

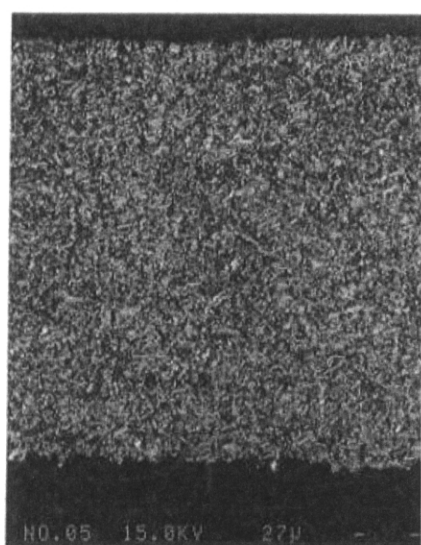
図2-3は、被膜部分の走査電子顕微鏡写真であり、撮影用に通常より厚い被膜のものとなっている。白く見える薄片状粒子が二硫化モリブデンである。このように外見的には被膜内は数 $\mu\text{m}$ の大きさの二硫化モリブデン粒子で埋め尽くされており、バインダはそのすきまを埋めているにすぎない。

商業的に供給される二硫化モリブデン焼成被膜の厚さは、約 $10\mu\text{m}$ であることが多い。一般に被膜内応力を小さくするには軟質被膜の厚さは薄い方が有利であるが、Martin[4]によれば面圧が低い場合など、摩擦形態によっては摩擦減量を補うために被膜の膜厚を大きくとる方が摩擦寿命が延びることもある。しかし、次節で示すように、ある種の二硫化モリブデン焼成被膜については、一般的な荷重条件では摩擦減量を補うという意味での膜厚は有効ではなく、逆に厚いと膜の破壊を招きやすいこと、ブラスティングによる下地表面の粗さが数 $\mu\text{m}$ に達するため、最低それ以上の膜厚を確保する必要があること、製造上、良質な被膜が得られる厚さであることからこの厚さ $10\mu\text{m}$ が標準となっており、広い使用条件において良好な性能を得ることのできる膜厚として経験的に知られている。

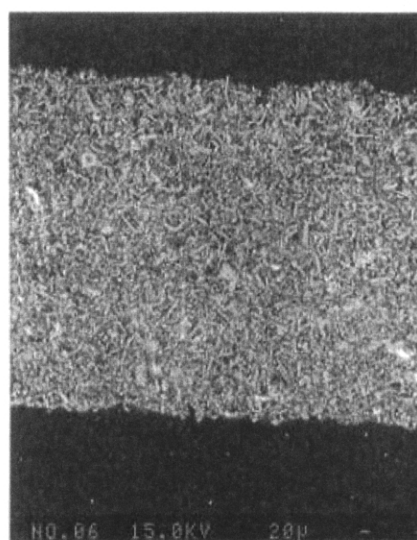
## 2.2 従来の研究

二硫化モリブデン焼成被膜の潤滑特性を実験的に調べる上で、摩擦速度を考慮すべきか否かを、まず従来の研究例を基に検討する。Bartzら[5-8]は、二硫化モリブデン焼成被膜の寿命をPV値(面圧 $\times$ 速度または荷重 $\times$ 速度)に対してマッピングし、摩擦速度の影響を調べている。Hopkinsら[9]も加速試験に速度の影響を取り入れている。しかし、Finkin[10]やMartinら[4]は比摩擦量を用いた寿命計算を提案しており、速度の影響は考えていない。前2者の摩擦速度は後2者より一桁程度高く、そのため摩擦発熱が大きいので、結果に速度の影響が現れたと考えられる。しかし、高速機関の慣らし運転用や作動回数が極めて少ない特殊な使用法などの他は、高荷重低速度向きであるという二硫化モリブデン焼成被膜の特性を活かした使用が多いと思われ、実際の多くの使用条件では速度項は考慮しなくてもよいと思われる。

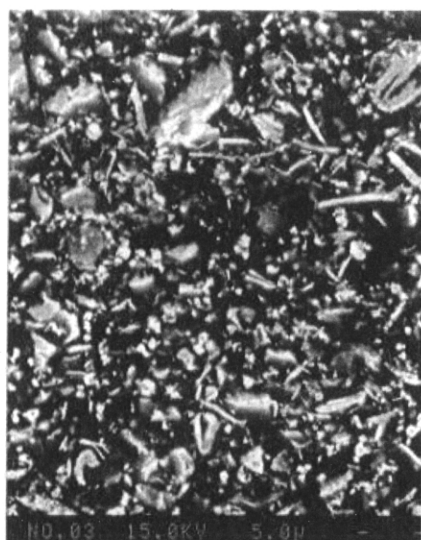
次に、寿命あるいは摩擦量計算に比摩擦量の考え方をを用いることの妥当性を検討する。比摩擦量は、摩擦距離に応じて被膜厚さが徐々に減っていくことを前提とする概念である。実際、ある種の被膜では被膜厚さと寿命が比例するというRadcliffeら[11]の報告もあるが、これは必ずしも被膜が摩擦により逐次減量していることを意味しているわけではない。Bartzら[7]は被膜厚さが減っていく過程について、大気中での実験を基に、二硫化モリブデンの酸



(a-1) 27 μm



(b-1) 20 μm



(a-2) 5 μm



(b-2) 5 μm

図2-3 二硫化モリブデン焼成被膜断面SEM像

(a-1), (a-2): 2.3節, 2.6節で用いた被膜

(b-1), (b-2): 2.5節で用いた被膜

化により空孔(blister)が被膜内に次々に発生することによって被膜が徐々に損壊していくという、逐次減量モデルを提唱している。彼らはこのモデルの適用限界のPV値について特に言及していないが、このモデルは本来的にPV値が大きくて、発熱による酸化が激しい彼らの実験条件に限定されるべきものであると考える。また、真空中では酸化による空孔(blister)の発生は考えにくく、真空中での損傷モードとは考えられない。

一方、Martin ら[4]は、樹脂系バインダを用いた二硫化モリブデン焼成被膜では被膜厚さは初期摩耗の後あまり変化しないことを示し、岸ら[12]はこの種の被膜が摩擦する時間が一定限度を超えたところで急激に厚さを失い寿命となる結果を得ている。すなわち、逐次減量による寿命到達ではなく、寿命到達がカタストロフィックな現象として出現する可能性を提示したものと考えられる。しかしながら、彼らはこのような現象が発現するメカニズムについては言及していない。

このように二硫化モリブデン焼成被膜は、徐々に被膜厚さを減じて寿命に至るものと、ある時点で急激に被膜厚さを減じて寿命に至るものに大別することができる。さらには、被膜自体が厚さを失ったあとも、被膜の摩耗粉が下地上に滞留して潤滑作用を継続し、摩耗粉の大部分が摩擦により摩擦面間から排除されて漸く寿命に到達する場合もある。これらのどの寿命モードが現れるかは、バインダの種類や焼成条件、膜厚、荷重・速度条件等により決まるようであるが、はっきりとはわかっていない。また、その寿命モードを発現させるメカニズムについても、上記 Bartz ら[7]の特定モードについての研究以外ほとんど検討されていないのが現状である。

## 2.3 予備実験

予備実験では二硫化モリブデン焼成被膜の真空中寿命試験を行い、まず真空中の寿命モードを明らかにし、寿命に至るメカニズムの仮説をたてる。真空中で行う理由は、二硫化モリブデン焼成被膜の真空中での寿命が大気中に比較して長いために、実験中の測定値の推移の観察や実験結果の比較が、大気中実験よりも容易かつ正確に行うことができるためである。

### 2.3.1 実験方法

二硫化モリブデン焼成被膜により固体潤滑されたジャーナル型すべり軸受の真空中揺動試験を行って、被膜の寿命を求める。図2-4に、用いた試験装置の概略を、また図2-5に試験軸受周辺の詳細な構造と写真をそれぞれ示す。真空チャンバ内で試験軸上に円筒状の

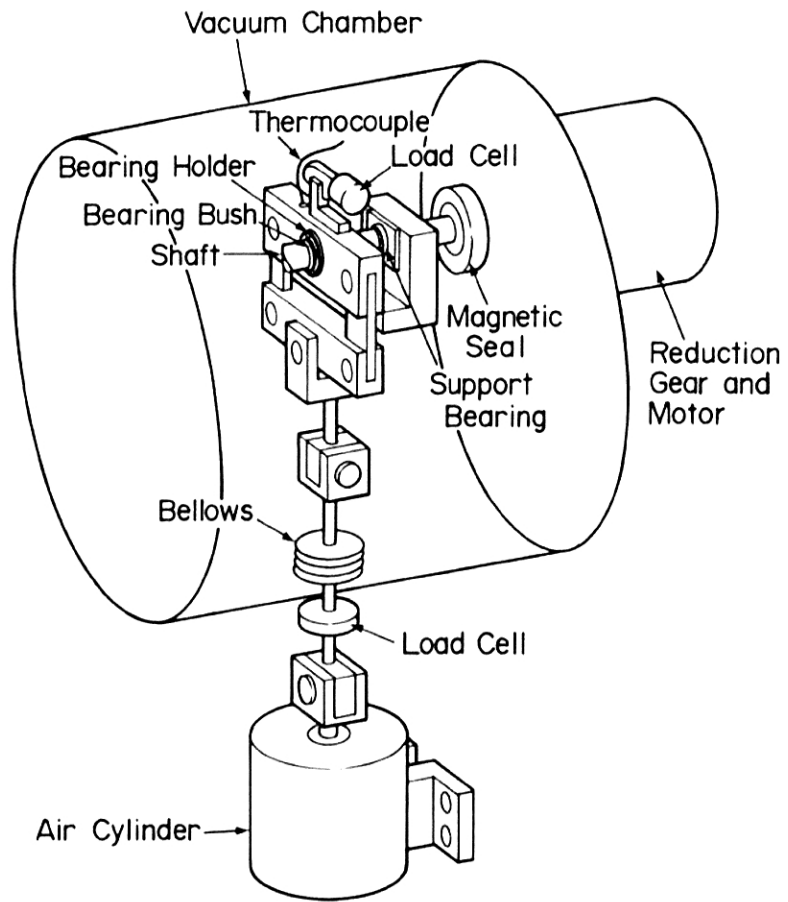


図2-4 真空中すべり軸受試験機

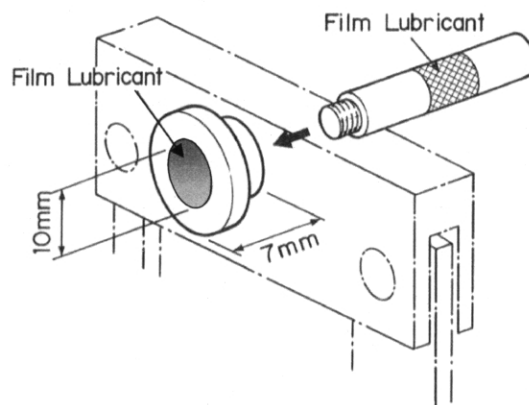
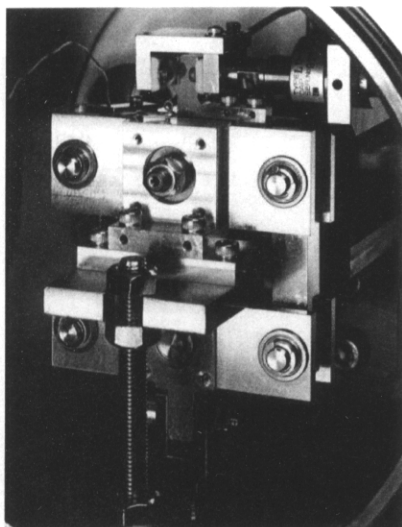


図2-5 試験軸受まわり

軸受を装着し、軸を揺動運動させて摩擦試験を行う。軸の他端は真空チャンバ内から外部の大気環境に突出していて、外部に置かれたACサーボモータにより駆動される。軸とチャンバ壁面のすきまは磁性流体シールによって密封される。試験軸受には、外部からエアシリンダによりペローズを介して試験軸受支持ジグを下向きに引っ張ることで荷重を加える。

図2-6に示す試験軸受支持ジグは、真空用ころがり軸受で互いに回転自由に連結されて四角形を構成する4つのビームより成る。上部ビームの中央に試験軸受が取り付けられ、下部ビームの中央に負荷用のテンションバーが転がり軸受を介して取り付けられる。

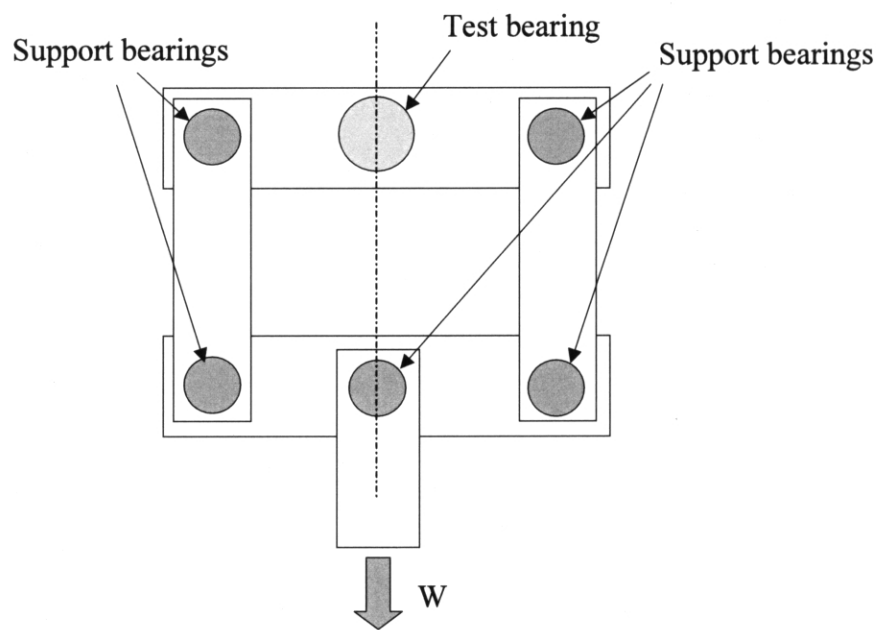


図2-6 試験軸受支持ジグ模式図

試験軸受の摩擦トルクはこの上部ビームに作用して回転させようとするので、この回転トルクをロードセルで受け止めて測定する。試験軸上にトルクメータを配する方が構造的には簡便であるが、試験機の軸方向長さが制限されるのでこのような測定方法を取った。一般に軸受試験における摩擦トルク測定において、本研究のように荷重を荷した軸受にかかるトルクを測定することがよく行われるが、荷重機構の構造によっては軸受の微小な回転によって荷重点が移動して、これが測定されるトルクの値の誤差となることがある。本研究の方法では、摩擦トルクによって試験軸受の微小な回転があっても、リンク機構によってエアシリンダからの荷重方向が変わらず、荷重の支点が移動しないため、測定誤差が避けられる。

ただし、4つのビームおよびテンションバーを締結する転がり軸受自身の摩擦トルクが大きいとこれも測定誤差を産む。図2-6より、5つの転がり軸受の摩擦トルク  $T_R$  は、

$$T_R = \mu_S r_S \frac{W}{2} \times 4 + \mu_S r_S W = 3\mu_S r_S W \quad (2-1)$$

試験軸受の摩擦トルク  $T_T$  は、

$$T_T = \mu_T r_T W \quad (2-2)$$

$\mu_S, \mu_T$ : それぞれ支持軸受, 試験軸受の摩擦係数

$r_S, r_T$ : 支持軸受, 試験軸受の等価半径,  $W$ : 荷重

(ただし、支持軸受はすべて同じものを使用する)

であり、その比  $T_R/T_T$  は  $r_S \approx r_T$  とすると、 $3\mu_S/\mu_T$  となる。 $\mu_S = 3/1000 \sim 5/1000$ ,  $\mu_T \approx 1/10$  程度と推定されるので、測定誤差  $1 - T_R/T_T$  は10%程度と予測された。実際には980N, 1960Nの荷重での較正で試験軸受にそれぞれ0.245Nm, 0.49Nmのトルクをかけた状態 ( $\mu_T = 0.05$  に相当) で、測定トルクの誤差は5%以内であった。これは  $\mu_S r_S$  値が予想より小さかったためと思われる。

表2-1(a)に、試験軸および試験軸受の下地材料、熱処理、硬さ、固体潤滑剤被膜の前処理(サンドブラस्टイングおよび不動態化)を示す。また表2-1(b)に、軸と軸受の下地材料の組み合わせを示す。二硫化モリブデンを約25重量%含むバインダ(フェノール樹脂を用いた)溶液を軸と軸受双方の摩擦面にスプレーコーティングし、150℃で1時間焼成を行って成膜した。出来上がった被膜厚さは約10  $\mu\text{m}$  である。一連の被膜施工は専門業者に委託して行った。なお、焼成被膜には専門業者のノウハウによる添加剤が微量加えられているが、内容は公開されていない。

図2-5に示すように、軸受の直径は10mm、長さは7mmで、軸と軸受の直径すきまは被膜のある状態で10~20  $\mu\text{m}$  である。

表2-2に試験条件を示す。試験条件は宇宙機器での使用条件を基準として定めた。ACサーボモータ駆動により、軸は10 deg/s 一定で揺動角50 deg の揺動運動を行う。

### 2.3.2 実験結果

図2-7に摩擦トルクの測定例を示す。軸の回転方向が5秒毎に入れ替わるのに対応して摩擦トルクは矩形波状の変化を示し、この全振幅の半分が平均的な摩擦トルクを示すものとして算出される。摩擦トルクは初期においてわずかではあるが徐々に減少し、その後ほぼ一定

値となり, ある時間経過後に急激に増大するようになる. この時点で潤滑膜の寿命と判定し, 試験を中止した.

表2-1 試験片内容

(a)

No.	Substrate material	Heat-treatment	Hardness Hv.	Pretreatment
①	2017 aluminum alloy	T4	120-130	Sand-blasting
②	440C stainless steel	Quench hardening and tempering	570-590	Sand-blasting and passivating
③	304 stainless steel	-	220-250	Sand-blasting and passivating

(b)

Set No.	Substrate material	
	bearing	Shaft
1	①	②
2	②	②
3	③	③

表2-2 試験条件

Motion	Oscillation
Atmosphere	$10^{-5}$ Pa vacuum
Load	1470 N
Angular velocity	10 deg/s
Oscillational angle	50 deg

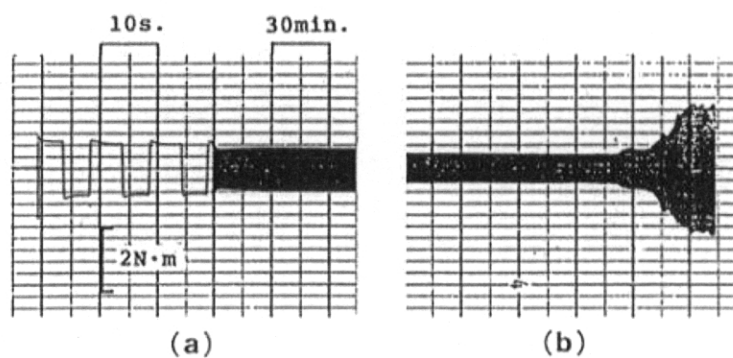


図2-7 摩擦トルク測定例 (a):開始時 (b):寿命時

図2-8に、このようにして試験を中止した試験軸の外観を示す。すべり摩擦面の一部にひっかき痕が見られ、被膜が失われて下地金属が露出している。軸受側の対応する位置にも同様なひっかき痕の発生が観察され、軸と軸受の金属接触の発生により急激な摩擦トルクの増大が起こったと考えられる。

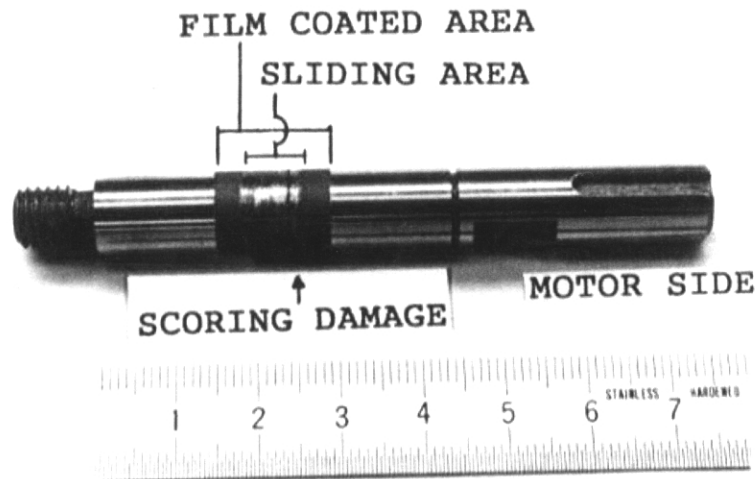


図2-8 寿命到達後の試験軸の外観

図2-9に、表2-1のセット番号3の軸および軸受材質の組み合わせで試験を行なった際の、触針式表面粗さ計による試験軸の被膜形状の軸方向測定結果を示し、図中の破線は軸の下地金属の表面位置を示す。図(a)は、寿命消費が約60%程度の時、図(b)は摩擦トルクが急激に増大した後である。図(a)では、すべり摩擦領域幅の両側に成膜当初の膜厚がそのまま保持されているのに対し、すべり摩擦領域内では被膜が摩耗していることがわかる。しかし、この程度の摩擦後でも被膜表面の粗さがなくなる程度の僅かな摩耗である。一方、図(b)では、すべり摩擦領域幅の右端に、摩擦トルク増大の原因となったひっかき痕が下地金属表面内部に達する深い溝となって見られ、さらに摩擦面領域全体に被膜は元の厚さをほとんど失っている。

図2-10に下地金属別の定常摩擦係数と寿命を示す。摩擦係数は下地金属の違いにあまり影響されないが、寿命は大きく影響を受け、アルミ合金がもっとも短く、SUS440C、SUS304の順に長くなることがわかる。



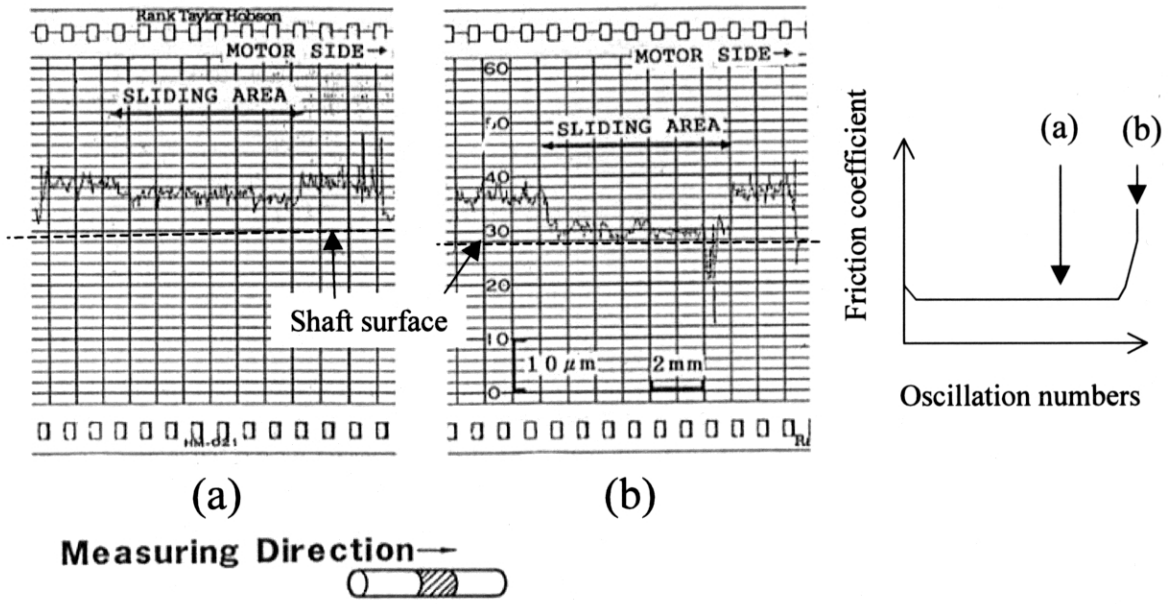


図2—9 被膜形状 (a):寿命消費60%程度の時 (b):摩擦上昇後

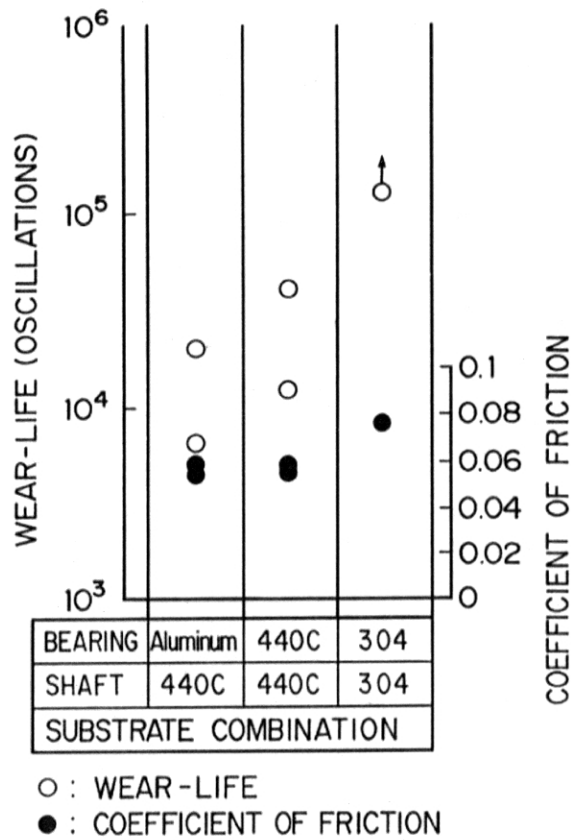


図2—10 下地金属別の定常摩擦係数と寿命

### 2. 3. 3 考察

図2-9の被膜の形状観察結果からは、被膜は寿命までのかなりの期間、若干の摩耗はあるが、初期の値に近い厚さを保つと推定される。岸ら[12]は、二硫化モリブデン焼成被膜の真空中転がり滑り試験を行い、図2-11に示す被膜厚さの時間変化を得た。これにおいても被膜厚さはほぼ一定値を長く保ち、ある時点で急激に厚さをほぼゼロにまで減じていることが示されている。すなわち、被膜は、徐々に摩耗し厚みを減じて寿命に達するのではなく、ある時点で被膜が一時に厚さを失い、下地が露出して寿命を迎えると考えるのが妥当である。このような寿命モードが発現する原因として、被膜と下地界面でのはく離、あるいは被膜内部の全体的な破壊の二つの可能性が考えられる。

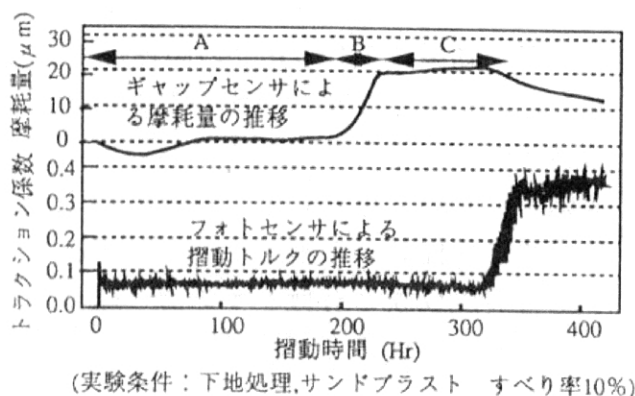


図2-11 被膜厚さの時間変化測定例[12]

これについて、軸受寿命が下地の影響を強く受けていることを示す図2-10の結果に基づいて考察する。Horwedel[13]が議論しているように、一般に下地は硬い方が被膜の寿命は長いとされる。なぜならば、下地が硬いと被膜と下地界面のひずみが抑えられ、また接触による最大応力が被膜内ではなくて下地内部に発生し、被膜内応力を減じることが理由と考えられているからである。図2-10においても、最も軟らかいアルミ合金下地を用いた場合の寿命が最も短いことが示されており、この説明に該当している。しかし、SUS440CとSUS304の下地では、相対的に軟らかいSUS304を用いた方が長寿命を示しており、下地硬さの影響が逆転している。一般に、下地表面の粗さ形状が異なると被膜の下地への付着強度が異なり、この違いが寿命に影響するということが知られているので、この逆転現象がこのメカニズムにより説明できるかどうかを、下地表面の粗さ形状を調べて被膜付着強度の大小を推定することにより考察する。

そのために3種類の下地それぞれに別途作製した直方体の試験片の一つの外観を図2-12に示す. 平面の中央部の全長の1/2(幅10mm)だけにブラスティングと化成処理による前処理を行い, その部分のさらに右半分(幅5mm)に二硫化モリブデンの被膜処理を行った. 各試験片の表面を左から右に測定した粗さプロファイルを, 図2-13(a), (b), (c)に示す.

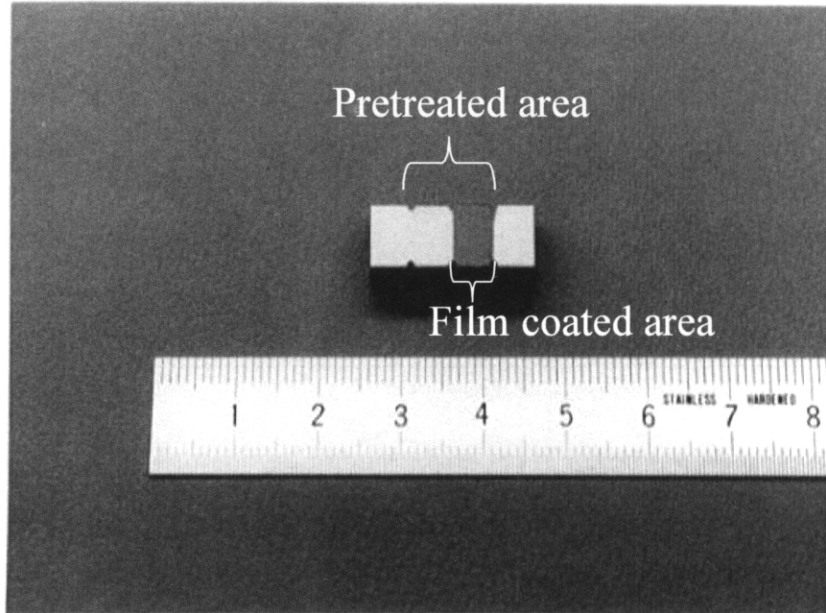


図2-12 下地処理試験片

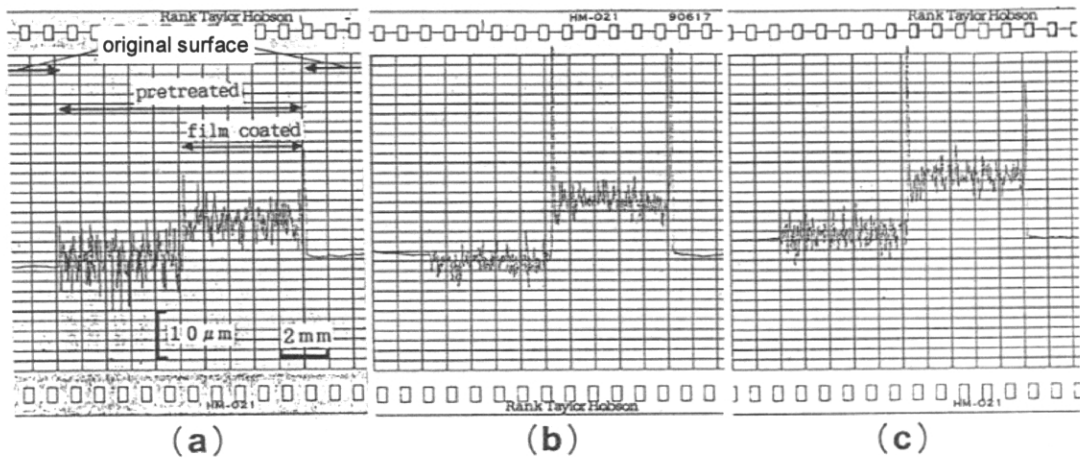


図2-13 下地処理試験片表面プロファイル

下地材質 (a):アルミ合金 (b):SUS440C (c):SUS304

各図において、中央右の盛り上がった部分が被膜処理部、中央左が前処理のみの部分である。アルミ合金((a)図)およびSUS304((c)図)の前処理部の表面ではブラスティングによる凹凸が元の表面の位置(左右両端の実線部分)を中心に高低を示しており、体積的には保存されているようである。すなわち、ブラスティングによって下地材料の表面はほとんど損耗せず延性的に変形していると考えられる。

一方、SUS440C((b)図)では前処理部の表面の粗さ曲線が全体として元の表面より下がっており、ブラスティングによって下地材料表面が脆性破壊を生じて損耗し、面が荒れたことがわかる。これはアルミ合金やオーステナイトであるSUS304に対して、マルテンサイトのSUS440Cの靱性が小さいことによるものである。ただ、これら三者の表面粗さ曲線より得られる数値データ(表2-3)からは、アルミ合金の凹凸がステンレス鋼より大きいことは示されるが、SUS304とSUS440Cのステンレス鋼間には有意な差が認められない。

表2-3 下地処理試験片表面形状データ

Material	Ra, $\mu\text{m}$	Rmax, $\mu\text{m}$	Skewness	Wavelength, $\mu\text{m}$
2017 Aluminum alloy	1.9	15.5	-0.20	40.1
440C Stainless steel	1.1	7.5	-0.42	23.8
304 Stainless steel	1.2	8.8	-0.42	27.9

そこで、SUS304とSUS440Cの表面粗さ形状について、前処理部の詳細な断面写真図をもとにして考察する。図2-14(a), (b)に、SUS440C, SUS304それぞれの前処理部の断面写真を示す。上述の変形機構の違いを反映して、図(b)に示すSUS304が複雑な表面形状を持つことによって被膜に対して高いアンカー効果を発揮するのに対し、図(a)に示すSUS440Cは上に開いた単調な波状なのでアンカー効果も小さく、被膜の付着強度が低下すると推定できる。この被膜-下地の付着強度の差が軸受寿命に反映されたものと考えられる。

このことから、今回の実験や岸ら[12]の研究において観察された寿命時の被膜厚さの急激な減少(図2-9, 2-11)は、被膜自体が内部から破壊したためではなく、被膜が下地付近からはく離したためといえる。実際、寿命が近い被膜は、ピンセットの先端でつつくことにより、下地から容易にはくることができた。

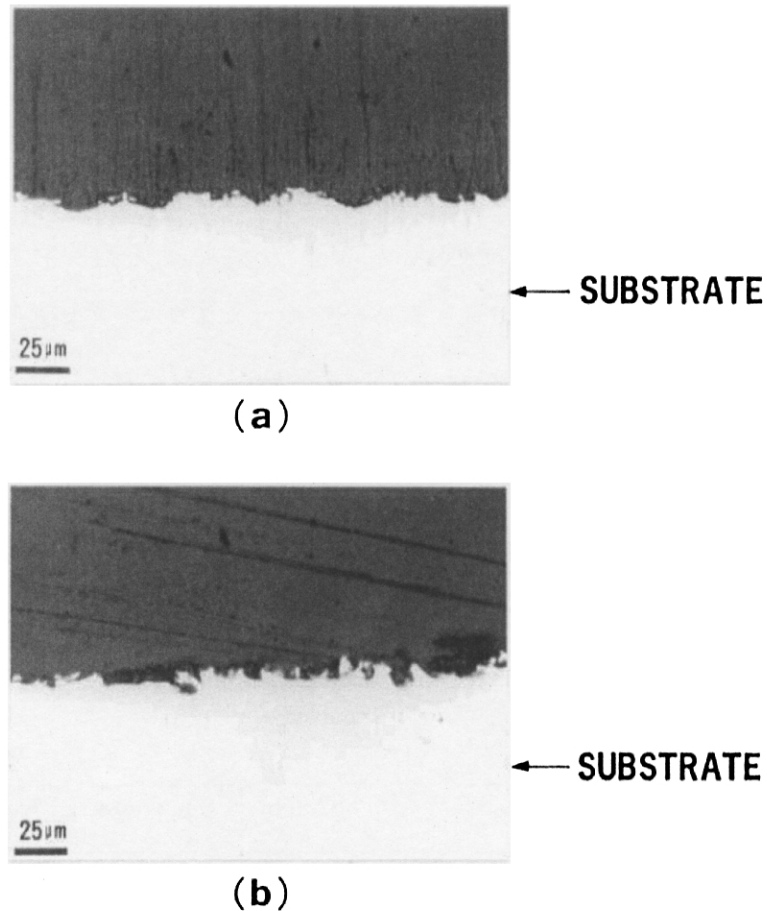


図2-14 下地処理試験片前処理部断面写真

(a) : SUS440C下地 (b) : SUS304下地

ある期間繰返し応力を受けた後のはく離であることから、はく離が発生した原因は疲労によるものと考えるのが妥当であろう。

なお、このことから二硫化モリブデン焼成被膜の下地としてステンレス鋼を用いる場合は、高面圧を受けるために特に下地に硬度が要求される使用法でない限り、ブラスティングで入り組んだ表面形状が得られ、加工硬化により表面の硬さも増すと思われるSUS304のようなオーステナイト系の方がSUS440Cなどのマルテンサイト系よりも好ましいといえる。アルミ合金については断面写真による調査は行っていないが、上述のように、表面粗さ曲線の形状からはブラスティングによって延性的変形を受けると推定され、したがってSUS304と同様に入り組んだ表面形状をしているものと思われる。しかしながら、硬さが小さいので荷重を受けると表面の凹凸が容易に変形するため、被膜がはく離しやすいと考えられる。

以上のことから、フェノール系バインダを用いた二硫化モリブデン焼成被膜は、真空中において被膜が下地付近からはく離することで寿命を迎え、その寿命メカニズムは下地付近の被膜の疲労と考えるのが妥当である。ただし、被膜はく離は今回の荷重、速度等の条件においての寿命モードであり、たとえば摩擦熱でバインダや二硫化モリブデンが損傷したり、圧力で被膜が破壊するような条件にはあてはまらないのはもちろんである。

## 2.4 大気環境における寿命低下メカニズム解明の方針

二硫化モリブデン焼成被膜の真空中軸受試験の結果から、焼成被膜の真空中での寿命モードは下地付近からの被膜はく離であることが明らかになった。この被膜はく離までの寿命を決めるメカニズムは疲労と考えるのが妥当である。このメカニズムを検証し、さらにこのメカニズムが大気中においても成り立っているかどうかを調べるために、次節では、大気中、真空中双方の環境で実験を行う。加えて、双方の実験に対応する被膜内応力解析を行い、この解析で得た応力と実験で得た寿命の対応関係がいわゆる疲労曲線となることを示し、これを元に寿命が大気中で低下するメカニズムを明らかにする。

使用する試験機によって寿命モードが異なる可能性がある(たとえば文献[14-19])ため、実験は2種類の試験法を用いて行う。ひとつは真空中寿命モードの検討に用いたのと同じすべり軸受試験であり、もうひとつはピンオンディスク摩擦摩耗試験機による試験である。実際に使用される形態に近い試験の代表としてすべり軸受試験、一般に広く用いられる摩擦摩耗特性評価用基本試験の代表としてピンオンディスク試験を行うことで、本章で明らかにする寿命低下メカニズムがある程度一般性を持つことを検証する。また、高面圧を与えやすいピンオンディスク試験では高面圧時の寿命モードについても検討する。

## 2.5 本実験 1

### 2.5.1 実験方法

2.3節と同じく、図2-4のすべり軸受試験機を用い、大気中、真空中で揺動寿命試験を行った。試験片の材料と寸法を表2-4に示す。二硫化モリブデン焼成被膜は、フェノール樹脂をバインダとし、スプレー用原液中の二硫化モリブデン含有率約23重量%のものを用いた。軸と軸受両方に被膜処理し、膜厚さはそれぞれ約 $10\mu\text{m}$ である。この原液は、2.3節で使用した原液と同じメーカーから購入した。ただし、液中の二硫化モリブデン含有率は若干小さい。被膜処理は、専門業者によって2.3節と同じ工程で軸と軸受両方に施した。実験条件を表2

－5に示す。実験番号1～6は真空中，大気中でそれぞれ荷重を変えた試験，それに対して，実験番号7，8は揺動角速度を，同9，10は揺動角度を，同11，12は軸受形状をそれぞれ変えた試験である。

表2-4 試験片の材料と寸法

Shaft material	630 stainless steel
Bearing bush material	304 stainless steel
Bearing bore, mm× length, mm	10×7, 5×7, 10×3.5
Bearing clearance, μm	~20

表2-5 実験条件

No.	Diameter & length (mm)	Load (N)	Bearing pressure (MPa)	Oscillational angle (deg)	Angular velocity (deg/s)	Atmosphere
1	10×7	5880	84	50	50	vacuum
2	10×7	1960	28	50	50	vacuum
3	10×7	980	14	50	50	vacuum
4	10×7	5880	84	50	50	air
5	10×7	1960	28	50	50	air
6	10×7	980	14	50	50	air
7	10×7	5880	84	50	5	vacuum
8	10×7	5880	84	50	5	air
9	10×7	1960	28	300	50	vacuum
10	10×7	1960	28	300	50	air
11	5×7	980	28	50	50	air
12	10×3.5	980	28	50	50	air

vacuum:  $10^{-4}$ Pa level, 20-25°C

air : laboratory air, 20-25°C, RH 40-60%

### 2.5.2 実験結果および考察

図2-15は、真空中および大気中で測定した1往復の平均摩擦トルクから換算した摩擦係数が軸の揺動回数によって変化する典型例を示す。

本図中で、ほぼ一定となった摩擦係数と荷重との関係を図2-16に示す。大気中での摩擦係数は、一例(実験条件6)を除いて荷重によらず約0.2, 真空中では約0.05で一定している。

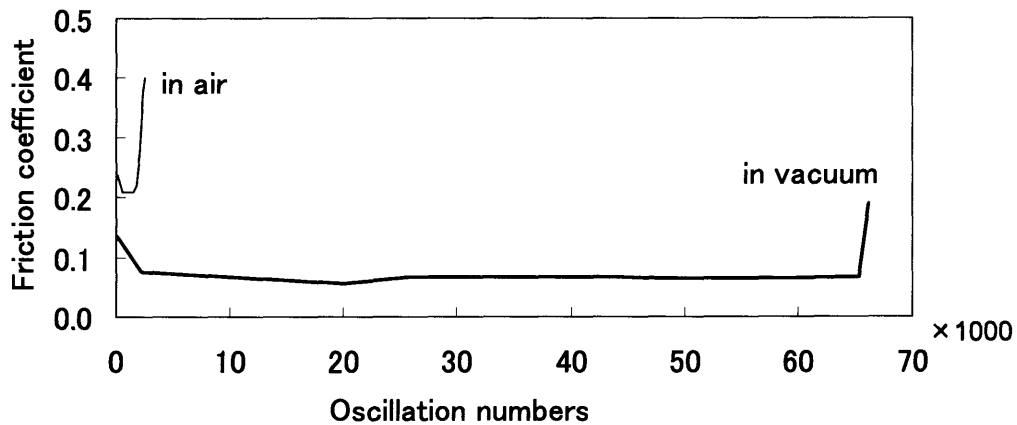


図2-15 1往復平均摩擦トルクの推移の例

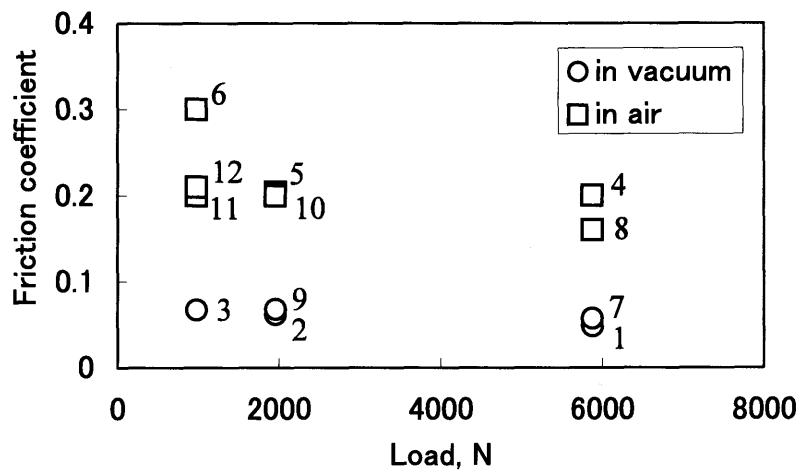


図2-16 荷重と摩擦係数の関係

ラベル番号は試験番号を示す。



図2-15において摩擦係数が急上昇し始める時の揺動回数を軸受寿命とした。図2-17に軸受寿命と軸受投影面圧の関係を示す。図より、軸受投影面圧が下がるほど軸受寿命が伸びており、また同じ面圧でも真空中の寿命は大気中の数十倍になっていて、大気中、真空中それぞれにおいて被膜が寿命に至るメカニズムに共通性が一見ないようにも思われる。

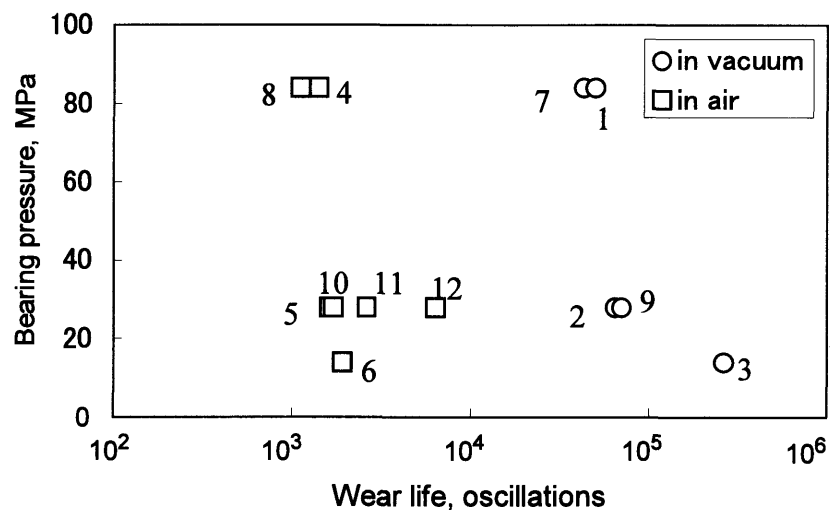


図2-17 軸受寿命と軸受投影面圧の関係

図2-18は、試験条件番号5(大気中、軸受投影面圧 28MPa)の場合に1400回往復したところで試験を中止し、触針式表面粗さ計で軸方向に測定した軸表面の被膜の形状を示す。図2-17に示すとおり、この条件では2000往復程度で寿命となるため、寿命の70%程度まで動作したことになるが、表面の粗さがトランケートされる程度の摩耗しか示していない。このように大気中においても被膜は寿命の少し前まで厚さを保っていることから、大気中と真空中では同じ荷重に対して寿命が大きく異なるにもかかわらず、被膜が寿命にいたるメカニズムは疲労はく離という形態で共通していると考えられる。

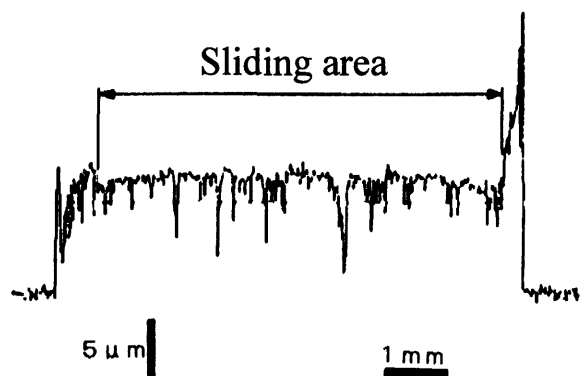


図2-18 大気中、寿命の約70%到達時の被膜形状