九州大学学術情報リポジトリ
Kyushu University Institutional Repository

フレッティング疲労に及ぼす水素ガス環境の影響

久保田，祐信
九州大学大学院工学研究院知能機械システム部門

納山，尚樹
九州大学 ： 大学院

笛田，宗広
九州大学 ： 大学院

栄 中
九州大学大学院工学研究院知能機械システム部門

他

https://hdl.handle.net/2324/7162363

出版情報：Journal of the Society of Materials Science, Japan. 54 (12), pp.1231-1236, 2006-04-07. The Society of Materials Science, Japan
バージョン：
権利関係：© 2005 by The Society of Materials Science, Japan

KYUSHU UNIVERSITY

フレッティング疲労に及ぼす水素ガス環境の影響

久保田祐信*　納山尚樹**
笛田宗広**　栄　　中*　近藤良之*

Effect of Hydrogen Gas Environment on Fretting Fatigue

by
Masanobu KUBOTA*, Naoki NOYAMA**, Munehiro FUETA**,
Chu SAKAE* and Yoshiyuki KONDO*

The objective of this study is to clarify the effect of hydrogen gas environment on fretting fatigue strength of the materials, which will be used for the mechanical system for hydrogen utilization. It is important to take fretting fatigue into account for strength design, since many fatigue failure accidents have occurred at joints or contact parts between components. The test materials were austenitic stainless steel SUS 304 and corrosion resisting aluminum alloy A6061. Fretting fatigue tests and also fretting wear tests were done in hydrogen gas, nitrogen gas and air. Fretting fatigue strength in hydrogen gas environment was lower than that in air for both materials. Tangential force coefficient in hydrogen gas was larger than that in air. The appearance of fretting pit and microcrack was quite different among environments. Absorption of hydrogen was detected in contact pad of fretting wear test fretted in hydrogen gas environment. Fretting fatigue life of the stainless steel was decreased due to hydrogen pre-charge.

Key words: Fretting, Fretting fatigue, Hydrogen gas environment, Stainless steel, aluminum alloy

1　緒　　言

本研究の目的は，水素利用機器用材料のフレッティング疲労に及ぼす水素ガス環境の影響を明らかにすることである．水素エネルギーの利用はエネルギー問題，環境問題対策の一つとして期待されている．水素社会の実現には，水素利用機器の安全性確保が非常に重要であり，現在この観点から活発な研究がなされている．水素ガス中では疲労き裂進展速度が大気中に較べて増加する 1）こと，高圧水素ガス環境下で使用される材料への水素吸蔵を模擬した水素チャージ材の疲労試験では疲労強度が顕著に低下する 2）ことなどが報告されており，水素雰囲気中の疲労特性には未だ研究の余地がある．水素ガス環境中のフレッティング疲労については 1956 年にはすでに文献 3)にみられるが，影響の機構解明と水素利用機器に対する材料選定などの観点からさらなる研究が不可欠である．

機械・構造物の疲労破壊は部品同士の接合部，接触部で生じることが多い．そのような場所ではフレッティングをともなうことも多く，機器の強度設計においてフレッティング疲労は充分に検討されるべき問題である．水素利用機器には用途に応じて様々な材料が用いられるため，各種金属材料について研究が必要とされている．本報では，このような研究の一環として行った，それぞれ水素ガス供給配管系と高圧水素タンクなどに使用が想定されるステンレス鋼とアルミニウム合金に関する結果を報告する．

2　実験方法

2.1　供試材

実験にはオーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 溶体化処理材と耐食性アルミニウム合金 A6061-T6 処理材を用いた．Table I に供試材の化学成分，Table II に機械的性質を示す．

2.2　フレッティング疲労試験

フレッティング疲労試験装置を Fig. 1 に示す．装置は 2 個の接触片，疲労試験片，接触面圧を付与する棒状ばねからなる．これらを組立てて疲労試験片に振幅一定の繰返し曲げモーメントを与えると，疲労試験片と接触片の変形の差で接触部にフレッティングが生じる仕組みである．

疲労試験片と接触片の形状・寸法を Fig. 2 に示す．接触片は疲労試験片と同じ材料を用いた．公称接触面圧は SUS 304 では 100 MPa, A6061 では 50 および 100 MPa とした．接触片は，2 カ所の接触部を有するブリッジ型を用いた．接触端部は面取りなしで直角を保つように留意して製作した．接触面は 400 番のエメリー紙により相対すべり方向に研磨した．ステンレス鋼の実験の一部では，フレッティング疲労強度に及ぼす機械加工の影響を調べるために，接触面を相対すべり方向に研削仕上げした試験片も実験に用いた．研磨仕上げ材の相対すべり方向の表面粗さ Rmax は，SUS304 が 1.7 μm, A6061 が 4.5 μm であった．研削仕上げ材の Rmax は 8.0 μm であった．

試験環境は絶対圧力約 0.12 MPa の水素ガス，および，大気である．参考に窒素ガス環境中の実験も行った．水素ガスと窒素ガス環境中の実験において大気の影響を低減させるために，ガス容器の真空引きと窒素ガスの充填を数回繰返してから実験を開始した．詳細は後述するが，上記のような手順を踏んでも水素ガス，窒素ガス環境中のフレッティング疲労試験では微量の酸化摩耗粉が観察されたので，残留大気の影響を明らかにするために，実験の一部では容器内のガス置換に高真空装置を用いた．

接触片の接触端部に小型変位計を取付けて試験片と接触片の相対すべり量を測定した．接触面間に作用する接線力は，接触片の脚間に貼付けたひずみゲージによって測定した．ひずみの値は有限要素法解析により接線力に換算した．相対すべり量と接線力の測定のために，センサを付けていない側の接触片と試験片の間には薄いポリイミド・フィルムを挟み，その部分からのフレッティング疲労破壊を防止した．フレッティング疲労限度は 107 回の非破断をもって定義した．

2.3　フレッティング摩耗試験

水素ガス環境がフレッティングに影響を及ぼす機構を明らかにするために，相対すべり量と接線力係数の制御が可能な装置を用いて，フレッティング摩耗試験を行った．実験方法を Fig. 3 に示す．接触片に微小振幅の強制変位を与え，固定された試験片との間にフレッティングを生じさせた．相対すべり量は接触片と試験片チャックの間に取付けた小型変位計によって測定した．接線力は接触片の腕部に貼付けたひずみゲージによって測定した．ゲージは腕部の表裏に貼付して腕の曲げによるひずみを除去し，すべり方向のひずみだけを測定した．接触片の形状・寸法を Fig. 4 に示す．摩耗試験片は 5×7×29 mm の棒状である．供試材には SUS 304 溶体化処理材を用いた．接触面圧は 25 MPa とした．接触面は 400 番のエメリー紙により相対すべり方向に研磨仕上げした．

3. 実験結果と考察

3.1 S-N 線図

ステンレス鋼のフレッティング疲労強度を Fig. 5 に示す．研削仕上げの試験片のフレッティング疲労限度は，大気中 190 MPa，水素ガス中 172 MPa であり，水素ガス環境中ではフレッティング疲労強度の低下が明確にみられた．研磨仕上げの試験片のフレッティング疲労限度は大気中 162 MPa，水素ガス中 150 MPa であり，同様に低下がみられた．フレッティング疲労強度は研削仕上げの試験片の方が研磨仕上げよりも高く，機械加工の影響がみられた．

Fig. 6 にアルミニウム合金の S-N 線図を示す．アルミニウム合金においても水素ガス環境中ではフレッティング疲労限度は低下した．水素ガス環境中では疲労限度はいずれの接触面圧でも 30 MPa であり，この値は降伏応力の約 1/10 にあたる非常に低い値である．

一般的傾向としてフレッティング疲労限度は接触面圧が増加すると低下し，その後低下の割合が減少しほぼ一定となる 4)．Fig. 6 の二つの図の比較から，フレッティング疲労限度は，大気中では接触面圧の高い方が低い値を示し，水素ガス中ではほぼ同じ値を示した．これにより Fig. 7 に示すように，水素ガス環境にはアルミニウム合金のフレッティング疲労限度に及ぼす接触面圧の影響を鋭敏化する作用があると推定される．

フレッティング疲労限度が大気中に対して水素ガス中で低下する割合は，ステンレス鋼では約 13 %，アルミニウム合金では約 20 - 37 %であった．アルミニウム合金は水素ガス環境の影響をより受けやすいといえる．

SUS 304 と A6061 の接触面圧 50 MPa において，水素ガス環境中のフレッティング疲労限度は窒素ガス環境中に比べて低い．これは水素ガス環境による疲労強度低下の作用があることを示唆している．アルミニウム合金の真空中のフレッティング疲労強度は大気中よりも高い 5)，ステンレス鋼の水素ガス中の疲労き裂発生寿命は大気中よりも長寿命である 1) という，一見して本研究の結果とは逆の効果を示す報告がみられ，水素ガス環境によるフレッティング疲労限度の低下の機構を明らかにするために微小なフレッティング疲労き裂の発生・進展挙動に及ぼす水素ガス環境の影響の解明が必要である．

3.2 接触面の観察

ステンレス鋼において，水素ガス，窒素ガス環境中のフレッティング疲労試験後，環境から取出した直後の接触面は銀色を呈していた．また，両方のガス環境中の実験後に，接触面圧を付与するばねを取外しても接触片と試験片がばらばらにならずに一体化している場合があり，これらは，水素ガス，窒素ガス環境中のフレッティング疲労試験では新生面同士の接触が生じ，凝着が発生していることを示すものと考えられる．大気中の実験では，接触面全体が褐色の摩耗粉に覆われていた．

Fig. 8 はフレッティング摩耗粉をバフ研磨によって除去した後のステンレス鋼の接触面を光学顕微鏡で観察した写真である．水素ガス，窒素ガス環境中では，相対すべりに対して直角方向に長いピットと微小き裂が多数観察された．大気中ではすべり方向に長い楕円状のピットが観察された．したがって，水素ガス中と大気中ではピットの形成機構に違いがあると考えられる．

Fig. 9 にアルミニウム合金の接触面を示す．接触面様相の環境による差異にはステンレス鋼と同様の特徴が観察されたが，あまり明瞭ではない．なお，本研究の実験装置では相対すべり量が応力振幅によって変化するために，相対すべり量はそれぞれの実験で異なる．比較的強度の高いステンレス鋼は相対すべり量は約 2〜7 μm，強度の低いアルミニウム合金では約 1〜3 μm であった．

水素ガス，窒素ガス環境中のフレッティング疲労試験であっても，接触端部に微量の褐色の摩耗粉がみられ，これは試験容器内にわずかに大気が残留している痕跡である．このときは油回転真空ポンプを使用し，置換時の到達真空度は約 0.3 Pa であった．そこで，残留大気の影響を明らかにするために，高真空装置を用いたガス置換を行い，フレッティング疲労試験を行った結果を Fig. 10 に示す．高真空装置を用いた場合には，褐色の摩耗粉はまったくみられなかった．S-N 線図上では高真空装置を用いない場合と差異はみられず，微量な残留大気がフレッティング疲労強度に及ぼす影響はほとんどないと考えられる．このときは油拡散真空ポンプを使用し，到達真空度は約 1×10-3 Pa であった．

3.3　接線力係数

接線力を接触荷重で除した値を接線力係数として，応力振幅との関係を Fig. 11 に示す．水素ガス，窒素ガス環境中の接線力係数は大気中よりも高い値を示した．測定値を直線近似し，疲労限度の応力振幅に対応する接線力係数の値を比較すると，3 つの環境でほぼ同じ値を示した．したがって，フレッティング疲労限度が環境によって異なる力学的要因としては，接触面に作用する接線力が環境によって異なることが考えられる．

水素ガス，窒素ガス環境中において大気中よりも高い接線力係数が測定された原因を明らかにするために，フレッティング摩耗試験を行った．Fig. 12 に摩耗試験中に環境を窒素ガスから大気に切替えたときの接線力係数の変化を示す．接線力係数は，最初の窒素ガス中では比較的高い値を示したが，環境を大気に変化させるとある程度の遷移期間をおいて急激に減少した．接触面の観察結果も合わせて考えると，環境によって接線力係数が異なる原因は，水素ガス，窒素ガス環境中における新生面同士の接触は接線力を増加させ，大気中で生

成される酸化摩耗粉は接線力を低下させるためと推定される．Fig. 11 では，水素ガス環境中の接線力係数が窒素ガス環境中よりも高い傾向が見られるが，理由は明らかでなく水素ガス中フレッティング疲労強度が低下する原因の究明のために今後さらに研究が必要である．

3.4　水素吸蔵の影響

水素ガス環境中のフレッティング摩耗試験直後に，接触片から切出した接触部を試料として，昇温脱離式水素分析装置による水素分析を行った．分析は接触片に摩耗粉が付着したままの状態で行った．供試材にはステンレス鋼を用いた．結果を Fig. 13 に示す．比較試験片としてフレッティングを与えていない試験片の測定結果によると，溶体化処理のステンレス鋼にはもともと水素が吸蔵されている．水素中でフレッティングを与えた試験片では，比較試験片にはみられなかった水素検出のピークが 200～300℃の間にみられ，フレッティングを与えている間に材料に水素吸蔵が生じた可能性がある．試験片を水素ガス中に暴露しただけでは，材料中の水素量に変化はみられないことが示されており 6)，フレッティングによる新生面の生成と関連がある現象と考えられる．

高強度鋼の場合，吸蔵水素は微小き裂の進展下限界条件ΔKth を低下させ，さらに，微小き裂の進展速度を 2～3 倍に増加させる作用がある 7)ことが報告されている．また，吸蔵水素はステンレス鋼に対しても疲労強度の低下を引起こす 8)ことが報告されている．よって，S-N 線図上で水素ガス環境中のフレッティング疲労強度が窒素ガス環境中よりもさらに低いことは，フレッティングが表層で生じる現象であることも考慮に入れると，Fig. 13 に示されたような水素吸蔵と関連があるものと推察される．

以上のように，水素ガス環境中のフレッティング疲労強度低下に対して接線力係数が変化することのような力学的因子だけではなく，水素吸蔵による材料特性の変化も影響を及ぼしている可能性が示されたので，あらかじめ水素チャージした試験片を用いてフレッティング疲労試験を行い，水素吸蔵がフレッティング疲労強度に与える影響を検討した．

疲労試験片に水素をプレチャージする方法は，Fig. 14 に示すカソードチャージ法を用いた．カソードチャージは分極用電解質溶液に pH = 2.0 の希硫酸を用い，試験片を陰極，白金板を陽極としてガルバノスタットにより一定電流を与えて試験片を陰分極させて行った．電流密度は約 50 A/m2，チャージ時間は 96 h とした．チャージされた水素は時間の経過とともに材料から放出される．別の実験で調べた水素チャージしたステンレス鋼を大気中に放置したときの材料水素濃度と経過時間の関係 8)を参考にして，本実験の条件でチャージした場合にはチャージ終了から 12 時間程度はチャージされた水素が試験片中に残存すると推定されたために，疲労試験が数時間以内で終了するような，破断寿命の短い比較的高応力振幅で実験を行った．環境は水素ガス環境とした．

Fig. 15 に実験結果を示す．水素チャージされた試験片の破断寿命は未チャージの試験片と較べて顕著に短くなっており，水素吸蔵はフレッティング疲労強度を低下させることが明らかとなった．Fig. 16 に接触面の様相を示す．水素チャージされた試験片では，未チャー

ジの試験片と較べてピットと微小き裂の生成がさらに促進されているようにみえる．

4. 結　　言

ステンレス鋼 SUS 304 溶体化処理材とアルミニウム合金 A6061-T6 処理材を用いて，水素ガス環境中でフレッティング疲労試験を行った．また，水素ガス環境の作用機構解明のために，フレッティング摩耗試験を行った．結果を要約して以下に示す．

(1) 両方の材料で水素ガス中のフレッティング疲労強度は，大気中より低下した．低下の割合はアルミニウム合金の方が顕著であった．

(2) 水素ガス中では大気中の値より高い接線力係数を示した．接線力係数について，それぞれの環境の疲労限度に対応する値はほぼ等しく，環境間のフレッティング疲労強度の差を説明する力学的要因と考えられる．

(3) ピットと微小き裂は環境によって顕著に異なる様相を呈した．

(4) 水素ガス中でフレッティング摩耗試験を行った接触片に水素吸蔵を示す分析結果が得られ，フレッティングにより水素吸蔵が生じている可能性がある．

(5) 水素吸蔵はフレッティング疲労強度を低下させる作用がある．

参考文献

(1) T. Yoshimura, Y. Matsuyama, Y. Oda, T. Yoshimura and H. Noguchi, Proc. of ICM9, Distributed by CD-ROM (2003).

(2) 村上敬宜，長田淳治，機論 A, 70-696, 1093 (2004).

(3) I. A. Oding and V. S. Ivznova, Conf Inst Mech Engrs, 408 (1956).

(4) 西岡邦夫，平川賢爾，機論（第 1 部），37-298, 1051 (1971).

(5) T. Nishida, Y. Mutoh, Y. Watanabe and J. Mizutani, Pre-print of 4th Int. Symp on Fretting Fatigue, 2.2.2, (2004).

(6) M. Kubota, N. Noyama, C. Sakae and Y. Kondo, Pre-print of 4th Int. Symp on Fretting Fatigue, 2.2.5 (2004).

(7) 柳原一智，大柳聡，久保田祐信，栄中，近藤良之，第 27 回疲労シンポジウム講演論文集，日本材料学会, 117 (2004).

(8) 大熊克紀，久保田祐信，栄中，近藤良之，日本機械学会九州学生会第 36 回学生員卒研発表会，印刷中.

謝　　辞

本研究は，NEDO の水素利用等基盤技術開発・水素に関する共通基盤技術開発・水素用材料基礎物性の研究および文部科学省科研費特別推進研究による助成で行われた．

Table I. Chemical compositions (wt%).

Material	C		Si	Mn	P	S	Ni	Cr
SUS 304	0.06		0.51	0.92	0.033	0.004	8.08	18.8

Material	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ti
A6061	0.93	0.64	0.17	0.27	0.00	0.11	0.00	0.01

Table II. Mechanical properties of materials.

Material	Condition	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	δ (%)	HV
SUS 304	Solution heat-treated	285	637	60	199
A6061	T6 heat-treated	298	317	22	108

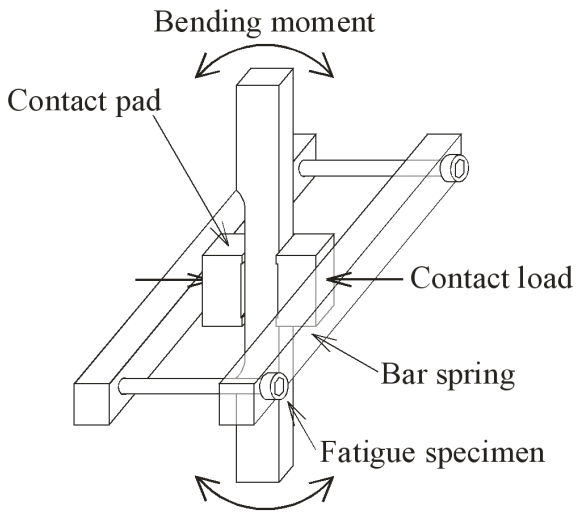
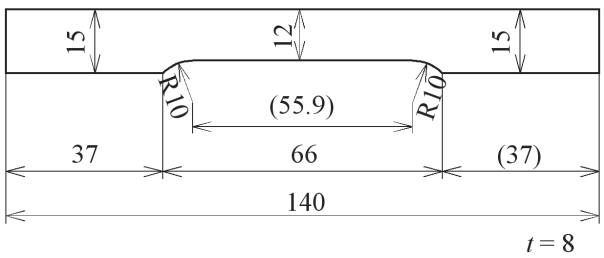
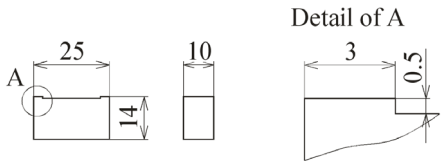


Fig. 1. Fretting fatigue test apparatus.



(a) Fatigue specimen



(b) Contact pad

Fig. 2. Fretting fatigue specimen (Dimensions are in mm).

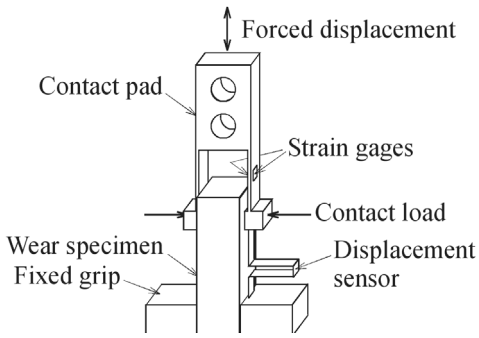


Fig. 3. Fretting wear test method.

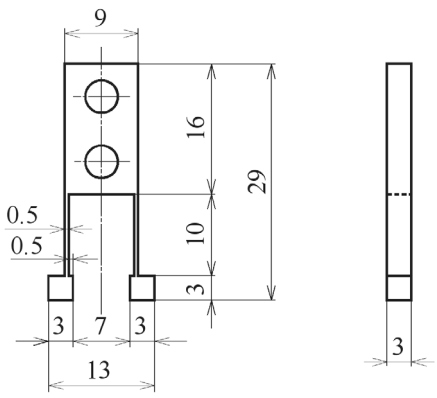


Fig. 4. Contact pad for fretting wear test (Dimensions are in mm).

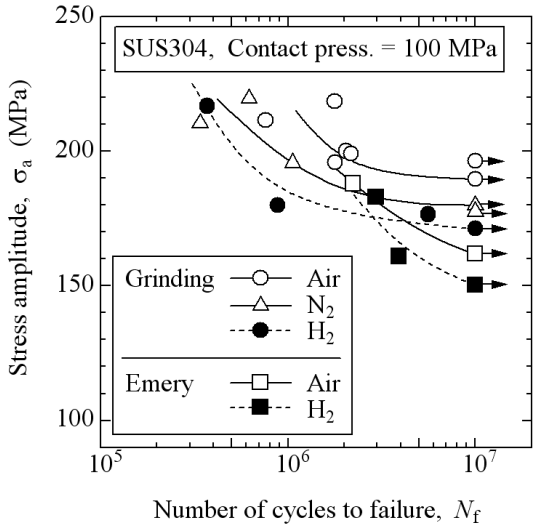
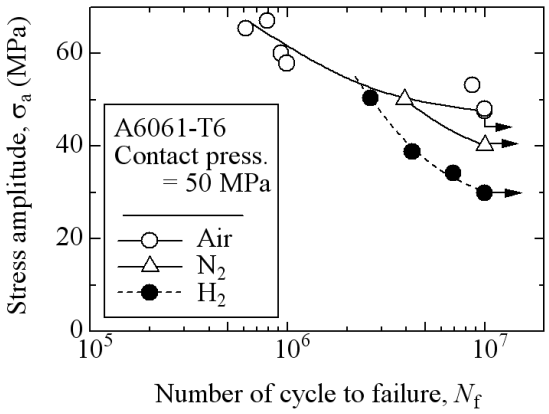
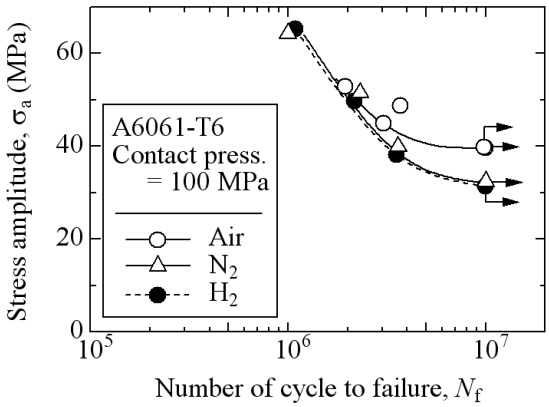


Fig. 5. S-N curves of stainless steel.



(a) Contact pressure = 50 MPa



(b) Contact pressure = 100 MPa

Fig. 6. S-N curves of aluminum alloy.

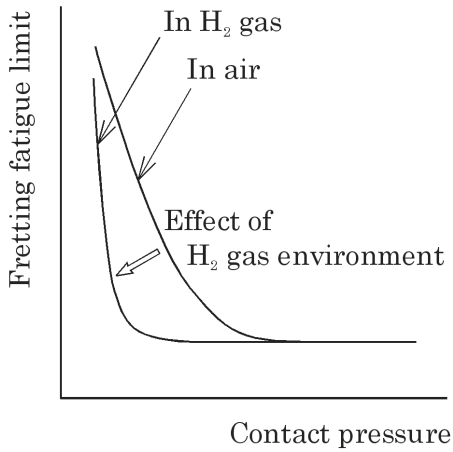
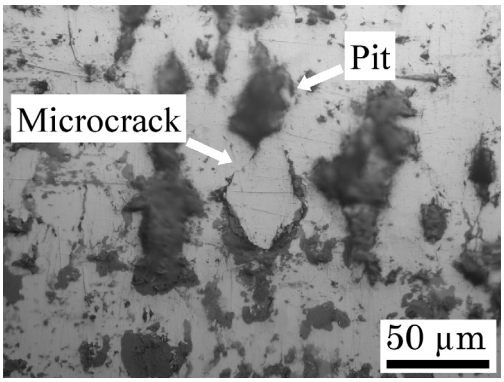
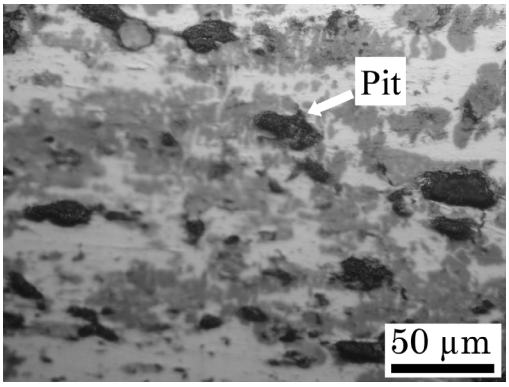


Fig. 7. Effect of hydrogen on the relationship between fretting fatigue limit and contact pressure.

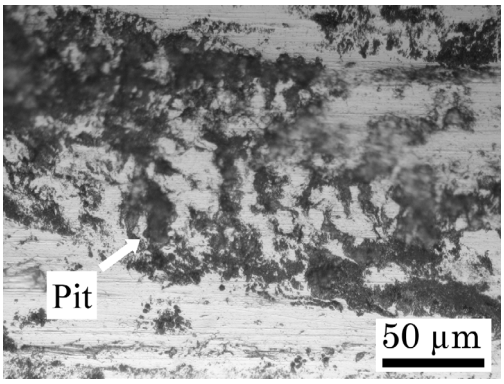


(a) In hydrogen gas (σ_a = 183 MPa, $N_f = 2.96 \times 10^6$)

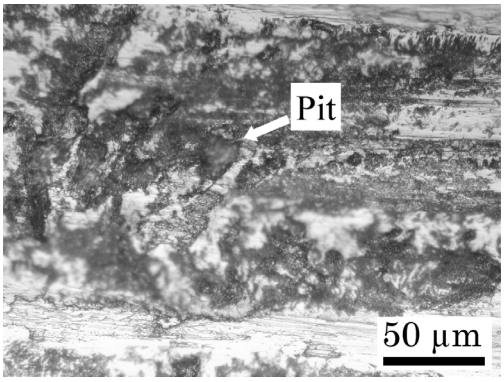


(b) In air (σ_a = 188 MPa, $N_f = 2.23 \times 10^6$)

Fig. 8. Fretted surface of SUS 304 observed after removal of fretting wear product (Polished specimen).



(a) In hydrogen gas (σ_a = 50 MPa, $N_f = 2.64 \times 10^6$)



(b) In air (σ_a = 53 MPa, $N_f = 8.68 \times 10^6$)

Fig. 9. Fretted surface of A6061 observed after removal of fretting wear product.

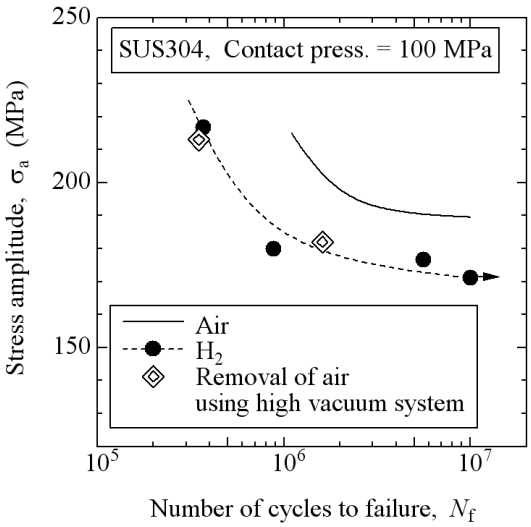
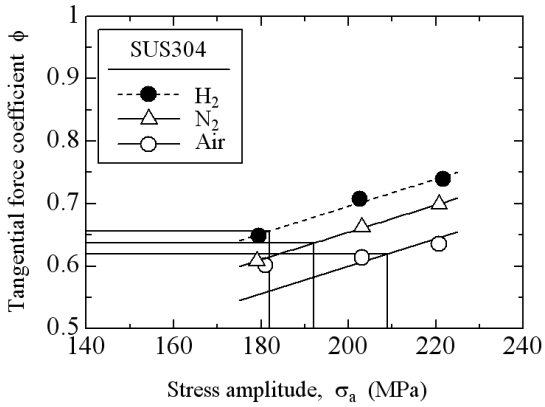
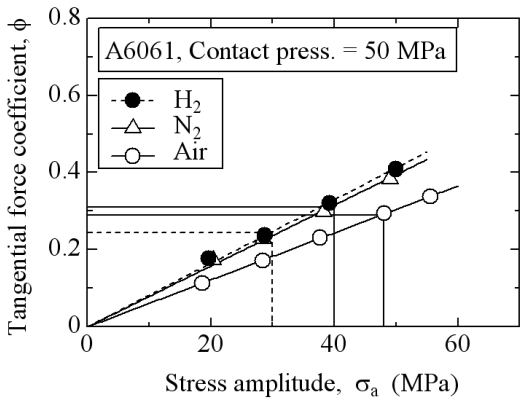


Fig. 10. Effect of residual air on fretting fatigue strength of the stainless steel.



(a) SUS 304 (Ground specimen)



(b) A6061 (Contact pressure = 50 MPa)

Fig. 11. Tangential force coefficient.

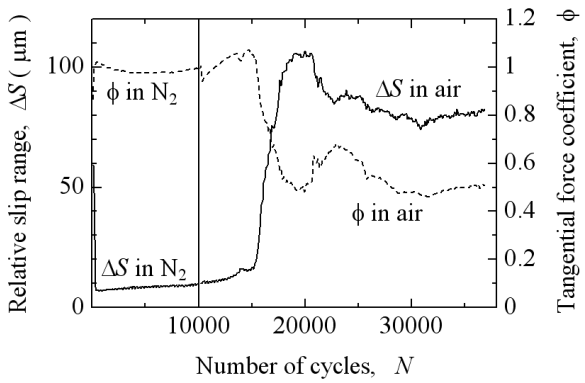


Fig. 12. Change of tangential force coefficient with the change of test environment.

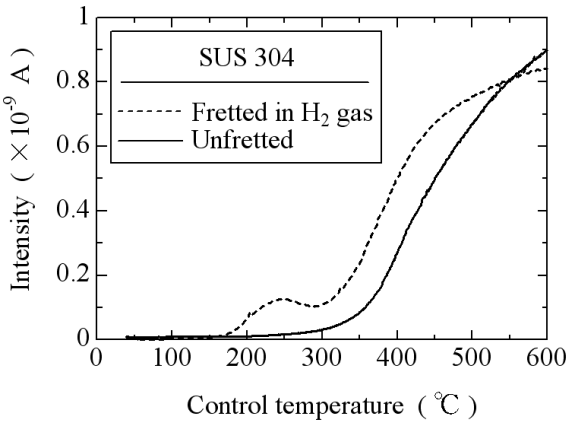


Fig. 13. Hydrogen desorption profile after fretting wear test in hydrogen gas environment.

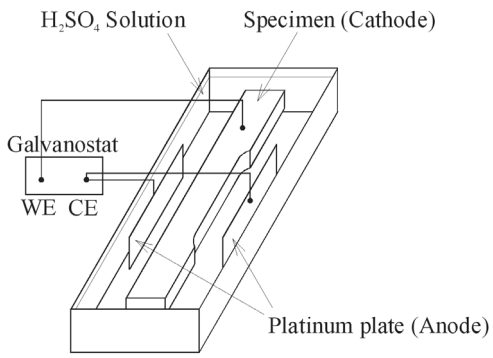


Fig. 14. Hydrogen charge method.

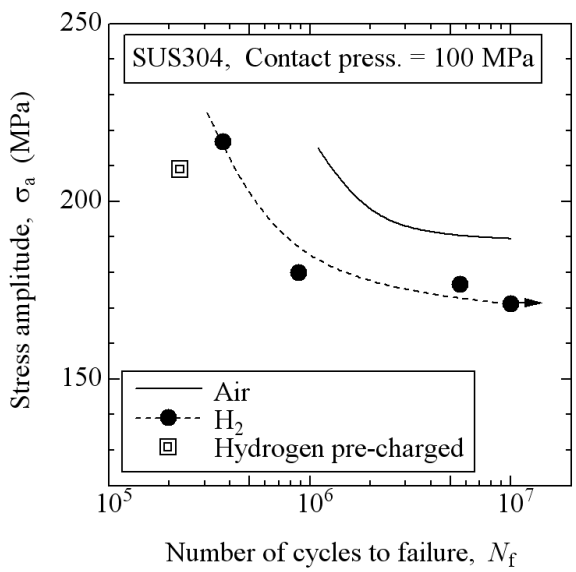


Fig. 15. Effect of hydrogen pre-charge on fretting fatigue strength of the stainless steel.

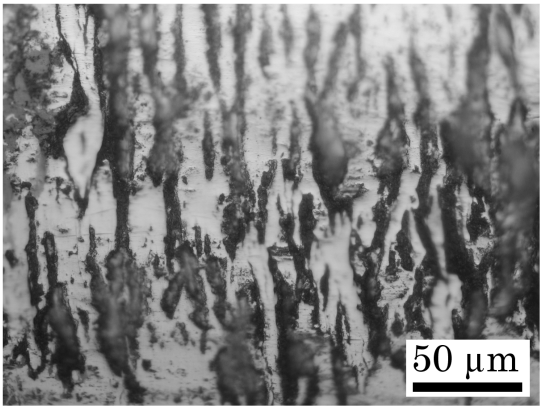


Fig. 16. Fretted surface of hydrogen pre-charged SUS 304 (Ground specimen, $\sigma_a = 209$ MPa, $N_f = 2.27 \times 10^5$).