結晶方位制御による高品質プレス加工技術の開発

岡山大学　学術研究院環境生命自然科学学域（工）
教授　岡安　光博
（2022 年度 一般研究開発助成 AF-2022026-B3）

キーワード：マグネシウム合金，曲げ加工，組織制御

１．研究の目的と背景

近年，環境問題への関心の高まりを背景に，環境負荷低減の観点から機械の軽量化およびリサイクル性の向上が強く求められている．マグネシウム合金は資源が豊富であり，かつリサイクル性にも優れることから，CFRP と並ぶ次世代構造材料として注目されている．さらに，実用金属中で最も低密度でありながらアルミニウム合金と同程度の強度を有し，振動吸収性や電磁シールド性にも優れるため，自動車部品や家電製品筐体などへの適用が拡大している．しかしながら，その利用は主として鋳造用合金に限られており，展伸材としての適用は依然として限定的である．これは，マグネシウム合金展伸材が冷間において極めて低い塑性加工性を示すことに起因する．

マグネシウムおよびその合金は六方最密構造(HCP)を有し，主なすべり系として底面すべり，柱面すべり，および 2 種類の錐面すべりが存在する．底面すべりの臨界分解せん断応力(CRSS)は温度に依存せず低い値を示す一方で，非底面すべりの CRSS は室温では非常に高い．しかし，約 250℃以上に加熱することで非底面すべりの CRSS は底面すべりと同程度まで低下し，結晶方位に起因する異方性が緩和される結果，高い延性が得られる．このため，マグネシウム合金のプレス曲げ加工においては，板材を 200～300℃に加熱した温間加工が実用化されている．一方で，この手法は装置の複雑化や生産効率の低下を招くため，冷間曲げ成形性の向上が強く求められている．

近年では，さまざまな手法により組織制御したマグネシウム合金を用いた冷間曲げ成形性の改善が試みられている．本研究では AZ31 合金板材を対象とし，各種温度に加熱したサンプルおよび予ひずみを付与したサンプルに各種温度で焼きなまし処理を施し，冷間曲げ成形性を評価した．

２．実験方法

2・1　供試材および試験サンプル

本研究では，日本金属株式会社製，厚さ 1mm の AZ31 合金板を供試材とした．まず，曲げ加工特性を調査するにあたり熱間による曲げ塑性加工特性について調査した．このプロセスでは，電気炉にて試験サンプルを 100℃～400℃まで加熱し，目標温度まで加熱した後，10 分間その温度で保持し，電気炉から取り出し，サンプル温度が低下しないよう，すぐに試験サンプルを 60t クランクプレス機を用いて U 字形状に熱間曲げ加工(HB)を行った．

また，材料組織を制御するために AZ31 板材に島津製作所製オートグラフを用いて 5%または 10%の引張による予ひずみを加え，その後，電気炉にて，200℃～450℃で 30 分間加熱保持した後，炉冷処理を行った．炉冷処理後，上記と同様に U 字形状に曲げ加工を施した．

2・2　曲げ加工試験

金型は SKD11 を使用し，金型コーナーの角度 35°，コーナーの半径を 10mm とした．またプレス曲げ加工速度は 50spm とし，無潤滑で曲げ加工を行った．曲げ加工後の試験片の開き角度（スプリングバック量）を測定し，加工特性について評価した．

３．実験結果・考察（圧延板）

3・1　スプリングバック量

図 1 に温間プレス曲げ加工したサンプルのプリングバックの測定結果を示す．なお，25℃は加熱を行わず室温で曲げ加工したサンプルである．室温でのスプリングバックは 37°程度であったが，加熱温度の上昇にともないスプリングバックは減少し，400℃加熱ではスプリングバックを 5°程度まで抑えている．これはすべり系の温度依存性が原因であり，温度上昇にともない非底面すべりが活動したためと考えられる．一方，加熱温度 100℃で曲げ加工したサンプルのスプリングバックは室温とほぼ同程度であった．これより 100℃の加熱では非底面すべりの活動は弱いと考えられる．図 2 に室温，200℃，400℃で曲げ加工したサンプルの外観写真を示す．

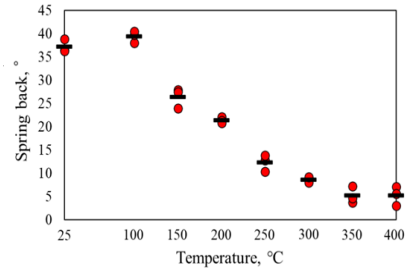


図 1　Relationship between springback and bending temperature.

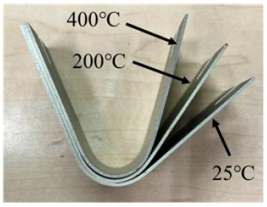


図 2　Photographs of samples after bending process at room temperature, 200°C, and 400°C.

3・2　組織観察

図 3 に曲げ加工後のサンプルを ND 方向から観察した時の IPF map を示す．すべてのサンプルにおいて，結晶方位がそろっており，強い底面集合組織が形成されていることが分かる．また，曲げ加工温度の上昇にともない結晶粒径が徐々に増大している．図 4 に IPF map から求めた平均結晶粒径と曲げ加工温度の関係を示す．結晶粒径は 250℃付近から増加し始め，400℃では RT の約 1.7 倍と結晶が粗大化している．また図 5 に RD 方向から観察した時の EBSD 解析の結果を示す．RT や 100℃～250℃の低温で曲げ加工を施したサンプルでは，圧縮応力のかかる中立軸よりも上側の領域において，双晶変形を伴う基底面(0001)への格子回転が確認できる．しかし，300℃以上の温度で曲げ加工したサンプルでは，格子回転は強く起こっていない．これは，高温に加熱したことにより，非底面すべりおよび粒界すべりが起こったことが原因と考えられる．

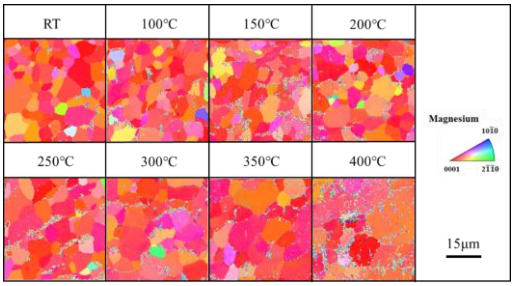


図 3　IPF maps of the bending samples conducted at different temperature.

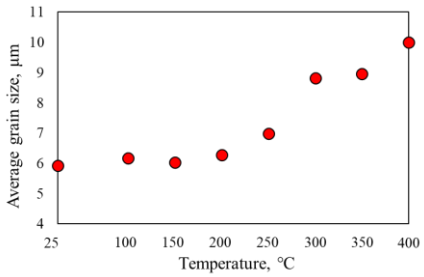


図 4　Average grain size for the bending samples conducted at different temperature.

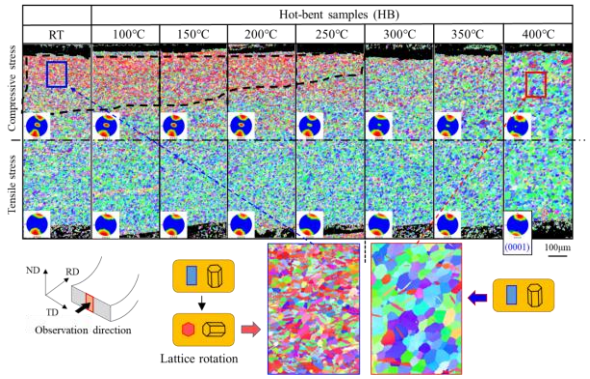


図 5　EBSD results of the bending samples conducted at different temperatures.

3・3　引張試験

図 6 に各サンプルの応力ひずみ線図を示す．また，図 7 (a) (b)に引張強さおよび破断伸びの結果を示す．なお本実験では，図に示すひずみの少ない side 材とひずみの強い top 材の 2 種類を用いた．図より，350℃，400℃以外では side 材よりも top 材のサンプルの方が引張強さは高い傾向を示しており，強い塑性変形による加工硬化が関係していると考えられる．一方で，side 材および top 材は，ともに曲げ加工温度の上昇にともない引張強さが低下している．これは，図 3 および 4 に示す，粗大化した結晶粒による材料の軟化が影響していると考えられる．一方，図 7 (b)より，両材料ともに加熱温度の上昇に伴い，スプリングバックは低下したが，加熱冷却後は延性が低下を示している．

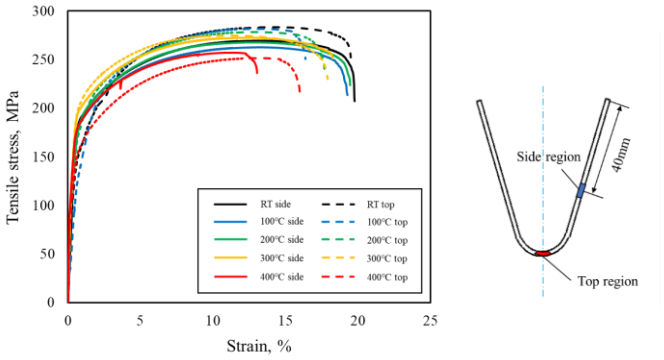


図 6　Stress-strain curves of the bending samples conducted at different temperatures.

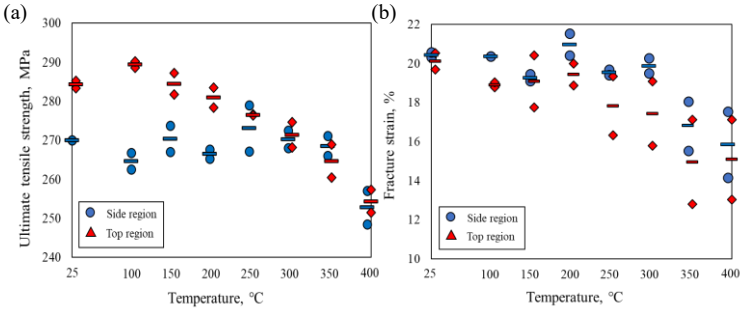


図 7(a)(b)　Variations of the ultimate tensile strength and fracture strain as a function of the bending temperatures obtained from the results of Figure 6.

4．実験結果・考察（予ひずみ・圧延板）

4・1　余ひずみ・焼きなましサンプルの組織観察

図 8 に予ひずみおよび焼きなまし後の RD-TD 面の逆極点図および極点図を示す．なお，0%材は予ひずみを負荷せず，焼きなまし処理のみを行ったサンプルである．いずれのサンプルも結晶方位がそろっており，強い底面集合組織を有していることが分かる．0%材では，焼きなまし温度にかかわらず集合組織に変化はないが，予ひずみ 5%を加えたサンプルのうち焼きなまし温度 250℃以上のサンプルでは，集合組織の方位が分散し，組織が粗大化している．

図 9 に結晶粒径と焼きなまし温度の関係を示す．As-received 材の結晶粒径（約 6μm）と比べると予ひずみおよび焼きなまし処理を施すことにより増大していることが確認できる．図より 0%材では，焼きなまし温度の上昇に伴い結晶粒径が徐々に増加し，450℃では As-received 材の 2 倍程度成長している．また，5%予ひずみ材では，250℃以上の焼きなましによって結晶粒が急激に粗大化している．その大きさは 50～60μm であり，As-received 材の約 10 倍である．一方で，10%予ひずみ材では，焼きなまし温度の上昇に伴い結晶粒径は増大したが，最大で As-received 材の 10 倍程度である．Zhang ら [1]は 3.8～15%の引張変形による予ひずみを加えた AZ31 合金板材に対し，260℃-30 分で焼きなましを行った結果，5%の予ひずみを加えたサンプルでのみ結晶粒が粗大化することを報告している．また，変形が 5%を超えると，核生成と成長を駆動する貯蔵されたひずみエネルギーが絶えず増加し，核生成速度の増加が成長速度よりも大きくなり，平均結晶粒径が徐々に減少すると述べている．本研究の結果は Zhang らの研究結果と一致している．

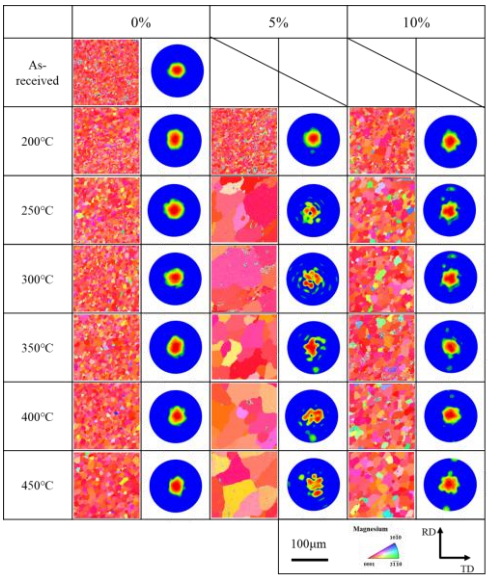


図 8　IPF maps and pole figures for as-received, 0%, 5% and 10% pre-strained samples after heating at different temperatures.

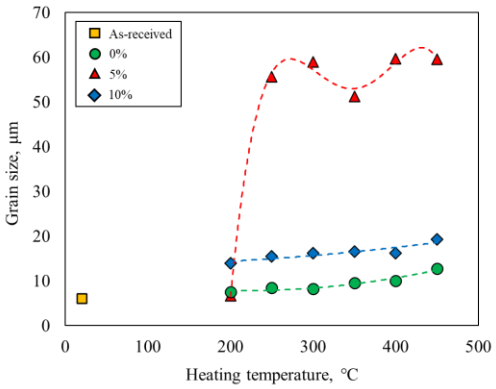


図 9　Relationship between grain size and heating temperature.

図 10 に ND-TD 面に関する EBSD 解析の結果を示す．ND-TD 面では RD-TD 面と比較して結晶粒径は小さいものの，同様の傾向が見受けられたため一部を抜粋している．図 10(a)より，5%-250℃材では破線で区別したように粗大化した結晶粒と元の微細粒が混在している．この結果，図 10(c)に示した粒度分布は，5～10μm 程度の微細粒と，40μm 以上の粗大粒に二極化している．また，図 10(b)より，5%-250℃材と 5%-450℃材では，集合組織が緩和され，基底面(0001)が RD 方向に傾斜していることが分かる．長田ら [2]は，市販の AZ31 合金板に 450℃-1 時間の焼きなましを行った結果，基底面が RD 方向に 10°傾斜し，集合組織は焼きなましによる再結晶のために緩和されたと報告している．

また，5%-250℃材と 5%-450℃材では，破線で囲んだように粗大粒内に双晶がいくつか確認できる．この双晶が引張変形に伴う変形双晶か，焼きなましの過程によって発生した焼きなまし双晶あるいは成長双晶であるかは不明である．しかし，双晶は組織のほとんどが粗大粒で構成されている 5%-T＞300℃材においても，局所的にしか確認できず，その理由は本研究では明らかにできなかった．

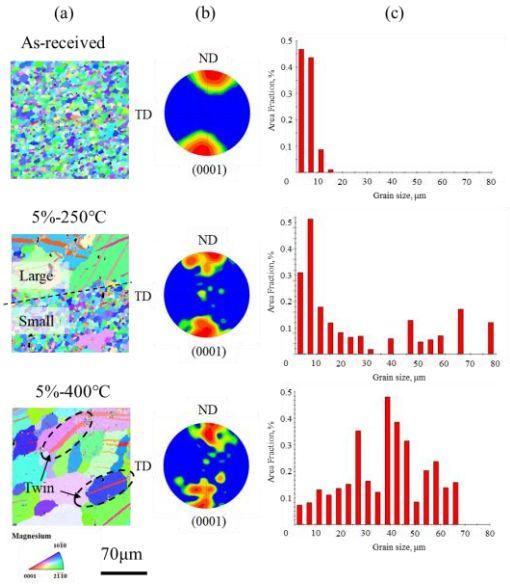


図 10　EBSD result of various samples (a) IPF map, (b) (0001) pole figure, and (c) grain size distribution.

図 11 は再結晶を完了したときの結晶粒の大きさ，加工度および加熱温度の関係を立体的に示した模式図である [3]．例えば，同じ温度 T_2 に加熱した場合，加工度が非常に小さい間は，図の曲線 b-c に示すように結晶粒の大きさはほとんど変わらないが，数%程度の低加工を加えたものを高温に加熱すると，図の曲線 c-d のように著しく大きな結晶粒となる．さらに加工度が大きくなると，同一温度に加熱しても，加工度が大きいほど再結晶粒の大きさは図の曲線 d-e-f に示すように小さくなる．また，図の曲線 m-n-j-k は再結晶温度を示している．図のように再結晶温度は加工

度が大きくなるほど低くなり，加工度が非常に大きくなるとほぼ一定温度を示す．

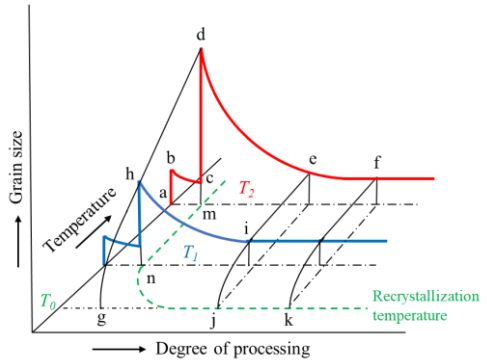


図 11　Relationship between grain size, processing degree and heating temperature in recrystallization[3].

ここで，図 12 に 5%-200℃，5%-250℃，10%-200℃材の ND-TD 面に関する IPF マップと KAM マップを示す．KAM マップとは，測定点とその隣接するすべての測定点間の方位差の平均値を示したものであり，ひずみ分布を評価するのに有効である．5%-200℃材では結晶粒は微細であり，KAM マップより引張変形によるひずみが蓄積されていることが分かる．5%-250℃材では，破線で囲んだように一部の結晶粒が粗大化しており，KAM マップにおいて粗大化した結晶粒ではひずみが緩和されていることが確認できる．このことは 5%予ひずみ材では 200℃～250℃の間で，回復により結晶内部に蓄積されたひずみエネルギーが解放されると同時に，再結晶した結晶粒の成長が発生したことを意味する．一方で，10%-200℃材の KAM マップより，一部の結晶粒でひずみの緩和が確認できることから，10%予ひずみ材における再結晶温度は 5%予ひずみ材よりも低く，200℃以下であると推定される．

以上のことから 5%予ひずみ材では焼きなまし温度の上昇に伴い，図 11 において曲線 g-h-d のような経路をたどり，結晶粒の粗大化が発生したと考えられる．一方，10%予ひずみ材の結晶粒径と焼きなまし温度の関係は曲線 j-i-e で表され，5%予ひずみ材ほど結晶粒の粗大化は起きなかったと推測できる．

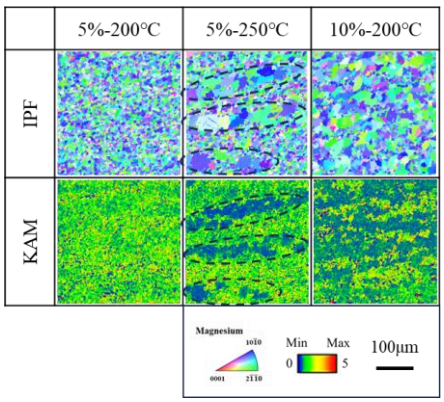


図 12　IPF map and KAM map for 5%-200℃, 5%-250℃ and 10%-200℃ samples.

4・2　曲げ成形性

スプリングバックの測定結果を図 13 に示す．黄色のプロット点で示している As-received 材のスプリングバックは 38～40°程度である．5%-200℃材と 10%-200℃材では，As-received 材と比較してスプリングバックは増加した．先行研究[4]では，予ひずみ負荷後の AZ31 合金に対し，150℃で 90°V 曲げ試験を行った結果，本研究における 5%-200℃材と 10%-200℃材と同様にスプリングバックは増加した．いずれのサンプルにおいても 250℃以上では焼きなまし温度の上昇にともない，スプリングバックが減少する傾向がみられた．また，予ひずみを負荷の有無により，スプリングバックに差が生じた．5%予ひずみ材は 10%予ひずみ材と比較してスプリングバックの減少率は大きくなった．結果的にスプリングバックは 5%-450℃材において最小となり，18.4°であった．これは As-received 材よりも 20.7°小さく，6 割程度改善できたといえる．5%-T＞300℃材のこのような成形性の改善は，低い 0.2%耐力や硬度などの材料特性に起因している可能性がある．

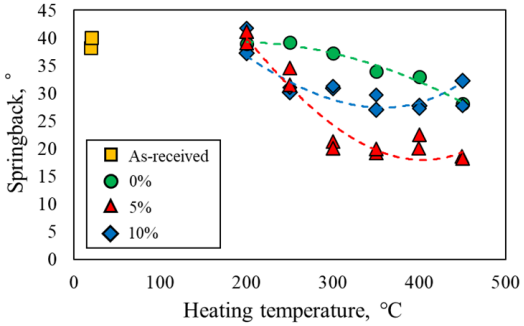


図 13　Variation of springback as a function of the sample heating temperature.

図 14 は本研究によって得られた 0.2%耐力とスプリングバックの関係を示している．両者には直線的な関係があり，相関係数は 0.77 である．上記の理由から，0.2%耐力が低下した 5%-T＞300℃材では，スプリングバックが大きく減少したと考えられる．

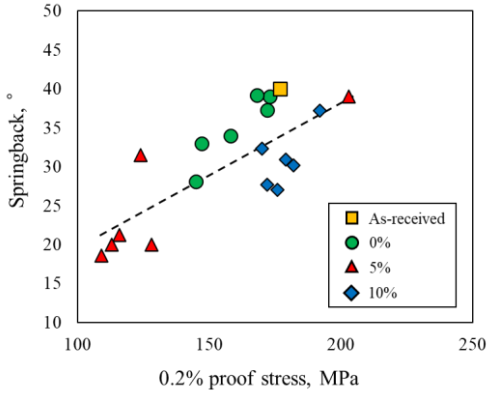


図 14　Variation of the springback as a function of 0.2% proof stress for the pre-strained samples.

曲げ加工後の曲げ部の断面（ND-TD 面）に関する IPF マップおよび極点図を図 15 に示す．ここで，極点図は図の破線より上側の圧縮応力領域と，破線より下側の引張応力領域に分けて取得している．圧縮応力領域では明らかに結晶方位が変化しており，基底面(0001)，すなわち赤色で表示された領域に向かって格子の回転が起こっている．一方で，すべてのサンプルにおいて引張応力領域での結晶方位の変化は確認できなかった．また，圧縮応力領域では多数の双晶が発生しており，特に粗大粒内で多く確認できる．先行研究[5]では，双晶変形に必要な CRSS には粒径依存性があり，これはすべりの依存性よりも大きいことが示唆されている．安部ら[6]は，高温焼きなましされた AZ31 合金板の冷間曲げ加工において，圧縮される曲げの内側の方が引っ張られる外側よりも双晶変形が多く発生しており，双晶変形も全変形量を増加させるのに寄与していると述べている．また，Zhang ら[7]は，一方向曲げの繰り返しにより(0001)底面集合組織を緩和した AZ31 合金の深絞り加工後の組織を観察し，圧縮応力を受ける肩部の内側において双晶が多く存在し，この双晶は主に{10-12}引張双晶であると述べている．マグネシウム合金では，引張軸が結晶粒の c 軸に平行または，圧縮軸が結晶粒の c 軸に垂直である場合，CRSS が 2.0～2.8MPa 程度の{10-12}双晶が容易に発生する[8,9]．本研究で行った U 字曲げの場合，結晶粒の c 軸と圧縮軸は垂直の関係であるため，{10-12}双晶の発生が促進された．

一方，引張応力領域では双晶は確認できなかった．これは，引張応力領域ではすべり変形が支配的であることを意味する．引張応力領域では，引張軸と結晶格子の c 軸が垂直の関係であるので，底面すべりが容易に活動する．また，5%-T＞250℃材では，図 11 において確認された双晶が消失している． これは曲げ時に負荷された引張応力により双晶回復が発生した可能性がある．

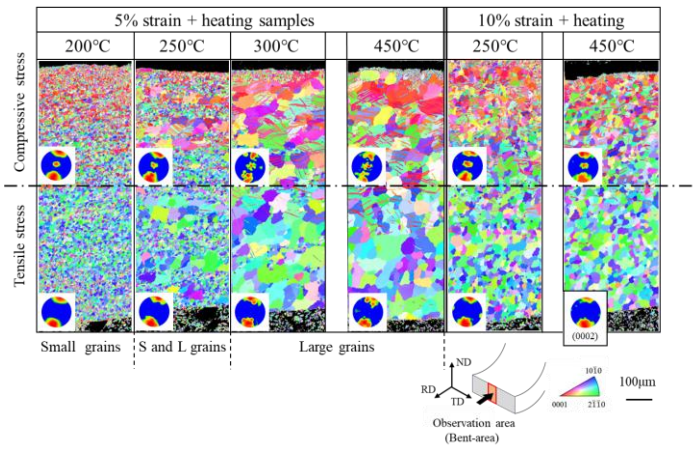


図 15　IPF map and pole figure of pressed samples with 5% or 10% pre-strained and heating to various temperatures.

曲げ変形では，板の外側は引張応力を受け，板の内側は圧縮応力を受ける．この引張と圧縮の非対称性により，中立軸が移動する可能性があり，中立軸の移動はスプリングバックに大きな影響を与える．これは中立軸の係数：k 値によって評価できる．k 値は式(1)表される[10]．

$$k = 0.5\,\beta^2 - (1 - \beta) \times R_i / t \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

ここで，β は板厚減少率，R_i は内側曲げ半径，t は AZ31 合金板の元の厚さである．β 値は式(2)で表される．

$$\beta = t_1 / t \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

ここで，t_1 は曲げ加工後の AZ31 合金板の厚さである．図 16 にスプリングバックと k 値の関係を示す．中立軸が中立にある場合，k 値は 0.5 となり，0.5 以上の高い k 値を持つサンプルの中立軸は外側の引張応力領域にシフトしていると推定される．図 16 から明らかなように，k 値が 1.0 以上，すなわち 250℃以上に加熱された HB サンプルでは，k 値が大きくなるにつれてスプリングバックは減少したが，CB サンプルでは k 値がスプリングバックに及ぼす影響は見られなかった．

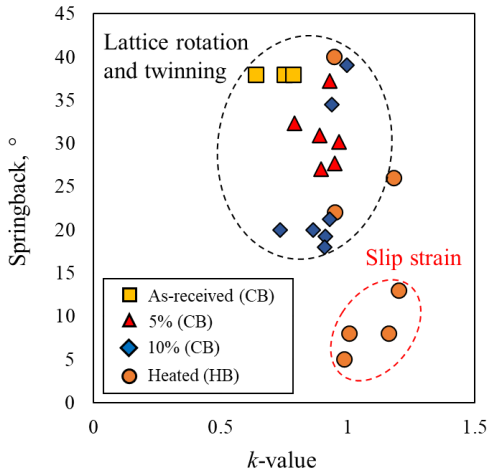


図 16　Relationship between the springback and k-value for all samples.

５．まとめ

(1) 室温で曲げ加工した際のスプリングバックは約 38°であった．その後，加熱温度の上昇にともないスプリングバックは減少し，400℃加熱では 5° まで抑えることができた．

(2) 加熱することによって結晶粒径は粗大化する．室温～250℃で曲げ加工を施すと，圧縮応力を受ける中立軸より上側の領域で双晶変形が多く発生し，基底面(0001)への格子回転が確認できた．一方で，結晶方位が 300℃以上では双晶変形はあまり発生せず，格子回転も起こらなかった．これは，加熱により非底面すべりの活動が起こったためと考える．

(3) 5%の予ひずみ負荷，250℃以上の焼きなましの組み合わせにより結晶粒は粗大化した．これは，予ひずみ負荷により蓄積されたひずみエネルギーを駆動力として，結晶粒の成長が促進されたためである．また，上記のプロセスにより基底面(0001)の RD 方向への傾斜が起こった．
(4) 焼きなまし温度の上昇に伴い，強度・延性は低下した．これは結晶粒の粗大化の影響であると考えられる．As-received 材を冷間曲げ加工した際のスプリングバックは 37° であった．一方で，5%の予ひずみ負荷，250℃以上の焼きなましによってスプリングバックは大きく減少し，5%-450℃材で 18° となった．これは，結晶粒の粗大化による 0.2%耐力の低下が起因していると考えている．ただし，10%-T＞250℃材では，スプリングバックの顕著な改善は確認できなかった．
(5) 冷間曲げ加工によって，圧縮応力の加わる曲げの内側の領域において双晶変形が強く起こった．これは，{10-12}引張双晶であり，双晶変形に伴う結晶粒の回転も曲げ成形性の改善に寄与していると考えている．

謝　辞

本研究に対し公益財団法人天田財団より 2022 年度一般研究開発助成をいただきました．深い感謝を申し上げます．本研究により，国際学術雑誌に論文を掲載することができました．

研究成果

M. Okayasu, T. Ogawara, M. Matsushima, Formability Improvement for Bending Magnesium Alloy AZ31 Sheet via Microstructural Control, Journal of Materials Engineering and Performance, 34(2025)9467–9475.

参考文献

1) H. Zhang, G. Huang, L. Wanga, J. Li, Improved formability of Mg-3Al-1Zn alloy by pre-stretching and annealing, Scripta Mater. 67(2012)495-498.
2) 長田直樹, 大年和徳, 勝田基嗣, 高橋清造, 山田正, AZ31 マグネシウム合金板の一軸および二軸変形に及ぼす焼きなまし温度の影響, 軽金属 50(2000)60-64.
3) 矢島悦次郎，市川理衛 他　若い技術者のための機械・金属材料，第 3 版，丸善出版 (2017).
4) L. Wanga, G. Huang, T. Han, E. Mostaed, F. Pan, M. Vedani, Effect of twinning and detwinning on the spring-back and shift of neutral layer in AZ31 magnesium alloy sheets during V-bend, Mater. Design 68(2015)80-87.
5) M.A. Meyers, O. Vöhringer, V.A. Lubarda, The onset of twinning in metals: A constitutive description, Acta Mater. 49(2001)4025.
6) 安部洋平，藪下雄着基，森謙一郎，　市販マグネシウム合金板の冷間成形における高温焼きなましの有効性の調査と底部ビードを有する角筒容器の成形，J. JSTP, 52(2011).
7) H. Zhang, S. Ren, X. Li, L. Wang, J. Fan, S. Chen, L. Zhu, F. Meng, Y. Tong, H.J. Roven, S. Zhang, L. Jiang, Dramatically enhanced stamping formability of Mg-3Al-1Zn alloy by weakening (0001) basal texture, J. Mater. Research Tech. 9(2020)14742-14753.
8) YR. Zhao, LL. Ghang, J. Guo, YP. Jin, Twinning behavior of hot extruded AZ31 hexagonal prisms during uniaxial compression, J. Magn. Alloys 7(2019)90-97.
9) X. Wan, J. Zhang, XY. Mo, PS. Pan, 3D atomic-scale growth characteristics of {10-12} twin in magnesium, J. Magn. Alloys 7(2019)474-486.
10) L. Wang, G. Hung, F. Pan, M. Vedani, Effect of twinning and detwinning on the spring-back and shift of neutral layer in AZ31 magnesium alloy sheets during V-bend, Mater. Design 68(2015)80-87.