四球試験におけるすずめっき熱拡散処理球の焼付き強さ* (二硫化モリブデンを添加したグリースの場合)

灘 野 宏 正^{*1}, 中 迫 正 一^{*1}, 河 野 正 来^{*1}

Seizure Resistance of Thermally Diffused Ball after Sn-Plating in Four-Ball Test (Case of Grease with Molybdenum Disulfide Additive)

Hiromasa NADANO, Masakazu NAKASAKO and Masaki KOHNO

To clarify the seizure resistance of stainless steel balls of which the surface layer was thermally diffused after being Sn-plated, a four-ball test was carried out with grease lubrication. From the tests, the following results were obtained. The diameter of the wear scar of the ball lubricated with the grease containing a molybdenum disulfide additive was smaller than that of the ball lubricated with the grease without the additive, and the diameter of the wear scar increased with increasing concentration of the additive. The load at the incipient stage of seizure of the ball of which the diffused surface layer was about 6 μm thick was 2~4 times larger than that of the ball without the diffused surface layer. Further, it was found that the seizure resistance of the balls could be estimated from the critical surface temperature and that the critical temperature increased with increasing concentration of the additive.

Key Words: Tribology, Surface Treatment, Surface Temperature, Sn-Diffused Layer, Stainless Steel, Grease, Molybdenum Disulfide, Four-Ball Test, Seizure Resistance

1. 結 言

耐食性、耐酸化性に富むステンレス鋼は炭素鋼や軸受鋼と比して熱伝導特性が悪く、硬さが低いため、歯車や軸受などの機械部品として使用する場合には、凝着摩耗や焼付き性が問題になる場合が多い。これらの問題点を改善する表面改質技術の一つに、すずめっき熱拡散処理法⁽¹⁾がある。

ステンレス鋼歯車にすずめっき熱拡散処理を適用するための基礎的研究として行った著者らの四球試験⁽²⁾や二円筒試験⁽³⁾によれば、表面に7 μm の拡散層を施したステンレス鋼の焼付き強さは、未処理の場合と比して6倍程度向上することを明らかにした。また、これらの焼付き強さは、その指標の一つと考えられる臨界温度(瞬間温度上昇と本体温度の和)により評価できることを明らかにした。しかしながら、表面処理を施した場合の焼付き強さを臨界温度で評価するとき、表層と素地の熱伝導特性の違いや表層の厚みを考慮した厳密な計算が要求される。

本報では、表層と素地の熱伝導特性が異なる鋼球同士が滑り接触する場合の表面温度の計算式を導き、鋼

球の焼付き強さに及ぼす表層の影響を表面温度の観点から検討した。なお、本計算式は、TiNやCuなどをコーティングしたカム、歯車および軸受などのコーティング被膜の熱的強さを明らかにする際に重要と考えられる。

本実験は、二硫化モリブデンを添加したグリースにより潤滑した場合のすずめっき熱拡散処理を施したステンレス鋼歯車のスクーリングに対する負荷性能の向上に関する基礎的研究である。6 μm 程度のすずめっき熱拡散層(以下、拡散層と称する)を施したステンレス鋼球を使用した四球試験により、二硫化モリブデンの添加濃度を変えたグリースにより潤滑した場合の大気中におけるすずめっき熱拡散処理球の摩擦特性および焼付き強さを明らかにした。

2. 記 号

d : 固定球の摩耗こん直径 m
 K_{ij} : 熱伝導率 $\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$
 K_0 : 次数零の変形された第二種のベッセル関数
 l_{ci} : 表層(拡散層)の厚み m
 P : 垂直荷重 N
 q_0 : 熱源の熱量密度 W/m^2
 R : 熱源の半径(摩耗こん半径) m

* 原稿受付 1995年5月8日。

^{*1} 正員、呉工業高等専門学校(〒737 呉市阿賀南2-2-11)。

t : 時間 s

V : 熱源の移動速度(滑り速度) m/s

θ_B : 回転球の本体温度 $^{\circ}\text{C}$

θ_f : 瞬間温度上昇 $^{\circ}\text{C}$

θ_m : 移動熱源による表面温度 $^{\circ}\text{C}$

θ_s : 固定熱源による表面温度 $^{\circ}\text{C}$

θ_{cr} : 焼付き発生の臨界温度 ($\theta_f + \theta_B$) $^{\circ}\text{C}$

κ_{ij} : 熱拡散率 m^2/s

無次元量

$$L = VR/(2\kappa_{11})$$

$$T_m = \pi K_{11} V \theta_m / (2q_0 \kappa_{11})$$

$$T_s = K_{21} \theta_s / (q_0 R)$$

$$X = Vx/(2\kappa_{11})$$

$$\alpha_i = (1 - \omega_i)/(1 + \omega_i)$$

$$\delta_i = l_{ci}/R$$

$$\omega_i = K_{i2}(\kappa_{11})^{1/2} / \{K_{11}(\kappa_{i2})^{1/2}\}$$

ただし、添字 $i=1, 2$ はそれぞれ回転球および固定球を表し、添字 $j=1, 2$ はそれぞれ表層および素地を表す。

3. 表面温度の計算式

図1に示すように、表層と素地の熱伝導特性が異なる回転球が、回転球とは異なった熱伝導特性の表層と素地からなる固定球の上を速度 V で移動する四球試験の場合の表面温度について考える。

著者らはすでに、表層と素地の熱伝導特性が異なる半無限体について、表面上に発熱量 dq の瞬間熱源が発生した場合の一次元熱流(物体の深さ方向: z 軸方向への熱流)による表面温度 $d\theta$ は、表層と素地の境界面で熱損失がないものと仮定すると、次式⁽⁴⁾で与えられることを示した。

$$d\theta = \frac{dq \kappa_{11}}{K_{11} \sqrt{\pi \kappa_{11} t}} \times \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \alpha_i^n \right]$$

Fig. 1 Contacting condition of test ball pair

$$\times \exp \left\{ -\frac{(2nl_{ci})^2}{4\kappa_{11}t} \right\} \dots \dots \dots (1)$$

四球試験では、接触面の滑り速度が比較的小さく(熱源の移動速度の無次元量 $L < 5$)、しかも固定球は静止しているため、熱源の移動方向およびそれに直角方向の熱流を考慮する必要がある。なお、 $L < 5$ の場合では、一次元熱流とした場合の移動熱源による表面温度の計算値は二次元熱流とした場合のそれと比してかなり異なる⁽⁵⁾。

移動熱源の場合では、三次元熱流による表面温度の計算⁽⁶⁾は複雑になるため、二次元熱流(熱源の移動方向である x 軸および z 軸方向の熱流)による表面温度の計算式を導いた。しかしながら、静止熱源の場合では厳密な計算が要求されるため、三次元熱流と仮定した場合の表面温度を検討し、四球試験における鋼球の表面温度の計算式を導いた。

図2に示すような熱量分布 $q(x')$ の熱源が x 軸に沿って速度 V で移動するとき、時間 $(t-t')$ 後の表面上の点 $(x, 0)$ の表面温度 θ_m は、二次元熱流の場合では式(2)で与えられる。

$$\begin{aligned} \theta_m = & \frac{q(x')}{2\pi K_{11}} \left[\int_0^\infty \int_{-R}^R \frac{1}{(t-t')} \right. \\ & \times \exp \left\{ -\frac{\{(x-x') + V(t-t')\}^2}{4\kappa_{11}(t-t')} \right\} dx' dt' \\ & + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \alpha^n \int_0^\infty \int_{-R}^R \frac{1}{(t-t')} \\ & \times \exp \left\{ -\frac{\{(x-x') + V(t-t')\}^2 + (2nl_c)^2}{4\kappa_{11}(t-t')} \right\} \\ & \times dx' dt' \left. \right] \dots \dots \dots (2) \end{aligned}$$

接触面上に発生した摩擦熱による熱量密度の形状は、二つの物体が接触する場合の接触応力の分布形状に一致するものと仮定する。本実験で使用した試験球では、単位球当たりの垂直荷重が約 86 N 以上の場合には、接触面が塑性変形するため⁽²⁾、熱源の熱量密度

Fig. 2 Moving heat source and coordinates

Fig. 3 Relation between T_m and X/L

は、接触面上に一様に分布するものと仮定できる。

いま、熱量密度が q_0 一定の円柱状分布熱源が速度 V で移動する場合の定常状態における回転球の表面温度 θ_m は、無次元量を使って表すと式(2)は

$$\theta_m = \frac{2q_0\kappa_{11}}{\pi K_{11}V} \left[\int_{X-L}^{X+L} K_0(u) \exp(-u) du + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \alpha_n^n \int_{X-L}^{X+L} K_0\{\sqrt{u^2 + (2nL\delta_1)^2}\} \times \exp(-u) du \right] = \frac{2q_0\kappa_{11}T_m}{\pi K_{11}V} \quad (3)$$

になる。なお、式(3)の計算にはガウス・ルジャンドルの積分公式⁽⁷⁾を使用した。

他方、円柱状分布熱源が表面上に静止している固定球の場合の表面温度 θ_s は、式(2)において $V=0$ とおき、熱流を三次元的に考えると式(4)で与えられる。

$$\theta_s = \frac{q_0\kappa_1}{4(\pi\kappa_1)^{3/2}K_1} \left[\int_0^\infty \int_{-R}^R \int_{-\sqrt{R^2-y'^2}}^{\sqrt{R^2-y'^2}} \frac{1}{(t-t')^{3/2}} \times \exp\left\{-\frac{(x-x')^2 + (y-y')^2}{4\kappa_1(t-t')}\right\} dx' dy' dt' + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \alpha_n^n \int_0^\infty \int_{-R}^R \int_{-\sqrt{R^2-y'^2}}^{\sqrt{R^2-y'^2}} \frac{1}{(t-t')^{3/2}} \times \exp\left\{-\frac{(x-x')^2 + (y-y')^2 + (2nl_c)^2}{4\kappa_1(t-t')}\right\} \times dx' dy' dt' \right] \quad (4)$$

回転球の場合と同様、無次元量を使用し、直角座標を極座標に置き換えると、円柱状分布熱源の中心の表面温度 θ_s は式(5)となり、Tianらの式⁽⁸⁾と一致する。

$$\theta_s = \frac{q_0R}{K_{21}} \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \alpha_n^n \{\sqrt{1 + (2n\delta_2)^2} - 2n\delta_2\} \right] = \frac{q_0RT_s}{K_{21}} \quad (5)$$

Fig. 4 Relation between T_m and L Fig. 5 Relation between T_s and δ_2

そこで、鋼球の接触面内における表面温度の最高値が等しくなるように回転球と固定球に流入する熱量の割合を求めると、鋼球の表面温度は次式で与えられる。

$$\theta_f = \frac{2\kappa_{11}\mu P}{\pi R^2 K_{21}} \times \frac{LT_s T_m}{T_m + \pi L T_s \frac{K_{11}}{K_{21}}} \quad (6)$$

一例として、本実験に近い計算条件である $L=1$, $\delta_1=0.01$ の場合の移動熱源の位置 X/L における表面温度の無次元量 T_m 、表層と素地の熱伝導特性の比 ω_1 の関係を図3に示す。ここで、 $\omega_1 > 1$ は、表層の熱伝導特性が素地のそれと比して悪い場合を表し、 $\omega_1 < 1$ は、逆に表層の熱伝導特性が素地のそれと比して良好な場合を表す。 T_m の最高値は、接触域内の後方に発生し、 T_m に及ぼす ω_1 の影響が大きい。

図4は、 $\delta_1=0.01$ の場合における熱源の移動速度 L と T_m の最高値の関係を示す。移動速度が大きくなる

Table 1 Properties of lubricating grease

Thickener	Wt %	Base oil			
		Kinematic viscosity		Density	
		mm ² /s	mm ² /s	kg/m ³	kg/m ³
PTFE	40	20 °C	60 °C	20 °C	60 °C
		500	95	1894	1817

Table 2 Test grease

Test grease	Rate of MoS ₂ in grease %
Grease 0	0
Grease 3	3
Grease 10	10
Grease 30	30

につれて T_m は増加し、表面温度に及ぼす表層の熱伝導特性の影響が大きく現れる。

図5は静止熱源による表面温度の無次元量 T_s 、表層の厚みの無次元量 δ_2 および表層と素地の熱伝導特性の比 ω_2 の関係を示す。 $0.01 < \delta_2 < 5$ では、 T_s に及ぼす表層の厚みおよびその熱伝導特性の影響は大きい。しかしながら、それ以外の δ_2 では T_s の変化は極めて小さい。

4. 試験方法

4.1 試験球および試験機 試験球として、1060°Cで油焼入れ後、150°Cで焼戻した市販のステンレス球 SUS 440 C(マルテンサイト系)を使用した。表面のビッカース硬さは約780 HV、表面粗さは $R_{max} = 0.1 \mu m$ である。鋼球の直径および平均真球度はそれぞれ19.05 mm、0.18 μm である。

試験球の表面処理工程としては、アルカリ脱脂し、洗浄および酸化膜除去の前処理をした。その後、すずめつきを行い、約400°Cに保持された炉中で熱拡散処理を行い、鋼球の表面に金属間化合物 $FeSn_2$ の拡散層を形成させた。拡散層の厚みは約6 μm で、表面粗さは $R_{max} = 2.5 \mu m$ である。

試験機としては、曾田式四球試験機を使用した。垂直荷重は潤滑油容器に油圧を加えて与え、運転中における摩擦力の変動は潤滑油容器の一端に板ばねを接触させ、その変位をひずみゲージにより検出して測定した。また、回転球の回転中心に直径2 mm、深さ3 mmの孔をあけ、熱電対を挿入して運転中における回転球の本体温度を測定した。

4.2 グリース潤滑剤 グリース潤滑剤としては、ふっ素系のパーフロ・ポリエーテルを使用し、二硫化モリブデンを添加する前の基油の諸特性および増ちょう剤の含有率を表1に示す。実験には、表2に示すよ

Fig. 6 Relation between diameter of wear scar of stationary ball and normal load

Fig. 7 Relation between coefficient of friction and normal load

うな二硫化モリブデン(平均粒径が約15 μm)の添加濃度(重量%)を変えた供試グリースを使用した。試験条件としては、回転球の回転数は400 rpm(滑り速度 $V = 0.23 m/s$)一定とし、単位球当たりの垂直荷重 $P = 86 N$ から約40 N ずつ30 sごとに段階的に上昇させ、焼付きが発生するまで試験を行った。

試験は、回転球および固定球の接触面にグリースを塗布した後、4個の試験球の接触部分にグリースを充てんして試験を開始し、試験中にはグリースの補給は行わない。なお、雰囲気温度は室温とした。

5. 実験結果および考察

5.1 摩耗 図6は3個の固定球に発生した摩耗を測微顕微鏡により測定した場合の滑り方向に沿った摩耗径の平均値 d と垂直荷重 P の関係を示す。二硫化モリブデンを添加したグリース潤滑の場合の摩耗径は添加しない場合のそれと比して小さく、しかも添加濃度の増加に伴って摩耗径は小さくなる。これは、二硫化モリブデンの添加により接触面の摩耗が抑制されたことを示す。また、添

加濃度が10%以上のグリースの場合、400 N以下の荷重では、摩耗径はヘルツ接触幅より小さい。

5・2 摩擦係数と本体温度 図7は摩擦係数 μ と垂直荷重 P の関係を示す。摩擦係数の測定はそれぞれの試験球について3回行っており、そのうちの代表的な例を示す。図7の記号Sは運転の継続が不能となった場合の最終的な焼付きを表す。また、記号ISは運転の継続が可能であるが、摩擦音が発生し、摩擦力の変動が著しく現れる。この現象は、接触面上において局部的な焼付きが発生しているものと考えられ、一次焼付きと称した。二硫化モリブデンの添加濃度が3%以下の場合では、約150 Nから摩擦係数は急激に上昇し、一次焼付きを発生し、 $\mu=0.18\sim0.2$ に達する。その後、荷重の増加に伴って摩擦係数は低下し、焼付き直前では $\mu=0.06\sim0.08$ となる。また、添加濃度が10%を超える場合では、一次焼付きは発生せず、300 Nを超えるあたりから、摩擦係数は安定する。この範囲では $\mu=0.06\sim0.08$ となり、二硫化モリブデンの添加濃度による摩擦係数の変化はあまり認められない。なお、添加濃度が30%の場合では、焼付きが発生せず、試験機の負荷容量を超えたので試験を中止した。

図8は回転球の本体温度 θ_b の測定値を示す。一次焼付きが現れた荷重で本体温度は一時的に上昇してお

り、本体温度と摩擦係数の相関はかなり認められる。しかしながら、摩擦係数の変動と比して本体温度のそれは極めて小さく、荷重の増加に伴って本体温度は上昇する。

5・3 焼付き荷重と臨界温度 図9は各グリースに対する試験球の焼付き荷重 P を示す。焼付き荷重はそれぞれのグリースに対する焼付き荷重の平均値を示す。比較のために、すずめつき熱拡散処理を施さない場合の焼付き荷重を併記した。約6 μm の拡散層を施した場合の焼付き荷重は、二硫化モリブデンの添加濃度により異なるが、未処理のそれと比して2~4倍上昇しており、すずめつき熱拡散処理はステンレス鋼の表面改質に極めて効果的である。さらに、二硫化モリブデンの添加濃度が30%の場合では、1600 Nにおいても焼付きの発生が認められない。このことは、二硫化モリブデンの添加濃度が30%のグリースを潤滑剤として使用した場合、歯面に6 μm 程度の拡散層を施したステンレス鋼歯車のスコリングに対する負荷性能は、著しく向上するものと考えられる。

図10は各グリースに対する試験球の焼付き臨界温度 θ_{cr} (瞬間温度上昇値 θ_f と本体温度 θ_b の和)を示す。図9の場合と同様に未処理の場合の焼付き臨界温度を併記する。 θ_f は、摩擦係数および固定球の摩耗こ

Fig. 8 Relation between bulk temperature of rotatory ball and normal load

Fig. 9 Seizure load for test grease

Table 3 Thermal properties of surface layer and substrate of test ball pair

	Thermal conductivity K, W/(mK)	Thermal diffusivity κ , m^2/s
SUS440C ⁽⁹⁾	29.27	7.38×10^{-6}
Sn ⁽¹⁰⁾	64.0	3.89×10^{-5}

Fig. 10 Critical surface temperature at seizure for test grease

んの半径の実測値を式(6)に代入して計算した。なお、試験球の熱的定数値としては、表3の値を使用し、拡散層はすずにより構成されているものと仮定した。また、拡散層の厚みは回転球、固定球とも $6\mu\text{m}$ とした。本実験の計算条件では、拡散処理を施した試験球の場合、表面温度のパラメータである L は $1.4\sim 1.9$ の範囲で変化し、 $\delta_1=\delta_2$ は $0.009\sim 0.013$ の範囲で変化する。また、 $\omega_1=\omega_2$ は 1.05 一定である。一方、未処理の場合の L は $2.8\sim 4.8$ である。

拡散処理を施した試験球の場合の焼付き臨界温度に占める瞬間温度上昇の割合は、未処理球の場合のそれと比較してかなり小さい。これは、 θ_f に及ぼす試験球の熱拡散率の影響によるもので、熱源の半径を一定とすると、拡散処理を施した試験球の場合の L の値は未処理球の場合の約 0.19 となり、拡散処理を施した場合の θ_f の計算値は未処理球の場合のそれと比して著しく低下する。したがって、拡散層は摩擦の際に発生する焼付きやかじりなどの発生を抑制する摩擦特性の良好な被膜と考えられる。

各グリースにおける処理球と未処理球の場合の焼付き臨界温度の平均値は、無添加の場合では約 167°C 、3%の場合では約 176°C 、10%の場合では約 191°C 、30%の場合では約 263°C (未処理球の場合)となり、二硫化モリブデンの添加濃度の増加に伴って臨界温度は上昇する。なお、二硫化モリブデンの添加濃度が3%以下のグリースの場合では、処理球と未処理球の場合の焼付き臨界温度にはかなり差がある。しかしながら、添加濃度が10%を超えたグリースの場合では、処理球と未処理球はほぼ同じ臨界温度で焼付きを発生する。このように、表層の厚みおよび表層と素地の熱伝導特性の違いを考慮した表面温度の計算により、焼付き発生の臨界温度の精度は向上することが明らかになった。

また、二硫化モリブデンの大気中における酸化限界温度は約 $370^\circ\text{C}^{(11)}$ であり、本実験の範囲では二硫化モリブデンの特性は変化しないものと考えられる。しかしながら、二硫化モリブデンの添加濃度が30%を超える高濃度のグリースを使用した場合では、拡散処理を施した試験球の焼付きに対する臨界温度は二硫化モリブデンの酸化限界温度を超えることが予測され、二硫化モリブデンの固体潤滑剤としての特性が変化するこ

とが考えられる。

6. 結 言

四球試験機を使用して、二硫化モリブデンの添加濃度を変えたグリースにより潤滑した場合のすずめつき熱拡散処理を施したステンレス鋼球の焼付き強さを検討した結果、次のことが明らかになった。

(1) 二硫化モリブデンを添加したグリースにより潤滑した場合の摩耗径は添加しない場合のそれと比して小さく、しかも添加濃度の増加に伴って摩耗径は小さくなる。

(2) 約 $6\mu\text{m}$ の拡散層を施した場合の焼付き荷重は未処理のそれと比して2~4倍上昇しており、すずめつき熱拡散処理はステンレス鋼の表面改質に極めて効果的である。

(3) 処理球と未処理球の場合の焼付き臨界温度の平均値は、無添加の場合では約 167°C 、3%の場合では約 176°C 、10%の場合では約 191°C 、30%の場合では約 263°C となり、二硫化モリブデンの添加濃度の増加に伴って臨界温度は上昇する。また表層の厚みおよび表層と素地の熱伝導特性の違いを考慮した表面温度の計算により、焼付き発生の臨界温度の精度は向上する。

最後に、本研究を遂行する上で、すずめつき熱拡散処理を実施していただいた同和ケミカル(株)に謝意を表する。

文 献

- (1) 岩野・殿塚, 金属材料, 15-4(1975), 23.
- (2) 灘野・河野・中迫・中村, 機論, 59-568, C(1993), 3942.
- (3) 河野・灘野・中迫・岩野, 機論, 60-574, C(1994), 2103.
- (4) 寺内・宮尾・灘野, 機論, 39-317(1973), 404.
- (5) 寺内・浜本, 潤滑, 15-3(1970), 133.
- (6) 寺内・灘野・河野, 潤滑, 30-1(1985), 38.
- (7) 大野・磯田監修, 新版数値計算ハンドブック, (1990), 147, オーム社.
- (8) Tian, X. and Kennedy, F.E., *J. Tribology, Trans. ASME*, 115(1993), 1.
- (9) 日本金属学会・日本鉄鋼協会編, 鉄鋼材料便覧, (1967), 608, 丸善.
- (10) 横堀・久我共訳, ギート著基礎伝熱工学, (1964), 322, 丸善.
- (11) Buckley, D.H., *Surface Effects in Adhesion, Friction, Wear, and Lubrication, Tribology, Ser. 5*(1981), 577, Elsevier.