



합금화용융아연도금강판의 품질특성에 미치는 유기윤활피막의 영향

김영근

POSCO 기술연구소 소재연구그룹

Effect of Organic Lubricant Film on Various Properties of Galvannealed Steel Sheets

Y. G. Kim

Steel Products Research Group, Technical Research Lab., POSCO,
 699, Gumho-Dong, Kwangyang, Jeonnam, 545-711, Korea

(Received 22 January 2003 ; accepted 20 February 2003)

Abstract

New lubricant film of organic and inorganic composite resin was developed to improve the press formability of galvannealed steel sheets (GA) for automotive body panels. The frictional coefficient of lubricant GA steel sheets is about 20% superior to that of uncoated GA. The current range of spot welding of lubricant GA is similar to that of the uncoated GA, but the burning trace of spot welding is inferior to that of the uncoated GA in the oiling condition. The alkaline degreasability of lubricant GA shows 100% in alkaline degreasing condition of automotive company.

The size and shape of the phosphated coating layer are similar to those of the uncoated GA sheet. The powdering property of the lubricant GA gives rise to 20~50% improved property compared with the uncoated GA sheet.

Keywords : Frictional coefficient, Weldability, Degreasability, Phosphating

1. 서 론

자동차강판의 내 구멍부식이 1990년대 10년 보증에서 2000년대 12년 보증으로 강화됨에 따라 표면처리강판의 사용량이 크게 증대하고 있다¹⁾.

일본에서는 차체 판넬용으로 아연계 도금강판이 80~90%를 점유하고 있으며 국내 자동차사들도 표면처리강판의 사용 비율을 크게 증가시키고 있다. 일본에서 사용되는 자동차용 표면처리강판은 합금화용융아연도금강판(이하 GA라 함)이 주체를 이루고 있으며 그 외에 Zn-Ni, 유기피복 그리고 극히 일부 2층형 합금화용융아연도금강판(Flash도금강판)이 있으나 향후 전부 GA로 대체할 예정이다. 국내 자동차사들도 사용하는 여러가지 표면처리강판을 대부분 GA강판으로 단일화하

기 위하여 노력하고 있다. GA강판은 가격이 저렴하고 내식성과 용접성 등이 우수하기 때문에 자동차사들은 원가절감 측면에서 GA강판을 선호하고 있으나 일반 냉연강판에 비하여 프레스 성형성이 떨어지고 전기도금강판에 비하여 도금층의 밀착성이 나쁘다는 결점이 있다²⁾. 따라서 GA강판에 고점도 윤활유를 도포하여 성형성을 향상시키고자 하는 경우도 있으나 여기에는 한계가 있고 또한 도장공정에서 탈지불량에 의한 도장결함을 발생시키는 문제점이 발생되기도 한다.

이와 같은 문제점을 해결하기 위하여 유럽 철강사에서는 주로 pre-phosphate처리를 실시하고 있으며 일본의 철강사들은 유기 혹은 무기 윤활처리를 실시한 GA강판을 개발하여 자동차사에 공급하고 있다³⁻⁹⁾. 인산염피막¹⁰⁾은 오래 전부터 그 마

* Corresponding author. E-mail : kimyg@posco.co.kr

찰특성의 우수성이 입증되어 유럽에서는 이를 그대로 채용하고 있으나 일본 철강사들은 각기 특성에 맞도록 Mn-P계³⁾ 및 Ni-Fe-O계⁷⁾ 무기피막과 유기수지피막⁴⁾ 등을 개발하여 상업화 하였다. 이는 각 철강사별 라인 특성과 작업성, 경제성, 자동차사와의 관계 등을 고려하여 개발되었기 때문에 어떤 제품이 우수하고 덜 우수하고는 큰 의미를 부여할 수 없다.

이들 윤활강판을 자동차용강판으로 적용하기 위해서는 프레스 성형성이 우수해야 하는 것은 물론 도장성, 용접성 등이 기존 GA강판과 동등해야 하며 도금층 박리성을 개선할 수 있는 특성이 있으면 더욱 좋다.

따라서 포스코에서는 유,무기 혼합형 수지피막을 GA강판에 코팅하고 여러가지 품질특성을 평가하여 최적의 용액조건을 도출한 후 이것을 토대로 수 차례의 현장 시험생산 및 자동차사와 공동으로 품질평가를 실시하였고 최종적으로 고객사가 요구하는 조건에 만족하도록 품질을 개선하였다. 본 연구에서는 새로 개발한 유,무기혼합형 윤활처리 GA강판의 여러가지 품질특성을 기존 무처리 GA강판과 비교 평가하였다.

2. 실험방법

2.1 시편준비

실험에 사용한 시편은 광양제철소에서 생산된 0.7mm 두께의 자동차용 GA 강판으로 이것을 적당한 크기로 절단하여 알칼리용액으로 탈지한 후 부착량 조절을 위해 여러가지 크기의 바 코터로 윤활처리를 하였다. 윤활처리용액은 윤활제와 콜로이드 실리카가 함유된 유,무기 혼합형 수용성 수지로서 환경친화적이고 피막은 알칼리용액에 용해 제거되는 탈막형이다.

사용한 GA강판의 도금부착량은 50g/m²이고 도금층의 Fe함량은 11.4%이었으며 윤활피막은 부착량에 따른 마찰계수를 측정할 경우를 제외하고는 650~800mg/m²이고 강종은 고강도강(YS 22.3 kg/mm², TS 35.7kg/mm², El 40.5%)과 연질강(YS 15.1kg/mm², TS 29.5 kg/mm², El 44.6%) 두 종류이었으며 비교재료 Flash강판(YS 15.4kg/mm², TS 30.7kg/mm², El 44.0%)도 사용하였다.

2.2 각종 품질평가

2.2.1. 가공성

가공성은 마찰계수와 컵 드로오잉시 시편에 걸리는 최대 드로오잉 하중 및 성형가능 BHF (blank holding force)를 각각 측정하였다. 그림 1은 마찰계수 측정장치와 컵 드로오잉 장치의 개략도를 나타내 것이다.

마찰계수는 시편을 40×200mm로 절단하여 세정유(P-DBH)나 방청유(BW-90EG)를 도포 한 후 평면마찰 방식으로 측정하였다. 다이와 시편에 걸리는 가압하중은 600kgf로 일정하게 하고 1000 mm/min.의 속도로 100mm까지 다이를 드로오잉 한 후 드로오잉 하중을 가압하중으로 나누어 줌으로써 마찰계수를 구하였다.

컵 드로오잉시 시편에 걸리는 마찰저항 및 성형가능 최대 BHF 측정은 박판성형 시험기를 사용하였다. 시험기의 펀치 지름은 50mm이고 다이 지름은 52.4mm이었으며 블랭크는 지름이 108mm가 되도록 펀칭한 다음 세정유나 방청유를 도포하여 측정하였다. 마찰저항은 가공 크레이 발생하기 직전의 BHF에서 최대 드로오잉 하중을 3회 이상 측정하여 평균값을 적용하였고, 성형가능 최대 BHF는 크레이 발생할 때까지 BHF를 점차 증가시키

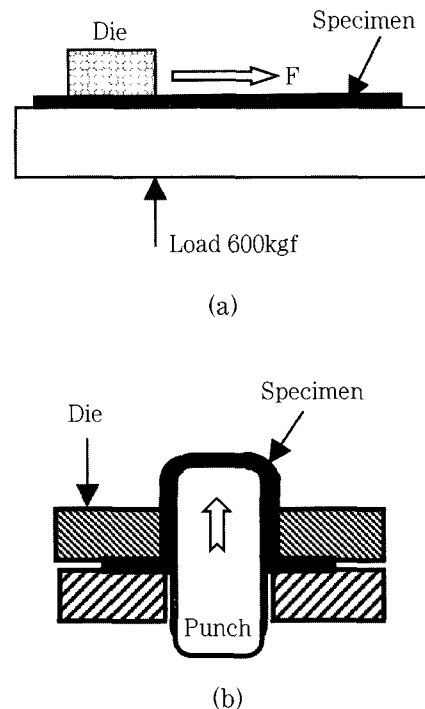


Fig. 1. Schematic illustration of frictional, (a) and cup drawing (b) test.

면서 드로오잉한 후 크랙발생 직전의 BHF를 채택하였다.

2.2.2. 도금층 내 박리성

도금층의 내 박리성은 컵 드로오잉 전후 시편의 무게차로 계산하였다. 먼저 시편을 지름 108mm로 펀칭한 다음 무게를 달고 방청유나 세정유를 도포한 후 컵 드로오잉을 실시하였다. 컵이 형성된 시편을 아세톤에 침지하여 초음파 세척으로 탈지한 다음 건조시켜 무게를 달고 컵 드로오잉 전후의 무게차가 얻어지면 아래와 같이 (1)식에 따라 시편 전체 면적으로 나누어 줌으로써 박리량 및 박리율을 결정하였다. 시편의 전체면적은 양면으로 하였고 펀치가 접촉하는 부분은 컵 드로오잉시 가공변형이 일어나지 않기 때문에 블랙 면적에서 제외하였다.

$$\Delta W(g/m^2) = (W_i - W_f) / 2(A/P) \quad (1)$$

ΔW : peeling-off ratio of coating while drawing

W_i : Initial weight of specimen

W_f : Weight of specimen after drawing

A : Blank area

P : Punch area

2.2.3. 내식성 및 용접성

내식성은 방청유를 도포한 무처리 GA와 무도유의 윤활처리 GA에 대하여 상호 비교 평가하였다. 실험에 사용한 두 종류 시편의 크기는 75(150mm)이었고 절단면을 모두 테이프로 실링한 후 염수분무시험(SST)을 실시한 후 강판표면에 발생된 백청면적을 가지고 평가하였다.

용접성 평가를 위한 용접기는 전극 선단경이 6mmφ인 CF형의 교류 스폿용접기이고 가압력 250kgf, 용접시간 13 cycles에서 용접전류를 변화시키면서 스폿용접한 후 일정 전류에서 용접부의 외관검사와 용접가능전류 범위를 무처리 GA와 상호 비교하였다. 용접부 외관검사는 용접전류 약 8KA에서 상부전극이 접촉하는 시편에 대하여 실시하였고, 용접가능 전류범위 측정시 최소 용접전류는 용접후 시편을 강제로 떼었을 때 떨어지지 않는 전류이고 최대 전류는 sputter가 발생하기 직전의 전류를 말한다.

2.2.4. 탈지성 및 인산염처리성

탈지용액은 상품명인 4292L(삼양화학)인 액상의 50℃ 용액이고 여기에 시편을 120초간 침지한 후 수세하여 건조하였다. 탈지용액은 시편이 침지되어 있는 동안 적절하게 교반을 해 주었다. 탈지가 끝난 시편에 대한 탈지성 평가는 시편이 물에 젖는 정도를 백분율로 환산하는 방법과 EDS(energy dispersive X-ray spectrometer)로 윤활피막의 성분중 실리콘과 탄소의 피크 강도치를 측정하는 방법을 사용하였다. 탈지한 시편에 대한 인산염처리성은 표면조정(PN-Z)을 거친 후 45℃의 인산염처리용액(삼양화학, BT699D)에 150초간 침지하여 피막을 형성 시켰다. 평가는 인산염피막의 결정형태, 크기 및 치밀도 등을 주사전자현미경(SEM)으로 정밀하게 관찰한 후 무처리재와 비교하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 가공성

그림 2는 무처리 GA, 윤활처리 GA(Lub-GA) 및 현재 국내 자동차사가 일본 철강사로 부터 수입하여 사용하고 있는 Flash강판에 대한 평면 마찰계수 측정결과이다.

Flash강판의 재질은 연질의 고가강용이었고 표면조도는 Ra가 0.51/0.75로 GA 무처리재 1.12/1.16 및 윤활처리재 0.89/1.0 보다 상당히 낮은 수치를 나타냈는데 Flash강판은 GA 위에 표면이 미려하고 경도가 높은 Fe-Zn 합금전기도금층이

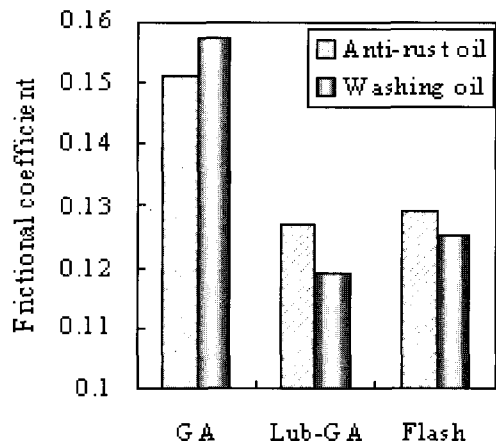


Fig. 2. Effect of lubricant film on the frictional coefficient of GA steels (flat drawing).

있기 때문에 판단된다. 마찰계수 특히 평면 마찰계수는 강판의 재질과는 전혀 관계가 없고 단지 표면상태, 즉 조도나 경도 그리고 피막의 특성 등에 따라서만 의존하기 때문에 그림 2에서 볼 수 있는 바와 같이 세정유나 방청유 모두 윤활처리 GA가 가장 낮고 다음이 Flash강판 그리고 마지막으로 무처리 GA가 가장 높은 마찰계수를 나타냈다. 윤활유로 방청유를 사용한 경우가 세정유를 사용한 경우보다 시편간 마찰계수 편차가 적은데 이는 방청유가 세정유에 비하여 점도가 높고 윤활성도 우수하기 때문이다¹¹⁾. 또한 마찰계수나 가공성 측면에서는 무기계 윤활처리 보다 유기계 윤활처리 피막이 더욱 우수한 성질을 나타내는 것을 알 수 있다.

그림 3은 윤활유로 세정유와 방청유를 사용하여 컵 드로오잉시 시편에 걸리는 최대 드로오잉 하중을 측정하여 윤활처리강판이 무처리재에 비하여 컵 가공시 마찰저항이 상당히 적게 작용한다는 것을 알 수 있다. 이와 같은 컵 가공은 실제 자동차용강판에 대한 프레스 성형성을 비교적 가깝게 접근한 모사 실험방법으로 동일 재질일 경우 표면의 마찰특성이 나쁜 재료일수록 드로오잉 하중이 크게 걸린다. 그리고 방청유는 세정유에 비하여 점도가 크고 윤활성도 좋기 때문에 방청유를 도포하고 가공성을 평가하면 강판표면의 상태에 따른 영향을 크게 받지 않는다. 따라서 그림 3에서 볼 수 있는 바와 같이 세정유를 도포한 경우는 두 강판 사이의 드로오잉 하중 차이가 크게 벌어

져 있으나 방청유를 사용한 경우는 그 차이가 작다. 그리고 방청유가 세정유 보다 윤활성이 우수함에도 불구하고 드로오잉 하중이 더 큰 것은 BHF를 세정유인 경우는 1.5톤, 방청유는 3톤으로 하였기 때문이다. 컵 드로오잉시 BHF는 크랙이 발생하기 직전의 값을 적용해야 시편의 정확한 최대 드로오잉 하중을 측정할 수 있기 때문에 윤활성이 우수한 윤활유는 BHF가 높을 수 밖에 없다. 또한 시편의 재질이나 두께 등에 따라서 드로오잉 하중이 다르게 나타나기 때문에 앞에서 비교재로 사용한 Flash강판을 여기에서는 제외하였다.

그림 4는 BHF를 점차 증가시키면서 컵 드로오잉을 하여 크랙이 발생하기 직전의 BHF를 측정하여 결과이다. BHF가 크다는 의미는 블랭크를 잡아주는 다이의 하중이 크기 때문에 성형시 재료의 유입이 그만큼 적다는 것을 말한다. 따라서 BHF가 크면 클수록 표면의 윤활성이 적은 재료는 파단이 쉽게 일어날 수 있다는 것으로 그림에서 볼 수 있듯이 세정유를 도포한 무처리재는 BHF 3톤에서 크랙이 발생하였으나 윤활처리재는 그 2배가 넘는 8톤에서 크랙이 발생하였다. 따라서 무처리재는 BHF 2톤까지만 성형이 가능하고 윤활처리재는 7톤까지 가능한 것으로 나타났다. 윤활처리재는 표면 마찰특성이 우수하기 때문에 성형시 높은 BHF에서도 재료의 유입이 원활하게 일어나고 반대로 무처리재는 다이와의 마찰저항이 크기 때문에 재료의 유입이 적어 쉽게 크랙이 발생한다. 앞에서 언급한 바와 같이 방청유를 도포한 경우는

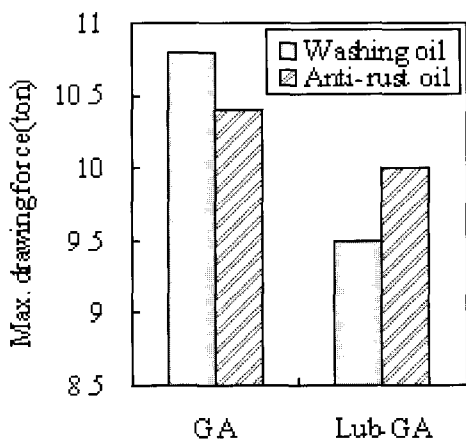


Fig. 3. Effect of lubricant film on the maximum drawing force of GA steels, (BHF: washing oil 1.5ton, anti-rust oil 3ton).

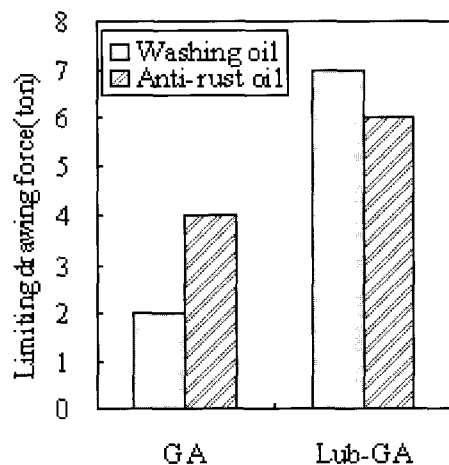


Fig. 4. Effect of lubricant film on the limiting drawing force of GA steels.

세정유와 달리 윤활처리에 의해 크게 향상된 성형성을 나타내지 않고 있는데 이는 방청유가 가지는 높은 점도와 윤활성으로 인하여 재료가 가지는 표면상태의 영향을 적게 받기 때문이다.

그림 5는 무처리 GA강판을 100×200mm로 절단하여 바 코터 크기별로 윤활처리를 하고 윤활피막의 부착량별로 마찰계수를 측정하여 피막의 부착량은 처리 전후로 시편의 무게를 측정하여 계산하였다. 이와 같은 실험은 가공성을 열악하게 하지 않는 최소한의 윤활피막 부착량을 도출하기 위해서 실시하였다. 이는 유기계 윤활피막은 다량의 무기물이 함유되어 있지 않으면 용접성과 탈지성에 나쁜 영향을 미치기 때문이다. 피막의 부착량이 최소 500mg/m²에서 최대 1400mg/m²까지 부착되었음에도 불구하고 마찰계수는 일정한 값을 나타냈다. 따라서 윤활피막을 최소 500mg/m²의 부착량만 확보하여도 목표로 하는 마찰계수를 얻을 수 있다는 것을 알 수 있다.

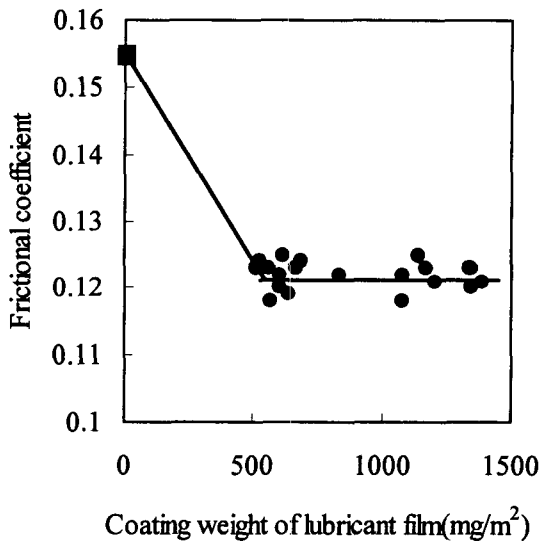


Fig. 5. Relationship between frictional coefficient and coating weight of lubricant film.

3.2 도금층 내 박리성

그림 6은 도금부착량이 50g/m²이고 Fe함량이 12.3%인 GA강판에 대하여 컵 드로잉하였을 경우 도금층의 박리 정도를 나타내는 것으로 윤활유(방청유, 세정유)의 종류에 관계없이 무처리재는 15.5%, 윤활처리재는 8.9%의 박리율을 나타냈다. 자동차사의 관리기준이 20% 이하이기 때문에 무처리재도 합격이 가능한 수준이나 윤활처리를 함

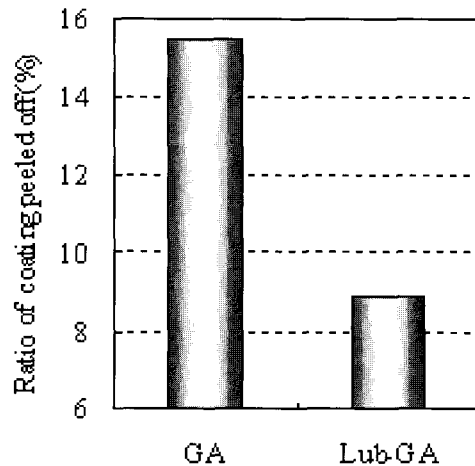


Fig. 6. Powdering property of GA and lubricant GA after cup drawing.

으로써 도금층 박리율이 크게 감소하였음을 알 수 있다. 윤활처리를 하면 이와 같이 GA강판의 도금층 내 박리성을 향상시킬 수 있는 것은 강판표면의 윤활성과 관계가 있는 것으로 표면이 거칠고 마찰계수가 크면 다이와 접촉시 미끄럼 저항이 커지고 그로 인하여 전단응력이 증대하기 때문에 도금층이 쉽게 떨어져 나갈 수 있으나¹²⁾ 표면이 미끄러우면 다이와의 저항이 작게 작용하기 때문에 도금층 박리량도 적어지게 된다. 이는 강종이나 윤활피막의 부착량 및 소지도금층의 조도, Fe함량 등에 따라서 약간의 차이가 있을 수 있으나 어쨌든 윤활피막의 존재는 도금층의 내 박리성을 향상시킬 수 있다는 것은 명백하다.

3.3 내식성 및 용접성

그림 7은 무처리와 윤활처리 GA에 대한 내식성을 시험한 결과이다. 두 시편 모두 현장에서 시험 생산한 것으로 무처리재는 방청유가 도포된 것이고 윤활처리재는 피막부착량이 약 650mg/m²인 무도유 상태의 것이다. 이는 자동차에서 탈지성을 향상시키기 위하여 무도유 윤활처리재를 요청하기 때문에 이에 대한 내식성 한계가 어느 정도인지 알아 보기 위하여 실시한 것이다. 그림에서 볼 수 있는 바와 같이 SST 6시간후 방청유가 도포된 무처리재는 백청이 약 50% 발생하였으나 윤활처리재는 거의 발생되지 않았고 SST 24시간 경과시점에서 마찬가지로 무도유의 윤활처리재가 도유한 무처리재 보다 내식성에서 오히려 우수하다는 것

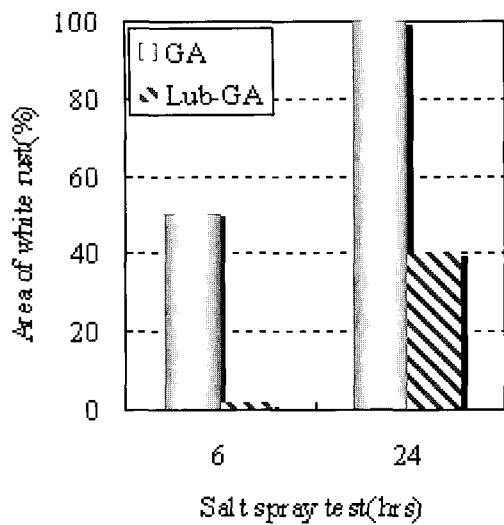


Fig. 7. Corrosion resistance of GA and lubricant GA after salt spray test.

을 알 수 있었다.

그림 8은 무처리, 윤활처리 GA 및 Flash강판에 대한 용접성을 평가한 것이다. 스폿 용접시 시편의 접촉방법은 하부전극과 접촉하는 시편은 전부 GA강판으로 하였고 평가하고자 하는 상부전극과 접촉하는 시편만 3종류의 강판으로 하여 용접을 하였다.

이와 같이 윤활강판이나 Flash강판을 GA와 접촉시킨 이유는 실제 자동차사의 조립라인에서 내외판이 같은 종류의 강판으로 접촉할 경우는 적기 때문이다. 용접전류 8KA에서 비교한 표면외판은 무처리재와 윤활처리재가 유사하게 나타났으나 Flash강판은 도금층중의 Fe함량이 많기 때문에 약간 붉은 색의 탄흔이 나타났고 윤활처리재도 피막부착량이 많거나 방청유 도포량이 과다하면 용접부 가장자리에 거친 탄흔이 남는 현상이 발생하였다. 그러나 용접가능 전류범위를 측정한 결과에

서는 윤활처리재가 2.05KA로 오히려 무처리재 1.77KA보다 더 넓은 전류범위에서 용접이 가능한 것으로 나타났다. 일반적으로 피막저항이 크면 작은 것에 비하여 저항용접시 저항열이 더 많이 발생하기 때문에 용접가능 최소전류는 더 낮아지게 된다. 따라서 윤활피막이 존재하면 이것이 저항으로 작용하여 더 낮은 전류에서 용접이 가능하게 된다. 어쨌든 GA강판에 윤활처리를 하면 용접가능 전류범위는 무처리재와 유사한 것으로, 그리고 용접부의 탄흔은 약간 열세인 것으로 나타났으나 피막의 부착량을 최소화 하고 방청유를 도포하지 않는다면 오히려 무처리재 보다 더 우수한 용접 품질을 나타낸다.

3.4 탈지성 및 인산염처리성

그림 9는 윤활처리 GA강판의 탈지성 평가결과를 SEM 및 EDS로 분석한 것이다. 윤활피막의 EDS 분석 결과를 보면 무처리재에서는 검출되지 않는 C, Si peak가 나타나 있는데 이는 윤활피막 중의 유기 수지성분인 C와 극히 미세한 무기물 입자인 SiO₂가 피막을 구성하고 있기 때문이다. 또한 윤활처리를 하면 수지피막이 도금층 위에 코팅되어 있기 때문에 무처리재와 같은 선명한 도금층 조직은 볼 수 없다. 이 윤활처리강판을 자동차사 조건으로 탈지한 후 EDS 분석한 결과를 보면 피막성분인 C, Si 성분이 전혀 검출되지 않은 것으로 보아 완벽한 탈지가 이루어졌다는 것을 알 수 있다. 또한 여기에는 언급하지 않았으나 탈지 후 시편을 물에 적셨을 경우도 물이 젖는 형태나 정도가 무처리재와 동등하게 나타났다.

자동차사 조건별로 탈지가 이루어진 윤활강판에 대하여 인산염처리를 실시하고 인산염 피막의 입

| | GA | Lub-GA | Flash |
|-----------------------------------|------|--------|-------|
| Surface appearance (current: 8KA) | | | |
| Min. limiting current (KA) | 6.47 | 6.2 | 6.8 |
| Max. limiting current (KA) | 8.24 | 8.25 | 8.6 |

Fig. 8. Spot weldability of GA, lubricant GA and Flash sheets.

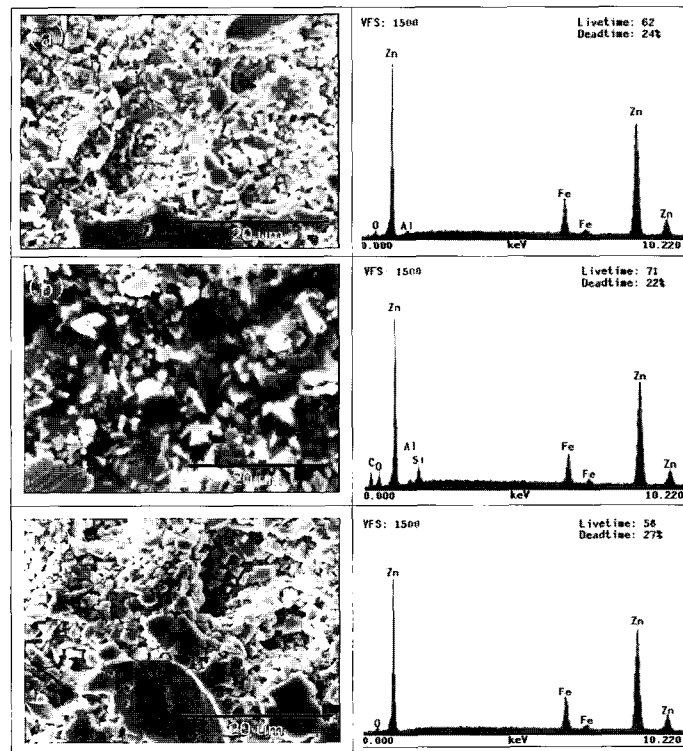


Fig. 9. SEM/EDS of lubricant GA before and after alkaline degreasing (a) GA, (b) before and (c) after degreasing of lubricant GA.

자크기, 형태 등을 SEM으로 관찰함으로써 윤활처리강판에 대한 인산염처리성을 검토하였다. 그림 10은 방청유를 도포한 무처리재 및 윤활처리재에 대하여 자동차사 조건별로 알칼리 탈지한 후 인산염처리한 시편을 SEM으로 관찰한 것이다. 전반적으로 무처리재나 윤활처리재 모두 인산염 결정이 유사하고 조직이 균일 미세하며 비교적 치밀한 형태를 띄고 있음을 볼 수 있다. 따라서 윤활피막이 존재하여도 알칼리용액으로 탈지하면 피막이 완전하게 제거되고 인산염피막도 무처리재와 동일하게 형성된다는 알 수 있다.

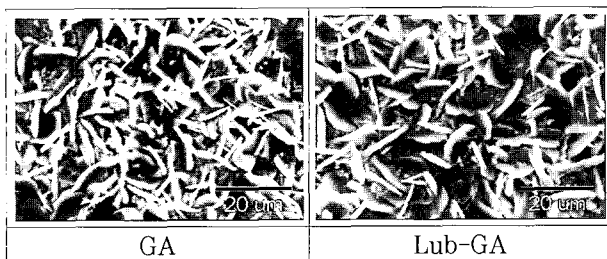


Fig. 10. SEM micrographs of coating layer after degreasing and phosphate treatment

4. 결 론

자동차용 GA강판의 프레스 성형성을 향상시키기 위하여 유·무기 혼합형 윤활처리강판을 개발하였고 이 강판에 대하여 여러가지 품질평가를 실시한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) GA에 윤활처리를 하면 마찰계수가 무처리재 대비 약 20% 향상되고 컵 드로오잉을 통한 가공성에서도 우수한 특성을 나타냈다.

2) 용접가능 전류범위는 무처리재와 유사하나 용접부 탄흔은 도유할 경우 윤활처리재가 다소 열세이고 무도유의 경우는 오히려 무처리재 보다 우수하였다.

3) 알칼리용액에 의한 탈지성과 인산염피막의 입자크기, 형태 및 치밀도에서도 무처리재와 유사한 경향을 나타냈다.

4) 도금층의 내 박리성은 강종에 따라 약간의 차이는 있으나 무처리재 대비 크게 향상되었고 평판 내식성은 윤활처리재가 더 우수한 것으로 나타났다.

참고문헌

1. M. Sagiya, Surface science, 22 (2001) 86.
2. H. Yozo, J. JSTP Symposium, 202 (2001) 19
3. S. Suzuki, et. al., CAMP-ISIJ, 61 (1993) 1545.
4. H. Irie, et. al., CAMP-ISIJ, 13 (2000) 520.
5. K. Higai, K. Kyono, C. Kato, Kawasaki Steel Giho, 34 (2002) 71.
6. S. Nakajima, T. Katagiri, C. Kato, Kawasaki Steel Giho, 34 (2002) 76.
7. M. Sakurai, us Patent, Patent No. US5861218, us5849423 (1999)
8. Y. Tobiyama, et. al., CAMP-ISIJ, 5 (1992) 1714.
9. H. Nakano, et al., CAMP-ISIJ, 9 (1996) 519.
10. C. F. Long, Scientific lubrication, September (1965) 15.
11. M. Usuda, et. al., CAMP-ISIJ, 3 (1990) 394.
12. M. Urai, et. al., CAMP-ISIJ, 3 (1990) 411.