

PVD 法による TiN 被覆炭素鋼のフレッティング疲労特性*

岡根 正樹^{*1}, 塩澤 和章^{*1}, 石倉 智子^{*2}Fretting Fatigue Behavior of Low Carbon Steel
with TiN Coating by PVD Method

Masaki OKANE, Kazuaki SHIOZAWA and Tomoko ISHIKURA

Fretting fatigue tests of carbon steel coated with titanium nitride (TiN) by PVD method were carried out to discuss the effect of ceramic coating on fretting fatigue behavior. Fretting fatigue strength of the present carbon steel significantly increased by TiN coating onto the specimen. The fretting fatigue fracture process in TiN coated steel was as follows. Fretting cracks initiate at a certain stage of fatigue life from the flaws or worn region in TiN film initiated by fretting action, and propagate until final unstable fracture occurs. The improvement of fretting fatigue strength by TiN coating resulted mainly from the retardation of fretting fatigue crack initiation due to existence of hard TiN film on the contact surface of the specimen.

Key Words: Fretting Fatigue, Ceramic Coating, Titanium Nitride, Physical Vapour Deposition, Carbon Steel, Fretting Wear

1. 緒 言

PVDやCVDによる金属材料表面へのセラミックス被覆は、セラミックスが有する優れた耐摩耗性、耐食性等の特性から、より高機能な付加価値の高い材料の創製が可能である。現在、例えばTiCやTiN被覆材が切削工具や金型などに適用されており、今後はセラミックス被覆材のより広い領域にわたる構造用材料への適用が期待されている。

著者らの一人はこれまでTiN被覆炭素鋼の疲労強度特性に関して系統的に検討してきた結果⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾、炭素鋼の疲労寿命・疲労強度はTiN被覆により向上するものの、あらかじめTiN薄膜に割れが存在する場合や、母材の変形が著しい高応力条件で早期の段階で被膜に割れが発生する場合などは、これらの割れが疲労破壊の起点となり、逆に疲労寿命が低下すること等を明らかにしてきた。

フレッティング疲労は、各種機器・構造物のはめ合部や締結部あるいは軸受等の接触面で生じる表面損傷を起点とした疲労破壊であり、各種機器・構造物の設計・保守上重要な問題である。金属材料のフレッティング疲労に関してはこれまでも数多くの研究報告があり⁽⁴⁾⁽⁵⁾⁽⁶⁾、その特性・破壊機構等が明らかにされてきている。また、ショットピーニングや窒化処理等フレッティング疲労強度の改善方法についても検討されている⁽⁷⁾⁽⁸⁾。材料表面へのセラミックス薄膜の付与もそのような改善法の一つとして期待されているが、前述のように被膜の割れが疲労強度に大きな影響を及ぼすことから、フレッティング疲労特性に関

してもあらかじめ検討すべき重要な課題である。

TiNやTiC等のセラミックス薄膜あるいはダイヤモンド等の硬質薄膜を被覆した金属材料のフレッティングに関しては、これまでもトライボロジ的な観点からいくつかの研究報告がある。それらの中でTiN被覆材に関するものでは、TiN薄膜は初期の段階での摩擦力は小さいものの、摩耗に関しては効果が小さいとするもの⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾、優れた耐フレッティング摩耗性を示した場合⁽¹¹⁾⁽¹²⁾等様々である。一方、セラミックス被覆材のフレッティング疲労特性、とりわけ材料強度の観点から検討した例はこれまでのところほとんどなく⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾、その特性は必ずしも明らかではない。

そこで本研究では、PVD法によりTiN薄膜を付与した炭素鋼をとりあげ、その基本的なフレッティング疲労特性について調査するとともに、TiN被覆炭素鋼のフレッティング疲労破壊過程について検討する。

2. 供試材および試験方法

2.1 試験片 供試材として機械構造用炭素鋼S35C丸棒(直径20mm)を用いた。供試材には1138Kで30min保持後空冷の焼ならし処理を施し、図1(a)および(b)に示す形状・寸法のフレッティング疲労試験片ならびに通常疲労試験片に機械加工した。供試材の化学組成および機械的性質をそれぞれ表1、表2に示す。フレッティング疲労および通常疲労試験片の標点部表面は、#2000までのエメリー紙により研磨を行い、粒径0.3μmのアルミナスラリーを用い鏡面に仕上げた。その後、図中のハッチング部にPVD法により窒化チタン(TiN)を被覆し試験片とした。PVD法による被覆処理は基板温度623K、真空中で行った後空冷した。被膜の厚さは約3μmであった。なお、成膜

* 原稿受付 1998年7月27日。

^{*1} 正員、富山大学工学部 (☎ 930-8555 富山市五福 3190)。^{*2} 富山大学大学院。

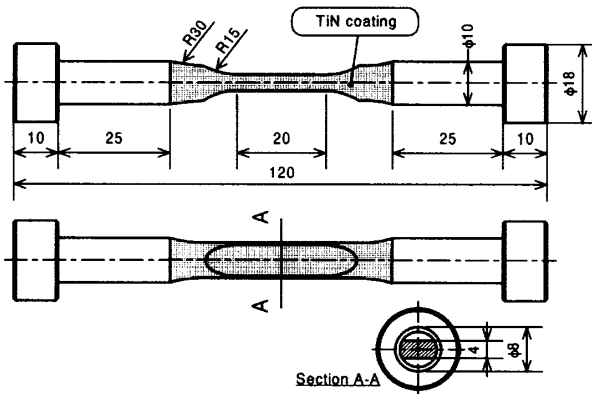
E-mail: okane@eng.toyama-u.ac.jp

Table 1 Chemical composition of the material used.

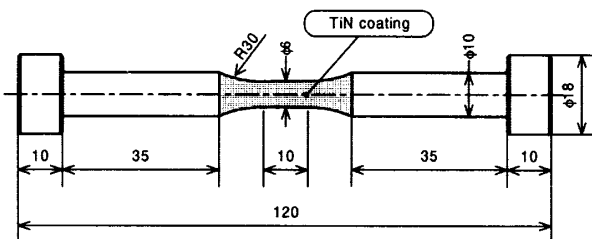
(wt.%)							
C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
0.37	0.24	0.77	0.019	0.023	0.1	0.2	0.4

Table 2 Mechanical properties of the material used.

Upper yield stress σ_{SU} [MPa]	Lower yield stress σ_{SL} [MPa]	Tensile strength σ_B [MPa]	Young's modulus E [GPa]	Elongation δ [%]	Area reduction ϕ [%]	Vickers Hardness H_V
401	371	616	204	25.8	60.1	213



(a) Fretting fatigue specimen



(b) Plain fatigue specimen

Fig.1 Shapes and dimensions of the fatigue specimen.

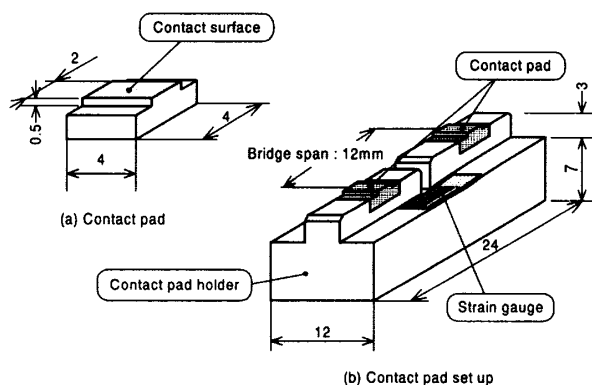


Fig.2 Shapes and dimensions of the contact pad and contact pad holder.

方法の詳細は既報⁽¹⁾と同様である。また、比較のため TiN 被覆を施さない同形状のフレット疲労並びに通常疲労試験片も用意した。本報では以後 TiN 被覆を施した試験片を TiN 被覆材、被覆していない試験片を非被覆材と称する。図2に接触片の形状ならびに寸法を示す。同

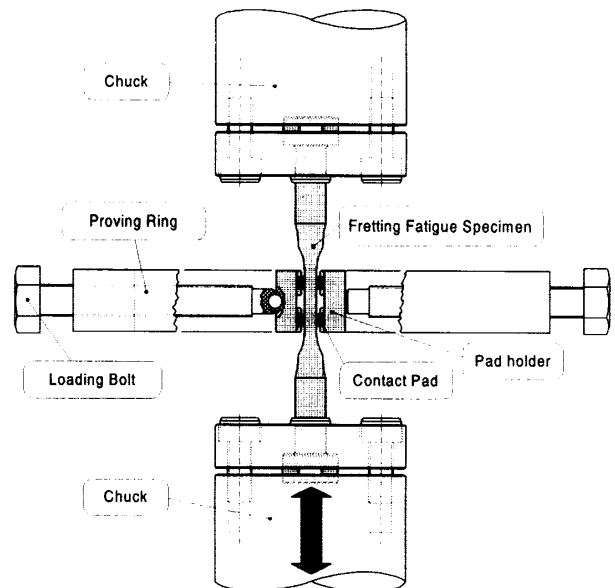


Fig.3 Fretting fatigue test apparatus.

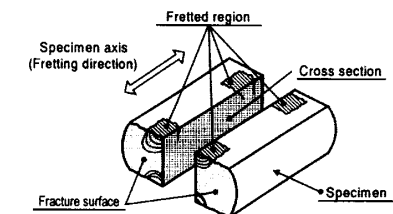


Fig.4 Cutting procedure of the specimen for cross sectional observation.

図(a)に示す接触片は試験片と同一のS35C材から加工し、試験片との接触面(2×4mm面)を試験片同様の方法で鏡面に仕上げた。なお、接触片にはTiN被覆処理を施さず使用した。この接触片を同図(b)に示すように接触片ホルダーに固定し、いわゆるブリッジタイプの接触片とした。

2.2 フレット疲労試験および通常疲労試験方法

フレット疲労試験および通常疲労試験には電気・油圧サーボ式疲労試験機を用いた。試験は大気中室温の実験室雰囲気下で、繰返し速度20Hzの正弦波を用い、応力比 $R=-1$ 、荷重制御の条件で行った。図3にフレット疲労試験装置の概略図を示す。フレット疲労試験の際には図2に示したような接触片を固定した接触片ホルダーを、フレット疲労試験片の平面平行部中央に両側からプルービングリングを用いて押付け接触させた。接触面圧はすべてのフレット疲労試験で100MPaに統一した。フレット疲労試験中の摩擦力は、接触片ホルダーに貼付したひずみゲージの出力から、あらかじめ接触片ホルダーに静的に荷重を負荷して求めた校正曲線をもとに算出した。また、試験片フレット疲労部での損傷およびき裂発生のように観察するために、フレット疲労試験を所定の繰返し数で中断するフレット疲労中断試験を行った。フレット疲労試験ならびにフレット疲労中断試験後には、試験片

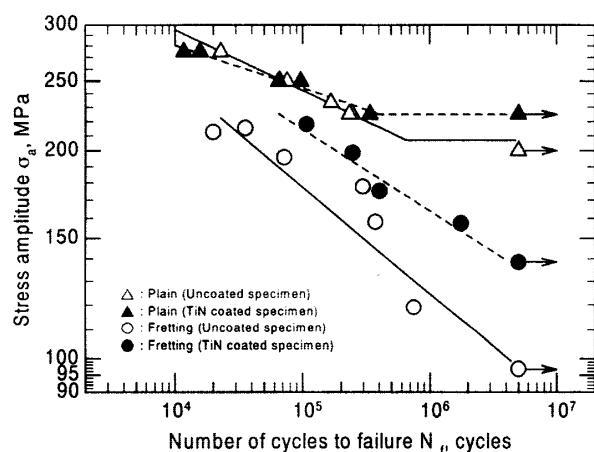


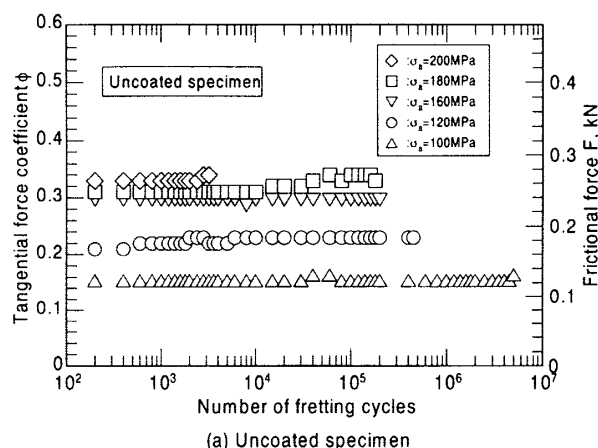
Fig.5 S-N curves for fretting fatigue of TiN coated steel.

のフレット疲労損傷面を走査型電子顕微鏡 (SEM) により詳細に観察した。さらに、図4に示すように試験片をフレット部で軸方向 (フレット方向) に切断し、切断面をバフにより研磨した後SEMを用いてき裂の発生ならびに進展状況を詳細に観察した。

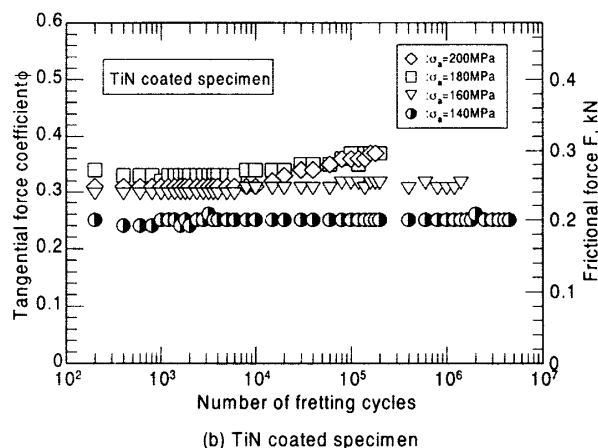
3. 実験結果および考察

3.1 通常およびフレット疲労強度 図5に疲労試験結果から得られた疲労寿命線図 (S-N 曲線) を示す。図中の矢印→のついた実験点はその時点 (5×10^6 cycles) で試験片が破断に至らなかったことを示している。図から通常疲労の場合 (Δ : 非被覆材, \blacktriangle : TiN 被覆材), 高応力・短寿命域における疲労寿命は被覆材・非被覆材で大きな差異は認められないが, 5×10^6 cycles の時点での疲労強度は, TiN の被覆により約 20 MPa 程度向上していることがわかる。この向上理由は, TiN 被覆鋼の疲労強度に関するこれまでの研究⁽¹⁾⁻⁽³⁾によれば, TiN 被膜の存在により母材 (基材) 表面のすべり変形が抑制され, 疲労き裂の発生が遅れた結果であると考えられる。なお, 既報⁽¹⁾⁽²⁾と比べて有限寿命域での疲労寿命の改善が顕著でない理由は, 試験片形状と応力負荷形態 (既報: 引張圧縮・切欠き材⁽²⁾あるいは回転曲げ・平滑材⁽¹⁾, 本研究: 引張圧縮・平滑材) の違いによるものと思われるが, 詳細は今後の検討を要する。

一方, フレット疲労試験の場合, いずれの試験片 (\circ : 非被覆材, \bullet : TiN 被覆材) の場合でも, 疲労寿命および疲労強度ともに通常疲労試験の結果より大きく低下しているが, フレット疲労寿命および疲労強度は TiN の被覆により向上している。すなわち, 5×10^6 cycles の時点のフレット疲労強度は, 非被覆材の場合応力振幅で 100 MPa 程度, TiN 被覆材の場合は 140 MPa 程度であり, TiN の被覆による疲労強度の向上割合は約 40% と顕著であった。



(a) Uncoated specimen



(b) TiN coated specimen

Fig.6 Variation of tangential force coefficient during fretting fatigue test.

3.2 接線力係数 図6に接線力係数 ϕ とフレット疲労繰返し数の関係を示す。ここで, 接線力係数 ϕ はフレット疲労試験中に測定された試験片と接触片間の摩擦力 F を押付け荷重 P で除した値 F/P であり, 接触面が全面すべりの状態になると接線力係数 ϕ は摩擦係数 μ と一致する。図6(a)および(b)から明らかなように, 非被覆材およびTiN被覆材のいずれの場合とも, 接線力係数はこれまでのフレット疲労の報告⁽⁴⁾⁽⁵⁾と同様, 応力レベル (応力振幅) の大小関係とほぼ比例した大小関係を示した。両材ともに, 低応力振幅条件の場合は試験開始直後から試験片が破断に至る (あるいは試験打ち切り時点) までほぼ一定の接線力係数を示した。一方, 応力振幅が 180 MPa 程度以上の高応力振幅条件の場合には, わずかではあるが, フレットの繰返しにともない接線力係数が徐々に増加する傾向を示した。この傾向は, 非被覆材とTiN被覆材とでほぼ同様に認められた。

図7にフレット疲労過程全体の接線力係数の平均値と応力振幅の関係を示す。なお, 図中には接線力係数の変動範囲を合わせて示した。図から明らかなように, 非被覆材およびTiN被覆材とも接線力係数は応力レベルに比例して大きくなる傾向を示した。また, この関係には両材の間ではほとんど差が認められなかった。

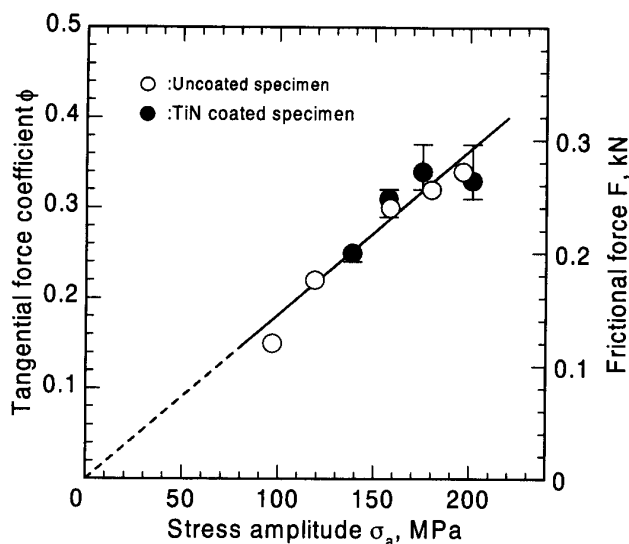


Fig.7 Relationship between stress amplitude σ_a and tangential force coefficient ϕ .

中澤ら⁽¹⁴⁾は、Ni-TiC複合被膜を被覆したSNCM439鋼のフレッティング疲労試験を行い、フレッティングの繰返しに伴う摩擦力の変化について、試験片のみに被膜がある場合には、摩擦力は初期の段階では被膜なしの試験片を用いた場合よりも低い、繰返しとともに大きくなり、最終的に被膜なし試験片の場合と同等の値になることを報告している。その理由として、繰返しに伴い被膜が損傷を受け基材が徐々に露呈してくるためであると述べている。本研究では摩擦力にはそのような挙動は顕著には認められないが、後述する損傷面観察によれば、フレッティング試験の進行にともないTiN被膜の剥離を生じていた。なお、本研究におけるTiN被覆材の接線力係数の変化挙動が中澤らの結果と比べ顕著でない理由は、TiN被覆材と非被覆材の接線力係数にほとんど差がなかったためと考えられる。

3.3 フレッティング損傷面ならびにフレッティングき裂の観察結果 図8に応力振幅が200MPaの場合のフレッティング損傷面の走査型電子顕微鏡(SEM)による観察例を示す。同図(a)は繰返し数 10^3 cycles (寿命比 $N/N_f=2.4\%$) でフレッティング疲労試験を中断した非被覆材試験片のフレッティング損傷面の観察例である。図からフレッティング初期段階においてすでに微小なき裂が発生していることがわかる。(b)は繰返し数 $N=10^3$ cycles ($N/N_f=0.4\%$)の段階でのTiN被覆試験片のフレッティング損傷面の観察例である。なお、(b)の場合のみ試料面に対して45度の方向からの観察であり、垂直に観察する場合よりも凹凸が強調されている。図から明らかなように、フレッティングの作用によりTiN薄膜が軽微な摩耗損傷を受けているものの、(a)の非被覆材の場合に見られたような微小なき裂は確認されなかった。(c)は繰返し数 $N=10^4$ cycles ($N/N_f=4\%$)の段階でのTiN被覆試験片のフ

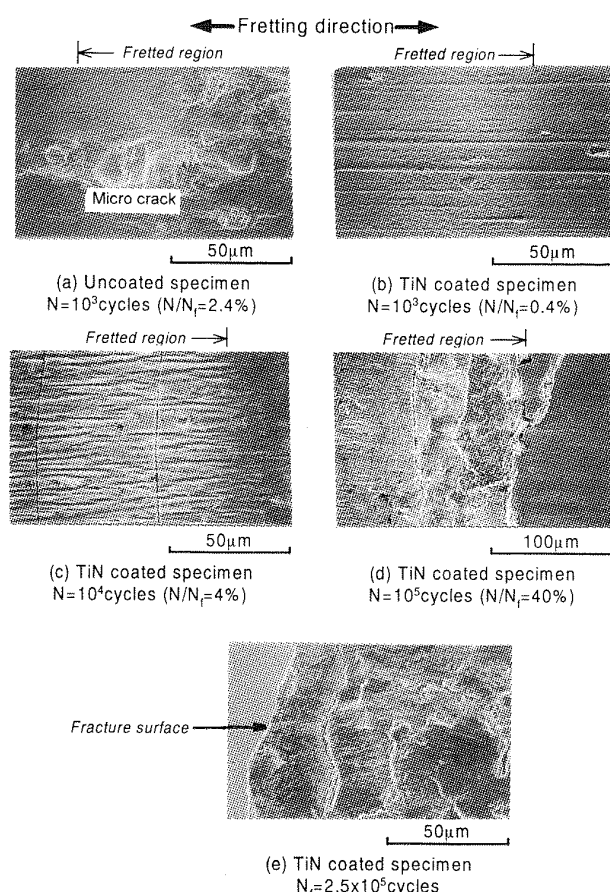


Fig.8 SEM micrographs of fretted surface for the specimen tested at $\sigma_a=200$ MPa

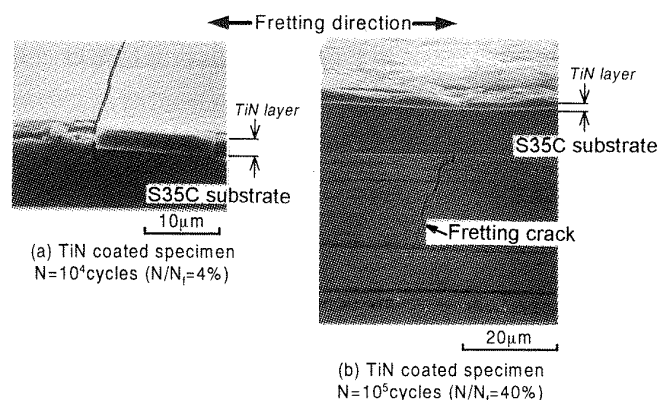


Fig.9 Observation of fretting cracks for TiN coated specimens tested at $\sigma_a=200$ MPa.

レッシング損傷面の観察例である。図からわかるように、損傷の度合が(b)に比べて激しくなっているのに加え、フレッティングの作用により生じたと考えられる複数のTiN被膜の割れが観察される。なお、後述の縦断面観察結果によれば、この時点では損傷面においてTiN被膜のはく離は生じていないと考えられる。(d)には 10^5 cycles ($N/N_f=40\%$)の段階でのTiN被覆試験片のフレッティング損傷面を示している。損傷領域端部ではTiN被膜は摩耗やはく離により損失しており、その領域に複数の表面き裂が観察される。(e)は、応力振幅 σ_a が200MPaの条件で破

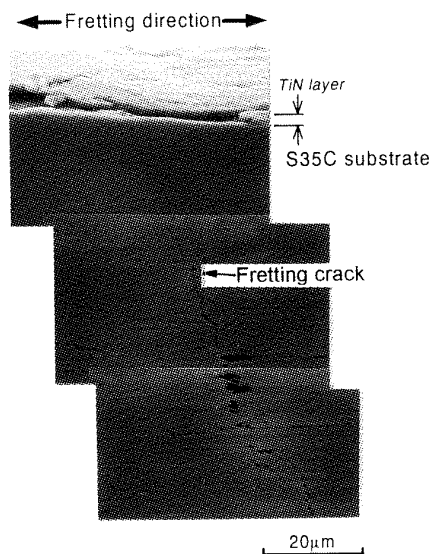


Fig. 10 Observation of fretting crack for TiN coated specimen tested at $\sigma_a = 140$ MPa.

断に至ったTiN被覆試験片の破断面付近のフレッティング損傷面の観察例である。図から(d)に見られたような表面き裂の1つが破壊の起点になっていることが推察される。

図9に応力振幅200MPaで試験を行ったTiN被覆試験片のフレッティング部を軸方向(フレッティング方向、図4参照)に切断した縦断面の観察例を示す。同図(a)は $N/N_f = 4\%$ の段階での観察例であるが、TiN被膜の割れを起点として、わずかではあるが基材(S35C)内にき裂が進展している様子が観察される。同図(b)は、 $N/N_f = 40\%$ の段階での観察例である。図からわかるように35 μm 程度の深さのフレッティングき裂が確認でき、フレッティングき裂の開口面近傍(フレッティング損傷面端部付近)では、TiN薄膜の摩耗が顕著である。

図10に応力振幅140MPaで試験を行い、 5×10^6 cyclesまで破断しなかったTiN被覆試験片の同様の縦断面の観察例を示す。図からわかるように、TiN被膜は顕著な摩耗をうけており、その領域から長さ約95 μm のき裂が発生している様子がわかる。

3.4 TiN被覆材のフレッティング疲労破壊過程 以上の観察結果から、これまでの研究報告と同様に被覆処理を施していない金属材料のフレッティング疲労の場合は、全寿命の極めて初期の段階でフレッティング部に発生するデブリ状き裂を核とし、そこから成長したフレッティングき裂が摩擦力や負荷応力などの繰返しの影響を受けて進展し破断に至る過程を経る⁽⁴⁾⁻⁽⁸⁾。ゆえに、フレッティング疲労寿命はほぼフレッティングき裂の進展寿命と見なすことができる。接線力(摩擦力)はフレッティング疲労寿命・疲労強度に対して大きな影響を与える重要な力学的因子として知られており、一般に接線力が増加すればフレッティ

ングき裂の進展速度が加速されフレッティング疲労寿命はより低下する⁽⁴⁾⁻⁽⁸⁾。言い換えるなら、接線力が同一であればフレッティング疲労寿命はほぼ同程度となる。

本研究の場合、接線力係数 ϕ (摩擦力)の測定結果では、図7に示したように、TiN被覆材の場合と非被覆材の場合とで有意な差は認められなかったにもかかわらず、図5に示したS-N曲線から明らかなように、非被覆材に比べてTiN被覆材のフレッティング疲労寿命が全応力振幅域で4~10倍程度向上した。このことは前述した接線力の大小関係のみで本供試材のフレッティング疲労挙動を説明できないことを示している。非被覆材のフレッティング疲労き裂の発生は基材表面のフレッティング損傷によるものであるが、TiN被覆材ではTiN被膜の存在によって基材表面の損傷が軽減される。したがって、両材の接線力が同一であってもき裂発生寿命は異なることになる。

3.3節で述べたTiN被覆材のき裂観察結果から、疲労き裂は被膜割れを起点として発生している様子が観察された。この割れは、フレッティング疲労過程にTiN被膜の摩耗損傷が進行して生じたものと思われるが、この割れが応力集中源となって基材部に疲労き裂を誘起する。したがって、TiN被覆材のフレッティング疲労き裂の発生は被膜の割れに支配され、非被覆材の場合とはき裂発生の機構が異なることになる。本実験結果によれば、被膜の割れを基材部のき裂発生とすると、TiN被覆材のき裂発生寿命は非被覆材のそれと比較して約10倍となる。なお、フレッティング疲労過程に被膜が割れない場合には、被膜の摩耗損傷が進行し、その摩滅・はく離後に非被覆材と同様な機構によってき裂の発生・進展が開始することになり、疲労寿命のさらなる向上が期待できる。したがって、フレッティング疲労中における被膜の割れの挙動の解明と被膜強化の手法が重要な課題である。

被膜下部の基材部に発生したき裂は、負荷応力の繰返しと摩擦力の両者の作用により進展するが、き裂進展の駆動力(応力拡大係数)は被膜の有無やその厚さの影響を受けることは容易に推察できる。接線力が同一である非被覆材とTiN被覆材を比較した場合に、被膜の存在によって基材部の応力分布が異なり、き裂進展の減速効果が考えられる。これらの点はき裂進展過程の詳細な観察と被膜を有する材料中のき裂の力学的解析を通して明らかにする必要がある、今後の課題としたい。

4. 結 言

PVD法により窒化チタン(TiN)を被覆処理した機械構造用炭素鋼S35Cのフレッティング疲労特性を検討した。得られた主な結論をまとめると以下の通りである。

(1) 本供試S35C鋼のフレッティング疲労強度は、フレッ

ティングを伴わない通常の疲労強度の約50%まで低下する。しかし、TiNを被覆処理することにより、TiN被覆を施さない場合のフレッティング疲労強度に対し、約40%の疲労強度の改善が認められた。

(2) TiN被覆S35C鋼のフレッティング疲労破壊過程は、フレッティング領域で生じたTiN被膜割れを起点として発生したフレッティングき裂が発生・進展し破断に至る。

(3) TiNを被覆することによりフレッティング疲労寿命・疲労強度が改善された主な要因は、フレッティングき裂の発生時期がTiN薄膜の存在により被覆処理を施さない場合のそれに比べ著しく遅延したことによるものと考えられる。

本研究で用いた試験片の被覆処理は関不二越のご厚意によるものであり、ご便宜を頂いた同社技術開発部材料開発部長・神田一隆氏に謝意を表す。また、実験等においてご協力いただいた富山大学技官友坂敏信氏、卒業研究の一環として協力を得た金谷圭悟君、武井優君に謝意を表す。終わりに、本研究は平成9年度文部省科学研究費補助金[奨励(A)No.09750106]の援助を受けた。

文 献

- 1) 塩沢, 大島, 材料, 39-442, (1990), 927.
- 2) 塩沢, 西野, 半田, 機論(A), 57-540, (1991), 1687.
- 3) 塩沢, 友坂, 韓, 本林, 機論(A), 60-571, (1994), 626.
- 4) R.B.Waterhouse, editor, "Fretting Fatigue", Applied Sci. Publ. London, (1981).
- 5) M.H.Attia and R.B.Waterhouse, editors, Standardization of Fretting Fatigue Test Methods and Equipment, ASTM STP 1159, (1992).
- 6) Y.Mutoh, Mechanisms of Fretting Fatigue, JSME International Journal A, 38-4, (1995), 405.
- 7) T.C.Lindley and R.B.Waterhouse, editors, "Fretting Fatigue",ESIS 18, (1994).
- 8) R.B.Waterhouse, Fretting fatigue, Int. Materials Reviews, 37-2, (1992), 77.
- 9) A.W.Batchelor, G.W.Stachowiak, G.B.Stachowiak, P.W.Leech and O.Reihold, Wear, 152,(1992), 127.
- 10) B.Blanpain, H.Mohrbacher, E.Liu, J.P.Celis and J.R.Roos, Surface and Coating Technology, 74-75, (1995), 953.
- 11) S.Fouvry, P.Kapsa and L.Vincent, Surface and Coating Technology, 68/69, (1994), 494.
- 12) A.Wilson, A.Matthews, J.Housden, R.Turner and B.Garside, Surface and Coating Technology, 62, (1993), 00.
- 13) K.Sato and S.Kodama, FRETTING FATIGUE,ESIS 18 (Edited. by R.B.Waterhouse and T.C.Lindley), (1994), 513.
- 14) 中澤, 武井, 笠原, 石田, 角田, 日本金属学会誌, 59-11, (1995), 1118.