

# シャルピー衝撃試験評価による焼結材の品質判定 ソフトウェアの開発

鎌腰雄一郎・石黒 聡\*

The development of a quality assesment software of sintered steels by the evaluation with the instrumented Charpy impact bend tester.

Yuichiro KAMAKOSHI, Satoshi ISHIGURO

粉末冶金製品の製造現場では、時折焼結不足による品質トラブルが起きている。焼結材の機械的特性を決定するのは、密度・焼成温度・焼成時間の組合せである。鉄系焼結材において、これら要素による品質への影響を機械強度や金属組織観察から判断するのは比較的難しいが、靱性評価で焼結材の品質を判定することが有効であると考えられる。

本研究では、計装化シャルピー衝撃試験機を用いて、衝撃波形を解析することで靱性の評価判定パラメータを見だし、それらを用いて Windows 対応品質判定ソフトウェアを開発した。

キーワード：計装化シャルピー衝撃試験、靱性、焼結、鉄鋼

Troubles by the shortage of sintering have been occurred at manufacturing scenes of powder metallurgy items at times. Determining factors of mechanical properties of the sintered steels were combinations of a density, a temperature and a time. It is difficult to confirm effects of the three factors by the mechanical strength and the microstructure observation. However, it can be considered that the assessment of toughness was very valid for the evaluation of the superior quality of sintered steels.

In this study, the assessment parameters were revealed by the analysis of the impact waveform with instrumented Charpy impact bend tester, and the quality assesment software for Microsoft Windows series was finally developed by use of the parameters.

Key words : instrumented Charpy impact bend tester, toughness, sinter, steel

## 1 はじめに

焼結機械部品の品質管理基準の現状として、製造現場では重量管理又は高さ管理となっていることや、製品の高さから素材密度は自然と決まるという見方で密度が管理対象外となっていることが多い。また、完成品検査は表面硬さや寸法精度の確認であることが多く、破壊検査や気孔形状、気孔分布、金属組織等の調査は、現場では非現実的である。すなわち、品質管理上の問題点はその管理基準が適正か論じられることがなかったことである。先に述べたような

表面硬さと寸法の管理では、内部の焼結状態の評価ができていない。そのため、焼結不足による品質トラブル（輸送や組付け時の欠損、製品の強度ばらつき）が起きていると考えられる。よって具体的問題点は、①製造コストを抑えつつ、寸法精度確保を容易に実現するため、最低限の条件（低温・短時間焼結）としている、②効率優先で、技能承継や人材育成問題等から伝統的な条件の継続利用に留まる場合もあり、最適焼結条件については曖昧となってきていることである。しかし中小企業では、柔軟な最適焼結条件を提案することも難しく、品質

トラブルへの対応による費用、時間及び労力などの浪費が発生しているとみられる。焼結材の機械的特性を決定するのは、主に密度、焼成温度、焼成時間の組合せと考えられる。従来のシャルピー衝撃試験からわかるのは、全吸収エネルギーのみのため、素材の表面性状、密度及び金属組織等による靱性への影響を詳細に確認することが困難であった。

計装化シャルピー衝撃試験は、一般焼結材でも高密度焼結鍛造材でも、密度、金属組織、気孔形状などの影響による素材の靱性の変化を詳細かつ明確に捉えることが可能であることが、これまでの研究<sup>1)~3)</sup>でわかっている。よって本研究では、密度、焼成温度、焼成時間の影響を容易にシャルピー衝撃試験で判断できる基礎データの整備及び解析から得られた判断手法を用いた品質判定プログラムを作成した。

## 2 実験方法

### 2.1 原料粉及び試験片作製

Moによる焼結促進効果<sup>4)</sup>が期待される焼結鉄粉として、Mo系部分拡散合金粉を用いた。粒径分布として主に45 μm以下と75~150 μmの範囲に粒子が多く存在する粉である。その組成を表1に示し、原料粉の電子顕微鏡像を図1に示す。ここでGrは添加黒鉛(Graphite)を意味する。

表1 原料粉の組成

C	Si	Mn	P	S	Mo	O	Gr
0.02	0.01	0.15	0.09	0.006	0.99	0.115	0.35

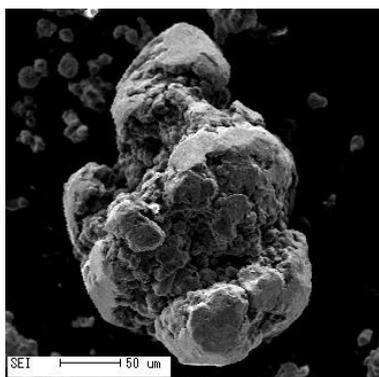
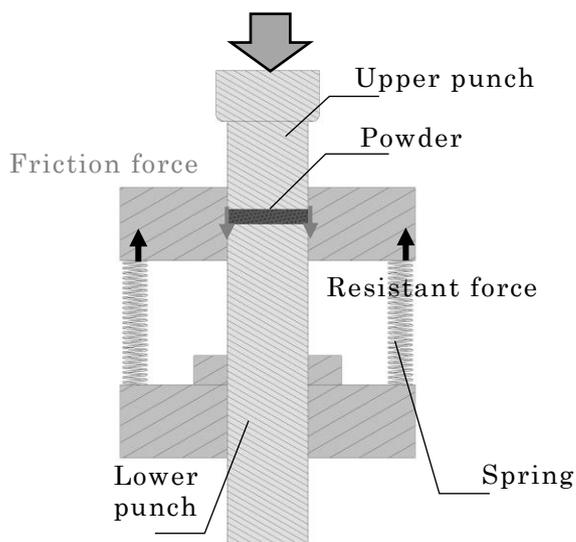


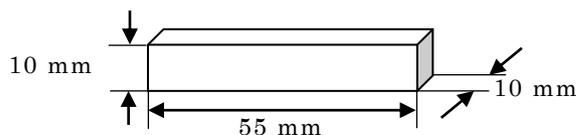
図1 原料粉の電子顕微鏡像

図2にフローティングダイ法による圧粉体成形の概要を示す。図より、上パンチ圧下時に潰れる圧粉体はダイ側面に押しつけられ、その摩擦力により共に下降するが、定数設定したバネの反力を受けて下降量の調節がなされ、意図した両押し状態になる。

よって、上下面が密で中央に粗の部分すなわちニュートラルゾーンがつかれ、密度バランスの良い圧粉体となる。本研究では、最終形状をノッチなしシャルピー衝撃試験片となるよう、鉄粉重量を47.1±0.2 gとし、寸法が幅10 mm×長さ55 mmで、高さを10 mm前後とした。成形圧を370~980 MPaとすることで、圧粉体密度( $\rho_c$ )を6.8~7.4 Mg/m<sup>3</sup>とした。焼結は、真空度30 Pa以下の真空炉を用い、焼結温度800~1120°C、保持時間20~180 minで焼結を行い、炉内で冷却速度約1°C/minにて自然冷却した。これら焼結条件で、圧粉体密度( $\rho_c$ )と焼結体密度に差異がないことを確認し、焼結体密度( $\rho_{PS}$ )が6.8~7.4 Mg/m<sup>3</sup>の衝撃試験片とした。



(a) フローティングダイ法



(b) 衝撃試験片(ノッチなし)

図2 フローティングダイ法による圧粉体成形及び衝撃試験片の外観

## 2. 2 使用機器及び実験方法

本研究では、図3に示す東京衝機試験機製 300J 型計装化シャルピー衝撃試験機 CIEM-300D を用いた。これにより、密度及び焼結条件の異なる焼結試験片の衝撃波形を取得し、その特性を把握した。靱性に優れた焼結材の判断指標として、①衝撃ピーク荷重、②衝撃作用時間、③破壊段階ごと衝撃吸収エネルギー、について有効な密度及び焼結条件を特定した。なお密度は水浸法(アルキメデス法)で測定した平均密度とした。最後に測定データから適正焼結条件の判断基準を採用した Windows10 対応品質判定ソフトウェアを作成し、動作検証した。



図3 計装化シャルピー衝撃試験機  
(井上熱処理工業(株) 提供)

## 3 実験結果及び考察

### 3. 1 衝撃波形の解釈

図4に本研究で用いた Mo 系部分拡散合金粉の焼結材の衝撃波形として、典型的な形状を示す。一般的な衝撃値( $E_1+E_2+E_3$ )は、x 軸の変位と y 軸の衝撃荷重の全積分値として計測される。波形の特徴をみると、まず衝撃荷重には初期の立ち上がりで2つのピークが存在することがわかる。本研究では、 $E_1$  及び  $E_2$  は焼結条件によって有意に変動するため、JIS<sup>5)</sup>に示されているような平滑化してよいデータと考えず、坂の上らの解釈<sup>6)</sup>を参考に衝撃荷重曲線を三分割し考察した。

衝撃波形における各過程①～⑥についての解釈を述べる。第一ピーク(1st peak)に至る前半の領域①を表層域多孔質体の弾性変形域での吸収エネルギー、1st peak か

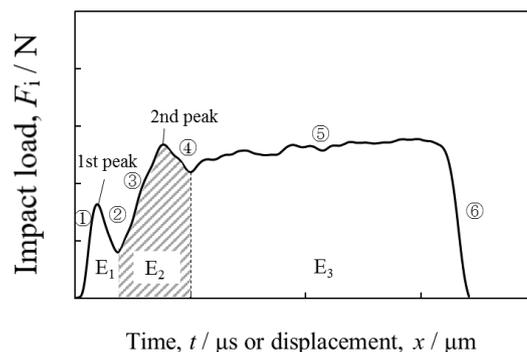


図4 シャルピー衝撃波形例

ら後半の領域②の衝撃荷重下降現象は表層域の気孔潰れ、すなわち塑性変形による衝撃荷重の緩和を意味すると考え、この表層域の吸収エネルギーを  $E_1$  (Elastic-plastic deformation area of the surface layer) と考えた。その後、塑性変形による表層域の高密度化が進みながら、領域③の素材全体として弾性変形状態となることで衝撃荷重が上昇する。そして、第二ピーク(2nd peak)である素材全体としての弾性限界から、領域④の擬似降伏域に入り、不連続的な塑性変形を生じ荷重が低下する範囲の吸収エネルギーを  $E_2$  (Elastic and yield deformation area of the whole material) と考えた。以降の残部として、領域⑤における素材全体の連続的な塑性変形から、領域⑥までのき裂発生及び成長過程の吸収エネルギー  $E_3$  (Plastic deformation and cracking area of the whole material) とした。

### 3. 2 衝撃試験結果

#### (1) 密度 6.8 ~ 7.4 Mg/m<sup>3</sup> 試験片

図5～図8に焼結時間を 60 min に固定し、焼結温度を変えた場合のシャルピー衝撃波形を示す。ここで各波形に対応する衝撃値も追記した。図から、殆どが衝撃荷重の第一ピーク及び第二ピークが上方向に成長し、およそ 1000℃で両ピークが飽和した後、衝撃作用時間の方向に成長していることがわかる。よって、焼結材として十分な靱性を得るには、まず第一ピーク( $E_1$  域)及び第二ピーク( $E_2$  域)が飽和することが第一条件で、その後、裾野( $E_3$  域)を時間方向にどれだけ成長さ

せるかコントロールすることによって、  
 所望の靱性を適切に確保できる。

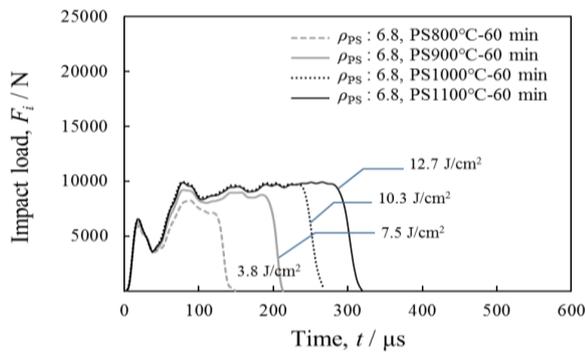


図 5 密度 6.8 Mg/m<sup>3</sup> 焼結材の波形

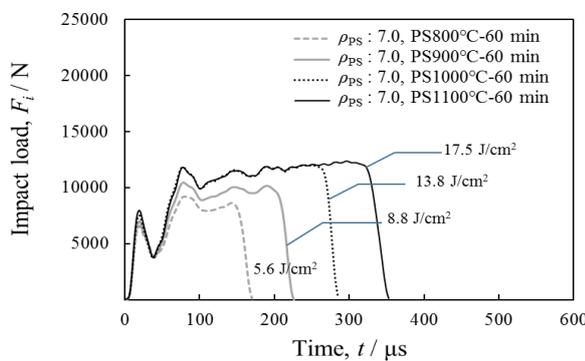


図 6 密度 7.0 Mg/m<sup>3</sup> 焼結材の波形

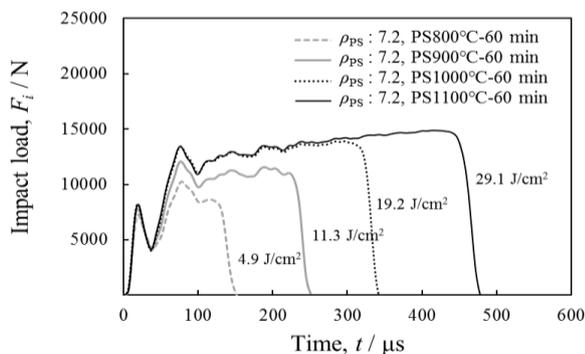


図 7 密度 7.2 Mg/m<sup>3</sup> 焼結材の波形

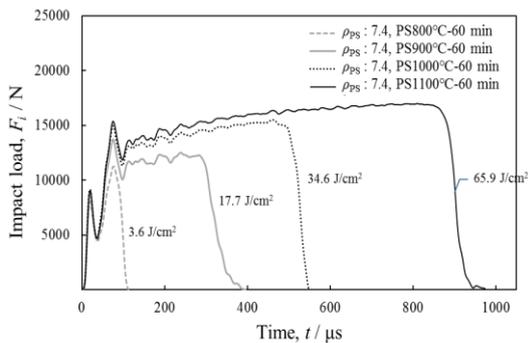


図 8 密度 7.4 Mg/m<sup>3</sup> 焼結材の波形

(2) 密度及び温度固定試験片

図 9 に、密度( $\rho_{ps}$ )7.4 Mg/m<sup>3</sup>、焼結温度を 1100°C に固定し、焼結時間を 20~180 min まで変えた場合のシャルピー衝撃波形を示す。図から、焼結時間を増加させても衝撃値(面積)があまり増加しなくなるのがわかる。よって、本研究で用いた素材の場合、製造上実用的な焼結時間は 90 min 程度とみられる。

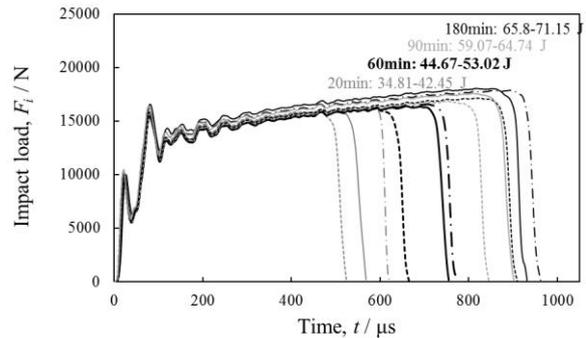


図 9 密度 7.4 Mg/m<sup>3</sup>、1100°C 材の波形

3. 3 品質判定プログラム

量産製品の高い品質を保つため、量産ラインの最も焼結の遅い部位に試験片を設置し抜き取り試験を行い、衝撃波形及び衝撃値で品質管理することを想定した。

前節の基礎データ等を解析した結果、品質判定における優れた衝撃波形とは、  
 ① 吸収エネルギー  $E_1$ ,  $E_2$  が限界値に到達  
 ② 吸収エネルギー  $E_3$  が大きい  
 ③ 衝撃荷重  $F_x < F_y$  となっている  
 であることがわかった。各記号は図 10 に示すとおりである。

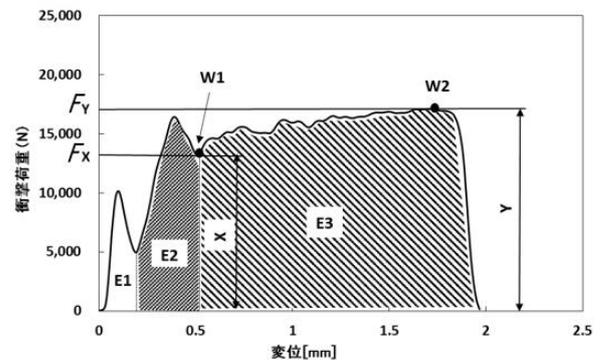


図 10 判定プログラム用波形パラメータ

上述の条件①～③を満たす、波形の合否判定ソフトウェアの構成を表2に示し、実行画面を図11に示す。試験機から試験ごとに生成されるCSVファイルのデータを管理し、高速にデータの抽出、演算ができるようにオープンソースのデータベース「SQLite」を組み込んでいる。図のように、試験機から生成された複数のCSVファイルを予めデータベースに保存しておき、選択した良品の衝撃波形と評価対象の衝撃波形とのずれを判定してOK又はNGを表示するソフトウェアになっている。本ソフトウェアは将来生産ラインにおけるリアルタイム管理による不良品ロットの再焼結の自動化につなげることで、品質トラブルや製品ロスをなくしていくことが可能と考える。また、本プログラムに含まれる判定基準及び品質管理手法は、金属粉末冶金製品の製造方法（特願2018-215407）として特許出願済みである。

表2 ソフトウェアの構成

開発言語	Visual C#
データベース	SQLite
ライブラリ	LINQtoCSV WindowsAPICodePack



図11 焼結材品質判定ソフトウェア

#### 4 まとめ

Fe-Mo系部分拡散合金粉を用い、焼結材の衝撃波形データを収集し、素材に合った判定基準に基づく品質判定ソフトウェアを開発した。今後はインターフェースの改

良、メーカー及びユーザーの意見収集により、本プログラムの完成度を上げていきたい。さらに他の焼結材の衝撃波形データベースの充実及び企業での動作検証実験等を通じて、粉末冶金業界の品質管理手法標準化、製品の品質向上及び廃棄製品減少による省資源化などに貢献したい。

#### 文献

- 1) Y. Kamakoshi, I. Shohji, Y. Inoue, S. Fukuda: Improvement of mechanical strength of sintered Mo alloyed steel by optimization of sintering and cold forging processes with densification, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 257 (2017) 012011.
- 2) 鎌腰雄一郎, 荘司郁夫, 井上紀子, 福田俊二: Mo系低合金焼結鋼の靱性及び疲労強度向上のための焼結冷間鍛造工法と浸炭熱処理条件の最適化, スマートプロセス学会誌, Vol. 7 (2018) pp. 251-259.
- 3) 鎌腰雄一郎: Mo系焼結鋼の冷間鍛造及び熱処理による機械的特性向上に関する研究, 群馬大学博士学位論文, (2019)
- 4) 黒木 英憲, 徳永 洋一: 焼結鉄の靱性に及ぼす Mo と Ni の影響, 粉体及び粉末冶金, Vol. 20 (1973) pp. 43-48.
- 5) 日本工業規格: 金属用シャルピー振り子式衝撃試験—計装化装置, JIS B 775 5, (2011).
- 6) 坂之上悦典, 服部悟, 三田好明: Management & Technology for Creative Kyoto 2012 研究報告, 京都府中小企業技術センター, (2012) p. 17.