AZ31 マグネシウム合金板の高温における繰返し塑性挙動と成形性

(Cyclic Plasticity Behavior and Formability of AZ31 Magnesium Alloy Sheet at Elevated Temperature)

> 広島大学大学院工学研究科 機械物理工学専攻博士課程後期

> > D115946 片平 卓志

Department of Mechanical Science and Engineering, Graduate School of Engineering, Hiroshima University

D115946 Takashi Katahira

| 第1章 | : 緒論 | 1 |
|-------|------------------------|----|
| 1.1 | はじめに | 1 |
| 1.2 | 従来の研究の展望 | 2 |
| 1.2.1 | 高温塑性変形特性 | 2 |
| 1.2.2 | プレス成形性 | 4 |
| 1.3 | 本研究の目的と本論文の構成 | 5 |
| | 第1章 参考文献 | 8 |
| 第2章 | :変形抵抗と延性に及ぼす温度と変形速度の影響 | 10 |
| 2.1 | はじめに | 10 |
| 2.2 | 単軸引張試験 | 10 |
| 2.2.1 | 供試材 | 10 |
| 2.2.2 | 単軸引張試験方法 | 10 |
| 2.2.3 | 単軸試験条件 | 15 |
| 2.2.4 | 結果および考察 | 15 |
| 2.3 | 温間角筒絞り試験 | 25 |
| 2.3.1 | 供試材 | 25 |
| 2.3.2 | 温間角筒絞り試験 | 25 |
| 2.3.3 | 試験結果および考察 | 25 |
| 2.4 | まとめ | 26 |
| | 第2章 参考文献 | 27 |
| 第3章 | : 面内応力反転における塑性変形挙動 | |
| 3.1 | はじめに | |
| 3.2 | 面内応力反転負荷実験 | |
| 3.2.1 | 供試材 | |
| 3.2.2 | 実験方法 | |
| 3.2.3 | 実験条件 | |
| 3.2.4 | 実験結果および考察 | |
| 3.3 | まとめ | 41 |
| | 第3章 参考文献 | 49 |
| 第4章 | :温間引込み曲げによるスプリングバックの抑制 | |
| 4.1 | はじめに | |
| 4.2 | 温間引込み曲げ試験 | |
| 4.2.1 | 供試材 | |
| 4.2.2 | 試験方法 | 50 |
| 4.2.3 | 試験片の温度測定 | 53 |
| 4.2.4 | 試験条件 | |
| 4.2.5 | 試験結果および考察 | 58 |

| 4.3 | まとめ | 58 |
|-------|-----------------------------|----|
| | 第4章 参考文献 | 63 |
| 第5章 | :成形限界 | 64 |
| 5.1 | はじめに | 64 |
| 5.2 | 温間張出し実験方法 | 64 |
| 5.2.1 | 供試材 | 64 |
| 5.2.2 | 実験方法 | 64 |
| 5.3 | 非比例変形 FLD の算出方法の提案 | 66 |
| 5.4 | 結果および考察 | 69 |
| 5.4.1 | 比例変形 FLD―温度と成形速度の影響 | 69 |
| 5.4.2 | 非比例変形 FLD の予測と実験結果による妥当性の検証 | 70 |
| 5.5 | まとめ | 70 |
| | 第5章 参考文献 | 74 |
| 第6章 | : 結言 | 75 |
| 謝辞 | | 77 |

第1章 緒論

1.1 はじめに

近年,資源の有効利用や地球環境保全などの観点から輸送機器の軽量化や材料のリサイクルが 重要視され⁽¹⁾,比強度,比剛性,制振性など構造材料としての多くの利点を有するマグネシウム 合金⁽²⁾が注目されてきた.マグネシウムは,1808年にH. Davyにより発見された金属であり,鉄 や銅に対して比較的新しい金属である.マグネシウム合金は軽量性や比強度に優れており,航空 機関係に第二次世界大戦中の累積量で数万トン使用されたといわれている.しかし,コストや耐 食性,製造時の安全性などの点に問題があり,社会生活に必要不可欠な汎用金属としてのその用 途が広がらなかった.

Fig. 1.1 および Fig. 1.2 にそれぞれ国内,国外での乗用車用のマグネシウム部品の適用動向を示 す⁽³⁾.日本でも航空機産業が消滅した戦後,マツダ,ホンダおよびトヨタなどが自動車部品にマ グネシウム合金を使用していたが,1972年にドイツのフォルクスワーゲン社が「ビートル」に42, 000トンを使用したのを最後に,エンジンの水冷化による耐熱性や耐食性の問題からアルミニウ ム合金の使用が主なものになりマグネシウムが使われることが少なくなった.しかし,近年,環 境・公害・資源問題から,欧米では,自動車の燃費向上のためにはコストが高くてもマグネシウ ム合金を使用することが,社会的要請となっておりフォルクスワーゲン社を始めとした欧米



Fig. 1.1 国内自動車産業でのマグネシウム合金の使用状況⁽³⁾



Fig. 1.2 海外自動車産業でのマグネシウム合金の使用状況⁽³⁾

各自動車メーカーが積極的にマグネシウム合金の大量使用をはかっている.また,電子機器,特 にノートパソコンや携帯電話等の携帯用電子機器類の筐体においても,軽薄短小の時代の要求か らいかに小さい,薄い,軽い製品を造るかの競争となり,樹脂に替わってマグネシウム合金が使 用されるようになった.なお,この間,技術的には,0.6mm というダイキャスト薄肉製品の製造 が可能になったこと,また溶解プロセスを含まない射出成形機による製造方法(チクソモールデ ィング法)が導入されたことにより樹脂加工業者が新たにこの業界に参入したことが,従来のマ グネシウム合金ダイキャスターの技術向上をもたらした.

近年,従来のダイキャスト法やチクソモールディング法に比べ生産性が高く,高強度の製品の 製造が可能な塑性加工によるマグネシウム製品の製造に注目が集まっており,今後の展伸用マグ ネシウム合金の発展が期待されている.プレス成形用の板材としては,Alを3%,Znを1%を含 有する AZ31 マグネシウム合金が唯一実用化されている.後述するように,マグネシウムは室温 では延性に乏しいが,高温では十分な延性を示すため,板材のプレス成形は200~300℃の温間で 行われるのが普通となっている.このよう事情から,AZ31マグネシウム合金板の高温特性と成形 性に関しては近年精力的に研究がなされている.

以下では, AZ31 マグネシウム合金板の高温特性と成形性に関する従来の研究を概観し, 問題点 をふまえた上で,本研究の目的ならびに本論文の構成について述べる.

1.2 従来の研究の展望

1.2.1 高温塑性変形特性

マグネシウムは原子番号12の周期律表第Ⅱ族のアルカリ土類であり、アルミニウムに比べ活性

な金属である.このため,アルミニウムと違い,大気中での溶解は困難となっている.マグネシ ウムの結晶構造は Fig. 1.3 に示すように稠密六方格子構造であるため、アルミニウムと違い常温で の塑性加工が難しいという欠点がある.マグネシウムのすべり系は六方晶の底面である(0001)面, 柱面である(10(-)10)面および錐面である(10(-)11)および(11(-)22)面であり, それぞれ底面すべり系, 柱面すべり系, 錐面すべり系と呼ばれている. (10(-)11)は一次錐面, (11(-)22)は二次錐面と呼ばれ ており、<(-)1(-)123>が二次錐面のすべり方向である.この二次錐面以外のすべり系のすべり方向 はすべて底面に平行な方向である.また、柱面すべりと錐面すべりを合わせて非底面すべりと呼 ぶ. 底面すべりと非底面すべりについての臨界分解せん断応力(以下 CRSS)の温度依存性を Fig. 1.4⁽⁴⁾に示す.常温付近では,非底面すべりの臨界せん断応力が底面すべりに比べて高いため作動 するすべり系は底面すべりが主になる.底面すべりにおいては、底面上の3方向が滑り方向であ るため、すべり系の数としては3つに限られていることになる.一般に多結晶体の塑性変形にお いては5つ以上のすべり系が活動することが、粒界でのひずみの連続条件を満たすために必要と されているため、底面すべりのみで多結晶マグネシウムの塑性変形を行うことは困難となってい る⁽⁵⁾. しかし高温になると Figl.4 に示すように非底面すべりの CRSS が低下するため活動するす べり系の数が増大する. したがって高温では,変形流動応力は低下し,延性は向上するため塑性 変形は格段に容易になる.

Yong ら⁽⁶⁾は温間単軸引張り試験を行い,200℃ 以上の温度条件では流動応力は低下し,延性も 大幅に向上していることを確認している. ひずみ速度依存性についても検証されており,温度の 上昇に従って速度依存性が強くなることも観察されている. マグネシウムは合金化により常温で の底面および非底面の CRSS の極端な差は緩和され,双晶変形の助けも借りてある程度変形でき るようになるが⁽⁷⁾,展伸材では,その製造過程で形成される集合組織が強い異方性を生み,これ が低温での二次加工性を害する.薄板では六方晶の c 軸が圧延面に垂直に配向し,特に板厚減少 を伴う面内二軸引張での成形限界ひずみは極めて小さい. そのため,非底面すべりが容易になる 200~300℃ でプレス成形されているのが現状であり⁽⁸⁾⁻⁽¹¹⁾,冷間ないしそれに近い低温で成形で きる材料も報告されてはいるが実用化には至っていない^{(12),(13)}.

マグネシウム合金の成形を行うには面内の引張と圧縮でひずみ硬化挙動が大きく異なることに も留意が必要である. 繰返し塑性変形挙動は,板材でもプレス成形後のスプリングバック予測な どで重要である⁽¹²⁾. Park ら⁽¹⁴⁾は,強い底面集合組織を有する AZ31B 圧延板から R.D.方向と引張 方向が平行になるような試験片を切り出し,RT において疲労試験を実施して組織の観察を行っ ている. その試験結果と組織写真を Fig. 1.5 に示す. なお,Fig. 1.5 (a)中の値はそれぞれの応力-ひずみ状態での双晶の面積割合を示している.また,その他のマグネシウム合金についての研究 事例^{(15),(16)}においてもこのような面内応力反転試験における組織的な変形形態について述べられ ており,Fig. 1.5 同様の知見を得ることができる.A 点での組織写真(Fig. 1.5 (b))では双晶はほと んど見られず,すべりによる変形モードが支配的であることがわかる.B 点での組織写真(Fig. 1.5 (c))では双晶が多く見られる.これがマグネシウム合金板で最も観察される引張型の{101(-)2} 〈1(-)011〉双晶である.C 点での組織写真(Fig. 1.5 (d))を見ると,双晶がほとんど消滅しているこ とがわかる.圧縮変形による双晶によって,Fig. 1.6 のように c 軸は約 90°回転し,引張/圧縮軸 に平行に配向する⁽¹⁷⁾.そして応力方向が引張に転じると,続けて c 軸方向に引張ひずみを生じる ため,双晶が起こり,結果的に元の状態に戻ることになる.また,圧縮変形からの引張変形中に

変曲点が見られる. 応力方向反転後,変曲点までは発生した双晶が戻る変形が支配的であり,一般にこの部分を detwinning mode あるいは untwinning mode (双晶解消) と呼ぶ. そして,この変 形モードは変曲点で完了し,非底面すべりあるいは圧縮型の{101(-)1}双晶による変形モードに移 行する⁽¹⁸⁾. Chun ら⁽¹⁹⁾は,引張型の{101(-)2} 〈1(-)011〉双晶変形のひずみ速度依存性について調査 を実施しており,引張型の{101(-)2} 〈1(-)011〉双晶変形はひずみ速度依存性がほぼないことを明 らかにしている.

繰返し塑性変形挙動は、板材でもプレス成形後のスプリングバック予測などで重要である.バ ウシンガー効果に加え、負荷方向で変形機構の異なるマグネシウム合金板では、室温での厚板に 対する報告⁽¹³⁾があるがバルクに近い厚さで室温のみかつ疲労が主題となっている.Wuらの行っ た低サイクルの疲労試験⁽²⁰⁾では、面内圧縮においてのみ発生する初期降伏時の引張双晶(C軸が 伸びる双晶)とその後の底面すべりに伴う大きな結晶回転に起因することが、応力-ひずみ関係と 変形過程の集合組織を観察することによって示されている.また、Piaoらは同様の試験を温間で 行っており⁽²¹⁾,温度の上昇に伴い面内の引張と圧縮の挙動の差異が小さくなることを示している. しかし、Piaoらの実験では変形過程の集合組織の観察は行っておらず、温間での双晶、双晶解消 変形および結晶の回転についての詳細はわかっていない.

この双晶変形および双晶解消変形による引張変形と圧縮変形の挙動の差異は降伏曲面にも影響 を及ぼす. Cazacu らは HCP 材料の双晶変形による引張変形と圧縮変形の非対称性を考慮した降伏 関数を開発し, HCP 材料の常温での降伏曲面の非対称性を表現している⁽²²⁾.また,中らは Barlat2000の降伏関数を使用することで温間でのマグネシウム合金の降伏曲面を表現している⁽¹¹⁾.

1.2.2 プレス成形性

1.2.1 節でも述べたようにマグネシウム合金は常温では難加工材である.そこでマグネシウム合金のプレス成形には温度の上昇に伴い,非底面すべりの臨界分解せん断応力の著しく低下する現象を利用した温間プレス成形が有効である⁽²³⁾.

相田⁽²⁴⁾ら, Kohzu⁽²⁵⁾らは AZ31 板を用いて種々の温度で円筒深絞り実験を行い,温度とともに 限界絞り比が大きくなることを観察した.Lee らは種々の温度および速度で AZ31 板の張出試験お よび角筒絞り試験を行っており,マグネシウム合金の成形限界の温度および速度依存性について 報告している⁽²⁶⁾.また,Chen らはコニカルカップ試験を行い温間での成形限界を調査している⁽²⁷⁾. どちらの報告についても温度上昇に伴い成形限界は向上し,成形速度を上げると成形性が下がっ ている.しかし,Lee らの角筒絞り試験および Chen らのコニカル試験においては 400℃の条件に て成形限界が低下するという事が示されている.

結晶粒径の違いが成形性に及ぼす影響についても調査した例があり、常温においては結晶粒の 微細化による成形性の向上は少ないことを示している⁽²⁸⁾.

マグネシウム合金板の温間成形限界線図(FLD: Forming Limit Diagram)を求める研究もいくつ か行われているが⁽¹⁾,非比例的変形経路を考慮して温間成形限界を調査している例はほとんどな い.実際の成形において材料の変形経路は一定ではなく変化することが多いため,正確な成形限 界を調査するためには変形経路を考慮することが重要になる.

また,温間成形においては流動応力が大きく低下するため,スプリングバックが小さくなることが期待される. Chen ら⁽²⁷⁾の試験では温間での V 曲げも行っており,高温低速の条件にてスプリ

ングバックが大幅に減少するという結果を報告している.

1.3 本研究の目的と本論文の構成

前節で、これまでに行われてきたマグネシウム合金における高温塑性変形特性およびプレス成 形性に関する研究を展望してきた結果、明らかとなった問題点をまとめると以下のようになる.

- (1) マグネシウム合金板の温間プレス成形性に強く影響を及ぼす材料特性として変形抵抗と延 性がある.これらの材料特性に及ぼす温度とひずみ速度の影響を調べた実験研究は多いが, その多くは 200℃以上の高温で行っている.温間プレス成形では、省エネルギーや生産性, さらには成形品の機械的性質の観点から,成形温度はできるだけ低くできることが望ましい. そのことを意識すれば、200℃以下の材料特性は重要であるが、詳細なデータが少ない.
- (2) マグネシウム合金板の成形を行うには面内の引張と圧縮で材料硬化挙動が大きく異なることにも留意が必要である.繰返し塑性変形挙動は、板材でもプレス成形後のスプリングバック予測などで重要であり、正確な変形挙動を知る必要がある.温間での繰返し変形について変形過程の集合組織の変化まで調査した例はほとんどなく、どの温度においてすべり変形が主な変形機構となるかについては明らかになっていない.
- (3) 温間成形においてマグネシウム合金の流動応力は大きく低下するので、温間成形はスプリン グバックを抑制するという点においても効果が大きいと思われる.しかし、スプリングバッ クに及ぼす成形温度と速度の影響を調べた例は少ない.とくに、ダイ肩に沿って板が引込ま れ、板に繰返し曲げ・曲げ戻しが作用する引込み曲げはプレス成形で多く見られる変形モー ドであるが、この場合のスプリングバックについての実験研究はほとんどなされていない.
- (4) 実際のプレス成形において材料は非比例なひずみ経路をたどり成形されることが少なくない. しかし、温間での非比例変形経路の成形限界の調査はその実験の難しさもあり、これまで全 く行われていない.

そこで本研究では、マグネシウム合金板の主に100~200℃における温間成形技術を確立するために、マグネシウム合金板の温間における変形挙動を実験的に把握すること、プレス成形におけるスプリングバックと成形限界を主に実験的に調査すること目的とした.

本論文は全6章から成っている.第1章の諸論では、従来の研究を振り返り、それらの問題点 を指摘し、本研究の目的と位置付けを述べている.

第2章では、マグネシウム合金 AZ31 板の基礎的な温間変形挙動を調査するために、温間単軸 引張試験を行い、変形抵抗と延性に及ぼす温度と変形速度の影響を調査した.また、温間角筒絞 り成形試験を種々の温度と成形速度で行い、絞り成形性に及ぼす温度と速度の影響を調べた.

第3章では、薄板に対して高温で面内反転負荷を付与できる実験装置を新たに開発し、これを 用いて、AZ31板の室温から200℃までの高温における繰返し塑性変形実験を行い、そのときの応 カーひずみ応答について調査した.また、繰返し塑性変形の各段階にてXRD解析を行い、このと きの変形モード(すべり変形、双晶変形および双晶解消)と結晶回転について調査した.

第4章では、プレス加工で多く見られる変形モードとして引込み曲げを取り上げ、室温から

200℃で実験を行い、温度と引込み速度がスプリングバックに及ぼす影響を調査した.

第5章では、球頭パンチ張出し試験により、非比例変形成形限界を実験的に求めた. ひずみ経路としては、単軸引張り(ひずみ比 $\alpha = \varepsilon_2/\varepsilon_1 = -0.5$)および等二軸引張り(ひずみ比 $\alpha = \varepsilon_2/\varepsilon_1 = 1$)の2種類のものを選び、これらを種々に組合せた非比例変形を試験片に与えて そのときの成形限界ひずみを求めた. また、比例変形 FLD から非比例変形 FLD を求める方法を 新たに提案し、実験結果を用いてその妥当性を検証した.



第6章では、本研究で得られた結論を総括している.

Fig. 1.3 マグネシウムの結晶構造とそのすべり系



Fig. 1.4 AZ31 合金の CRSS の温度依存性⁽⁴⁾



Fig. 1.5 AZ31 の繰返し塑性変形における双晶の発展(Park ら⁽¹⁴⁾):(a) 応力-ひずみ状態での双晶の面積割合, (b), (c), および(d) A, B および C 点における組織観察



Fig. 1.6 引張型の{10(-)12} 〈(-)1011〉 双晶の概略図

第1章 参考文献

- (1) 行武栄太郎, 金子純一, 菅又信: 塑性と加工 44-506(2003), 276-280.
- (2) 鎌土重晴,小島陽: 塑性と加工, 44-504(2003), 3-9.
- (3) 日本マグネシウム協会,"マグネシウム合金の自動車への適用年表" http://www.magnesium.or.jp/contents/Mg2010Car.pdf (参照日 2013.12.3).
- (4) H. Yoshinaga and R. Horiuchi: Trans. JIM, 5 (1964), 14-21.
- (5) 鈴木秀次:金属の強さ, (1972), 192-193.
- (6) Y.Q. Cheng, H. Zhang, Z.H. Chen, K.F. Xian : Journal of Materials Processing Technology 208(2008), 29-34.
- (7) 小池淳一, 宮村剛夫: 軽金属, 54-11(2004), 460-464.
- (8) 宅田裕彦, 井上大輔: 塑性と加工, 43-503(2002), 1173-1177.
- (9) M. Kohzu, F. Yoshida, H. Somekawa, M. Yoshikawa, S. Tanabe and K. Higashi: *Mater. Trans.*, 42 (2001), 1273–1276.
- (10) M. Kohzu, T. Hironaka, S. Nakatsuka, N. Saito, F. Yoshida, T. Naka, H. Okahara and K. Higashi: *Mater. Trans.*, 48 (2007), 764–768.
- (11) T. Naka, T. Uemori, R. Hino, M. Kohzu, K. Higashi and F. Yoshida: *Journal of Materials Processing Technology*, 201 (2008), 395–400.
- (12) X. Huang, K. Suzuki, Y. Chino and M. Mabuchi: *Journal of Alloys and Compounds*, 509(2011), 7579-7584.
- (13) M. Kohzu, K. Kii, Y. Nagata, H. Nishio, K. Higashi and H. Inoue: *Mater. Trans.*, 51-4 (2010), 749-755.

- (14) S.H. Park, S.G. Hong, W. Bang and C.S. Lee: *Materials Science and Engineering A*, 527 (2010), 417-423
- (15) S. Know, K. Song, K.S. Shin and S.I. Kwun: *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 20 (2010), 533-539.
- (16) S.M. Yin, H. J. Yang, S.X. Li, S.D. Wu and F. Yang: Scripta Materialia 58 (2008), 751-754.
- (17) Y.N. Wang and J. C. Huang: Acta Materialia, 55 (2007), 897-905.
- (18) M. Knezevic, A. Levinson, R. Harris, R.K. Mishra, R.D. Doherty and S.R. Kalidindi: Acta Materialia, 58 (2010), 6230-6242.
- (19) Y.B. Chun and C.H.J. Davies: Materials Science and Engineering A, 528 (2011), 5713-5722.
- (20) L.Wu, S.R. Agnew, Y. Ren, D.W. Brown, B. Clausen, G.M. Stoica, H.R. Wenk and P.K. Liaw: *Materials Science and Engineering A*, 527(2010), 7057-7067.
- (21) K. Piao, J.K. Lee, J.H. Kim, K. Chung, F. Barlat, and R.H. Wagoner: *International Journal of Plasticity*, 38(2012),27-46.
- (22) O.Cazacu, B. Plunkett and F. Barlat: International Journal of Plasticity, 22(2006), 1171-1194.
- (23) 古閑伸裕: 塑性と加工 44-506(2003), 250-255.
- (24) 相田収平, 田辺寛, 須貝裕之, 高野格, 大貫秀樹, 小林勝: 軽金属, 50-9(2000), 456-461.
- (25) M. Kohzu, T. Hironaka, S. Nakatsuka, N. Saito, F. Yoshida, T. Naka, H. Okahara and K. Higashi: *Mater. Trans.*, 48-4(2007), 764-768.
- (26) Y.S. Lee, Y.N. Kwon, S.H. Kang, S.W. Kim and J.H. Lee: *Journal If Materials Processing Technology*, 201(2008), 431-435.
- (27) F.K. Chen and T.B. Huang: Journal of Materials Processing Technology, 142(2003), 643-647.
- (28) Y. Chino, H. Iwasaki and M. Mabuchi: Materials Science and Engineering A, 466(2007), 90-95.

第2章 変形抵抗と延性に及ぼす温度と変形速度の影響

2.1 はじめに

マグネシウムの結晶構造は稠密六方格子であり,高温ではその塑性変形能が著しく向上するこ とから塑性加工において温間成形が有効となる.したがって,温間プレスのような塑性加工法を 用いることによって,軽量構造材としての利用を拡大させることができる見込みがある.温間プ レス成形では,温度と成形速度についての最適条件を決めることは重要となる.

そこで本章では、AZ31 マグネシウム合金板について、室温から 200℃における単軸引張試験を 実施することで、変形抵抗と延性に及ぼす温度とひずみ速度の影響を調査した.また、温間角筒 絞り成形試験を種々の温度と成形速度で行い、絞り成形性に及ぼす温度と速度の影響を調べた.

2.2 単軸引張試験

2.2.1 供試材

供試材として、大阪富士工業株式会社製のAZ31B マグネシウム合金圧延板を用いた.供試材の 公称組成を Table 2.1 に、焼鈍後の極点図を Fig. 2.1 にそれぞれ示す. Fig. 2.1 において濃淡で示さ れる X 線の回折強度は粉末試料での値を1として規格化した.本材料は c 軸が圧延面に垂直に配 向した強い底面配向の集合組織を示す.

2.2.2 単軸引張試験方法

単軸引張試験により,各種条件下での真応力-真ひずみ曲線取得した.なお試験回数 N は各種 試験についてそれぞれ 3 回とした.これらの試験結果は,各種試験における供試材の成形性を評 価する上で基礎となる必要不可欠なデータである.

a) 試験片 試験片形状を Fig. 2.2 に示す. 試験片は平行部長さ 35mm, 板幅 6mm であり圧延方 向に対して 0°方向にワイヤー放電加工で切り出して用いた. 切り出し後, 十分なひずみ除去と 試験片ごとのばらつきを抑えるため, 条件を 300℃で 30 分間として焼鈍した. 焼鈍後, エタノー ルで試験片表面を脱脂し, Fig. 2.3 に示すように適する形状のアルミ板を株式会社東洋アソシエ イツ製の耐熱接着剤 U-METAL AD1000 を用いて接着した. このアルミ板接着は試験片つかみ部 の異常変形を防止する補強のために行ったものである. はみ出した接着剤は治具への取り付けに 支障を来すため, 乾燥後ヤスリで削って取り除いた.

b) 試験装置 試験装置の外観図を Fig. 2.4 に, 試験装置全体の概略図を Fig. 2.5 に示す. 試験機 は株式会社島津製作所製の油圧式サーボパルサー(定格荷重 100kN)を使用した. 試験片に掛かる 荷重はロードセルを用いて測定した. 試験片の変位は試験片の2箇所の切り欠きに石英ガラス棒 を固定し,変形時の切欠きの間隔の変化を電気炉外で逐次,レーザーを用いた変位測定器で測定 した. 試験片の温度管理は Fig. 2.6 に示すように R 型熱電対を試験片平行部の上・下部の2箇所 にスポット溶接し,それぞれの熱電対を温度制御器に接続し,電気炉を PID 制御して行った. スポット溶接に用いた有限会社近藤生産性技術所製の超小型スポット溶接装置マイウェルダーを Fig. 2.7 に示す. また試験前のセッティング状態を Fig. 2.8 に示す.

c) 試験方法 試験片断面積算出のため,試験片平行部の板幅および板厚をマイクロメーター でそれぞれ5点測定し平均値を算出した.ひずみの取得には,試験片の2箇所の切り欠きに石英 ガラス棒を固定し,変形時の切欠きの間隔の変化を電気炉外で逐次,株式会社キーエンス製のレ

ーザー変位測定器を用いて測定し算出した.そのため,毎回の試験前にまず,キャリブレーショ ンを行いレーザー変位測定器で読み取った測定値とガラス棒先端の変位の関係を求めた.その際, Fig. 2.9 に示す一定間隔で切り欠きのある専用の治具を用いた. Fig. 2.10 に変位計のキャリブレー ション結果の一例を示す.キャリブレーションを行った後,R型熱電対を取り付けた試験片を試 験機に取り付けた.そして,電気炉で試験片を加熱し,目標温度に対して上・下部測温点の温度 すべてが±10℃以内に納まってから10分間保持した.保持の後,熱膨張量だけ試験片取り付け 下部の治具を変位させて,その位置を変位原点として試験を開始した.試験は試験片が破断した ところで終了した.

| Table 2.1 | 供試材の公称組成(| (mass%) | |
|-----------|-----------|---------|--|
|-----------|-----------|---------|--|

| Al | Mn | Zn | Si | Cu | Ni | Fe | Ca | other | Mg |
|---------|---------|---------|------|------|-------|-------|------|-------|-----|
| 2.5-3.5 | 0.2-1.0 | 0.7-1.3 | 0.05 | 0.05 | 0.005 | 0.005 | 0.04 | 0.3 | bal |



Fig. 2.1 供試材の極点図



Fig. 2.2 単軸試験片形状



Fig. 2.3 アルミ板を取り付けた試験片



Fig. 2.4 試験機外観図



Fig. 2.5 引張試験装置概略図



Type R thermocouple Fig. 2.6 R型熱電対を取り付けた試験片



Fig. 2.7 超小型スポット溶接装置







Fig. 2.9 変位計キャリブレーション用ジグ



Fig. 2.10 変位計キャリブレーション結果の一例

2.2.3 単軸試験条件

試験温度は, RT(室温), 100, 150, 200 および 250℃の4条件, 引張速度は初期のひずみ速度が 0.1, 0.01 および 0.001s⁻¹となるように, 試験片平行部が 35mm であることから, それぞれに対応 して 3.5mm s⁻¹, 0.35 mm s⁻¹ および 0.035 mm s⁻¹ の 3 条件とした.

2.2.4 結果および考察

Fig. 2.11 から Fig. 2.20 に、試験温度 RT, 100, 150, 200 および 250℃における種々のひずみ速 度での公称応力-公称ひずみ曲線と真応力-真ひずみ曲線を示す. なお、公称応力-公称ひずみ曲線 と真応力 - 真ひずみ曲線ともに破断までの試験結果である.本供試材は RT でほとんどひずみ速 度依存性を示さないが、100℃以上の結果ではひずみ速度の上昇とともに流動応力が上昇してお り、その傾向は温度の上昇に伴い顕著となった.

Fig. 2.21 から Fig. 2.26 にひずみ速度 0.1, 0.01 および 0.001s⁻¹ における種々の温度での公称応力-公称ひずみ曲線と真応力-真ひずみ曲線を示す.いずれのひずみ速度においても温度が上昇する につれ流動応力が低下しており,顕著な温度依存性が観察された.さらに温度の上昇に伴って加 工硬化の度合いが小さくなっていることが確認できた.

マグネシウムの結晶構造は、稠密六方格子である.マグネシウムのすべり系は、六方晶の底面の{0001}面、柱面の(10(-)10)面、錐面の{101(-)1}面でのいずれも〈11(-)20〉方向へのすべり、および二次錐面と呼ばれる{112(-)2}面での〈11(-)2(-)3〉方向へのすべりがある.底面でのすべりは底面すべり、それ以外を併せて非底面すべりと呼ぶ.室温において、底面すべりに対する臨界分解せん断応力(以下、CRSS)は0.6~0.7MPa、非底面すべりに対するそれは40MPa以上であり、非底面すべりのCRSSは底面すべりのCRSSと比べ非常に大きな値である.しかしながら、非底面すべりのCRSSは顕著な温度依存性を持ち、温度上昇とともに低下し、底面すべりと非底面すべ

りの CRSS の差が小さくなる.また、マグネシウム合金の圧延板材は稠密六方格子の底面が板面 に平行に配向した底面集合組織を形成する.これは、上述のように温度上昇に伴い底面すべりと 非底面すべりの CRSS の差が小さくなるとはいえ底面すべりが優先的に生じるためである.Fig. 2.1 に示すように本研究で用いたマグネシウム合金板は一般的な底面集合組織を有している.室 温での塑性変形では、非底面すべりの CRSS は底面すべりに比べ非常に大きな値であるため、底 面すべりの活動が主体となる.しかしながら、一般に多結晶体の塑性変形では5つ以上のすべり 系の活動が結晶粒界でのひずみの連続条件を満たすために必要であるため、底面すべりだけでは 不十分となる.そのため、非底面すべりの中でも比較的 CRSS の低い柱面すべりや、唯一すべり 方向の異なる二次錘面すべりの活動が不可欠となる.塑性変形のためには底面すべり以外のこれ らのすべり系が活動できる応力レベルになる必要があるため、本研究における試験結果の中で、 RT での試験結果は他の試験結果に比べ流動応力が高くなると考えられる.RT 以上では温度の上 昇と共に非底面すべりの CRSS が低下するため、流動応力が低下する.また、加工硬化率の低下 および流動応力のひずみ速度依存性を示すようになる.

延性については、150℃,200、250℃での伸びはRT、100℃の場合に比べて明らかに大きくなっ ているが、低速度の 150℃と 200℃の結果を比べると 150℃の伸びがわずかに 200℃に比べて大き くなっている.これらの結果を他の研究者らの結果と比較してみると今回の試験においても AZ31 板に固有の性質であると考えられる。例えば、宅田らの研究⁽¹⁾によると、厚さ 0.8mm の汎用マグ ネシウム合金板材 AZ31B-O の温間引張試験において、200℃においてもひずみ速度が低速になる につれ延性は向上し、ひずみ速度一定でRTから200℃の範囲において温度が上昇するにつれ延性 が向上するという試験結果が得られている.また,大上らの研究⁽²⁾や高津らの研究⁽³⁾においても 宅田らと同様の傾向が得られている.一般に,破断伸びは加工硬化率(いわゆるn値)に支配さ れる一様伸びとひずみ速度依存性(いわゆる m 値)に強く支配される局部伸び(くびれ発生から 最終破断にいたる伸び)の和として表される.高温変形では、温度の上昇に伴い加工硬化率が低 下することによって一様伸びは減少するがひずみ速度依存性が強くなるのでくびれの進展が抑え られるため、一般的には温度とともに破断伸びが大きくなることが多く、宅田らをはじめとした AZ31 板に引張り試験結果でもそのような解釈がなされている⁽⁴⁾. しかし, 加工硬化率とひずみ速 度依存性は結晶粒径や集合組織にも依存しており、急激に延性が上昇する150~200℃の範囲では 破断伸びに及ぼす温度と速度の影響は素材ごとに傾向が異なる可能性は否定できない.なお, AZ31の高温引張り特性に関する従来の研究では、200~400℃の範囲がよく調べられており、この 範囲では破断伸びは主に局所伸びに支配されているため、温度が高いほど、またひずみ速度が遅 いほど延性が増大するという結果が報告されている.



Fig. 2.11 RT における種々のひずみ速度での公称応力-公称ひずみ曲線



Fig. 2.12 RT における種々のひずみ速度での真応力-真ひずみ曲線



Fig. 2.13 100℃における種々のひずみ速度での公称応力-公称ひずみ曲線



Fig. 2.14 100℃における種々のひずみ速度での真応力-真ひずみ曲線



Fig. 2.15 150℃における種々のひずみ速度での公称応力-公称ひずみ曲線



Fig. 2.16 150℃における種々のひずみ速度での真応力-真ひずみ曲線



Fig. 2.17 200℃における種々のひずみ速度での公称応力-公称ひずみ曲線



Fig. 2.18 200℃における種々のひずみ速度での真応力-真ひずみ曲線



Fig. 2.19 250℃における種々のひずみ速度での公称応力-公称ひずみ曲線



Fig. 2.20 250℃における種々のひずみ速度での真応力-真ひずみ曲線



Fig. 2.21 ひずみ速度 0.1s⁻¹における種々の温度での公称応力-公称ひずみ曲線



Fig. 2.22 ひずみ速度 0.1s⁻¹における種々の温度での真応力-真ひずみ曲線



Fig. 2.23 ひずみ速度 0.01s⁻¹における種々の温度での公称応力-公称ひずみ曲線



Fig. 2.24 ひずみ速度 0.01s⁻¹における種々の温度での真応力-真ひずみ曲線



Fig. 2.25 ひずみ速度 0.001s⁻¹における種々の温度での公称応力-公称ひずみ曲線



Fig. 2.26 ひずみ速度 0.001s⁻¹における種々の温度での真応力-真ひずみ曲線

2.3 温間角筒絞り試験

2.3.1 供試材

供試材として,2.1節の温間単軸引張試験で用いたものと同じ公称組成の AZ31B マグネシウム 合金板を使用した.

2.3.2 温間角筒絞り試験

a) 試験片 角筒絞り試験には Fig. 2.27 に示す正八角形の試験片を使用した. 板厚は 0.5mm と なっている. 本実験では,定規を使用してマグネシウム合金に印をつけ,ハンド式シャーリング ベンダーにより切断し,材料を八角形(*a*=60~115mm, *b*=0.414 *a*)に切出した.

b) 試験装置 試験は,自作の温間角筒深絞り試験装置をインストロン型万能試験に装着して行った. 試験装置の模式図を Fig. 2.28 に示す. 試験装置はパソコンで操作する. 加熱はしわ押さえおよびダイス部で行い,パンチは自然昇温とした. ヒーターはダイスに 200W×8 本の 1.6kW,しわ押さえに 200W×8 本の 1.6kW 設置されている. ここで,パンチサイズは 50mm×50mm,ダイ穴サイズは 52mm×52mm,クリアランス 1mm,パンチストロークは最大 50mm,パンチ,ダイの肩R は 5mm,材質は SKD61 である. 使用潤滑油は,日本工作油株式会社 GM-100 マグネシウム工作油である.

c) 試験方法 試験温度は,試験機のヒーターの温度調節器により調節する.設定温度に達したら潤滑剤を両面に塗布した試験片を設置する.試験片を設置する時に試験片にしわ押さえ力が 均等に加わるように試験機の中心と試験片の中心を一致させる.試験片を設置した後,試験片温 度が均一になるように5分程度試験片を置いておく.試験は試験片が絞り切れるまでもしくは破 断までとした.

d) 試験条件 試験条件として, 試験温度は試験片表面温度が 100, 125, 150, 175 および 200℃になるように金型温度を制御した. パンチ速度は 3, 30 および 300mm min⁻¹とした.

2.3.3 試験結果および考察

Table 2.2 に、試験温度 100, 125, 150, 175 および 200℃における各試験速度での試験結果を示 す.最後まで絞れた条件は〇,絞り切れず成形不良が発生した条件は×で示している.また、Fig. 2.29 に代表的な角筒絞り試験の成功例と失敗例の試験片の写真を示す.2.2.3 節の結果からもわか る通り,RT から 100℃までの温度では非常に延性が低いため絞り加工を行うことは困難であるが、 125℃以上の条件においては延性が大幅に向上するため、絞り加工が可能となっている.また、 125℃以上の条件においてもパンチ速度が速い条件では延性が低いため成形不良が発生してしま っている.

これらの結果から角筒絞りにおいても温度が高く,成形速度が遅いほど成形性が高い傾向が確 認できた.しかし,175℃,*a*=101mmの条件,175および200℃の条件の*a*=106mmを見ると,速 度が速い条件のほうが成形性が良いという結果になっている.これは絞り力とカップの肩部およ び壁部の流動応力のバランスが成形に影響を及ぼすためであると考えられる.十分延性が向上し た条件においては流動応力がある程度高い状態の方がカップ肩部や壁部での局所的な変形を抑制 できるため175および200℃の条件において30および300mm⁻¹の条件の成形性が高くなった ものと考えられる.

2.4 まとめ

本章では、AZ31 マグネシウム合金板について、室温から200℃における単軸引張試験を実施す ることで、変形抵抗と延性に及ぼす温度とひずみ速度の影響を調査した.また、温間角筒絞り成 形試験を種々の温度と成形速度で行い、絞り成形性に及ぼす温度と速度の影響を調べた.その結 果について下記に示す.

- ・温間単軸引張試験においてマグネシウム合金板の応力—ひずみ特性の顕著な温度および速度依存性が確認された.試験温度の上昇に伴い流動応力は低下し延性も向上した.また,RTにおいてはそれほど表れていない速度依存性についても温度が高い条件では顕著に表れた.
- ・温間角筒絞り試験においてにおいても温度が高く,成形速度が遅いほど成形性が高い傾向が確 認できた.しかし,175℃,a=101mmの条件,175および200℃の条件のa=106mmを見ると, 速度が速い条件のほうが成形性が良いという結果になっている.これは絞り力とカップの肩部 および壁部の流動応力のバランスが成形に影響を及ぼすためであると考えられる.+分延性が 向上した条件においては流動応力がある程度高い状態の方がカップ肩部や壁部での局所的な変 形を抑制できるため175および200℃の条件において30および300mmmin⁻¹の条件の成形性が 高くなったものと考えられる.



Fig. 2.27 試験片形状



Fig. 2.28 温間角筒深絞り試験機模式図









第2章 参考文献

- (1) 宅田裕彦,井上大輔:塑性と加工,43-503(2002),1173-1177.
- (2) 大上哲郎, 関口昭一, 菊池正夫, 伊藤叡: 塑性と加工, 42-482(2001), 246-248.
- (3) 高津正秀,廣中智也,中塚章太,斎藤尚文,吉田総仁,中哲夫,岡原治男,東健司:塑性と 加工,49-566(2008),221-225.
- (4) 高津正秀: 塑性と加工, 50-576(2009), 13-17.

第3章 面内応力反転における塑性変形挙動

3.1 はじめに

マグネシウム合金板の室温における面内応力反転では,引張り予変形後の反転圧縮により双晶 変形が起こり,また,その後の再反転引張り負荷時の双晶解消変形により特異な繰返し応力-ひ ずみ特性を示すことが知られている.最近,Wuらは室温において AZ31B の繰返し塑性変形実験 を行い,そのときの応力--ひずみ応答を求めるとともに,中性子散乱法による集合組織の観察を 行っている⁽¹⁾.一方,Piaoらは,AZ31B 板 について,250℃までの高温で繰返し塑性変形実験結 果を報告⁽²⁾している.そこでは各温度における繰返し応力--ひずみ曲線を示しているが,集合組 織の観察は行っていない.

そこで、本研究では、薄板に対して高温で面内反転負荷を付与できる実験装置を新たに開発し、 これを用いて、AZ31B 板の室温から 200℃までの高温における繰返し塑性変形実験を行い、その ときの応力–ひずみ応答について調査した.また、繰返し塑性変形の各段階にて XRD 解析を行 い、このときの変形モード(すべり変形、双晶変形および双晶解消)と結晶回転について調査した.

3.2 面内応力反転負荷実験

3.2.1 供試材

供試材として,2.1節の単軸引張試験で用いたものと同じ AZ31B マグネシウム合金板を使用した.

3.2.2 実験方法

a) 試験片

試験片形状をFig. 3.1 に示す. 試験片は平行部長さ20mm,板幅10mmであり圧延方向に対して 0°方向にワイヤー放電加工で切り出して用いた. 治具取付け用の穴を空けた後,十分なひずみ 除去と試験片ごとのばらつきを抑えるため,条件を300℃で30分間として焼鈍した. 焼鈍した後, エタノールで試験片表面を脱脂し, Fig. 3.2 に示すように試験片両端の治具取り付け部に適する形 状の金属板を接着剤で接着し,ねじで締め付けた. この金属板の接着は,試験片つかみ部の異常 変形を防止する補強のために行ったものである. なお,接着剤として常温での試験においては電 気工業株式会社製のハードロックおよび温間での試験においては株式会社東洋アソシエイツ製の 耐熱接着剤 U-METAL AD1000 を用いた. はみ出した接着剤は治具への取り付けに支障を来すた め,乾燥後に取り除いた.

b) 実験装置

試験装置の外観図および試験装置全体の概略図をそれぞれ Fig.3.3 および Fig.3.4 に示す. 試験 機はオートグラフ AG-IS(定格荷重 50kN)を使用した. 試験片に掛かる荷重はロードセルを用いて 測定した. 試験片の変位の測定には株式会社キーエンス製の渦電流式変位センサーを取り付けた 変位計を用いた. 試験片平行部の標点間に変位計の先端をバネの力で押し当て, 接着剤で固定し, 試験片の変形を渦電流式変位センサーで測定した. 出力される荷重信号および渦電流式変位計か らの出力信号はコンピューターによって一括して収集した.

この試験では温間単軸引張試験と同様,試験片を加熱し所定の目標温度で試験を実施するため,

試験片加熱装置を製作した.

c) 試験片加熱装置

試験片と試験片の雰囲気温度の加熱・保持のため、恒温槽とヒーター付き座屈防止治具を製作 した.Fig.3.5に恒温槽内部、Fig.3.6に恒温槽背面およびFig.3.7にヒーター付き座屈防止治具を 示す.恒温槽は周囲を断熱板で構成されており、株式会社八光電機製作所の熱風発生装置 HAP2151Fからの熱風を取り込むため、両側面下部に送風口が設けられている.座屈防止治具に はヒーター(定格出力200W)が4本取り付けられており、座屈防止ジグの試験片近傍にはシース型 熱電対が取り付けられている.また、ヒーターの出力はボルトスライダーによって電圧を変える ことによって調節できる.試験中、試験片は座屈防止治具で挟み込まれているため、試験片とシ ース型熱電対で温度を計測する座屈防止ジグの試験片近傍は同一温度であるとして、シース型熱 電対で計測される温度が目標温度となるように4本のヒーターをPID制御した.また、試験片温 度と座屈防止治具の試験片近傍の温度の関係および試験片の温度分布を調査した.

予備試験は試験温度 100℃, 150℃および 200℃について実施した.予備試験において, Fig. 3.8 に示すように試験片温度は試験片中央および試験片平行部の両端部付近の計 3 箇所に熱電対をスポット溶接にて取り付けて取得した.熱電対を取り付けた試験片と座屈防止治具の間には実際の試験と同様に Fig. 3.9 に示すように潤滑剤と潤滑シートを挟み,それらの熱伝導への影響を考慮した. なお,潤滑剤として PTFE・MCA 系固体潤滑剤(住鉱潤滑剤株式会社製)および潤滑シートとしてテフロンシート(中興化成工業株式会社製)を用いた.

目標温度を 100℃とし, 雰囲気温度を約 70℃, 座屈防止治具の試験片近傍の温度を 100℃に設 定したときの試験片平行部の上部,中部および下部の温度の時間推移を Fig. 3.10 に示す. 同様に, 目標温度を 150℃とし, 雰囲気温度を約 115℃, 座屈防止治具の試験片近傍の温度を 150℃に設定 したときの結果を Fig. 3.11 に, 目標温度を 200℃とし, 雰囲気温度を約 160℃, 座屈防止治具の試 験片近傍の温度を 200℃に設定したときの結果を Fig. 3.12 に示す. これらすべての条件で目標温 度到達後 10 分保持した時点で, 試験片の温度分布は試験温度付近でほぼ 5℃の範囲に納まること が確認された. したがって, それぞれの試験温度において以上の条件で加熱を行い, 目標温度到 達後の保持時間を 10 分間として試験を実施した.

試験片の断面積算出のため,試験片平行部の板幅および板厚をマイクロメーターでそれぞれ 5 点測定し平均値を算出した.試験片中央部に標点間距離 10mm の間隔で油性ペンにより線を引き, 変位計先端の押し当て位置を印した.温間単軸試験と同様に,試験前にまず,変位計のキャリブ レーションを行い渦電流式変位センサーの出力電圧と変位計の金属棒先端の変位の関係を求めた. その際, Fig. 3.13 に示す一定間隔で切り欠きのある専用の治具を用いた. Fig. 3.14 にキャリブレ ーション結果の一例を示す.キャリブレーション後,槽内温度をある程度昇温し,潤滑剤と潤滑 シートを付着させた試験片を取り付け,変位計の金属棒先端を押し当て,アロンアルファで接着 した.接着剤が乾燥後,座屈防止治具で試験片を挟み込み,4 本のバネ付ボルトで締め付けしわ 抑え力が約 1.7MPa になるよう調整した.そして,槽内を目標温度に加熱した後,試験片の加熱 を開始し,目標温度に達したら 10 分間保持した.10 分保持後,試験を開始した.試験中,変位 計の出力電圧が応力反転する真ひずみに対応した値に達した瞬間,自動で応力方向が反転するよ うになっている.

3.2.3 実験条件

マグネシウム合金は引張変形と圧縮変形で応力 - ひずみ挙動が異なり,圧縮後の引張において は双晶の解消および結晶の回転の影響で通常の引張変形とは異なる挙動を示す.そこで本研究で は引張後圧縮繰返し試験に加え,圧縮後引張繰返し試験も行った.

a) 引張後圧縮繰返し実験

実験条件は,温度をRT,100,150 および 200℃の 4 条件,引張速度を初期のひずみ速度が 0.05s⁻¹, 0.01s⁻¹ および 0.001s⁻¹ となるように,試験片平行部が 20mm であることから 60,12 および 1.2mm s⁻¹ の 3 条件とした. 試験は引張りから開始し,真ひずみで 2.5%, -2.5%, 3.5%, -3.5%, 5.0%および -5.0%の順で負荷を反転し引張りと圧縮を繰り返した.

b) 圧縮後引張繰返し実験

実験条件は、温度が RT, 100, 137, 150 および 200℃の 5 通り、クロスヘッド速度は初期ひず み速度の実測値が約0.001 s⁻¹になるように定めた.ここで、137℃の条件は事前に行った予備試験 より、双晶変形による変曲点が表れなくなる直前の温度となっている.Fig. 3.15 に各種温度で行 った予備試験の結果を示すが、137℃でわずかに見られる変曲点が 150℃では現れないことがわか る.負荷は圧縮から開始し、±4%のひずみ振幅で負荷を反転し圧縮、引張を 2 サイクル繰り返し た.集合組織は、RT、137 および 200℃の各温度において種々の変形段階で取り出した試験片に 対して X 線回折(XRD)で測定し、極点図で示した.集合組織の測定は全自動水平型多目的 X線 回折装置(株式会社リガク製 SmartLab)を使用し、Cu-K α線を用いた In-Plane 反射法(出力 45kV, 200mA,測定ステップ 5°)で行った.



Fig. 3.1 面内応力反転負荷試験に用いた試験片形状



Fig. 3.2 金属板を取り付けた試験片



Fig. 3.3 試験装置の外観



Fig. 3.4 試験装置の概略図



Fig. 3.5 恒温槽内部拡大図



Fig. 3.6 恒温槽背面



Fig. 3.7 ヒーター付き座屈防止治具の概略図


Fig. 3.8 温度測定予備試験における熱電対の取り付け位置



(a) 潤滑剤と潤滑シートの位置



(b) 潤滑剤:住鉱潤滑材株式会社製スミテック P1 (c) 潤滑シート:中興化成工業株式会社製



(c) 潤滑シート:中興化成工業株式会社製 スカイブドテープ

Fig. 3.9 潤滑剤と潤滑シート



Fig. 3.10 試験温度 100℃の場合の温度履歴



Fig. 3.11 試験温度 150℃の場合の温度履歴



Fig. 3.12 試験温度 200℃の場合の温度履歴





(a) 治具形状

(b) A と B を重ね合わせた治具

Fig. 3.13 変位計キャリブレーションに用いた治具



Fig. 3.14 変位計キャリブレーション結果



Fig. 3.15 ひずみ速度 0.001 s⁻¹ おける双晶および双晶解消変形の 温度依存性についての予備試験結果

3.2.4 実験結果および考察

a) 引張後圧縮繰返し実験

Fig. 3.16から **Fig. 3.18** にそれぞれ試験温度 RT, 100℃, 150℃および 200℃において種々のひず み速度での試験から得られた真応力-真ひずみ曲線を,また, **Fig. 3.19**から **Fig. 3.23** にひずみ速度 が 0.05, 0.01 および 0.001s⁻¹おける種々の温度下で得られた真応力-真ひずみ曲線を示す. いずれ の条件においても単軸引張り試験結果と同様に,圧縮変形においても温度およびひずみ速度の依 存性が観察された.

1.3節で述べたように、マグネシウム合金板の室温での塑性変形では、結晶粒界でのひずみの 連続条件を満たすために非底面すべりの中でも比較的 CRSS の低い柱面すべりや、唯一すべり方 向の異なる二次錘面すべりの活動が不可欠となる.そして、双晶変形も重要な役割を担う.マグ ネシウム合金板では引張型の{101(-)2} 〈1(-)011〉双晶が最も観察される.この引張型の{101(-)2}

〈1(-)011〉双晶は、c軸方向に引張ひずみを生じる変形で発生する.本研究で用いたような底面集 合組織を有するマグネシウム合金板では引張型の{101(-)2} 〈1(-)011〉双晶は板厚方向に垂直方向 の圧縮変形で発生する.そのため、引張と圧縮で変形機構が異なるため、Fig.3.16のようにRTで の面内応力反転試験の結果は引張側と圧縮側で非対称な曲線となる.

RTにおいて得られた結果は第1章で述べた Park ら⁽³⁾の結果と組織的な変化形態について同様の 性質を持つことが考えられる.

Fig. 3.17 の 100℃での結果では Fig.3.16 の RT と同様に,変形に対する双晶の影響が確認できた.

しかしながら,RTの場合に比べ,引張側の流動応力は小さい.これは温間単軸引張試験の結果 からわかるように,温度の上昇に伴い流動応力および加工硬化率が低下するためだと考えられる. 圧縮側の流動応力は100℃とRTではほぼ等しいが,3サイクルの後半では100℃の方が流動応力 が低くなることが確認された.引張型の{101(-)2}〈1(-)011〉双晶の温度依存性は低く⁽⁴⁾,すべり 変形は温度依存性があるため,双晶変形が支配的な3サイクル目の圧縮側前半では100℃とRTの 流動応力はほぼ等しく,すべり変形が支配的な3サイクル目の圧縮側後半では100℃とRTの 流動応力はほぼ等しく,すべり変形が支配的な3サイクル目の圧縮側後半では100℃の方が流動 応力が低くなったことが推測される.また,100℃ではひずみ速度が低くなると引張側および圧 縮側の流動応力は低くなる.温間単軸引張試験の結果よりすべり変形についてはひずみ速度依存 性があるためひずみ速度の減少によって流動応力が低下することが影響していると考えられる. しかしながら,すでに述べたように引張型の{101(-)2}〈1(-)011〉双晶のひずみ速度依存性はほと んどないにもかかわらず,この双晶が主な変形機構となる部分についても流動応力に差が見られ る.これは,100℃におけるすべり変形のひずみ速度依存性からひずみ履歴が異なるため,組織 内の転位の堆積に違いが生じ,結果として双晶の形成に影響を及ぼしたためだと考えられる.

Fig. 3.44 の 150℃での結果では曲線の形状から、ひずみ速度 0.05s⁻¹では双晶変形の影響が見られ、ひずみ速度が遅くなるにつれて双晶変形の影響がなくなることがわかる.これは温度の上昇に伴い活動するすべり系が増え、さらにひずみ速度依存性があることから、ひずみ速度が遅くなるにつれ双晶変形に代わってすべり変形が優先されたためだと考えられる.

Fig. 3.18 の 200℃での結果では曲線の形状から,全ひずみ速度において双晶変形の影響が見られなくなる.これは 150℃と同様に,温度の上昇に伴い活動するすべり系が増えてすべり変形が 優先されたためであると考えられる.また,200℃では再降伏時に強いバウシンガ効果が確認さ れた.さらに,ひずみ速度 0.01s⁻¹および 0.001s⁻¹では加工硬化がほとんど見られない.これは本 合金が 200℃近傍で動的再結晶を起こす^{(5),(6)}ためではないかと推測される.

b) 圧縮後引張繰返し実験

Fig. 3.24 から Fig. 3.26 にそれぞれ RT, 137℃および 200℃における応力-ひずみ曲線とその曲線 上の A~F 点における極点図を示す. 焼鈍したマグネシウム合金を室温で c 軸配向方向に伸ばす と,底面すべりに連動して 2 番目に臨界分解せん断応力の低い引張双晶が発生し,この双晶発生 に要する応力が初期降伏応力に対応することが知られている⁽¹⁾.この引張双晶主体の変形モード は十分軟化した結晶の変形の初期段階でのみ見られ,この間流動応力は停滞する.すべり変形に よる加工ひずみの蓄積(転位の増殖)に伴って引張双晶の発生は抑制され,加工硬化を伴ったす べり変形主体の変形モードに移行する.このことを踏まえて種々の温度での繰返し圧縮・引張に おける真応力-真ひずみ曲線と集合組織変化の関係を見ていく.

RTのFig. 3.24 では、最初の圧縮過程(A~B)は定応力で進行する引張双晶主体の変形モードで、B点に近づくとやや加工硬化が見られ、すべり変形主体の変形モードに移行していると考えられる.この間に、集合組織は、板厚方向(ND)に c 軸が配向した底面配向から圧延方向(RD)への c 軸の回転が生じていることを示しており、主すべり系である底面すべりは継続して生じていると考えられる.同じ圧縮でも、2 サイクル目(D~E)は、加工ひずみの蓄積により最初から硬化を伴うすべり変形主体の変形モードになっている.この間に、c 軸の配向は ND から RD に変化しており、応力-ひずみ曲線のループがサイクルに対して内側に湾曲するのは、この結晶回転の途中で底面すべりのシュミット因子が最大になるからである.最初の反転引張過程では、通常

40

の金属材料の反転負荷では見られない B~C, C~D の 2 段階硬化となっている. BC 間では,降 伏点近傍が応力反転の直後から非常になだらかな弧を描いており,これは双晶の縮小・消滅にバ ウシンガ効果が加わった結果と考えられる. C 点の少し手前に変曲点があり C 点では下に凸の曲 線になっているが,これは AB 間とは逆の結晶回転が生じ,その過程でシュミット因子が極大に なるためと考えられる. C 点ではすでに元の焼鈍材と同程度の強さの底面配向になっており,D 点ではさらに配向が強まっている. バウシンガ効果による一時的な加工軟化はあってもすべり変 形に伴う加工硬化は徐々に進行しており,再び圧縮に転じる DE 間では,1サイクル目より耐力 が増す. その後も AB 間のような応力停滞はなく緩やかな硬化を示すことから,双晶でなくすべ り変形主体の変形モードになっていると考えられる. ここでは,AB 間に比べてひずみ幅が大き い分より大きな結晶回転が生じ,E 点での RD 方向への c 軸の配向は1サイクル目の B 点より強 まっている. そのため,引張に転じる EF 間でシュミット因子が極大となる変曲点は,1サイクル 目より右にずれるものと考えられる.

137℃のFig. 3.25では、応力-ひずみ曲線、極点図ともにRTのものと同様の傾向を示しているが、 室温の場合と比べると、全体として応力-ひずみ曲線が平坦になっており1サイクルの応力差が小 さくなっている.また、ABおよびDE間での結晶回転がやや小さくなっているが、これは温度上 昇に伴い底面以外のすべり系の CRSS が低下して活動するようになったこと、そして {10(-)12}<(-)1011>引張双晶の温度依存性が低い⁽⁴⁾ことにより双晶の発生量が減少したためだと考 えられる.

200℃の Fig. 3.26 では、圧縮時の応力の停滞および引張時の変曲点は完全に消えており、圧縮 側と引張側で曲線が対称となっている.集合組織観察においても、ピーク強度に多少の変化はみ られるが結晶の回転はほとんど見られないことから、底面と非底面の CRSS の差が減少したと考 えられる.

Fig. 3.27 は温度による繰返し変形挙動の変化を明確に示すため、各温度の応力-ひずみ関係をサ イクル別にまとめたものである. (a)には1サイクル目、(b)は2サイクル目を示す. 温度上昇に伴 い非底面の CRSS が低下し圧縮側と引張側の曲線が対称になることがわかる. これは温度上昇と ともに双晶変形の影響が小さくなることを意味している. また1サイクル目の室温から150℃に おいては降伏応力がほぼ同じになっているが、150℃では変曲点がほとんど見られなくなってい ることから、150℃近傍の温度では CRSS が低下したことにより、非底面すべりが十分活動でき るようになり、結晶回転が殆ど生じなくなったためだと考えられる. さらに、200℃では大幅に 降伏応力が低下している. 200℃では非底面すべりの CRSS がさらに低下し降伏応力が低下した ものと考えられる.

これらのことから温度による双晶変形・双晶解消そして結晶の回転による底面集合組織の変化 がマクロな応力-ひずみ挙動に大きく影響することがわかる.

3.3 まとめ

本章では,AZ31B マグネシウム合金圧延板の面内応力反転負荷試験を室温から 200 ℃までの 種々の温度で行い,その変形挙動および集合組織を観察した.得られた主な結果は以下のとおり である.

・室温では、非底面すべりが起こりにくいためすべり・双晶・双晶解消変形が繰返し変形では順

次あるいは混合して生じる.その結果,圧縮側と引張側の応カーひずみ応答が大きく異なる挙 動を示す.繰返し実験の各段階での集合組織(極点図)の観察からこれらの変形モードがどの ようなものであったかが特定できた.

・200 ℃の高温では、非底面すべりが活性化するため、結晶の回転がほとんど見られない.また、 流動応力レベルは室温および137 ℃のものより大きく低下していた.137 ℃では、繰返しの応 カーひずみ挙動の引張・圧縮側非対称性はあまり顕著ではないが、集合組織観察からはすべり 変形とともに双晶変形および双晶解消が混在していることがわかった.以上のように、繰返し 塑性変形における応力-ひずみ応答の変化は、すべり変形の強い温度依存性(とくに非底面す べりの CRSS の温度依存性)と温度に不敏感な双晶変形(および双晶解消)から説明すること ができる.



Fig. 3.16 RT における引張後圧縮繰返しの真応力-真ひずみ曲線



Fig. 3.18 150℃における引張後圧縮繰返しの真応力-真ひずみ曲線



Fig. 3.20 ひずみ速度 0.05s⁻¹における引張後圧縮繰返しの真応力-真ひずみ曲線







Fig. 3.23 ひずみ速度 0.001s⁻¹における引張後圧縮繰返しの真応力-真ひずみ曲線



Fig. 3.24 RT における圧縮後引張繰返しの真応力-真ひずみ曲線および各変形点での極点図



Fig. 3.25 137℃における圧縮後引張繰返しの真応力-真ひずみ曲線および各変形点での極点図



Fig. 3.26 200℃における圧縮後引張繰返しの真応力-真ひずみ曲線および各変形点での極点図





第3章 参考文献

- (1) L.Wu, S.R. Agnew, Y. Ren, D.W. Brown, B. Clausen, G.M. Stoica, H.R. Wenk and P.K. Liaw: *Materials Science and Engineering A*, 527(2010), 7057-7067.
- (2) K. Piao, J.K. Lee, J.H. Kim, K. Chung, F. Barlat, and R.H. Wagoner: *International Journal of Plasticity*, 38(2012),27-46.
- (3) S.H. Park, S.G. Hong, W. Bang and C.S. Lee: *Materials Science and Engineering A*, 527 (2010), 417-423.
- (4) A. Chapuis and J.H. Driver: Acta Materialia, 59(2011), 1986-1994.
- (5) D.L. Yin, K.F. Zhang, G.F. Wang, W.B. Han: *Materials Science and Engineering A*, 392(2005), 320-325.
- (6) S.B. Yi, S. Zaefferer, H.G. Brokmeier: *Materials Science and Engineering A*, 424(2006), 275-281.

第4章 温間引込み曲げによるスプリングバックの抑制

4.1 はじめに

板材のプレス加工において、スプリングバックは製品の形状精度に大きく影響する.スプリン グバックの大きさはおおむね σ/E (σ :塑性変形抵抗, E:ヤング率)に比例するが、マグネ シウム合金はヤング率 (E)が18GPaと極めて小さいため、スプリングバック量は必然的に大き くなり、その対策は重要である.第2、3章で示したように、マグネシウム合金の変形抵抗 (σ) は温度とともに大きく低下するので、スプリングバック対策として温間成形は有望である.

そこで本章では、プレス加工で多く見られる変形モードとして引込み曲げを取り上げる.引込 み曲げにおけるスプリングバックの実験を室温で行った例は、ハット曲げ形式の実験も含めて、 数多く報告されているが^{(1),(2)}、マグネシウムにおける高温での実験報告は見当たらない.本研究 では、室温から 200℃で AZ31 合金帯板の引込み実験を行い、温度と引込み速度がスプリングバッ クに及ぼす影響を調査した.

4.2 温間引込み曲げ試験

4.2.1 供試材

供試材として,2.1節の単軸引張試験で用いたものと同じ AZ31B マグネシウム合金板を使用した.

4.2.2 試験方法

a) 試験片

試験片形状を Fig. 4.1 に示す. 試験片は平行部長さ 265mm,板幅 20mm であり圧延方向に対し て 0°方向にワイヤー放電加工で切り出して用いた. 試験片断面積算出のため,試験片平行部の 板幅および板厚をマイクロメーターでそれぞれ 5 点測定し平均値を算出した. 試験片は Fig. 4.2 に示すとおり試験機に取り付けるためにダイに沿うように曲げた後,十分なひずみ除去と試験片 ごとのばらつきを抑えるため,条件を 300℃で 30 分間として焼鈍した. 焼鈍した後,エタノール で試験片表面を脱脂した.

b) 試験装置

試験装置の外観図および試験装置全体の概略図をそれぞれ Fig. 4.3 および Fig. 4.4 に示す. 試験 機は大まかにモーター部,油圧部およびダイス部によって構成されている. 試験片の両端はチャ ックにより固定する. 試験片のチャックの一方は角ネジと平歯車を介してモーターに接続されて おり直線運動をする. もう一方はアクチュエーターに接続され油圧サーボシステムによる荷重制 御を行う. この機構によって, Fig. 4.5 に示すように試験片に一定の張力および速度の下でダイス 肩部に沿った引張り曲げ,曲げ戻しを付加することができる.

チャックと角ネジ,アクチュエーターの間にはロードセルが取り付けられており,引き込み力 が測定できる.試験チャック部には直線型ポテンショメータがそれぞれ取り付けてあり,試験片 の引込み量が計測できる.

試験機は PC によって制御され任意の変位量および任意の荷重を制御プログラム上で設定する ことができる.モーターは PC で設定された信号により速度制御される.設定信号は,一定速度 域とその速度に達するまでの加速度域および設定された変位量でストップするための減速域で構 成される速度信号をプログラム上で作成し、その信号を D/A ボードより出力する. なお、モータ ーはオートレーターにより無断変速制御される. またアクチュエーターは油圧ユニットを動力源 としサーボバルブによって制御され一定荷重を試験片に与える. サーボバルブは D/A ボードより 出力された信号電圧と、角ネジ側に取り付けられたロードセルより出力された信号電圧との差を 0 にするフィードバック制御系によって制御する. 潤滑剤と潤滑シートを付着させた試験片を装 置に取り付け, 試験片を目標温度まで加熱した後 10 分間保持した. 10 分保持後, 試験を開始し た.

c) 試験片加熱装置

試験片の加熱のためダイスには3本のヒーターが挿入されており,ダイ表面の試験片近傍には シース型熱電対が取り付けられている. Fig. 4.6 にダイス加熱部の概略図を示す. ヒーターの出力 はボルトスライダーによって電圧を変えることによって調節できる. 試験片の加熱・温度保持は PID 制御によって行った.

4.2.3 試験片の温度測定

試験中,試験片は曲げ部近傍が加熱されながら引張方向にスライドしていく.そのため試験中 に試験片に熱電対をスポット溶接して試験片温度を取得するのは困難であった.そこで試験片の 温度とダイ表面の温度の関係を予備試験によりあらかじめ調査し,試験中は試験片温度を直接計 測せず,ダイ表面の試験片近傍の温度を熱電対で計測し,試験片が目標の温度になるようにヒー ターを PID 制御する手法を採った.

予備試験は試験温度 100℃, 150℃および 200℃について実施した.予備試験において, 試験片 温度は試験片曲げ部中央に熱電対をスポット溶接にて取り付けて取得した. 熱電対を取り付けた 試験片と金型の間に潤滑剤と潤滑シートを挟み, それらの熱伝導への影響を考慮した. なお, 潤 滑剤および潤滑シートは第 3 章で用いたものと同じものを使用した. 目標温度を 100℃とし, ダ イ表面の試験片近傍の温度を 95.5℃に設定したときの試験片平行部中心の温度の時間推移を Fig. 4.7 に示す. 同様に, 目標温度を 150℃とし, ダイ表面の試験片近傍の温度を 144℃に設定したと きの結果を Fig. 4.8 に, 目標温度を 200℃とし, ダイ表面の試験片近傍の温度を 192.5℃に設定し たときの結果を Fig. 4.9 に示す. Fig. 4.7 から Fig. 4.9 を見ると, すべての条件で昇温開始 10 分後 の時点で試験片温度の変動は試験温度付近で 5℃以内の範囲に納まることが確認された. したが って, それぞれの試験温度において以上の条件で加熱を行い, 加熱開始後の保持時間を 10 分間と して試験を実施した. 引込み曲げ実験中の温度については, ダイ肩に沿う試験片の曲げ部温度を サーモグラフィーで計測し, 実験中も初期の温度からのずれがほとんどないことを確認した.







Fig. 4.2 試験片取付けのための曲げ予変形



Fig. 4.3 試験装置外観

Fig. 4.4 試験装置概略図











4.2.4 試験条件

試験温度は, RT, 100, 150 および 200℃の4条件, 引込速度は0.1, 0.01 および 0.001mm s⁻¹の 3条件とした.また引込み荷重としてそれぞれの条件における降伏荷重の1/2の荷重を試験片に負荷した.

4.2.5 試験結果および考察

Fig. 4.10 から Fig. 4.12 に試験終了(スプリングバック)後の試験片形状が試験温度によってどのように異なるかを示している. Fig. 4.13 から Fig4.16 は,試験温度ごとに,スプリングバックに及ぼす試験片引込み速度の影響を示したものである. Fig. 4.17 および Fig. 4.18 は,それぞれスプリングバック後の残留曲率に及ぼす温度と引抜き速度の影響をまとめたものである.

これらの結果より、温度が高いほどスプリングバックが小さくなっており、温度 200℃、引抜 き速度 0.01mms⁻¹の実験ではスプリングバックがほとんどなくなっていることがわかる. これは 第 2、3 章の結果からもわかる通り、材料の流動応力が温度上昇とともに低下したためであると考 えられる. スプリングバックの駆動力となる変形後の応力(厳密には曲げモーメント)はおおむね変 形抵抗に比例すると考えられ、変形抵抗の低下に伴ってスプリングバックは減少する. しかし、 単軸引張り試験や繰返し引張り圧縮試験における変形抵抗レベルからは 200℃においてスプリン グバックがほとんどなくなる現象は説明できない. というのは、200℃における変形抵抗は室温に 比べてもせいぜい 1/4 程度であるが、スプリングバック後の残留曲率はそれよりもはるかに小さ くなっているからである. この現象は、高温変形における動的回復による応力緩和によりスプリ ングバックの駆動力となる曲げモーメントの値が大きく低下したためと考えられる. 単軸引張り や繰返し引張り圧縮試験でも温度が高いほど変形抵抗の速度依存性が大きくなっているが、これ は高温におけるクリープ・応力緩和が大きいことを示唆している. スプリングバックに及ぼす変 形速度(引抜き速度)の影響は温度が高くなるほど顕著となっているのもこのことと対応してい る.

4.3 まとめ

マグネシウム合金板の引込み曲げにおいて温度と引込み速度がスプリングバックに及ぼす影響 を調査した.その結果,第2章の結果と同様に顕著な温度および速度依存性が確認できた.

温度の上昇に従いスプリングバックは顕著に小さくなり,200℃,引抜き速度 0.01mms⁻¹の条件 ではスプリングバックはほとんどなくなっていた.これは変形抵抗の温度依存性とともに動的回 復による応力緩和が大きく影響しているとい思われる.また,高温においては引抜き速度が遅い ほどスプリングバックが小さくなるが,この現象も変形抵抗の温度依存性と応力緩和機構により 説明することができる.

以上の実験結果から 200℃以上の温度での成形でスプリングバックをほほぼ抑制できることが わかったが、このことは実際のマグネシウム合金板のプレス成形条件設定に重要な指針となる.



Fig. 4.10 試験速度 0.01 mm s⁻¹ における各種温度条件の試験後の試験片形状



Fig. 4.11 試験速度 0.1 mm's⁻¹における各種温度条件の試験後の試験片形状



Fig. 4.12 試験速度 1.0 mm s⁻¹ における各種温度条件の試験後の試験片形状



Fig. 4.13 試験温度 RT における各種試験速度条件の試験後の試験片形状



Fig. 4.14 試験温度 100℃における各種試験速度条件の試験後の試験片形状



Fig. 4.15 試験温度 150℃における各種試験速度条件の試験後試験片



Fig. 4.16 試験温度 200℃における各種試験速度条件の試験後の試験片形状



Fig. 4.17 スプリングバックに及ぼす温度の影響



Fig. 4.18 スプリングバックに及ぼす速度の影響

第4章 参考文献

- (1) F. Pourboghrat and E. Chu: Journal of Materials Processing Technology, 50(1995), 361-374.
- (2) 林豊, 高木美智雄: 鉄と鋼, 68-9(1982), 110-117.

第5章 成形限界

5.1 はじめに

板材の成形限界を示すものとして成形限界ひずみを主ひずみ平面上に表す成形限界線図 (FLD: Forming Limit Diagram,成形限界線は FLD: Forming Limit Curve と呼ばれる)が広く使わ れている.マグネシウム合金の温間成形についても種々の温度における FLD の実験結果が報告さ れている⁽¹⁾.ところで,一般的に FLD はひずみの進行方向が一定となる比例変形において求めら れている.しかし, Fig. 5.1 に示すように実際のプレス成形においてはひずみの進行方向は一定と は限らず,このような変形モードは非比例変形と呼ばれる.非比例変形における成形限界ひずみ は比例変形のそれとは大きく異なることはよく知られており,これを求めるための理論もいくつ か提案されている^{(2)~(4)}.しかし,材料の変形挙動が温度と速度に大きく依存する温間成形におけ る非比例変形 FLD についてはこれまで報告された例がほとんどない.

そこで本章では、AZ31B マグネシウム合金板の球頭パンチ張出し試験により、非比例変形成形限界を実験的に求めた.ひずみ経路としては、単軸引張り(ひずみ比 $\alpha = \varepsilon_2 / \varepsilon_1 = -0.5$)、および等二軸引張り(ひずみ比 $\alpha = \varepsilon_2 / \varepsilon_1 = 1$)の2種類のものを選び、これらを種々に組合せた非比例変形を試験片に与えてそのときの成形限界ひずみを求めた.また、比例変形 FLD から非比例変形 FLD を求める方法を提案し、実験結果を用いてその妥当性を検証した.

5.2 温間張出し実験方法

5.2.1 供試材

供試材として, 2.1 節の単軸引張試験で用いたものと同じ公称組成の AZ31B マグネシウム合金 板を使用した.

5.2.2 実験方法

FLD を求める上で代表的な成形加工の方法として張出し成形がある. 張出し成形には平頭パン チ張出し成形(以後M-K法)と球頭パンチ張出し成形(以後中島法)がある. M-K法は試験片とパ ンチの間の摩擦の影響を最小限に抑えることが可能であるという長所を持ち合わせながらも, 試 験準備が煩雑で, かつ平面ひずみ状態を得るのに工夫が必要等の短所がある. 一方で中島法は試 験片とパンチの間の摩擦の影響を受けやすいが, 試験準備は簡便である. 現在のところ, 成形限 界試験では実際のプレス成形における環境に近いため中島法が使われる傾向がある. このような 背景から, 本研究では中島法を採用し球頭パンチで実験を行った.

a) 試験片

Fig. 5.2 に試験の模式図を示す. 矩形試験片(等二軸予ひずみ:120×120mm, 単軸予ひずみ:130×157.5mm)に予ひずみを与えた後, 試験片をワイヤーカット放電加工機にて種々のひずみ比になる板幅に切出した. 単軸方向予ひずみを与える試験においては試験片表面に 50×50mm 内に 2mm の格子をスタンプし,2×2mm,6×6mm,10×10mm 格子の変形量の計測を行ない, 張出試験においては試験片表面に直径 6.145mm のスクライブドサークルをスタンプし変形量の計測を行った.また試験片ごとのばらつきを抑えるため,条件を 400℃で 30 秒として焼鈍した.

b) 実験装置

250kN 容量のインストロン型万能試験機を用いて温間球頭張出し試験を行った.実験に用いた 温間単軸試験装置および温間球頭張出し試験装置の概略図を Fig. 5.3 に示す.

実験機本体はおもに支柱、台座、ダイスおよびパンチから構成されている.インストロン型万 能試験機の下部に支柱を取り付け、その上に台座とダイスを取り付ける.また、インストロン型 万能試験機のクロスヘッド部にはパンチを取り付ける.パンチは直径 50mm、球頭部半径 25mm の球頭パンチであり、ヒーターを挿入するための穴が8つ、熱電対を挿入するための穴が2つ付 いた構造となっている.ダイスには上型ダイスと下型ダイスがあり、ダイスの穴径は64mm、ダ イス肩半径は6.5mmである.また、下型ダイスにも試験片温度を上昇させるためにヒーターの穴 が8つと熱電対を挿入するための穴が2つ付いた構造となっている.ヒーターと熱電対は共に温 度制御装置と接続されており、試験片温度が規定の温度に保たれるように設定されている.設定 温度と試験片表面温度とでは違いがあるために温度の検定を行っており、その結果として得られ た温度検定表をTable 5.1 に示す.さらに、熱の流出を防ぐために実験機に計5枚の断熱材を使用 しており、下型ダイスと台座との間に3枚、上型ダイスと上板との間に2枚挿入されている.実 験装置下部にはCCDカメラを装着してある.CCDカメラはテレビとデジタル録画装置に接続さ れており、画像に映し出されるスクライブドサークルよりひずみの計測が可能となる.

潤滑剤はスプレータイプ潤滑離型材 L-BN(昭和電工株式会社)を採用した.ブランクはボル ト・ナット8本をトルクレンチにて 30kN→60kN→90kN と順に締め付け,各ボルトの締め付け負 荷が均等になるようにした.ブランクを締め付けることで試験片にビードがつく.このビードが つくことにより試験片の流入を防ぐ役割を果たしている.なお L-BN とは,潤滑・離型材料(スプ レータイプ)で主成分は窒化ホウ素 1.8%・有機バインダー1%・溶剤 32.2%・DME65%である.主な 特長は優れた熱的安定性,耐荷重性,被膜特性等があり鍛造やガラス細工,各種金型成型の潤滑 等に用いられ,約 900℃まで耐えることができる.

c) 実験条件

試験条件はパンチ速度 3,30 および 300 mm.min⁻¹ (ひずみ速度では 10⁻³,10⁻² および 10⁻¹s⁻¹),温度は 150,200 および 250[°]Cの 3 温度とした.また単軸予ひずみ付加の一次試験においてはひずみ速度 が張出試験と同じになるようにクロスヘッドスピードを 4.4,44,440 mm min⁻¹ として実験を行った. 非比例変形 FLD を求めるために,まず比例変形における単軸引張方向(ひずみ比 $\alpha = \varepsilon_2 / \varepsilon_1 = -0.5$)および等二軸引張方向(ひずみ比 $\alpha = \varepsilon_2 / \varepsilon_1 = 1$)の2 種類の予ひずみを与え た後,種々のひずみ方向(単軸引張り,平面ひずみおよび等二軸引張り)で破断するまで試験を

行った.

d) 計測方法

ひずみ計測方法にはスクライブドサークルを直接測定する方法と CCD カメラで撮影した画像より計測する方法の2種類があり、本実験ではその双方を用いたが、計測方法により成形限界ひずみが異なることはなかった.

<実測>

一般的にスクライブドサークルの計測方法には①破断部測定法,②破断部近傍測定法,③3 サ

ークル測定法の3種類ある.①は割れ発生部にまたがるサークルを対象とし、割れている部分の 長さを差し引く手法である.②は割れ発生部で割れに最も近く、かつ割れに接していないサーク ルを対象として計測する手法である.そして、③は割れ発生部にまたがるサークルおよびその両 隣のサークルを測定し、ひずみ分布の影響を修正する手法である.本研究では、局部くびれ限界 に近い値を得ることを目的としているため、②の破断部近傍測定法を採択した.実測に用いた計 測機器を Fig. 5.4 に示す.この計測機器を用いて変形後のスクライブドサークルを割れ部近傍の5 箇所測定し、それぞれの箇所において長軸 d₁、短軸 d₂を測定した(Fig. 5.5).そして、試験前にス タンプしたスクライブドサークルの直径 6.145mm を初期直径 d₆とし、対数ひずみを算出した.そ の5つのひずみ量の平均値を算出し、平均値をその試験片でのひずみ量とした.

<ビデオ映像による計測>

ビデオ画像の計測に用いたテレビとデジタル録画装置とビデオ画像の一例を Fig. 5.6 に示す. ビ デオ画像に表れている白線はカメラの光線である.光線はビデオ画像を見やすくするだけでなく, カメラを試験片の中心に合わせる際に重要な役割を果たしている.ビデオ画像の計測では, CCD カメラで撮影した画像を録画装置に取り込み,その取り込んだ画像を PC にて処理し計測を行った. ただし, 球頭パンチを用いているため球の中心部でしかカメラ画像のピントが合っていない. そ のため破断部のひずみの計測ではなく,中心部のひずみを計測した.

5.3 非比例変形 FLD の算出方法の提案

非比例 FLD の算出方法を考えるうえで次のような力学的枠組みを前提とする.

・ 塑性構成式は(5-1)式で与えられると考えられる. ここで、 $\sigma_{ii}, s_{ii}, \sigma_m, \bar{\sigma}$ はそれぞれ応力、偏

差応力,平均応力および相当応力を表す.また,よ,はそれぞれ塑性ひずみ速度,相当塑性ひずみ速度および相当塑性ひずみであり,*T*は温度である.

$$\sigma_{ij} = s_{ij} + \sigma_m \delta_{ij}, \quad s_{ij} = \frac{2i}{3i}, \quad \overline{\sigma}$$

$$\overline{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ij}} = \overline{\sigma} \left(\overline{\varepsilon}, i, \dots, j\right)$$

$$(5-1)$$

$$\overline{\sqrt{3} \cdot \sqrt{3}}, \quad \overline{\sqrt{3} \cdot \sqrt{3} \cdot \sqrt{3}}, \quad \overline{\sqrt{3} \cdot \sqrt{3} \cdot \sqrt{3} \cdot \sqrt{3}}, \quad \overline{\sqrt{3} \cdot \sqrt{3} \cdot$$

これらの式は、特定の温度において現在の応力 σ_{ij} は相当塑性ひずみと現在の塑性ひずみ速度 i_{ij} により一義的に決まることを示している.

・ 成形限界はひずみの局所化の結果として決まる. すなわち, 塑性構成式が与えられれば成形限 界は力学計算の結果算出できる.

以上の前提から考えると、成形限界ひずみは材料の変形履歴としての相当塑性ひずみ E と現時

点での塑性ひずみ速度: の方向によって一義的に決まることになる.

このことより、既知の比例変形 FLD を用いて任意の非比例変形 FLD (成形限界ひずみ)を決定 する方法を以下に提案する. その概念図を Fig. 5.7 に示す. 最終ひずみ増分方向が θ となる非比例 ひずみ経路 O-O'-A における成形限界点 A を求めたいとする. これは、ひずみ経路 O→O'→A に 至る累積相当塑性ひずみ $\overline{\epsilon}_A$ が最終ひずみ増分方向に対応する塑性ひずみ方向 (原点 O から θ 方向) の比例経路における成形限界点 B における相当塑性ひずみ $\overline{\epsilon}_B$ と等しくなる点として決定できる ($\overline{\epsilon}_A = \overline{\epsilon}_B$). なお、この方法は速度非依存塑性体を前提とした平原ら⁽⁵⁾の手法を温度および速度 依存塑性体へ拡張したものとなっている.



Fig. 5.1 プレス成形におけるひずみ経路

Fig. 5.2 各種ひずみ経路における実験工程



Fig. 5.3 試験装置模式図 (a)温間単軸試験 (b)温間張出試験

| Punch temperature[°C] | Die temperature[°C] | Specimen surface temperature[°C] |
|-----------------------|---------------------|----------------------------------|
| 165 | 165 | 150 |
| 220 | 220 | 200 |
| 275 | 275 | 250 |

Table 5.1 試験装置温度検定表



Fig. 5.4 スクライブドサークルの実測に用いた計測機器



Fig. 5.5 スクラブドサークル概念図



Fig. 5.6 録画装置およびスクライブドサークルの撮影映像



Fig. 5.7 非比例変形における成形限界ひずみ(点 A)を比例変形成形限界限界ひずみ(点 B)から求める方法

5.4 結果および考察

5.4.1 比例変形 FLD — 温度と成形速度の影響

Fig. 5.8 にパンチ速度 3mm⁻¹の条件における各温度の, **Fig. 5.9** に試験温度 250℃の条件における各パンチ速度の比例変形 FLD を示す.これらの結果から,比例変形における限界ひずみは温度が高くなるほど,またひずみ速度が遅くなるほど大きくなることがわかる.このような傾向は,
AZ31 についての Lee ら⁽⁶⁾の実験報告,アルミニウム合金 A5083-O の FLD についての Naka ら⁽⁷⁾ の研究結果にも一致している.

5.4.2 非比例変形 FLD の予測と実験結果による妥当性の検証

代表的な温度速度条件における FLD とその各種ひずみ経路での成形限界における相当塑性ひず みを Fig. 5.10 および Fig. 5.11 に示す. Fig. 5.10 には, 150℃, 300mm⁻¹ での以下のような非比 例変形張出し試験の結果を示している.

(1) 最終のひずみ方向が等二軸変形(ひずみ増分比 $\Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 = 1$)

① 単軸引張り $(\Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 = -1/2) \rightarrow$ 等二軸引張り $(\Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 = 1)$

(2) 最終のひずみ方向が平面ひずみ変形 $(\Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 = 0)$

① 単軸引張り $(\Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 = -1/2) \rightarrow$ 平面ひずみ引張り $(\Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 = 0)$

② 等二軸引張り $(\Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 = 1) \rightarrow$ 平面ひずみ引張り $(\Delta \varepsilon_2 / \Delta \varepsilon_1 = 0)$

これらの結果では、「一次変形のモードに関わらず、限界相当塑性ひずみ(累積塑性ひずみ)は 最終のひずみ進行方向に関して一義的に決まる」とする本論文での提案が妥当であることを示し ている.

Fig. 5.11 には、250℃、300mm min⁻¹ での同様な非比例変形張出し試験の結果を示している. この 結果も非比例変形 FLD に関する本論文の提案がほぼ妥当であることを示している. ただし、「単 軸引張り → 平面ひずみ引張り」および「等二軸引張り→平面ひずみ引張り」における限界相当 塑性ひずみは平面ひずみの比例変形におけるそれより少し大きくなっていることがわかる. これ は、一次変形後に試験片を平面ひずみ張出用に加工し、再加熱するというプロセスがあり、その ときに回復・再結晶が起こって一次変形の加工硬化が一部消失したためと思われる. 実際のプレ ス成形では、ひずみ経路の変化は成形の連続プロセスで生じるので、こうしたことはほとんど問 題にならないと考えられる.

5.5 まとめ

AZ31 マグネシウム合金板の非比例変形 FLD への温度,速度の影響を調査した.その結果を以下に示す.

- 成形温度が高くなるに従い成形限界は高くなり、成形速度が速くなるに従い成形限界は低下している.また温度上昇に伴い速度依存性が顕著になっている.
- ・ 既知の比例変形 FLD を用いて任意の非比例変形 FLD(成形限界ひずみ)を決定する方法を新たにに提案した.成形限界相当塑性ひずみの大きさは最終の塑性ひずみの進行方向によって 一義的に決定することができる.したがって,比例変形 FLD を用いて,あらかじめ限界相当 塑性ひずみをひずみの進行方向の関数として定めておけば,非比例変形の場合の成形限界は ひずみ進行方向と累積相当塑性ひずみを観測するだけで決定することができる.
- ・AZ31 板の RT~250℃における非比例変形 FLD の実験から、上記の非比例成形限界ひずみの決 定法が妥当であることが確かめられた.



Fig. 5.8 比例変形 FLD の温度比較(パンチ速度 3mm min⁻¹)



Fig. 5.9 比例変形 FLD の速度比較(試験温度 250°C)



Fig. 5.10 温度 150℃, パンチ速度 300mm min⁻¹における比例変形・非比例変形成形限界実験結果 (a)成形限界線図, (b)各ひずみ経路における限界相当塑性ひずみ



Fig. 5.11 温度 250℃, パンチ速度 300mm min⁻¹における比例変形・非比例変形成形限界実験結果 (a)成形限界線図, (b)各ひずみ経路における限界相当塑性ひずみ

第5章 参考文献

- (1) N. Tetsuo, N. Yasuhide, U. Takeshi, R. Hino, F. Yoshida, M, Kohzu, K. Higashi: *International Journal of Modern Physics B*, 22(2008), 6010-6015.
- (2) A.K. Tadros and P.B. Mellor: International Journal of Mechanical Sciences, 17-3(1975), 203-210.
- (3) 久保寺治朗,中岡一秀,上野康:塑性と加工,11-109(1970),134-141.
- (4) 吉田健吾, 桑原利彦, 黒田充紀: 塑性と加工, 46-537(2005), 982-988.
- (5) 平原篤,藤井裕,日野隆太郎,吉田総仁:塑性と加工,52-606(2011),821-827.
- (6) Y.S. Lee, Y.N. Kwon, S.H. Kang, S.W. Kim and J.H. Lee: *Journal of Materials Processing Technology*, 201(2008), 431-435.
- (7) T. Naka, G. Torikai, R. Hino and F. Yoshida: *Journal of Materials Processing Technology*, 113(2001), 648-653.

第6章 結言

本研究では、マグネシウム合金板の温間成形技術を確立するために、AZ31 板の高温における塑 性変形挙動を実験的に明らかにするとともに、温間プレス成形における重要基礎項目であるスプ リングバックと張出し成形限界について実験的に検討した.

本論文は5章より成っており、その内容を各章ごとに要約すると次のようになる.

第1章では、本論文の主題に関する研究の工業的ならびに学問的背景を述べ、この分野における従来の研究を展望して本研究の位置づけを行うとともに、本研究の内容を説明した.

第2章では、AZ31B マグネシウム合金板について、室温から250℃における単軸引張試験を実施することで、変形抵抗と延性に及ぼす温度とひずみ速度の影響を調査した.また、温間角筒絞り成形試験を種々の温度と成形速度で行い、絞り成形性に及ぼす温度と速度の影響を調べ、以下の結果を得た.

- ・温間単軸引張試験においてマグネシウム合金板の応力一ひずみ特性の顕著な温度および速度依存性が確認された.試験温度の上昇に伴い流動応力は低下し延性も向上した.また,室温においてはそれほど表れていない速度依存性についても温度が高い条件では顕著に表れた.
- ・角筒絞りにおいても温度が高いほど成形性が良い傾向が確認できた.絞り成形性に及ぼす成形 速度の影響については温度条件によって異なり、かならずしも成形速度が遅いほど絞り性が向 上するとは言えない.絞り成形限界は、フランジ部のダイ穴への流入に必要な絞り力とカップ の肩部および壁部の変形抵抗のバランスから決まる.ある温度域では、変形抵抗の速度依存性 が高いため、高速で成形したほうが破断危険部であるカップ肩部や壁部での局所的な変形を抑 制できるため、成形速度が速いほど成形性が高くなる場合もある.

第3章では,AZ31Bマグネシウム合金圧延板の面内応力反転負荷試験を室温から200℃の種々の温度で行い,その変形挙動および集合組織を観察した.得られた主な結果は以下のとおりである.

- ・室温では、非底面すべりが起こりにくいため、繰返し変形ではすべり・双晶・双晶解消変形が 順次あるいは混合して生じる。その結果、圧縮側と引張側の応力-ひずみ応答が大きく異なる 挙動を示す。繰返し実験の各段階での集合組織(極点図)の観察からこれらの変形モードがど のようなものであったかが特定できた。
- ・200℃の高温では、非底面すべりが活性化するため、主な変形機構はすべりであり、結晶の回転はほとんど見られない。流動応力が室温より大きく低下していた137℃では、繰返しの応力ーひずみ挙動の引張・圧縮側非対称性はあまり顕著ではないが、集合組織観察からはすべり変形とともに双晶変形および双晶解消が混在していることがわかった。以上のように、繰返し塑性変形における応力-ひずみ応答の変化は、すべり変形の強い温度依存性(とくに非底面すべりのCRSSの温度依存性)と温度に不敏感な双晶変形(および双晶収縮)から説明することができる。

75

第4章では、AZ31B板の温間引込み曲げにおいて温度と引込み速度がスプリングバックに及ぼ す影響を調査した.

温度の上昇に従いスプリングバックは顕著に小さくなり,200℃,引込み速度0.01mms⁻¹の条件 ではスプリングバックはほとんどなくなっていた.これは変形抵抗の温度依存性とともに動的回 復による応力緩和が大きく影響しているとい思われる.また,高温においては引込み速度が遅い ほどスプリングバックが小さくなるが,この現象も変形抵抗の温度依存性と応力緩和機構により 説明することができる.

以上の実験結果から 200℃以上の温度での成形でスプリングバックをほとんど抑制できること がわかったが、このことは実際のマグネシウム合金板の温間プレス成形条件設定に重要な指針と なる.

第5章では、AZ31Bマグネシウム合金板の非比例変形 FLD への温度、速度の影響を調査した.

- ・ 成形温度が高くなるに従い成形限界は高くなり、成形速度が速くなるに従い成形限界は低下 している.また温度上昇に伴い速度依存性が顕著になっている.
- ・ 既知の比例変形 FLC を用いて任意の非比例変形 FLD(成形限界ひずみ)を決定する方法を新たに提案した.成形限界相当塑性ひずみの大きさは最終の塑性ひずみの進行方向によって一義的に決定することができる.したがって,比例変形 FLD を用いて,あらかじめ限界相当塑性ひずみをひずみの進行方向の関数として定めておけば,非比例変形の場合の成形限界はひずみ進行方向と累積相当塑性ひずみを観測するだけで決定することができる.
- ・ AZ31B 板の RT~250℃における非比例変形 FLD の実験結果から、上記の非比例成形限界ひず みの決定法が妥当であることが確かめられた.

第6章では、本研究で得られた結果を各章ごとに総括した.

以上のように、本論文では、マグネシウム合金 AZ31B 板の基礎的な温間変形挙動を結晶観察の 側面からも調査し双晶および双晶解消がマクロな挙動に及ぼす影響について明らかにした.

また,温間プレス成形については、スプリングバックを抑制できる温度・速度条件を明らかに し、さらに非比例変形 FLD の予測手法について提案することができた.これらの成果は、今後ま すます需要が拡大するであろうマグネシウム合金板温間プレス成形技術に対して有益な知見を与 えマグネシウム合金の積極的な利用に大きく貢献するものと期待される.

謝辞

本研究の遂行にあたり,日頃から研究方針,内容につきましてご指導,ご助言をいただきまし た広島大学の吉田総仁教授,日野隆太郎准教授,濱崎洋助教,近畿大学の上森武准教授,弓削商 船高等専門学校の中哲夫教授に心から感謝の意を表します.また実験遂行にあたって多大なご協 力をいただいた大阪府立大学の高津正秀講師,兵庫県立大学の足立大樹准教授に感謝の意を表し ます.最後に,日々協力していただいた弾塑性工学研究室の皆様に深く感謝いたします.