなどに分類できる。

ガスケットにおけるリーク形態としては、シール面間から生じる接面漏れとシール材料の中を透過してリークが生じる浸透漏れの2種類がある。前者はシール接触圧力やシール材料の変形特性、シール面の仕上げ粗さによりシール面間のマイクロな隙間の大きさやつながり方が変化し、リークの有無やリーク流量が大きく変化するものである。後者はシール材料が繊維質や多孔質体の場合に毛細管現象によって生じる可能性があるリーク形態であり、シール材料の種類や稠密性、密封流体の種類の影響を大きく受ける。

ガスケットの一般的な使用条件を Table 1-1 に示す。非金属ガスケット、セミメタリックガスケット、金属ガスケットの順に、高温・高圧での使用が可能である。これは金属ガスケットでは変形抵抗が高く十分に高いシール押付け荷重(締め付け荷重)の負荷が可能であること、耐熱性が高いこと、基本的には浸透漏れは発生しないことなどの理由によるものである。一方で、金属ガスケットは合成ゴムなどの非金属ガスケットと比較して変形能が低いという課題も有する。すなわち、シール面粗さが大きい、シール押付け荷重が不十分、施工時にシール面にミスアライメントがあり接触が不均一であるといった場合などにはシール面の凹凸が十分埋まりきらず、容易に隙間が生じてリークに至る恐れがある。よって、金属ガスケットの使用時に期待した密封性能を得るためには、慎重な施工・管理が必要である。

Table 1-1 General operating environment of various gaskets [18]

Gasket type	Temperature	Pressure
Non-metallic gasket	-20 ~ 100 °C	~ 2 MPa
Semi-metallic gasket	-200 ~ 600 °C	~ 10 MPa
Metallic gasket	-270 ~ 1000 °C	Ultrahigh vacuum ~ Ultrahigh pressure

静止シールとしては、上述のフランジ継手などで用いられるガスケットの他にも、高圧配管用に用いられる所謂コーン&スレッド型のねじ継手に設けられるシールなどがある。コーン&スレッド型のねじ継手の模式図を Fig. 1-2 に示す [21]。本ねじ継手は鋼製の高圧配管 (Tube)、胴体 (Body)、ナット (Nut)、およびカラー (Collar) からなっており、高圧配管の先端 (Tube Tip) および接続先の胴体内面がコーン状に加工されている。あらかじめ高圧

配管に通されたナットを胴体にねじ込むこと、高圧配管先端に取り付けられたカラーを介して押付力が高圧配管に伝達され、高圧配管先端と胴体のコーン状の金属面同士が押し付けられてメタルシールが形成される。この方式の場合、接続部および被接続部の母材自身がシール材となるため、フランジ継手のように別途用意したガスケットを間に挟む必要はない。本報では前述のフランジ継手などと組み合わせて用いる金属ガスケット、およびコーン&スレッド継手などで用いられる Fig. 1-2 で示した形式の金属製のシールを総称してメタルシールと呼称する。

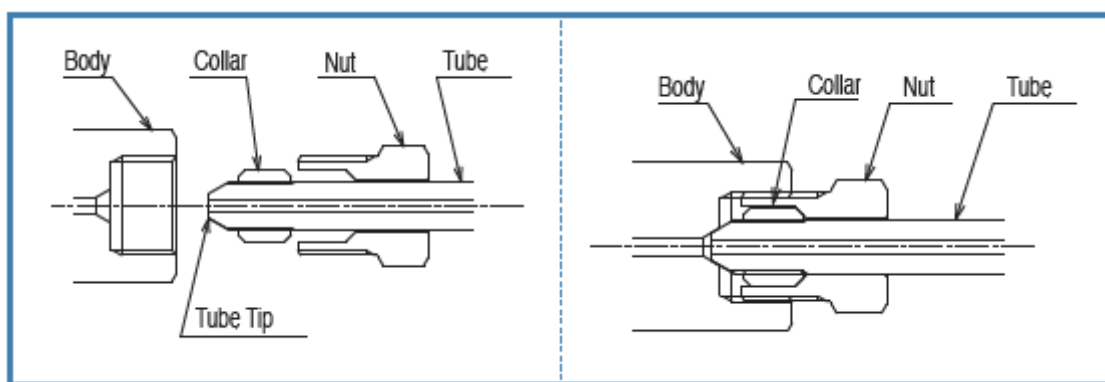


Fig. 1-2 Structural drawing of a cone & thread type connection [21]

1.3. メタルシールに関する従来理論

1.3.1. Hertz の接触理論

先述のようにメタルシールではシール材料内部を密封流体が浸透することにより生じる浸透漏れが生じる可能性は極めて小さく、メタルシール面間からの接面漏れが支配的である。一般的に、メタルシールの入り口(高圧側)と出口(低圧側)とをつなぐパス(以後リークパスと呼ぶ)が無ければリークは発生しないと考えられており、メタルシール面のテクスチャの違いによる接触状態の違いや、メタルシール面間に存在するマイクロな隙間の空間分布を考えることはメタルシールの密封機構を議論する上で重要である。

金属をはじめとする弾性体同士の接触における接触部の大きさや接触圧力分布に関する理論としては Hertz の接触理論がある。例えば長い円柱の側面同士を接触させた場合、接触面は円柱の軸に平行な帯状となるが、Hertz の理論ではその幅 $2b$ は以下の式(1-1)で示される。

$$2b = 2 \sqrt{\frac{4PR}{\pi L} \left(\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right)} \quad (1-1)$$

ここで、 E_1 および ν_1 は一方の弾性体円柱のヤング率およびポアソン比、 E_2 および ν_2 は他方の弾性体円柱のヤング率およびポアソン比、 P は押付け荷重、 L は軸方向の接触長さである。

る。 R は 2 つの弾性体円柱の等価曲率半径であり、一方の弾性体円柱の曲率半径を R_1 、他方の弾性体円柱の曲率半径を R_2 とした場合、

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (1-2)$$

として計算される。

接触圧力は接触中心で最も高く、その最大接触圧力 P_{max} は

$$P_{max} = \frac{2P}{\pi b L} = \sqrt{\frac{P}{\pi R L} \left(\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right)} \quad (1-3)$$

で表される。また、接触中心を原点として接触幅方向(帯状の接触領域の短軸方向)に x 軸をとると、接触部における接触圧力分布 $p(x)$ は

$$p(x) = P_{max} \sqrt{1 - \left(\frac{x}{b}\right)^2} \quad (1-4)$$

と表され、接触端ほど接触圧力が低い楕円状の分布となる。また、平均接触圧力 P_{mean} は

$$P_{mean} = \frac{P}{2b} = \frac{\pi}{4} P_{max} \quad (1-5)$$

となる。式 (1-2) において一方の曲率半径を無限大とすれば、曲面と平面の接触状態の評価も可能である。

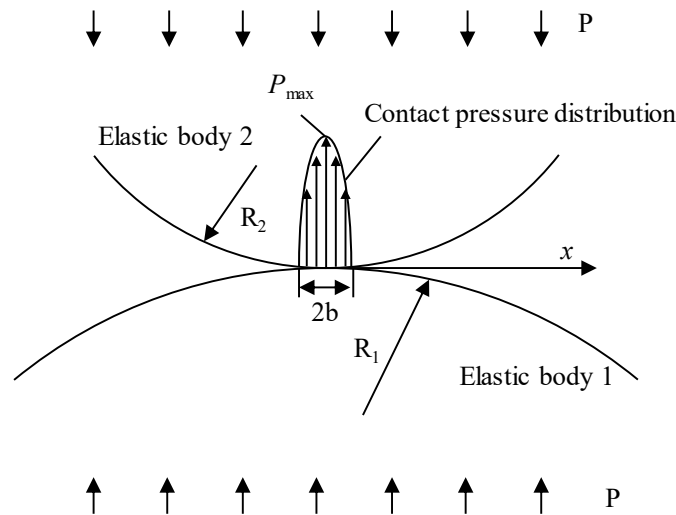


Fig. 1-3 Schematic of the Hertz contact between two elastic columns

1.3.2. 真実接触部と密封性能の関係

Hertz の接触理論では粗さのない滑らかな面同士の理想的な接触を考えているが、メタルシール面など現実の固体表面には粗さが存在する。表面粗さを有する金属面同士の接触の

模式図を Fig. 1-4 に示す。粗さを有する 2 つの固体表面を押し付けた場合、粗さ突起の先端などで実際に接触している部分の面積は、接触部の外観から幾何学的に求まる接触面積あるいは Hertz の接触理論から求まる接触面積に対して非常に小さいことが知られている。この真実接触の概念は Holm により初めて提唱されたものであり [22]，トライボロジーの分野では前者を真実接触面積，後者をみかけの接触面積と呼ぶ。

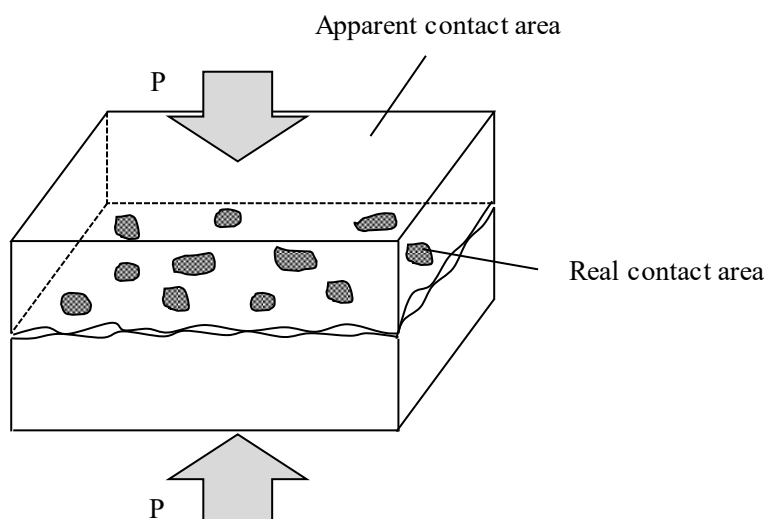


Fig. 1-4 Schematic of metal-to-metal contact

ここで Fig. 1-4 に示した固体表面同士を荷重 P で押し付ける場合を考える。図中に斜線部で示した真実接触部が存在しており、その面積和を真実接触面積 A_r とすると、真実接触部における平均接触圧力は荷重 P を面積 A_r で除した P/A_r で与えられる。固体表面同士を軽く接触させたところから荷重を P まで増大させると真実接触部での弾塑性変形が進んで A_r が増大し平均接触圧力が減少すると考えられる。そして、この平均接触圧力がある値 P_m に達したときにつり合いに至るとすると、

$$P_m = \frac{P}{A_r} \quad (1-6)$$

あるいは、

$$A_r = \frac{P}{P_m} \quad (1-7)$$

の関係が得られる。この時の P_m は塑性流動圧力と呼ばれ材料によって異なるとされている。塑性流動圧力の上限は材料の押し込み硬さであり、おおむねその半分程度としたものもあるが [22]，局所的な形状などにより変化するという示されており [23]，明確な測定方法や定義はなされていない。また，一般的に表面にはうねりや粗さと呼ばれる比較的大きな凹凸から分子レベルのミクロな凹凸まで存在するマルチスケール性を有しているため [24]，どのスケールでの接触を仮定するかによっても真実接触面積は変化する可能性がある。

よって、式 (1-7) により真実接触面積を定量的に評価することは困難な場合が多い。しかし、後述のように定性的には押付け荷重が大きいほど、また材料の硬さが小さいほど真実接触面積が増加するといえる。以後、特に断りがない限り本報では真実接触部のスケールとしては粗さ計や顕微鏡により観察可能なマイクロメートルからナノメートル程度を想定するものとする。

固体接触面における真実接触面積とリークパスの存在有無の関係に関する理論として、パーコレーション理論 [25]がある。パーコレーション理論とはランダムに存在する対象物間のつながりを確率的に扱う理論である。

Fig. 1-5 にパーコレーション問題の概念を示した模式図 [26]を示す。Fig. 1-5 に示すように碁盤目の格子上に石を並べた場合、Fig. 1-5 (b) では左端と右端をつなぐ石の経路が存在しておりこれをパーコレーション状態と呼ぶ。この碁盤目を固体接触面、石を接触面における真実接触部とみなすと、Fig. 1-5 (a) では上下方向をつなぐ隙間の経路、すなわちリークパスが存在することとなるが、Fig. 1-5 (b) では上下方向の流れは左右方向に連結した真実接触部により遮断されるためリークパスは存在せず密封状態が維持されると考えられる。

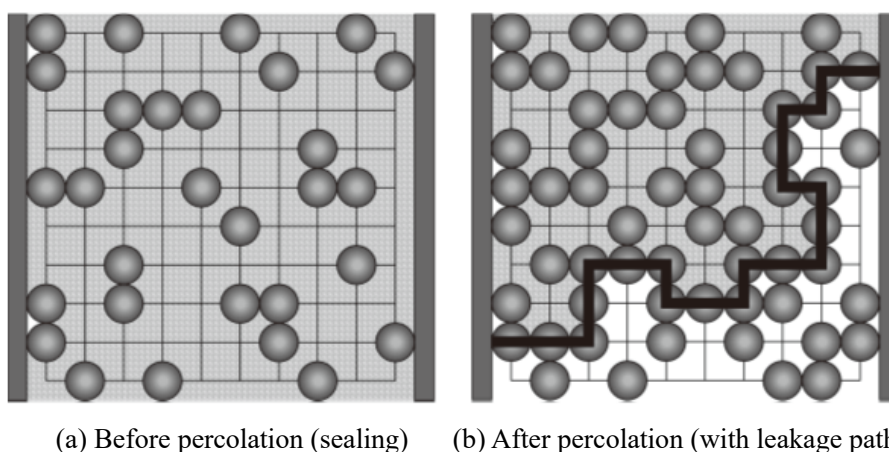


Fig. 1-5 Model of percolation [26]

パーコレーションが生じるときの格子点数に対する石の割合であるパーコレーション閾値は格子形状などによって変化するとされている [25] [27]。Fig. 1-6 は格子形状に相当する接触表面のパワースペクトル密度が異なる場合の真実接触面積の変化を数値的に求めた結果を示している [28]。Fig. 1-6 は (a) から (d) に従い粗さ波長が小さい場合を示しているが、波長の減少に伴って白色で示された真実接触部が微細化していることがわかる。また、見かけの接触面積 A_0 に対する真実接触面積 A_r の比率 A_r/A_0 は最も粗さ波長が大きい Fig. 1-6 (a) の $A_r/A_0=0.45$ に対し、最も粗さ波長小さい Fig. 1-6(d)では $A_r/A_0=0.37$ と減少することが示されている。一方、パーコレーション閾値は粗さ波長によらず $A_r/A_0=0.36$ 程度であることが示されており、粗さ波長が小さいほど相対的にパーコレーションが生じやすいこと

が示されている。

メタルシールにおいては密封対象の流体が液体または気体のいずれの状態であるか、あるいは密封流体の分子量がいくらであるかによって想定すべき真実接触部のスケールが異なると考えられるが、想定するスケールが変化した場合、上述のように密封に必要なパーコレーション閾値、すなわち真実接触面積率が変化すると考えられる。特にリークが発生しやすいとされる低分子量かつ低粘度の気体を密封する考える場合にはより小さなスケールの真実接触部を想定する必要があると考えられるため、パーコレーション理論の観点からはより密封を維持するのが厳しい条件であると言える。

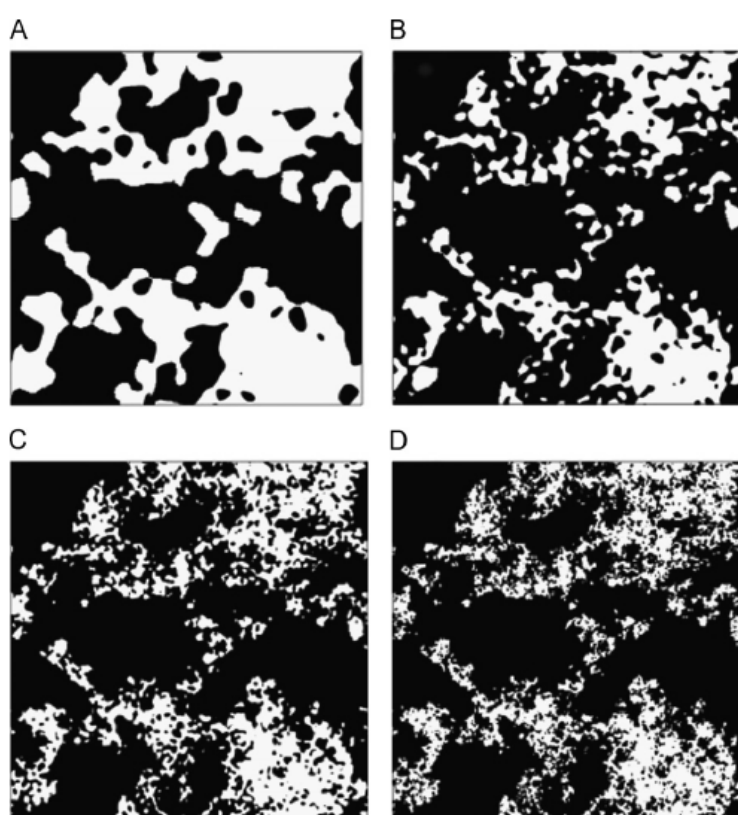


Fig. 1-6 Contact regions (white areas) for a constant dimensionless separation $s/h_{\text{rms}} = 0.1$, $H=0.85$ for different wavelength numbers N [28]

フランジ継手用ガスケットの分野では、メタルシール部の真実接触部の分布とリーク発生との関係についての調査がなされている。Nitta ら [29] [30]は独自の広視野レーザー顕微鏡によるメタルシール面の丁寧な観察を通じて、真実接触部の分布や密封性能との関係などについて議論している。Fig. 1-7 はビッカース硬さ 420 MPa のリング状の銅ガスケットとビッカース硬さ 2290 MPa の鋼製フランジを 12.4 MPa の接触圧力で押し付けた後の銅ガスケット表面の観察結果を示している [30]。図で黒く見える箇所が真実接触部であり、リーク

パスは旋削加工により生じたフランジ表面の旋削溝に相当する周方向と、真実接触部の周方向の連結が途切れた径方向 (Fig. 1-7(b) の矢印部) の両方に存在することが示されている。また、押し付け力の増加によりこの真実接触部が周方向に連結して径方向のリークパスが消失し、これに伴ってリーク流量が低下することが示されている。

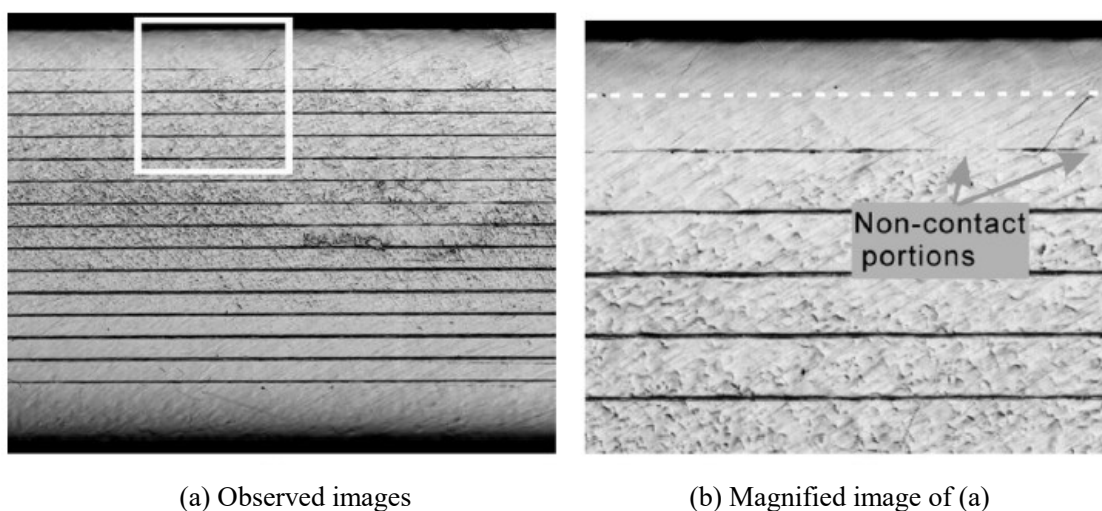


Fig. 1-7 Observed gasket images for contact pressure of 12.4 MPa by a laser microscope with a wide field view [30]

Valloire ら [31]は旋削面の接触状態の解析により、Nitta らと同じく旋削溝に沿った周方向のリークパスと旋削溝に直交した径方向のリークパスがあることを示しており、押し付け荷重 (Fig. 1-8) や表面のテクスチャの違い (Fig. 1-9) によりそれぞれのリークパスの存在有無が変化するとしている。

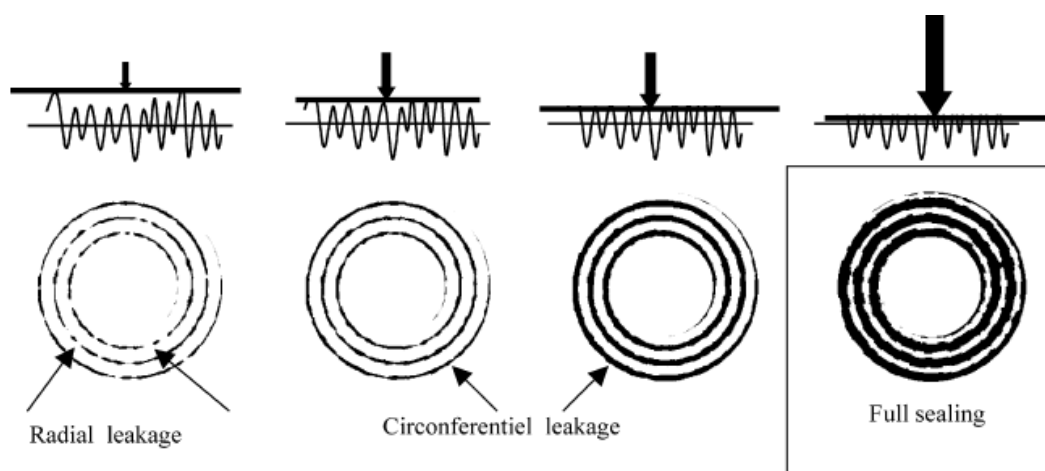


Fig. 1-8 Contact area evolution with an increased load [31]

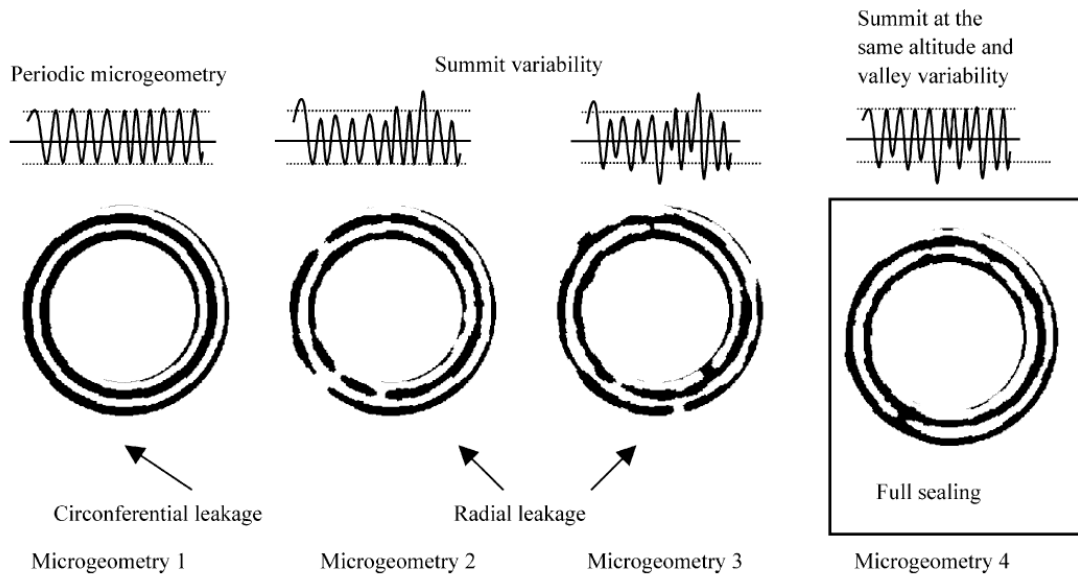


Fig. 1-9 Contact pattern for the four micro geometry pressed with the same load. [31]

辻ら [32] [33]は超音波映像装置を用いて高温環境におけるジョイントシートガスケットとフランジの接触状態を直接観察するとともに、パーコレーション理論の適用によりリーク発生確率や高温寿命を予測した。Fig. 1-10 は 180 °Cでのガスケット接面の観察結果を示しており、黒い箇所がボイドを示している。これより接面にボイドが散在していることが確認でき、時間の経過に伴ってボイドが成長していることがわかる。辻らは当該ガスケットの接面漏れを連続系パーコレーション問題とみなし、この場合のパーコレーション閾値 $P_c=0.42$ とボイドの面積分率の時間変化の測定結果からリークが発生するまでのガスケットの寿命を予測している [32] [33]。

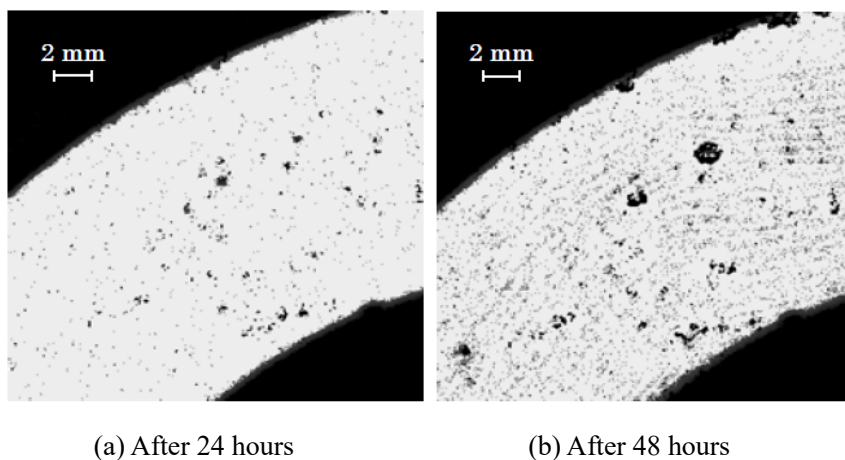
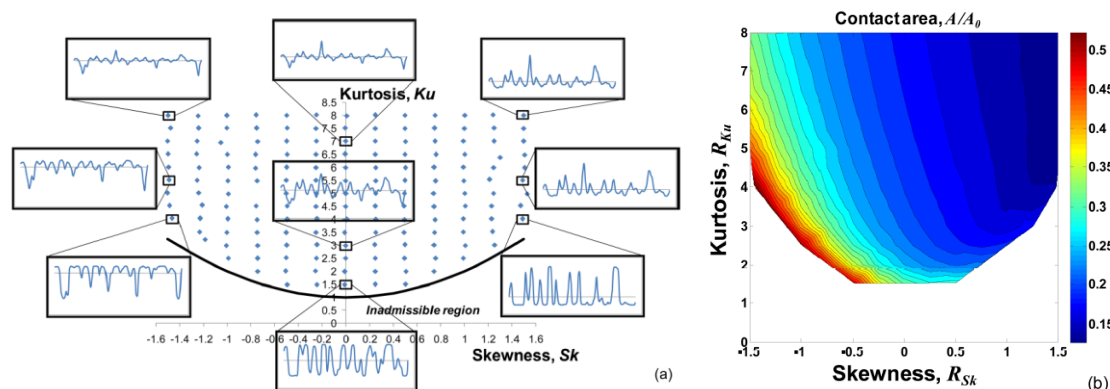


Fig. 1-10 Scanning acoustic tomography images for the contact surface of a gasket at furnace temperature of 180 °C [32]

粗面の接触における真実接触部の面積や分布を求める理論的および数値的な検討も数多くなされており [34] [35] [36] [37], これらは粗さの凹凸を何らかの分布によって記述する確率論的手法と, 実際の粗さデータを用いた数値計算などによる決定論的手法に大別できる [38] [39].

確率論的手法においては Greenwood と Williamson モデル [34]のように粗さ突起の先端がガウス分布であることを仮定したものが多いが, 非ガウス分布を有する粗面の接触問題についても検討がなされている [40] [41] [42] [43]. Fig. 1-11(a) に示した表面形状のマップ [44]において, スキューネス (ゆがみ度) S_k が $S_k = 0$, クルトシス (とがり度) K_u が $K_u = 3$ の場合が正規分布粗面であるが, Medina らは Fig. 1-11 (a) に示した非ガウス分布も含む種々粗面と滑らかな球面を接触させた場合に, スキューネスやクルトシスの値が真実接触面積率 (Fig. 1-11 (b)) などに影響を及ぼすことを示している [44].

確率論的手法では接触現象の一般化や抽象化が可能であり, 解析コストも比較的小さいというメリットを有するが, 粗さ突起間の相互作用が無視できることや, 解析対象が十分な数の粗さ突起を有すること, それぞれの突起における応力や変形量の重ね合わせが可能なことなどの制約条件も多い.



(a) Skewness versus kurtosis maps

(b) Contact area

Fig. 1-11 Skewness versus kurtosis maps and contact area [44]

一方, 表面形状そのものを用いて接触解析をおこなう決定論的手法では, 任意の表面の取り扱いが可能であるため実際の加工面における真実接触部の具体的な分布を得ることができる. よって, 本手法によりシール接触部全域にわたる真実接触部の分布が得られればリークパスの有無やサイズを評価でき, 密封性能の予測が可能であると考えられる. しかしながら, 表面形状のマルチスケール性や接触問題という性質から粗面接触の直接解析には大規模計算が必要であるため, 多数あるいは広範囲にわたる粗面データについての接触状態の直接解析を行うことは現実的に困難である.

上記の課題に対し, 桃園らは密封に至る接触部の広がり粗さ凹凸の「稜線」に沿うと仮

定し、分水嶺アルゴリズムに基づく簡易評価手法を提案している。Fig. 1-12 は桃園らの分水嶺モデルによる接触部の簡易解析結果 (黒線) と有限要素法 (Finite Element Method, FEM) 解析で得た接触部 (黄色部) の比較を示しており、厳密性に欠ける部分が一部あるものの製造現場等での粗面接触の評価には十分適用可能なレベルであることが示されている [45].

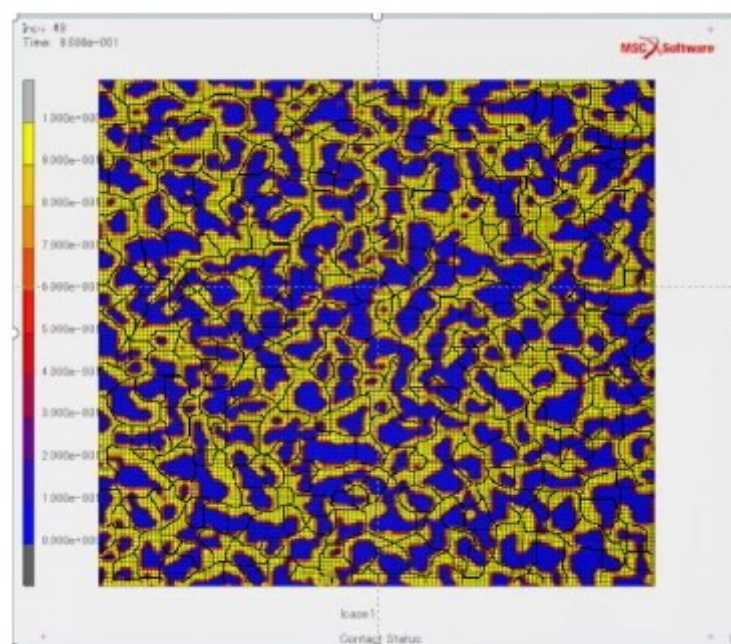


Fig. 1-12 An example of detected watershed (ridge line) and FEM analyzed contact area [45]

メタルシールによる密封を考える際にはメタルシール面同士の接触状態のほかに、シール面に塗布される潤滑剤、あるいはシール材の存在や密封流体などの第三体の存在も考慮する必要がある。

桃園ら [46]は乾燥状態の非ガウス分布のランダム粗面と剛体を接触させた際の接触状態を FEM 解析により評価した上で、得られた隙間に存在する流体にレイノルズ方程式を適用することによりその漏れ特性を評価している。その結果、Fig. 1-13 に示すように、粗面のクルトシスが同じ場合、スキューネスが小さいほど同じ荷重でも真実接触面積率が大きいことが示されており、その傾向はクルトシスが小さいほど顕著であるとされている。また、これに対応し Fig. 1-14 ではスキューネスが小さいほど各粗面での漏れ量が小さいことも示されている。

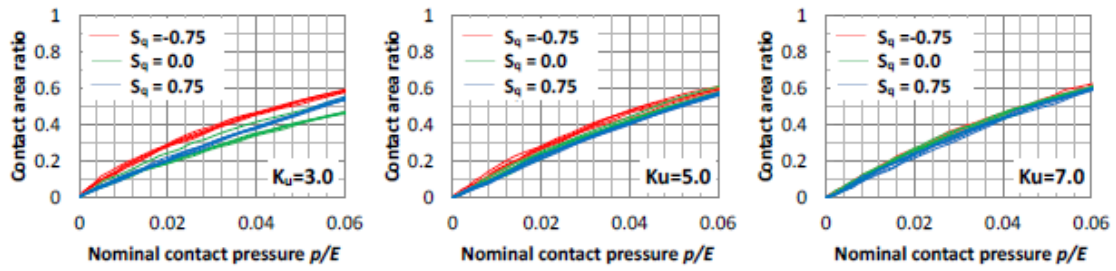


Fig. 1-13 Relationship between contact area ratio and nominal contact pressure [46]

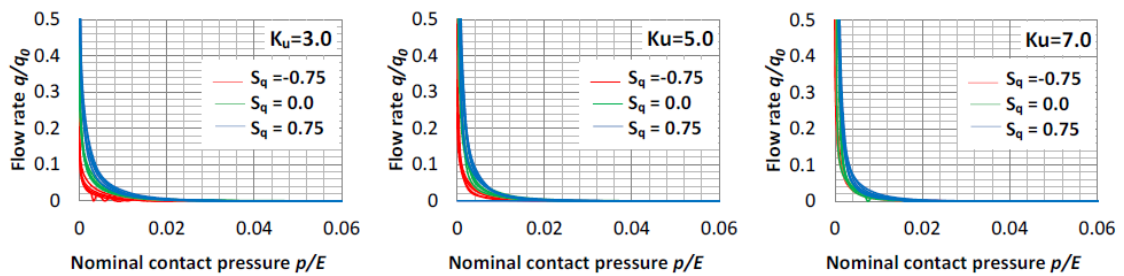


Fig. 1-14 Relationship between flow rate and contact pressure [46]

Pérez-Ràfols ら [47]は静止シールの形状(global-scale geometric features)と局所的な粗さ(local-scale roughness)を考慮できるモデルを提案した。Fig. 1-15 は表面仕上げを旋削面またはサンドブラスト処理面とした静止シールについて、その接触状態や接触部における密封流体の流量などを評価した結果を示している。また、Fig. 1-16 および Fig. 1-17 のように、局所粗さの違いによりリークパス経路やシール面における圧力分布が異なることが示されている。

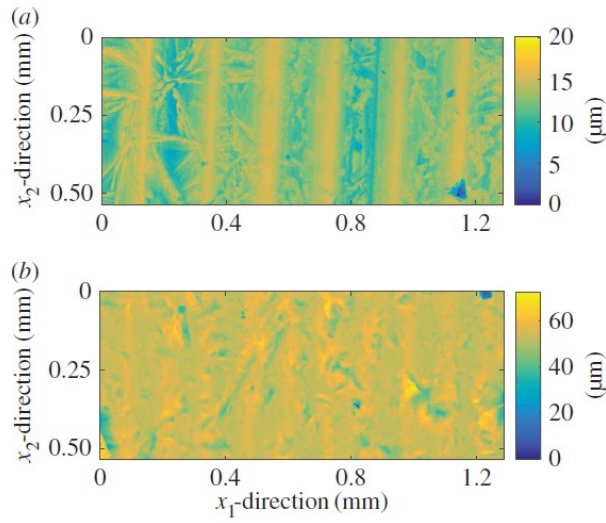


Fig. 1-15 The topographies used in the studies: (a) a turned surface and (b) a sand-blasted surface [47]

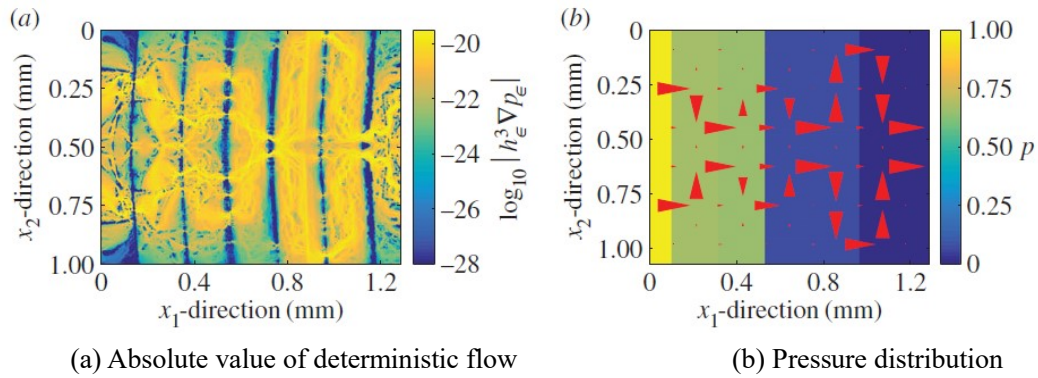


Fig. 1-16 Flow pattern through the gap obtained by applying to a tuned surface a total load W of 200 MPa [47]

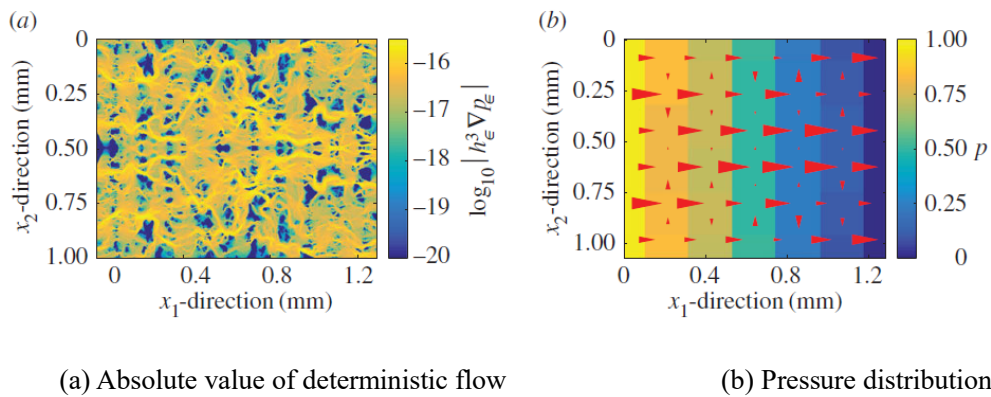


Fig. 1-17 Flow pattern through the gap obtained by applying to a sand-blasted surface a total load W of 200 MPa [47]

松崎らも種々の幾何形状や表面粗さを有するメタルシールの密封性能について実験的に調査をしており、リーク発生時の臨界押付力やリーク流量はシールの幾何形状や表面粗さに大きく左右されることを示している [48] [49] [50] [51] [52] [53] [54].

以上のように静止シールの接触状態やその隙間を流れる密封流体の流量については数多くの検討がなされているが、その結果は前提条件や解析手法に大きく依存するといえる。そのため、これらの研究で得られた成果を、使用される場所によりそれぞれ環境や要求される密封性能の程度が異なるメタルシール全般に適用可能な程度に一般化することは困難である。その結果、密封機構の解明やシール設計基準の構築が十分進んでおらず、机上設計段階での密封性能予測精度が十分ではないシールも多く存在すると考えられる。これらのシールについては実機試験の繰り返しによる評価が必要でありこれが各種シール開発のボトルネックとなっているのが現状である。次節ではメタルシールの中でも最も高い密封性能が要求されるものの一つである油井管特殊ねじ継手用のメタルシールにつき、その密封性能に関する先行研究の成果や課題について述べる。

1.4. 油井管ねじ継手におけるシール技術

1.4.1. 油井管ねじ継手の用途と分類

天然ガスなどの採掘に用いられる油井管(Oil country tubular goods, OCTG)用の特殊ねじ継手(Premium joint, PJ)はねじ部とは別にメタルシール部を備えている [55]。天然ガスの坑井は Fig. 1-18 に示すようにケーシング(Casing)と呼ばれる坑壁を保護するための油井管とチュービング(Tubing)と呼ばれる生産用の油井管の入れ子構造となっており、それぞれの油井管はねじ継手により接続される。油井管ねじ継手の形式は、両端を雄ねじ(PIN)加工した油井管を、両端を雌ねじ(BOX)加工したカップリング(Coupling)を介して接続する Threaded & Coupled (T&C) 型と、片端を PIN 加工、他端を BOX 加工した油井管同士を直接締結するインテグラル (Integral) 型の 2 種類に大別される。

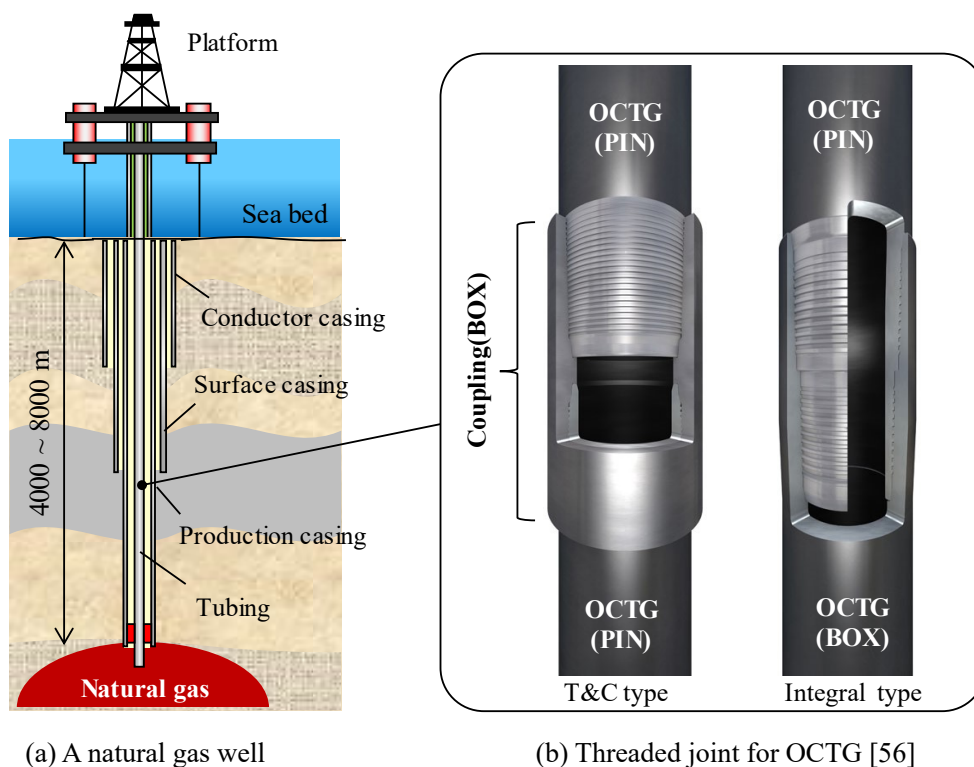


Fig. 1-18 Schematic of a natural gas well and threaded connections for OCTG

19世紀に石油開発が始まった当初から油井管の接続にはねじ継手が用いられており [57], 1919年のアメリカ石油協会 (American petroleum institute, API) の発足後に所謂 API ねじ継手と呼ばれる標準ねじ継手が登場した. Fig. 1-19 に API ねじ継手の模式図を示す [58]. それぞれ Round ねじや Buttress ねじなどのテーパねじの隙間を小さくし, この部分に締結時に塗布した専用のコンパウンドグリース (本分野ではドープと呼ばれる) を充填することで一定の密封性能を発揮する. 特に密封性能が要求される場合にはより隙間が狭い Round ねじ継手が, 強度が要求される場合には Buttress ねじ継手を使用される [59][60][61]. Kerr は [61]多数の水圧試験の結果を整理し, 適用する油井管のサイズや締結条件によっては Round ねじ継手でも 10000 psi (=68.9 MPa) の密封性能を発揮するという結果を示している. しかし, これ以下の圧力でもリークが発生するという結果も示されており, Round ねじ継手により安定した密封が得られる圧力範囲は限定的である. しかしながら, 坑井の圧力がそれほど高くない浅部の原油を採掘する場合には, API ねじ継手の密封性能で十分であり [58], 現在でも API ねじ継手は多く使用されている.

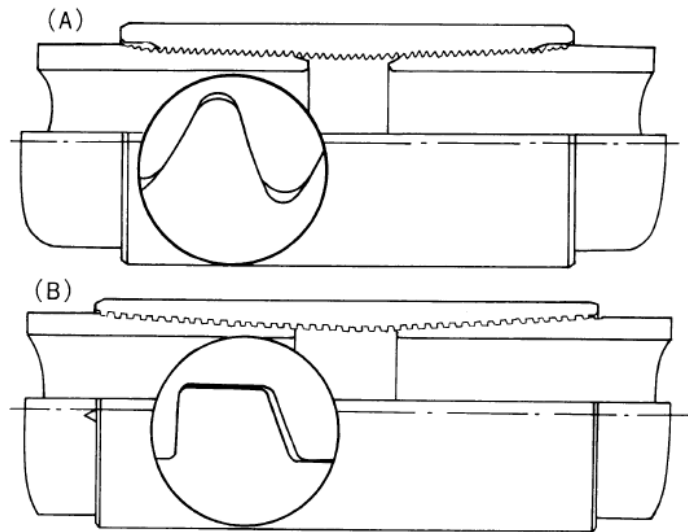


Fig. 1-19 Threaded joints standardized by API: (a) API-Round joint and (b) API-Buttress joint [58]

© 2022 日本鉄鋼協会

1.4.2. 油井管特殊ねじ継手のメタルシールの構造

地層深くに埋設された天然ガスの採掘を狙った坑井では、1.1 節で述べたように圧力が 150 MPa、温度が 180 °C を超える高温高圧の環境となるため API ねじ継手では密封性能が不足する。このような掘削難度の高い坑井ではねじ部とは別にメタルシール部を設けることで密封性能を飛躍的に向上させた PJ が使用される [55]。

Fig. 1-20 に示すように PJ のメタルシールでは、一般的に PIN のメタルシール面の直径が BOX のメタルシール面の直径よりもわずかに大きく設計されており、ねじ継手が締結されると締め込みの状態になる。すなわち PIN と BOX のメタルシール面が元の径に戻ろうとする弾性回復力により、高いものでは 1 GPa を超える接触圧力でメタルシール面が全周密着し密封性能を発揮する。

PIN と BOX のメタルシール面の直径差をシール干渉量とよび、その値は通常は数百マイクロメートル程度である [62]。シール干渉量が高いほど高いメタルシール接触力が得られるが、同時に締結中の嵌め合い摺動による焼付き(Galling)発生リスクも高まる。よって、従来のメタルシール設計は締結中の Galling 発生リスクを抑えながら、締結完了時のメタルシール接触力を最大化するという思想によりなされてきた。例えば、メタルシール面形状を単純なテーパ面（円錐面）のほか、複数の円弧と直線からなる曲率面を継手軸周りに回転させた曲率回転体面にするなどの工夫により、締結開始から締結完了に至るまでのメタルシールの接触圧力分布の推移を制御することが可能である [63][64][65][66]。また、シール干渉量は締結時に Galling が発生しない範囲でできるだけ大きい値に設定されるのが一般的である。

しかしながら、メタルシール形状の工夫だけで現状の Galling 発生リスクを維持したまま

密封性能をさらに向上させることには限界がある。よって、飛躍的な密封性能の向上を実現するためには、メタルシールの接触力向上だけに頼らない他の密封性能向上技術が必要であると言える。

PJ は NC 旋盤によって加工され、特にメタルシール面の表面粗さは精密にコントロールされる。PJ の種類や適用される油井管のサイズにもよるが、メタルシール面の粗さは一般に数マイクロメートル以下 [67] [68]である。締結解体時の摺動中にメタルシールにおいて Galling が発生すると密封性能が損なわれるため、PJ の種類や鋼種に応じた表面処理が施され、さらに潤滑剤が塗布される。よって、メタルシールによる PJ の密封性能を考える場合にはメタルシール母材同士の接触のみでなく、その間に存在する表面処理層や潤滑剤の影響を考慮しなければならない。

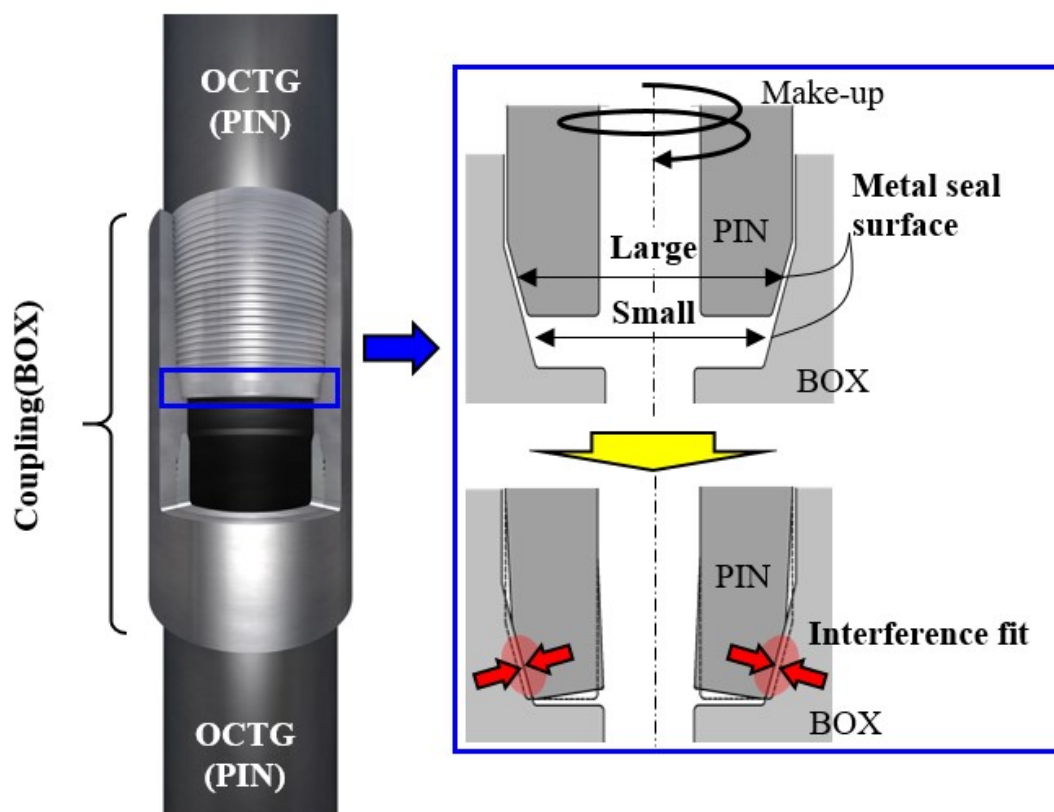


Fig. 1-20 A schematic of metal-to-metal seal of premium joint for OCTG

1.4.3. 油井管特殊ねじ継手に適用される表面処理および潤滑剤

PJ に適用される表面処理としてはりん酸塩処理などの化成処理の他、サンドブラストなどの機械加工、銅や亜鉛などを用いためっきなどがある。低合金鋼には化成処理やサンドブラストが、焼付きが生じやすい高合金鋼にはめっきが適用されることが多い。

PJ に適用される潤滑剤のうち代表的なものは API 規格のコンパウンドグリース [69] [70] (いわゆる API ドープ) であり、鉛や亜鉛、銅などの軟質の重金属粒子を大量に含むのが特徴である。API ドープは優れた密封性能や耐焼付き性能を有するが、含有される鉛などの有害な化学物質の環境への流出が問題視されており [71] [72] [73]、北海など北東大西洋地域では使用が制限されている [74]。

北大西洋における海洋環境の保護を目的に締結されたオスロパリ条約では環境影響度の評価項目を HOCNF (Harmonized Offshore Chemical Notification Format) として規定している [75]。ノルウェー石油安全局では HOCNF に基づき化学物質を環境負荷が大きい順にブラック、レッド、イエロー、グリーンの 4 種類に分類している [76]。API ドープはブラックに該当しており、グリーンに該当するグリースは現状では存在しないことから、先述の北東大西洋地域などではイエローの範疇の環境配慮型グリース (いわゆるイエロードープ) が使用されている。現在市販されているイエロードープは人体に有害な鉛などの固形成分を含まない点が API ドープと大きく異なる。また、後で述べるようにイエロードープの密封性能はある使用条件下では API ドープと差があることがわかってきている。

1.4.4. 油井管特殊ねじ継手のメタルシールに関する先行研究と課題

PJ は原則、ユーザー (オイルメジャー等の資源開発企業) が指定する条件での実体試験 (認定試験) に合格し認定を取得しなければ実井戸で使用することができない。認定試験で評価する項目の中でとりわけ重要なのは複合荷重下における密封性能であるが、通常この認定試験条件は安全マージンを見込み実井戸条件よりも厳しく設定される。よって、PJ のメーカーにとってはこの認定試験に合格することが技術開発目標となる。

2000 年より以前の認定試験規格には API 規格の RP37 [77] や RP 5C5 [78] などのほか、オイルメジャーなどが独自に有する試験規格があった。これらは共通して主に内圧に対する密封性能を評価する試験となっており、繰返し荷重や外圧などに対する密封性能はほとんど要求されていなかった。その後、過酷な深井戸開発プロジェクトの増加による PJ への要求性能の高度化を受け、2002 年に新たな国際標準試験規格の ISO13679 が発行された [79]。この ISO13679 の密封性能試験は難易度で CAL I (Connection Application Level - I) から CAL IV の 4 つのレベルが設定されており、最も厳しい CAL IV はでは作井—生産—メンテナンスという井戸のライフサイクルを想定した繰返し複合荷重の下での内外圧に対する密封性能が評価される。2017 年には API による PJ の試験規格 RP 5C5 も更新されており [80]、ISO13679 と同様に繰返し複合荷重下での内外圧に対する密封性能評価が設定されている。

しかし、認定試験には多大な時間やコストを要するため、開発・評価を加速する手段として FEM 解析によるメタルシールの接触状態の評価なども併用されている [81] [82] [83]。FEM 解析を用いて密封性能を評価・判定するためには、メタルシールの接触状態を示す力学パラメータと密封性能の関係を表すシール基準が必要であり、このシール基準を実験的

に求める基礎研究がこれまでに複数なされている。

Matsuki ら [84]は端部の形状を平面または曲率面とした円筒型試験片を平板に押し付けてメタルシールを形成し、水圧試験によりメタルシール面の曲率や接触幅、表面処理の種類が水密性能に及ぼす影響を基礎評価した。またリーク時におけるシールの圧縮応力をリーク開始時の水圧で除して得られる Metal seal factor m により基礎試験結果を整理し、接触幅が大きいほど m が小さく水密性能が高いことや、銅めっきを施したシール面では、亜鉛めっきやりん酸塩処理を施したシール面よりも水密性能が優れていること、グリースを塗布しない場合は水密性能が大幅に低下すること等を明らかにしている。

津留ら [85][86]は円筒型試験片を平板に押し付けて形成したメタルシールに N_2 ガスを負荷し、気密性能の基礎評価を行っている。その結果、Fig. 1-21 に示すように気密性能はシール接触長さにはほとんど依存せず、シール接触エネルギー(圧力負荷方向に沿ったシール接触圧力分布の積分値、Contact Pressure Integration)に応じて向上することを示している。

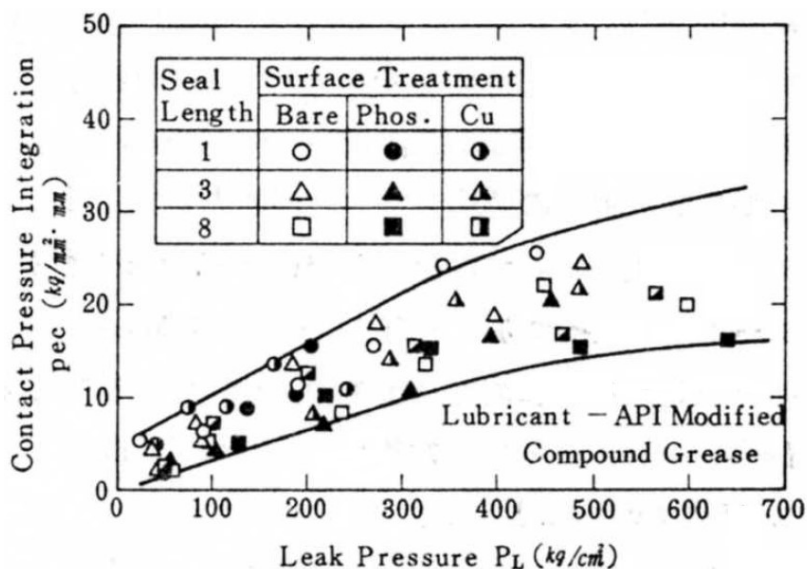


Fig. 1-21 Relationship between Contact Pressure Integration and Leak Pressure [86]

© 2022 日本鉄鋼協会

Murtagian [87]らは Fig. 1-22 に示すカップ&コーン型の試験片同士を押し付けてメタルシールを形成した後、最大 140 MPa の N_2 ガスを負荷して気密性能を評価した。また、メタルシール接触幅 L と平均接触圧力 P で表わされるパラメータ LP^n ($n = 1.2$) により実験結果を整理し、メタルシール面にグリース (Sealing compound) を塗布した場合としていない場合について Fig. 1-23 に示すシール基準を得ている。これよりグリースを塗布した場合(Fig. 1-23 (a))では、塗布しない場合(Fig. 1-23 (b))よりも小さい LP^n の値、すなわち小さいシール接触エネルギーで密封性能が得られることが示されている。

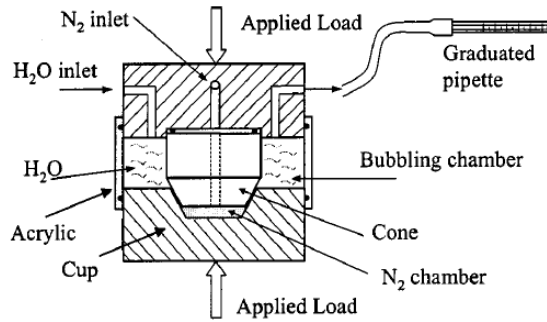


Fig. 1-22 Experimental set-up [87]

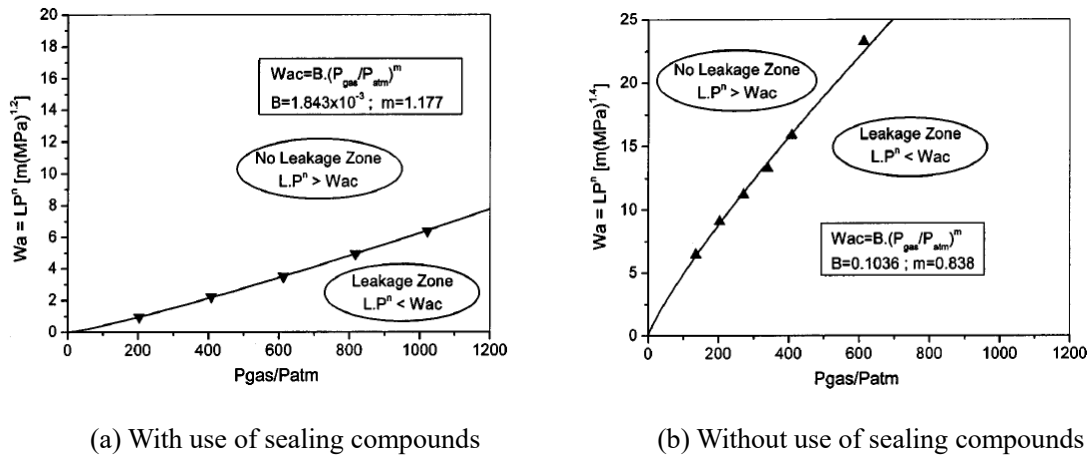


Fig. 1-23 Sealability critical curve [87]

他にも Xie ら [88] [89] や遠山 ら [90] などともメタルシールの気密性能の基礎評価を行っており、接触圧力の大きさや表面処理がメタルシールの密封性能に及ぼす影響等を明らかにしている。しかし、これらの研究はいずれも試験片同士を単純に押し付けて形成したメタルシールについての評価であり、PJ の締結時に必ず生じるメタルシール面の嵌め合い摺動によるテクスチャの変化やなじみの影響は考慮されていない。

Xie ら [91] は円筒状の試験片の端面同士を押し付けて 1 回転させた後に、メタルシールの接触圧力を 70 MPa として密封試験を実施しているが、1 GPa を超える場合がある PJ のメタルシールの接触圧力と比較して非常に小さい値である。また、最近では Dennis ら [92] が最大ヘルツ接触圧力 0.36 GPa でメタルシールを摺動させた後に 700 bar (= 70 MPa) の油圧を負荷しその密封性能を評価しているが、摺動条件や密封流体、試験温度の点で PJ のメタルシールの使用環境とは異なる部分もある。

1.5. 本研究の目的

前節で示した PJ のメタルシールに関する基礎研究では特にグリースの有無が密封性能を大きく左右することなどが明らかにされており、その成果は実製品の設計や PJ に適用する表面処理や潤滑剤の開発において一定の成果を収めてきたものと思われる。しかし、ほとんどの結果は室温にて試験片評価面を単純に押し付けて形成したメタルシールについて得られたものであり、負荷する圧力媒体も一部の基礎試験ではガスではなく液体が用いられていた。しかし、締結時に生じる高い接触圧力でのメタルシール面の摺動による摩耗や、PJ に塗布したグリースの高温環境における劣化はメタルシールの密封性能に大きく影響を及ぼすことが予想される。すなわち、一部の先行研究で示されたシール基準は微視的には空隙が存在するメタルシールにおいてどのような機構で気密性能が発揮されるのかといった原理や自然法則をおさえていない実験式のため、メタルシールの鋼種や接触状態、表面処理や潤滑剤などの条件が変わると式や基準そのものが適用できないという恐れがある。

そこで本研究では油井管ねじ継手のメタルシールの使用環境をより良く再現できる基礎試験手法を開発した上で、当該メタルシールの密封性能に大きく影響を及ぼす因子とその影響度を明確化することを目的とした。また、得られた知見に基づいて高温高圧環境においてメタルシールが密封状態からリークに至るまでの機構の解明に取り組んだ。

1.6. 本論文の構成

第 1 章では、本研究の背景、メタルシールについての従来研究、および本研究目的について述べる。

第 2 章では、PJ のメタルシールの使用環境を模擬した密封基礎試験手法について述べる。まず PJ のメタルシールの具体的な接触状態を示した後、密封基礎試験に用いた試験機や試験片、試験要領について述べる。

第 3 章では、前章で示した基礎試験手法により得た密封性能の評価結果を示す。先行研究では十分考慮されていなかった因子であるメタルシール面の摺動や塗布する潤滑剤の種類、試験温度の違いが密封性能に及ぼす影響についての定量評価結果を示す。また、実験的に求めたメタルシールの密封基準を示す。

第 4 章では、超高圧ガスの密封状態からリークに至るまでのメタルシール面のその場観察手法および観察結果について示す。これより、先行研究で示されている静的シールについての密封機構の仮説が本メタルシールにも適用可能かどうかを明らかにする。

第 5 章では、高温高圧となるメタルシール面において塗布されたグリースの物性がどのように変化するのか、その調査結果と密封性能との関連を示す。

第 6 章では、第 3 章から第 5 章で示した結果に基づいて、高温高圧環境におけるメタルシールの密封機構について議論する。

第 7 章では、本研究の結論、および今後の課題と展望を示す。

参考文献

- [1] 経済産業省 資源エネルギー庁, エネルギー白書, 2021.
- [2] BP, Energy Outlook, 2020.
- [3] 岩間, 最近の石油・天然ガス-資源経済のトレンドについて, 第 85 巻, *Journal of the Japanese Association for Petroleum Technology*, 2020, pp. 95-100.
- [4] 2050 年カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略, 内閣官房, 2022.
- [5] トライボロジーハンドブック, 養賢堂, 2001.
- [6] 長縄, 最新の坑井掘削技術 (その 7), *石油開発時報*, 2007, pp. 14-19.
- [7] 古谷, 最近の大水深掘削技術, 第 74 巻, *石油技術協会誌*, 2009, pp. 144-151.
- [8] 北村, 稲田, 深海掘削概論--BP 社メキシコ湾原油流出事故を受けて, 第 44 巻, *石油・天然ガスレビュー*, 2010, pp. 11-24.
- [9] 岡津, 北海における高圧高温 (HPHT) フィールドの開発, 第 35 巻, *石油・天然ガスレビュー*, 2002, pp. 82-105.
- [10] K. Adamson, G. Birch, E. Gao, S. Hand, C. Macdonald and C. MACK, High-pressure, high-temperature well construction, vol. 10, *Oilfield Review*, 1998, pp. 36-49.
- [11] 石油・天然ガス開発のしおり, 石油鉱業連盟, 2012, p. 29.
- [12] R. Di Primio and V. Neumann, HPHT reservoir evolution: a case study from Jade and Judy fields, Central Graben, UK North Sea, vol. 97, *International Journal of Earth Sciences*, 2008, pp. 1101-1114.
- [13] 長縄, 最新の坑井掘削技術 (その 3), *石油開発時報*, 2006, pp. 3-11.
- [14] 梅津, 古谷, 市川, 掘削分野の技術革新--水深 3,000 m を克服 (特集: 深海へ向かう世界の石油・天然ガス開発事業, 第 40 巻, *石油・天然ガスレビュー*, 2006, pp. 47-61.
- [15] 澤江, 杉村, 水素雰囲気でのトライボロジー, 第 53 巻, *Journal of the Vacuum Society of Japan*, 2010, pp. 280-287.
- [16] 澤江, 杉村, 水素雰囲気におけるシール用樹脂材料のトライボロジー, 第 25 巻, *成形加工*, 2013, pp. 77-82.
- [17] 澤江, 水素雰囲気における樹脂の摩擦・摩耗, 第 60 巻, *トライボロジスト*, 2015, pp. 638-344.
- [18] 似内, 澤, 最新シーリングテクノロジー, テクノシステム, 2010.
- [19] 徳永, メカニカルシールの摩擦低減技術の最新動向, 第 62 巻, *トライボロジスト*, 2017, pp. 254-260.
- [20] 井上, メカニカルシールにおけるテクスチャリング技術の動向, 第 60 巻, *トライボロ*

ジスト, 2015, pp. 274-279.

- [21] Fujikin Group, Valves & Fittings for Ultra High-Pressure Hydrogen Gas, 2020.
- [22] R. Horm, Electric Conatcs, H. Gebers Forlag, 1946, p. 2.
- [23] V. Marochkin, Friction and Wear in Machinery, *ASME*, 1958.
- [24] 杉村, トライボロジーにおける表面粗さの解釈, 第 60 巻, トライボロジスト, 2015, pp. 3-8.
- [25] 小田, パーコレーションの科学, 裳華房, 1993.
- [26] 松田, 中村, 表面接触理論とテクスチャ, 第 60 巻, トライボロジスト, 2015, pp. 171-176.
- [27] B. Persson, O. Albohr, C. Creton and V. Peveri, Contact area between a viscoelastic solid and a hard, randomly rough, substrate, vol. 120, *The Journal of chemical physics*, 2004, pp. 8779-8793.
- [28] C. Putignano, L. Afferrante, G. Carbone and G. P. Demelio, A multiscale analysis of elastic contacts and percolation threshold for numerically generated and real rough surfaces, vol. 64, *Tribology International*, 2013, pp. 148-154.
- [29] 新田, 江淵, 安田, 寺尾, 広視野レーザー顕微鏡による真実接触面観察, 第 77 巻, 日本機械学会論文集 C 編, 2011, pp. 631-640.
- [30] I. Nitta, Y. Matsuzaki, Y. Tsukiyama, M. Horita and S. Sakamoto, Thorough observation of real contact area of copper gaskets using a laser microscope with a wide field of view, vol. 135, *Journal of Tribology*, 2013, p. 041103.
- [31] F. Robbe-Valloire and M. Prat, A model for face-turned surface microgeometry: Application to the analysis of metallic static seals, vol. 264, *Wear*, 2008, pp. 980-989.
- [32] 辻, 萩原, 山口, 本田, パーコレーション理論によるガスケットの高温界面漏洩特性の評価, 日本機械学会 M&M 材料力学カンファレンス, 2008, p. OS0506.
- [33] 辻, 萩原, 圧力設備のリスクベースメンテナンスのためのガスケットの漏洩確率評価, 東京電機大学総合研究所年報, 2010, pp. 41-46.
- [34] J. A. Greenwood and J. P. Williamson, Contact of nominally flat surfaces, vol. 295, *Proceedings of the royal society of London. Series A. Mathematical and physical sciences*, 1966, pp. 300-319.
- [35] A. Bush, R. Gibson and T. Thomas, The elastic contact of a rough surface, vol. 35, *Wear*, 1975, pp. 87-111.
- [36] N. Patir and H. Cheng, An average flow model for determining effects of three-dimensional roughness on partial hydrodynamic lubrication, vol. 100, *Journal of Lubrication Technology*, 1978, p. 12.

- [37] B. N. Persson, Theory of rubber friction and contact mechanics, vol. 115, *The Journal of Chemical Physics*, 2001, pp. 3840-3861.
- [38] 杉村, 表面粗さのモデル化と解析法の現状, 第 39 巻, *トライボロジスト*, 1993, pp. 208-213.
- [39] 杉村, 表面粗さの確率論的モデル, 第 43 巻, *トライボロジスト*, 1998, pp. 933-938.
- [40] X. Tian and B. Bhushan, A numerical three-dimensional model for the contact of rough surfaces by variational principle, vol. 118, *Journal of Tribology*, 1996, p. 33.
- [41] F. Sahlin, R. Larsson, A. Almqvist, P. Lugt and P. Marklund, A mixed lubrication model incorporating measured surface topography. Part 1: theory of flow factors, vol. 224, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology*, 2010, pp. 335-351.
- [42] T. Tomota, Y. Kondoh and T. Ohmori, Modeling solid contact between smooth and rough surfaces with non-Gaussian distributions, vol. 62, *Tribology Transactions*, 2019, pp. 580-591.
- [43] T. Tomota, R. Masuda, Y. Kondoh, T. Ohmori, K. Yagi, Modeling solid contact between rough surfaces with various roughness parameters, vol. 64, *Tribology Transactions*, 2021, pp. 178-192.
- [44] S. Medina, A. V. Olver and D. Dini, The influence of surface topography on energy dissipation and compliance in tangentially loaded elastic contacts, vol. 134, *Journal of tribology*, 2012.
- [45] 桃園, 中村, 京極, 分水嶺解析に基づく静的シールの密封性簡易評価, *トライボロジー会議 2017 秋 高松 予稿集*, 2017, C24.
- [46] 小林, 桃園, 中村, 京極, 非ガウシアンランダム粗面の接触解析, *トライボロジー会議 2014 春 東京 予稿集*, 2014, B25.
- [47] F. Pérez-Ràfols, R. Larsson, S. Lundström, P. Wall and A. Almqvist, A stochastic two-scale model for pressure-driven flow between rough surfaces 2016, vol. 472, *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 2016, p. 20160069.
- [48] 松崎, 新田, 細川, 船橋, くさび形メタルシールの基本特性, 第 67 巻, *日本機械学会論文集 C 編*, 2001, pp. 2344-2351.
- [49] 松崎, 新田, くさび形メタルシールの臨界押付け力, *北陸信越支部総会・講演会 講演論文集 2002*, 2002, pp. 11-12.
- [50] 松崎, 風巻, 静的シールの設定圧着応力に及ぼす表面粗さの影響: 第 1 報, 基礎実験, 第 53 巻, *日本機械学会論文集 C 編*, 1987, pp. 1091-1095.
- [51] 松崎, 風巻, 静的シールの設定圧着応力に及ぼす表面粗さの影響: 第 2 報, 金属ガスケットとしてのシール特性, 第 53 巻, *日本機械学会論文集 C 編*, 1987, pp. 1482-1486.
- [52] 松崎, 風巻, 静的シールの設定圧着応力に及ぼす表面粗さの影響: 第 3 報, 硬いくさ

- び形突起と軟らかい平面とのシール特性, vol. 55, *日本機械学会論文集 C 編*, 1989, pp. 1729--1733.
- [53] 松崎, 船橋, 細川, 静的シールの設定接触圧力に及ぼす表面粗さの影響: 第 4 報, ナイフェッジシールのシール特性, 第 57 巻, *日本機械学会論文集 C 編*, 1991, pp. 1723-1728.
- [54] 松崎, 船橋, 細川, 静的シールの設定接触圧力に及ぼす表面粗さの影響: 第 5 報, 円すい内側シール面に作用する接線力の影響, 第 57 巻, *日本機械学会論文集 C 編*, 1991, pp. 3669-3673.
- [55] 井瀬, 杉野, 油井管ねじ継手におけるシール技術およびその最新動向, 第 62 巻, *トライボロジスト*, 2017, pp. 285-292.
- [56] VAM BOOK, Vallourec, Nippon steel, 2017.
- [57] 奈良, 石油・天然ガス生産に使われるねじの話 (その 1) 石油掘削技術開発のころ, 第 42 巻, *日本ねじ研究協会誌*, 2011, p. 357.
- [58] 小笠原, 最近の油井管継手, 第 79 巻, *鉄と鋼*, 1993, pp. N352-N355.
- [59] 油井・ラインパイプ用鋼管ハンドブック, *石油技術協会*, 1992, p. 28.
- [60] L. Zhanghua, L. Yonggang, T. Bo, H. Jianzeng, Z. Yi and Y. Long, Analysis of Jump-Out Loads about Connectors of Buttress and Round Threads of Casing, vol. 5, *China Petroleum Machinery*, 2004.
- [61] H. P. Kerr, Thread Leaks in Tubing and Casing Strings, *Drilling and Production Practice*, 1965.
- [62] 三牧, 小笠原, 矢崎, 油井管用特殊ねじ継手のガスシール性のクライテリオン, 第 35 巻, *圧力技術*, 1997, pp. 65-78.
- [63] E. N. Dvorkin and R. G. Toscano, Finite element models in the steel industry: Part II: Analyses of tubular products performance, vol. 81, *Computers & Structures*, 2003, pp. 575-594.
- [64] G. Carcagno, The design of tubing and casing premium connections for HTHP wells, *SPE High Pressure/High Temperature Sour Well Design Applied Technology Workshop*, 2005.
- [65] 成田, 前田, 永作, 油井管用特殊ねじ継手 VAM ACE, 第 46 巻, *住友金属*, 1994, p. 65.
- [66] 油井管用特殊ねじ継ぎ手「JFEBEAR」, *JFE 技報*, 2005, p. 46.
- [67] N. Matsuki, Y. Morita and H. Kawashima, Evaluation of premium connection design conditions, vol. 73, *ASME ETCE Drilling and Production Symp.*, 1985.
- [68] 前田, 大上, 富田, 特殊用途ねじ継手のシール性能評価のための接触解析, *中国四国支部総会・講演会 講演論文集 2011.49*, 2011, pp. 211-212.
- [69] API BULL 5A2, 1988.
- [70] API RP 5A3, 2009.

- [71] B. Bradley, Dope-Free Connections Offer Multitude of Benefits, vol. 49, *AMERICAN OIL AND GAS REPORTER*, 2006, p. 75.
- [72] T. A. Kassim, B. R. Simoneit and K. J. Williamson, Recycling solid wastes as road construction materials: An environmentally sustainable approach, *Water pollution*, 2005, pp. 59-181.
- [73] M. Ogasawara and F. Khoyama, Optimum application of environmentally safe compound greases for casing and tubing, vol. 11, *SPE Drilling & Completion*, 1996, pp. 51-55.
- [74] Atmospheric deposition of selected heavy metals and persistent organic pollutants to the OSPAR Maritime Area (1990 - 2005), *OSPAR COMMISSION*, 2008.
- [75] OSPAR Guidelines for Completing the Harmonised Offshore Chemical Notification Format, *OSPAR COMMISSION*, 2010.
- [76] REGULATIONS RELATING TO CONDUCTING PETROLEUM ACTIVITIES, *Petroleum Safety Authority Norway*, 2015.
- [77] API RP 37, 1958.
- [78] API RP 5C5, 1990.
- [79] ISO13679, Petroleum and natural gas industries — Procedures for testing casing and tubing connections, 2002.
- [80] API RP 5C5, Procedures for Testing Casing and Tubing Connections, 2017.
- [81] M. Sugino, K. Nakamura, S. Yamaguchi, D. Daly, G. Briquet and E. Verger, Development of an innovative high-performance premium threaded connection for OCTG, *Offshore Technology Conference*, 2010.
- [82] Y. Hirano, T. Maguchi, K. Kobayashi, K.-i. Yamamoto, K. Ueno and J. K. Duxbury, Development of Premium Threaded Connection" FOX, vol. 19, *Kawasaki Steel Technical Report*, 1988, pp. 23-29.
- [83] 小笠原, 油井管プレミアムジョイントの開発, *製鉄研究*, 1988, pp. 22-28.
- [84] N. Matsuki, Y. Morita and H. Kawashima, Evaluation of premium connection design conditions, vol. 73, *ASME ETCE Drilling and Production Symp*, 1985.
- [85] 津留, 西, 神山, 小笠原, 三牧, シミュレーションテストによる金属シール部の必要面圧の検討: 油井管継手の金属対金属シール機構に関する研究 (1), 第 72 巻, *鐵と鋼*, 1986, p. S1138.
- [86] 津留, 丸山, 神山, 小笠原, 有限要素法による油井管継手リーク判定方法: 油井管継手の金属対金属シール機構に関する研究 (2), vol. 73, *鐵と鋼*, 1987, p. S1057.
- [87] G. Murtagian, V. Fanelli, J. Villasante, D. Johnson and H. Ernst, Sealability of stationary metal-to-metal seals, vol. 126, *Journal of Tribology*, 2004, pp. 591-596.

- [88] J. Xie, C. Matthews and A. Hamilton, A study of sealability evaluation criteria for casing connections in thermal wells, *SPE Canada Heavy Oil Technical Conference*, 2016.
- [89] J. Xie, D. Friesen, M. Droessler, T. Roth and J. Xie, Experimental Study for Establishing Metal-to-Metal Seal Evaluation Criteria for Tubular Connections in Thermal and HPHT Applications, *SPE 2021 Symposium Compilation*, 2021.
- [90] 遠山, 三原, 油井管ネジ継手コーティングの耐ゴースリングおよび高圧ガスシール特性, 第2巻, *CAMP-ISIJ*, 1989, p. 344.
- [91] J. Xie and C. Matthews, Experimental investigation of metal-to-metal seal behavior in premium casing connections for thermal wells, *SPE Canada Heavy Oil Technical Conference*, 2017.
- [92] D. Ernens, F. Pérez-Ràfols, D. V. Hoecke, R. F. Roijmans, E. J. van Riet, J. B. Vande Voorde, A. Almqvist, M. Bas de Rooij, S. M. Roggeband and W. M. van Haften, On the sealability of metal-to-metal seals with application to premium casing and tubing connections, vol. 34, *SPE Drilling & Completion*, 2019, pp. 382-396.
- [93] 徳永, 杉村, 山本, 密封機構と摩擦低減機構を有するメカニカルシールの開発と性能評価—実験的検討—, 第60巻, *トライボロジスト*, 2015, pp. 332-341.

2. メタルシールの密封性能評価手法の構築

2.1. 本章の目的

前章で述べたように、PJ のメタルシールに関するいくつかの先行研究においては、基礎試験結果に基づいた実験的なシール基準が示されており、これらはPJ の設計開発に活用されている。しかし、これらの基礎試験のほとんどは、PJ の締結/解体 (Make-up & Break-out, MB) 時に生じるメタルシール面の摺動や塗布したグリースの高温環境における劣化等が考慮されておらず、密封試験時のメタルシールの接触状態がPJ とは異なる可能性があった。

そこで本研究ではまずPJ のメタルシールの接触状態や使用環境をラボにてより良く再現できる基礎試験手法の開発に取り組んだ。本章では本研究で用いたシール性能基礎試験機、試験片、およびグリースに加え、試験手順などについて述べる。

2.2. シール性能基礎試験機

本研究で用いたシール性能基礎試験機の模式図を Fig. 2-1 に示す。試験機には油圧アクチュエータと AC サーボモータが搭載されており、軸力と回転の二軸負荷が可能である。本試験機では回転軸に固定した上側の試験片を下側の試験片に押し付けながら回転させることにより、接触圧力が変化しながら摺動するPJ のメタルシールを模擬することができる。試験片の詳細な形状や接触圧力については2.3 節にて後述する。

下試験片には高圧配管を介して高圧ガス製造装置が接続されており、上下試験片を押し付けて形成したメタルシールの内部に窒素とヘリウムの混合気体(95% N₂+5% He)を150 MPa 以上の高圧まで昇圧することが可能である。これは天然ガス坑井内で最も高圧に晒されるチュービングサイズの油井管に負荷されうる圧力とほぼ同程度の高圧である。

試験評価部には検出下限界が $1.0 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ であるヘリウムリークディテクタ (ULVAC 製, HELIOT) を設置した。リークの判定はPJ の試験規格での規定 [1][2]に準じ、本ディテクタで検出したヘリウムのリーク流量が $5.01 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ に達した時点とした。

本試験機では Fig. 2-2 に示すように2種類の加熱装置を備えており、いずれの方式でも試験評価部を250 °C程度まで加熱することができる。これはPJ が実際に使用される坑井の温度 [3][4][5]や試験規格 [1][2]での規定値のうち最も高温である180 °Cを上回る値である。

Fig. 2-2 (a) は恒温槽式の加熱装置を示しており、試験評価部を覆う恒温槽内に熱風を循環させることで試験評価部を加熱する。本方式では試験評価部を均一に加熱できる利点がある。しかし、試験評価部の周辺を密閉する構造であるため、密封試験時に高圧ガスの噴出が生じた場合、槽内の圧力が急上昇する危険を有する。そこで、安全上の理由から本加熱装置の使用は密封試験前に試験評価部をベーキングしてメタルシールに塗布したグリースを高温劣化させる場合のみに用い、高温での密封試験を実施する場合には試験評価部が解放状態となる後述のシースヒーターを用いた。

Fig. 2-2 (b) は上試験片および下試験片固定治具に巻き付けたシースヒーターによる直接加熱方式を示している。シースヒーター巻き付け箇所熱容量の違いを考慮し、上試験片に取り付けるシースヒーターの出力 140 W に対し、下試験片固定治具に取り付けるシースヒーターの出力を 640 W と大きくした。これにより、上下試験片の昇温速度をほぼ同じとしメタルシール部での均熱を得た。

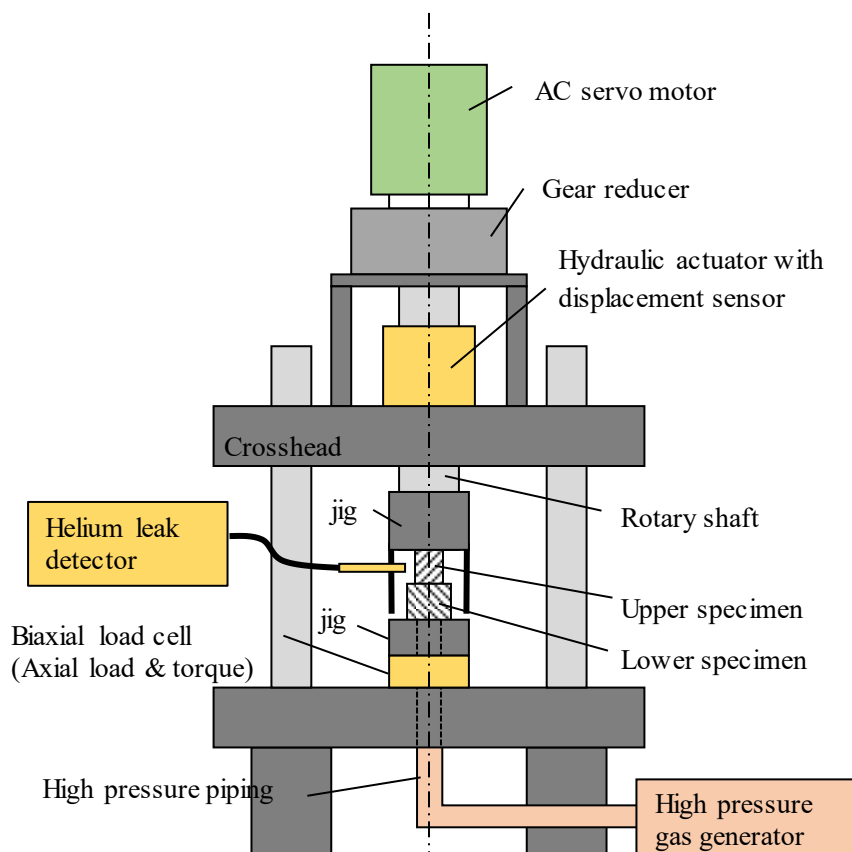


Fig. 2-1 Schematic diagram of the testing set-up

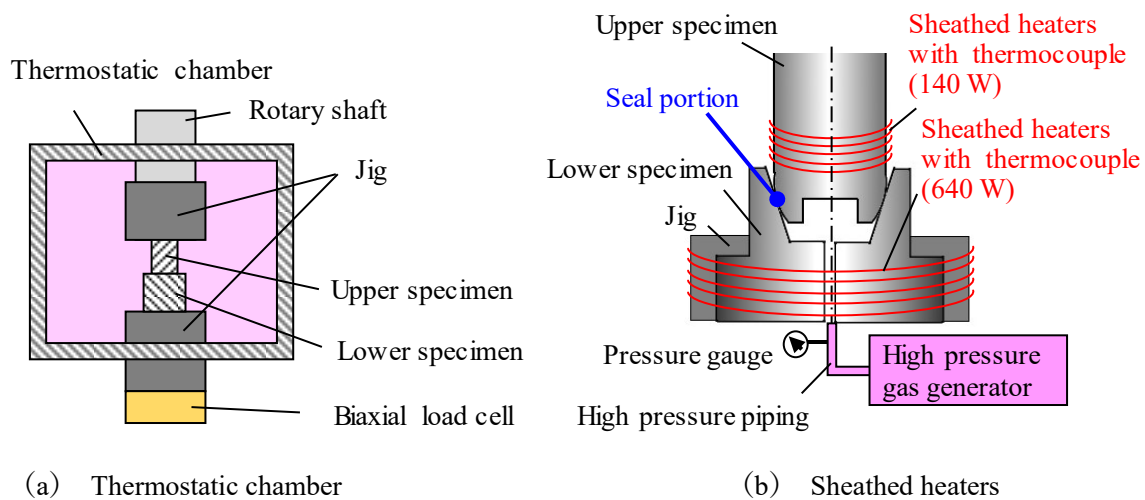


Fig. 2-2 Schematic diagram of the heating equipment

2.3. 試験片

2.3.1. 試験片の鋼種

試験片に用いた鋼種は API 規格 [6]で規定される低合金油井管材料である L80 鋼 (公称降伏応力 80 ksi = 552 MPa) または Q125 鋼 (公称降伏応力 125ksi = 862 MPa) とした。試験片はこれらの鋼種の油井管から切り出して製作した。

2.3.2. 試験片の表面処理

上下試験片のメタルシール面は PJ と同じく旋盤で加工した。表面処理は低合金鋼油井管用の PJ における一般的な組み合わせを模擬し、上試験片をりん酸マンガン処理、下試験片を旋削のままとした。

2.3.3. 試験片の形状

本研究では Fig. 2-3 に示すように、試験片の端面同士を接触させてメタルシールを形成するリングオンディスク型の試験片と、試験片の側面同士を接触させてメタルシールを形成するカップ&コーン型の試験片の 2 種類を用いた。

Fig. 2-3 (a) に示したリングオンディスク型の試験片では上下試験片を押し付けながら上試験片を回転させることによりメタルシール面を同心円状に摺動させる。本試験片形状では上下試験片の押し付け荷重がメタルシールの接触力に等しいため、試験中のメタルシール接触力を試験片下部に設置したロードセルにより直接測定できる利点がある。

Fig. 2-3 (b) に示したカップ&コーン型の試験片では、上試験片を回転させながら下試験片に押し込むことで、PJ と同じメタルシールのらせん摺動を模擬できる。本試験片ではメタルシール接触力を直接測定できないため、ロードセルで測定した垂直方向の押し付け荷重をもとに、別途対応する弾塑性 FEM 解析などを実施して推定する必要がある。

一般的なPJでは円弧や直線を組み合わせた複合曲線を有するメタルシール面形状が適用されることが多いが、本研究ではいずれの試験片においてもメタルシール面形状は一方を円弧の軸対象回転体面、他方を平面（テーパ面）とした。これは、メタルシールの接触圧力分布を接触中心付近に最大接触圧力を有する凸型の単純な分布とし、得られた密封試験結果を基礎データとして扱いやすくするためである。メタルシール面にはPJと同様に所定の表面処理を施した。

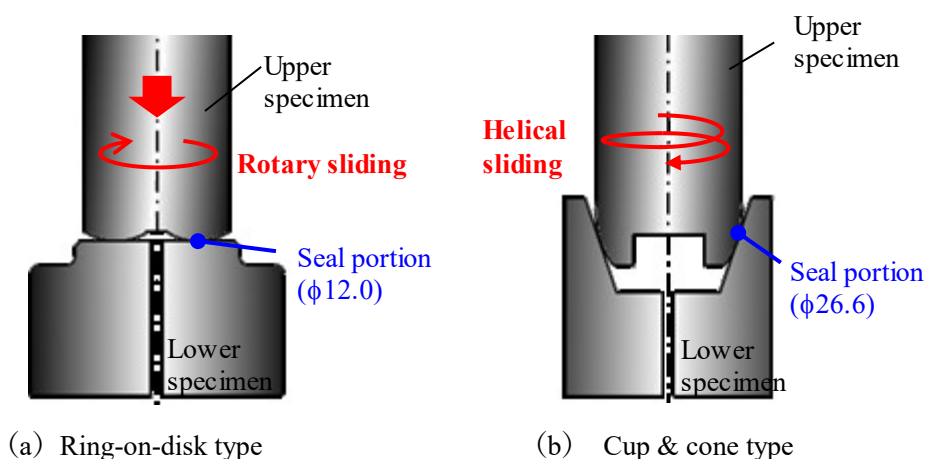


Fig. 2-3 Schematic diagram of the specimens

2.3.3.1. リングオンディスク型試験片

リングオンディスク型試験片の試験評価部の模式図を Fig. 2-4 に示す。上試験片のメタルシール面形状は試験片の軸心から半径方向に 6 mm の位置に頂点を有する円弧の軸対称回転体面、下試験片は平面とした。この上下試験片を押し付けると円環状のメタルシール接触部が得られることとなり、その接触部の平均径は $\phi 12$ mm である。

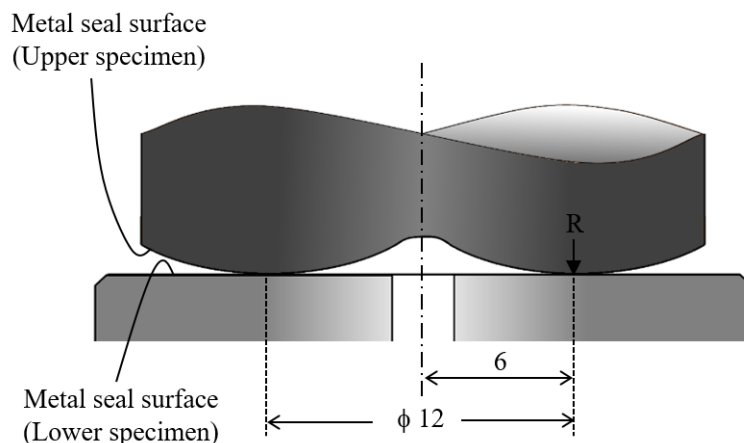
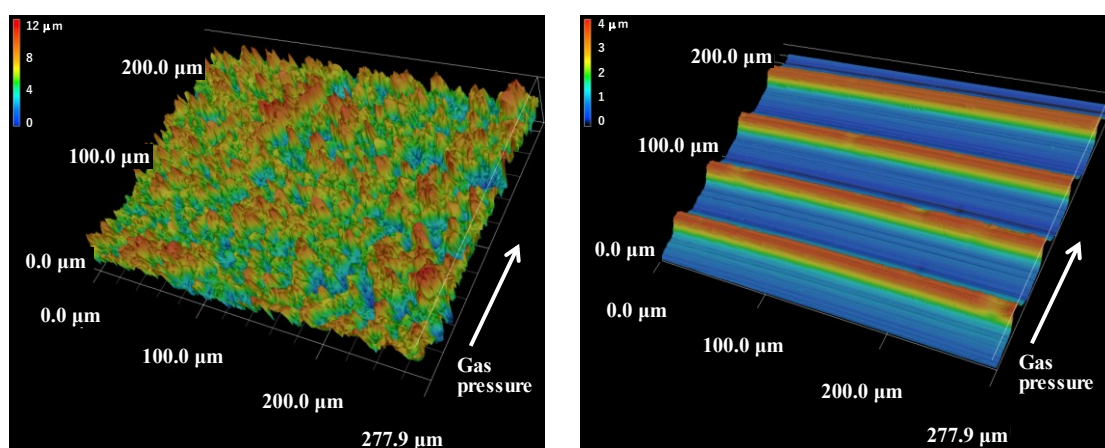


Fig. 2-4 A schematic diagram of evaluation portion of ring-on-disk type specimens

共焦点レーザー顕微鏡により測定した上下試験片のメタルシール面の 3 次元形状を Fig. 2-5 に、メタルシール面の半径方向の断面プロファイルを示す。りん酸マンガン処理を施した上試験片のメタルシール面には大きいもので高さ $10\ \mu\text{m}$ 程度の突起が存在しており、旋削加工の痕跡がほとんど見られないランダムな形状であった。旋削のままとした下試験片のメタルシール面は高低差 $4\ \mu\text{m}$ 程度の旋削痕が規則的に並んだ粗さ形状であった。



(a) Upper specimen (Manganese phosphate) (b) Lower specimen (Turning surface)

Fig. 2-5 Texture of metal seal surfaces on a ring-on-disk type specimen

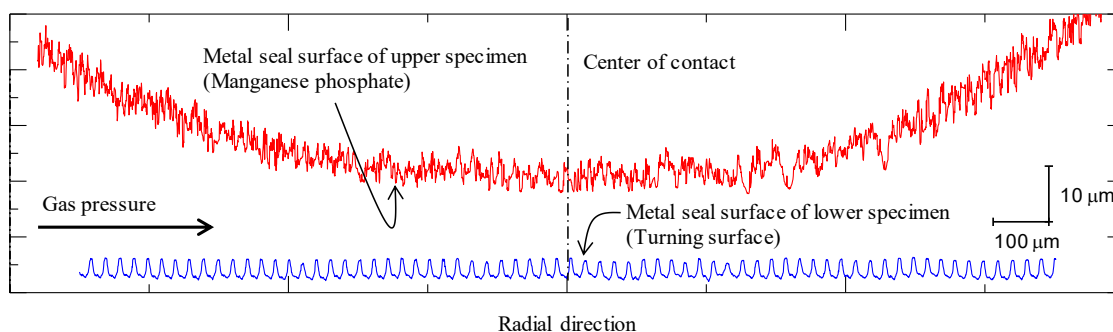


Fig. 2-6 Metal seal surface profiles of a ring-on-disk type specimen

L80 鋼の試験片同士を所定の荷重で単純に押し付けたときに得られる接触圧力分布を弾塑性 FEM 解析により求めた結果を Fig. 2-7 に示す。解析には汎用 FEM 解析ソフト ABAQUS を用い、試験片は 2 次元軸対称でモデル化した。解析ではグリースや表面粗さ、摩擦等の影響は考慮せずハードコンタクトの接触モデルを適用した。材料は等方硬化の弾塑性体とし、弾性係数が $210\ \text{GPa}$ 、 0.2% 耐力が $80\ \text{ksi}$ ($552\ \text{MPa}$) になるようにアメリカ機械学会規格 [7] に沿ってモデル化した応力ひずみ曲線を使用した。また、メタルシール部の接触が長さ

37.68 mm (= 試験片の接触中心径 ϕ 12 mm $\times \pi$) の円柱と平面の接触と同等と仮定した場合に、第一章で示した Hertz の弾性接触理論を用いて求まる接触圧力分布も図中に併記した。

Fig. 2-7 より接触圧力分布は接触中心付近に頂点をもつ滑らかな凸形状であり、Hertz の理論式と近い値が得られていることがわかる。また荷重が大きくなるほど、接触箇所が外側にずれる傾向がみられた。これは押し付け荷重が大きいほど上試験片のメタルシール面の外径側への弾性変形が大きくなるためである。

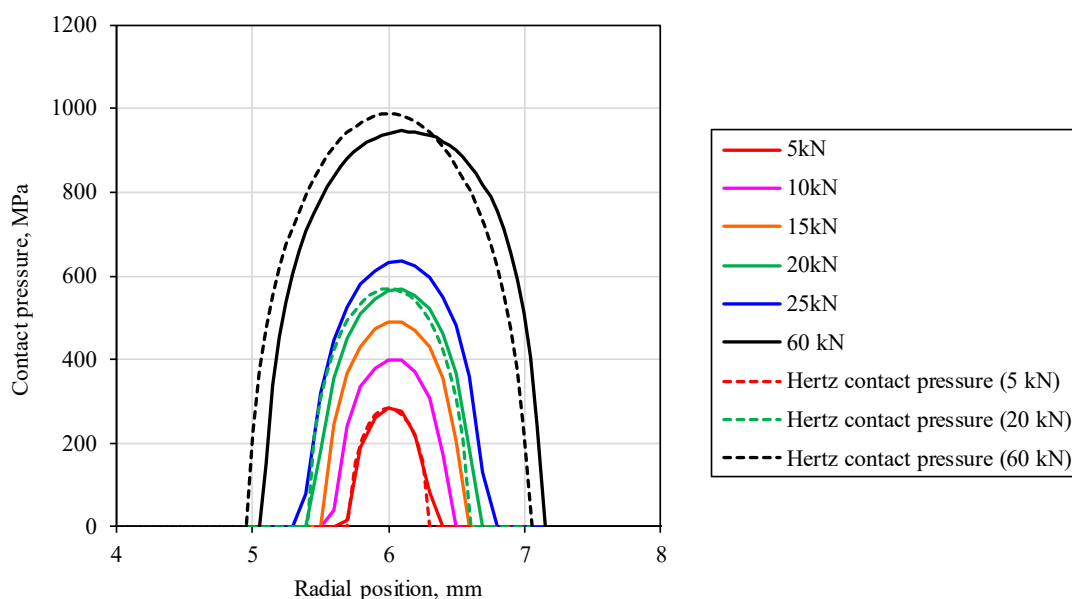


Fig. 2-7 Contact pressure distribution obtained by FEM analyses on ring-on-disk type specimen

試験片の押し付け力を一定に保持したままメタルシール内部のガス圧を昇圧すると、メタルシールの実質押し付け力はガス圧とガス圧にさらされるメタルシール内部の面積の積だけ減少する。Fig. 2-8 は所定の初期押し付け力を負荷してガス圧を昇圧した時に、メタルシールの実質押し付け力が 0 となる時点のガス圧を弾塑性 FEM 解析により求めたものである。なお、本 FEM 解析でガス圧の負荷を模擬する際にはメタルシールの接触部の内側の領域に、負荷ガス圧に相当する分布荷重を負荷した。これより、本研究における試験荷重の範囲では、メタルシール接触が維持できるガス圧の上限界と初期押し付け力はほぼ比例関係にあることがわかる。

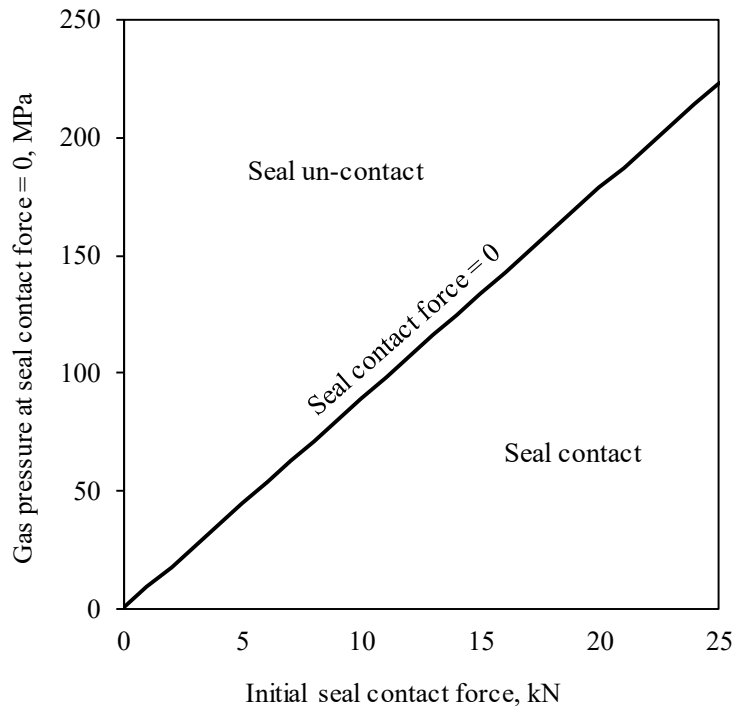


Fig. 2-8 Relationship between gas pressure at seal contact pressure is lost and initial seal contact force obtained by FEM analyses

2.3.3.2. カップ&コーン型試験片

カップ&コーン型試験片において、上試験片のメタルシール面形状は円弧の軸対象回転体面、下試験片はテーパ面とした。また、試験評価部の剛性を調整するために、上試験片先端 (Fig. 2-9 (a) の下方) からメタルシール接触部までを円筒状とした。

試験片の詳細設計には弾塑性 FEM 解析を活用し、設計パラメータは Fig. 2-9 (a) に示すシール径、下試験片のメタルシール面のテーパ角、および上下試験片のメタルシール部の肉厚比 (上試験片のメタルシール部の肉厚/下試験片のメタルシール部の肉厚) とした。

試験片設計における評価指標としては所定荷重で上下試験片を押し付けた時のメタルシールの接触幅、平均接触圧力、および軸方向摺動距離とした。なお、周方向摺動距離は試験片形状によらず試験条件として任意に設定が可能である。

解析には 2.3.3.1 節で示したリングオンディスク型試験片の場合と同様に汎用 FEM 解析ソフト ABAQUS を用いた。解析では Table 2-1 の上段に示した 5 種類の試験片に対し、所定の荷重で上下試験片を押し付ける解析を実施し、別途実施した PJ の締結を模擬した解析結果と各評価指標を比較した。

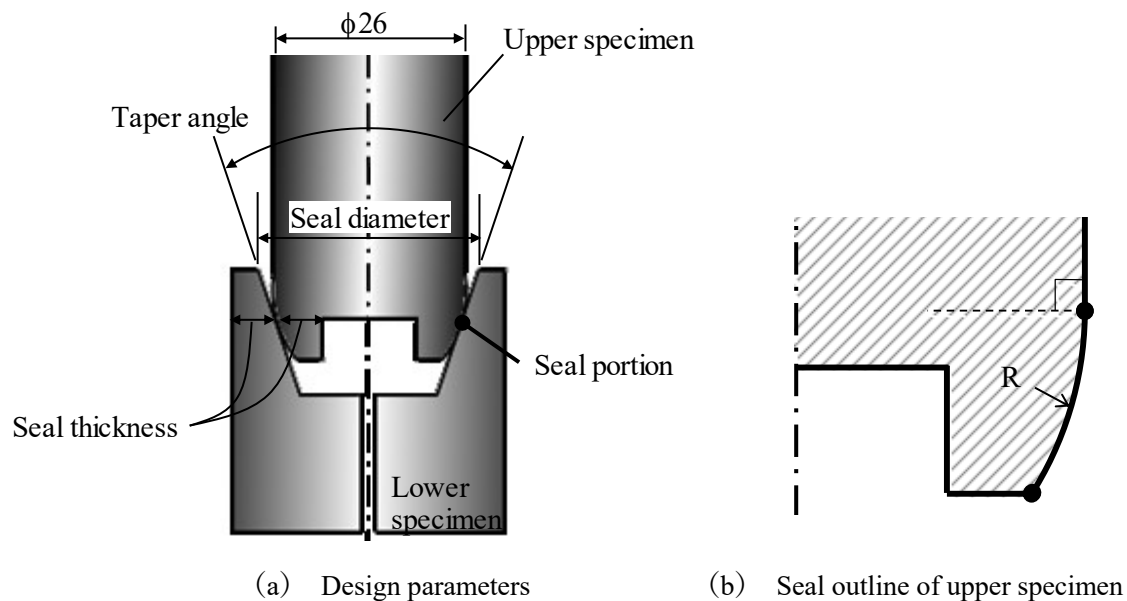


Fig. 2-9 A Schematic diagram of cup & cone type specimen

Table 2-1 Evaluated dimensions for the cup & cone type specimen and results of FEM analyses

		#1 (Adopted)	#2	#3	#4	#5	PJ
Design parameters	Seal diameter, mm	26.6	27.0	26.6	27.0	27.0	-
	Taper angle, °	6	10	6	10	6	-
	Seal thickness ratio	1.12	1.22	1.12	0.77	0.74	-
Load, kN		7.5	11	7.1	11.4	7.5	-
FEM results	Contact width, mm	2.53	2.40	2.53	1.89	1.89	2.54
	Mean contact pressure, MPa	687	652	649	862	851	629
	Axial Sliding distance, mm	1.52	0.88	1.27	1.46	1.39	1.52

PJ の締結を模擬した解析は Sugino ら [8]と同様の方法とし、2 ステップに分けて実施した。まず、PIN および BOX の有限要素メッシュはねじおよびメタルシール面が所定の干渉量分だけ重なるように作成した。次に、解析の1ステップ目において、PIN と BOX のメッシュの重なりを押し戻す静解析を実施し、ねじおよびメタルシール面が嵌め合い接触した状態を再現した。解析の2ステップ目では締結に伴うメタルシール面の軸方向の並進を模擬するため、ABAQUS の解析機能の一つである予張力導入機能を用い、ねじとメタルシール面間の特定部位を軸方向にねじ込み量分だけ延伸した。

Table 2-1 の下段に弾塑性 FEM 解析で得た結果を併記した。弾塑性 FEM 解析の結果、試験片のシール径を $\phi 26.6$ mm、下試験片のメタルシール面のテーパ角を 6° 、上下試験片のメタルシール部の肉厚比を 1.12 とした#1 の条件において、PJ とほぼ同等の各評価指標の値が得られたため、これをカップ&コーン型の試験片形状として採用した。

Fig. 2-10 に共焦点レーザー顕微鏡により測定した上下試験片のメタルシール面の断面ブ

ロファイルを示す。Fig. 2-6 で示したリングオンディスク型試験片の場合と同じく、りん酸マンガン処理を施した上試験片のメタルシール面は旋削加工の痕跡がほぼほとんど見られないランダムな形状、旋削のままとした下試験片のメタルシール面は旋削痕が規則的に並んだ形状であった。

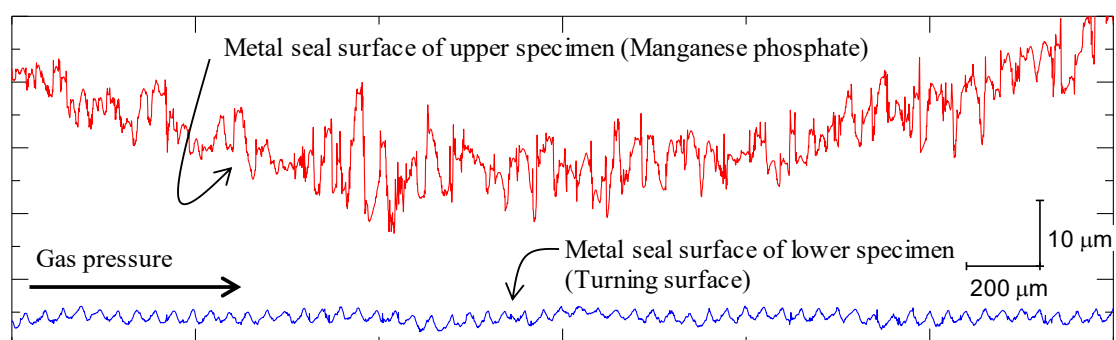


Fig. 2-10 Metal seal surface profiles of a cup & cone type specimen

2.3.4. 試験片の軸心調整機構

上下試験片の軸心に傾きやずれがありメタルシールが片当たりした場合、周方向のメタルシール接触が不均一となって弱接触部から意図しないリークが発生するため安定した密封性能の評価結果が得られない。また、摺動試験中に片当たり部で局所的な摩耗や焼付きが発生し、これがメタルシールの密封性能に影響を及ぼす可能性もある。そこで、周方向に均一なメタルシール接触を得るために試験片形状に応じた軸心調整機構を設けた。

リングオンディスク型の試験片を用いる場合には、下試験片固定治具の下部に低剛性の傾き補正治具を設置した。これにより、Fig. 2-11 に示すように上試験片の軸心が下試験片の軸心に対して相対的に傾いている場合でも、この傾き補正治具が弾性変形して上試験片の傾きに追従することによりメタルシールを均一に接触させることができる。Fig. 2-12 は上下試験片を 2.5 kN で押し付けたときのメタルシールの接触圧力分布を FUJIFILM 製のプレスケール MS を用いて測定した結果を示している。これより、傾き補正治具を設置した場合には周方向にほぼ均一なメタルシール接触が得られていることがわかる。

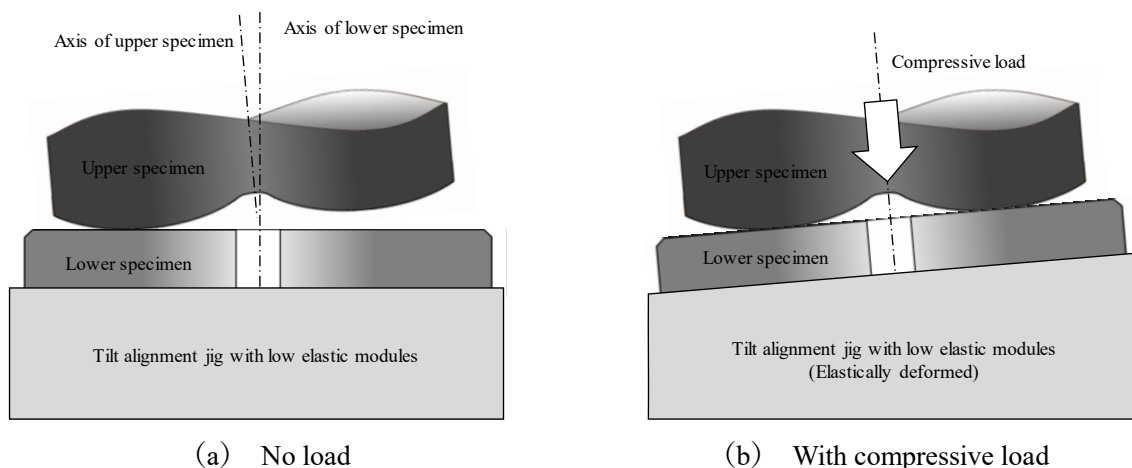


Fig. 2-11 Tilt alignment jig with low elastic modules

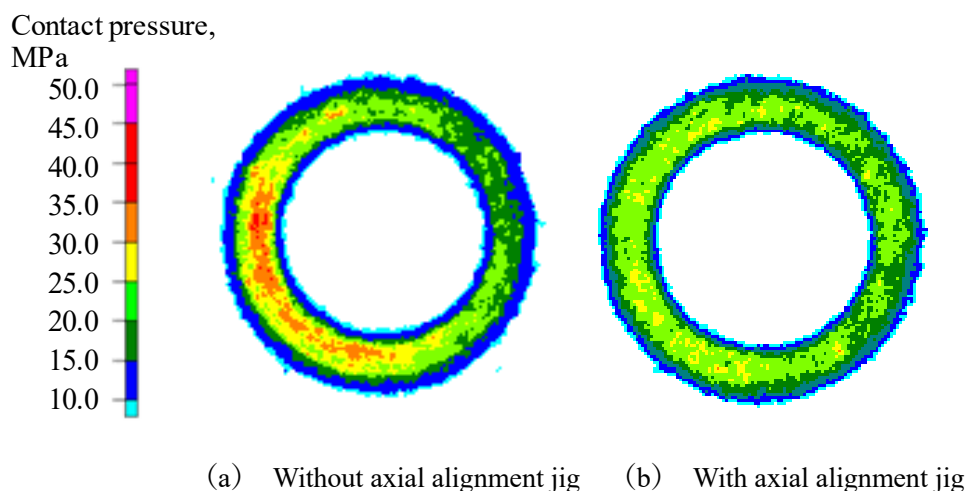


Fig. 2-12 Seal contact pressure distribution on a ring-on-disk type specimen with a 2.5 kN in seal contact load

カップ&コーン型の試験片において上下試験片をいずれも水平方向に固定した場合、回転駆動軸に取り付けた上試験片の芯振れ等により摺動部の片当たりが生じ、周方向の不均一接触や焼付きなどの問題が生じる恐れがある。そこで、Fig. 2-13 に示すようにカップ&コーン型の試験片を用いる場合には Fig. 2-11 に示した傾き補正治具に加え、下試験片に水平方向の自由度を与えるための軸心出し治具も設け、上試験片の水平方向の芯振れに下試験片を追従させた。

Fig. 2-14 に回転駆動軸に取り付けた上試験片、および軸心出し治具に取り付けた下試験片の摺動試験中の水平方向（試験機正面方向）の変位を示す。これより、摺動試験中には上試験片が 0.2 mm 程度芯振れするが、この芯振れに下試験片が追従することを確認した。

Fig. 2-15 にカップ&コーン型の試験片を 1.0 kN で押し付けた時のメタルシールの接触圧

力分布をプレスケール MS を用いて測定した結果を示す。これより、メタルシールの全周にわたってほぼ均一な接触圧力が得られていることを確認した。

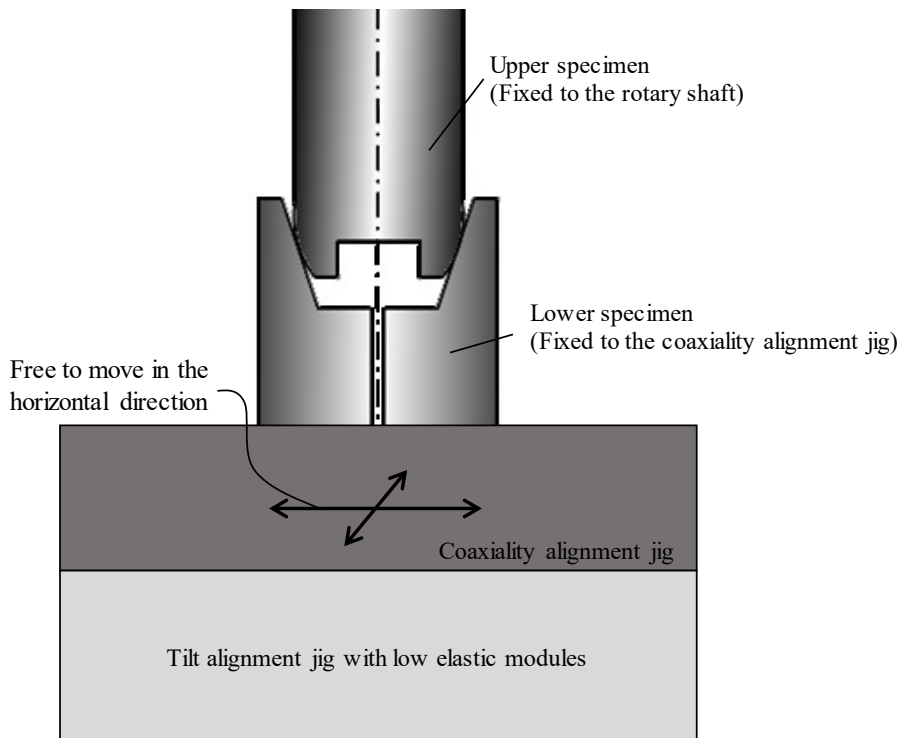


Fig. 2-13 Schematic of testing set-up for cup & cone type specimens

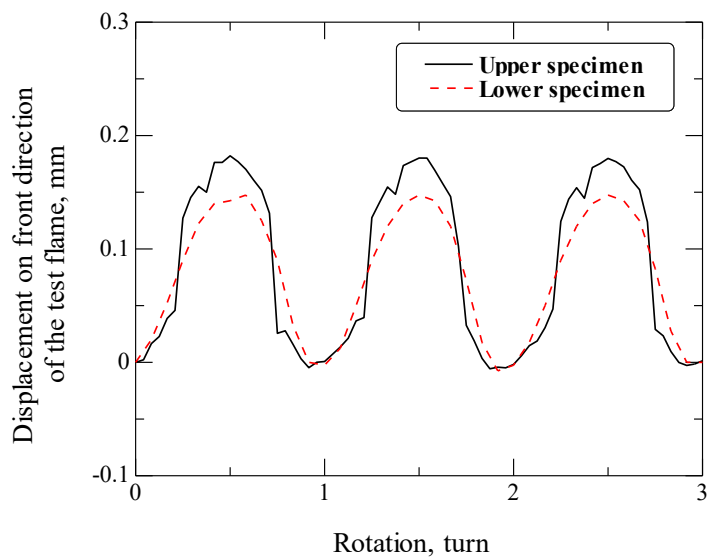


Fig. 2-14 Displacement of upper and lower specimens during helical sliding test

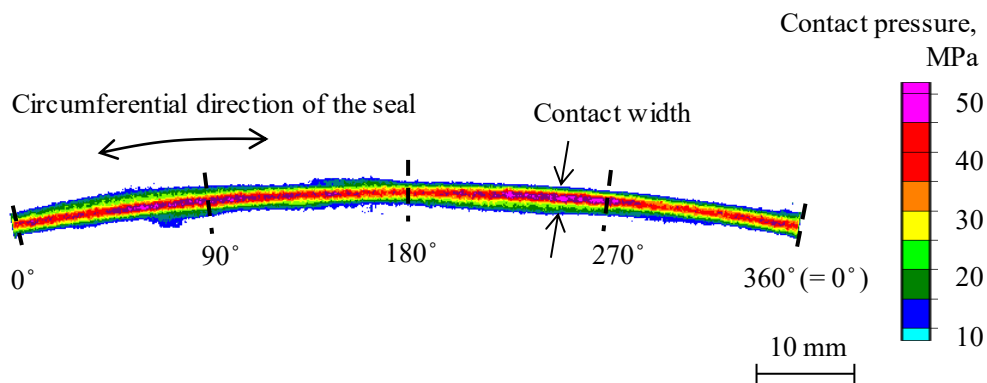


Fig. 2-15 Contact pressure distribution of the metal-to-metal seal on a cup & ball type specimen with a 1.0 kN in axial compressive load

2.3.5. 試験に用いたグリース

試験時に上下試験片のメタルシール面に塗布した2種類のグリースの外観を Fig. 2-16 に示す。一方は API 規格 [9] で規定される PJ 用の標準グリースの Grease A, 他方は同じく PJ 用の環境配慮型グリース (石油業界ではイエロードープと呼ぶ) の Grease B であり, いずれも市販品である。本節では各グリースの主な成分やその含有量などについて示し, より詳細なグリースの物性については第 5 章で示す。

各グリースの主要な成分を Table 2-2 に示す。Grease A はベースオイルが鉱物油, 増ちょう剤がリチウム石けん (12-ヒドロキシステアリン酸リチウム) であるリチウム石けん系のグリースで鉛や亜鉛, 銅といった軟質の重金属粒子およびグラファイトなどの固形成分を含む。固形成分がグリース全体に占める割合は約 66.6 mass% である。一方, Grease B はエステル系の潤滑油をベースとしたカルシウム石けん系のグリースで, 金属粒子を含まずフッ化カルシウムや炭酸カルシウム, 二酸化チタン等の硬質の無機粒子を含む。Grease B の固形成分の含有割合は約 44.4 mass% である。

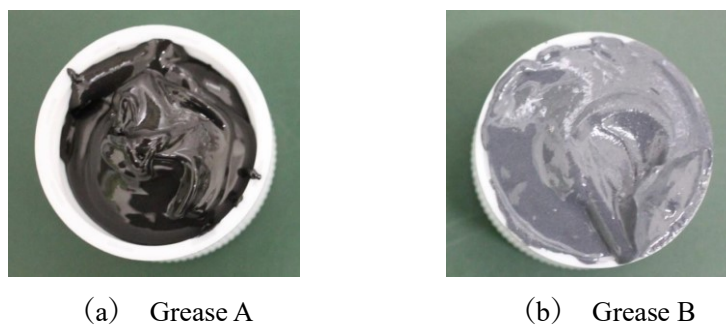


Fig. 2-16 Appearances of the grease used in this study

Table 2-2 Grease components

Grease	Thickener	Solid additive		Remark
		Mass, %	Major components	
Grease A	12-Hydroxy lithium stearate	66.60	Lead, Zink, Copper, Graphite	Specified in API
Grease B	Calcium soap	44.40	CaF ₂ , TiO ₂ , CaCO ₃	Environment friendly

それぞれのグリースから抽出した固形成分の走査電子顕微鏡 (Scanning electron microscope, SEM) 像を Fig. 2-17 に、固形成分の粒度分布を Fig. 2-18 にそれぞれ示す。Grease A に含まれている固形成分の約 90 mass%は粒度が 63 μm 以下であった。一方、Grease B には粒度 63 μm 以上の固形成分が 50 mass%以上、粒度 150 μm 以上の固形成分が 30 mass%以上含まれていた。以上より、Grease A には比較的粒度が小さい軟質の重金属粒子が、Grease B には粒度が大きい硬質の無機粒子が含有されていると言える。

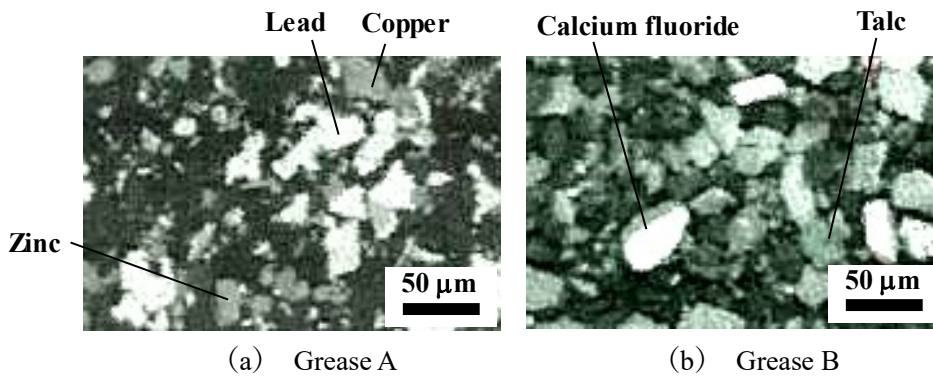


Fig. 2-17 SEM observation images of the grease solid components

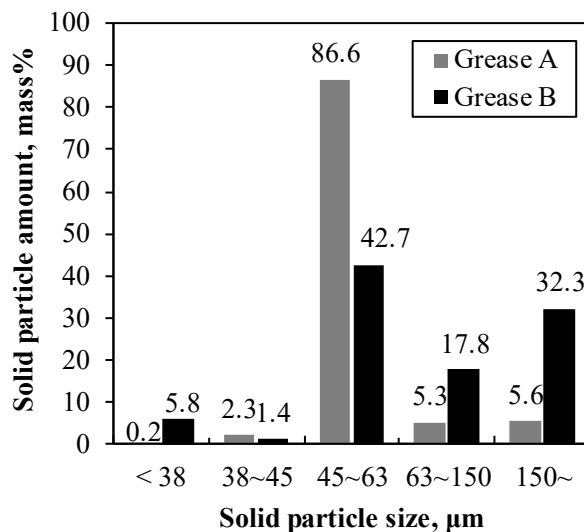
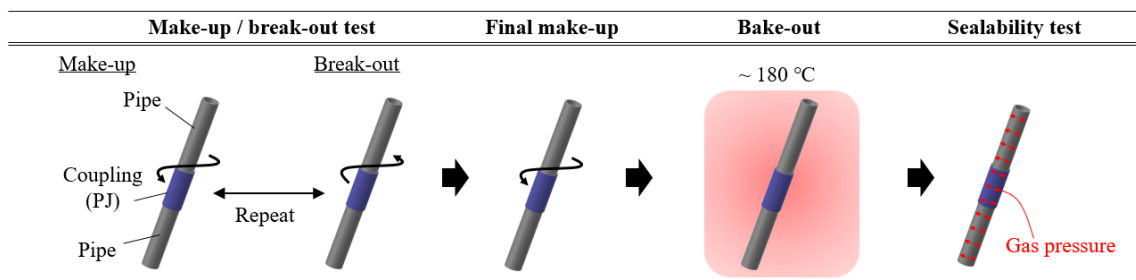


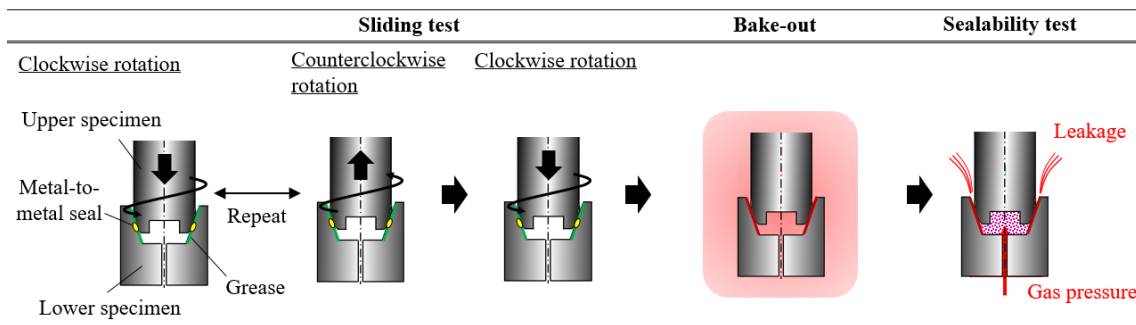
Fig. 2-18 Diameter distribution of solid particles contained in grease

2.4. 試験要領

試験では Fig. 2-19 (a) に示した API 5C5 [1] や ISO13679 [2] やなどの規格で規定される PJ の試験手順を模擬し、Fig. 2-19 (b) に示すように一組の試験片に対し、摺動試験、ベーキング処理、密封試験などを順に連続して実施した。また、メタルシール面の摺動やベーキングの有無などが密封性能に及ぼす影響を評価するため、一部手順を省略した条件での試験も実施した。本節では各試験の要領について示す。



(a) Typical test procedure for PJs



(b) Typical test procedure in this study

Fig. 2-19 Test procedure comparison between PJs and specimens in this study

2.4.1. 摺動試験

2.4.1.1. 回転摺動試験

リングオンディスク型の試験片でメタルシールを摺動させる際には、上試験片を下試験片に押し付けながら摺動させる回転摺動試験を実施した。摺動条件は 9-5/8” 53.5# と表記される公称外径 $\phi 244.48$ mm、公称肉厚 13.84 mm の油井管用の PJ の締結時におけるメタルシール面の摺動を想定して決定した。PJ のメタルシール干渉量は試験規格で規定される密封試験サンプルと同じく公差最小値、すなわちメタルシールの接触力が最低となる条件を想定し、PJ は 2 回転/分で締結されると仮定した。

回転摺動試験は軸力および回転角制御にて実施した。試験機の軸力制御方法の都合上、試験はメタルシール面全面にグリースを塗布した上下試験片を 1.0 kN で単純に押し付け、あらかじめ軸力を負荷した状態から試験を開始した。

締結解体 (Make-up & break-out, MB) 試験を模擬した MB 回転摺動試験では、まず締結の進行に従って接触力が増加する PJ のメタルシールを模擬し、Fig. 2-20 (a) に示すように上下試験片を 1.0 kN で押し付けた状態から、上試験片を 40.0 回転/分で 6 回正転させつつ押付力を線形に 60.0 kN まで増加させた。その後、10.0 秒間保持した後、解体時のメタルシール摺動を模擬し、同じく 40.0 回転/分で 6 回反転させながら押付力を 1.0 kN まで除荷した。この時、メタルシールの摺動速度 v は 25.1 mm/s、1 回の正転または反転摺動における摺動距離は 226.1 mm、正転摺動完了時のメタルシールの周方向単位長さ当たりのシール接触力は 1592.4 N/mm である。また、押付力によるメタルシールの接触圧力分布の違いは Fig. 2-7 に示した通りであり、弾塑性 FEM 解析により求めた押付力 60 kN の時の平均接触圧力は 745.0 MPa であった。

1 回の MB 摺動試験が完了するたびに、上下試験片のメタルシール面をいったん引き離して脱脂洗浄し、グリースを再塗布した。

締結完了 (Final Make-up, FMU) を模擬した FMU 回転摺動試験では、Fig. 2-20 (b) に示すように上下試験片を 1.0 N で押し付けた状態から、上試験片を 40.0 回転/分で 6 回正転させつつ押付力を線形に 60.0 kN まで増加させ、この押付力を保持した状態で試験完了とした。

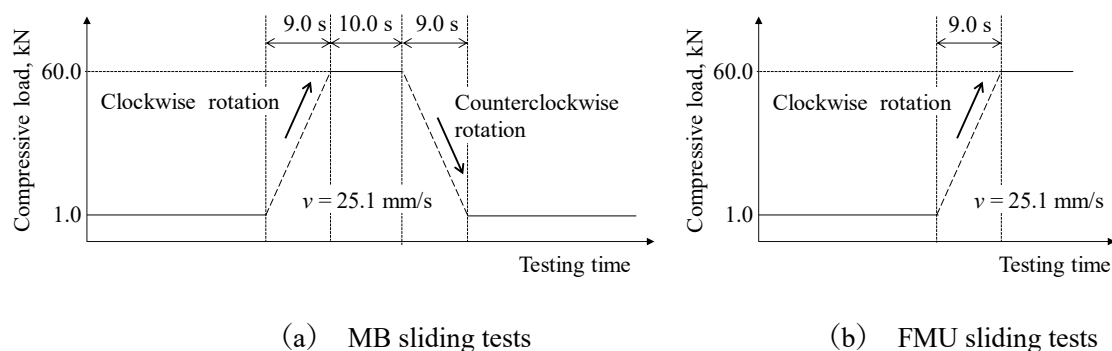


Fig. 2-20 Load diagram at rotary sliding tests with ring-on-disk type specimens

2.4.1.2. らせん摺動試験

カップ&コーン型の試験片でメタルシールを摺動させる際には、上試験片を下試験片に押し込みながら摺動させるらせん摺動試験を実施した。摺動条件は回転摺動試験の場合と同様に PJ のメタルシール面の摺動を想定して決定した。

らせん摺動試験はストロークおよび回転角制御で実施し、メタルシール面が回転しながら接触を開始する PJ を模擬してメタルシール面にグリースを塗布した上下試験片を軸方向に所定の距離離間させた状態から試験を開始した。

MB 試験を模擬した MB らせん摺動試験では、まず締結時の PJ のメタルシール摺動を模擬し、Fig. 2-21 (a) に示すように上試験片を 18.3 回転/分 (摺動速度 $v=24.7$ mm/s) で正転

させながら、ストローク速度 0.17 mm/s で押付力が 7.5 kN に達するまで下試験片に押し込んだ。この時、周方向の摺動距離は 214 mm、軸方向の摺動距離は 1.52 mm、弾塑性 FEM 解析により得た平均接触圧力は 687 MPa である。7.5 kN で押付けた状態を 10 s 間保持した後、解体時の摺動を模擬して上試験片を 18.3 回転/分で反転させながらストローク速度 0.17 mm/s で上下試験片が完全に離れるまで引き抜いた。MB しゅう動試験終了後は上下試験片のメタルシール面を脱脂洗浄し、グリースを再塗布した。

FMU を模擬した FMU らせん摺動試験では、Fig. 2-21 (b) に示すように MB 摺動試験と同条件で上試験片を正転摺動させながら下試験片に押し込み、上下試験片を 7.5 kN で押し付けた状態で試験を完了した。

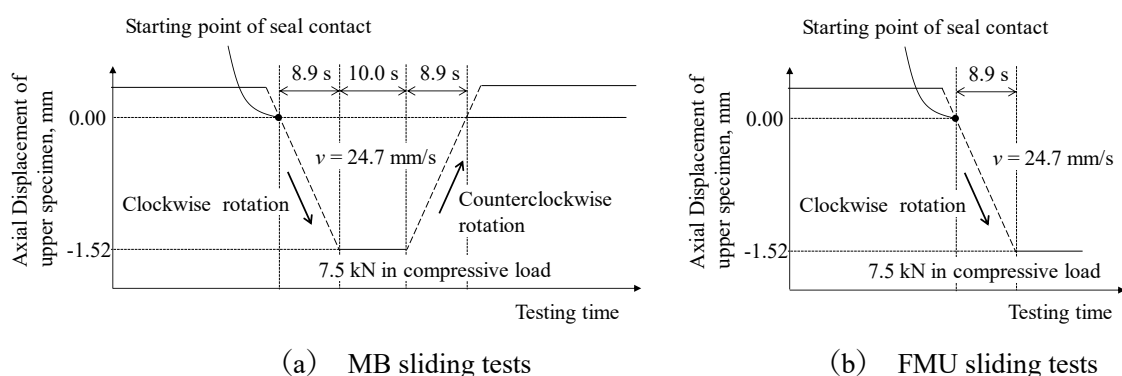


Fig. 2-21 Load diagrams at helical sliding tests with cup & cone type specimens

Fig. 2-22 に弾塑性 FEM 解析で得たカップ&コーン型試験片を単純に押し付けたときのシール接触状態と押付力の関係を示す。これより、押付力の増加に伴って接触幅や平均接触圧力、最大接触圧力が非線形に増加することがわかる。

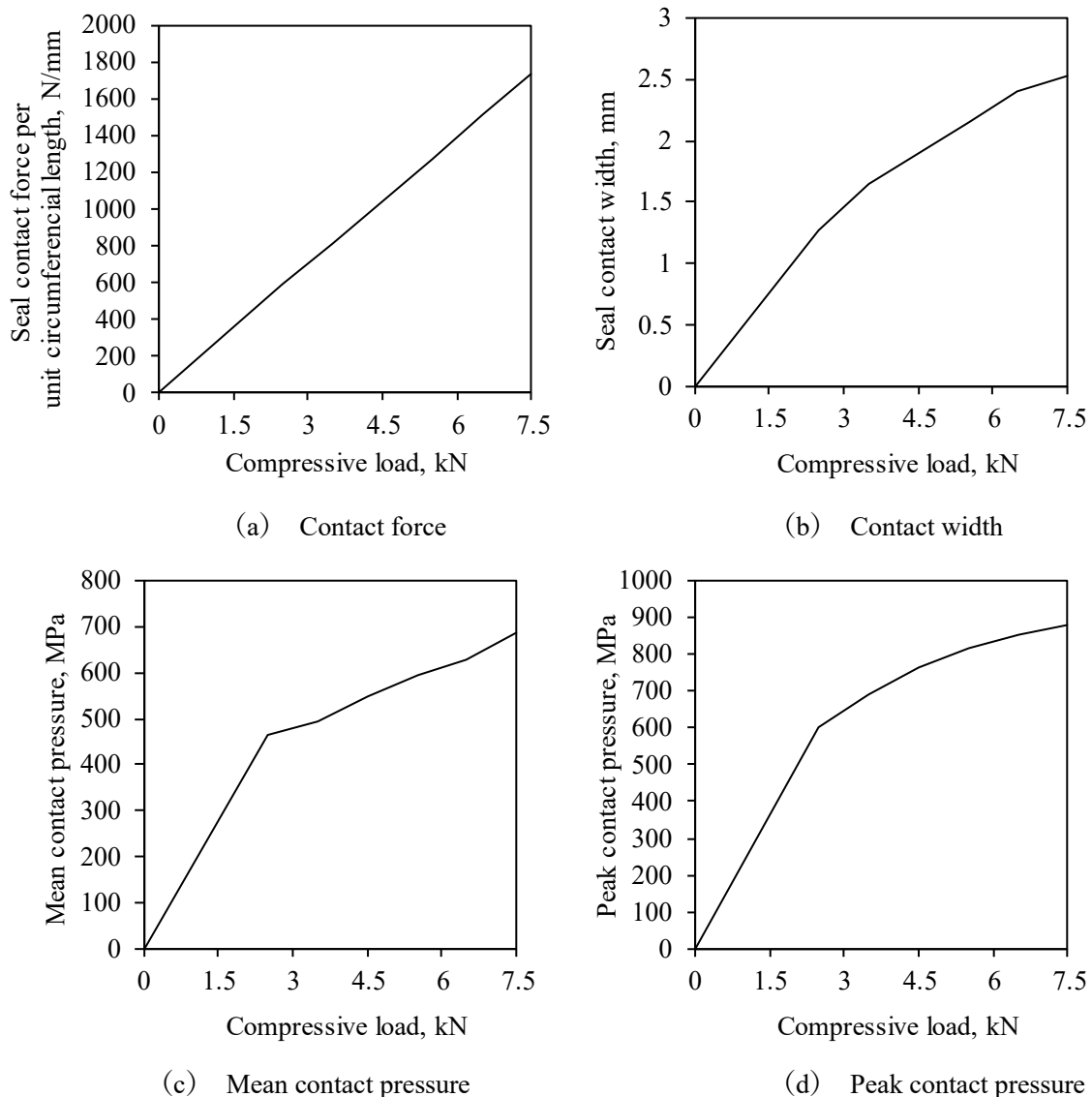


Fig. 2-22 Relationships between seal contact conditions and compressive load of a cup & cone type specimen obtained by FEM analyses

2.4.2. ベーキング処理

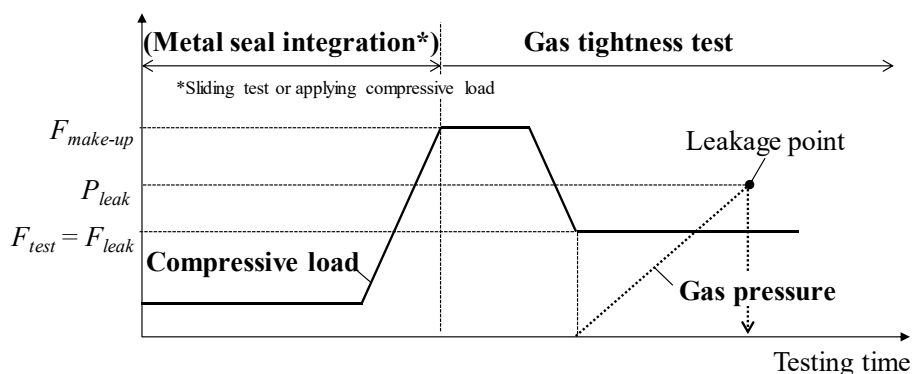
ベーキング処理は試験評価部に設置した恒温槽式の加熱装置により実施した。本加熱装置は恒温槽部分の中心が試験評価部にほぼ一致するように設計されており、熱風を槽内に循環させることにより槽内を昇温する。炉内温度は定常状態では ± 1.5 °C以内の精度で制御することができる。外気温の変化が恒温槽内温度に影響することを避けるため、試験室温度は20~25 °Cの範囲に制御した。

ベーキング処理は試験片のメタルシール面同士を所定の荷重で押付けてメタルシールを形成した状態から開始し、ベーキング処理が完了するまでこの押付荷重を保持した。ベーキ

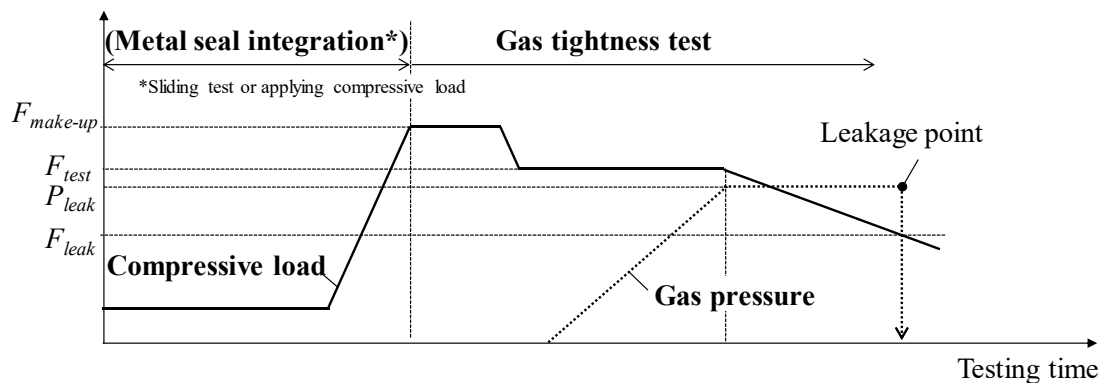
ング処理条件はPJの試験規格 [1][2]に従い、温度は180 °C、加熱時間は試験評価部の温度が180 °Cに達した時点から12時間とした。12時間経過後は試験評価部に恒温槽を設置したままの状態での炉内の熱風の循環を停止し室温まで炉冷した。

2.4.3. 密封試験

本研究では2種類の試験方法を使い分けて密封試験を実施した。すなわち、Fig. 2-23 (a)に示した上下試験片のみかけの押付力を一定に保ったままガス圧を段階的に昇圧する方法と、Fig. 2-23 (b)に示した上下試験片を押し付けた後に一定のガス圧を負荷し、このガス圧を保持したまま押付力を漸減させる方法である。以後、前者を昇圧密封試験、後者を定圧密封試験と呼ぶこととする。また、密封試験の前には試験片の摺動押し付けや単純押し付けによりメタルシールを形成したが、メタルシール形成完了時点での押付力を締結時押付力 $F_{make-up}$ 、ガスの昇圧を開始した時点での押付力を試験押付力 F_{test} 、リークが発生した時の押付力をリーク時押付力 F_{leak} 、リークが発生した時の負荷ガス圧をリーク発生圧力 P_{leak} と呼ぶこととする。



(a) Pressure rising gas tightness test



(b) Constant pressure gas tightness test

Fig. 2-23 Load diagrams at gas tightness tests

昇圧密封試験は試験時間が短いという利点があるが、評価対象の試験条件におけるおおよそのリーク発生圧力の目星がつかない場合は試験条件の設定が難しい。一方、定圧密封試験は最終的に試験片の押付力がゼロとなるため必ずリークが発生することに加え、一定ガス圧を保持する試験であるので、狙いの圧力でリークを発生させることができる利点がある。しかしながら、昇圧密封試験の約2倍の試験時間を要する。

Fig. 2-24 にリングオンディスク型の試験片に Grease A を塗布して実施した2種類の密封試験結果を示す。昇圧密封試験ではまず上下試験片を PJ の締結完了時のメタルシール接触力に相当する $F_{make-up} = 60.0$ kN で押し付けた後、所定の F_{test} まで除荷した。その後、この F_{test} を保持したままリークが発生するまでガス圧を 4 MPa/18 s で段階的に昇圧した。定圧密封試験においても、まず $F_{make-up} = 60.0$ kN で試験片同士を押し付けた後にガス圧を所定の値まで昇圧し、このガス圧を保持した状態で押付力を 0.025 kN/s の速度で除荷した。この押付力の除荷速度は、メタルシールの接触力の変化速度を昇圧密封試験に揃えるという考え方で決定した。密封試験前にメタルシールを摺動させる場合には、2.4.1.1 節で示した要領で実施した。その結果、密封試験前の摺動試験の実施の有無によらず、密封試験方法の違いがリーク発生圧力に及ぼす影響はほとんど見られなかった。そこで、本研究では密封試験方法の違いによる密封試験結果への影響は無視できると判断し、試験の都合に応じて2つの試験方法を使い分けることとした。

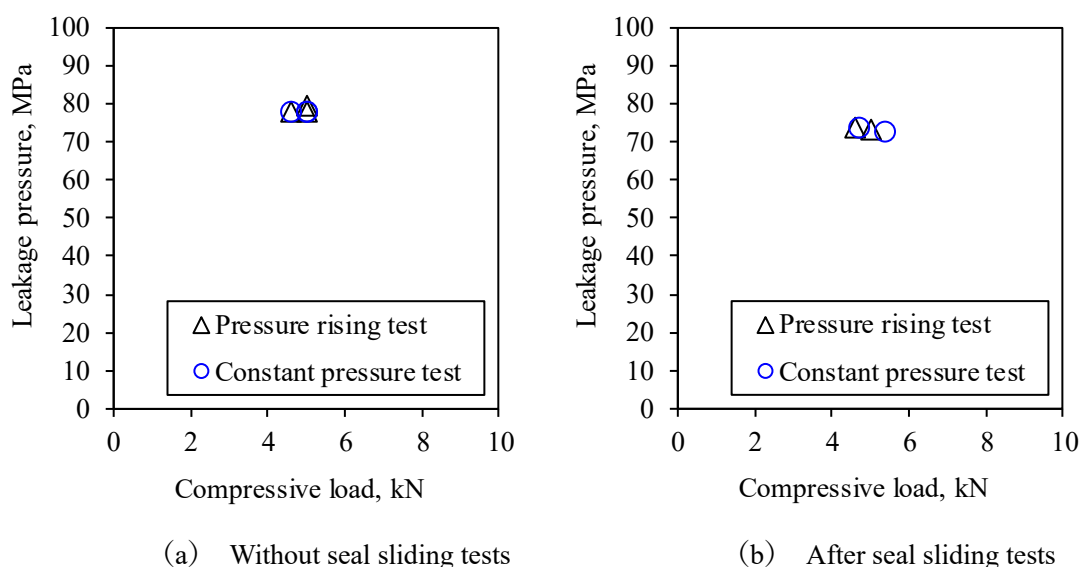


Fig. 2-24 Impact of the way of gas tightness tests on the leakage pressure

2.5. まとめ

本章では PJ のメタルシールの接触状態や使用環境をラボにてより良く再現するために開発した基礎試験手法について述べ、本研究で用いたシール性能基礎試験機、試験片、グリース、および各種試験要領について示した。

シール性能基礎試験機に関しては主な構造について示し、本試験機におけるリークの検出方法やリーク判定の閾値について述べた。試験片に関しては、本研究で用いた 2 種類の試験片についてその詳細形状や設計思想について述べた。

また、弾塑性 FEM 解析により評価した試験片同士を所定荷重で押し付けたときのメタルシールの接触状態を示した。さらに、周方向に均一なメタルシール接触を得るために設けた上下試験片の軸心調整機構とその効果についても示した。グリースに関しては本研究で用いた API 規格で規定される PJ 用の標準グリースである Grease A と、環境配慮型グリースである Grease B について、その主な成分の違いを示した。

試験要領については、摺動試験、ベーキング処理、および密封試験における試験片押付力やガス圧の負荷要領をそれぞれ示した。

参考文献

- [1] API RP 5C5, Procedures for Testing Casing and Tubing Connections, 2017.
- [2] ISO13679, Petroleum and natural gas industries — Procedures for testing casing and tubing connections, 2002.
- [3] K. Adamson, G. Birch, E. Gao, S. Hand, C. Macdonald and C. MACK, High-pressure, high-temperature well construction, vol. 10, *Oilfield Review*, 1998, pp. 36-49.
- [4] R. Di Primio and V. Neumann, HPHT reservoir evolution: a case study from Jade and Judy fields, Central Graben, UK North Sea, vol. 97, *International Journal of Earth Sciences*, 2008, pp. 1101-1114.
- [5] 長縄, 最新の坑井掘削技術 (その 3), *石油開発時報*, 2006, pp. 3-11.
- [6] API specification 5CT, Specification for Casing and Tubing, 2018.
- [7] ASME Section VIII, Rules for Construction of Pressure Vessels, 2015, pp. Div2 Annex 3-D.
- [8] M. Sugino, S. Yamaguchi, S. Ugai, T. Hamamoto, K. Nakamura, VAM21, an innovative High-performance Premium Threaded Connection for OCTG, *NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL TECHNICAL REPORT*, 2015, pp. 10-17.
- [9] API RP 5A3, Recommended Practice on Thread Compounds for Casing, Tubing, Line Pipe, and Drill Stem Elements, 2009.

3. メタルシールの密封性能評価

3.1. 本章の目的

本章では第 2 章で示した基礎試験手法を用い、メタルシールを構成する各因子が密封性能に及ぼす影響を定量的に評価することを目的とした。

まず、先行研究と同様に試験片のメタルシール面同士を単純に押しつけてメタルシールを形成した後に密封試験を行い、本試験機にて先行研究とほぼ同様の試験ができることを確認した。次に、先行研究では十分考慮されていなかった因子であるメタルシール面の摺動や塗布する潤滑剤の種類、試験温度の違いが密封性能に及ぼす影響を評価した。また、得られた基礎試験結果から決定したメタルシールの密封基準を示した。

3.2. 単純押し付け後密封試験

3.2.1. 単純押し付け後密封試験の試験要領

単純押し付け後密封試験では、先行研究と同じくメタルシール面を摺動させずに試験片同士を単純に押しつけてメタルシールを形成した後、ガス圧を負荷して密封性能を評価した。

本試験は第 2 章で示した負荷要領のうち、上下試験片の押付力を一定に保ったままガス圧を段階的に昇圧する昇圧密封試験にて実施した。押付力とガス圧の負荷要領を Fig. 3-1 に示す。まず、上下試験片のメタルシール面同士を 1.0 kN で押し付けた状態から所定の試験押付力 F_{test} まで押付力を増加した。次にこの F_{test} を保持したままリークは発生するまでガス圧を昇圧し、リーク発生直前のガス圧をリーク発生圧力 P_{leak} として記録した。試験は 1 セットの同じ試験片に対し、 $F_{test}=2.5$ kN, 5.0 kN, 10.0 kN, …と試験押付力 F_{test} を増加させ、それぞれの押付力について前述の昇圧密封試験を実施した。ガス圧は 4 MPa 昇圧して 18 秒間キープする動作を繰り返し、階段状に昇圧した。

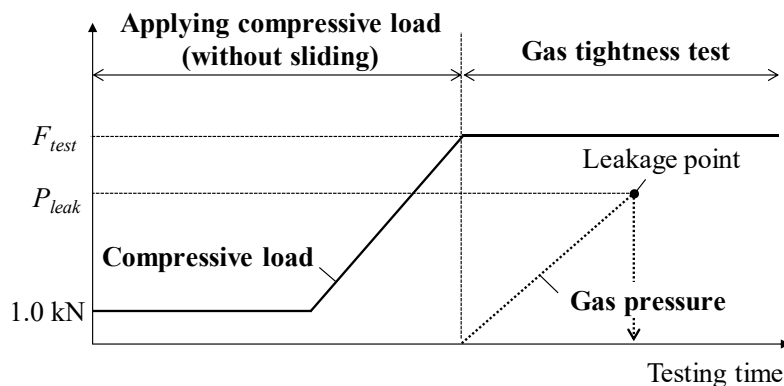


Fig. 3-1 Load diagram of pressure rising gas tightness tests without metal seal sliding

3.2.2. 単純押し付け後密封試験の結果

単純押し付け後密封試験で得られたリーク発生圧力 P_{leak} と試験押付力 F_{test} の関係を Fig. 3-2 に示す。Fig. 3-2 には第 2 章で示した FEM 解析による結果も併記した。本試験ではガス圧の昇圧に伴ってメタルシールの接触力が低下するが、図中の黒実線は FEM 解析で得られたメタルシール接触力が 0 となるときのガス圧を示している。

グリースを塗布せずに試験した場合、試験押付力 F_{test} を最大 95.0 kN まで増加してもガス圧の負荷と同時にスローリークが発生した。これに対し、グリースを塗布して試験を実施した場合は、 $F_{test}=2.5$ kN としてもガス密封性能を有し、リーク状況は一瞬でガス圧が低下する瞬間リークであった。第 1 章で示した先行研究の結果 [1] [2] [3] と同様に、いずれのグリースを塗布した場合でもリーク発生圧力 P_{gas} は試験押付力 F_{test} にほぼ比例して上昇する傾向がみられた。

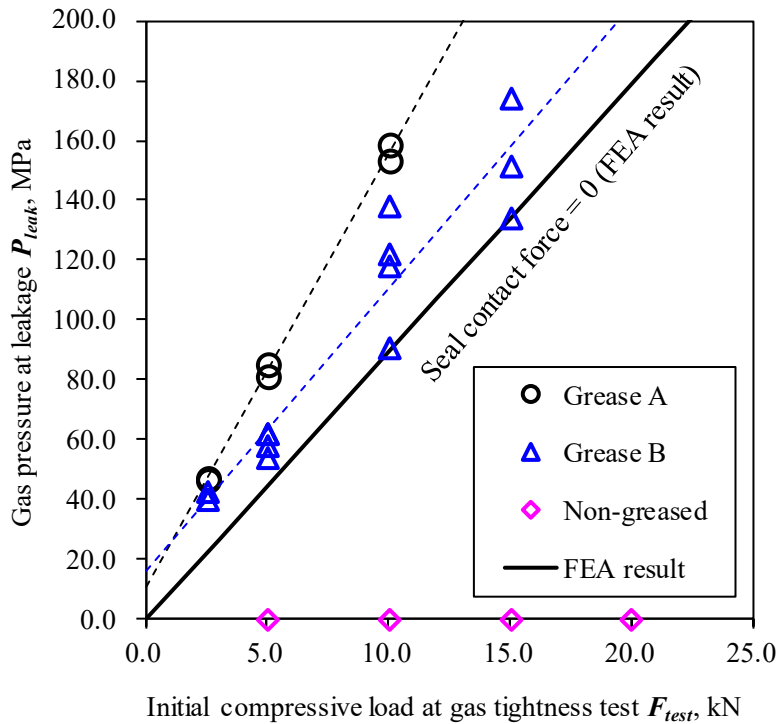


Fig. 3-2 Relationship between P_{leak} and F_{test} obtained at pressure rising gas tightness tests without metal seal sliding [4] (一部改変)

3.2.3. メタルシールにおけるグリースの基本的な作用

グリースを塗布せずに単純押し付け後密封試験を実施した場合は、試験押付力 F_{test} を最大 95.0 kN まで増加してもガス圧を負荷した瞬間にリークが発生した。今回上試験片に施したりん酸マンガ処理で得られる結晶はモース硬度で 5 [5]、ビッカース硬さで HV500 程度

[6]と試験片に用いた鋼と比較して硬く、また、Fig. 2-5 および Fig. 2-6 に示したように上下試験片のメタルシール面には多数のマイクロな凹凸が存在する。そのため、このメタルシール面間の空隙は単純に押し付けただけでは完全には埋まらず、リークパスになったと考えられる。

一方、グリースを塗布した場合は比較的低い押付力でもガス密封性能を有したことから、メタルシール面間の空隙を埋めるグリースにより密封性能が発揮されたと言える。

グリースを塗布した場合の試験結果のほとんどはFEM解析で得られたメタルシール接触力が0となる境界よりも高圧側にプロットされているが、これはメタルシール面間の距離がある程度離れてもグリースがあれば密封性能が維持される可能性を示唆している。あるいは、グリースが存在することでメタルシール面におけるガス圧の作用範囲の縮小や作用圧力の低減(圧力損失)が生じた可能性がある。すなわち、本報で実施したFEM解析では、グリースの存在を無視しメタルシールの接触部以外には負荷ガス圧に相当する分布荷重を負荷したが、このFEM解析モデルではガス圧の昇圧に伴うメタルシール接触力の低下を過大に見積もっている可能性がある。

3.2.4. 試験後のメタルシール面の観察結果

Fig. 3-3 に光学顕微鏡による密封試験後のメタルシール面の観察結果を示す。Grease A を塗布した試験片およびグリースを塗布しなかった試験片のメタルシール面には目立った疵は見られないのに対し、硬質粒子を含有する Grease B を塗布した下試験片のメタルシール面には島状に点在する凹みが見られた。また、Grease B を塗布した上試験片のメタルシール面には長さ 1.5 mm、深さ 6 μm 程度の擦過疵が見られた。この擦過疵はメタルシール面間に挟まった硬質粒子が高圧ガスのリーク発生時に吹き飛んだ際にメタルシール面を疵付けてできたと考えられる。本試験では同じ試験片を用いて密封試験を繰り返したため、特に試験後半で実施した試験押付力 F_{test} が大きい条件においては、この擦過疵の大きさの違いによりリーク発生圧力にばらつきが生じたと考えられる。

リーク発生圧力は Grease A の方が Grease B よりも高い傾向がみられた。この要因の一つとして第 2 章で示した含有固形成分の種類や粒度の違いが考えられる。鉛などの軟質金属粒子を大量に含む Grease A では、これらの粒子がメタルシール面間で押しつぶされて隙間を塞ぐ効果があると考えられるが、Grease A より粒度が大きく硬質の固形成分を含む Grease B では、粗大な粒子や粒子の凝集などがあるとメタルシール面間のすき間を広げてしまう可能性があると考えられる。また粒子の凝集の程度の違いが Grease B のリーク発生圧力のばらつきにも影響したと考えられる。実際に試験後の下試験片のメタルシール面でみられた前述の島状の凹みは凝集した硬質粒子の痕跡であると考えられる。

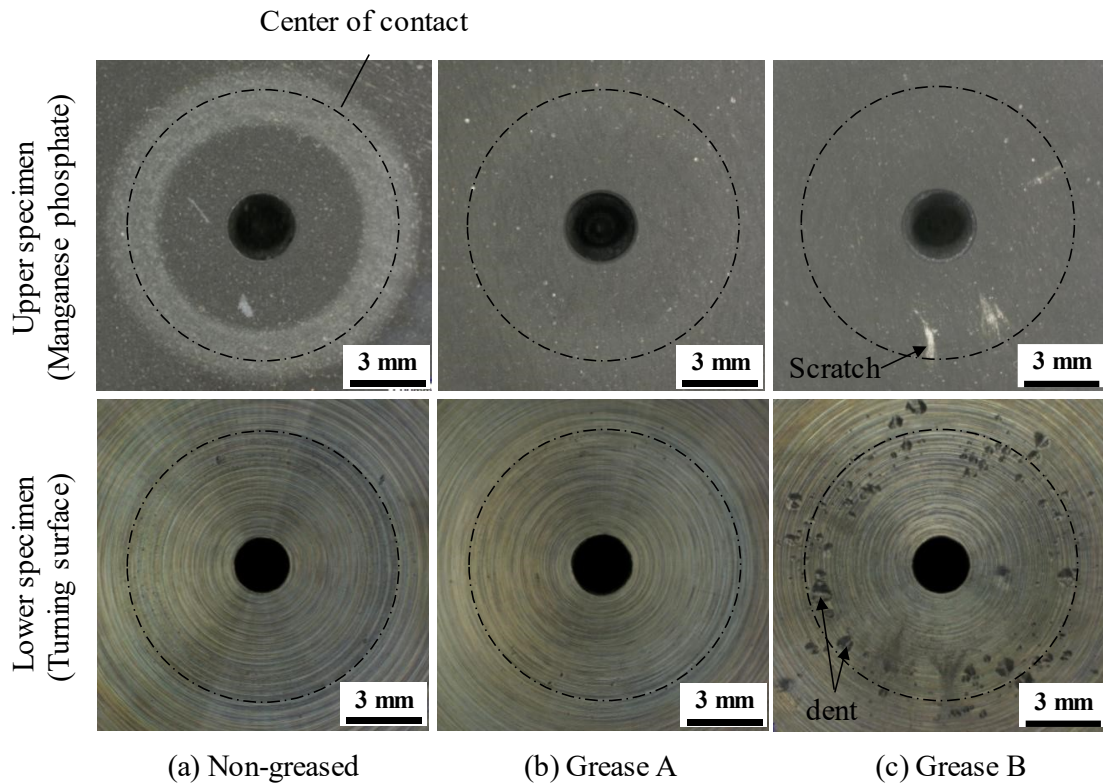


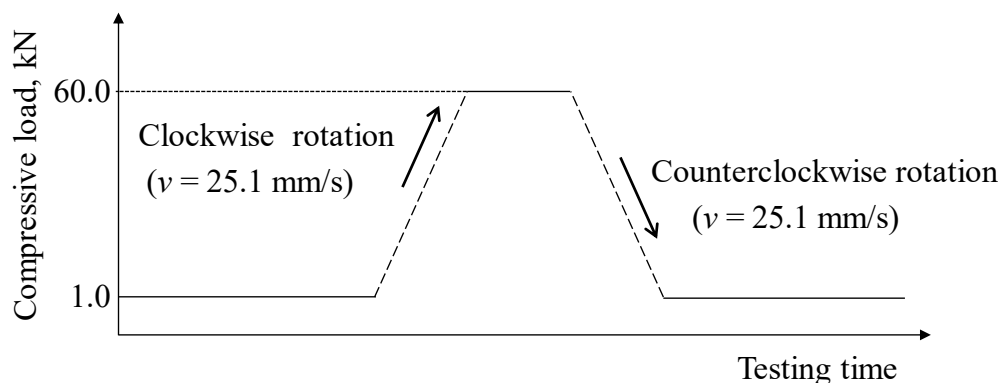
Fig. 3-3 Optical microscopic images of seal surfaces after pressure rising gas tightness tests without metal seal sliding [4] (一部改変)

3.3. 回転摺動試験によるメタルシール面摺動が密封性能に及ぼす影響の評価

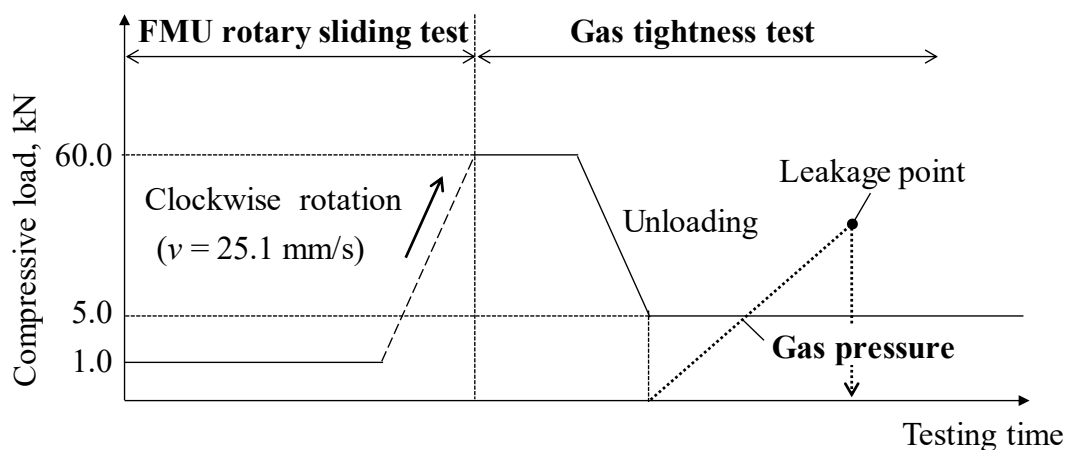
3.3.1. 回転摺動試験後密封試験の要領

本節ではPJの締結/解体 (Make-up & break-out, MB) 時のメタルシール面摺動を模擬した回転摺動後密封試験を実施し、摺動によるメタルシール面の性状やマイクロな接触状態の変化が密封性能に及ぼす影響を評価した。

試験要領を Fig. 3-4 に示す。回転摺動試験の条件は前章で示した通り、9-5/8" 53.5#と表記されるサイズの油井管用のPJを2回転/分でMBすることを想定した条件とした。試験ではまずMB回転摺動試験を2回繰り返した後に締結完了 (Final Make-up, FMU) を模擬したFMU回転摺動試験を実施し、試験片の押し付け力を締結時押し付け力 $F_{make-up} = 60.0 \text{ kN}$ とした。次いでメタルシールの接触力の低下を模擬し、試験片の押し付け力を試験押し付け力 $F_{test} = 5.0 \text{ kN}$ まで除荷した。そしてこの試験押し付け力を保持したまま、リークが発生するまで高压ガスを昇圧した。



(a) MB rotary sliding tests



(b) FMU rotary sliding test and gas tightness test

Fig. 3-4 Load diagram of pressure rising gas tightness tests after rotary sliding

3.3.2. 回転摺動試験後密封試験の結果

回転摺動試験後密封試験の結果を Fig. 3-5 に示す。同図には比較のため Fig. 3-2 に示した単純押し付け後密封試験の結果のうち、本試験と同じく試験押付力を $F_{test} = 5.0$ kN として得た結果も併記した。

密封試験前のメタルシール面の回転摺動試験の実施有無によるリーク発生圧力を比較すると、Grease A ではほぼ密封性能に変化がなかったのに対し、Grease B では回転摺動により明らかにリーク発生圧力が向上した。

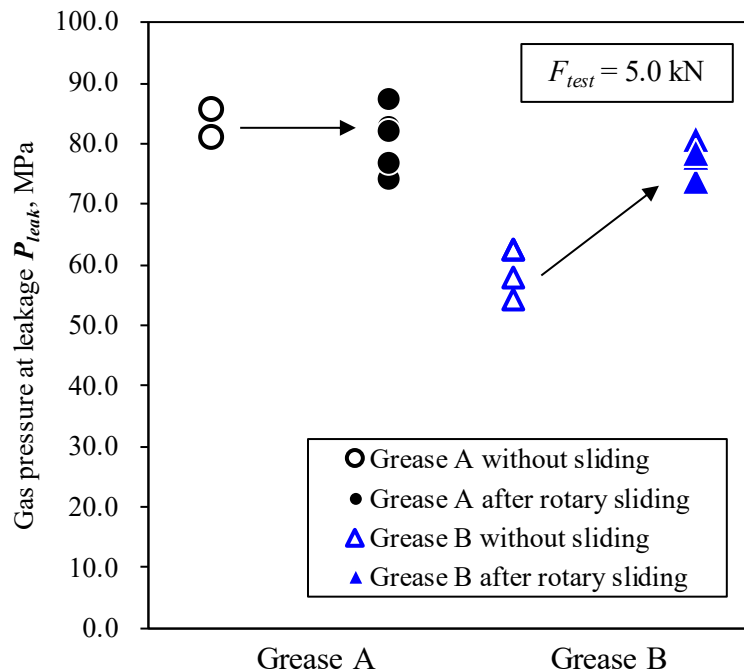


Fig. 3-5 Changes in the gas pressure at leakage by rotary sliding [4] (一部改変)

3.3.3. 回転摺動によるメタルシール面の粗さの変化

光学顕微鏡により観察した試験後試験片のメタルシール面の写真を Fig. 3-6 に、共焦点レーザー顕微鏡により測定したメタルシール接触部の半径方向の断面プロファイルを図. 3-7 に示す。また、基準長さを 1.5 mm として測定した接触中心の近傍の算術平均粗さ Ra を Fig. 3-8 に示す。

Grease A を用いた場合はグリース成分の固着によるメタルシール接触部の変色は見られたものの、摺動による目立った損傷は見られなかった。また、メタルシール接触部の粗さは試験前の約 1/3 に減少した。一方、Grease B を用いた場合は摺動部に幅数百 μm の同心円状の溝が複数形成され、その端部が隆起していることが分かった。これにより、下試験片のメタルシール接触部の表面粗さは試験前の 2 倍以上に増加した。

Fig. 3-9 には接触中心近傍の試験片のメタルシール面の拡大写真を示した。Grease A を塗布した試験片では、摺動後も下試験片のメタルシール面の旋削痕が残存していたのに対し、Grease B を塗布した試験片では、下試験片のメタルシール面の旋削痕がほぼすべて摩滅していた。

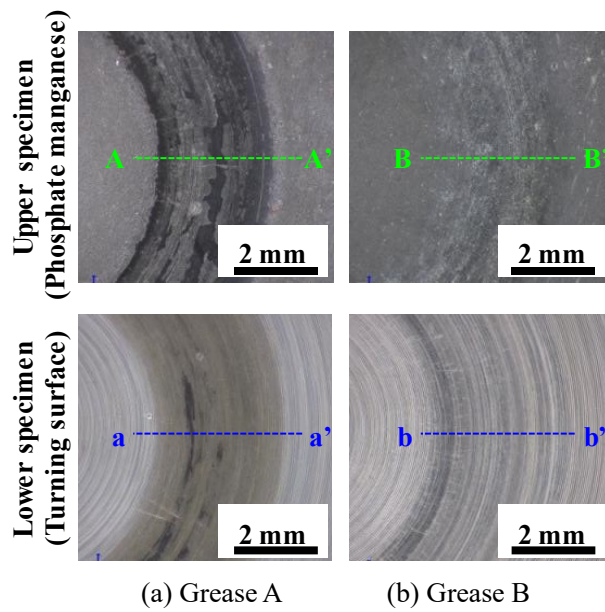


Fig. 3-6 Optical microscopic images of metal seal surfaces after rotary sliding [4] (一部改変)

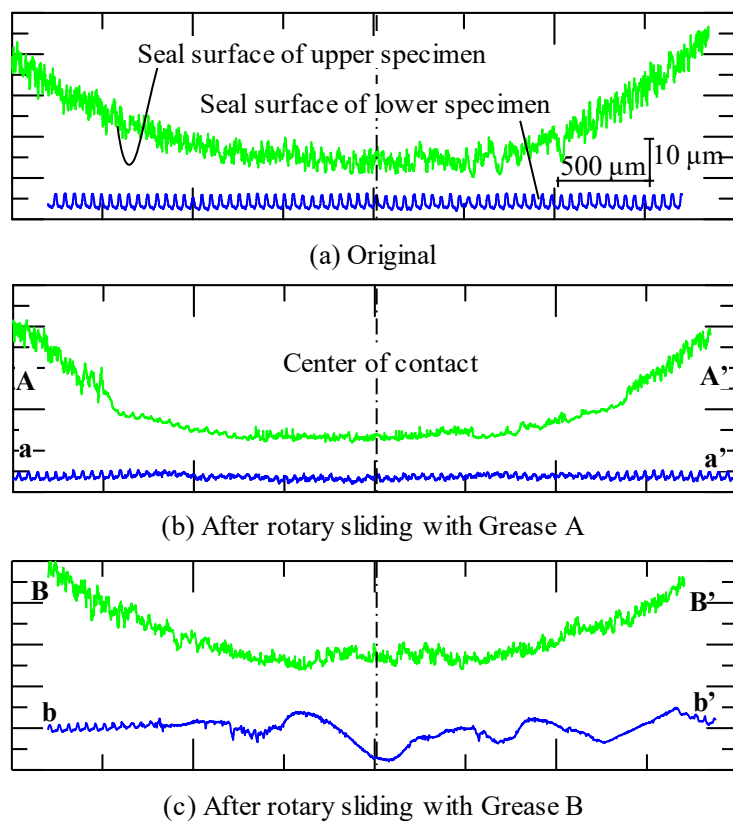


Fig. 3-7 Metal seal surface profiles obtained by a laser microscope [4] (一部改変)

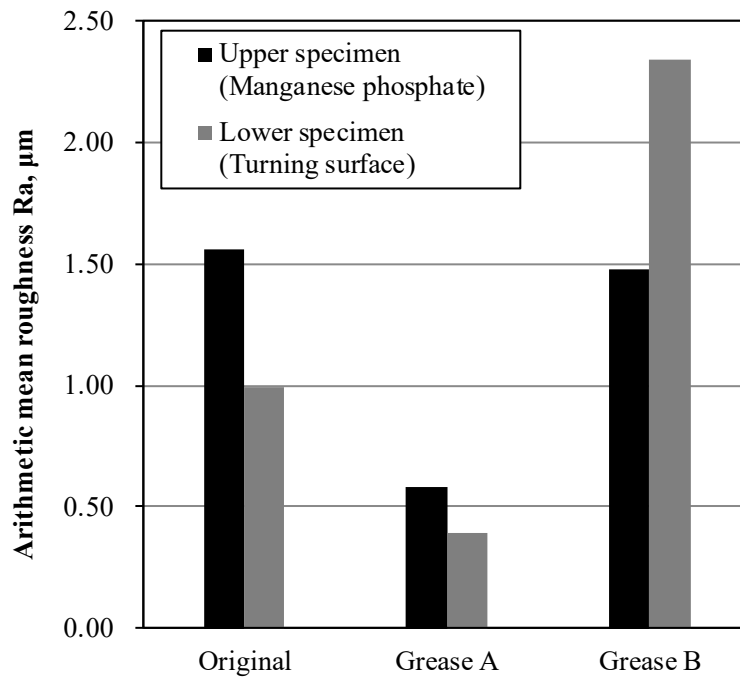


Fig. 3-8 Arithmetic mean roughness Ra of the metal seal surfaces of the specimens

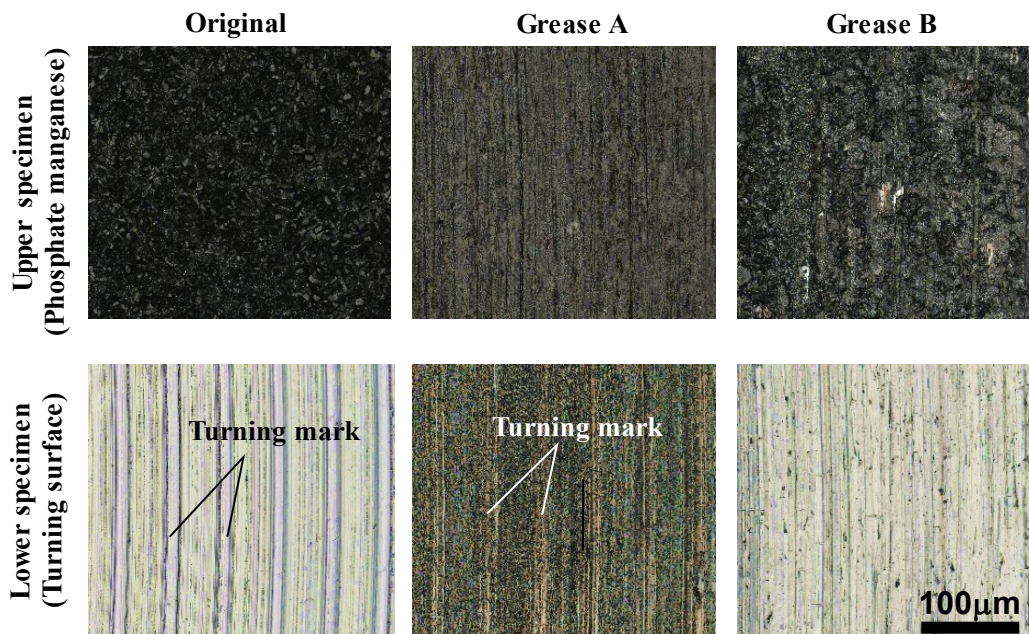


Fig. 3-9 Enlarged view of the metal seal surfaces obtained by optical micro scope

3.3.4. 回転摺動試験後のメタルシール面の成分分析結果

エネルギー分散型 X 線分析(Energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS)による試験後の上試験片のメタルシール面接触部のマッピング分析結果を Fig. 3-10 に示す。Grease A を塗布した試験片では P, Mn および Fe がほぼ同じ位置から検出された。これらはりん酸マンガン処理によって得られるヒューリオライト $[(Mn_{1-x}, Fe_x)5H_2(PO_4)_4 \cdot 4H_2O, 0 \leq x < 1]$ の結晶に由来すると考えられる。また, P, Mn, Fe が検出されていない箇所からは Grease A に固形粒子として含まれる鉛が検出された。一方, Grease B を塗布した試験片では, P, Mn が検出されていない箇所でも Fe が強く検出された。また, フッ化カルシウム粒子に由来すると思われる Ca が点在していることも分かった。

以上の結果より推定した摺動後の上試験片評価面の状態を示した模式図を Fig. 3-11 に示す。Grease A を塗布した試験片ではグリースに含まれる鉛が摺動により引き延ばされてりん酸マンガン処理皮膜の凹部を埋めることによりメタルシール面が滑らかになったと考えられる。一方, Grease B を塗布した試験片では硬質のフッ化カルシウム粒子などにより一部で母材の鋼が露出する程度にまでりん酸マンガン皮膜が摩滅したと考えられる。

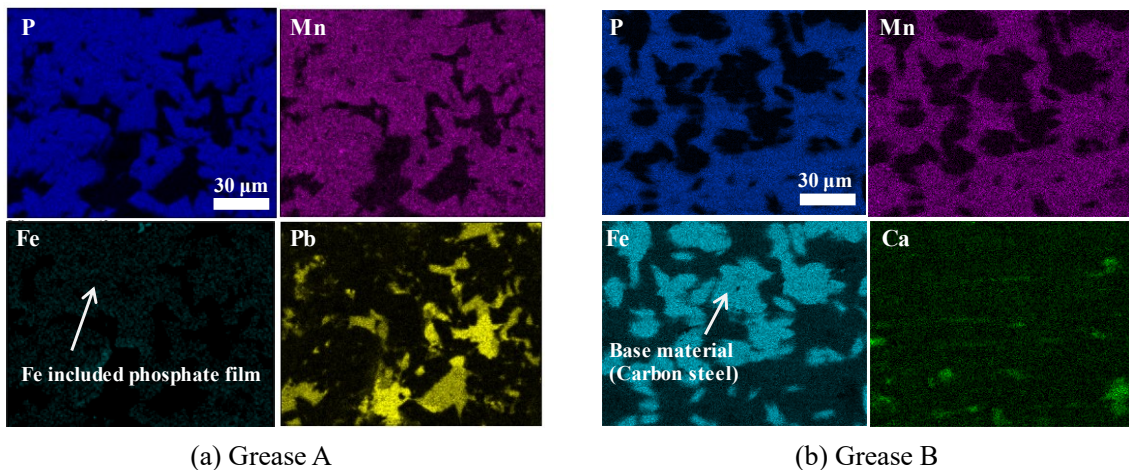


Fig. 3-10 EDS mapping images of the metal seal surfaces on upper specimens after rotary sliding [7]
(一部改変)

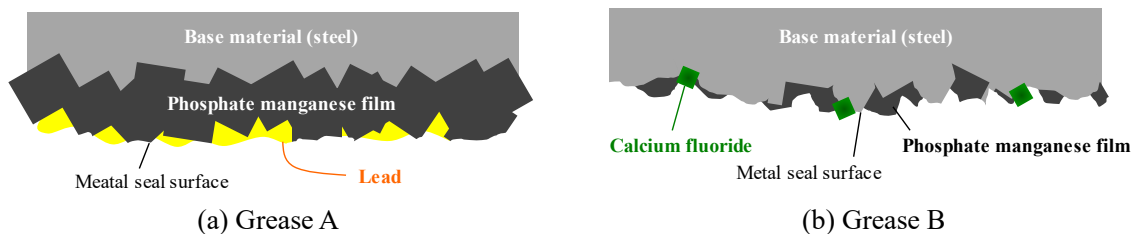


Fig. 3-11 Schematic drawing of the metal seal surfaces of upper specimens after rotary sliding [4]
(一部改変)

3.3.5. 回転摺動試験によるメタルシールの接触状態の変化と密封性能に及ぼす影響

摺動後のメタルシールにおける接触圧力分布を確認するため、試験後にメタルシール面を一旦脱脂した後、FUJIFILM製のプレスケールMSをメタルシール面間に挟んで押付力を負荷した。Fig. 3-12の上段に接触圧力分布のカラーコンター図を、下段に半径方向の接触圧力分布を示す。本測定ではプレスケールMSの接触圧力測定限界(50 MPa)を考慮し、測定時の試験片押付力は試験押付力の半分の2.5 kNとした。

Fig. 3-12 (a)とFig. 3-12 (b)の比較により、Grease Aを塗布した試験片における接触圧力分布は試験前からほとんど変化しておらず、回転摺動後も面接触到に近い接触が維持されていることがわかる。これはGrease Aを塗布したサンプルでは回転摺動の有無による密封性能の変化がほとんど見られなかった結果と対応している。

一方でGrease Bを塗布した試験片では、Fig. 3-12 (c)に示すように回転摺動試験時の摩擦により下試験片に同心円状の溝が形成されたことで、接触中心付近の接触圧力が小さくなっていることが分かった。しかし、この溝の端部に形成された隆起部に起因する同心円状の強接触部が形成されており、この強接触部がリークパスを一部分断したために回転摺動により密封性能が向上したと考えられる。しかしながら、図中に赤矢印で示した部分など局所的に接触が弱い箇所があることから、Grease Aよりもやや良い程度に留まったと考えられる。

以上をまとめると、Grease Aを使用する場合は摺動を考慮することでグリースに含まれる重金属のメタルシール面への付着など、PJのメタルシールでも生じていると思われる現象を反映した基礎評価ができており、その影響を明らかにすることができたと思われる。一方、Grease Bを使用した場合はグリースに含有される硬質粒子がメタルシール面に及ぼす作用が、試験片とPJでは明らかに異なると考えられる。すなわち、ねじ溝に沿ってらせん状にメタルシール面が摺動しながら締結が進むPJでは、たとえGrease Bに含有される硬質粒子によりメタルシール面の摩擦が生じたとしても、その摩擦痕や隆起部もらせん状となり同心円状の閉じた形状とはならないため、リークパスを分断し密封性能を向上させる効果はないと考えられる。よって、特に硬質粒子を含むGrease Bのように摺動によるメタルシール面の摩擦が大きい条件の場合には、回転摺動ではなく、よりPJのメタルシール面に近い摺動方法を適用する必要があると言える。PJの締結時に生じるメタルシール面のらせん摺動を模擬した評価については3.5節にて後述する。

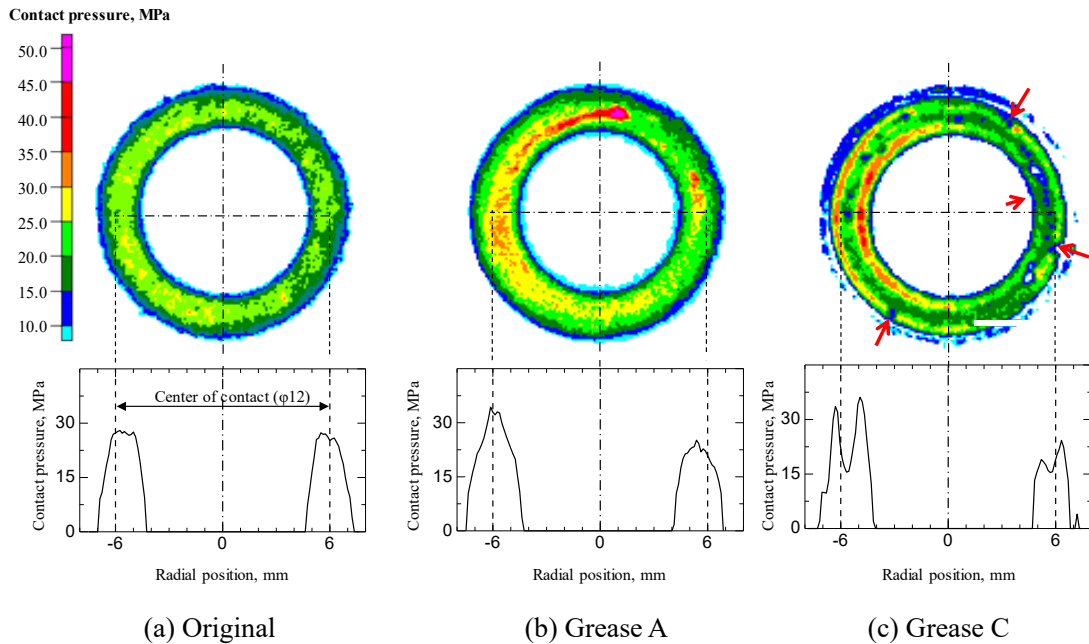


Fig. 3-12 Contact pressure distribution of the metal-to-metal seals [4] (一部改変)

3.4. グリースの高温劣化が密封性能に及ぼす影響の評価

ISO13679 や API5C5 などの試験規格に従って行う PJ の認定試験では、180 °C で 12 時間のベーキング処理を施した後に密封試験が実施される [7][8]. そのため、メタルシール面間のミクロな隙間を充填するグリースの高温劣化が密封性能に大きく影響すると考えられる. そこで、本節では密封試験の前に試験片をベーキングしてグリースを高温劣化させ、この高温劣化が密封性能に及ぼす影響を評価した.

3.4.1. ベーキング後密封試験の要領

ベーキング処理によるグリースの高温劣化が密封性能に及ぼす影響の有無を明らかにするため、Fig. 3-13 に示す手順でベーキング無し密封試験と、ベーキング有り密封試験を実施した. 密封試験前に実施した回転摺動試験は 3.3.1 項で示した条件と同じとした. ベーキング処理を実施する場合は Fig. 3-14 に示すように FMU 回転摺動試験完了後に、試験片の締結時押付力 $F_{make-up} = 60.0 \text{ kN}$ を保持したまま 180°C × 12 時間のベーキング処理を実施した. その後、この締結時押付力を 60.0 kN に保持したまま試験片を室温まで放冷した後、室温にて密封試験を実施した. 密封試験は定圧密封試験とし、80 MP のガス圧を負荷した状態で試験片の押付力を 0.025 kN/s で漸減させ、リークが発生した瞬間の押付力 F_{leak} を記録した.

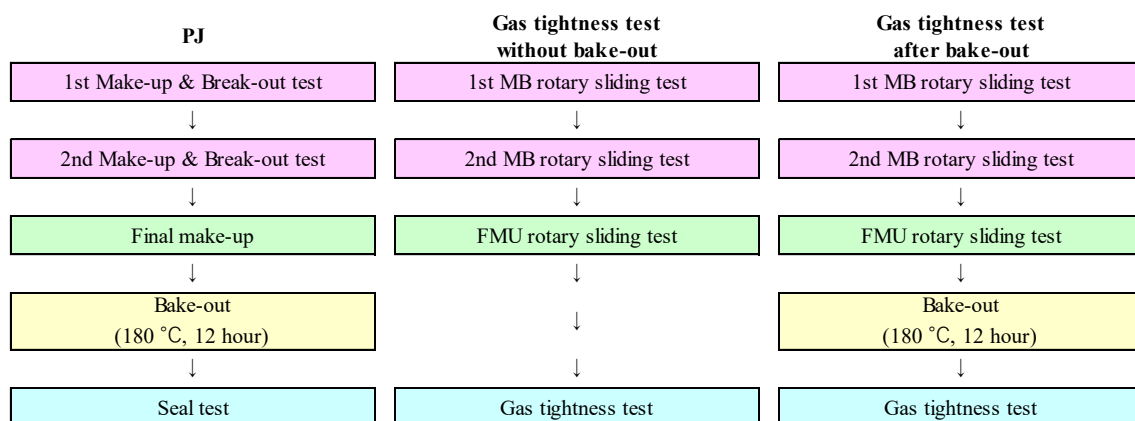


Fig. 3-13 Testing procedure for the evaluation of bake-out impact on the gas tightness

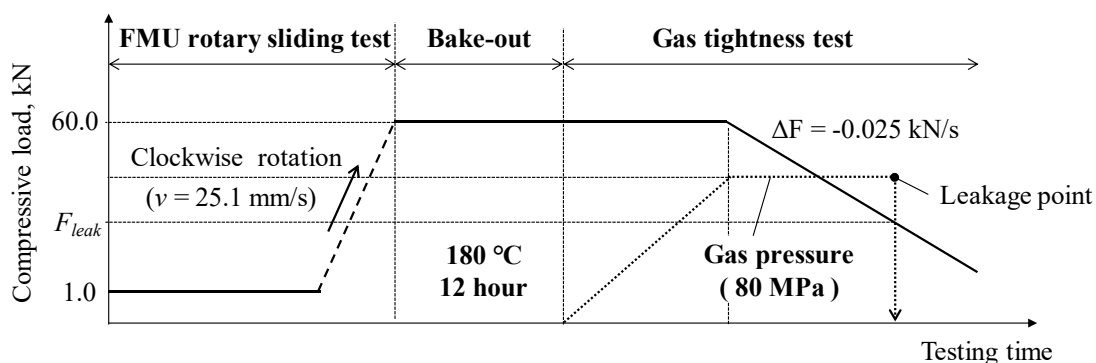


Fig. 3-14 Load diagram of constant pressure gas tightness tests after bake-out

3.4.2. ベーキング後密封試験の結果

試験結果を Fig. 3-15 に示す. Fig. 3-15 ではプロットが下にあるほど小さいメタルシール接触力でも 80 MPa のガス密封性能を発揮できることを示しており、密封性能が高いことを意味する.

いずれのグリースを用いて試験をした場合でも、ベーキングにより密封性能が低下した。また、ベーキング無しの場合はグリース種による密封性能の差はわずかであったが、ベーキング後は明らかに Grease B の密封性能の方が低く、かつ結果のばらつきも大きくなった。ただし、3.3.5 項で述べたように Grease B を塗布した場合は摺動によるメタルシール面の損傷が大きく接触状態も PJ とは大きく異なるため、ベーキング後密封試験で得た Grease A と Grease B の密封性能の差が PJ における実際の密封性能差と直接対応しているとは言えない。

Fig. 3-16 に下試験片にグリースを塗布し、大気中で 180 °C で 12 時間ベーキングした時の外観変化を示す。Grease A はベーキング後も一定の油分を含んでいたが、Grease B は外観上で明らかに油分の減少したように見え、ひび割れが生じている箇所も見られた。なお、加熱時の定量的な重量変化の測定結果については第 5 章にて述べる。

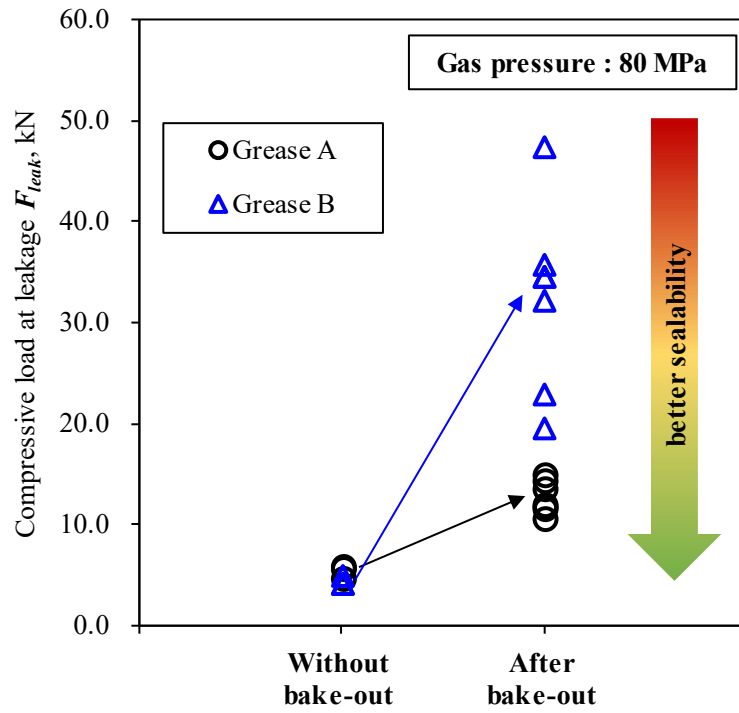


Fig. 3-15 Compressive load at leakage under gas pressure of 80 MPa [4] (一部改変)

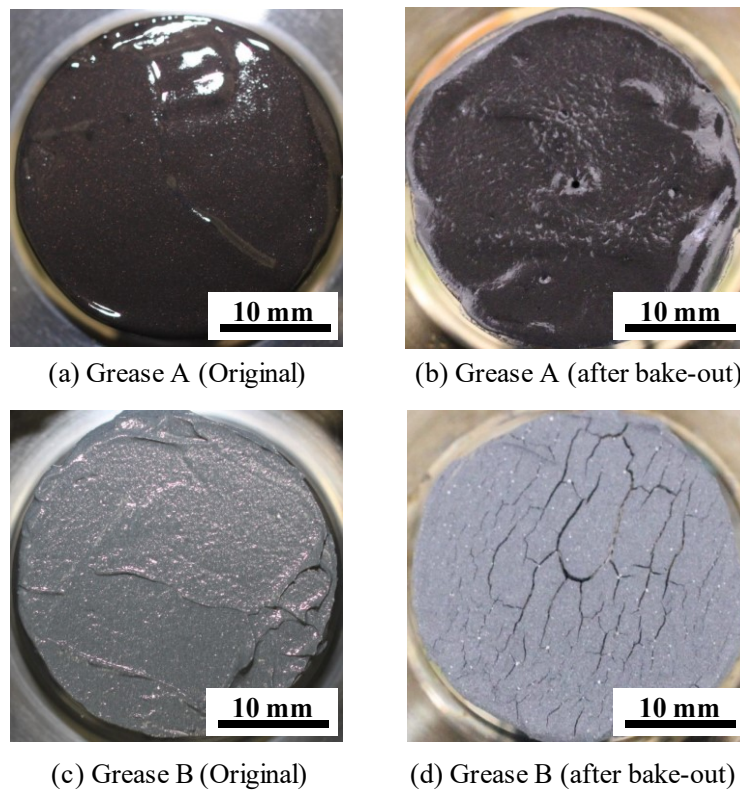


Fig. 3-16 Grease appearances before and after bake-out [4] (一部改変)

3.4.3. ベーキングが密封性能に及ぼす影響

ベーキング後密封試験の結果より、ベーキングによるグリースの高温劣化が密封性能の低下を引き起こすことが分かった。Fig. 3-11 に示したように、軟質重金属粒子を含む Grease A を塗布した場合には、メタルシール面の摺動によりグリースに含まれる鉛等の軟質重金属粒子が延展されてりん酸マンガン皮膜や旋削面の凹部を埋める。これにより、メタルシール面間の空隙が小さくなったため、この空隙を埋めるグリースの基材がベーキングにより高温劣化したとしてもその影響度は小さかったと考えられる。また、たとえ、メタルシールの高圧側から低圧側までこの空隙がパーコレーションしたとしても、その経路は Fig. 3-17 (a) に示したように長く複雑になるため、高圧ガス荷重が負荷されてもこのパーコレーションした空隙を充填するグリースがメタルシール外に排出されにくく、密封性能の低下が小さく抑えられたと考えられる。

一方、硬質のフッ化カルシウム粒子等を含む Grease B では、Fig. 3-7 (c) に示したようにこの硬質粒子によってメタルシール面が摺動時に摩耗して同心円状の溝が形成される。この時、摩耗溝の端部が隆起して強接触部が形成されるが、溝部は弱接触または空隙となる。ベーキングを行わない場合、これらの空隙はグリースによって塞がれるため高圧ガス荷重によりグリースがメタルシール面外に押し出されるまではリークパスとはならないが、ベーキングを行うと空隙を埋めるグリースの油分減少等により、Fig. 3-17 (b) に示すように短いリークパスが形成され、密封性能が大幅に低下したと考えられる。

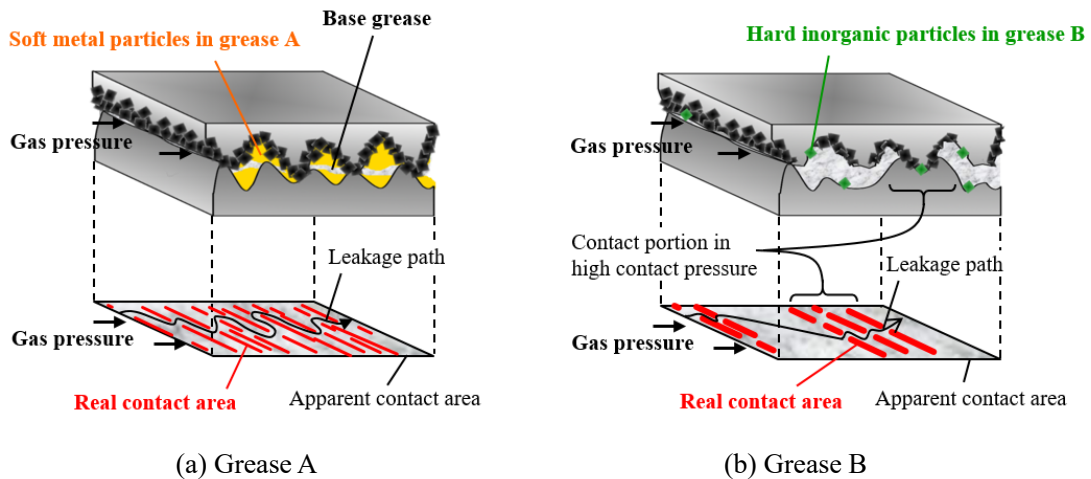


Fig. 3-17 Schematic drawing of contact conditions of metal-to-metal seals on specimens

このことを確認するため、ベーキング後密封試験を実施した試験片のメタルシール面を脱脂して油分を完全に除去した後、再びメタルシール面を試験押付力 $F_{test} = 95.0 \text{ kN}$ で押し付けてガス圧を昇圧し、昇圧に伴うリーク流量の変化を測定した。その結果、Fig. 3-18 に示すように Grease A を塗布して試験した試験片のリーク流量の方が明らかに小さく、Grease B

を塗布した場合よりもリークパスが小さい可能性が高いと言えることが分かった。

なお、ベーキング後密封試験において Grease B の結果ばらつきの方が Grease A よりも大きかったのは、Grease B を塗布した場合に生じるメタルシール面の損傷の程度が試験片ごとにばらついており、この損傷の程度に密封性能が大きく左右されたためであると考えられる。

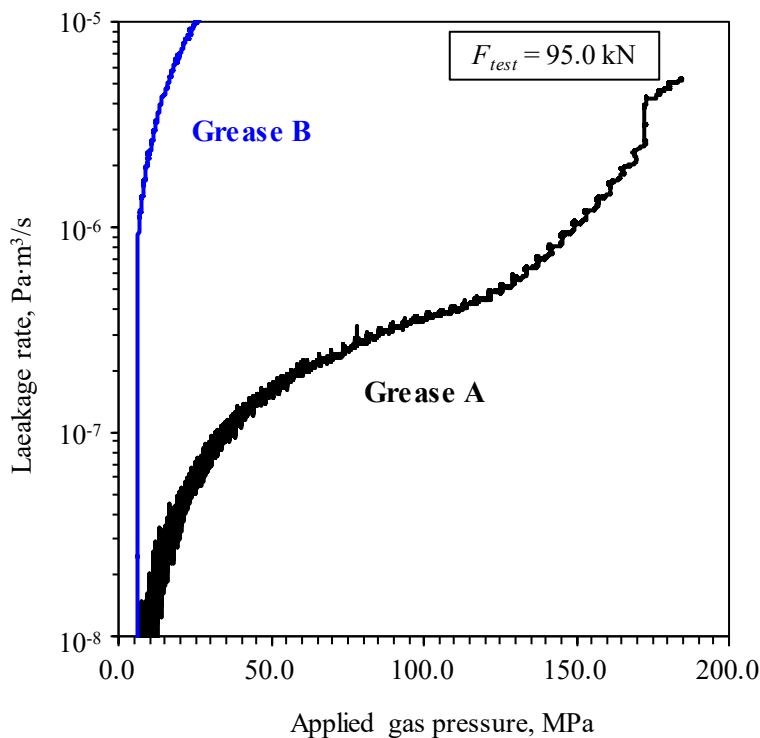


Fig. 3-18 Leakage rate of the degreased specimens after bake-out

3.5. らせん摺動試験によるメタルシール面摺動が密封性能に及ぼす影響の評価

3.3 節ではリングオンディスク型の試験片を用いた回転摺動試験により PJ のメタルシールの摺動後の接触状態の再現を試みたが、当該試験片では同一箇所が繰り返し摺動を受けるため、特に硬質の無機粒子を含む Grease B を用いた際にメタルシール面がアブレイブ摩耗し、PJ のメタルシールでは見られない同心円状の損傷が生じるという課題があった。

そこで Grease B を塗布した場合のように摺動によるメタルシールの摩耗が比較的大きい条件においても PJ に近いメタルシールの接触状態を再現するため、カップ&コーン型の試験片を用いてメタルシール面を PJ と同じくらせん摺動させ、その後に密封性能を評価した。

3.5.1. らせん摺動後密封試験の要領

試験は Fig. 3-19 に示すように一組の試験片に対し、らせん摺動試験、ベーキング処理、密封試験を順に連続して実施した。試験は同一条件で複数回実施したが、結果の採取にはすべて異なる試験片を用いた。

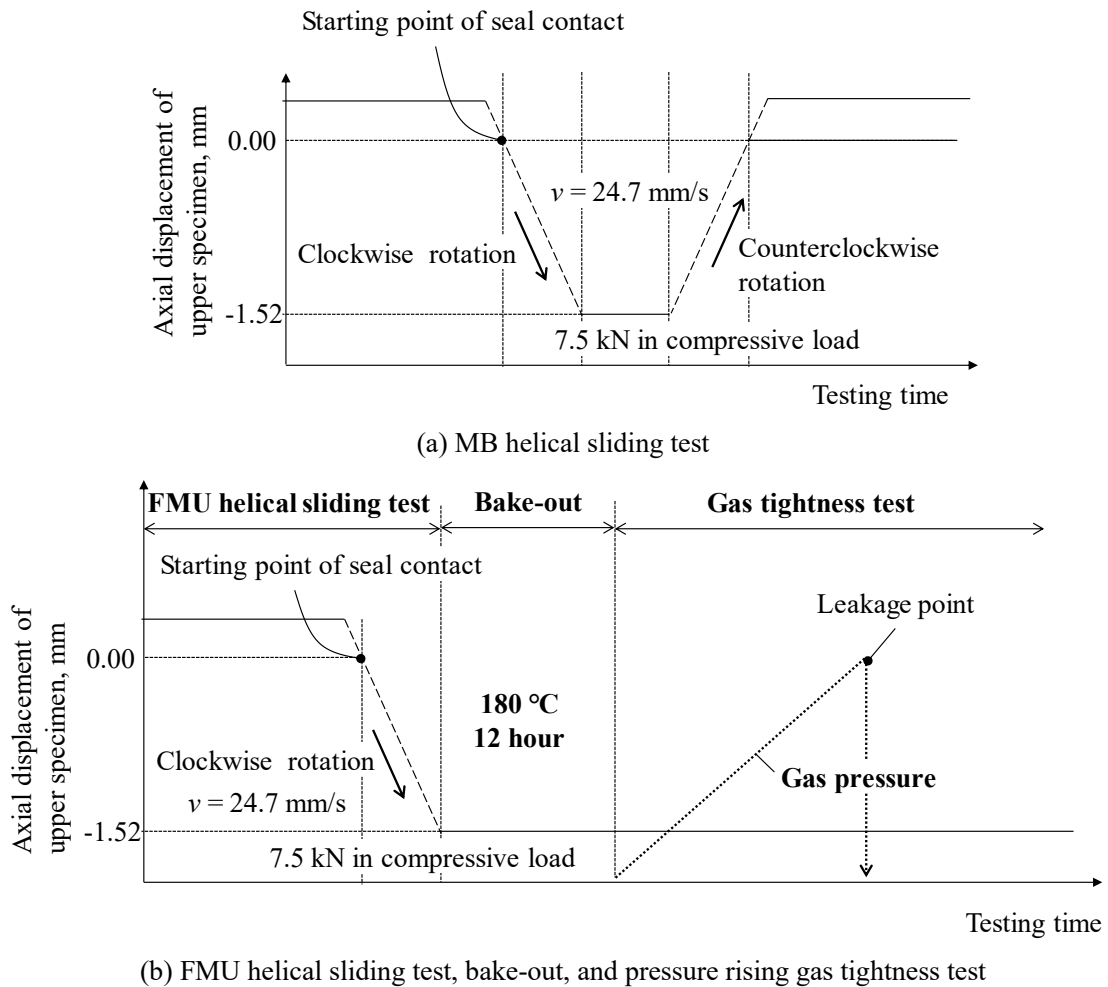


Fig. 3-19 Load diagram of pressure rising gas tightness tests after helical sliding

らせん摺動試験の条件は前章で示した通り、9-5/8" 53.5#と表記されるサイズの油井管用のPJを2回転/分でMBすることを想定した条件とした。らせん摺動試験はメタルシール面が回転しながら接触を開始するPJを模擬してメタルシール面にグリースを塗布した上下試験片を軸方向に所定の距離離間させた状態から開始した。試験ではまずMBらせん摺動試験を2回繰り返した。次に締結完了を模擬したFMUらせん摺動試験を実施し試験片の押付力が7.5kNとなった時点で試験を完了した。その後、試験片の押付力を7.5kNに保持したまま180°Cで12時間ベーキングした。その後、試験片温度が室温になるまで放冷し、上下試験片の軸方向の相対位置を保持したまま、リークが発生するまでガス圧を昇圧する昇

圧密封試験を室温にて実施した。

3.5.2. らせん摺動試験の結果

Fig. 3-20 の上段に MB らせん摺動試験で得た回転角およびトルクの変化を，下段に軸方向下向きの上試験片の変位および軸力の変化を示す。トルクは Make-up を模擬した正転摺動で得た値を正，Break-out を模擬した反転摺動で得た値を負とした。Fig. 3-20 の上段に示したように，試験開始後に試験片が空転した後，試験開始後約 11 秒の時点から上下試験片が接触を開始しており，狙い通りに回転しながら接触を開始する PJ のメタルシール面を模擬できていることを確認した。また，Fig. 3-20 の下段に示したように，試験開始約 11 秒後のメタルシール接触開始の時点から試験開始約 20 秒後の押付力が 7.5 kN に達した時点までの上試験片の軸方向並進距離はグリース種によらず 1.52 mm であった。これは第 2 章で示した弾塑性 FEM 解析で得た値と同等であり，PJ のメタルシールの摺動条件を再現できていると考えられる。Grease B のトルクが Grease A よりも高くなったのは，両グリースの摩擦係数の違いによると考えられる。

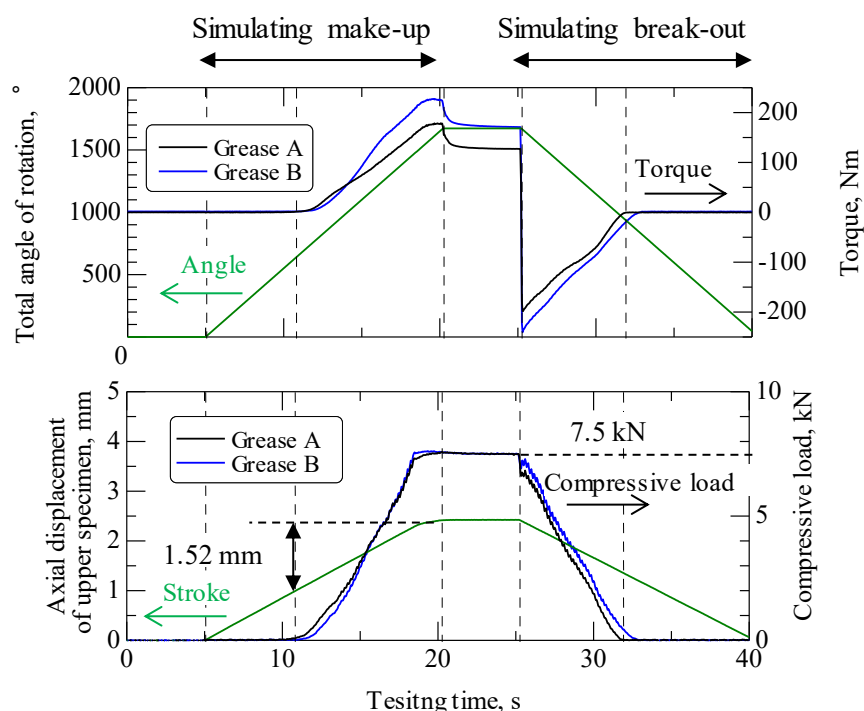


Fig. 3-20 Measurement results during helical sliding tests [9] (一部改変)

Fig. 3-21 に MB らせん摺動試験後の試験片評価面の観察結果を示す。摺動痕の外観や接触幅はメタルシール面の全周にわたりほぼ均一であったことから，メタルシールの片当た

りはほとんど生じていないと考えられる。

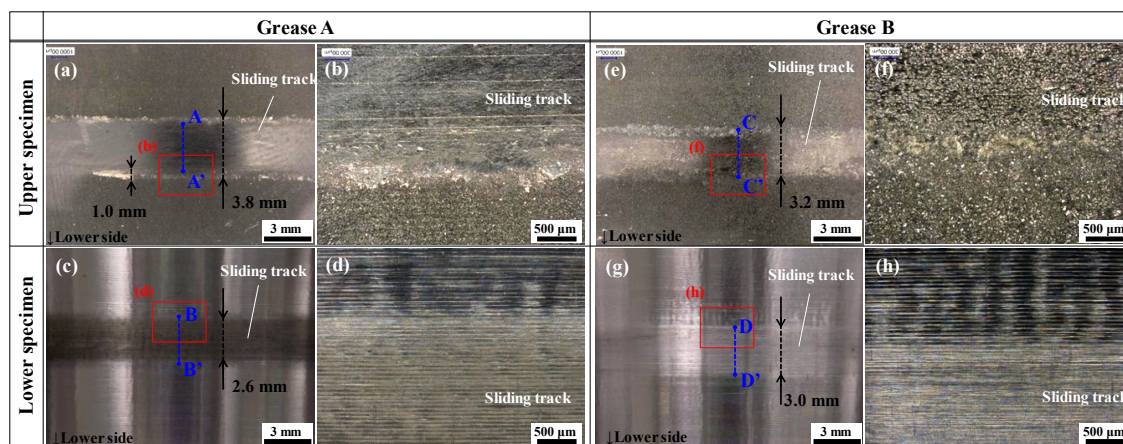
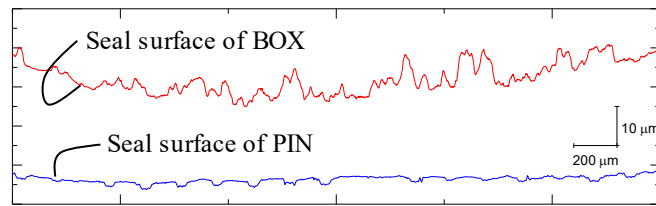


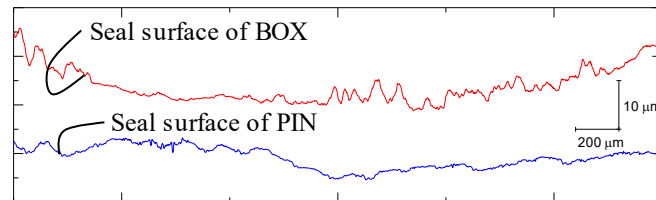
Fig. 3-21 Metal seal surfaces of the specimens after helical sliding tests

Fig. 3-22 に共焦点レーザー顕微鏡により測定した MB 後の PJ のメタルシール面, 及び MB らせん摺動試験後の試験片のメタルシール面の断面プロファイルを示す. PJ のメタルシール面は, PJ の全面にグリースを塗布して所定の推奨締付トルク範囲の上限値で締結した後, 解体して得たものである.

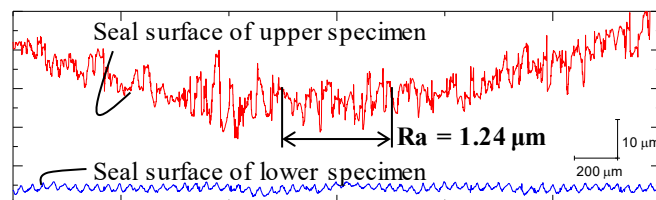
Fig. 3-22 (c) に示したように, 試験前の上試験片のメタルシール面において軸方向に 500 μm の範囲で測定した算術平均粗さは $R_a=1.24 \mu\text{m}$ であった. これに対し, Fig. 3-22 (d) に示した試験後の上試験片メタルシール面において, 摺動痕の中央近傍では $R_a=0.23 \mu\text{m}$, 図中の A' 部近傍の下側端部では $R_a=0.60 \mu\text{m}$ であった. これより, 摺動部では摩耗や Grease A に含有される軟質固形粒子の付着によってりん酸マンガン被膜の凹凸が小さくなり粗さが減少したが, 下側端部の摩耗は接触幅の中央近傍ほど進行しなかったと言える. このことから, 上試験片の接触位置はらせん摺動時の並進に伴って変化しており, これにより, 上試験片のメタルシールの摺動痕幅が下試験片よりも大きくなったと考えられる. また, 塗布したグリース種により違いはあるものの, 下試験片の接触幅は第 2 章で示した弾塑性 FEM 解析で得られた結果にほぼ近い値であることが確認できた.



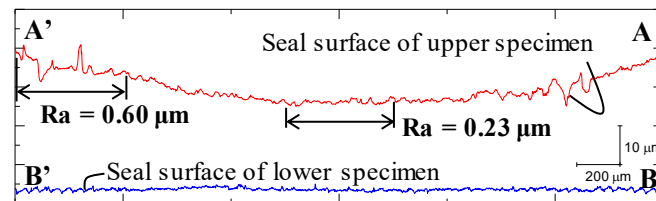
(a) PJ tested with Grease A



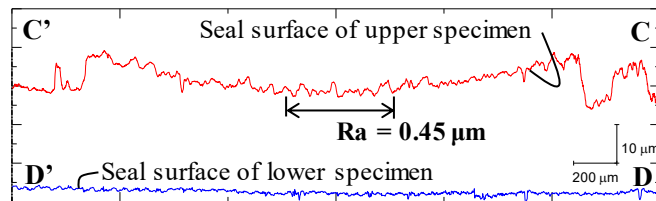
(b) PJ tested with Grease B



(c) Specimen before test



(d) Specimen tested with Grease A



(e) Specimen tested with Grease B

Fig. 3-22 Metal seal surface profiles after helical sliding tests measured by a confocal laser microscope [9] (一部改変)

らせん摺動試験後のメタルシール面の断面プロファイルを示した回転摺動試験後の断面プロファイルと比較すると、軟質重金属粒子を含む Grease A を塗布した場合には摺動試験手法による断面プロファイルの大きな違いは見られなかった。一方、硬質粒子を含む Grease B を塗布した場合、Fig. 3-22 (e) に示したらせん摺動試験後のメタルシール面では回転摺動試験後に見られた硬質粒子による摩耗溝や隆起部は形成されておらず、Fig. 3-22

(b) に示した PJ のメタルシール面により近い断面プロファイルが得られた。

3.5.3. らせん摺動後密封試験の結果

らせん摺動試験後密封試験の結果を Fig. 3-23 に示す。Grease A のリーク発生圧力は Grease B よりも高かった。いずれのグリースを用いた場合でも試験結果にばらつきが生じた要因としては、試験片に用いた鋼材の機械特性のばらつきや試験片の加工精度の違い等が考えられる。

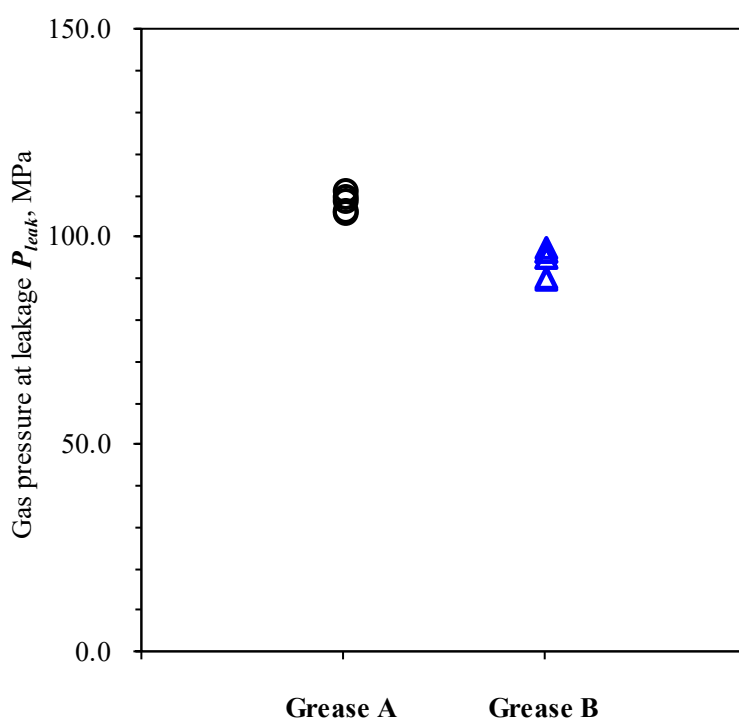
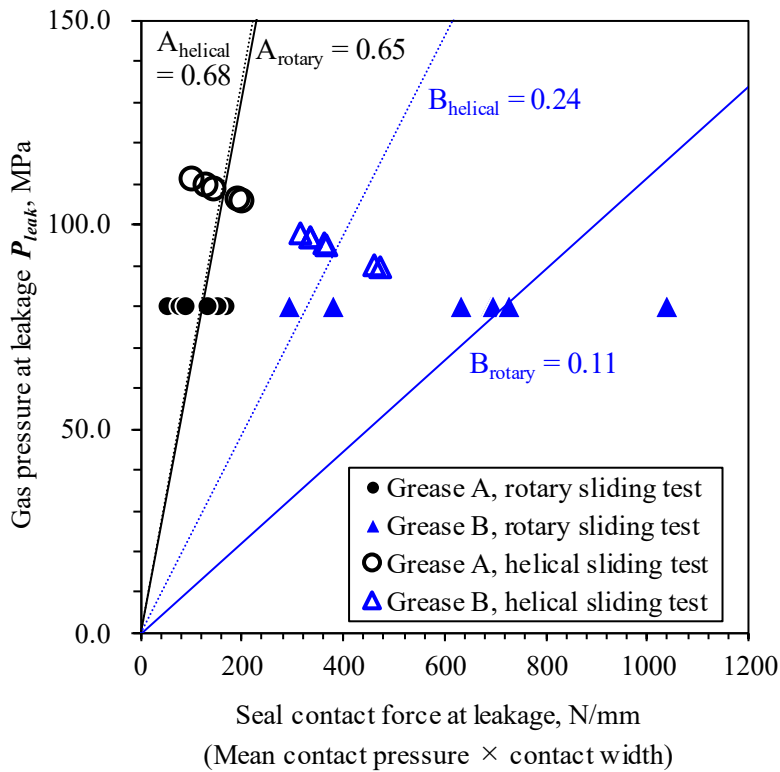


Fig. 3-23 Gas pressure at leakage on pressure rising gas tightness tests after helical sliding [9]
(一部改変)

Fig. 3-24 にリングオンディスク型試験片を用い密封試験前に回転摺動試験を実施した場合のリーク発生圧力 (Fig. 3-15) と、カップ&コーン型試験片を用いてらせん摺動試験を実施して得たときのリーク発生圧力との比較を示す。いずれの試験においても摺動試験、ベーキング処理、及び密封試験を順に連続して実施したことは共通しているが、メタルシールの周長や密封試験時の押付力とガス圧の負荷要領が異なる。そこで、Fig. 3-24 では異なる2つの密封試験手法により得られた結果を比較するために、縦軸をリーク発生圧力 P_{leak} 、横軸を基礎試験に対応する弾塑性 FEM 解析により得たリーク発生時の周方向単位長さあたりのメタルシール接触力 (=平均接触圧力×メタルシール面の母線に沿った接触幅) として整理した。



$A_{helical}$: sealing index for grease A obtained by gas tightness tests after helical sliding
 A_{rotary} : sealing index for grease A obtained by gas tightness tests after rotary sliding
 $B_{helical}$: sealing index for grease B obtained by gas tightness tests after helical sliding
 B_{rotary} : sealing index for grease B obtained by gas tightness tests after rotary sliding

Fig. 3-24 Gas pressure and sealing index obtained by gas tightness tests after rotary or helical sliding [9] (一部改変)

両試験手法で得られた結果のばらつきの分布が異なるのは、密封試験時の負荷要領の違いによるものである。すなわち、負荷ガス圧を80 MPaに保持したまま押付力を漸減する定圧密封試験とした回転摺動後密封試験の結果は横軸に沿って分布する。一方、リークが発生するまでガス圧を昇圧する昇圧密封試験としたらせん摺動後密封試験では、昇圧に伴ってメタルシール接触力が低下するため、結果は勾配が負の直線に沿って分布する。

Fig. 3-24には、各試験で得られた密封試験結果の平均値と原点を結んだ直線、及びその直線の傾きも併記した。この直線の傾きが大きいほど同じメタルシール接触力でもより高圧まで密封性能が維持される、すなわち密封性能が良好であることを意味する。以後、この傾きの値を密封性能指標 (sealing index) と呼ぶ。

Grease A を塗布した場合、摺動試験手法の違いによる密封試験結果のばらつきの程度はほぼ同じであり、それぞれの試験から得られた密封性能指標も回転摺動後密封試験では $A_{rotary} = 0.65 \text{ MPa}/(\text{Nmm}^{-1})$ 、らせん摺動後密封試験では $A_{helical} = 0.68 \text{ MPa}/(\text{Nmm}^{-1})$ とほぼ同等

であった。これは Grease A を塗布した場合は Fig. 3-10 に示したように摺動によりグリースに含有される軟質の重金属粒子による保護膜がメタルシール面に形成されるため、摺動試験の方式によらずほぼ同じメタルシールの接触状態が得られたためであると考えられる。すなわち、Grease A の密封性能は回転摺動試験後密封試験またはらせん摺動後密封試験のいずれでも評価可能であると言える。

一方、Grease B を塗布した場合、らせん摺動試験後密封試験で得られた結果のばらつきは回転摺動試験後密封試験と比較して明らかに小さかった。また、密封性能指標は回転摺動後密封試験では $B_{\text{rotary}} = 0.11 \text{ MPa}/(\text{Nmm}^{-1})$ 、らせん摺動後密封試験では $B_{\text{helical}} = 0.24 \text{ MPa}/(\text{Nmm}^{-1})$ と 2 倍以上の差があった。3.4.3 項で述べたように、Grease B を塗布して回転摺動試験を実施した場合にはグリースに含有される硬質の無機粒子によりメタルシール面が摩耗して実際の PJ では生じない同心円状の損傷が生じるが、この損傷の程度が試験片によって異なるために密封試験結果のばらつきが大きくなったと考えられる。一方、PJ と同じくらせん摺動を採用したらせん摺動後密封試験では、硬質粒子による特異な摩耗の発生を解消することができたため、メタルシールの接触状態は試験片によらず安定しており、密封試験結果のばらつきも小さくなったと考えられる。すなわち、PJ のメタルシール面により近い条件で Grease B の密封性能を評価するためには、締結時に生じるメタルシール面のらせん摺動が必須であると言える。

3.5.4. らせん摺動後密封試験の結果と先行研究との比較

Table 3-1 は本研究および先行研究の結果の比較を示す。Table 3-1 には試験条件、および各研究での結果に基づいて計算した 50 MPa のガスまたは水を密封するために必要なメタルシール接触力をまとめた。試験片形状や試験条件が異なるためそれぞれの値を直接の比較することはできないが、値のオーダーは同じであることから本基礎試験手法で得られた結果は妥当であると言える。

Table 3-1 Comparison of required seal contact force for sealing of 50 MPa fluid [9] (一部改変)

Work	Grease*	Sliding	bake-out	Sealing fluid	Required seal contact force for sealing of 50 MPa fluid, N/mm	Remark
This study	API	Helical sliding	180°C×12h	N ₂ + He gas	76.9	-
	E. F.	Helical sliding	180°C×12h	N ₂ + He gas	208.3	-
[10]Matsuki, et al., 1985	API	Not applied	Not applied	Water	240~333	Test results were read from Fig. 14.
[1]Tsuru, et al., 1987	API	Not applied	Not applied	N ₂ gas	147~274	Upper and lower limits of test results were read from Fig. 1.
[3]Xie, et al., 2017	API	Rotary sliding (1 turn)	Not applied	N ₂ gas	104.6	The results of "0.8 μm Surface Roughness" in Fig. 9 were read.
[2]Murtangen, et al., 2004	E. F.	Not applied	Not applied	N ₂ gas	860.7	Calculated by assuming contact width L=3 mm.

* API : API specified grease, E. F. : Environmentally friendly grease

3.5.5. らせん摺動後密封試験にて得た密封性能指標とメタルシール設計への活用

PJ の MB 時に生じるメタルシール面のらせん摺動を模擬することにより、らせん摺動後密封試験では回転摺動後密封試験での課題を解決し、用いるグリース種によらず PJ に近いメタルシール面性状での密封性能の定量評価が可能であることを確認した。また、本手法により得られた密封性能評価指標を用いれば、グリースや表面処理の種類、メタルシール面の幾何形状などといったシール条件の違いが密封性能に及ぼす影響の定量評価や PJ のメタルシール設計が可能であると言える。

例えば、今回らせん摺動後密封試験で得た密封性能指標は Grease A では $A_{\text{helical}} = 0.68$ MPa/(Nmm⁻¹)、Grease B では $B_{\text{helical}} = 0.24$ MPa/(Nmm⁻¹)であり、Grease A の方が約 2.8 倍高かった。これは、Grease B を塗布した場合に Grease A と同じ密封性能を発揮するためには、2.8 倍高いメタルシール接触力が必要であることを意味している。また、密封性能指標と弾塑性 FEM 解析で求めた PJ のメタルシール接触力を比較することにより、PJ においてリークが発生するときのガス圧を簡易的に予測することができる。

3.6. 試験温度が密封性能に及ぼす影響の評価

3.2.2 項ではグリースを塗布することによりメタルシールの密封性能が大幅に向上すること、そして塗布するグリース種によって密封性能が変化することを示した。また、3.4.2 項ではベーキングによるグリースの高温劣化により密封性能が低下することを示した。これらの結果は、塗布したグリースがメタルシール面間の微視的な隙間を充てんし、高圧ガス荷重に抵抗することで密封性能が発揮されていることを示している。

一方、第1章で述べたように、本研究の対象であるPJが使用される天然ガスの採掘用の坑井では、井戸底温度が180°Cを上回るものもある。この高温環境ではメタルシール面間の微視的な隙間を充てんするグリースが熱劣化し [11] [12]、これが密封性能に影響を及ぼす可能性がある。しかしこれまで高温環境におけるメタルシールの接触状態の変化について機械的な観点から検討をした先行研究 [13] [14]はあるものの、グリースの熱劣化と密封性能の関係の定量的な評価はなされていない。

そこで本節では、密封試験時にメタルシール面の温度を最大180°Cまで昇温し、これによる密封性能の変化を評価した。

3.6.1. 高温密封試験の試験要領

試験は Fig. 3-25 に示すように一組の試験片に対し、FMU らせん摺動試験、試験片の昇温、密封試験を順に連続して実施した。試験は同一条件で複数回実施したが、結果の採取にはすべて異なる試験片を用いた。FMU らせん摺動試験および密封試験の条件は 3.5.1 節で示した室温での試験と同じとした。

試験片の加熱は第2章の Fig. 2-2 (b) に示したシースヒーターによる直接加熱方式とした。加熱はFMU らせん摺動試験完了時点の試験片押付力7.5 kNを保持した状態で実施し、1.5時間かけて室温から目標温度まで線形に昇温した後、4.0時間保持した。その後、この目標温度を保持した状態で上下試験片の軸方向の相対位置を保持したまま、リークが発生するまでガス圧を昇圧する昇圧密封試験を実施した。

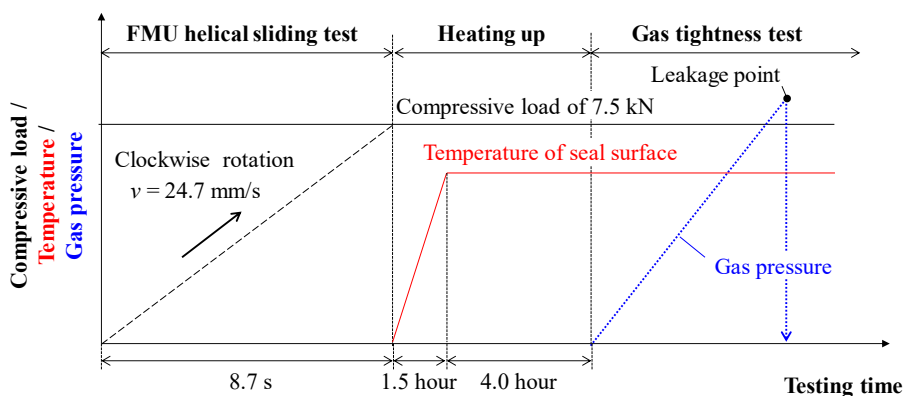


Fig. 3-25 Load diagram of high-temperature gas tightness tests after helical sliding

3.6.2. 高温密封試験の結果

Fig. 3-26 にリーク発生圧力と密封試験時の温度の関係を示す。図中の破線は試験温度が 25 °C~125 °C, および 125 °C~180 °C の場合の各試験結果を最小二乗法にて直線近似した結果を示している。また, それぞれの温度範囲における近似直線の傾きも図中に並記した。

試験結果にはばらつきがあるものの, リーク発生圧力は試験温度を 25 °C とした時の値が最も高く, 昇温に伴って低下する傾向がみられた。また, 試験温度が 25 °C~125 °C における近似直線の傾き, すなわち昇温に伴う密封性能の低下率は 125 °C~180 °C よりも小さかった。

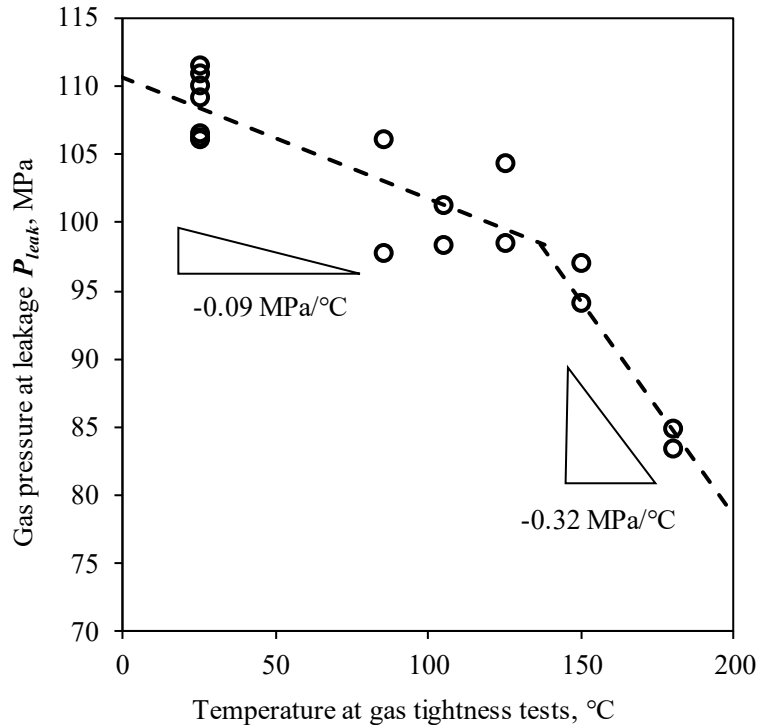


Fig. 3-26 Relationship between gas pressure at leakage and testing temperature [15] (一部改変)

3.6.3. 加熱時間が密封性能に及ぼす影響の確認

高温密封試験においては, 密封試験前の加熱時間や熱サイクルの有無によってグリースの高温劣化状態が変化し, これが密封性能に影響を及ぼす可能性がある。そこで FMU らせん摺動試験後に実施する加熱条件を Table 3-2 に示すように変えた条件にて高温密封試験を実施した。熱サイクルを加えた#2 の条件では, 180 °C で 4.0 時間加熱した後に室温まで放冷する熱処理を 2 回繰り返した後, 再度 180 °C で 4.0 時間加熱した後に密封試験を実施した。

Table 3-2 Heating conditions before gas tightness tests

Heating condition	Temperature	Heating time	Heating cycle	Total heating time	Remark
#1	180 °C	4.0 hours	1 cycle	4.0 hours	Same as Fig. 3-25
#2	180 °C	4.0 hours	3 cycles	12.0 hours	Thermal cycle
#3	180 °C	24.0 hours	1 cycle	24.0 hours	-

Fig. 3-27 に各条件にて実施した高温密封試験におけるリーク発生圧力の比較を示す. ここでは加熱条件による密封性能差を明確化するために, #1 の条件にて得られたリーク発生圧力の平均値にて各結果を規格化した結果を示した. その結果, 加熱条件の違いによるリーク発生圧力の差は大きくても 10 %程度であり, 本試験条件においては熱サイクルの負荷や加熱時間の長時間化による明らかな密封性能の低下は見られなかった.

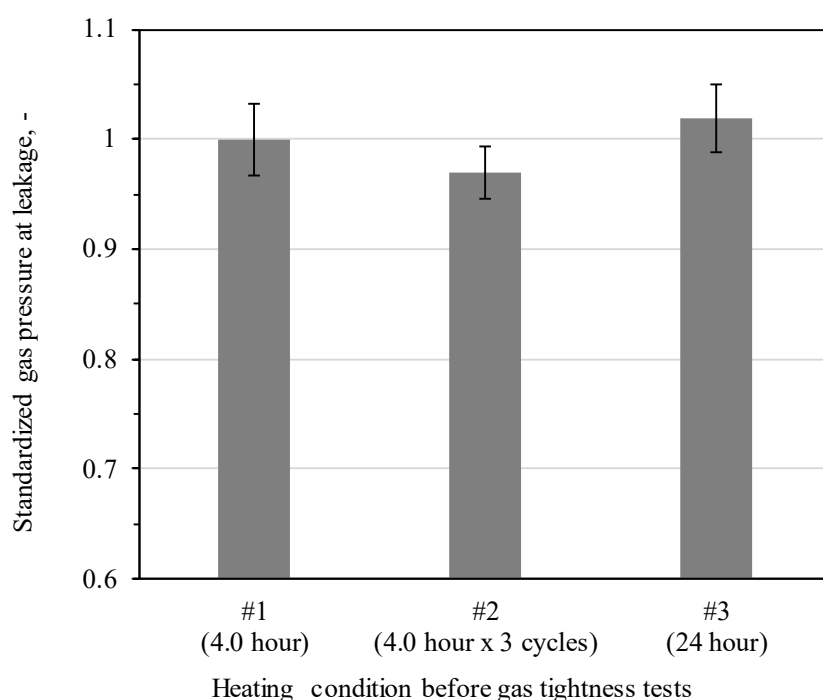


Fig. 3-27 Standardized gas pressure at leakage at different heating conditions

3.7. まとめ

本章では第 2 章で示した基礎試験手法を用いて, メタルシール面の摺動, ベーキングによるグリースの高温劣化, および試験温度が密封性能に及ぼす影響をそれぞれ評価した.

軟質の重金属粒子を含む Grease A を塗布した場合は摺動の有無による密封性能の顕著な差はほとんどみられず, 回転摺動とらせん摺動というメタルシール面の摺動方式の違いの

影響もほとんど見られなかった。これは、軟質の重金属粒子による保護膜がメタルシール面に形成され、摺動試験の有無や摺動方式によらずほぼ同じメタルシールの接触状態が得られたためであると考えられる。一方、硬質の無機粒子を含む Grease B を塗布した場合、回転摺動試験では実際の PJ では生じない特異な同心円状の損傷が生じたが、PJ と同じくらせん摺動とした場合にはこの摩耗の発生が解消し実際の PJ に近い摺動面や安定した密封性能の評価結果が得られた。すなわち、硬質粒子を含む Grease B のように摺動によるメタルシール面の摩耗が大きい条件の場合には、回転摺動ではなく、より PJ のメタルシール面に近い摺動方法を適用する必要があることが分かった。

ベーキングによりメタルシール面間のグリースが高温劣化した場合、塗布したグリースの種類によらず密封性能が低下したが、その低下代は Grease A の方が小さかった。これは、Grease A に含有される軟質重金属粒子によりメタルシール面間の空隙が狭小化しており、この空隙を埋めるグリースがベーキングにより高温劣化したとしてもその影響度が小さかったためであると考えられる。

試験温度が密封性能に及ぼす影響の評価では、密封性能は昇温に伴って低下する傾向がみられた。また、試験温度を 25 °C~125 °Cとした場合の昇温に伴う密封性能の低下代は 125 °C~180 °Cの場合よりも小さいことが分かった。

本章ではらせん摺動後密封試験で得られた結果に基づき、各グリースの定量的な密封性能を示す密封性能指標も示しており、Grease A の密封性能指標 $A_{\text{helical}} = 0.68 \text{ MPa}/(\text{Nmm}^{-1})$ は Grease B の指標 $B_{\text{helical}} = 0.24 \text{ MPa}/(\text{Nmm}^{-1})$ の約 2.8 倍高かった。この密封性能指標と弾塑性 FEM 解析で求めた PJ のメタルシール接触力を比較することにより、PJ においてリークが発生するときのガス圧を簡易的に予測することができる。

参考文献

- [1] 津留, 丸山, 神山, 小笠原, 有限要素法による油井管継手リーク判定方法: 油井管継手の金属対金属シール機構に関する研究 (2), 第 73 巻, 鐵と鋼, 1987, p. S1057.
- [2] G. Murtagian, V. Fanelli, J. Villasante, D. Johnson and H. Ernst, Sealability of stationary metal-to-metal seals, vol. 126, *Journal of Tribology*, 2004, pp. 591-596.
- [3] J. Xie and C. Matthews, Experimental investigation of metal-to-metal seal behavior in premium casing connections for thermal wells, *SPE Canada Heavy Oil Technical Conference*, 2017.
- [4] K. Inose, M. Sugino and K. Goto, Influence of grease on high-pressure gas tightness by metal-to-metal seals of premium threaded connections, vol. 11, *Tribology Online*, 2016, pp. 227-234.
- [5] 石井, リン酸塩処理の基礎, 第 61 巻, 表面技術, 2010, pp. 216-222.
- [6] J. Perry and T. Eyre, The effect of phosphating on the friction and wear properties of grey cast

- iron, vol. 43, *Wear*, 1977, pp. 185-197.
- [7] ISO13679, Petroleum and natural gas industries — Procedures for testing casing and tubing connections, 2002.
- [8] API RP 5C5, Procedures for Testing Casing and Tubing Connections, 2017.
- [9] 井瀬, 杉野, 杉村, ねじ継手のらせんしゅう動を考慮したメタルシールの気密性能基礎評価, 第 65 巻, *トライボロジスト*, 2020, pp. 770-778.
- [10] N. Matsuki, Y. Morita and H. Kawashima, Evaluation of premium connection design conditions, vol. 73, *ASME ETCE Drilling and Production Symp*, 1985.
- [11] M. Delgado, C. Valencia, M. Sánchez, J. Franco, C. Gallegos, Thermorheological behaviour of a lithium lubricating grease, 第 23 巻, *Tribology Letters*, 2006, pp. 47-54.
- [12] 外尾, 横内, 転がり軸受用グリースの潤滑寿命推定技術, 第 60 巻, *トライボロジスト*, 2015, pp. 314-319.
- [13] A. Anwar, Y. Gorash, W. Dempster, Effect of high temperature on structural behaviour of metal-to-metal seal in a pressure relief valve, *23rd International Conference on Fluid Sealing 2016*, 2016, pp. 121-132.
- [14] 佐藤, 門謙, 金属ガスケットを適用した異材フランジの高温運転時における挙動の非弾性有限要素解析, 第 44 巻, *圧力技術*, 2006, pp. 143-152.
- [15] K. Inose, M. Sugino and J. Sugimura, Fundamental Evaluation of Sealability of Greased Metal-to-Metal Seal on Premium Threaded Joints at High Pressure and High Temperature, vol. 16, *Tribology Online*, 2021, pp. 192-198.

4. 高圧ガス密封試験中のメタルシール面のその場観察

4.1. 本章の目的

前章ではメタルシール面の摺動や高温環境におけるグリースの熱劣化を模擬した基礎試験によって、各因子が密封性能に及ぼす影響を評価した。その結果、本研究で対象としているメタルシールが密封性能を発揮するためにはグリースは必須であり、その種類や劣化状態などによって密封性能が大きく左右されることが分かった。本章では、微視的なすき間が存在するメタルシールの接触界面においてグリースが実際どのように作用して密封性能を発揮しているのかを明らかにすることを目的とし、高圧ガスの密封試験中のメタルシール面のその場観察を行った。

4.2. 試験方法

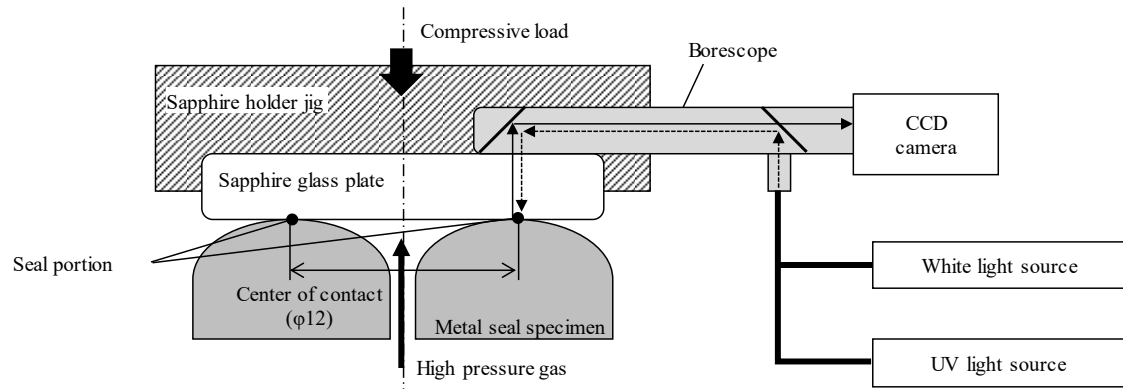
4.2.1. 試験装置および試験片

Fig. 4-1 に本章で用いたその場観察装置の試験評価部の模式図を示す。試験片のシール面形状の組み合わせは第2章の Fig. 2-4 で示したリングオンディスク型試験片と同じとした。すなわち、L80 鋼製とした下試験片（本章では以後、メタルシール試験片と呼ぶ）のメタルシール面形状は軸心から半径方向に 6.0 mm の位置に頂点を有する円弧の軸回転対称面とし、旋削仕上げとした。リングオンディスク型試験片の上試験片に相当する側には研磨仕上げとしたサファイアガラス板を設置した。

試験ではまずグリースを塗布したメタルシール試験片にサファイアガラスを所定の荷重で押し付けて接触中心が $\phi 12$ mm となるシールを形成した。このシール接触部の一部を、サファイアガラス板の上面に挿入したボアスコープにより観察した。本ボアスコープは同軸照明機構を備えており、光源には白色光源または公称波長が 375 nm の紫外線(UV)光源を用いた。

グリースは油井管ねじ継手用の Grease A を用いた。蛍光観察によりグリースの基油部分を可視化するため、Grease A にはあらかじめ市販の蛍光剤(SPECTRONOCS 製, OIL-GLO 44)を 0.1 mass% 添加した。なお、本蛍光剤の添加が Grease A の密封性能に影響しないことはあらかじめ確認している。

Longitudinal cross sectional view



Transverse cross sectional view (seal surface)

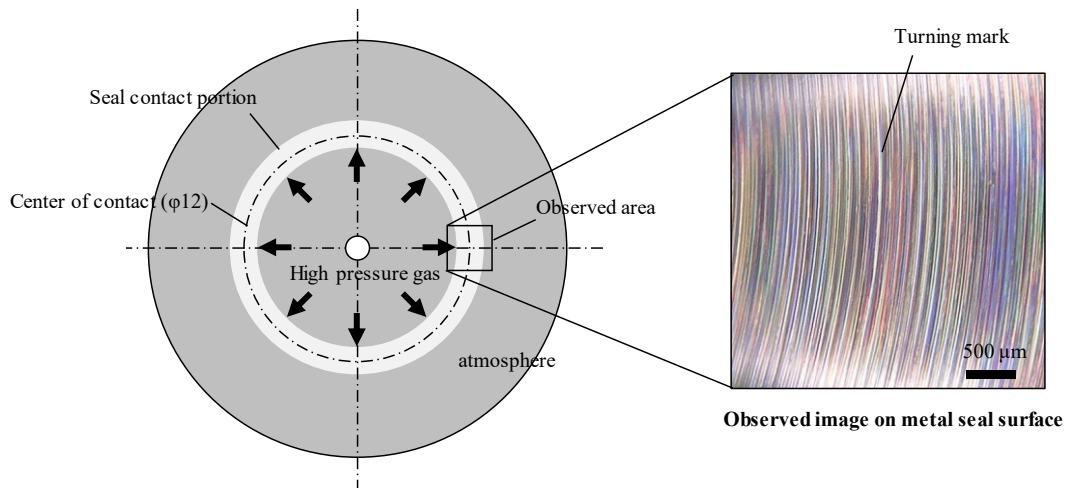


Fig. 4-1 Schematic drawing of *in-situ* observation method of a metal seal surface during gas tightness tests

4.2.2. メタルシール試験片とサファイアガラス板の接触状態

Fig. 4-2 に弾塑性 FEM 解析によりメタルシール試験片とサファイアガラス板を押し付けたときの最大接触圧力を評価した結果を示す。本 FEM 解析ではサファイアガラス板をヤング率 470.0 GPa, ポアソン比 0.3 の弾性体としてモデル化した。

弾塑性 FEM 解析によって得られた 25.0 kN の押付力を負荷したときの最大接触圧力は 894.3 MPa であり, これは Fig. 2-7 で示したリングオンディスク試験片を 60.0 kN で押し付けたときの値とほぼ同等である。Fig. 4-3 は同じく弾塑性 FEM 解析により得られたシール接触幅を示しており, 25.0 kN の押付力を負荷したときの接触幅は約 1 mm であった。なお,

荷重増加に伴って接触幅が階段状に上昇しているのは、用いた弾塑性 FEM 解析モデルのメッシュサイズの影響によるものであり、実際の接触幅は押付力の増加に伴って連続的に変化するものと考えられる。

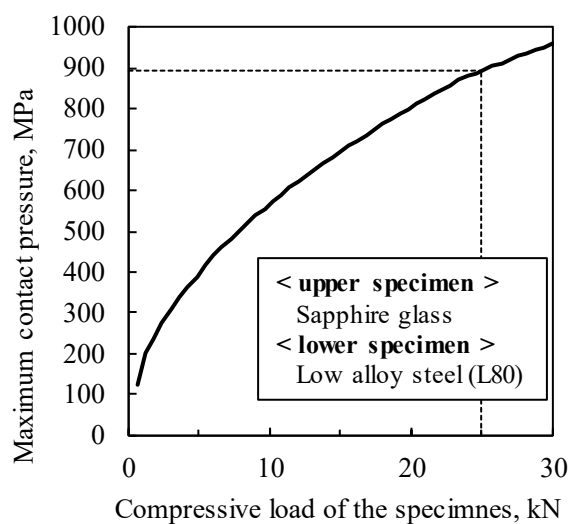


Fig. 4-2 Relationship between maximum contact pressure of the seal and compressive load

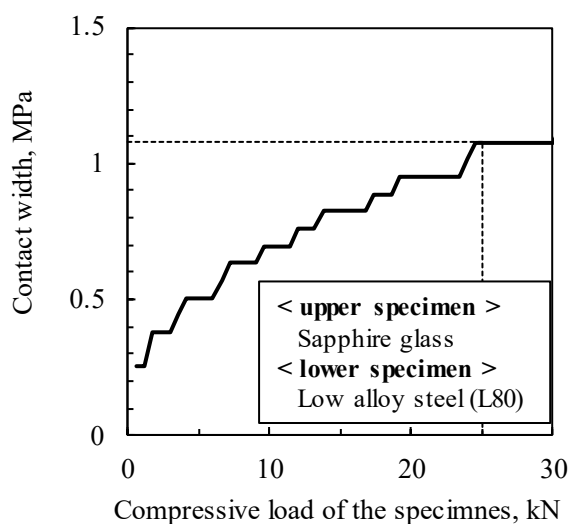


Fig. 4-3 Relationship between contact width of the seal and compressive load

4.2.3. メタルシール面のその場観察試験の要領

試験では Grease A を塗布したメタルシール試験片にサファイアガラス板を単純に押し付けてシールを形成する単純押し付け試験と、サファイアガラスを回転させながら押し付ける回転摺動試験を実施した。試験での押付力とガス圧の負荷要領を Fig. 4-4 に示す。回転摺動試験における摺動速度および摺動時間はそれぞれ 2.4.1.1.目で示した FMU 回転摺動試験の条件と同じく 25.1 mm/s および 9.0 s とし、押付力は 9.0 s で 1.0 kN から 25.0 kN まで 2.67 kN/s で線形に増加させた。

次いでこの試験押付力を保持した状態で、メタルシール試験片とサファイアガラス板の間にできる閉空間に 150 MPa のガス圧を負荷した。最後に 150 MPa のガス圧を保持したまま押付力を 0.04 kN/s で漸減する定圧密封試験を実施し、密封状態からリークに至る過程のシール接触部の様子をその場観察した。なお、後述するガス圧の急速減圧(瞬時リーク)より前にはスローリークが発生していないことは試験評価部に設置したヘリウムリークディテクタにより確認している。

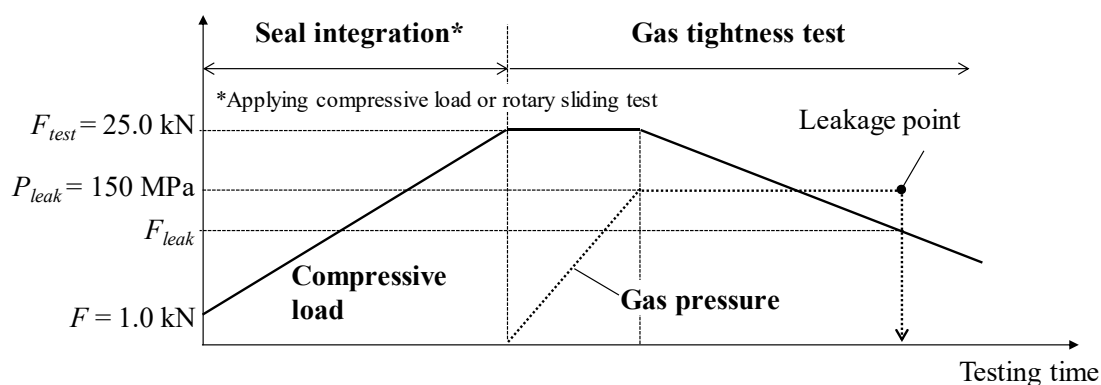


Fig. 4-4 Load diagram of the gas tightness tests for *in-situ* observation of a metal seal surface

4.3. メタルシール面のその場観察結果

4.3.1. 押し付け荷重の増加に伴うシール接触状態の変化

Fig. 4-5 に Grease A を塗布したメタルシール試験片にサファイアガラスを単純に押し付けて押し付け荷重を増加させたときのシール接触部の観察結果を示す。観察は照射する光源を切り替えながら実施しており、Fig. 4-5 (a) ~ (c) に示した白色光を照射して通常観察した結果と、Fig. 4-5 (d) ~ (f) に示した UV 光を照射して蛍光観察した結果は対応している。各観察像の中央付近に示した一点鎖線はシール接触中心の位置を示しており、一点鎖線の左側がガス圧を負荷する高圧側である。観察像中のリング状の模様は観察用照明の映り込みである。

Fig. 4-5 (a) などで複数確認できる銅色の粒子は Grease A に含有される銅粒子であり、同

図の黒い部分は同じく Grease A に含有されるグラファイトや鉛、亜鉛の粒子、あるいはメタルシール面の旋削痕とサファイアガラス板の接触部であると考えられる。Fig. 4-5 (b) および (c) は押付力を負荷したときのシール接触部の様子を示しているが、シール面間にはグリースに含有される粗大な固形粒子が大量に挟まっていることがわかる。

Fig. 4-5 (d) ~ (f) に示した蛍光観察像において、黄色く見えている箇所が基油の存在箇所を示している。基油に由来するこの黄色蛍光の強度は油膜厚さに応じて増減するが、基油が存在しても油膜厚が非常に薄く発光強度が小さいものは本観察装置では捉えられていない可能性があるため、黄色蛍光が確認できない部分にも少量の基油が存在している可能性がある。また、本観察では増ちょう剤から分離して単体で存在している基油と、増ちょう剤の網目構造の内部に含有されてベースグリースとして存在している基油の違いを分別することはできない。なお、本研究においてベースグリースとは主に基油と増ちょう剤からなり粗大な固形粒子を含まないグリースのことを指し、粗大な固形粒子を含有する Grease A においては固形粒子を除いた部分をベースグリースと呼ぶこととする。

蛍光観察像からは押付力増加に伴うグリース基油の存在領域の減少、すなわちシール接触幅の増加が確認できた。メタルシール試験片とサファイアガラス板を軽く接触させた Fig. 4-5 (d) では、観察部のほぼ全域から黄色蛍光が確認できることから一定の油膜厚があるといえる。次に、押付力を $F = 1.0 \text{ kN}$ まで増加させるとグリース基油がシール接触中心(図中一点鎖線部)から左右の低接触圧力部に向かって流動する様子が観察され、Fig. 4-5 (e) に示すように接触部とみられる黒い箇所が増加した。さらに押付力を $F = 25.0 \text{ kN}$ まで増加させると接触中心近傍ではグリース基油に由来して黄色く見える箇所はほとんど消失し、その幅は約 1.5 mm であった。これは Fig. 4-3 に示した弾塑性 FEM 解析によって得た接触幅よりも 1.5 倍程度大きい値である。この差が生じたのは本 FEM 解析では Grease A に含有される軟質重金属粒子の影響を考慮せず“硬い”接触モデルを用いたためであると考えられる。

以上の観察結果より、Grease A を塗布したメタルシール面をサファイアガラス板に単純に押し付けてシールを形成した場合、シール接触部には粗大な固形粒子が大量に挟まっており、接触部の基油の存在割合はバルクの状態よりも大幅に減少していることが分かった。

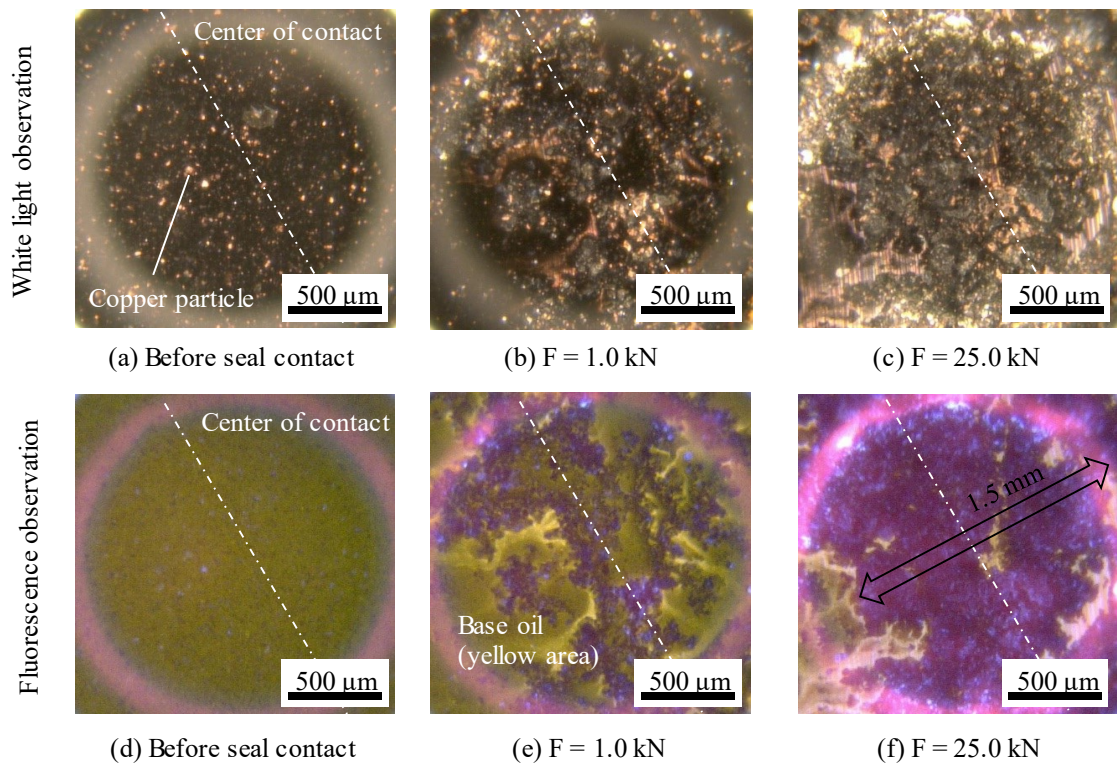


Fig. 4-5 Change in the contact conditions of the non-sliding metal seal surface coated with Grease A

4.3.2. シール面摺動に伴うシール接触状態の変化

Fig. 4-6 に $F = 25.0 \text{ kN}$ で単純に押し付けて得た未摺動メタルシール面 (Fig. 4-5 (c) (f)) と押付力を $F = 25.0 \text{ kN}$ まで増加させながら回転摺動させて得た摺動後メタルシール面の観察結果の比較を示す。

Fig. 4-6 (b) および (d) に示した摺動後メタルシール面では接触中心付近に Grease A に由来する固形粒子が摺り込まれて黒く変色した様子がみられたものの、未摺動メタルシール面でみられた粗大な固形粒子の存在は確認できなかった。また、Fig. 4-6 (d) に示した蛍光観察像では基油に由来する黄色発光はほとんど確認できなかった。これはシール接触部近傍での油膜厚さが極めて薄いことを意味している。

これらのことから、シール面間の粗大なグリース含有固形粒子が摺動により延展または微細化されたことにより、摺動後のシール接触部の平均隙間が未摺動の場合と比較して小さくなったと言える。

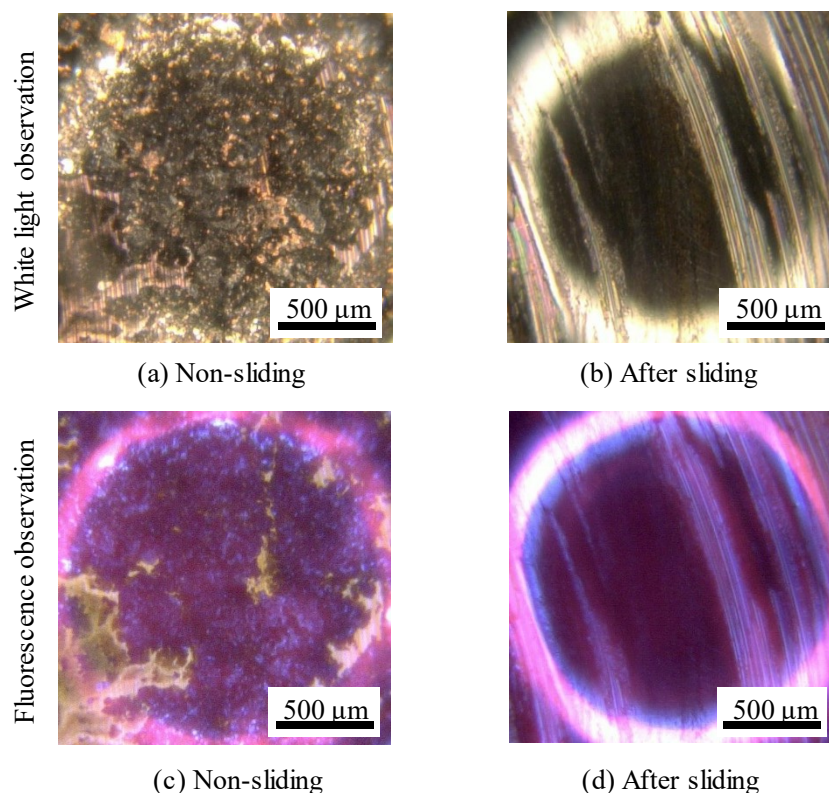


Fig. 4-6 Change in the contact conditions of the metal seal surface with grease by rotary sliding

4.3.3. ガス圧の昇圧に伴うシール接触状態の変化

Fig. 4-6 (a) (c) に示した未摺動シールにおいて、25.0kN の押付力を保持したままガス圧を 150 MPa まで昇圧したときのシール接触状態の変化を Fig. 4-7 に示す。また、同様に Fig. 4-6 (b) (d) の摺動後シールにおいて 150 MPa までガス圧を昇圧したときのシール接触状態の変化を Fig. 4-8 に示す。いずれの場合においても観察は 150 MPa まで昇圧した直後に実施した。また、昇圧時にリークが発生していないことはヘリウムリークディテクタにより確認している。

Fig. 4-7 (a) (b) に示した未摺動メタルシール面の通常観察では、ガス圧の昇圧に伴って図中に白矢印で示した高圧側の領域にグリース由来の固形粒子が流入し黒く変色する様子がみられた。Fig. 4-7 (c) に示した昇圧前の蛍光観察像では、図中白矢印部では主に基油に由来する黄色発光がみられたが、昇圧後の蛍光観察像では Fig. 4-7 (d) に示したように当該部の黄色発光の輝度が低下した。これは、昇圧前のシール面間に存在した一定の隙間は基油により充填されていたが、ガス圧の昇圧によってこの部分の基油の量が減少したことを示している。

本試験では見かけのシール押付力を一定としているため、ガス圧を昇圧した分だけ実質シール押付力が減少することとなる。この時、シール面間の平均隙間は大きくなると考えられるが、高圧側の領域においては、この隙間が広がった部分にグリース含有固形成分が流入

したため、基油の割合が相対的に減少したものと考えられる。

Fig. 4-8 に示した摺動後メタルシール面の観察においては、Fig. 4-8 (c) (d) に示したように、昇圧により特にシール接触部の高圧側で基油に由来する黄色発光の輝度が増加した。これは昇圧によりシール面間の平均隙間が増加し、この隙間を満たす基油の油膜厚が増加したことによると考えられる。Fig. 4-9 は黄色発光の視認性を向上させるために Fig. 4-8 (c) (d) に示した観察像の色調を変化させたものであるが、特に図中の白矢印部において、黄色発光の強度が増加していることがわかる。この部分ではガス圧の昇圧に伴った実質シール押付力の低下によるシール面間の隙間の増加と、この増加した隙間への基油の流入が生じたと考えられる。

(d) に示した観察像の色調を変化させたものであるが、特に図中の白矢印部において、黄色発光の強度が増加していることがわかる。この部分ではガス圧の昇圧に伴った実質シール押付力の低下によるシール面間の隙間の増加と、この増加した隙間への基油の流入が生じたと考えられる。

これらの観察結果より、リーク発生前の密封状態においてもシール面間ではグリースが部分的に流動しており、昇圧に伴ってシール面間の隙間が増加した場合には、その部分にグリースの基油や固形成分が流入していることが分かった。

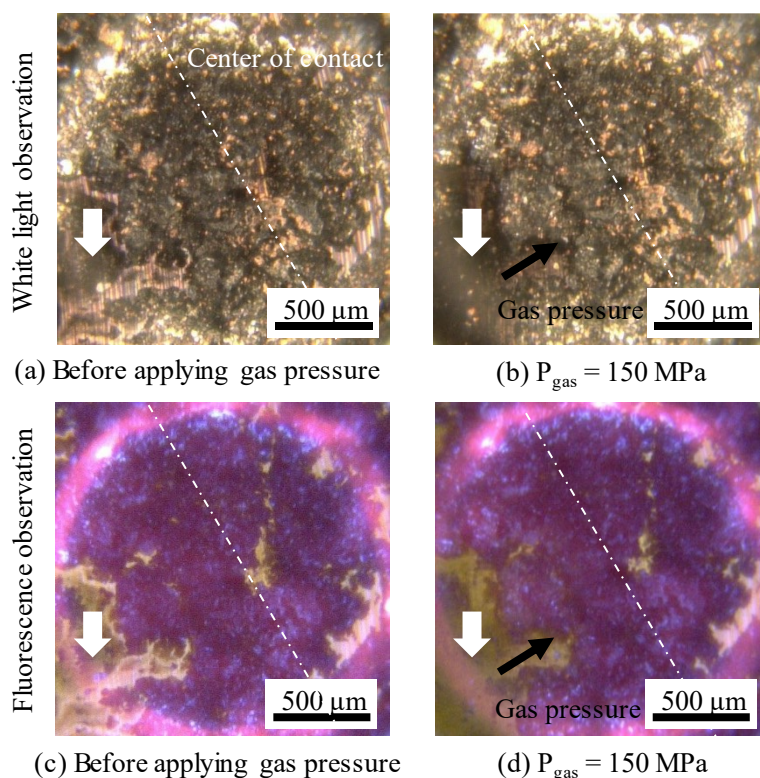


Fig. 4-7 Change in contact condition of a non-sliding metal seal surface by applying gas pressure under seal compressive load of 25.0 kN

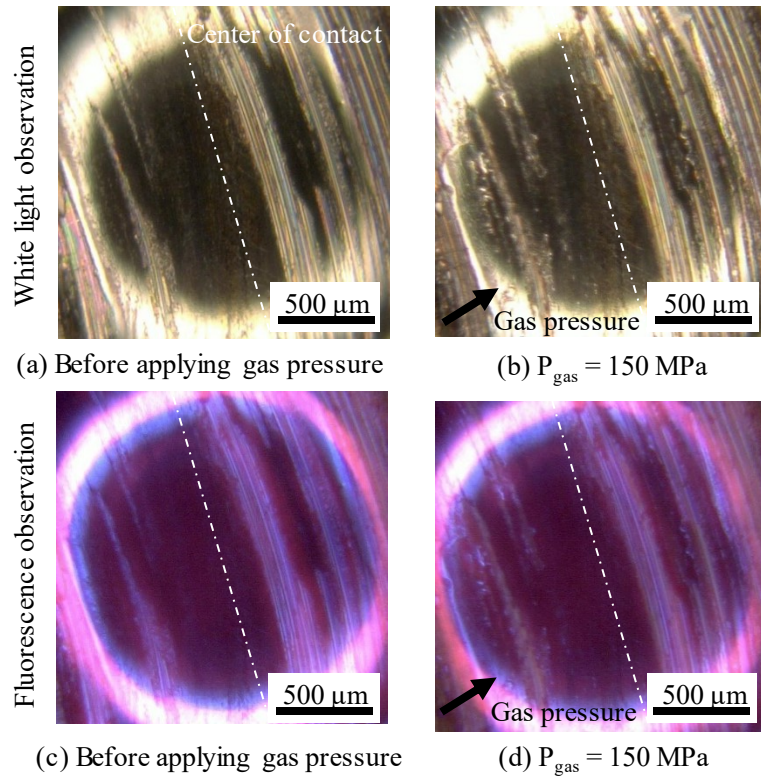


Fig. 4-8 Change in contact condition of the metal seal surface after rotary sliding by applying gas pressure under seal compressive load of 25.0 kN

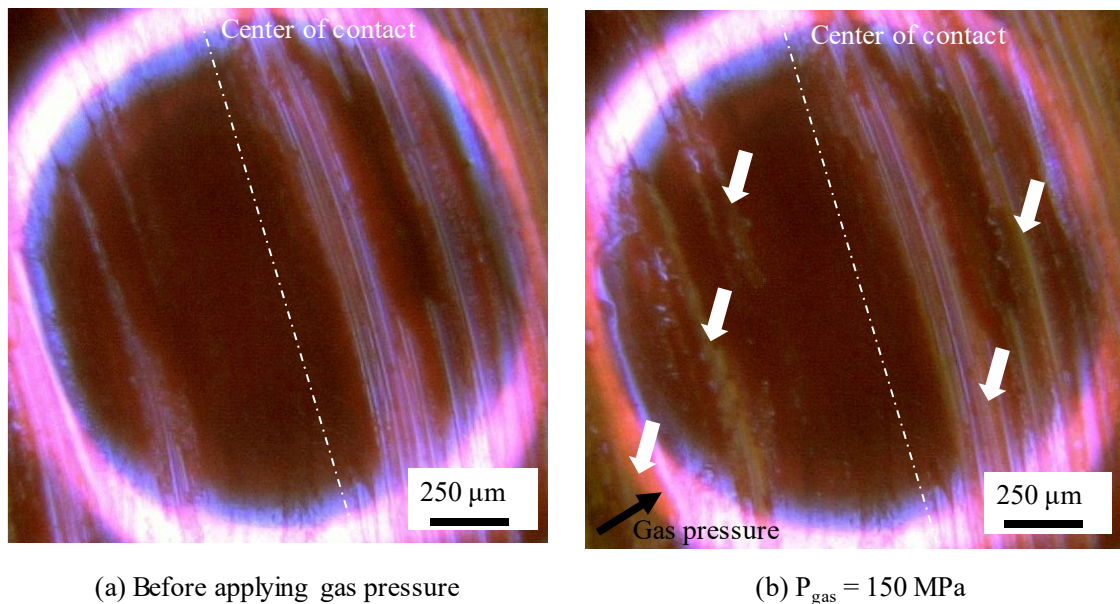


Fig. 4-9 Change in contact condition of the metal seal surface after rotary sliding by applying gas pressure under seal compressive load of 25.0 kN (Fluorescence observation, color tone was changed)

4.3.4. 定圧密封試験中のシール接触状態の変化

4.3.2 項および 4.3.3 項にて示した摺動後メタルシール面は、メタルシール試験片とサファイアガラス板を摺動させて得たものである。しかし、接触圧力分布や摩擦係数などの違いにより、メタルシール面とサファイアガラス板を摺動させて得た摺動後メタルシール面は、メタルシール面同士の摺動により得られるものとは異なる可能性があると考えた。

そこで、本項では Fig. 4-10 に示すようにまず Grease A を塗布したメタルシール試験片を同鋼種で作製した摺動試験片とあらかじめ摺動させた。その後、試験片同士を一旦分離し、グリースが残ったままのメタルシール試験片にサファイアガラス板を押し付けてシールを形成した。メタルシール試験片の形状は前項までと同じとし、摺動試験片は摺動面を平面、表面仕上げをりん酸マンガン処理とした。摺動条件は第 2 章で示した FMU 回転摺動試験と同様に摺動速度を 25.1 mm/s の一定とし、回転摺動中の押付力は 9.0 秒で 1 kN から 60 kN まで線形に増加させた。

Fig. 4-11 にメタルシール摺動後のメタルシール面とサファイアガラス板を 25.0 kN で押し付け、150 MPa までガス圧を昇圧したときの観察結果を示す。Fig. 4-11 (a) に示したメタルシール摺動後のシール面においてもメタルシール面とサファイアガラスを摺動させて得たシール面 (Fig. 4-6 (b)) と同様に、Grease A に由来する粗大な固形粒子は存在せず、摺動によって固形成分が摺り込まれた様子が観察できた。

25.0 kN の押付力を保持した状態でガス圧を昇圧するとグリース基材 (基油または基油と増ちょう剤からなるベースグリース、ここでは便宜的に基材と呼ぶ) が流動を開始し、これに運ばれた粗大な固形粒子が高圧側からシール接触中心付近まで流入する様子が観察された。

ガス圧の昇圧時にはグリース基材は Fig. 4-11 (b) (c) に白矢印で示した方向、すなわち、高圧側ではメタルシール面の旋削痕を横切る試験片の半径方向に、シール接触部では旋削痕に沿った周方向に流動する様子が観察された。このグリース基材の流動によって運ばれた固形粒子が高圧側からシール接触部付近まで流入していくにつれてグリース基材の流動が緩やかになったが、ガス圧が 150 MPa に達した直後にはまだグリース基材の流動が見られた。その後、150 MPa のガス圧を保持した状態で十分時間が経過した Fig. 4-11 (d) の段階では、グリース基材の流動はほぼ停止していた。

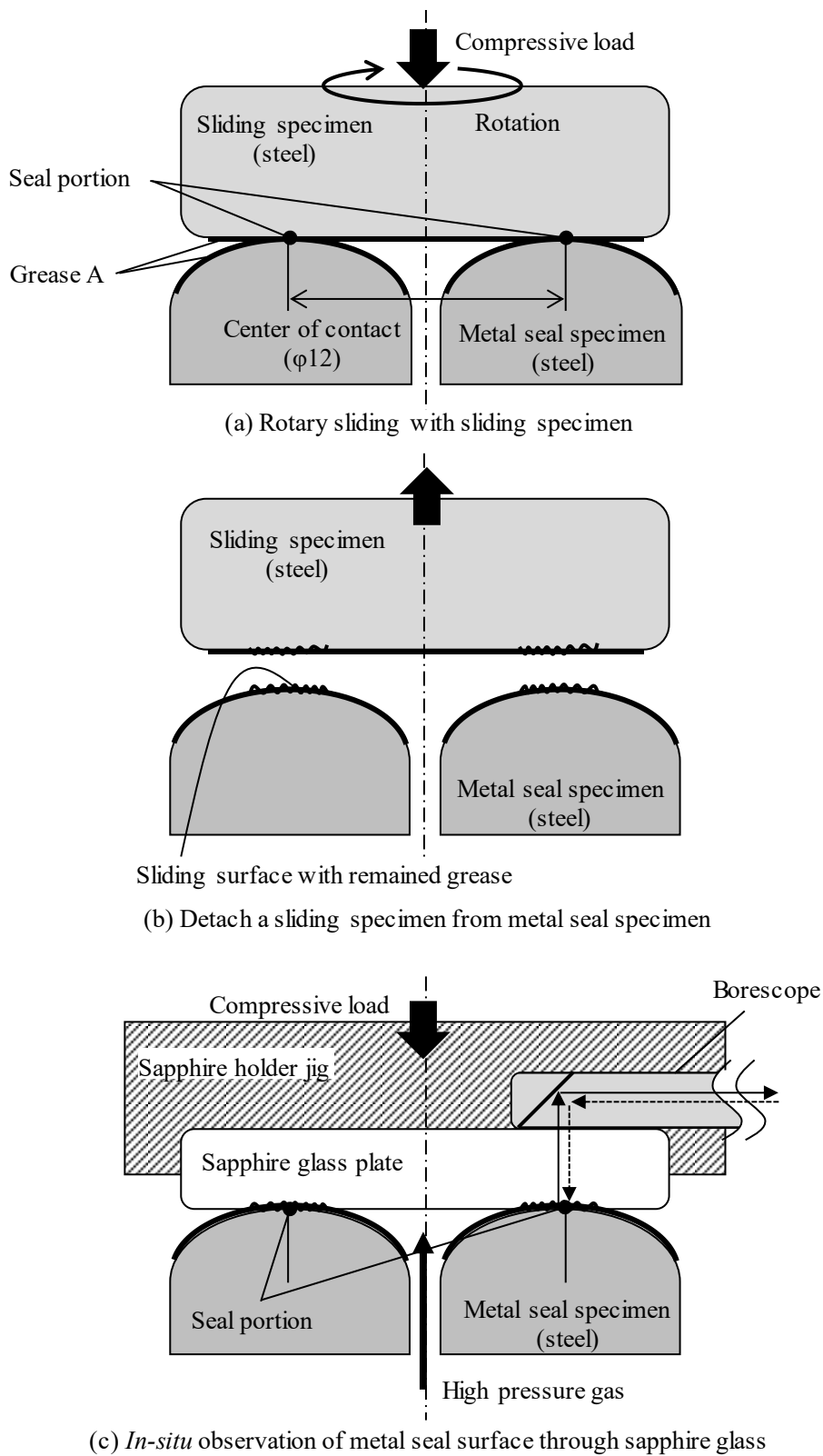


Fig. 4-10 Test procedure of the *in-situ* observation during gas tightness tests after metal seal sliding with Grease A

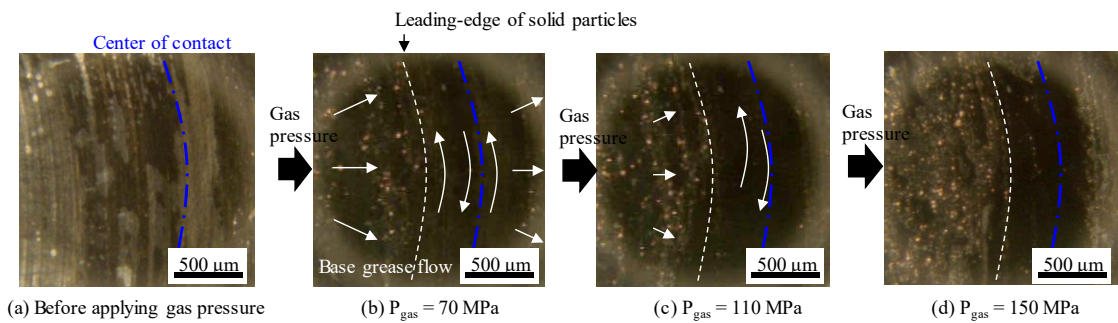


Fig. 4-11 Change in contact condition of seal after metal seal sliding by applying gas pressure under seal compressive load of 25.0 kN

Fig. 4-12 に定圧密封試験中の押付力とガス圧の時間変化を示す。図中にはガス圧によるシール押付力の低下代を考慮した実質押付力も併記した。ここで実質押付力とは試験機のロードセルで測定した見かけの押付力から、ガス圧が負荷されるシール接触部内部の面積とガス圧の積を引いた値とした。押付力によるシール接触幅変化の影響は小さいと考え、ガス圧が負荷される面積は $\phi 12$ mm のシール接触中心の内側の部分として計算した。

リークはいずれも急速にガス圧が減圧する瞬時リークであり、リーク発生時の見かけの押付力は未摺動シールでは 15.0 kN、摺動後シールでは 11.8 kN であり、摺動後シールの方が低い押付力まで密封性能が維持された。

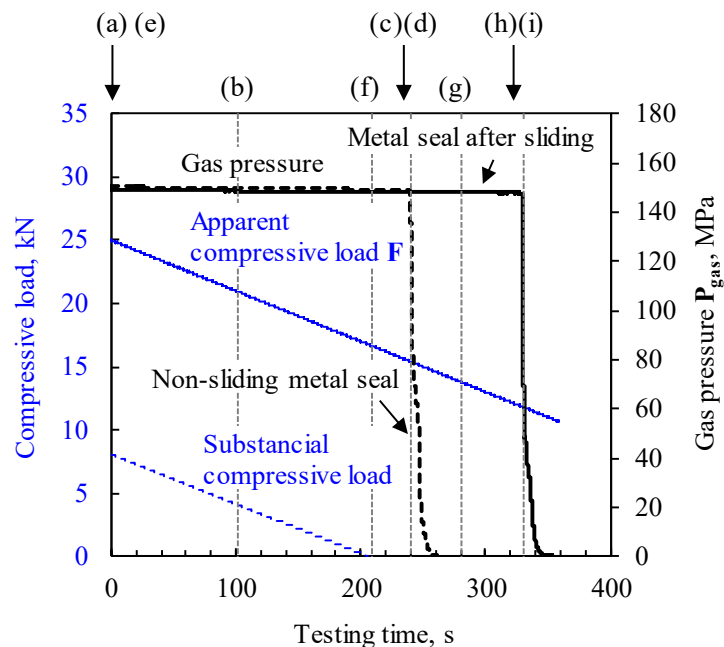


Fig. 4-12 Change in the compressive load and gas pressure during gas tightness tests for the *in-situ* observation

未摺動メタルシール面および摺動後メタルシール面の密封試験中のその場観察結果を Fig. 4-13 に示す。なお、図中の (a) ~ (i) は Fig. 4-12 中に示した (a) ~ (i) の各時点に対応している。未摺動シールの場合、実質シール押付力が約 4.0 kN を下回った (b) の時点でシール接触部のグリース基材が流動を開始したが、固形成分の位置にほとんど変化はなく、リークも検知されなかった。さらに押付力を漸減していくと、高圧側(図左側)からシール接触中心を越えて低圧側(図右側)にグリース基材と一部の固形粒子が流動を始めたが、実質シール押付力が 0 となった時点でもリークには至らなかった。Fig. 4-13 (c) および (d) はリーク発生前後の写真でその間 1/28 秒であるが、シール接触部に存在したグリースの基材および固形粒子がほぼ全て一瞬のうちにシール面から排出された。

摺動後メタルシール面では Fig. 4-13 (e) ~ (g) に示すように、押付力の低下に伴ってグリース含有固形成分が接触中心を越えて低圧側にまで広がる様子が確認できた。そして、最終的には未摺動シールの場合と同じく Fig. 4-13 (h) および(i)に示したように 1/28 秒以下の短時間でグリースがシール接触部から排出されリークに至った。

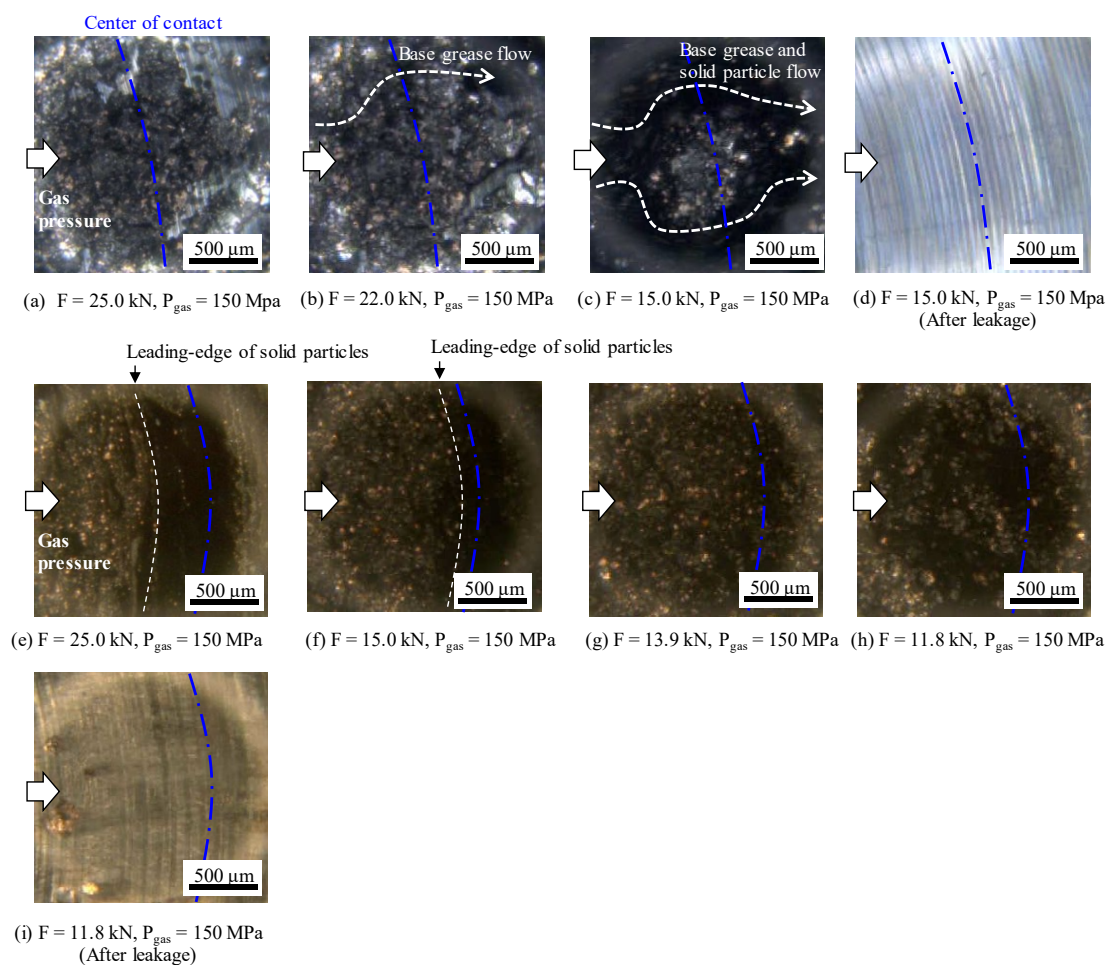


Fig. 4-13 *In-situ* observation (a) ~ (d) on the non-sliding metal seal surface and (e) ~ (i) on the metal seal surface after rotary sliding.

4.4. グリース含有固形粒子の密封性能への寄与

4.4.1. シール面摺動の有無によるグリース含有固形粒子の挙動の違い

Fig. 4-13 (a) ~ (d) に示したその場観察の結果より, Grease A を塗布した未摺動シールの場合には Fig. 4-14 の模式図に示したようにシール接触部に挟まった粗大な固形粒子がシール接触部の隙間形状の大部分を決定し, この隙間にグリース基材や粒度が小さい固形粒子が充填されることで密封性能が発揮されたと考えられる. この時, メタルシールの旋削痕の高さが数 μm であるのに対し, グリース含有固形粒子の粒度の中央値は Fig. 2-18 に示したように 50 μm 程度と大きいことから, 旋削痕の形状よりも, いかに固形粒子同士が密着してリークパスを狭小化できるかが密封性能に大きく影響すると考えられる. また, シール面間の粗大な固形粒子がシール面外に排出されたときにリークに至ったことから, 固形粒子とシール面間の摩擦力が大きいほど固形粒子が高圧ガス荷重によりシール面間から押し出されにくく, 密封性能が向上する可能性がある.

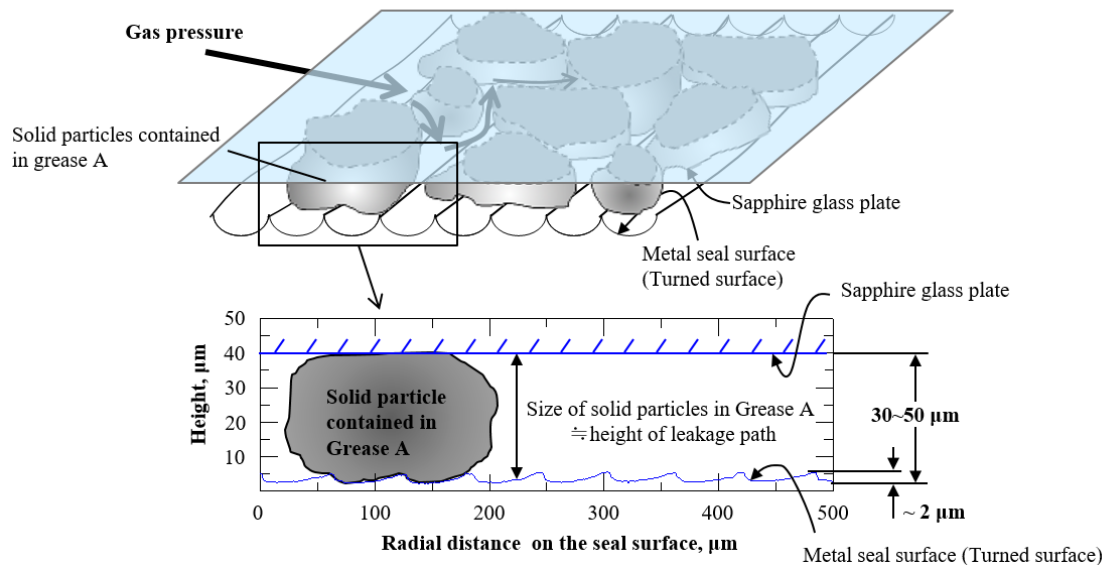


Fig. 4-14 Schematic drawing of the non-sliding metal seal surface coated by Grease A

摺動後シールでは未摺動シールの場合とは異なり, 摺動によりシール面間に挟まった粗大な固形粒子がすりつぶされてシール面同士が直接接触する程度にシール面間の平均隙間が小さくなった. よって, シール形成時のシール面間の隙間は大きくてもメタルシール面の粗さと同じ数 μm 程度のオーダーであると考えられる. このシール接触部では Fig. 4-11 (b) (c) に示したようにガス圧の昇圧時にはグリース基材が主に周方向に流動する様子が観察

された。このことから、シール接触圧力が十分大きい場合には先行研究 [1][2]で示されている知見と同様に、旋削痕に直交したリークパスはほとんど存在しておらず、旋削痕に沿ったリークパスのみが存在していた可能性が高い。

Fig. 4-15 には未摺動シールおよび摺動後シールの接触状態の模式図を示した。摺動後シールにおいてガス圧を昇圧していくと、まず Fig. 4-15 (b) に示したようにグリース基材が旋削痕に沿った高さ数 μm の周方向隙間を流動する。さらにガス圧を昇圧すると圧力勾配の増加や、上記の周方向隙間の高さの増加、さらに旋削痕に直交した径方向のパスの形成などが生じ、基材の流速や流量が増加したと考えられる。

基材の流速や流量の増加に伴って周囲の固形粒子も流されることとなるが、この時、シール面の隙間よりも粒度が大きい大半の固形粒子は Fig. 4-15 (c) に示したようにシール接触部の高圧側の隙間に凝集していくこととなる。この固形粒子の凝集により実際にガス圧に晒されるシールの面積が縮小すれば、ガス圧による実質シール押付力の低下の抑制が期待できる。また、固形粒子の凝集部の隙間は小さく複雑な流路形状を有していると考えられるため、グリース基材がこの部分を通る際に大きな圧力損失が生じ、実際のシール接触部に負荷される圧力が低減される効果も期待できる。すなわち、この高圧側の隙間に凝集した固形粒子が補助的なシールとして機能することで、基材の流動が停止し密封状態に至ったと考えられる (Fig. 4-15 (d))。

摺動後シールにおいて、シール押付力の低下によりシール面間の平均隙間が増加すると、その隙間の大きさに応じた粒度の固形粒子がシール中央付近にまで徐々に侵入し、リーク発生の直前には Fig. 4-15 (a) に示した未摺動シールとほぼ同じ状態になっていると考えられる。しかし、摺動後シールでは未摺動シールと比較して初期のシール平均隙間が小さい分だけ密封性能が高くなったと考えられる。

以上をまとめると、油井管ねじ継手用のグリースに含有される固形粒子は密封性能を向上させるための 2 つの機能を有しているといえる。一つは摩擦力などによってシール面間にとどまり、高圧ガスによるグリースの排出を抑制する機能、もう一つは高圧側の隙間に凝集して補助シールを形成する機能である。グリース基材の流動抵抗による密封効果に、固形粒子のこれらの機能が加わることで、油井管ねじ継手用のグリースでは超高压のガスに対する密封性能が得られていると考えられる。

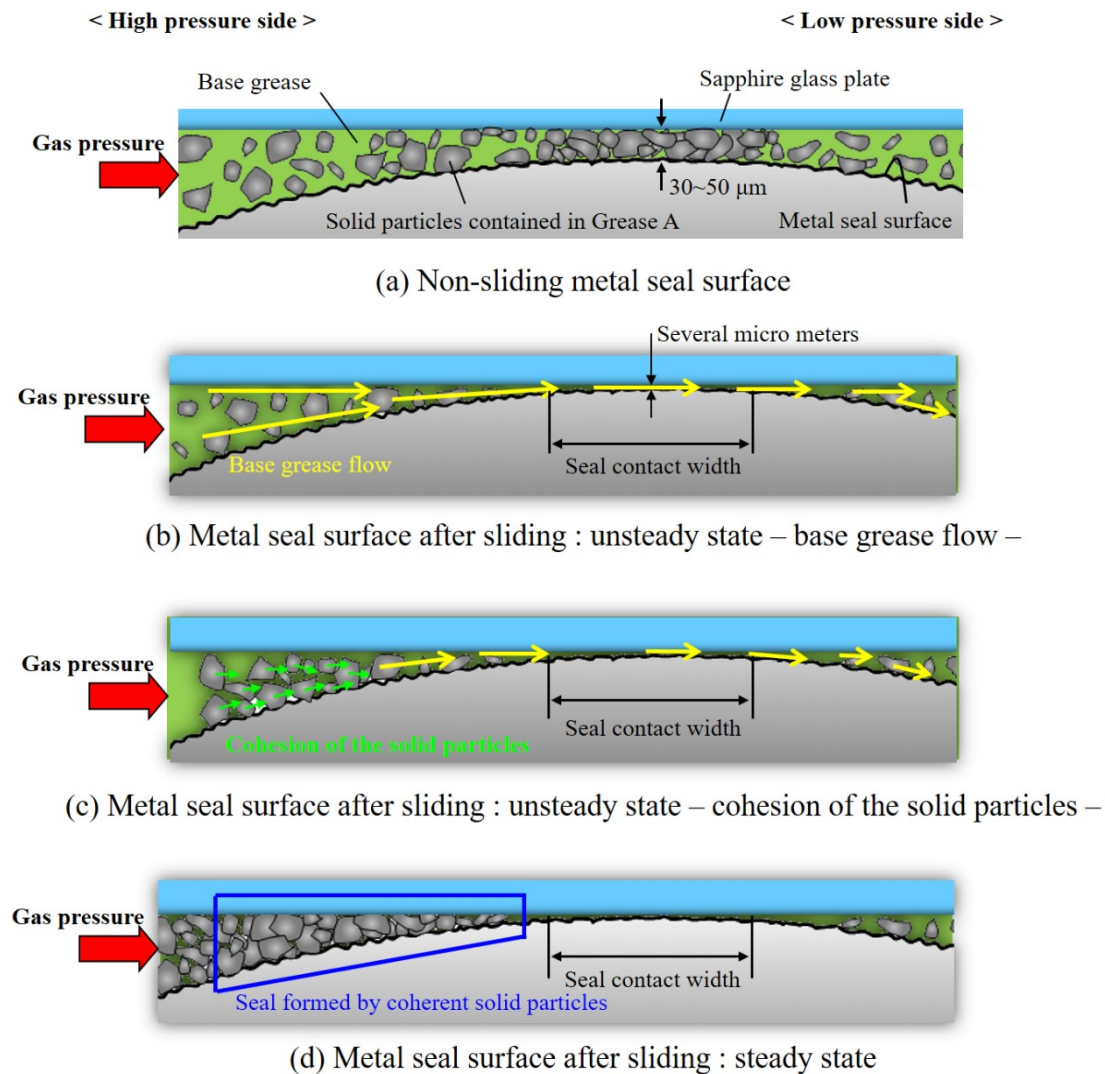


Fig. 4-15 Schematic drawing of the possible gas tightness mechanisms by metal seal coated by Grease A based on the *in-situ* observation results

4.4.2. グリース含有固形粒子の有無が密封性能に及ぼす影響

前項までの結果により、グリース基材の流動性や Grease A に含有される固形粒子が本メタルシールの密封性能に大きく寄与している可能性が示唆された。そこで本項では固形粒子を含有しない汎用グリースを用いた密封試験を実施し、グリースの流動性や固形粒子の含有有無の違いが密封性能に及ぼす影響を確かめた。

評価に用いたグリースを Table 4-1 に示す。前述の油井管ねじ継手用の Grease A および Grease B に加え、固形粒子を含まない汎用のリチウム石けん系グリース (Base grease) 4 種類を用いた。これら 4 種類の Base grease に含有されている基油や増ちょう剤の種類は同じであり、その含有割合のみが異なっている。Table 4-1 には流動性を示す指標として各グリースの不混和ちよう度の測定結果も併記した。また、Table 4-2 には各グリースから抽出した基

油の 40 °Cにおける動粘度の測定結果を示した。

Table 4-1 Grease specimens for the evaluation of the solid particle impact on the gas tightness

Specimen	Thickener	Unworked penetration, -	Solid particles in the grease
Grease A	12-Hydroxy lithium stearate	322	Heavy metal particles (66.6 mass%)
Grease B	Calcium soap	328	Inorganic particles (44.4 mass%)
Base grease 1	12-Hydroxy lithium stearate	366	Not containing solid particles
Base grease 2	12-Hydroxy lithium stearate	311	Not containing solid particles
Base grease 3	12-Hydroxy lithium stearate	289	Not containing solid particles
Base grease 4	12-Hydroxy lithium stearate	235	Not containing solid particles

Table 4-2 Base oil specimens extracted from the grease

Specimen	Dynamic viscosity, mm ² /s (40 °C)
Base oil of Grease A	155.0
Base oil of Grease B	20.2
Base oil of Base grease 1 ~ 4	118.0

これらのグリースおよび基油の密封性能を Fig. 3-2 で示した単純押し付け後密封試験と同じ要領で評価した。Fig. 4-16 は試験押付力を 10.0kN として得た各グリースの密封性能の評価結果を示しており、不混和ちょう度を横軸としてリーク発生圧力を整理した。まず、Base grease の結果に着目すると、密封性能が最も低くなったのは、最もちょう度が大きく流動性が高い Base grease 1 であり、ちょう度が小さく流動性が低い Base grease 2~4 の方が優れた密封性能を有するという傾向がみられた。しかし、Base grease 2~4 の密封性能を比較すると、ちょう度の変化に伴う明らかな密封性能の違いは見られなかった。また、最もちょう度が小さい Base grease 4 では明らかに密封性能が低くなる結果も散見された。これはグリースの流動性が低すぎる場合、ガス圧の昇圧に伴ってメタルシールに新たに生じた隙間にグリースが浸入しにくく、この隙間がそのままリークパスとなったために密封性能が低下した可能性を示唆している。

Base grease1~4 の結果と、固形粒子を大量に含有する Grease A や Grease B との密封性能差と比較すると、ちょう度の違いが密封性能に及ぼす影響はわずかであると言える。ちょう度が同等でも Base grease よりもねじ継手用グリースの方が高密封性能となったのは、前項

にて考察した通りリークパスを狭小化する固形成分の含有有無によるものであると考えられる。

Fig. 4-17 は各グリースから抽出した基油をメタルシール面に塗布した場合の密封性能の評価結果を示しており、基油の動粘度を横軸としてリーク発生圧力を整理した。グリースの密封性能評価の場合と同じく試験押付力を 10.0 kN とした場合、Grease B の基油を塗布した条件では加圧と同時にリークが発生した。そこで、他グリースの基油との密封性能を相对比较を可能とするために、本試験では試験押付力を 20.0 kN とした。Fig. 4-17 より、基油の動粘度が高いほど密封性能が向上する結果となった。

基油単体を塗布した条件 (Fig. 4-17) では試験押付力が 20.0 kN と大きいにも関わらず、リーク発生圧力がグリースを塗布した場合 (Fig. 4-16) よりも総じて低かったことから、基油単体よりも増ちょう剤や固形成分を含んだグリースの方が高い密封性能を有することが分かった。

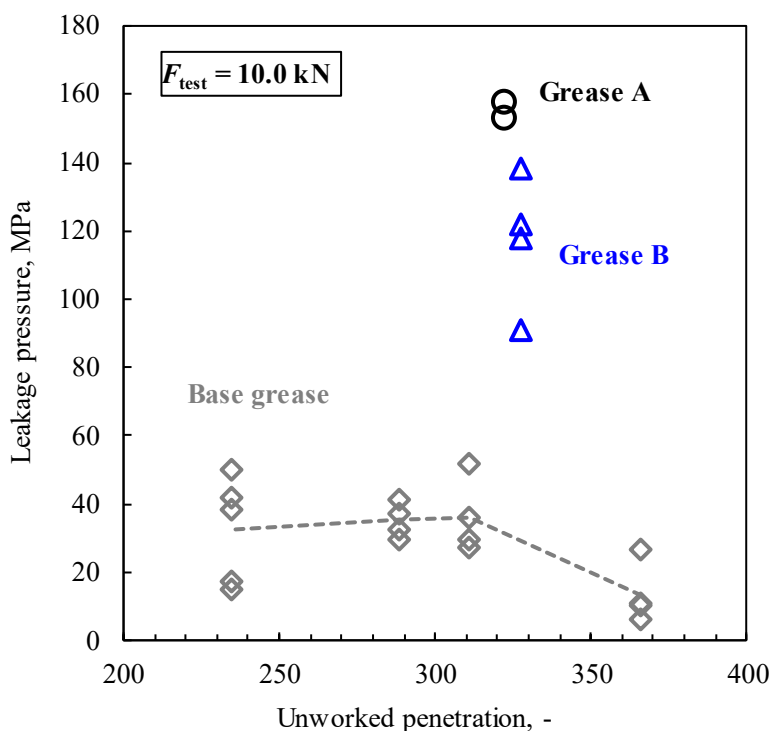


Fig. 4-16 Relationship between leakage pressure and unworked penetration

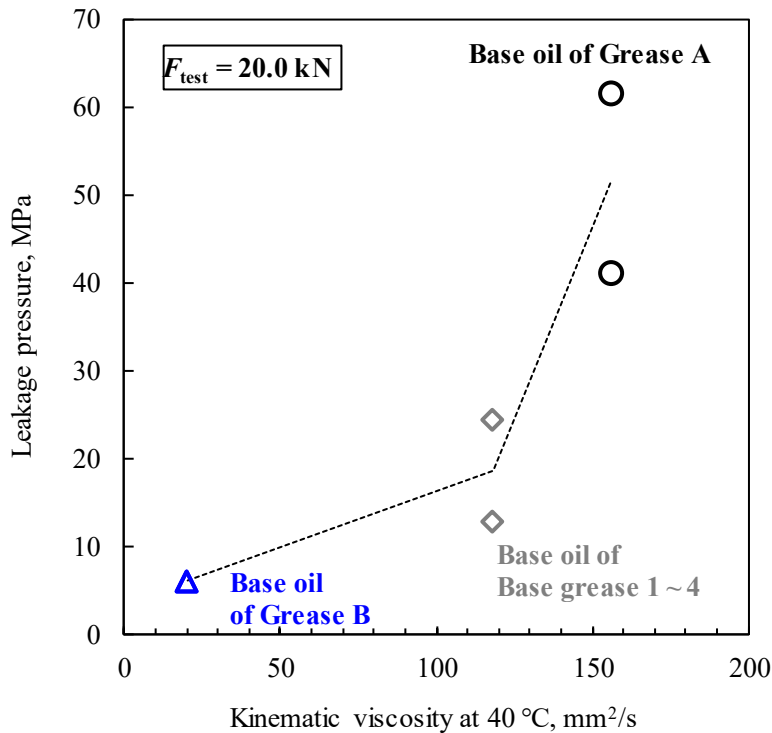


Fig. 4-17 Relationship between leakage pressure and dynamic viscosity of the base oil

4.5. まとめ

本章では、重金属固形粒子を大量に含有する Grease A を塗布したメタルシール面にサファイアガラス板を押し付けてシールを形成し、密封状態からリークに至るまでのシール接触部の様子をサファイアガラス面越しにその場観察した。

その結果、シールを単純に押し付けて形成した場合は粗大な固形粒子がシール面間に存在しているが、シール面を摺動させながらシールを形成した場合は、粗大な固形粒子は存在しておらずシール面の平均隙間が狭小化していることが分かった。

また、シール形成後に高圧ガスを負荷すると、密封状態においてもグリースの基材が流動しており、この基材の流動に伴ってグリース含有固形粒子も運動することが分かった。特に摺動後シールにおいては、グリース含有固形粒子がシール接触部の高圧側の隙間に凝集することで、補助シールとして機能している可能性が示唆された。

シール面摺動の有無によらず、リーク発生の直前にはシール面間には一定の隙間が存在しており、この隙間にはグリースの基材および固形粒子が存在していることが分かった。また、これらのグリース基材や固形粒子が排出された瞬間にリークに至った。これより、シール面に一定の隙間が生じてもその間に存在する固形粒子が摩擦力などによってシール面間にとどまることで、より高圧までグリースの排出が抑制された可能性があると言える。

本章では固形粒子を含有しない汎用グリースを用いた密封試験も実施し、ちょう度が密

封性能に及ぼす影響は小さいことを確認した。また、ちょう度が同等でも固形粒子を含有したねじ継手用グリースのほうが顕著に優れた密封性能を有していることを確認した。

以上のように、大量の固形粒子を含有する油井管ねじ継手用グリースでは、基材の流動抵抗による密封効果に加え、上記の固形粒子の機能が加わることにより超高圧のガスに対する密封性能が得られている可能性が高いことが分かった。

参考文献

- [1] I. Nitta, Y. Matsuzaki, Y. Tsukiyama, M. Horita and S. Sakamoto, Thorough observation of real contact area of copper gaskets using a laser microscope with a wide field of view, vol. 135, *Journal of Tribology*, 2013, p. 041103.
- [2] F. Robbe-Valloire and M. Prat, A model for face-turned surface microgeometry: Application to the analysis of metallic static seals, vol. 264, *Wear*, 2008, pp. 980-989.

5. グリースの物性測定

5.1. 本章の目的

第 3 章では各種密封試験によりグリースの種類の違いや加熱処理の有無，試験温度の違いが密封性能に影響を及ぼすことを示した。また，第 4 章ではグリースに含有される固形粒子が密封性能を大きく向上させることを示した。これらの結果より，グリースを塗布したメタルシールの密封性能や密封機構を議論するためには，塗布するグリースの物性の明確化が必要であると考えた。そこで本章では試験に用いたねじ継手用グリースの基本的な特性や加熱に伴う機械的および化学的な性状の変化を評価し，密封性能との関連を考察した。

5.2. 油井管ねじ継手用グリースの流動特性

5.2.1. 不混和ちょう度

JIS K 2220 の規定に従って測定した Grease A および Grease B の不混和ちょう度を Table 5-1 に示す。測定では 1/4 混和器内にできるだけ静かに充填したグリースに 1/4 円すいを 5 秒±0.1 秒間侵入させ 1/4 円すいをを用いた場合のちょう度 p を得た。この p と換算式 $P=3.75p+24$ を用いて不混和ちょう度 P を得た。使用前の状態ではこれらのグリースの不混和ちょう度はほぼ同じであった。

不混和ちょう度と密封性能の関係をみると，第 3 章の Fig. 3-2 で示した室温での密封試験では Grease A の方が Grease B よりも明らかに高い密封性能を示しており，第 4 章の Fig. 4-16 に示した結果においてもベースグリースの不混和ちょう度による密封性能の差は小さかった。よって，室温においては不混和ちょう度が密封性能に及ぼす影響は限定的であると言える。

次に，高温の使用環境を模擬してこれらのグリースを大気圧下にて 180℃で 12 時間ベーキングした後に不混和ちょう度を測定したところ，Grease A ではちょう度が測定の上限界上回るほど軟化した。一方，Grease B では測定の下限界を下回るほど硬化した。

Table 5-1 Unworked penetration of the greases

Specimen	Unworked penetration, -	
	Before baking	After Baking
Grease A	322	Immeasurable*
Grease B	328	Immeasurable**

* Penetration exceeded a measureable range because of grease softening after baking.

** Penetration exceeded a measureable range because of grease hardening after baking.

5.2.2. 離油度

JIS K 2220 に従って測定した Grease A の離油度の温度変化を Fig. 5-1 に示す。測定ではまず金属網円すいろ過器の先端から約 35 mm の位置までグリースを充填した。次にこのろ過機を収めたビーカーを所定の温度 ± 0.5 °Cに保持した恒温槽内に設置し、24 時間で離油した質量を測定した。測定温度は 25 °C, 80 °C, 100 °C, 120 °C, 150 °C, および 180 °C の 6 水準とした。Grease A では 150 °C 以上で離油度が増大し、180 °C での離油度は約 49 mass% であった。

第 3 章の Fig. 3-26 に示した Grease A の高温密封試験の結果では昇温に伴う密封性能の低下は試験温度が 125 °C 以上の場合に大きくなることを示したが、これは離油度が増大する温度域とほぼ対応していることがわかった。

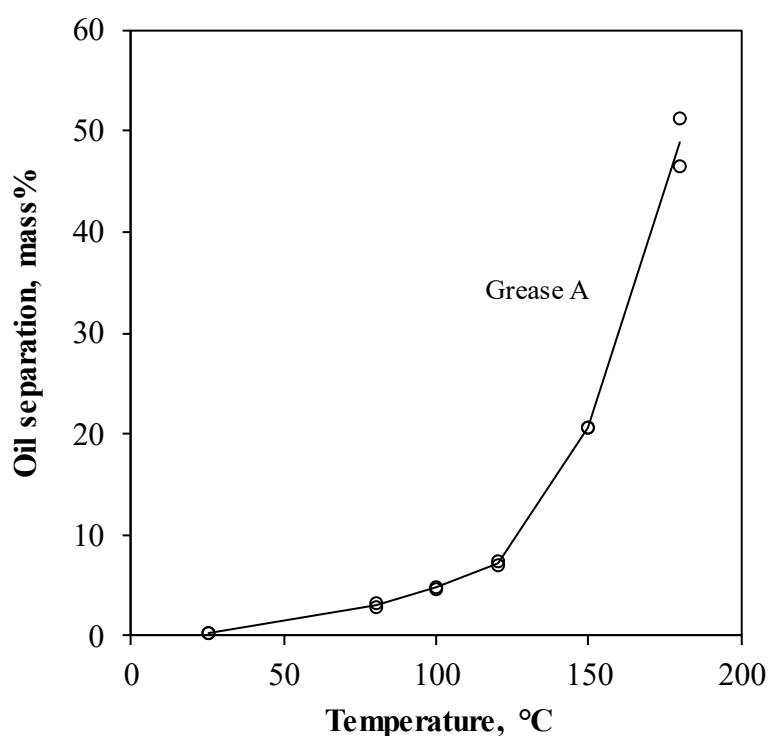


Fig. 5-1 Oil separation of Grease A

5.2.3. 基油の動粘度

Grease A および Grease B から抽出した基油の動粘度の測定結果を Fig. 5-2 に示す。基油は溶剤に分散させたグリースから遠心分離とろ過によって固形分を分別した後、ろ液を濃縮することにより得た。測定は JIS K 2283 の規定に従って実施し、ガラス製毛管式粘度計内を基油が自然流下するのに要した時間から動粘度を算出した。

Fig. 5-2 には破線にて式 (5-1) で示した Walther-ASTM の式による動粘度の近似曲線も示した。

$$\log\log(\nu + a) = b - m\log T \quad (5-1)$$

ここで、 ν はグリース基油の動粘度 [mm²/s], T は温度 [K]である. a , b , および m は定数であり, Grease A の基油の場合は $a = 0.7$, $b = 9.74$, $m = 4.16$, Grease B の基油の場合は $a = 0.7$, $b = 10.71$, $m = 3.85$ とした.

測定した範囲では, Grease A の基油の動粘度の方が Grease B よりも高かった. また, いずれのグリースの基油でも温度の上昇に伴って動粘度が単調減少した.

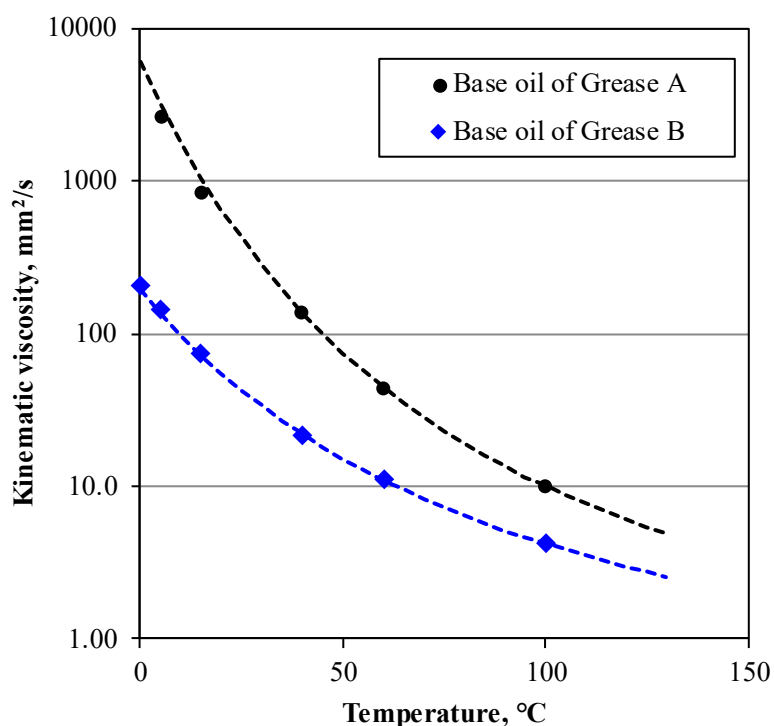


Fig. 5-2 Kinematic viscosity of the grease base oil ([1] に Grease B の結果を追記)

5.2.4. グリースおよび基油の圧力粘度係数

高圧下では潤滑油をはじめとする液体の粘度が上昇することが知られており [2] [3], 高圧ガスが負荷された高接触圧力下のメタルシール面間に存在するグリースやグリースの基油の粘度は大気圧下とは異なる可能性が高い. そこで, Fig. 5-3 に示した高圧粘弾性測定機 [4]を用いてグリースおよびグリース基油の圧力粘度係数を測定した. 本測定におけるオリフィス形状は $\phi 0.27 \times 7.22$ とした.

測定では高圧円筒に充填した試料を上部プランジャーにより定速加圧し, プランジャー荷重をシリンダー断面積で割った高圧円筒圧力と, オリフィス通過後のゲージ圧力を記録した. これらの圧力値と試料の大気圧下における物性値から圧力粘度係数を見積もった [4]. また, 測定温度は 293 K, 313 K, 333 K の 3 水準とした.

本測定で得たグリースおよびグリース基油の圧力粘度係数を Fig. 5-4 に示す。いずれのグリースにおいても、測定温度によらずグリース自体の圧力粘度係数は基油よりも高かった。また、Grease A の基油での測定結果を除けば、圧力粘度係数は温度が上昇するにつれて低下する傾向があった [4]。

Grease A ではグリース自体の圧力粘度係数、および基油の圧力粘度係数がともに Grease B よりも高く、パラフィン系鉱油における 19.6 GPa^{-1} やオレフィン系鉱油における 25.7 GPa^{-1} といった測定例と比較しても高い値を有していることが分かった。

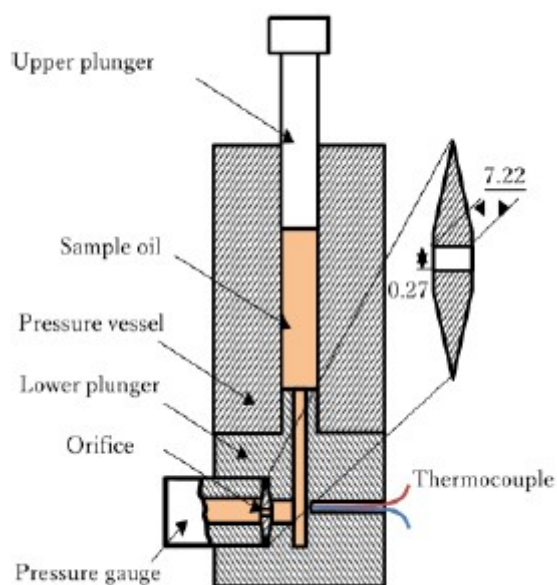


Fig. 5-3 Schematic drawing of the high pressure viscometer [4]

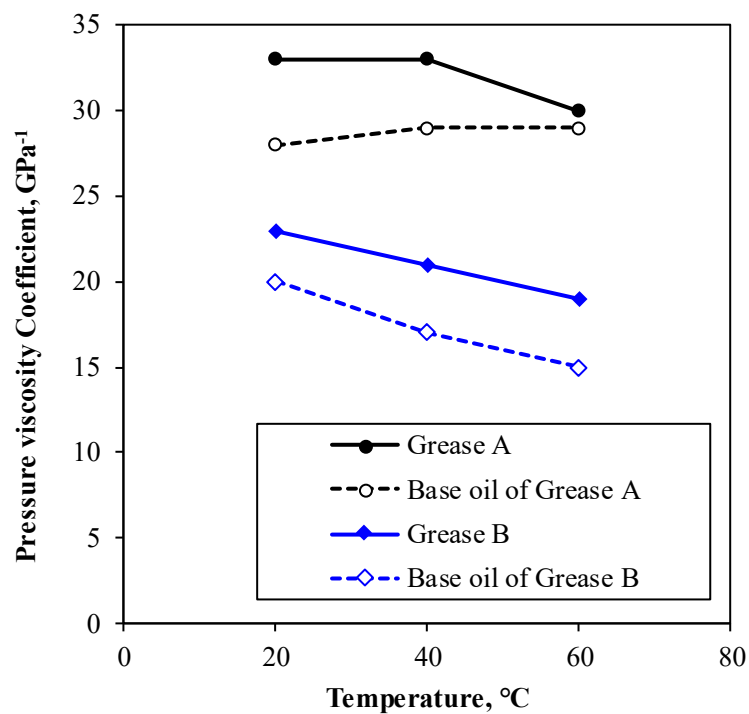


Fig. 5-4 Pressure viscosity coefficient of the grease and base oil [4]

Table 5-2 は GC×GC-TOFMS により各グリースの基油の炭化水素の構造を分析した結果を示している。これより Grease A の基油には一般に圧力粘度係数が高いとされる多環ナフテンが 15.9 vol%含まれていることが分かった。

一方, Grease B にはエステル化合物が 46.7 vol%含まれていた。エステル系合成油は圧力粘度係数が低いとされており [5][6], 本分析により Fig. 5-4 に示した圧力粘度係数の傾向に整合する結果が得られた。

Table 5-2 Components of base oil in each grease

Specimen	Components of base oil	vol%
Grease A	paraffin / olefin / naphthene	84.2
	polycyclic naphthene	15.9
Grease B	paraffin / olefin / naphthene	53.9
	ester compound - 1	21.4
	ester compound - 2	25.3
	aromatic hydrocarbon	1.4

室温大気圧下での基油の動粘度，および圧力粘度係数はいずれも Grease A の方が Grease B よりも大きかった．これは室温において Grease A の密封性能が Grease B よりも優れるという密封試験結果 (Fig. 3-2) と整合する結果であった．一方，5.2.1 項で述べたようにグリースの不混和ちょう度が密封性能に及ぼす影響は限定的であった．以上のことより，グリースの基油の流動特性が室温での密封性能の支配因子の一つであると言える．

5.2.5. グリースの粘弾性特性

5.2.1 項～5.2.4 項ではグリースやグリース基油の静的な流動特性の測定結果を示した．一方，第 4 章に示したように密封状態からリークに至る段階ではメタルシール面間においてグリースは流動していることから，密封現象を議論する上ではこれらの動的な流動特性を把握することも重要である．

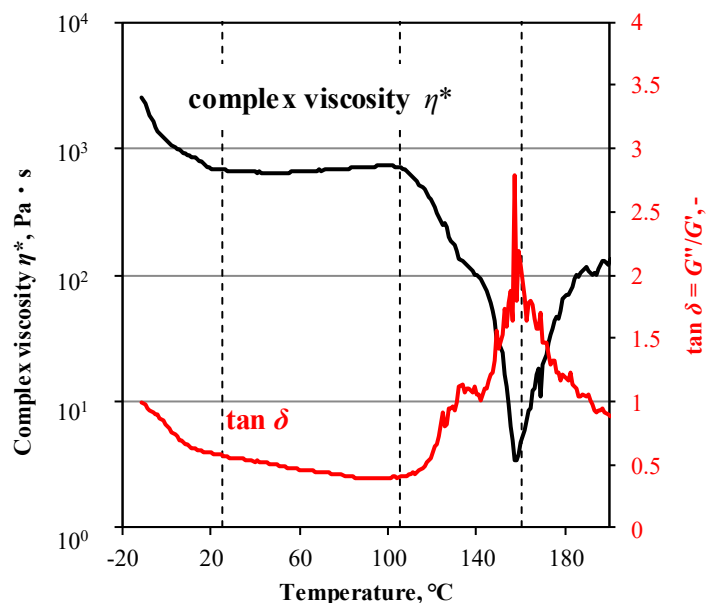
そこで本項では動的ずり粘弾性測定および定常流粘度測定により，グリースの粘弾性特性の温度依存性や周波数依存性，および流動を開始する際の降伏応力を評価した．評価にはφ25 の平行プレートを用い，プレート間距離はプレートに垂直抗力が作用しないように制御しながら測定を実施した．

5.2.5.1. 温度依存性

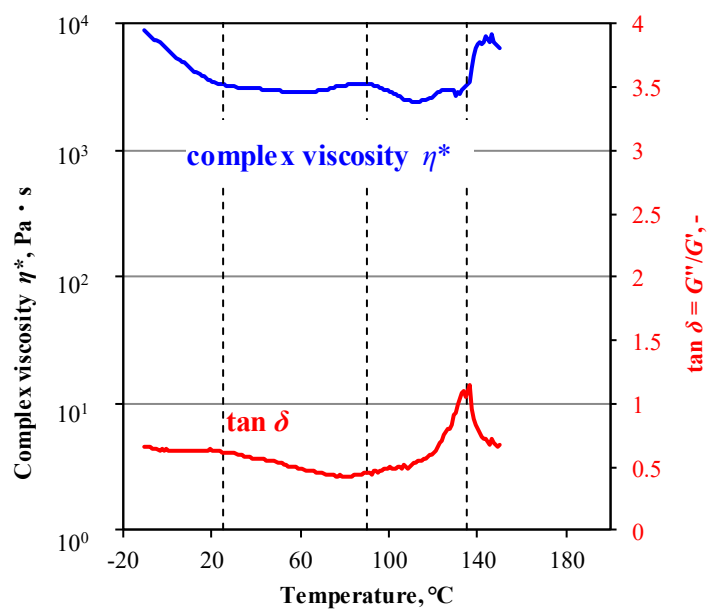
Fig. 5-5 に測定温度を-10℃から 200℃まで変化させたときの Grease A と Grease B の粘弾性特性の変化を示す．本測定では昇温速度を 3℃/分，プレートのずり振動の周波数を 1 Hz とした．測定雰囲気は窒素ガスとし，複素粘度 η^* および損失正接 $\tan \delta$ を計測した．なお損失正接 $\tan \delta$ とは損失弾性率 G'' と貯蔵弾性率 G' の比であり，弾性項を基準としたときの粘性項の大きさを示している．

Fig. 5-5 (a) には Grease A の測定結果を示した．Grease A では 25℃から 105℃の範囲においては η^* と $\tan \delta$ の温度変化はともに小さかった．その後，105℃から 160℃の範囲では昇温に伴って η^* が急激に低下し， $\tan \delta$ は増加した．すなわち，この温度範囲ではグリースの粘性的な挙動がよりも顕著に表れた．この η^* が急激に低下した温度域は，第 3 章の Fig. 3-26 に示した Grease A の高温密封試験において，昇温に伴う密封性能の低下代が大きくなった温度域とほぼ対応していた．

η^* は 160℃で最小値をとった後，160℃以上では昇温に伴って増加した．Fig. 5-6 は 25℃または 180℃での測定後の Grease A の外観を示しているが，180℃まで加熱した後の Grease A は油分を失って粘土状に変化しており，これが 160℃から 180℃の範囲における粘度上昇の原因であると考えられる．しかしながら，180℃での η^* の値は 25℃の約 10 分の 1 であった．



(a) Grease A



(b) Grease B

Fig. 5-5 Temperature dependence of dynamic viscoelasticity of grease
 ([1] に Grease B のデータを追加)

Fig. 5-5 (b) には Grease B の測定結果を示した。Grease B でも 25 °C から 90 °C の範囲においては η^* と $\tan \delta$ の温度変化はともに小さかったが、Grease A よりも低い 90 °C から 135 °C の温度範囲にて昇温に伴う η^* の低下と $\tan \delta$ の増加がみられた。 $\tan \delta$ は 135 °C で最大値となり最も粘性的な挙動を示したが、これ以上の温度域では η^* が急上昇するとともに $\tan \delta$ が低下して弾性的な挙動が強くなり、150 °C 以上の温度ではグリースと平行プレートの間で滑りが生じ測定が不可能であった。

Fig. 5-7 は測定不能となった後の Grease B の外観を示す。測定後の Grease B は平行プレートからはみ出した部分にひび割れが生じるほど油分を失い固化していることがわかる。

いずれのグリースにおいても昇温に伴ってまず粘性的な挙動を示した後、さらに昇温すると弾性的な挙動を示したが、Grease B では総じて Grease A よりも低い温度で変化が生じた。

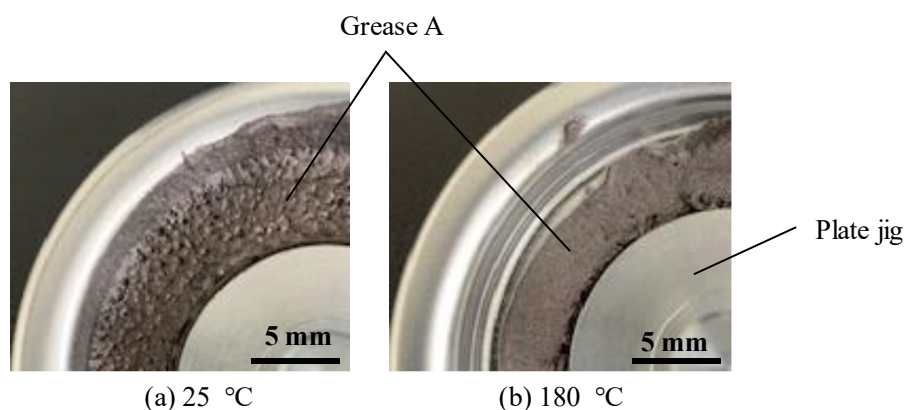


Fig. 5-6 Appearance of Grease A after dynamic viscoelasticity measurement [1]

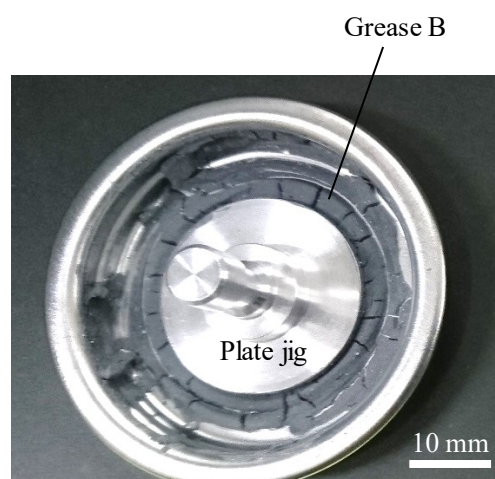


Fig. 5-7 Appearance of Grease B after dynamic viscoelasticity measurement

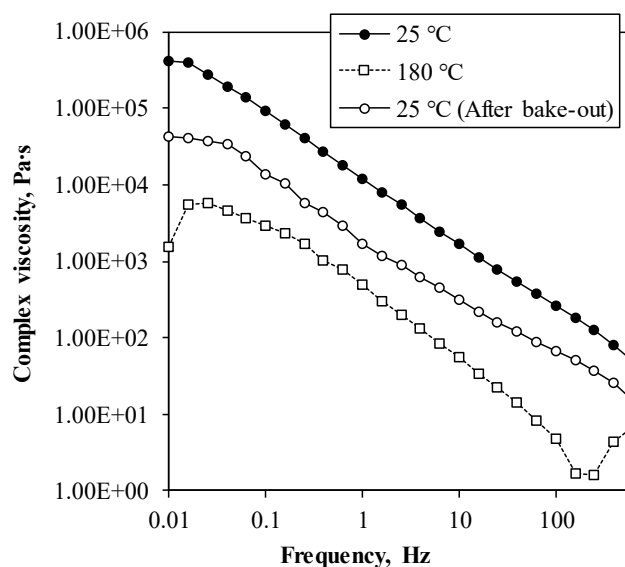
5.2.5.2. 周波数依存性

Fig. 5-8 は動的ずり粘弾性測定にてプレートのずり振動の周波数を 0.01 Hz から 628 Hz まで変化させたときの Grease A の複素粘度 η^* および損失正接 $\tan \delta$ の変化を示している。測定は 25 °C または 180 °C で実施した。25 °C では未使用の Grease A に加え、あらかじめ窒素雰囲気下で 180 °C で 12 時間ベーキングして熱劣化させた Grease A の測定も実施した。

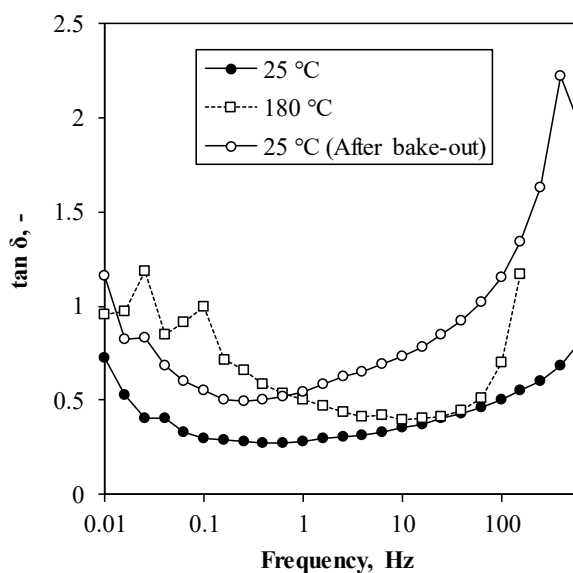
Fig. 5-8 (a) に示したようにいずれの測定結果においても、周波数の増加に伴う η^* の低下がみられた。これは周波数の増加に伴って増ちょう剤の網目構造が崩壊し半固体状から液体状に近づいたためと考えられる。Fig. 5-8 (b) をみると、25 °C にて測定した試料については 0.1 Hz 以上の領域で $\tan \delta$ の値が増加していることから、0.1 Hz 程度でグリースが流動を開始したものと予想される。

全周波数域において η^* の値は未使用品の 25 °C の場合が最も高く、180 °C では 100 分の 1 程度にまで低下した。本測定では前目で示した温度依存性測定と昇温速度や昇温時間が異なるため、加熱によるグリース基油の揮発量が異なる可能性があるが、180 °C での Grease A の流動性が 25 °C よりも高いという結果は Fig. 5-5 (a) に示した温度依存性測定での結果と同じ傾向を示している。

未使用品と熱劣化品の 25 °C での測定結果を比較すると、熱劣化品の方がより低い η^* を示した。これより、Grease A が一旦熱劣化すると、室温まで冷却しても元の流動特性には回復しないことが分かった。第 3 章で実施したベーキング後密封試験では試験評価部を 180 °C でベーキング処理した後にいったん室温まで冷却し密封試験を実施したが、Fig. 3-15 に示したようにベーキング処理後の密封性能は未処理の場合と比較して低位であった。以上より、グリースの熱劣化による流動特性の変化が密封性能に影響を及ぼしたと言える。



(a) Complex viscosity



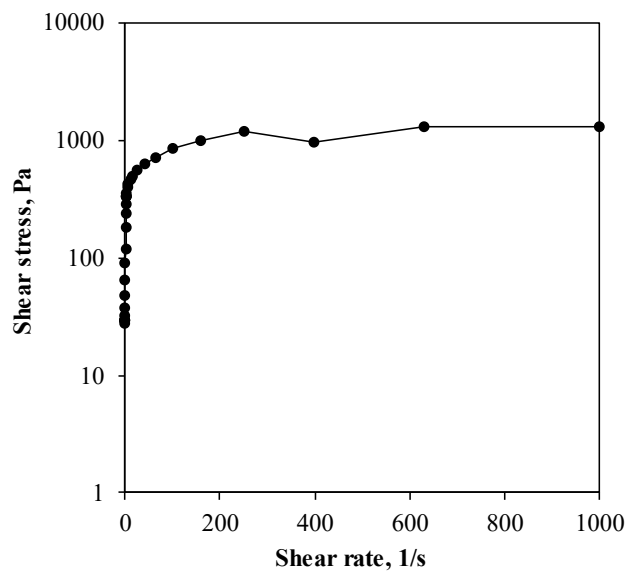
(b) $\tan \delta$

Fig. 5-8 Impact of frequency on the (a) complex viscosity and (b) $\tan \delta$ of Grease A in the dynamic viscoelasticity measurement

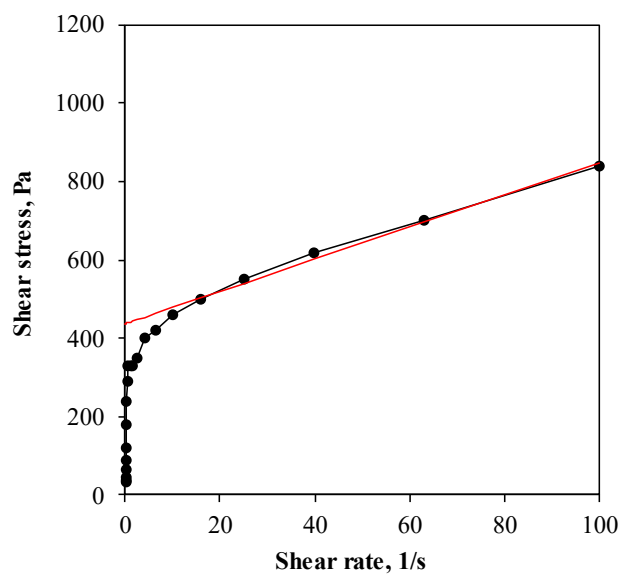
5.2.5.3. 降伏応力

Fig. 5-9 に 25 °Cでの定常流測定により得た Grease A のせん断応力-ひずみ速度の関係を示す。せん断応力が約 330 Pa に至った時点でひずみ速度が急激に増加した。この時点で Grease A の網目構造が崩壊を始め流動が生じたと考えられる。ひずみ速度 300 1/s 以上の領域ではせん断応力が 1300 Pa とほぼ一定であることからこの時点で定常流に達したと考えられる。

せん断速度が 10~100 1/s の範囲のプロットを直線近似した結果を Fig. 5-9 (b) に示した。この直線の切片を Grease A の降伏応力としたとき、その値は 437.6 MPa であった。



(a) 0 ~ 1000 1/s



(b) Enlarged view of 0 ~ 100 1/s

Fig. 5-9 Relationship between shear stress and shear rate of Grease A obtained by steady flow measurement at 25 °C

5.3. 熱劣化に伴うグリースの性状変化

5.2 節ではグリースの流動特性を複数の評価指標により評価した。その結果、高温では基本的には粘度の低下が生じる傾向にあるが、加熱による基油の揮発が大きい場合には固化が生じることが分かった。また、一旦熱劣化させたグリースを室温まで冷却しても、元の流動特性までは回復しないことが分かった。

そこで本節では、主に加熱に伴うグリースの化学的な変化を明らかにするため、あらかじめ所定の温度でベーキング処理して熱劣化させた Grease A の赤外分光分析と走査電子顕微鏡観察を実施した。また、Grease A の示唆熱-熱重量分析を実施した。PJ のメタルシール部の周囲は塗布したグリースで充填されており、大気中よりも酸素濃度が低いと考えられるため、ベーキング処理は窒素ガス雰囲気下でおこなった。ベーキング温度は 120 °C, 150 °C, 180 °C の 3 水準とし、ベーキング時間は 12 時間とした。ベーキング後は室温まで炉冷した。

5.3.1. 赤外分光分析

Grease A の赤外分光分析 (Fourier transform infrared spectroscopy, FT-IR) の結果を Fig. 5-10 に示す。波数の測定範囲は 600 ~ 4000 cm^{-1} 、測定分解能は 4 cm^{-1} とし、測定の積算回数は 128 回とした。

ベーキング処理無しの試料では Grease A の増ちょう剤である 12-ヒドロキシステアリン酸リチウムに由来すると考えられる C-H 伸縮振動, COO-対称伸縮振動, および COO-非対称伸縮振動に対応するピークが観察された。

ベーキング処理後のグリースにおいてもほぼ同じ波数においてピークが観察されたが、120 °C および 150 °C でベーキング処理をした試料では、COO-非対称伸縮振動に由来する 1580 cm^{-1} と 1560 cm^{-1} の 2 つのピークの強度比に変化が見られた。また、180 °C でベーキング処理をした試料では、1600 cm^{-1} にブロードな 1 つのピークのみが存在した。

これらの結果は、加熱によって Grease A の増ちょう剤の構造変化、あるいは分解が生じた可能性を示している。

Fig. 5-11 にベーキング処理前後の Grease B の FT-IR 結果を示す。Grease B においても増ちょう剤のカルシウム石けんに由来すると思われる COO-対称伸縮振動, および COO-非対称伸縮振動に対応するピークが観察された。また、Grease A の場合と同じく、180 °C でベーキング処理をした試料ではこれらのピークがブロードに観察された。これより、Grease B においても 180 °C のベーキング処理によって増ちょう剤の変質・分解が生じたと考えられる。

Grease B の FT-IR 結果からは、基油のエステルに由来すると推定される C=O 伸縮振動にピークも観察された。この C=O 伸縮振動のピークの強度は 120 °C のベーキング処理後ではベーキング前のものよりも小さくなった。これより、Grease B の基油は 120 °C で変質や分解が生じている可能性があるといえる。

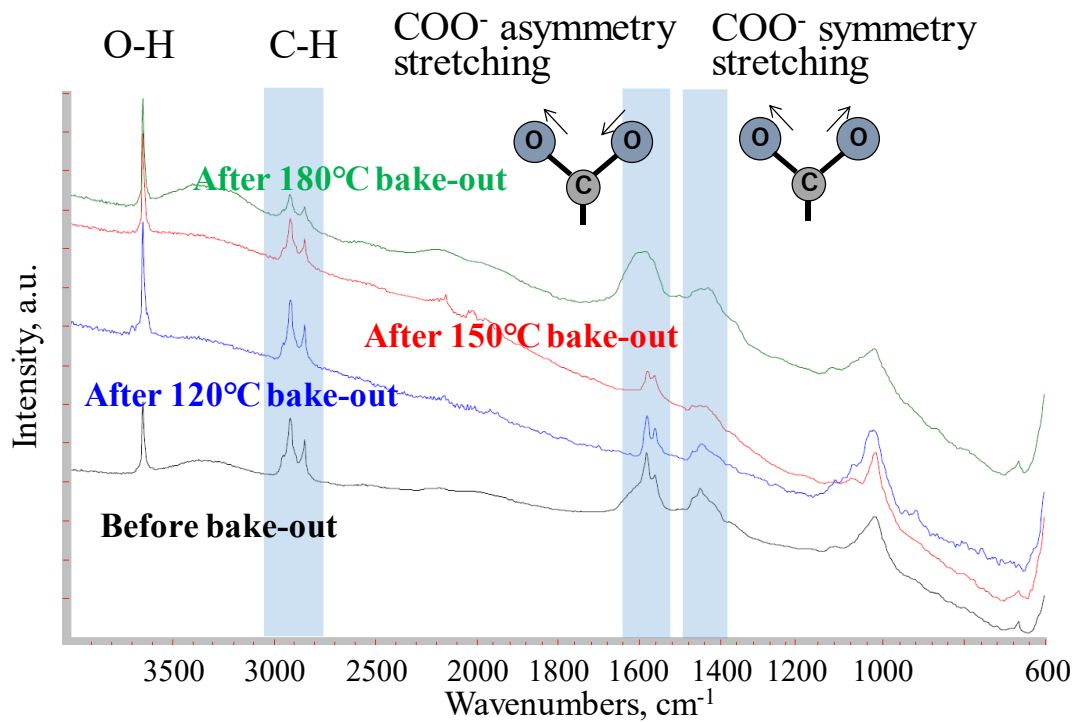


Fig. 5-10 Results of FT-IR analysis of Grease A [1]

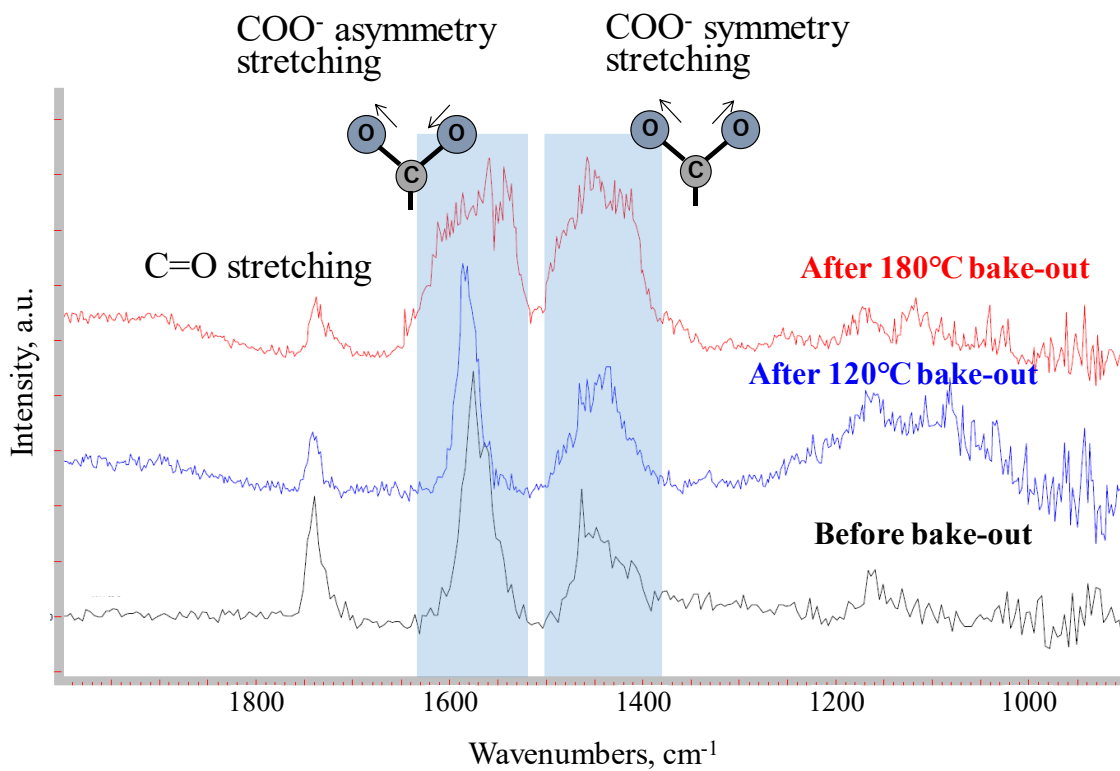


Fig. 5-11 Results of FT-IR analysis of Grease B

5.3.2. 増ちょう剤の走査電子顕微鏡観察

Fig. 5-12 にベーキング処理無しおよびベーキング処理後の Grease A から抽出した増ちょう剤の走査電子顕微鏡 (Scanning electron microscopy, SEM) 観察結果を示す。増ちょう剤はグリースをヘキサンに分散し、その上澄み浮遊物を Si 基板に展開して得た。

ベーキング処理無しの Grease A から抽出した増ちょう剤は Fig. 5-12 (a) に示したように網目構造を形成しており、Fig. 5-12 (c) の拡大図をみるとその繊維径は 100 nm 程度であった。

Fig. 5-12 (b) に示した 120 °Cでのベーキング処理後の Grease A でも増ちょう剤の網目構造はみられたものの、Fig. 5-12 (d) に示すように径が 250 nm 程度に増加した繊維も複数見られた。

150 °Cまたは 180 °Cでベーキング処理をした試料では、Fig. 5-12 (e) および (f) に示したように増ちょう剤の網目構造は観察されず、短い繊維構造を有する物質や、直径が数 μm 程度の物質の凝集体が存在するのみであった。

Fig. 5-13 は Grease A から抽出した増ちょう剤を EDS によりマッピング分析した結果を示す。これより、ベーキング処理の有無やベーキング温度により増ちょう剤の構造は変化しているものの、その主成分に変化はないことがわかる。よって、150 °Cまたは 180 °Cでベーキング処理をした後のグリースにおいて観察された凝集体は、増ちょう剤が一旦基油に溶解してその繊維構造を失った後、冷却時に析出して形成されたものであると考えられる。

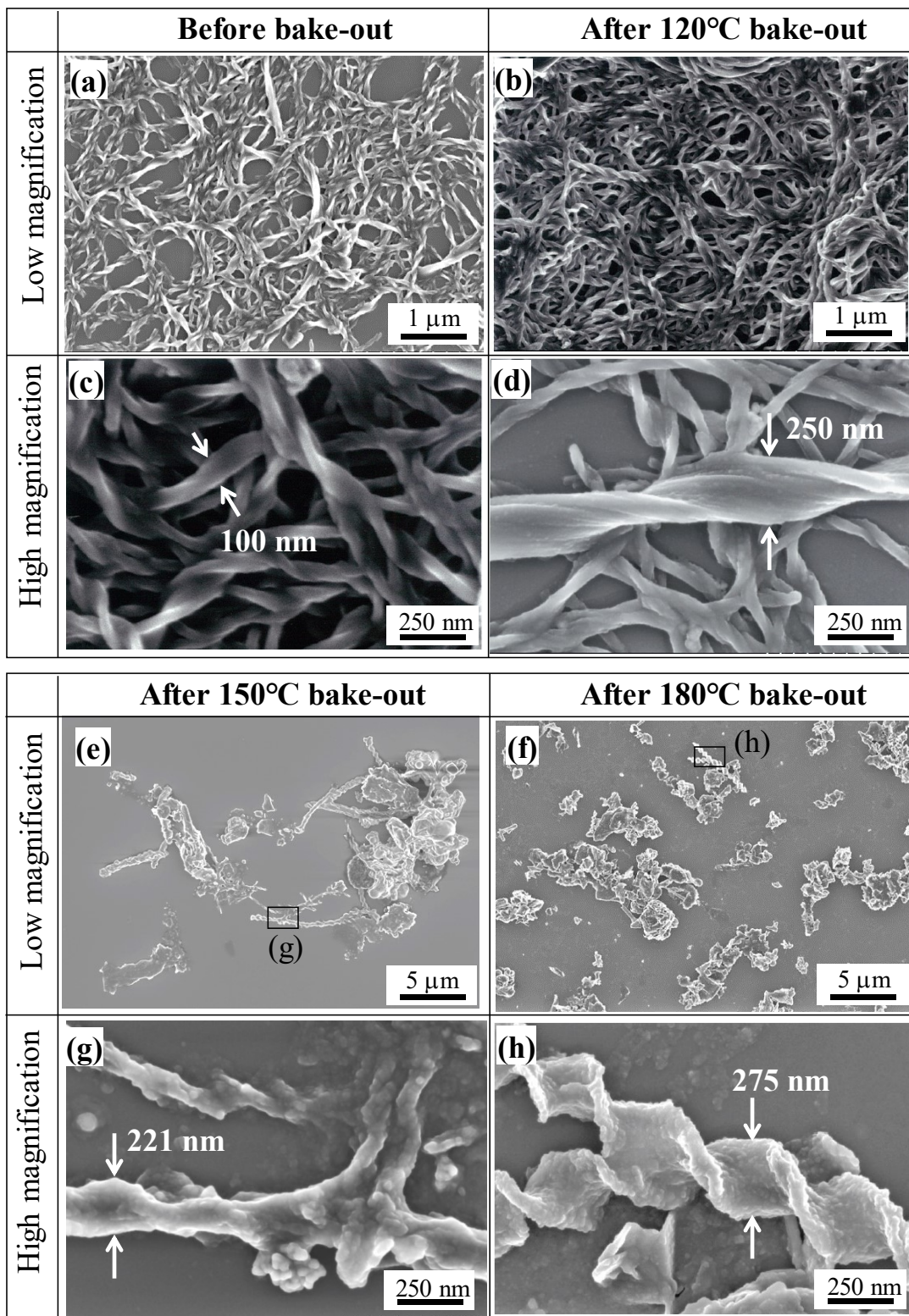


Fig. 5-12 SEM image of the thickener extracted from Grease A [1] (一部改変)

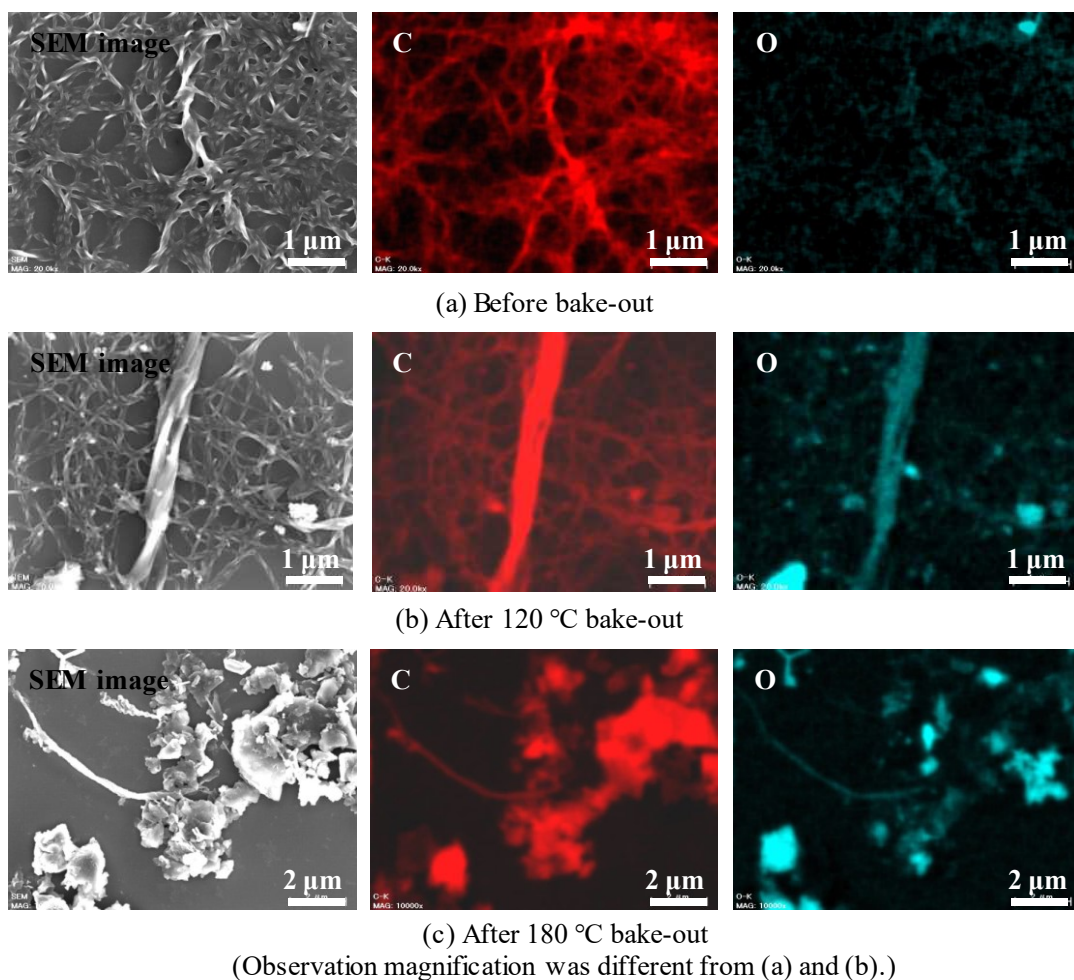


Fig. 5-13 EDS mapping images of the thickener extracted from grease A

Fig. 5-14 は Grease B から抽出した増ちょう剤の SEM 像を示している。ベーキング処理前の Grease B では $\phi 80 \text{ nm} \sim 90 \text{ nm}$ 程度の繊維状物質が束になっており、この束同士が絡み合った状態が観察された。さらに、繊維間には $\phi 40 \text{ nm} \sim 150 \text{ nm}$ 程度の大きさの粒状物質が観察された。

120 °Cでのベーキング処理後も繊維構造の束が絡み合った構造はほぼ保持されていたが、Fig. 5-14 (b) に示したように径が 120 nm 程度に増加した繊維も見られた。

180 °Cでのベーキング処理後の Fig. 5-14 (c) では、粒状物質は観察されるものの、明瞭な繊維構造が確認できなかった。高倍率像の Fig. 5-14 (f) では粒状物質の周囲で部分的ではあるが繊維状の構造が観察されたため、これは加熱によってもとの繊維状物質が変化して生じた物質であると考えられる。

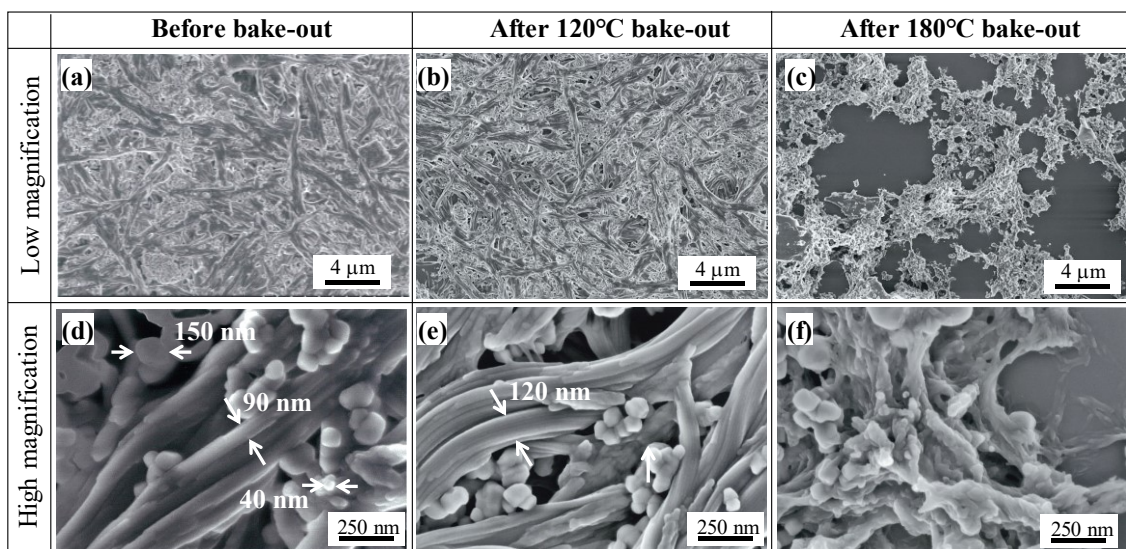
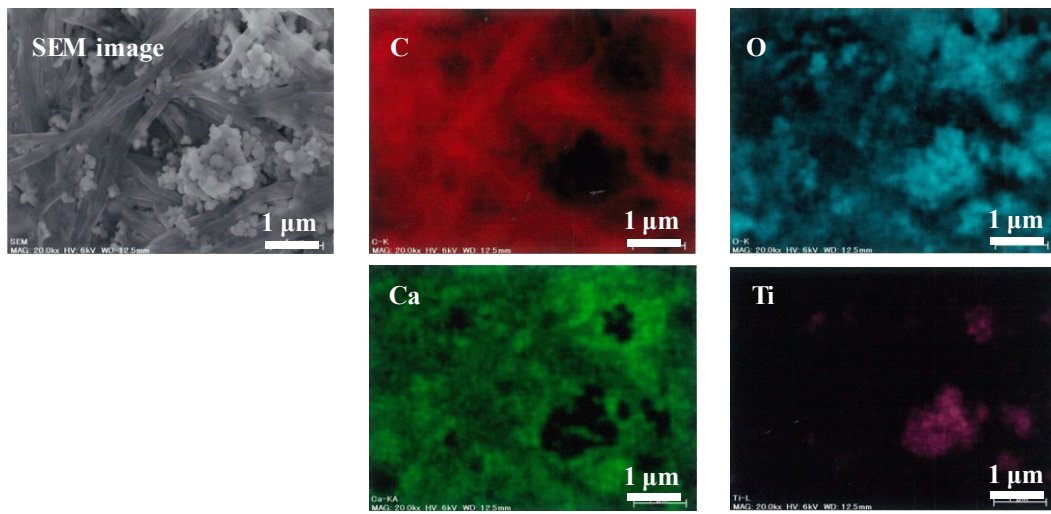


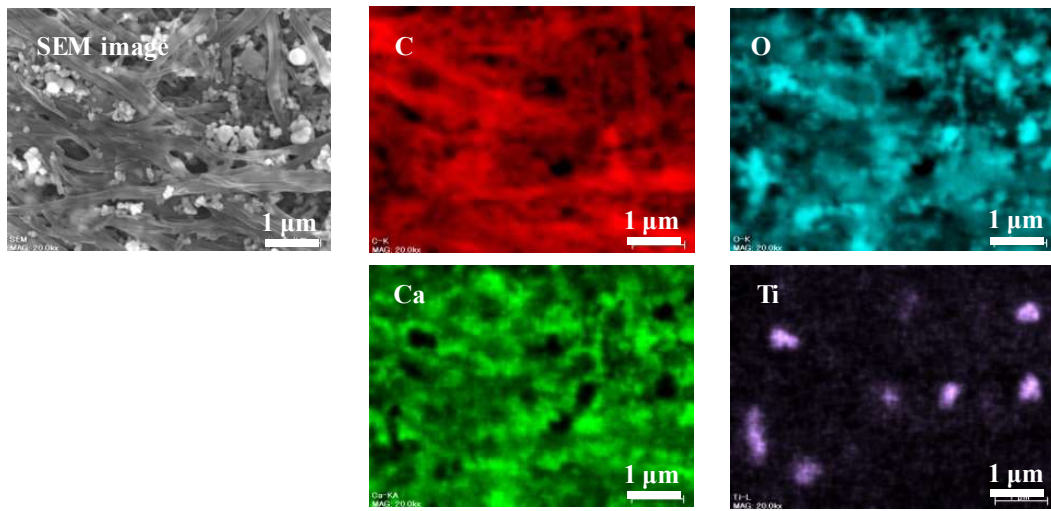
Fig. 5-14 SEM images of the thickener extracted from Grease B

Fig. 5-15 は Grease B から抽出した増ちょう剤の EDS マッピング分析結果を示す。Fig. 5-15 (a) に示したベーキング処理前の増ちょう剤では、繊維状物質が存在する位置から主に炭素、酸素、カルシウムが検出された。この分析結果と Fig. 5-11 に示した FT-IR 結果とを合わせて考えると、この繊維状物質は脂肪酸カルシウムと推定される。また、繊維間に観察された粒状物質と対応する位置では、チタンと酸素、またはカルシウムと酸素が検出された。これよりこの粒状物質は、それぞれ Grease B に固形粒子として含有されている酸化チタンや炭酸カルシウムであると推定される。

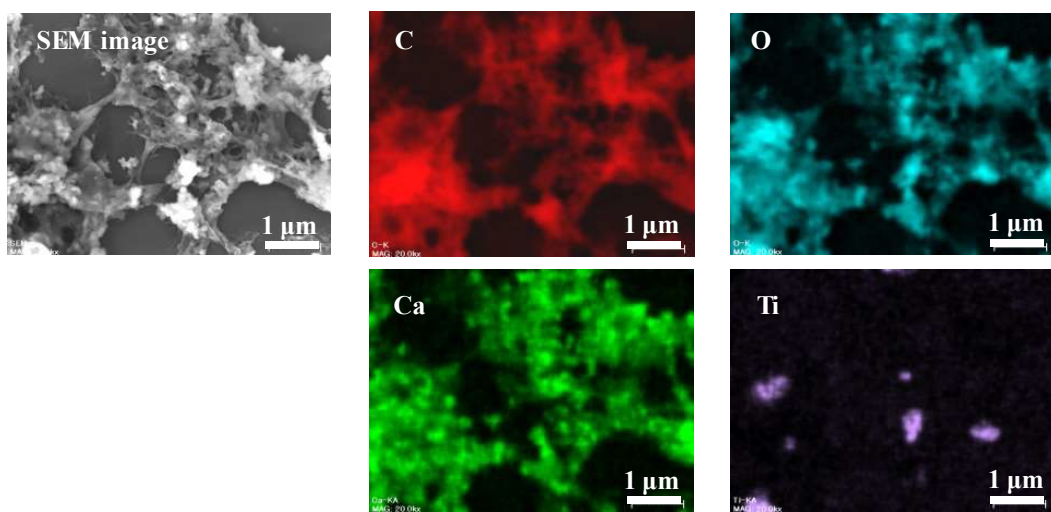
ベーキング処理により、脂肪酸カルシウムとみられる繊維状物質の径や構造は変化した。Fig. 5-15 (b) および (c) に示したようにその主成分に変化は見られなかった。よって、180 °Cでのベーキング処理後に観察された塊状物質は脂肪酸カルシウムが加熱によって変質したものであると考えられる。一方、酸化チタンや炭酸カルシウムとみられる粒状物質では加熱による目立った変化は見られなかった。



(a) Before bake-out



(b) After 120 °C bake-out



(c) After 180 °C bake-out

Fig. 5-15 EDS mapping images of the thickener extracted from grease B

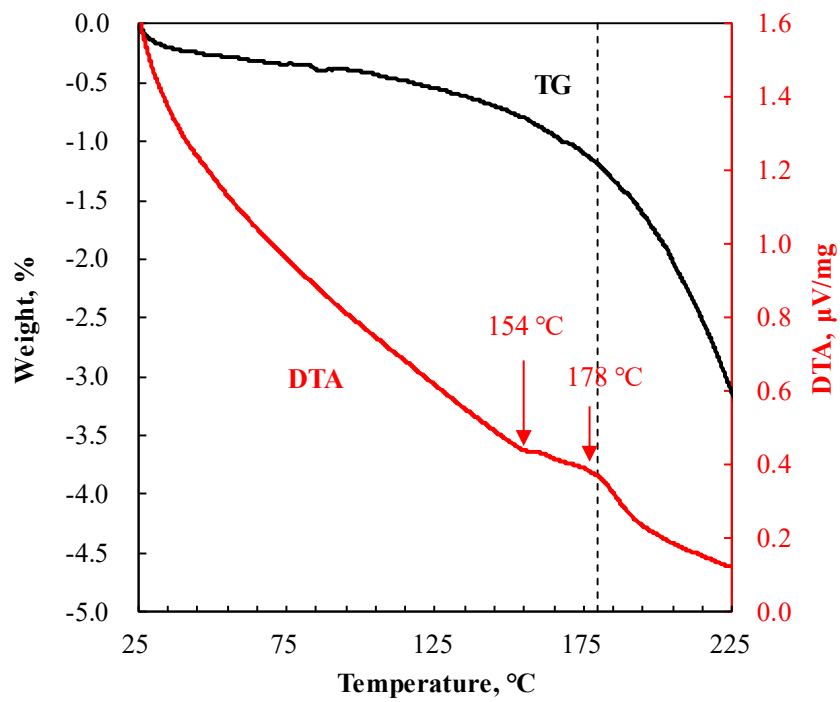
5.3.3. 示差熱-熱重量分析

本項では Grease A および Grease B の示差熱-熱重量分析 (Thermogravimetry – differential thermal analysis, TG-DTA) の結果を示す。試料セルは直径 5 mm, 高さ 5 mm のプラチナ製とし, 基準物質は Al_2O_3 とした。昇温速度は $10^\circ\text{C}/\text{分}$ とし, 加熱炉内にはパージガスとしての空気を $200\text{ mL}/\text{分}$ の流量で導入した。測定に供試したグリースの重量は Grease A では 17.27 mg , Grease B では 24.24 mg であった。

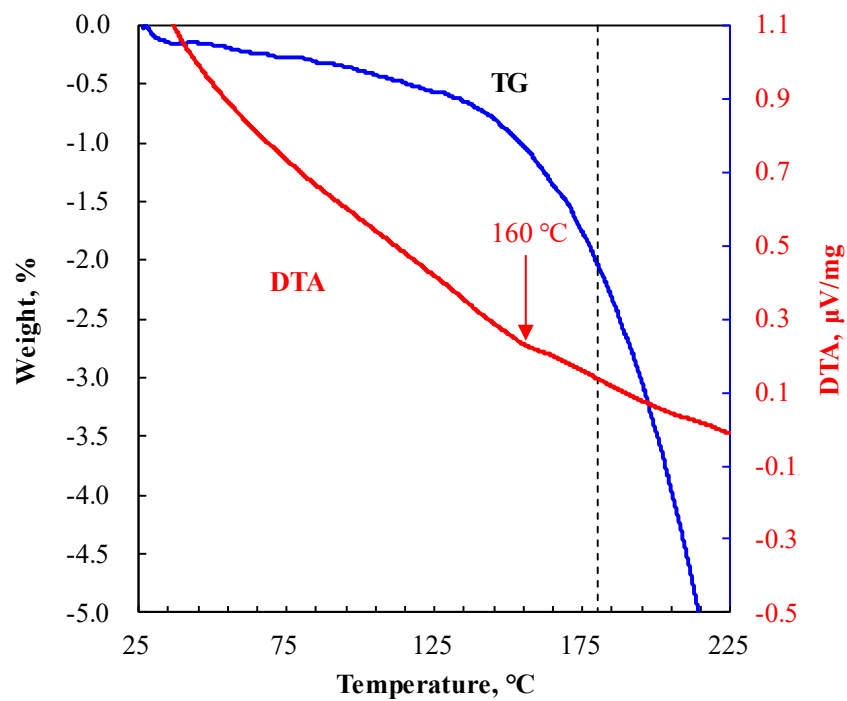
Fig. 5-16 (a) に示した Grease A の TG 曲線では昇温に伴うグリース重量の減少が確認できた。また, DTA 曲線を見ると, Grease A では 154°C と 178°C に小さいピークがみられた。なお, DTA 曲線のベースラインの変化は昇温に伴う基油の揮発に伴う試料の熱容量変化によるものであると考えられる。

Fig. 5-16 (b) に示した Grease B の TG 曲線においても昇温に伴うグリース重量の減少が確認できた。また, Grease B の DTA 曲線では 160°C に小さいピークがみられた。

Fig. 5-17 に Grease A と Grease B の TG 曲線の比較を示す。Grease B では特に 130°C 以上の温度域での質量減少量が大きかった。Grease A と Grease B では含有される基油の量や基油の種類が異なるももの, 180°C における質量減少量を比較すると Grease A では -1.20% , Grease B では -2.03% と Grease B の方が 1.7 倍程度大きかった。これより基油の耐熱性は Grease A のほうが優れるといえる。Table 5-1 に示した不混和ちょう度の測定結果において, Grease B ではベーキング処理後に測定の下限界を下回るほど硬化したことを示したが, これは基油の耐熱性が低く, 基油の大半が消失したことにより生じたものと考えられる。



(a) Grease A



(b) Grease B

Fig. 5-16 Results of TG-DTA of greases [1] (一部改変および Grease B データ追加)

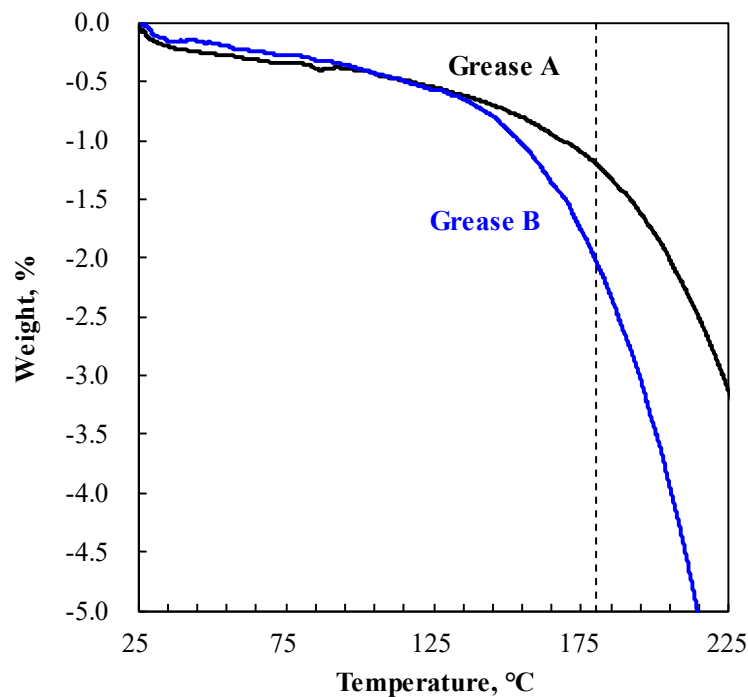


Fig. 5-17 Comparison of TG between Grease A and Grease B

5.4. 高温劣化に伴うグリースの状態変化と密封性能の関係

5.4.1. Grease A

Fig. 5-18 に本章で示した Grease A に関する測定結果をまとめた。100 °Cまでの範囲では昇温に伴う基油粘度の低下はあるものの、室温から 120 °C程度の範囲では増ちょう剤の網目構造が維持されており、グリースとしての構造や粘弾性特性に大きな変化はなかった。一般にひずみ速度が大きくなるほど増ちょう剤の網目構造が崩壊するため、グリースの複素粘度は基油粘度に近づくとされている [7]が、今回の動的粘弾性測定は周波数 1 Hz の低ひずみ速度で実施したため、基油粘度よりも増ちょう剤の網目構造の影響の方が大きく反映されて上記の特性が得られたと考えられる。

ベーキング処理温度を 150 °Cおよび 180 °Cとした場合には、SEM 観察により増ちょう剤繊維の網目構造の消失が確認されたが、同じ温度域において、これに起因すると考えられる離油度の上昇、複素粘度の低下、FT-IR 分析での COO-ピークの消失が生じていることがわかる。すなわち、180 °Cの時点では大部分の増ちょう剤が基油に溶解し、グリースはほぼ液体状になっていたと考えられる。DTA 曲線において 154 °Cと 178 °Cにピークが観察された

ことから、これらの温度で増ちょう剤繊維の基油への溶解や熱分解が生じたと考えられる。

120 °Cでのベーキング処理後の試料では増ちょう剤繊維の網目構造は維持されていたものの、120 ~ 150 °Cの温度域では複素粘度の低下がみられた。このことから、この温度域は増ちょう剤の繊維構造は保持したまま網目構造が崩れ始め、グリースの状態が半固体から徐々に液体に変化して粘度の低下が進んだ遷移領域であると考えられる。なお、160 °C以上で複素粘度の上昇がみられた原因としては、昇温に伴って基油の酸化劣化も進み、一部の油が高分子化した高粘度の酸化生成物に変質 [8]したことや、基油の揮発が進んでグリース中の固形成分の比率が相対的に高まったことによるものであると考えられる。

これらの結果は、グリースの熱劣化に伴う増ちょう剤繊維径の増加 [9]や、増ちょう剤の網目構造の崩壊による流動性の上昇 [9] [10] [11] [12]、さらに、酸化重合組成物の形成によるグリースの硬化 [9] [10] [11] [12]といった先行研究での知見とも一致している。

第3章の Fig. 3-26 では昇温に伴う Grease A の密封性能の低下率が 125 °Cを境に大きくなることを示したが、この温度は上記で述べた Grease A の増ちょう剤繊維の網目構造が崩れ始める温度と対応している。これより、Grease A を塗布したメタルシールにおける 125 °C以上の高温での密封性能の低下は、主に Grease A の増ちょう剤の熱劣化に起因したものである可能性が高い。

一方、25 ~ 125 °Cの範囲では、Grease A の増ちょう剤繊維の網目構造が維持されており、目立った熱劣化は観察されなかったにも関わらず、密封性能は温度に伴って低下した。また、第4章の Fig. 4-16 では、同一の基油を含有するグリースにおいては、ちょう度の違いによる密封性能への影響は小さいことを示した。これより、この温度域ではグリース基油の粘度低下が密封性能低下の原因となったと考えられる。

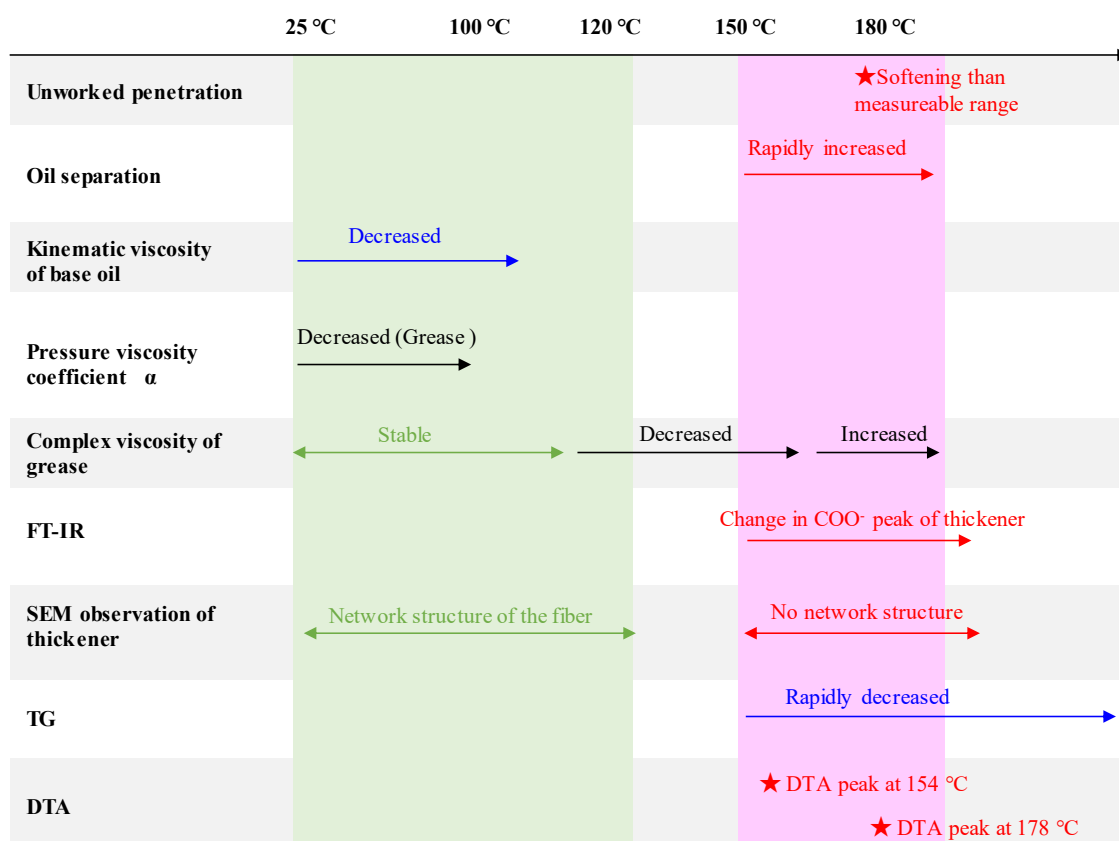


Fig. 5-18 Changes in properties of Grease A by heating

5.4.2. Grease B

Fig. 5-19 には本章で示した Grease B に関する測定結果をまとめた。Grease B でも Grease A と同様に 180 °Cでのベーキング処理後は増ちょう剤の繊維の消失や網目構造の崩壊が生じており、これに起因する FT-IR での COO⁻ピークの消失が見られた。DTA 曲線で観察されたピークの位置より、Grease B の増ちょう剤繊維は約 160 °Cで分解が生じたと考えられる。

Grease B は加熱によって油分を大幅に失い固化することが大きな特徴の一つであり、この固化の影響で 180 °Cでのちょう度や動的粘弾性特性の測定が不可能であった。FT-IR の結果では 120 °Cでのベーキング処理後の試料において基油に由来すると思われる C=O のピーク強度が減少しており、TG 曲線においても 130 °C以上の温度域での急激な質量減少がみられた。よって、Grease B では 120 °C程度から基油の熱分解や揮発が生じており、基油の耐熱性は Grease A よりも低いといえる、また、高温域で固化したことから、増ちょう剤繊維の網目構造の崩壊による粘度低下よりも、基油の熱分解や揮発による粘度上昇の影響がはるかに大きいといえる。

グリースの固化が生じ流動性を失うと、昇圧時のメタルシール面間で生じうる微小な相

対運動へのグリースの追従性が低下して容易に隙間が形成されてしまうため、第 3 章に示したベーキング処理後の密封試験では大幅な密封性能の低下が生じたと考えられる。

第 3 章の Fig. 3-24 などに示したように、Grease B の密封性能は室温においても Grease A よりも低位であった。また、本章では少なくとも 100 °C までの範囲では Grease B の基油の粘度や圧力粘度係数は Grease A よりも小さいという結果を示した。Grease B と Grease A では含有される固形粒子の種類や大きさが全く異なるため、これら固形粒子の影響も考慮する必要はあるが、これらの基油に関する測定結果は 5.4.1 項で述べた室温では基油の粘度が密封性能に影響しているという仮説と整合する結果であった。

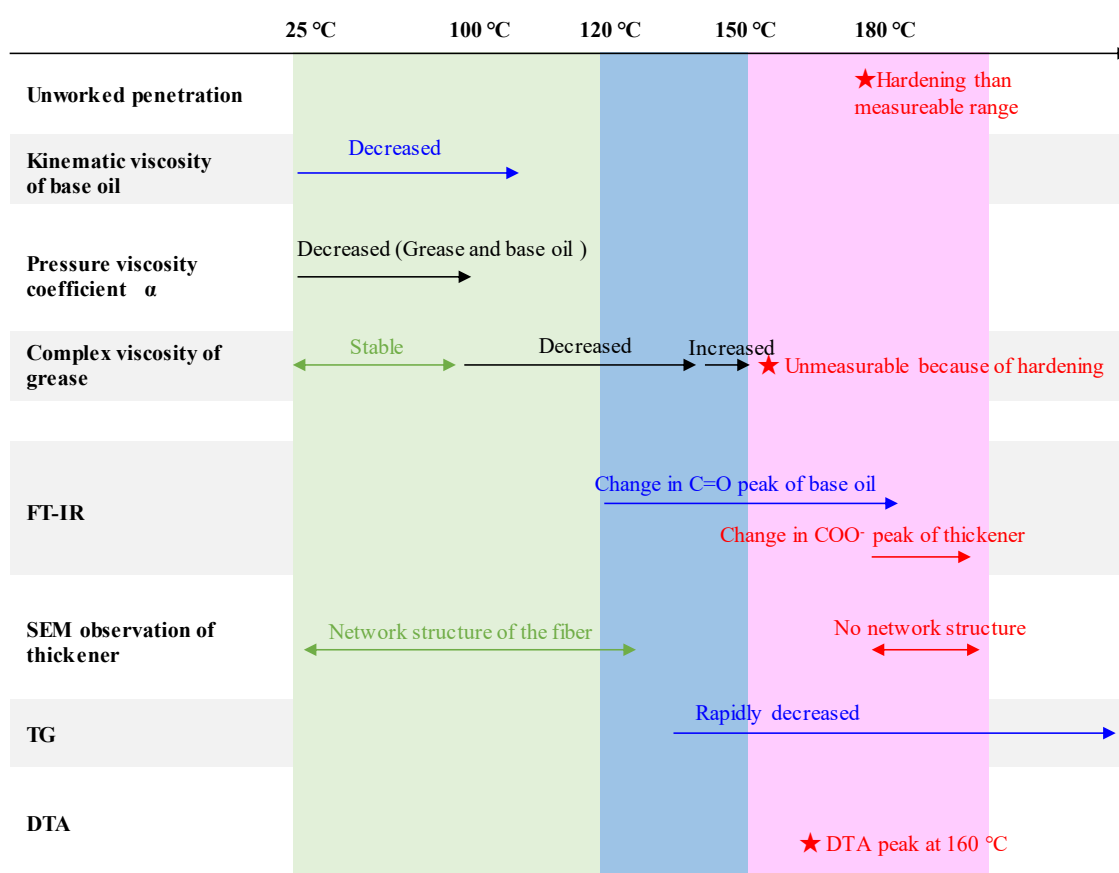


Fig. 5-19 Changes in properties of Grease B by heating

5.5. まとめ

本章では油井管ねじ継手用グリースの加熱に伴う物性変化を明確化するため、Grease A および Grease B のグリースとしての基本的な性質や、加熱に伴う機械的および化学的な性状の変化を評価した。その結果、いずれのグリースでも基油の動粘度は 100 °C までの範囲で温

度上昇に伴って単調減少するが、全温度域で Grease B よりも Grease A の方が高いことが分かった。

Grease A では約 110°Cに達した時点で複素粘度の低下が生じたが、120°Cでのベーキング処理後も増ちょう剤繊維の網目構造が形成されており、FT-IR で得た増ちょう剤由来と見られるピークにもほぼ変化はなかった。150°C以上でベーキング処理した後は繊維状の増ちょう剤構造がほぼ完全に消失していた。これらのことから、Grease A では約 110°Cで増ちょう剤の網目構造の崩壊が始まり、約 150°Cで増ちょう剤の基油への溶解が生じたことで半固体状態から液体状態に変化したと考えられる。

Grease B では DTA 曲線でのピーク位置や増ちょう剤の SEM 観察結果から、約 160 °Cで増ちょう剤の網目構造の崩壊が開始していると考えられ、180 °Cでのベーキング処理後には増ちょう剤の網目構造は観察されなかった。

Grease B では昇温時の基油の重量減少量が Grease A と比較して大きいのが特徴的であり、FT-IR の結果から 120 °Cの時点で基油の分解や揮発が生じていると考えられる。Grease B では昇温時に増ちょう剤構造の崩壊よりも先に基油の揮発や分解が始まって油分量が大幅に減少したため、180 °Cではほぼ固化したと考えられる。

本章の結果を第 3 章の密封試験結果と対比して考察した結果、増ちょう剤繊維が崩壊するまでの温度域では基油の流動特性が密封性能に大きく影響している可能性が示唆された。一方、増ちょう剤繊維の消失や網目構造の崩壊が生じる温度域では、これらの増ちょう剤の熱劣化によるグリースそのものの流動性の低下が密封性能低下の主要因である可能性が示唆された。

参考文献

- [1] K. Inose, M. Sugino and J. Sugimura, Fundamental Evaluation of Sealability of Greased Metal-to-Metal Seal on Premium Threaded Joints at High Pressure and High Temperature, vol. 16, *Tribology Online*, 2021, pp. 192-198.
- [2] C. Barus, ART. X.--Isothermals, Isopiestic and Isometrics relative to Viscosity, vol. 45, *American Journal of Science*, 1983, p. 87.
- [3] 大野, 粘度の圧力変化, 第 49 巻, *トライボロジスト*, 2004, pp. 720-721.
- [4] 帳, 龍, 井瀬, 馬渡, グリースの粘度圧力係数測定に関する研究, *トライボロジー会議 2021 秋 予稿集*, 2021.
- [5] 桜井, 潤滑の物理化学, 幸書房, 1978.
- [6] 平野, ポリオールエステル系合成潤滑油の動向, 第 29 巻, *油化学*, 1980, pp. 627-635.
- [7] 潤滑通信社, やさしいグリースの話, 第 543 巻, *潤滑経済*, 2010, p. 17.

- [8] 本田, 潤滑油の劣化診断・検査技術, 第 75 卷, 精密工学会誌, 2009, pp. 359-362.
- [9] L. Salomonsson, G. Stang and B. Zhmud, Oil/thickener interactions and rheology of lubricating greases, vol. 50, *Tribology Transactions*, 2007, pp. 302-309.
- [10] 日本潤滑学会グリース寿命の温度依存性研究会, グリース寿命の温度依存性協同研究報告(第 1 報), 第 30 卷, 潤滑, 1984, pp. 725-732.
- [11] 日本潤滑学会グリース寿命の基油粘度依存性研究会, グリース寿命の基油粘度依存性共同研究報告, 第 35 卷, トライボロジスト, 1989, pp. 175-180.
- [12] 近藤, 木村, 転がり軸受用リチウムセッケン系グリースの潤滑寿命と劣化過程, 第 60 卷, トライボロジスト, 2015, pp. 295-301.

6. 高温高圧での密封機構の考察

6.1. 本章の目的

前章までの結果により、微視的には隙間を有するPJのメタルシール面においては、その隙間を埋めるグリースにより密封性能が発揮されていることを示した。本研究で用いたPJ用のグリースには基油および増ちょう剤に加えて、大量の固形粒子が添加されていることが特徴であり、第4章に示したメタルシール面のその場観察試験では、この固形粒子も密封性能に大きく寄与している可能性を示した。

本章ではPJのメタルシールの密封性能に大きく影響するグリースの基油、ベースグリース、そして固形粒子の作用について改めて整理し、高温高圧環境におけるメタルシールの密封現象の発現機構について考察した。なお、本研究においてベースグリースとは基油と増ちょう剤からなり粗大な固形粒子を含まないグリースのことを指す。また、粗大な固形粒子を含有するPJ用のグリースにおいては固形粒子を除いた部分のことをベースグリースと呼ぶこととする。

6.2. グリースの流動抵抗による密封機構

6.2.1. グリース基油の流動

第5章で述べたように、加熱によりグリースの増ちょう剤繊維の消失や網目構造の崩壊が生じた温度と、温度による密封性能の低下代が大きくなった温度はほぼ対応していた。また、同じ種類の基油を含有するベースグリースではちょう度の違いが密封性能に及ぼす影響は小さかった。さらに、第4章で示したメタルシール面のその場観察試験の結果より、高圧ガスによってグリースがメタルシール面の外に排出されたときにリークが生じることが分かった。

これらのことより、増ちょう剤繊維の網目構造が保持されてグリースが半固体状態である場合はこの網目構造内を基油が流動しており、この基油が高圧ガスによってメタルシール外に押し出された時にリークに至ると考えられる。一方、増ちょう剤繊維の網目構造が消失しグリースが液体に近い状態である場合には、グリース自体がメタルシール面間を流動し、このグリースが高圧ガスによってメタルシール外に押し出された時にリークに至ると考えられる。

ここで軸受用シールの分野における研究に目を向けると、多くの研究ではバルクのグリースのレオロジー特性を説明するHerschel – Bulkleyモデルなどに基づいてグリースの流動やグリースによる密封性能が議論されている。いくつかの研究ではグリースの網目構造の崩壊が生じる高ひずみ速度域においてはグリース基油の動粘度の影響までを考慮した検討がなされているが [1] [2] [3]、本研究では極低ひずみ速度域において基油の動粘度がメタル

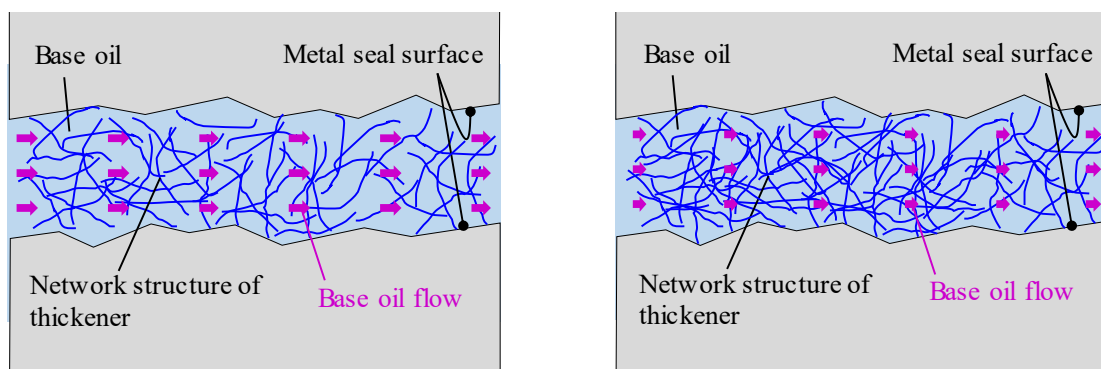
シールの密封性能に影響を及ぼしている可能性が示された点で異なる。メタルシールにおいて極低ひずみ速度域でも基油の動粘度が密封性能に影響を及ぼしたのは、極めて高いガス圧によりグリースの基油が増ちょう剤の網目構造から押し出されており、この時の基油の流動抵抗の大きさによって密封性能が変化したためであると考えられる。

そこでまず基油による密封機構を考える。Fig. 6-1にはグリースが熱劣化しておらず増ちょう剤の網目構造が存在する場合のメタルシールの模式図を示した。この時、メタルシール面間のミクロな隙間は増ちょう剤の網目構造で満たされており、この網目構造の隙間に基油が存在していると考えられる。高压ガス荷重よりも基油を増ちょう剤内に保持する毛細管力の方が大きい時には密封性能が維持されるが、高压ガス荷重の方が大きくなり基油が増ちょう剤の網目構造から押し出されるとリークに至ると考える。

星野 [4]はグリースの基油が増ちょう剤の網目構造の隙間を通して流出する浸透現象についてまとめており、基油粘度がグリースの浸透度（パーミアビリティ）に影響しうることを示している。また、グリースのパーミアビリティはパラフィン系基油よりもナフテン系基油を用いた場合の方が小さいことも示されており、これは極性のために増ちょう剤と基油との相互作用が強く、より強固な組織が形成されるためであると考察されている。本研究において基油に多環ナフテンを含む Grease A のほうが Grease B よりも密封性能が良好であったが、これは星野の研究結果とも整合する結果である。

Baart ら [5]は多孔質中の流体の流れに関する Darcy の法則をもとにして、遠心力などの外力が作用する場合に基油が増ちょう剤内を流動するモデルを提案しており、昇温に伴う基油粘度の低下や外力の増加によってパーミアビリティが増加することを示している。本研究では Grease A では増ちょう剤の網目構造が保持されていたと考えられる 125 °C以下の温度範囲においても昇温に伴う離油度の上昇や、密封性能の低下がみられたが、これはいずれも昇温に伴う基油の粘度低下によりグリースのパーミアビリティが増加して基油が増ちょう剤から流出しやすくなったために生じたものといえる。

Baart らは同研究において増ちょう剤の体積分率が増加した場合にパーミアビリティが低下することも示している。これは、Fig. 6-1 (b) に示すように増ちょう剤の含有率が大きくちょう度が小さいグリースほど密な網目構造が形成され基油の流動抵抗が高まるためであると言える。



(a) Grease with higher penetration

(b) Grease with lower penetration

Fig. 6-1 Schematic images of base grease flow between metal seal surfaces

市村ら [6]は外力の影響が無視できる場合のパーミアビリティについて、増ちょう剤の網目構造によるランダムな流路を、同一の内径を有する多数の円管に置き換えたモデルにより考察している。市村らのモデルでは浸透速度が増ちょう剤の網目構造内の流路と同じになるように円管の等価半径 r を決定しており、この等価半径をグリースのパーミアビリティを示す評価指標としている。市村らはグリースの等価半径を r_g は増ちょう剤の濃度を f として、

$$r_g = C^* \cdot \frac{1-f}{f^n} \quad (6-1)$$

と整理できることを示した。ここで、 C^* および n は基油の浸透度の測定を別途実施し、その結果をフィッティングして求める値である。なお、本研究で用いたPJ用のグリースである Grease A や Grease B は増ちょう剤のほかにも大量の固形粒子を含有しており、これらの固形粒子もパーミアビリティに大きく影響すると考えられるため、この C^* および n の同定においては、含有固形粒子の影響を考慮できる手法の検討も必要であると考えられる。

ところで、本研究ではちょう度が大きい場合には、ベースグリースのちょう度の低下による一定の密封性能の向上効果はみられたが、ちょう度が一定値以下の場合には、ちょう度の変化による密封性能の違いはほとんど見られなかった。グリースの増ちょう剤は接触部で濃縮することが知られているが [7] [8] [9]、本メタルシールにおいても接触圧力によって基油が押し出されることで増ちょう剤が濃縮され、ベースグリースの種類による増ちょう剤濃度の違いがバルクよりも小さくなったために密封性能の違いがほとんど見られなかったと考えられる。

メタルシールの接触圧力の増加に伴って増ちょう剤が濃縮されるとすると、増ちょう剤濃度 f はバルクのグリースの増ちょう剤濃度 f_0 およびメタルシールの接触圧力 P_c の関数

$$f = f(f_0, P_c) \quad (6-2)$$

となると考えられる。メタルシールでのグリースの増ちょう剤濃度 f は接触圧力の増加に伴って増加し一定値に収束すると仮定すると、式 (6-2) は例えば

$$f = f(f_0, P_c) = f_0 \left(a + \frac{1-a}{(bp_c+1)^m} \right) \quad (6-3)$$

といった形で表せる可能性がある。ここで、 a 、 b 、および m は正の定数であり、メタルシールでのグリースの増ちょう剤濃度 f は接触圧力の増加に伴って最大 a 倍まで濃縮されることを示している。なお、この式 (6-3) の妥当性の検討や a 、 b 、および m といった各定数の決定のためには別途試験を実施する必要がある。

ここで、この円管内の流動にハーゲン・ポアズイユの式を適用し、円管の入り口と出口の圧力差を Δp 、基油の動粘度を η 、円管の長さを l とすると、単位時間内に1つの円管を通過する体積流量 Q は

$$Q = \frac{\pi \Delta p}{8 \eta l} r_g^4 = \frac{\pi \Delta p}{8 \eta l} \left[C^* \cdot \frac{1-f(f_0, P_c)}{f^n(f_0, P_c)} \right]^4 \quad (6-4)$$

と書ける。ハーゲン・ポアズイユの式では流体の動粘度に反比例して体積流量が小さくなることを示しており、これは基油の粘度が高いほど増ちょう剤から流出しにくく密封性能が向上することを示唆している。

高圧下での基油の流動を考える場合、基油の密度や粘性の変化も考慮に入れる必要があり、例えば粘度-圧力関係式については以下の BARUS の式 [10] がよく用いられる。

$$\eta_p = \eta_0 \exp(\alpha P) \quad (6-5)$$

この式 (6-5) を式 (6-4) に代入すると、

$$Q = \frac{\pi \Delta p}{8 \eta_0 \exp(\alpha P) l} \left[C^* \cdot \frac{1-f(f_0, P_c)}{f^n(f_0, P_c)} \right]^4 \quad (6-6)$$

となり、基油の体積流量 Q と負荷圧力、グリースの物性、およびメタルシールの接触圧力の関係が得られる。上述したようにグリース含有固形粒子や接触圧力による増ちょう剤濃度の変化などがグリースのパーミアビリティに及ぼす影響などについては追加の検討が必要であるものの、本関係式は全体としてはメタルシールの高圧側と低圧側に Δp が存在した場合、基油の流動が必ず生じることを示している。すなわち、本関係式だけでは高圧ガス圧力が負荷された状態でも基油の流動が停止した完全な密封状態は説明することはできない。

しかしながら、高圧ガスによってメタルシール面間から基油が流出している場合でも、その体積流量 Q がメタルシールに存在する基油の総量と比較して十分小さい間は高圧ガスのリークには至らず、実用上は密封状態が維持されているとみなせる可能性がある。実際、第4章で示した密封状態のメタルシールのその場観察試験においても、昇圧に伴う基油の流動が観察されたが高圧ガスのリークは検知されない場合があった。よって、メタルシールの使用時間を考え、式 (6-6) から予測される単位時間当たりの基油の体積流量とメタルシールの使用時間の積をメタルシール性能の評価指標とすれば、使用期間内のリーク発生有無の判定に活用できると考えられる。

一方、大野ら [11] は高圧下での潤滑剤の相変態について評価しており、Fig. 6-2 に示すように温度と圧力の条件によっては潤滑剤が固化し粘弾性体または弾塑性体となりうること

を示している。もし、グリースの基油がメタルシール面間に局部的に閉じ込められた場合、接触圧力が 1 GPa 以上となる場合がある PJ のメタルシールでは基油の固化のための圧力条件を満たす可能性がある。現時点では本研究で対象としたメタルシールにおいて基油の固化が生じていたかどうかは判断できず、PJ 用グリースの高圧での固化特性や、メタルシール面間での局所的な油圧上昇の有無などのさらなる調査が必要であるが、固化が生じている場合は高圧ガス荷重の負荷の元でも基油の流動は生じず、密封性能を無限時間維持できる可能性がある。

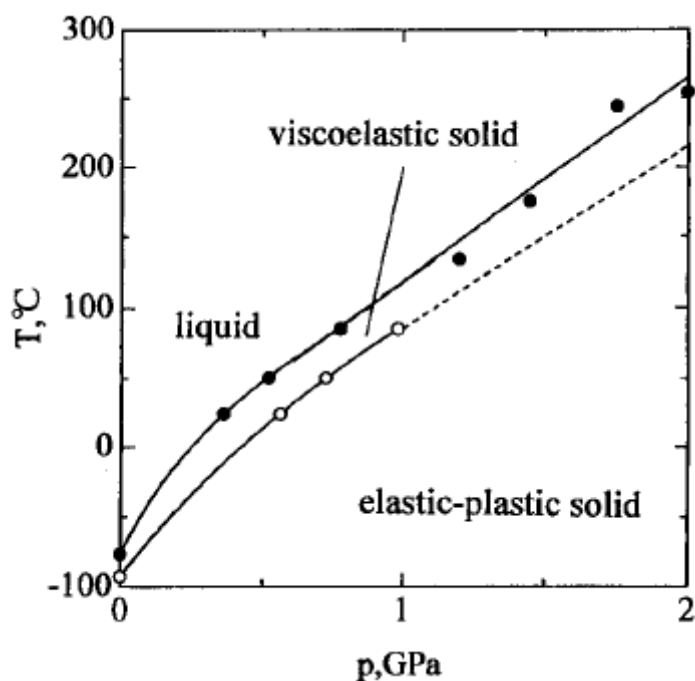


Fig. 6-2 Phase diagram of traction oil [11]

6.2.2. ベースグリースの流動

6.2.2.1. ガス圧力負荷方向への流れによる圧力損失

高温の使用環境においてグリースの増ちょう剤繊維の網目構造が消失し、グリースが液体に近い状態である場合は、グリース自体(ベースグリース)が高圧ガスによってメタルシール外に押し出された時にリークに至ると考えられる。第 5 章ではグリースの粘弾性特性を示したが、Grease A では増ちょう剤繊維の網目構造がほぼ消失したと考えられる 180 °Cでの加熱後においても粘弾性体としての流動特性を有していた。これは加熱により増ちょう剤の網目構造が消失しても Grease A に含まれる重金属固形粒子による基油の保持効果が発揮されたためであると考えられる。よって、ここでは増ちょう剤の網目構造が消失すると思われる温度域においても、ベースグリースは降伏応力を有するビンガム流体であるとして

扱うこととする。

まず、ベースグリースが圧力荷重の負荷方向、すなわち、メタルシールの周方向に直交した方向に流動する場合を考える。メタルシール面を Fig. 6-3 に示す長さ L 、幅 w 、隙間 h の平行平板と仮定し、この平行平板間に降伏応力が τ_y であるベースグリースが満たされているとする。

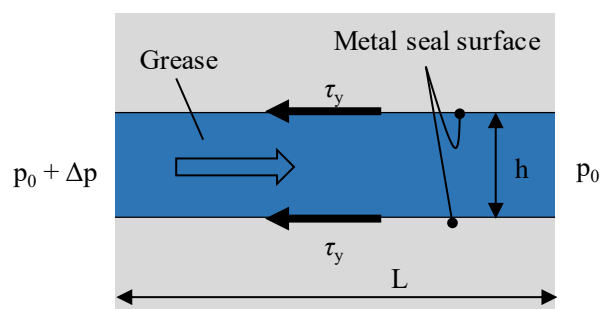


Fig. 6-3 Schematic drawing of grease flow between parallel plate

平行平板の入り口と出口の圧力差を Δp とすると、グリースが流動を開始するときの流路壁面におけるせん断応力と流路断面に負荷される圧力荷重の力のつり合いより、

$$2Lw\tau_y = \Delta p \cdot wh \quad (6-7)$$

の関係が得られる。これを整理すると

$$\Delta p = \frac{2L}{h} \tau_y \quad (6-8)$$

となり、グリースの降伏応力に比例してグリースが流動を開始する時の圧力が大きくなることになる。

ここで、式 (6-8) において降伏応力 τ_y を第 5 章で求めた室温での Grease A での値である 437.6 Pa、流路長さ L をメタルシールの接触幅相当である 2.5 mm とし、流路隙間 h を変化させたときの圧力差 Δp を計算した結果を Fig. 6-4 に示す。これより、メタルシールの密封性能に相当する数十～数百 MPa 程度の圧力差を得るためには、メタルシール面間の隙間を 0.1 μm 程度以下まで小さくする必要があるが、本研究で用いたメタルシールの粗さ突起の高さは数 μm ～数十 μm と大きいため、本モデルだけで試験で得た密封現象を説明することは難しいと言える。

一方、表面粗さが存在するメタルシール面同士の接触部における流路形状は Fig. 6-3 に示した仮想流路よりも長く複雑である可能性が高い。よって、実際の現実の流路長さや、流路の曲がりや流路断面積の急変、分岐により生じる圧力損失の影響までを考慮に入れれば、本モデルにより密封現象を説明できる可能性もある。そこで次目では、ベースグリースの流れがメタルシール面の旋削痕に沿って生じる場合を考え、そのベースグリースによる密封の可否について検討した。

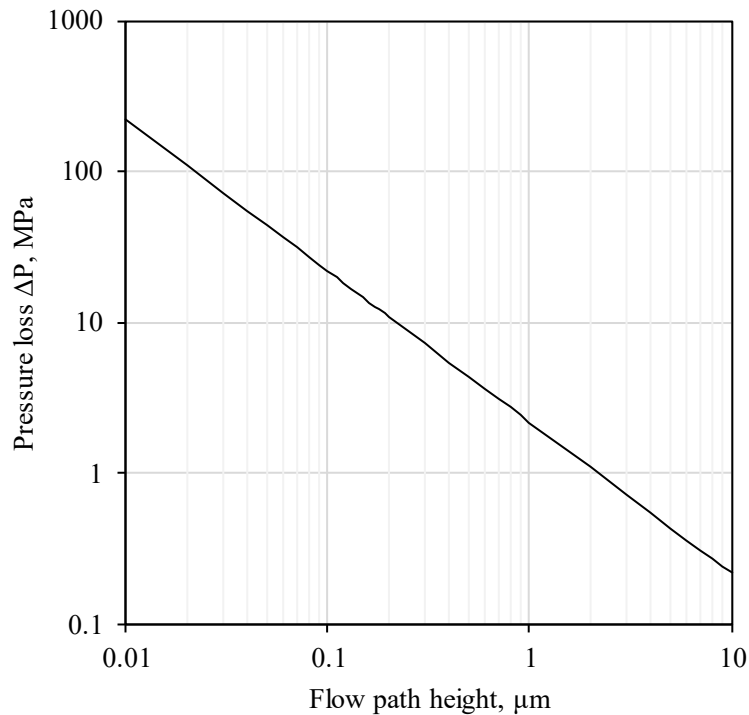


Fig. 6-4 Relationship between pressure loss and flow path height at the parallel plate

6.2.2.2. 旋削痕に沿った方向への流れによる圧力損失

本研究で対象としたメタルシール面は旋盤仕上げであり、第4章で示した摺動後メタルシール面その場観察試験では実際に旋削痕に沿った方向（ガス圧力負荷方向に直交する方向）にグリースが流動する様子が観察された。この場合、流路長さは前目で想定したガス圧力負荷方向に流動する場合と比較して大きくなる。そこで、本目ではグリースの流動がメタルシールの旋削痕に沿った周方向に生じるとした場合に密封性能に相当する圧力損失が得られる可能性があるのかを検討した。

まず、旋削痕に沿った流路を円管と仮定し、その径を D 、流路長さを L 、円管の入り口と出口の圧力差を Δp とし、式(6-7)を導出した時と同様に壁面でのせん断応力と圧力荷重の力のつり合いを考えると、

$$\pi D L \tau_y = \frac{\pi}{4} D^2 \Delta p \quad (6-9)$$

の関係が得られ、これを整理すると

$$\Delta p = \frac{4L}{D} \tau_y \quad (6-10)$$

となる。ここで、円管の径 D が旋削痕のピッチと同等の $25 \mu\text{m}$ 、 τ_y を前述の 437.6 Pa とすると、Fig. 6-5 に示す流路長さ L と圧力差 Δp の関係が得られる。この場合、数百～数千 mm の流路長さ L が確保できれば、数十～数百 MPa の圧力差が得られることとなる。

本研究で用いたカップ&コーン型試験片ではメタルシール径が約 $\phi 25 \text{ mm}$ 、旋削痕ピッチが約 $25 \mu\text{m}$ 、接触幅が約 2.5 mm であるので、旋削痕に沿った流路のみが存在するとした場

合，その長さはおおよそ $\pi \times 25 \times (2.5 / 25 \times 10^{-3}) = 7850 \text{ mm}$ となり，この流路における圧力損失は約 550 MPa となる．実際には加工むらによる旋削痕の高低差や相手方のメタルシール面との組み合わせの関係により旋削痕を横切る流路も存在する可能性が高く，流路は上記の計算で得た値よりも短くなると考えられるが，流路長を上記見積りの 10% の 785 mm とした場合でも約 55 MPa の高い圧力損失が得られることとなる．これに前述の管路の形状変化や分岐による圧力損失が加わるとすれば，一定の圧力損失効果が期待できると言える．また，これより旋削痕ピッチの増加や旋削痕高さの低減，旋削痕高さのばらつきの低減などの工夫により，流路長さを大きくとることができれば，本メタルシールの密封性能をさらに向上できる可能性があると言える．

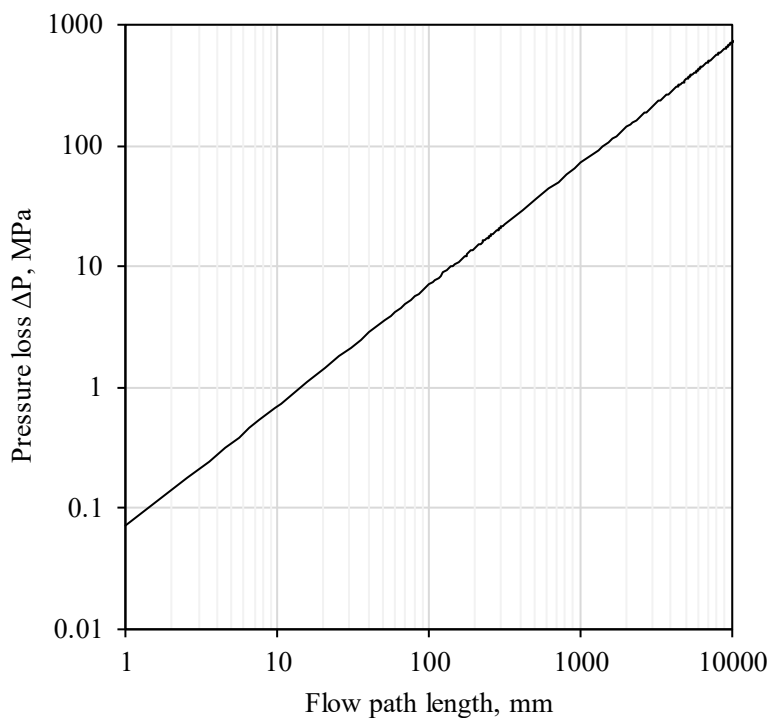


Fig. 6-5 Relationship between pressure loss and flow path length at circular flow

6.3. グリース含有固形粒子の密封性能への寄与

前節ではグリースの基油やベースグリースによる密封機構について考察したが，第 4 章で示したように，PJ 用のグリースでは大量に添加されている固形粒子が密封性能の向上に寄与していると考えられる．そこで本節ではこのグリース含有固形粒子の密封効果について考察した．

6.3.1. 軟質重金属粒子によるメタルシール面の平滑化

第3章で示したように、軟質の重金属粒子を大量に含有する Grease A を塗布してメタルシール面を摺動させた場合、摺動により延展された重金属粒子がメタルシール面の凹凸を埋めることが分かった。その結果、例えばカップ&コーン型の試験片の場合、りん酸マンガンを処理した上試験片のメタルシール面の粗さは摺動前後で 1/5 以下にまで減少した。また、重金属粒子におけるメタルシール面の平滑化によりメタルシール面間の平均隙間が減少した場合、グリースが熱劣化した場合や脱脂によりグリースの油分を除去した場合でも高い密封性能が得られることを確認した。

一方、硬質の無機粒子を含有する Grease B の場合は、摺動条件によってはメタルシール面が大きく摩耗してメタルシール面間の平均隙間が増加し、グリースが熱劣化した状態などでは密封性能が大幅に低下した。

以上より、グリースに含有される固形粒子が密封性能に及ぼす影響の一つとして、メタルシール面の粗さやテクスチャを変化させることにより、メタルシール面間の平均隙間やリークパス形状を変化させるということがあげられる。また、密封性能への影響の良し悪しは固形粒子の材質や大きさにより変化すると考えられ、本研究結果より軟質かつ延展性に富む粒子が添加されている場合には密封性能の向上効果が期待できると言える。

6.3.2. 固形粒子による基油保持効果

グリースに含有される固形粒子は増ちょう剤との相互作用により基油の保持力を向上させる効果があることが示されている [12]。6.2.2 項でも述べたが、Grease A では増ちょう剤繊維の網目構造がほぼ消失したと考えられる 180 °Cでの加熱後においても一定の粘弾性特性を有しており、これは含有される重金属固形粒子による基油の保持効果によるものと考えられる。これにより増ちょう剤繊維の網目構造が消失した高温でも一定の流動抵抗が発揮され、高い密封性能が得られたと考えられる。

6.3.3. 凝集固形粒子による密封効果

Fig. 6-6 は第4章でも示した模式図であり、メタルシールの高圧側の隙間に凝集した固形粒子によるシール効果を示したものであるが、この凝集した固形粒子の隙間を流動するベースグリースの挙動は、多孔質内の流体の流れとしてモデル化ができると考えられる。

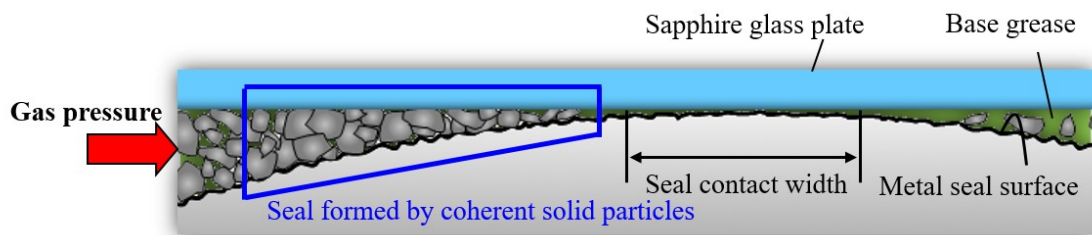


Fig. 6-6 Schematic drawing of seal effect by coherent solid particles

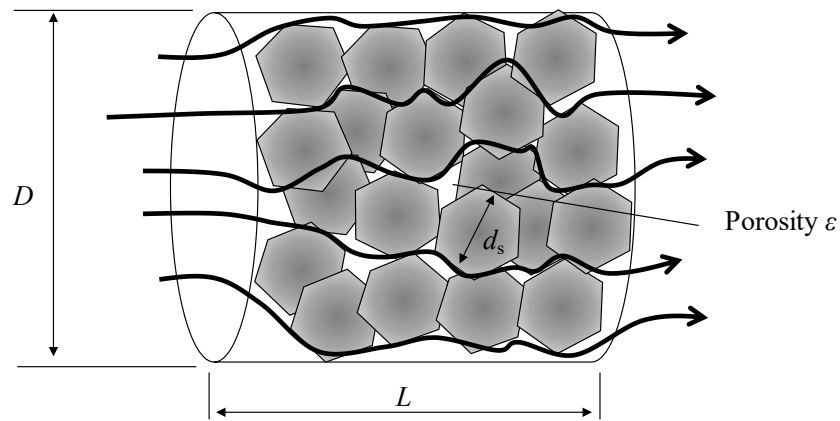
まず、隙間に粒子を充填した際の充填率について考える。1種類の球体を3次元空間に充填する場合、その充填密度は立方最密充填および六方最密充填の場合に最高の約0.740となることが広く知られている。また、楕円体を充填する場合も、その最高密度は球充填の場合と同じく約0.740であるとされている [13][14]。

充填に2種類の球体を用い、その大小の球の半径比を無限大にした場合には、原理的には充填密度を約0.923まで高めることが可能とされており [15]、球の直径の比が1:10の2種類の球をランダムに充填する場合でも0.67程度の充填率が得られることがコンピュータ実験によって示されている [15]。

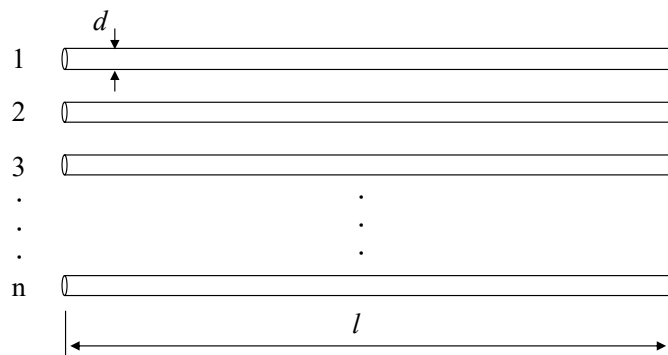
多孔質体内の基油の流れに関する研究については6.2.1項にて示したが、ここでは固形粒子が形成した流路内をベースグリースが流動すると仮定し、益山ら [16]が示したビンガム流体の多孔質体内の流れのモデルを用いて考察を進める。

Fig. 6-7 (a) に粒径 d_s の粒子が空隙率 ε にて均一に充填された直径 D 、高さ L の円管（以後、充填管と呼ぶ）の模式図を示す。また、以下の式 (6-11) 定義される Wadell の実用球形度 [17] φ_s を導入する。

$$\varphi_s = \frac{\text{粒子の投影面積に等しい円の直径}}{\text{粒子の投影像に外接する最小円の直径}} \quad (6-11)$$



(a) Tube filled with particles



(b) Equivalent capillary tubes

Fig. 6-7 Schematic images of equivalent capillary tube model with a tube filled with particles

ここで、充填管内のビンガム流体の流れは、Fig. 6-7 (b) に示す n 本の管径 d 、管長 l の仮想細管内のビンガム流体の流れと等価と考え、さらに、以下の仮定を設ける。

- (1) 充填管内の全空隙体積は、 n 本の細管の全体積と等しい
- (2) 充填管内の全表面積は、 n 本の細管の全表面積と等しい
- (3) 充填管内の流体は非圧縮性であり、その流量は n 本の細管内の流量と等しい

充填管内の平均流速を V_m 、仮想細管内の平均流速を v とすると、以下の関係式がそれぞれ成立する。

$$\frac{\pi}{4} D^2 L \varepsilon = n \frac{\pi}{4} d^2 l \quad (6-12)$$

$$\frac{3\pi D^2 L (1-\varepsilon)}{2d_s \varphi_s} + \pi D L = n \cdot \pi d l \quad (6-13)$$

$$Q = \frac{\pi}{4} D^2 V_m = n \frac{\pi}{4} d v \quad (6-14)$$

これを整理すると、仮想細管の管径 d および仮想細管内の平均流速 v は下記のように記載できる。

$$d = \frac{2 d_s \phi_s \alpha \varepsilon}{3 (1-\varepsilon)} \quad (6-15)$$

$$v = \frac{V_m l}{\varepsilon L} \quad (6-16)$$

ここで、 α は仮想細管の管径に対する充填管の管径の影響を補正する係数であり、次式で与えられる。

$$\alpha = \left\{ 1 + \frac{2 d_s \phi_s}{3 D (1-\varepsilon)} \right\}^{-1} \quad (6-17)$$

また、ビンガム流体が長さ l の仮想細管内を層流状態で流動する場合の圧力損失 Δp は

$$\Delta p = \frac{32 \mu_B v}{a^2 \phi} l = \frac{4 \tau_w}{a} l = \frac{4 \tau_y}{a a} l \quad (6-18)$$

と表される [18]。ここで、 τ_w は壁面のせん断応力、 τ_y はグリースの降伏応力、 a は降伏比 τ_y/τ_w 、 ϕ は $1 - 4a/3 + a^4/3$ である。

式 (6-15)、式 (6-16)、および式 (6-18) を整理すると長さ L の充填層の流動による圧力損失 Δp は

$$\Delta p = \frac{\Delta p}{l} \frac{l}{L} L = 72 \left(\frac{l}{L} \right)^2 \frac{\mu_B V_m}{d_s^2 \phi_s^2 \alpha^2 \phi} \frac{(1-\varepsilon)^2}{\varepsilon} L \quad (6-19)$$

と表すことができる。

ここで、式 (6-19) 中の l/L を曲がり度と呼び、この曲がり度は幾何学的に形状の等しい粒子が均一に充填されている場合は粒子径 d_s や空隙率 ε の影響をあまり受けずほぼ一定であると考えられている [16]。

Fig. 6-8 には式 (6-19) により計算して得た圧力損失の値を示す。計算は Table 6-1 に示した条件にて実施し、充填管の直径 D 、充填球の直径 d_s 、曲がり度 l/L 、およびグリースの複素粘度 μ_B がそれぞれ圧力損失に及ぼす影響を評価した。計算で用いた最小の空隙率は 2 種類の球体を充填した場合に得られる最小値である $1-0.923 = 0.077$ とした。

Table 6-1 の #1 の条件がメタルシールを想定した基準条件であり、充填管の直径 D は Grease A に含有される固形粒子の最大粒度に相当する $150 \mu\text{m}$ 、充填球の直径 d_s は Grease A に含有される固形粒子の粒度の最頻値である $54 \mu\text{m}$ 、曲がり度 l/L は先行研究 [16] と同じ 1.24 、複素粘度 μ_B は Grease A の室温、 1 Hz での粘弾性測定結果より $676 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ とした。また本計算では定数とした充填管の長さ L はメタルシールの接触幅と同等の 2.5 mm とし、充填球は真球と仮定して $\phi_s = 1$ とした。充填管内の平均流速 V_m は第 4 章で示したその場観察の結果から 0.01 mm/s とし、グリースの降伏応力 τ_y は Grease A の室温での測定値の 437.6 Pa とした。Grease A の粘度の定常流測定において、十分に流れが発達した領域でのせん断応力は 1300 Pa 程度であったことから、応力比 a は $437.6/1300 \approx 0.3$ とした。

Fig. 6-8 (a) ~ (d) を比較すると、Fig. 6-8 (c) に示した充填球の直径が圧力損失に及ぼす影響が最も大きく、曲がり度や充填管の直径、グリースの複素粘度の影響は小さかった。

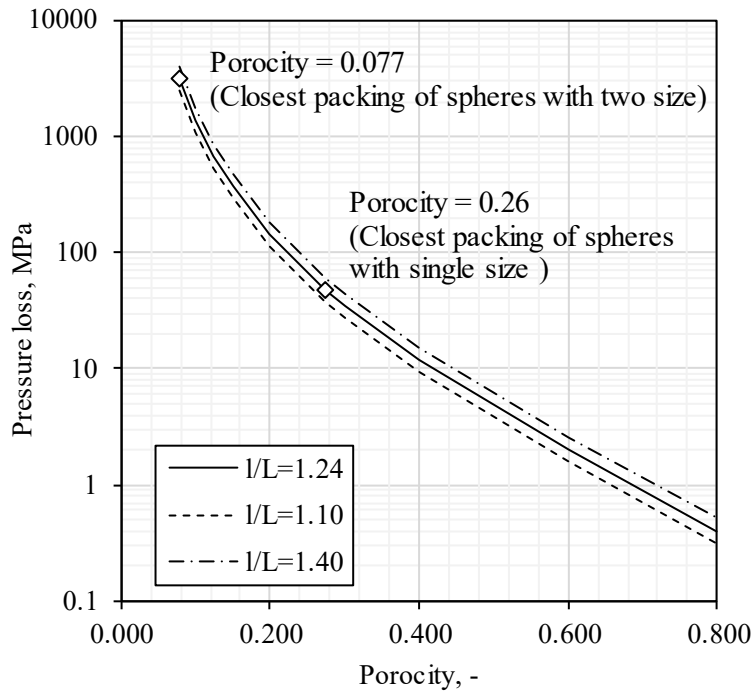
本計算では曲がり度に先行研究 [16]で用いられていた値をそのまま適用しており，その妥当性については検討が必要であるが，圧力損失に及ぼす影響はそれほど大きくないことから，全体の傾向や密封機構を議論の上では大きな支障はないと考えられる。

Table 6-1 Evaluated conditions of pressure loss

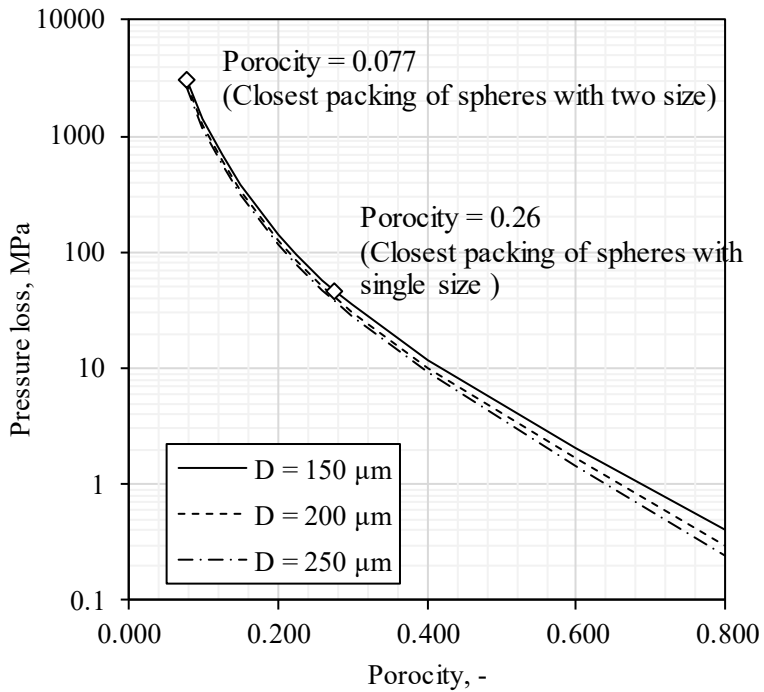
Item	unit	#1	#2	#3	#4	#5	#6	#7	#8	#9
Filled tube diameter	D	um	150	150	150	200	250	150	150	150
Filled tube length	L	mm	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
particle diameter	d_s	um	54	54	54	54	54	27	81	54
Wadell's shape factor	ϕ_s	-	1	1	1	1	1	1	1	1
Bending ratio	l/L	-	1.24	1.10	1.40	1.24	1.24	1.24	1.24	1.24
Mean velocity in filled tube	V_m	mm/s	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Yield stress of grease	τ_y	Pa	437.6	437.6	437.6	437.6	437.6	437.6	437.6	437.6
Yield stress ratio	a	-	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Complex viscosity of grease	μ_B	Pas	676	676	676	676	676	676	811	541

Fig. 6-8 より，いずれの条件においても空隙率の低下に伴って圧力損失が増加し，空隙率が約 0.4 以下の領域では 10 MPa 以上の圧力損失が得られることがわかる。先に述べたように直径比が 1:10 の 2 種類の球をランダムに充填した場合でも 0.67 程度の充填率，すなわち，0.33 程度の空隙率となるとされており，第二章で示したように Grease A に含有される粒度は 0.2 μm 以下から 150 μm 以上の分布，すなわち最大で直径比が 1:750 程度となることから，Grease A の固形粒子の凝集部においては同程度以下の空隙率が実現されている可能性がある。また，第 4 章で示したその場観察の結果では，グリース基材の流動に伴って固形粒子も運動する様子が観察されたが，粗大な固形粒子の隙間を流動するグリース基材によって，より小さな固形粒子がその間に充填される効果も期待できるため，さらに高い充填率が達成される可能性も考えられる。

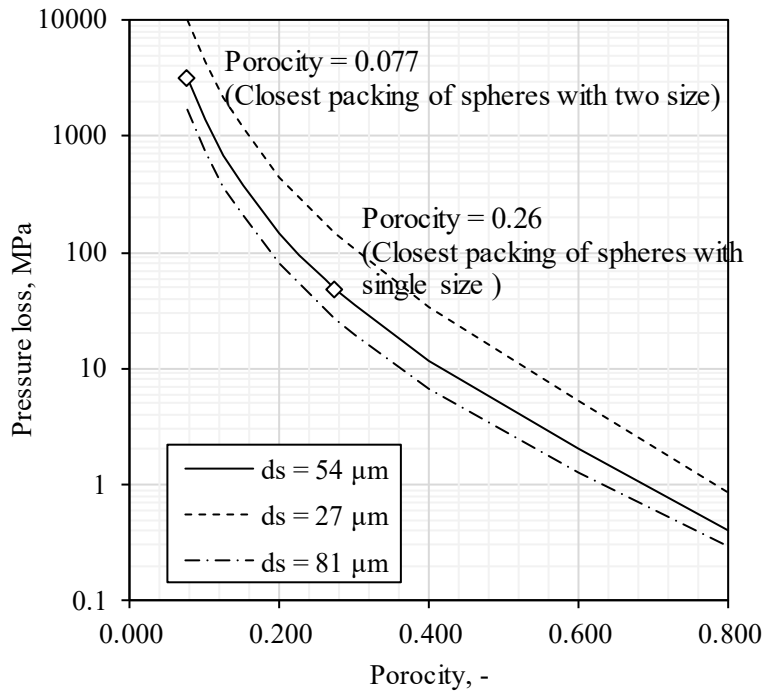
仮に Grease A の固形粒子凝集部の空隙率を 0.2 とすると 100 MPa 以上の圧力損失が得られることとなり，凝集固形粒子がシールとして機能しているという仮説には一定の妥当性があると考えられる。



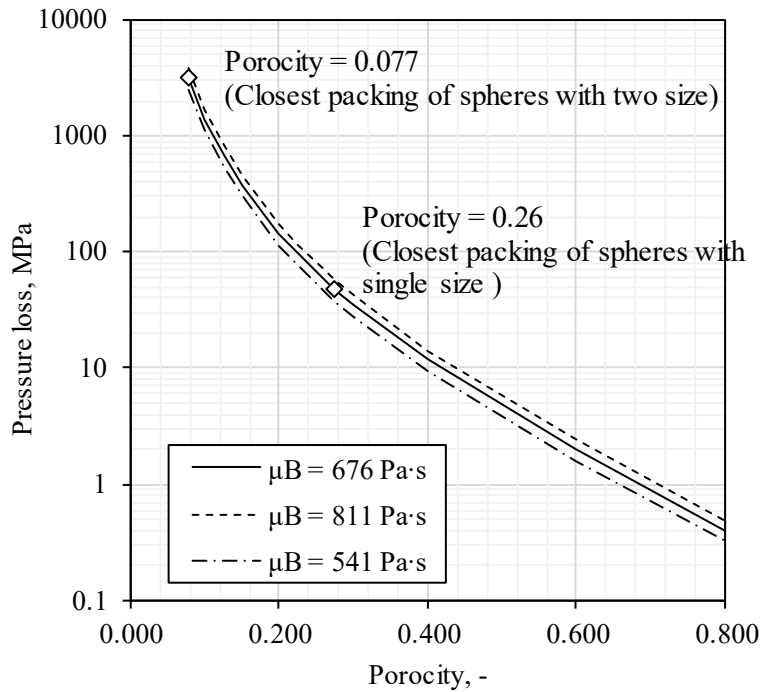
(a) #1, #2, and #3



(b) #1, #4, and #5



(c) #1, #6, and #7



(d) #1, #8, and #9

Fig. 6-8 Pressure loss by the base grease flow in the filled tube

6.3.4. 固形粒子によるグリースの熱劣化への影響

前節まで主にグリース含有固形粒子による密封性能向上効果について述べてきた。しかし、特に Grease A に含有される重金属固形粒子には高温にて基油や増ちょう剤の熱劣化を促進する可能性も考えられる。

Cann ら [19]は赤外分光により 130 °C で 150 時間加熱した後もリチウム石けんに由来する COO のピークが観察されることを確かめており、これは本研究において 120 °C でのベーキング処理後の Grease A において増ちょう剤繊維や COO のピークが観察されたことと対応している。一方、複数の研究ではリチウム石けんが基油に溶解する温度は 240 °C [20]、または 250 °C [21]であると示されているが、本研究では 150 °C でリチウム石けんの繊維構造がほとんど消失した。

摺動時の摩耗により生じた金属の新生面はグリースの酸化劣化を促進する触媒として作用する可能性があると考えられているが [22] [23]、本研究で用いた Grease A は大量の重金属粒子を含有しているため、摺動時にメタルシール面だけでなくこれらの重金属粒子においても新生面が生成される可能性がある。よって、重金属を含有しないグリースを使用したときよりも新生面の面積が大幅に増加するため、より低い温度で増ちょう剤の分解などが生じる可能性が考えられる。Grease A は鉛や銅、亜鉛といった複数の重金属粒子を含有しているため、まずは各粒子の触媒作用の有無について個別に調査することが必要である。

6.4. グリース潤滑されたメタルシールの密封機構

Fig. 6-9 には Fig. 6-6 に示したメタルシールの模式図と対比させる形で前節までの検討結果をまとめた。6.2.1 節や 6.2.2 節に示したように、メタルシールの接触部における基油やベースグリースの流動抵抗のみでは特殊な場合を除いて数百 MPa の超高压ガスの密封を実現するのは困難であると言える。よって、PJ のメタルシールではグリースに含有される固形粒子がメタルシールの接触部の高压側の隙間に凝集することでシールの機能を発揮しており、これが一定の圧力損失を生むことでメタルシール全体として数百 MPa の密封性能を発揮している可能性が高いと考えられる。

Fig. 6-8 に示したように固形粒子の粒度分布や充填率により圧力損失の大きさは変化するものの、凝集した固形粒子内を流動するベースグリースによる圧力損失は大きい場合で数百 MPa に至る可能性がある。そのため、場合によってはメタルシール接触部には高压ガス圧力がほとんど浸透しないこともあると考えられる。

第 3 章では弾塑性 FEM 解析によるメタルシール接触力の解析結果と実際の密封試験結果に乖離がある例を示したが、これが上記の高压ガスの浸透範囲の違いを示唆している可能性がある。すなわち、弾塑性 FEM 解析ではメタルシールの接触部の直前まで圧力荷重を浸透させたが、実際のメタルシール面では凝集固形粒子の働きにより圧力荷重はメタルシール接触部の手前までしか浸透しなかったために、試験では解析で想定した値以上の密封性能が得られた可能性があると言える。また、初期押付力の違いによるメタルシール接触部の

高圧側の隙間形状の違いが密封性能に及ぼす影響も弾塑性 FEM 解析と実際のメタルシールで異なる可能性がある。すなわち、弾塑性 FEM 解析においては隙間形状の違いは密封性能には影響しないのに対し、実際のメタルシールにおいては隙間形状の違いにより固形粒子の凝集範囲や充填率に変化が生じ、これが密封性能に影響を及ぼす可能性がある。

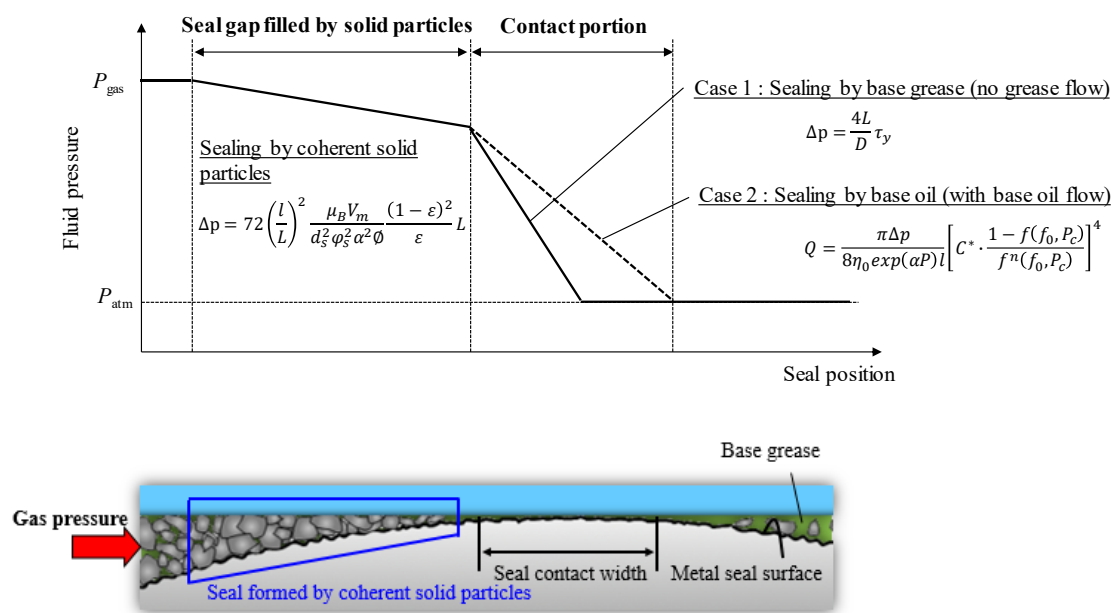


Fig. 6-9 Schematic diagram of fluid pressure on metal-to-metal seal with grease

固形粒子凝集部での圧力損失が負荷ガス圧よりも小さくメタルシール接触部まで高圧ガス圧力が浸透する場合、ベースグリースそのもの、あるいはベースグリースにおける増ちょう剤網目構造内の基油の流動抵抗により密封性能が発揮されていると考えられる。第 5 章では増ちょう剤繊維の網目構造の消失温度よりも高温では昇温に伴う密封性能の低下量が増加するという結果を示したが、これは温度による密封機構の違いを示唆していると言える。すなわち、増ちょう剤繊維の網目構造が維持される低温域ではその内部を満たす基油が主に流動しており、増ちょう剤の網目構造の消失する高温域ではベースグリースそのもの（基油と増ちょう剤の両方）が流動していると考えられる。今後、両者の流動抵抗の定量的な比較は必要であるものの、前者の方が高い流動抵抗を有し優れた密封性能を示すことは容易に想像がつく。温度域によって昇温に伴う密封性能の低下率が異なったのは、増ちょう剤網目構造内を流動する基油の流動抵抗の低下率よりも、ベースグリースの流動抵抗の低下率の方が大きかったためであると考えられる。

Fig. 6-10 は第 4 章で示したその場観察試験により得たメタルシール面の様子とその模式図を示したものであるが、摺動後メタルシール面においてもシール接触力の低下に伴って固形粒子がシール接触部まで侵入しており、この固形粒子がベースグリースとともに排出

された時点でリークが発生することを確認した。また、リーク直前の Fig. 6-10 (c) では黒矢印で示した部分一部などで固形粒子が明確には見られないことから、シール面間の隙間の増大により固形粒子の充填率が低下していた可能性がある。

これより、メタルシール面間の平均隙間が増加した場合でも Fig. 6-10 (b) に示したように凝集固形粒子の充填率が十分高い場合には充填層による大きな圧損効果が得られ高い密封性能が得られると考えられる。しかし、さらに平均隙間が増加して固形粒子の充填率が低下した Fig. 6-10 (c) の場合には固形粒子がベースグリースとともに流動を開始して充填層による圧力損失効果が急激に失われるため、密封性能が大幅に低下しリークに至ると考えられる。よって、凝集固形粒子による圧力損失効果を考える際には使用中のメタルシールの接触圧力や負荷ガス圧の変化による充填層の全縁位置や充填率の変化までを考える必要があると言える。本知見によればメタルシール面のテクスチャや固形粒子の形状などの工夫によりメタルシール面間の平均隙間がより大きくなった場合でも固形粒子をその隙間に捕捉することができれば、密封性能の向上が可能であるとも言える。

充填層を流れるビンガム流体による圧力損失モデルによれば、グリースのみかけ粘度が上昇した場合には密封性能が向上することとなるが、実際の試験においては熱劣化によりグリースの過度な粘度上昇や固化が生じた場合は密封性能が低下した。これは、Fig. 6-11 に示した模式図のように、ベースグリースの流動性が過度に低い場合にはメタルシール面の平均隙間が広がったとしてもその隙間へのベースグリースの流入速度が遅いため固形粒子の充填が進まず、充填率の低下が生じるためであると考えられる。これより、固形粒子充填層による圧力損失を考えた場合、密封性能を最大化するためのベースグリース粘度には最適値があると考えられる。

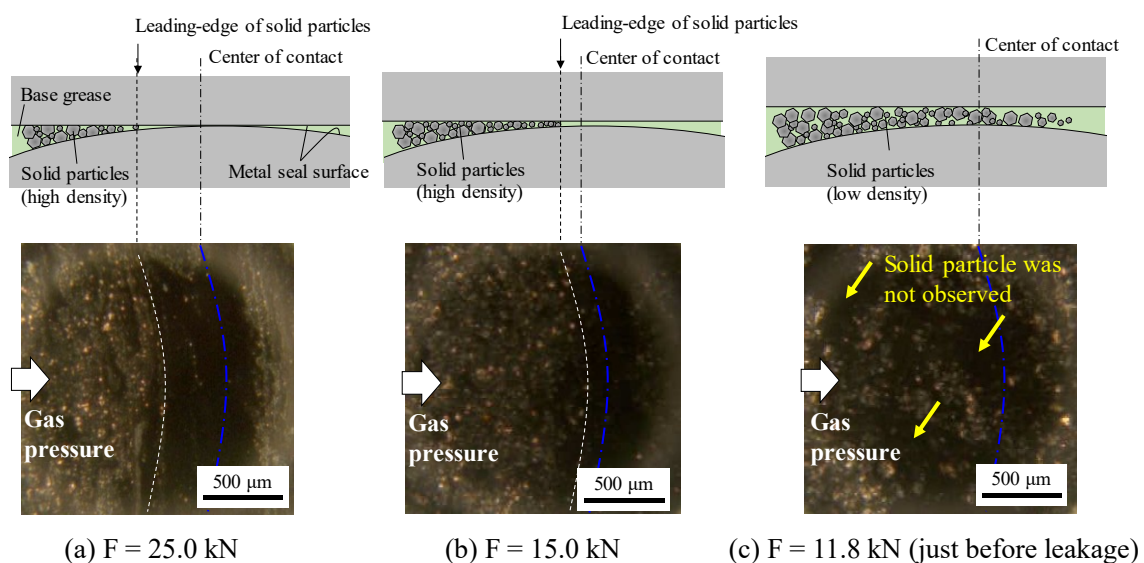


Fig. 6-10 Schematic images and observed images of metal-to-metal seal during a gas tightness test at 150 MPa

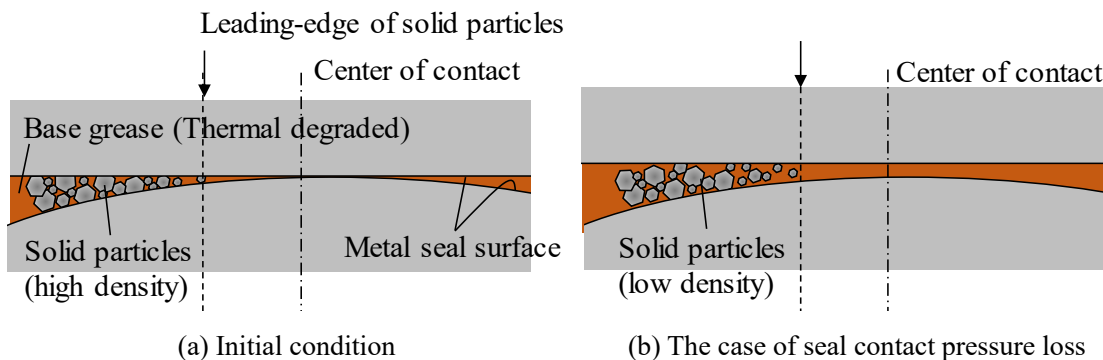


Fig. 6-11 Schematic images metal-to-metal seal with thermal degraded grease

第一章で述べたように、従来はメタルシールの密封性能向上には接触圧力の増加が重要と考えられており、シール干渉量を増加させるなどの設計手法がとられてきた。しかしシール干渉量を増加させる場合、締結時の嵌め合い摺動による Galling 発生リスクも同時に上昇するため、設定可能なシール干渉量や接触圧力には上限があった。

一方、本研究によりメタルシールの接触部だけでなく、その高圧側の隙間に凝集した固形粒子による密封効果を明らかにしたことで、接触圧力増加によらない新たなメタルシールの設計手法を得た。すなわち、これまで着目されていなかったメタルシールの接触部近傍の隙間形状を工夫することで固形粒子の凝集領域拡大や充填率向上が実現できれば、メタルシールの接触圧力を増加させることなく密封性能を向上できると言える。また、グリースに含有される固形粒子の形状や粒度分布とメタルシールのテクスチャや表面粗さの最適な組み合わせを考えることにより、さらなる密封性能の向上が期待できる。

本研究では固形粒子の充填層内や増ちょう剤の網目構造内を流動するグリースの流動特性や化学的相互作用によっても密封性能が向上できる可能性があることを示した。例えばグリースの基油として圧力粘度係数が高く、増ちょう剤との相互作用も強いとされる多環ナフテンを用いれば密封性能の向上が期待できる。

6.5. まとめ

本章では PJ のメタルシールの密封性能に大きく影響するグリースの基油、増ちょう剤、そして固形粒子の作用について整理し、その密封機構のモデルを示した。

まず、メタルシール面間で基油が増ちょう剤網目構造の間を流動する場合を考え、接触部における増ちょう剤の濃縮や高圧状態での粘度上昇により流量が低下するモデルを示した。本モデルではメタルシールの入口と出口に圧力差が存在する場合には基油の流動が生じるため、基油の流動が停止した完全な密封状態は説明できないが、メタルシールの使用時間を考えて許容可能な基油の流出量が設定できた場合には密封維持の可否が判断できると思われる。

次に、ベースグリース自体が流動する場合を考えた。ベースグリースを一定のせん断応力まで流動が生じないビンガム流体とし、流路壁面におけるせん断応力と高圧ガス荷重のつり合いを考えることで、密封可能な圧力を見積もった。その結果、メタルシールの旋削痕に沿った周方向の長い流路が形成された場合には、最大で数百 MPa の圧力が負荷された状態でもベースグリースは降伏には至らず、密封が可能であることを示した。

最後に、PJ 用のグリースに大量に含有される固形粒子が密封性能に及ぼす影響について考察した。固形粒子による密封性能向上効果としては、メタルシール面の粗さ形状やテクスチャの変化によるメタルシール面間の平均隙間の狭小化効果、増ちょう剤との相互作用による基油の保持力向上効果、そしてメタルシール接触部の高圧側の隙間に凝集することによるシール効果があると考えられることを示した。凝集部の形成によるシール効果については、充填層を流動するビンガム流体の圧力損失モデルを考え、固形粒子の粒径や充填率によっては数十～数百 MPa の圧力損失が得られる可能性を示した。

本章では得られた知見に基づいて、PJ のメタルシールの密封性能向上策についても提案しており、メタルシールの接触部の高圧側の隙間の工夫や、グリースに含有される固形粒子の粒度分布の制御により、密封性能の向上が期待できることを示した。

参考文献

- [1] P. Baart, T. Green, J. Li, T. S. Lundström, L.-G. Westerberg, E. Höglund and P. M. Lugt, *The influence of speed, grease type, and temperature on radial contaminant particle migration in a double restriction seal*, vol. 54, Tribology transactions, 2011, pp. 867-877.
- [2] J. Li, L. G. Westerberg, E. Höglund, P. M. Lugt and P. Baart, *Lubricating grease shear flow and boundary layers in a concentric cylinder configuration*, vol. 57, Tribology transactions, 2014, pp. 1106-1115.
- [3] L. Augusto, M. Takahama and C. Negrão, *The effect of viscous dissipation and heat transfer on friction losses of grease-filled labyrinth seals*, vol. 153, Tribology International, 2021, p. 106571.
- [4] 星野, *グリースのパーミアビリティ*, 第 19 卷, 潤滑, 1974, p. 278.
- [5] P. Baart, v. d. V. Bas, P. M. Lugt and R. A. van Ostayen, *Oil-bleeding model for lubricating grease based on viscous flow through a porous microstructure*, vol. 53, Tribology Transactions, 2010, pp. 340-348.
- [6] 市村, 小森谷, 河内, 吉原, 酒井, 董, 木村, *玉軸受のグリース潤滑における潤滑寿命の研究 (第 2 報) —基油の浸透特性にもとづく潤滑寿命の解析—*, 第 66 卷, トライボロジスト, 2021, pp. 159-170.

- [7] 森, 潤滑油高性能化のための化学的視点, 第 64 巻, トライボロジスト, 2019, pp. 150-157.
- [8] 星, 滝渡, 七尾, 八代, 森, 顕微赤外分光法によるグリース EHL 膜のその場観察, 第 60 巻, トライボロジスト, 2015, pp. 153-159.
- [9] 星, 滝渡, 七尾, 森, グリース潤滑膜構造に対する荷重の影響-赤外分光法によるその場観察-, トライボロジー会議 2017 春 東京 予稿集, 2017, p. E36.
- [10] C. Barus, *Isothermals, Isopiestic and Isometrics relative to Viscosity*, vol. 45, American Journal of Science, 1893, p. 87.
- [11] 大野, 阿知波, 棗田, 相原, 平野, トラクション油の高圧物性とトラクション特性, 第 44 巻, トライボロジスト, 1999, pp. 965-972.
- [12] B. Lin, I. Rustamov, L. Zhang, J. Lu, X. Wan, *Graphene-reinforced lithium grease for antifriction and antiwear*, vol.3, ACS Applied Nano Materials, 2020, pp. 10508-10521.
- [13] 松本, 球・楕円・楕円体での最密充填, 第 39 巻, 日本結晶学会誌, 1997, pp. 254-257.
- [14] 谷口, 空間群 $P1$ における楕円体の最密充填, 四條畷学園大学 リハビリテーション学部紀要, 2008, pp. 61-71.
- [15] 山田, 菅野, 宮内, 多種球充填モデルとその応用例, 2011-MPS-85, 情報処理学会研究報告, 2011, pp. 1-6.
- [16] 益山, 原, 高, 野田, ビンガム流体の充填層内流れの圧力損失に関する研究, 第 99 巻, 日本鉱業会誌, 1983, pp. 463-468.
- [17] 武林, 紛体粒子の形状, 第 68 巻, 色材, 1995, pp. 52-58.
- [18] A. H. P. Skelland, *Non-Newtonian flow and heat transfer*, NEW YORK: JOHN WILEY AND SONS, 1967.
- [19] P. Cann, J. Doner, M. Webster, V. Wikstrom, *Grease degradation in rolling element bearings*, vol.44, Tribology Transactions, 2001, pp. 399-404.
- [20] 喜多, 山本, 12 ヒドロキシステアリン酸リチウム石けんグリースの製造工程における構造変化, 第 38 巻, トライボロジスト, 1992, pp. 69-76.
- [21] L. Salomonsson, G. Stang, B. Zhmud, *Oil/thickener interactions and rheology of lubricating greases*, 第 巻 50, Tribology Transactions, 2007, pp. 302-309.
- [22] 外尾, 横内, 転がり軸受用グリースの潤滑寿命推定技術, 第 60 巻, トライボロジスト, 2015, pp. 314-319.
- [23] 森, 呉, トライボケミストリー, 第 67 巻, 精密工学会誌, 2001, pp. 1924-1927.

7. 結言

7.1. 結論

本研究ではまず実使用環境に即した油井管特殊ねじ継手のメタルシールの基礎評価手法を確立し、その定量評価を可能にした。

従来、当該メタルシールの密封性能基礎評価においては、ねじ継手の締結/解体時に生じるメタルシール摺動等が考慮されておらず、基礎試験でのシール接触状態が実機と異なる可能性があった。そこで実機と同じメタルシール面のらせん摺動、および 180 °Cかつ 150 MPa 以上の高温高圧環境を模擬できる試験手法を確立し、より実機に近いシール面の摩耗・接触状態を得た。これにより、メタルシール摺動の有無や塗布するグリースの種類、メタルシールの使用温度といった各種条件の違いによる密封性能差の定量評価を可能とした。また、試験結果に基づいて所定のメタルシール接触力により密封可能なガス圧の上限を密封性能指標として整理した。例えば、標準グリースの密封性能指標は環境配慮型グリースの約 2.8 倍大きく、メタルシール接触力が同じ場合に約 2.8 倍高いガス圧まで密封可能であることを示した。これは実際のメタルシール設計に直接適用可能な知見である。

本研究ではまた、150 MPa の高圧ガスを密封したメタルシール面を直接観察する手法を確立し、密封状態からリークに至るまでのシール面間の様子を初めて観察した。その結果、メタルシール面間のミクロな隙間に充填されたベースグリースの流動抵抗に加え、メタルシール接触部の高圧側の隙間に充填されたグリース含有固形粒子の凝集体がシールとして機能することで、本メタルシールの極めて高い密封性能が発揮されている可能性が高いことを示した。さらに、高温での密封性能低下とグリースの高温劣化状態の関係を調査し、高温での密封性能の大幅な低下が増ちょう剤繊維の網目構造崩壊に起因することを示した。

最後に密封試験およびグリース分析の結果に基づいて当該メタルシールの密封機構について考察し、ベースグリースの流動抵抗と固形粒子の凝集部における圧力損失効果が重畳することで密封性能が発揮されるモデルを示した。すなわち、メタルシール面間にミクロな流路が存在するとしても、その流路がメタルシール面の旋削痕に沿った長い流路でありベースグリースによって充填されている場合には、最大数百 MPa の圧力が負荷されるまでベースグリースの流動は生じず密封が可能であることを示した。さらに、充填層を流動するビンガム流体の圧力損失モデルを考えた場合、固形粒子の粒径や充填率によっては凝集固形粒子部においても数十～数百 MPa の圧力損失が得られる可能性を示した。

以上のように、本研究を通じて PJ のメタルシールによる密封現象を理解する上で必要な項目に関する知見を得た。特に、グリース含有固形粒子により密封性能が大幅に向上するという新たな知見は、メタルシールの接触力増加に頼らずに PJ の密封性能をさらに向上させる手段になり得るといって非常に重要である。また、PJ 以外の幅広いシールへの応用も期待できる。以下では各項目における検討内容や得られた知見を示し、最後に今後の課題と

展望を示す。

7.1.1. 油井管特殊ねじ継手のメタルシールの密封性能評価手法

1. メタルシールの片当たりを防止して試験精度を向上させるために上下試験片の傾き補正機構や軸心調整機構を導入し、その効果について示した。
2. カップ&コーン型の試験片により実際のPJのメタルシール面と同じらせん摺動を再現することで、硬質の無機粒子を含有する Grease B を塗布した場合でもPJにより近いメタルシール面性状を得た。その結果、ばらつきが少ない密封試験結果が得られた。
3. 昇圧密封試験および定圧密封試験の2種類の密封試験方法を提案した。また、これらの試験手法の違いが密封試験結果に及ぼす影響は無視できることを確認した。

7.1.2. メタルシールの密封性能に影響を及ぼす因子

1. 各種密封試験結果より本メタルシールの高い密封性能はグリースを塗布することにより発揮されており、メタルシール摺動による接触状態の変化や塗布するグリースの種類、およびグリースの熱劣化によって密封性能が変化することを示した。
2. 軟質の重金属粒子を大量に含有する Grease A を塗布した場合、摺動時にこれらの粒子が延展されてメタルシール面の凹凸が平滑化され、メタルシール面間の隙間が狭小化されることが分かった。一方、硬質の無機粒子を含有する Grease B を塗布した場合、摺動によりメタルシール面が摩耗して粗さが増加した。これにより、高温においてメタルシール面間の隙間を埋めるベースグリースが熱劣化した場合には Grease B では密封性能が大幅に低下したが、Grease A では比較的高い密封性能が維持された。
3. グリースのちょう度が同等の場合、固形粒子を含有したねじ継手用グリースのほうが汎用のベースグリースよりも顕著に優れた密封性能を有することを示した。また、固形粒子を含有しないベースグリースにおいては、ちょう度が密封性能に及ぼす影響は小さいことも示した。
4. 密封性能はメタルシールの使用温度の上昇に伴って低下し、Grease A の 125 °C ~ 180 °Cにおける密封性能の低下率は 25 °C ~ 125 °Cよりも大きいことを示した。
5. Grease A の密封性能指標 $0.68 \text{ MPa}/(\text{Nmm}^{-1})$ は Grease B の指標 $0.24 \text{ MPa}/(\text{Nmm}^{-1})$ の約 2.8 倍高いことを示した。また、この密封性能指標と弾塑性 FEM 解析で求めたPJのメタルシール接触力を比較することにより、PJにおいてリークが発生するときのガス圧を簡易的に予測できることを示した。

7.1.3. 密封状態からリークにいたるまでのメタルシール面の接触状態の変化

1. グリースを塗布したメタルシール面にサファイアガラス板を押し付けてシール接触部を形成し、密封状態からリークに至るまでの様子をその場観察した。その結果、シールを単純に押し付けて形成した場合はシール面間に粗大な固形粒子が存在するが、シール面を摺動させながら形成した場合には、粗大な固形粒子は存在しておらずシール面の平均隙間が狭小化していることが分かった。
2. 密封状態においてもシール接触部ではグリース基油やベースグリースの流動が生じる場合があり、これらの流動に伴ってグリース含有固形粒子も運動することを明らかにした。
3. 特に摺動後シールにおいては、ガス圧の昇圧に伴ってシール接触部の高圧側の隙間にグリース含有固形粒子が凝集し、この凝集の進行に伴ってグリースの流動が緩やかになる様子が観察された。
4. シール面摺動の有無によらず、リーク発生の直前にはシール面間には一定の隙間が存在しており、この隙間にはベースグリースおよび固形粒子が存在していることが分かった。また、これらのベースグリースや固形粒子が排出された瞬間にリークに至った。

7.1.4. 油井管特殊ねじ継手用のグリースの基本物性と熱劣化特性

1. Grease A および Grease B ではともに、180 °Cでの加熱により増ちょう剤繊維の網目構造が消失することが分かった。
2. Grease A での密封試験結果と分析結果を対比して考察した結果、増ちょう剤繊維の網目構造の消失温度域と、加熱に伴う密封性能の低下量が大きくなる温度域はほぼ対応していることが分かった。これより、増ちょう剤繊維が崩壊するまでの温度域では基油の流動特性が、増ちょう剤繊維の消失や網目構造の崩壊が生じる温度域では、グリースそのものの流動特性が密封性能に大きく影響を及ぼすと考えられる。
3. Grease B では昇温時に基油の揮発や分解が増ちょう剤構造の崩壊よりも先に始まった。また、高温での大幅な油分の減少による固化がベーキング処理後に低密封性能となる一因である可能性を示した。
4. グリースに含有される基油の粘度や圧力粘度係数は Grease A の方が Grease B よりも高かった。これは室温において Grease A の密封性能が Grease B よりも優れるという密封試験結果に整合する結果であった。

7.1.5. 高温高圧での密封機構の考察

1. PJ のメタルシールではグリースに含有される固形粒子がメタルシールの高圧側の隙間に凝集することにより高い圧力損失を生み、さらにシール接触部に形成され

た複雑な流路を充填する基油あるいはベースグリースの流動抵抗により密封性能が発揮されているモデルを提案した。

2. 固形粒子の凝集部の形成によるシール効果については、充填層を流動するビンガム流体の圧力損失モデルを考え、固形粒子の粒径や充填率によっては数十～数百 MPa の圧力損失が得られことを示した。
3. メタルシールの接触部において、旋削痕に沿った周方向の長い流路が形成された場合には、最大で数百 MPa の圧力が負荷された状態でもベースグリースは降伏には至らず密封が可能であることを示した。
4. 提案した密封モデルおよびその場観察試験の結果より、メタルシールの接触力が低下した場合でも新たに生じた隙間への固形粒子が流入・集積が生じ、凝集固形粒子の充填率が維持された場合には密封性能が維持されると考えられる。しかし、熱劣化などによりベースグリースの流動性が著しく低下した場合には固形粒子の流入が生じず充填率が低下するために、密封性能が低下すると考えられる。
5. ベースグリースの粘性による圧力損失だけを考える場合にはその粘度が高いほど密封性能に優れることになる。しかし、凝集固形粒子による密封効果までを含めて考えた場合、密封性能を最大化するためのベースグリース粘度には最適値があると考えられる。

7.1.6. メタルシールの密封性能向上に向けた提言

従来、PJ のメタルシールの密封性能を向上させるためには主にメタルシールの接触圧力を向上させる手法がとられてきた。しかし、同時に締結時の摺動によるメタルシールの Galling 発生リスクも上昇してしまうため、設定可能な接触圧力には上限があった。

一方、本研究では、PJ のメタルシールでは接触部だけでなく、その高圧側の隙間に凝集した固形粒子により密封効果が発揮されている可能性が高いことを示した。よって、メタルシールの接触部近傍の隙間形状や、グリースに含有される固形粒子の形状や粒径分布の工夫によりメタルシールの接触圧力を増加させることなくさらに密封性能を向上できる可能性があると考えられる。

また、本研究では増ちょう剤の網目構造内を流動するグリース基油の流動特性や化学的相互作用によっても密封性能が向上できる可能性があることを示した。例えば多環ナフテンなどの圧力粘度係数が高く、増ちょう剤との相互作用も強いとされる基油を用いれば密封性能の向上が期待できる。

7.2. 今後の課題と展望

本研究で示した密封試験手法により、PJ のメタルシールの各使用条件における密封性能の予測を可能とした。また、凝集固形粒子によるシール効果への着目により、新たなアプローチによる PJ の密封性能の向上検討も可能とした。しかし、本研究で示した密封性能指標は限られた条件で得たものであるため、幅広い PJ や他のメタルシールの設計に応用するためには、今後、さらなる密封試験データの積み上げが必要である。

本研究で提案した密封モデルについては、まずはその妥当性のさらなる検証が必要である。例えば、密封試験中のシール接触部における増ちょう剤の流動有無をその場観察試験により捉えることができればさらに密封機構の解明が進むと思われる。これには増ちょう剤自身の蛍光を直接観察する手法 [1] [2] や、増ちょう剤に吸着する蛍光剤を添加するなどの手法 [3] が適用できると考えられる。

本研究では増ちょう剤繊維の網目構造内の基油の流れや、凝集固形粒子内のベースグリースの流れを考える際に流路を円管としてモデル化した。しかし、前述のように実際のメタルシール接触部における流路形状はより複雑であると考えられる。また、グリースには複数の材質や形状、粒度分布の固形粒子が含有されているため、これらが充填率や基油やベースグリースとの相互作用に影響を及ぼすと考えられる。よって、本モデルを用いてメタルシールの定量的な密封性能を評価するためには、各係数を同定する試験が別途必要である。しかしながら既存手法ではこれらをすぐに同定することは困難であるため、その測定手法の検討が必要である。

本研究ではメタルシールの接触部だけでなく、その高圧側の隙間形状を工夫することで密封性能を向上できる可能性があることを示した。しかし現時点ではどのような隙間形状とすれば密封性能の向上効果が得られるのかまでは明らかにできていない。今後、隙間形状が固形粒子の凝集領域や充填率に及ぼす影響や、グリースに含有される固形粒子の形状や粒度分布とメタルシールのテクスチャや表面粗さの組み合わせが密封性能に及ぼす影響の定量的な評価が必要である。

最後に、今後のカーボンニュートラル社会の実現に向け、地熱発電や CCS 技術の拡大が期待されているが、これらの井戸においても本研究で対象とした PJ の使用が期待されている。しかし、前者は最大 300℃以上の高温、後者は-80℃の極低温となる可能性があるため、これらの環境における PJ のメタルシールの定量的な評価や、密封機構の違いの有無についての調査や、必要な場合は密封性能向上のための検討が必要である。また、その他の産業分野においてもエネルギー効率の向上などのためにシールの使用環境は過酷化する傾向にあるため、これらの多様な使用環境におけるシールについても、まずはその密封機構を理解し、シール技術をさらに発展させることが必要であると言える。

参考文献

- [1] 吉原, 森内, グリース中の増ちょう剤の直接観察, *トライボロジー会議2016 春 東京 予稿集*, 2016, D16.
- [2] 吉原, 森内, グリース中の増ちょう剤の直接観察 (第2報), *トライボロジー会議 2016 秋 新潟 予稿集*, 2016, C44.
- [3] 椎原, 中田, 高根, 田中, 杉村, 蛍光法によるウレアグリースの基油と増ちょう剤の観察, *トライボロジー会議 2021 秋 松江 予稿集*, 2021, F24.

謝辞

本論文の作成にあたり、多くの方々にご指導・ご鞭撻およびご協力を賜りました。

本研究の遂行にあたり社会人博士課程への入学前よりご指導・ご鞭撻を賜り、道筋を指示していただきました九州大学大学院工学研究院 杉村丈一教授に深謝いたします。

本論文をまとめるのに際して副査として大変貴重なご助言を賜りました九州大学大学院工学研究院 澤江義則教授、八木和行准教授に厚く御礼申し上げます。また、グリースの物性測定などにおいてご助力をいただきました田中宏昌助教に感謝いたします。

グリースの高圧物性を測定いただいた佐賀大学大学院工学系研究科 張波教授と馬渡俊文准教授に御礼申し上げます。

学会や研究会などを通じて大変有益な議論や貴重なご助言を賜りました日本トライボロジー学会シール研究会の皆様にご御礼申し上げます。

本研究で得た結果の大部分は著者の所属する会社にて取得いたしました。実製品に関連する研究にも関わらず、得られた結果の多くを学術的な成果として公表することを許可してくださいました関係各位に心より御礼申し上げます。

元：日本製鉄株式会社（現：日鉄総研株式会社） 杉野正明氏には油井管特殊ねじ継手の設計および信頼性評価の専門家として、また元上司として本研究に取り組むきっかけと本研究遂行全般に渡るご指導を賜りましたこと、心から感謝いたします。

社会人博士課程での研究遂行にあたり、多大なるご助言や業務上のご配慮を賜りました日本製鉄株式会社関西技術研究部 山口優氏と元：日本製鉄株式会社（現：日鉄テクノロジー株式会社） 松本圭司博士に感謝申し上げます。また、トライボロジーの専門家および社会人博士課程の先輩としてご助言やご助力をいただいた日本製鉄株式会社 宮島慎博士に感謝申し上げます。

各種密封試験手法の構築や試験の実行に関して多大なるご協力をいただいた日本製鉄株式会社尼崎研究支援室 中畑歩氏に感謝いたします。新たな試験手法の構想や試験条件に関する議論、そして氏の高い試験技術の支えがあり本研究の成果が得られました。また、各種試験および数値解析の実行に関して多大なるご協力をいただきました日本製鉄株式会社尼崎研究支援室の久保伸二氏、増山颯氏、株式会社メイテックの花岡涼氏に感謝申し上げます。

最後に、いつもそばで支えてくれた妻の紘子と子どもたち智史、ちひろをはじめ、関係していただいた皆様に深く感謝いたします。

2022年6月

井瀬 景太