プラズマ窒化および FPB 処理から構成される複合表面処理によるステンレス鋼のフレッティング疲労強度の改善

大森 俊博¹ 森田 辰郎² 岡田 光平^{3,*} 前田 英昭¹

¹株式会社西島製作所研究開発部

²京都工芸繊維大学機械工学系

³京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科機械システム工学専攻

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 80, No. 4 (2016), pp. 225–230

© 2016 The Japan Institute of Metals and Materials

Improvement of Fretting Fatigue Strength of Stainless Steel by Hybrid Surface Treatment Composed of Plasma Nitriding and Fine-Particle Bombarding

Toshihiro Omori¹, Tatsuro Morita², Kohei Okada^{3,*} and Hideaki Maeda¹

¹Department of Research and Development, Torishima Pump Mfg. Co. Ltd., Osaka 569–8660

²Faculty of Mechanical Engineering, Kyoto Institute of Technology, Kyoto 606–8585

³Department of Mechanical and System Engineering, Graduate School of Science and Technology, Kyoto Institute of Technology, Kyoto 606–8585

This study was conducted to improve fretting fatigue strength of austenitic stainless steel JIS SUS316 by the hybrid surface treatment composed of plasma nitriding (hereafter, PN) and fine-particle bombarding (FPB). In the study, finite element analysis (FEA) was also performed to investigate local stress-strain response induced at the contact edges in fatigue specimens. Since the above hybrid surface treatment didn't affect the microstructure in the substrate, there was no influence on the mechanical properties. Fretting fatigue strength was markedly improved by the hybrid surface treatment, and its improvement percentage reached 50%. The results of FEA showed that “shakedown” occurred at the contact edges under applied cyclic stress so that local mean stress there became zero. The formed hardened layer had no effect to improve wear condition at the contact edges. Accordingly, it was suggested that the improvement of fretting fatigue strength resulted from the increase in crystallographic slip resistance by the formed hardened layer. [doi:10.2320/jinstmet.J2015053]

(Received August 20, 2015; Accepted December 7, 2015; Published February 5, 2016)

Keywords: fretting fatigue, stainless steel, hybrid surface treatment, plasma nitriding, fine-particle bombarding (FPB), finite element analysis

1. 緒 言

相互に接触する材料の表面間に微小な往復すべりが生じると、接触面にはフレッティングと呼ばれる表面損傷が発生する。特にフレッティングが繰返し応力の作用下で生じた場合には、表面の損傷領域において疲労き裂の発生および進展が促進され、疲労強度が大幅に低下する¹⁻⁴⁾。この現象はフレッティング疲労と呼ばれ、タービンやポンプなどの回転機械では製品の健全性を保障するために考慮されるべき重要な課題となっている。

フレッティング疲労は摩擦摩耗および金属疲労だけでなく、接触端部での局所的な応力状態やそれらの相互作用などが関係する複雑な現象である⁵⁻⁸⁾。この現象については既に多数の研究が積極的になされており、例えばフレッティング疲労挙動と接触力およびしゅう動振幅との関係は、MRFM

(material response fretting map)と呼ばれる相関図によって整理されている⁹⁾。また、有限要素解析に基づくフレッティング疲労強度の評価法について、複数の研究が報告されている¹⁰⁻¹²⁾。さらに、著者らはポンプなどに汎用されるステンレス鋼を供試材として接触応力とフレッティング疲労強度の関係を実験的に調べた後、接触摩擦を考慮した弾塑性有限要素解析を行い、接触端部に作用する局所応力振幅とフレッティング疲労強度の間に密接な関係があることを見出している¹³⁾。

一方、著者らは前報において、フレッティング疲労強度が摩擦摩耗および金属疲労等の表面現象に強く影響を受ける点に着目し、各種表面処理によりステンレス鋼のフレッティング疲労強度を改善しようと試みた¹⁴⁾。その結果、フレッティング疲労強度の改善上、プラズマ窒化および微粒子衝突処理(以後、FPB 処理)から構成される複合表面処理が効果的であることが明らかとなった。しかしながら、上記の複合表面処理に関する研究では簡便な片持ち式回転曲げフレッティング疲労試験法を用いたこと等から、有限要素解析を含めて

* 京都工芸繊維大学大学院生 (Graduate Student, Kyoto Institute of Technology)

さらなる詳細検討が必要であると考えられた。

以上を背景として，本研究ではプラズマ窒化および FPB 処理から構成される複合表面処理がステンレス鋼の微視組織，硬さ分布，摩擦係数，機械的性質およびフレット疲労強度に及ぼす影響について系統的に調べた。また，疲労試験片側の接触端部に生じる局所応力振幅について，接触摩擦を考慮した弾塑性有限要素解析に基づいて調べた。なお，フレット疲労試験および有限要素解析には，前報¹³⁾で提案した方法をそれぞれ用いた。

2. 実験および解析方法

2.1 供試材および実験方法

Table 1 に，本研究で用いたオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 (圧延板材) の化学成分を示す。この材料を 1323 K, 3.6 ks, 水冷の条件で溶体化することにより微視組織を均一化した後，Fig. 1 に示す試験片形状に機械加工した。各試験片の表面粗さは $Ra\ 0.8\ \mu\text{m}$ とした。複合表面処理では，プラズマ窒化を 673 K, 43.2 ks の条件で施して硬化層を形成させた後，FPB 処理を直径 $34\ \mu\text{m}$ のハイス鋼微粒子を用いて噴射圧 $0.6\ \text{MPa}$ の条件で施した。以後，溶体化材を ST 材，複合処理材を PN/FPB 材とそれぞれ呼ぶ。

Fig. 1 (a) に示す組織分析および硬さ測定に用いた試験片の試験部は，エメリ紙およびアルミナ粉を用いて鏡面に仕上げた。各材の微視組織は，EBSD (electron back scattered diffraction pattern) 分析により得られた IPF (inverse pole figure) マップに基づいて調べた。EBSD 分析前には，試験部を 10% シュウ酸で軽く腐食し，研磨時に形成された塑性変形層を除去した。表面硬さおよび硬さ分布は，CCD カメラ付マイクロビッカース硬さ計により試験力 $245\ \text{mN}$ ($25\ \text{gf}$) の下で調べた。その際，各位置で硬さを 3 回測定し，平均値を測定値とした。PN/FPB 材の表面硬さは，試験部をアルミナ粉により軽く研磨した後に測定した。

引張試験は JIS Z 2241 に基づき，Fig. 1 (b) に示す形状の試験片を用いて室温大気中で行った。その際，ひずみは試験片中央部に貼付したひずみゲージにより測定した。測定値は 3 本の試験片から得られた値の平均値とした。また，後述する有限要素解析 (以後，FEA) に使用するため，引張試験により得られた代表的な公称応力-ひずみ曲線から真応力-ひずみ曲線を導出した。

摩擦係数は Fig. 1 (c) および (d) に示す形状のピンおよび板材を用いて，往復摩擦試験により調べた。材料の組合せ (板材-ピン) は，ST 材-ST 材，ST 材-PN/FPB 材および PN/FPB 材-PN/FPB 材の 3 種類とした。摩擦試験は往復しゅう動距離 $4\ \text{mm}$ ，試験力 $49\ \text{N}$ ($5\ \text{kgf}$)，しゅう動速度 $15\ \text{mm/s}$ ，無潤滑，室温大気中の条件で行った。

Fig. 2 にフレット疲労試験の説明図を示す。従来の方法¹⁵⁾では，疲労試験片と接触片の厚さが異なることから，応力状態を調べる際に 3 次元的な取扱いが必要となる。本研究では応力状態を単純化 (2 次元化) するため，疲労

Fig. 1 Shapes of specimens (mm) used for: (a) EBSD analysis and hardness measurement; (b) tensile test; (c) and (d) reciprocal frictions test (pin and plate); (e) and (f) fatigue test (fatigue specimen and contact pad).

Fig. 2 Figure to explain fretting fatigue test.

Table 1 Chemical compositions of austenitic stainless steel SUS316. (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
0.05	0.48	0.84	0.028	0.001	10.16	16.11	2.10	Bal.

試験片と接触片 (Fig. 1(e) および (f)) の厚さを同一とした。なお、本研究で用いる「接触端部」という用語は、Fig. 2 (Contact edge) に示すように、疲労試験片上で接触片角部が当る位置を意味する。

フレッティング疲労試験では、疲労試験片両側の対称位置に一对の接触片を配置した後、試験片および接触片の表面が同一面となるように 2 枚の平板ジグを用いて調整した。接触力は油圧ポンプに接続されたシリンダーにより負荷し、試験中は一定値に保持した。この状態で、油圧制御型疲労試験機により繰返し応力を試験片へ負荷することによりフレッティング疲労試験を行った。

上記の試験では、材料の組合せ (接触片-疲労試験片) を ST 材-ST 材, ST 材-PN/FPB 材および PN/FPB 材-PN/FPB 材の 3 種類とした。試験条件は接触応力 75 MPa, 応力比 $R=0.02$, 繰返し速度 50 Hz, 室温大気中とした。疲労強度は繰返し数 10^7 回まで試験片が破断しなかった最大の応力振幅値と定義した。破断した試験片については、破面上でき裂発生部を SEM (scanning electron microscopy) により観察するとともに、接触端部の摩耗様相を疲労試験片側面上で観察した。また、繰返し数 10^7 回まで破断しなかった試験片については、接触端部における停留き裂の有無を確認した。なお、ST 材については通常の疲労試験を上記の条件で行った。

2.2 解析方法

以上で説明した各種の実験以外に、本研究では疲労き裂が発生した接触端部において疲労試験片側に生じた局所応力-ひずみ応答を FEA により評価した。局所応力およびひずみは、試験片軸方向の垂直応力およびひずみとした。この数値解析には、Fig. 3 に示す疲労試験片と接触片から構成される 1/4 対称モデルを用いた。同モデルには、要素として 2 次元 4 節点 4 角形平面応力要素を用い、接触面近傍では要素寸法を 1 mm から 10 μm まで減少させた。図に示すように、モデル対称面上の節点変位は対称面と垂直方向へ拘束された。

上記の FEA では、材料の弾塑性挙動と接触摩擦が考慮された。弾性域でのヤング率は引張試験により得られた値 (Table 2) を用いた。弾塑性解析には引張試験から導出された真応力-ひずみ曲線を使用し、降伏条件としてミーゼスの条件を用いた。接触摩擦の評価にはクーロン則に基づく摩擦モデルを用いた。

フレッティング疲労試験を模擬するため、上記の FEA は次の手順で行った。まず、実験的に得られたフレッティング疲労強度に基づき、負荷する応力振幅および平均応力を決定した。次に、所定の平均応力を疲労試験片に与えた後、接触片を通じて試験片側面に接触応力を負荷した。最後に、所定の応力振幅で繰返し応力 (正弦波) を与えた。この解析は局所応力-ひずみ応答が安定化した繰返し数 20 回まで行った。

3. 結果および考察

3.1 基本的性質

Fig. 4 に、ST 材および PN/FPB 材の母材部で得られた

Fig. 3 Finite element model and boundary conditions.

Fig. 4 Microstructures (IPF maps).

Table 2 Mechanical properties and grain sizes.

	Young's modulus, E/GPa	Yield strength, σ_y/MPa	Tensile strength, σ_t/MPa	Elongation (%)	Reduction in area (%)	Grain size $D_n/\mu\text{m}$
ST	193	243	562	62	67	14
PN/FPB	196	249	580	64	61	13

IPF マップを示す。Table 2 に、両材の機械的性質をまとめて示す。Fig. 5 には、ST 材および PN/FPB 材の断面で調べた硬さ分布を表面硬さと合わせて示す。Fig. 6 には、摩擦試験により得られたすべり距離と摩擦係数の関係を示す。

Fig. 4 から理解されるように、ST 材は等軸粒からなる微視組織を有していた。プラズマ窒化が比較的低い温度 (673 K) で施され、また FPB 処理は表面にのみに影響を及ぼしたため、PN/FPB 材母材部の微視組織は ST 材のそれと同じ様相を呈し、結晶粒径についても相違は認められなかった。このように複合表面処理は母材部の微視組織に影響を及ぼさ

Fig. 5 Hardness distributions.

Fig. 6 Relationship between total sliding distance and coefficient of friction.

なかったため、ST 材と PN/FPB 材の機械的性質は同等であった (Table 2)。

その一方で、プラズマ窒化にともなう窒素の拡散により、PN/FPB 材には表面から深さ 60 μm まで硬さの上昇が認められた (Fig. 5)。特に表面硬さは顕著に高かった。FPB 処理に関する詳細な研究によれば^{16,17)}、FPB 処理は被処理材が高硬さを有する場合にも表面近傍の組織を微細化し、顕著な硬さの上昇をもたらす。このことから、上記の高い表面硬さは FPB 処理に起因すると考えられる。

Fig. 6 に示す結果から求めた平均摩擦係数は、ST 材-ST 材の組合せで 0.45 であった。一方、ST 材-PN/FPB 材および PN/FPB 材-PN/FPB 材の組合せでは、平均摩擦係数はそれぞれ 0.57 および 0.55 であり、ST 材-ST 材の組合せの場合よりも高い値を示した。一般に、摩擦係数は接触面積および接触部のせん断強度と関係する。本研究で実施した摩擦試験では、同一断面のピンを用いたことから接触面積は同じであった。したがって、上記の複合表面処理にともなう摩擦

Fig. 7 S-N curves obtained from fretting fatigue test and plain fatigue test.

Fig. 8 Features of fracture surfaces near fatigue-crack initiation sites and side surfaces near contact edges.

係数の上昇は、硬化層の形成によるせん断強度の上昇に起因すると推察された。

3.2 フレッティング疲労強度

Fig. 7 に、フレッティング疲労試験結果を S-N 曲線にまとめて示す。この図には、ST 材の通常疲労試験結果を合わせて示してある。Fig. 8 には、破面上で観察した疲労き裂発生部の様相と接触端部近傍(疲労試験片側面)の様相をまとめて示す。

Fig. 7 に示すように、ST 材の通常疲労試験により得られた S-N 曲線(○)と比較して、フレッティング疲労試験により得られた ST 材-ST 材の S-N 曲線(●)は下方に位置しており、フレッティングの発生により疲労強度は大幅に低下することが理解される。一方、ST 材-PN/FPB 材(▲)および PN/FPB 材-PN/FPB 材(■)の S-N 曲線から、それらの疲労強度が ST 材-ST 材の疲労強度よりも顕著に高いことがわかる。このように、接触片に対する処理の有無と関係なく、疲労試験片へ複合表面処理を施すことによりフレッティング疲労強度は顕著に改善し、その改善率は 50% に達した。

フレッティング疲労き裂の発生部は接触端部であった。この部分には顕著な応力集中が生じるため、破面様相(Fig. 8)から理解されるように、全ての材料組合せでき裂の発生領域は表面極近傍であった。また、ST 材-PN/FPB 材および PN/FPB 材-PN/FPB 材の接触端部には接触片の往復すべりによる摩耗痕が観察され、硬化層の形成にともなう摩耗状態の改善は認められなかった。さらに、繰返し数 10^7 回まで破断しなかった全試験片において、接触端部に停留き裂は認められなかったことから、ステンレス鋼のフレッティング疲労強度は同部でのき裂の発生限界に支配されたと考えられた。

Fig. 9 に、FEA により得られた接触端部での局所応力-ひずみ応答を示す。比較を容易にするため、Fig. 10 には繰返し数 20 回目に得られた接触端部での局所応力振幅および平均応力を示す。なお、2.2 節で説明したように、上記の結果は実験により得られたフレッティング疲労強度水準における値である。

接触端部には応力集中により高い応力が発生して塑性変形が生じたため、繰返し応力の負荷時にシェイクダウン¹⁸⁾が発生した。その結果、応力比は $R=0.02$ (引張-引張)であったが、Fig. 9 から理解されるように、安定状態に到達した後はすべての材料組合せにおいて、接触端部における局所応力-ひずみ応答の平均応力がほぼゼロとなった。なお、同様の結果は前報においても得られている¹³⁾。

Fig. 10 に示すように、フレッティング疲労強度水準で接触端部に生じた局所応力振幅は、ST 材-PN/FPB 材および PN/FPB 材-PN/FPB 材では同じであったが、両者は ST 材-ST 材の場合よりも高かった。先に説明したように、フレッティング疲労強度は接触端部でのき裂発生限界に支配されることから、上記の解析結果は複合表面処理を疲労試験片に施すことにより、フレッティング疲労き裂の発生を高い局所応力振幅水準まで抑制可能であることを示した。

前述のように、接触端部の摩耗状態が硬化層の形成により改善されなかったことから、摩擦状態についてはフレッティ

Fig. 9 Local stress-strain responses induced at contact edges under fretting fatigue strength.

ング疲労強度の向上と直接関係しないと推察される。結局、フレッティング疲労強度の改善は硬化層の形成により結晶学的すべり抵抗が上昇し、疲労き裂の発生自体が抑制されたことに起因すると考えられる。

窒化したオーステナイト系ステンレス鋼では、表面に格子定数が大きく異なる S 相¹⁹⁾が形成されるため、複合処理材表面に生じた残留応力を測定することができなかった。そのため、本研究の範囲では実証できなかったが、同種の複合表

Fig. 10 Local stress amplitudes and mean stress applied at contact edges under fretting fatigue strength.

面処理を施したチタン合金の表面に高い圧縮残留応力が付与されたことから類推すれば^{20,21)}, ステンレス鋼においても複合表面改質により高い圧縮残留応力が表面に付与され, これがフレット疲労強度向上の一原因になったと推察される。

4. 結 言

本研究では, プラズマ窒化および FPB 処理から構成される複合表面処理がステンレス鋼のフレット疲労強度に及ぼす効果について実験および有限要素解析を通じて詳細に調べた。その結果, 以下の結言を得た。

- (1) 複合表面処理は母材部の組織形態に影響を及ぼさず, 機械的性質は処理前と同程度に維持された。
- (2) 接触片に対する処理の有無に関わらず, 疲労試験片に複合表面処理を施すことによりフレット疲労強度は顕著

に改善され, その改善率は 50% に達した。

- (3) 有限要素解析の結果は, 繰返し応力の負荷時に接触端部においてシェイクダウンが生じ, 局所的な応力-ひずみ応答の平均応力がほぼゼロとなることを示した。

- (4) フレット疲労強度の改善は硬化層の形成により結晶学的すべり抵抗が上昇し, 疲労き裂の発生自体が抑制されたことに起因すると考えられた。

文 献

- 1) K. Nishioka, S. Nishimura and K. Hirakawa: Bull. Jpn. Soc. Mech. Eng. **11**(1968) 437-445.
- 2) K. Endo and H. Goto: Wear **38**(1976) 311-324.
- 3) K. Nakazawa, M. Sumita and N. Maruyama: ASTM STP 1159, ed. by M. H. Attia and R. B. Waterhouse, (Am. Soc. Tes. Mater., Philadelphia, 1992) pp. 115-125.
- 4) D. B. Rayaprolu and R. Cook: ASTM STP 1159, ed. by M. H. Attia and R. B. Waterhouse, (Am. Soc. Tes. Mater., Philadelphia, 1992) pp. 129-152.
- 5) E. S. Sproles, Jr. and D. J. Duquette: Wear **49**(1978) 339-352.
- 6) R. B. Waterhouse: Inter. Mater. Rev. **37**(1992) 77-97.
- 7) J. M. Dobromirski: ASTM STP 1159, ed. by M. H. Attia and R. B. Waterhouse, (Am. Soc. Tes. Mater., Philadelphia, 1992) pp. 60-66.
- 8) D. W. Hoepfner: Fretting Fatigue, ed. by R. B. Waterhouse and T. C. Lindley, (Mech. Eng. Publications, London, 1994) pp. 3-19.
- 9) S. Fouvry, P. Kapsa and L. Vincent: ASTM STP 1367, ed. by D. W. Hoepfner, V. Chandrasekaran and C. B. Elliott, (Am. Soc. Tes. Mater. West Conshohocken, 2000) pp. 49-64.
- 10) K. Nagata and J. Fukakura: Jpn. Soc. Mech. Eng. A. **58**(1992) 1561-1568.
- 11) T. Hattori and T. Watanabe: Tribol. Int. **39**(2006) 1100-1105.
- 12) Y. Mutoh and M. Jayaprakash: Tribol. Int. **44**(2011) 1394-1399.
- 13) T. Omori, T. Morita, K. Okada and H. Maeda: Tribol. Int. **92**(2015) 328-334.
- 14) T. Omori, T. Morita, K. Okada and H. Maeda: Mater. Trans. **56**(2015) 389-397.
- 15) JSME: Standard method of fretting fatigue testing, 2nd Ed., (Jpn. Soc. Mech. Eng., Tokyo, 2009) pp. 1-7.
- 16) T. Morita, S. Noda and C. Kagaya: Mater. Trans. **55**(2014) 646-652.
- 17) T. Morita, S. Noda and C. Kagaya: Mater. Sci. Eng. A **574**(2013) 197-204.
- 18) S. Suresh: Fatigue of Materials, 2nd ed., (Cambridge Univ. Press, Cambridge, 1998) pp. 101-102.
- 19) S. Thaiwatthana, X. Y. Li, H. Dong and T. Bell: Surf. Eng. **18**(2002) 433-437.
- 20) C. Tsuda, T. Morita, S. Kariya and C. Kagaya: J. Japan Inst. Met. Mater. **79**(2015) 195-202.
- 21) T. Morita, K. Asakura and C. Kagaya: Mater. Sci. Eng. A **618**(2014-9) 438-446.