

令和 6 年 6 月 23 日現在

機関番号：13102

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2022～2023

課題番号：22K18900

研究課題名（和文）動的再結晶に基づくMg圧延材の新しい組織制御 - 強度と室温成形性の両立への挑戦 -

研究課題名（英文）Simultaneous improvement of strength and room-temperature formability of rolled Mg alloy by dynamic recrystallization based microstructural control

研究代表者

中田 大貴（Nakata, Taiki）

長岡技術科学大学・産学融合トップランナー養成センター・特任講師

研究者番号：80800573

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 5,000,000円

研究成果の概要（和文）：大ひずみ圧延加工によるマグネシウム合金圧延材の特異な集合組織形成メカニズムを解明した。Mg-3Al-0.4Mn(mass%)合金に圧下率50%の圧延加工を行い、熱処理を行ったところ、(0001)面が圧延面に対して90°程度も傾斜する結晶配向を形成することがわかった。電子線後方散乱回折（EBSD）による同視野観察や透過EBSD等の詳細な組織観察の結果、超微細な動的再結晶粒と引張双晶を同時に形成させることが、特異な結晶配向の形成に重要な役割を果たすことを見出した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

既存マグネシウム合金圧延材は、室温成形性と強度特性を両立しないことが実用化の妨げとなっていた。これらの両立には、微細結晶組織と集合組織制御を同時に達成する必要があるものの、従来プロセスでは実現不可能であった。本研究成果として、大ひずみ圧延加工を行うことで、動的再結晶と引張双晶を促進させ、上記を同時に実現できる可能性を示した。大ひずみ圧延加工に適した合金組成や加工熱処理条件の最適化を進めることで、安価な生産コストで成形性と強度に優れたマグネシウム合金を提案できる可能性が高いため、本研究成果は、輸送機器の軽量化を促進する重要な技術になると期待される。

研究成果の概要（英文）：We clarified the unique texture development of a rolled Mg alloy fabricated by large-strain hot rolling. A Mg-3Al-0.4Mn (mass%) alloy was rolled using a rolling reduction ratio of 50%, and post-annealing resulted in the formation of the vertical alignment of the (0001) planes to the rolling plane. Quasi-in-situ electron backscattered diffraction (EBSD) and transmission EBSD were used to investigate the microstructural development. We found that the formation of fine dynamically recrystallized grains and tension twinning contributed to the unique texture after the large-strain hot rolling and post-annealing.

研究分野：材料加工、組織制御

キーワード：マグネシウム合金 圧延加工 結晶組織 引張双晶 電子線後方散乱回折 同視野観察 動的再結晶

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

マグネシウム合金は、構造用金属材料の中で最も軽く、その密度は 1.8 Mg/m³ と鉄鋼材料の 1/4.5、アルミニウム合金の 2/3 である。このため、自動車のパネル材としてマグネシウム圧延材を使用することで、車体重量の軽量化および燃費向上につながると期待されている。

マグネシウム圧延材の課題は、室温成形が困難なことである。例えば、一般的な展用マグネシウム合金である AZ31 (Mg-3Al-1Zn, mass%) 合金の室温成形性をエリクセン試験により評価すると、Limiting dome height は~3 mm となり、自動車パネル用アルミニウム合金の 1/3 程度しかない。このため、現状のマグネシウム圧延材の成形加工は、200 °C 以上の温間で行われることが多いものの、金型も加熱する必要があり、電気代が高く、製造コストが増大する。

室温で成形できる材料も提案されているが、強度特性との両立は難しい。特に最近では、熱処理を利用した成形性と強度の両立も進められており、新しい材料開発も進められているが、強度異方性があり、圧延方向の引張耐力が 200 MPa を超えるような場合でも、板幅方向の引張耐力は 150 MPa 程度であり、輸送機器の構造部材としては使い難い。

マグネシウム合金の特徴として、結晶粒径の微細化による強度と延性の同時改善が可能ということが挙げられる。特に、耐力に及ぼす結晶粒径の依存性は他金属と比較して大きく、さらに、結晶粒の微細化は強度異方性の改善にもつながる。この性質を最大限に活用することで、高い強度特性を有し、強度異方性も小さいマグネシウム圧延材開発が可能と考えられる。

一方で、優れた室温成形性を発現するためには、(0001)面の配向制御も欠かせない。すなわち、強度、室温成形性、強度異方性を同時に満足するためには、結晶粒の微細化と(0001)面の配向制御を同時に行う必要がある。従来の室温成形型マグネシウム圧延材開発では、圧延加工後に高温で熱処理を行うことで、(0001)面の配向制御を実現してきた。しかしながら、高温の熱処理時には結晶粒が粗大化してしまう。結晶粒の微細化に有効な要素として、動的再結晶はあるものの、従来、動的再結晶により(0001)面の配向を制御することは極めて困難とされてきた。しかしながら、双晶を起点とする動的再結晶を活発化させることで、(0001)面の配向制御も実現できる可能性があった。特に、圧延加工時の圧下率を大きくすることで、双晶や動的再結晶を活発化でき、結晶粒の微細化と(0001)面の配向制御を同時に実現できる可能性も高いと考えた。

2. 研究の目的

本研究では、双晶の有効活用による結晶粒径と(0001)面配向の同時制御技術開発を目的とした。本目的を達成するために、大圧下率の圧延加工により作製したマグネシウム合金の微細組織や熱処理に伴う組織変化を調べた。

3. 研究の方法

研究者が提案した新しい室温成形型の Mg-3Al-0.4M (mass%, AM30)合金を用いた。連続鋳造法により作製した AM30 合金インゴットをから、初期板厚 10 mm となる圧延用試料を採取し、415 °C にて 2 時間および 500 °C にて 12 時間よりなる均質化処理を行い、水冷した。均質化処理後、試料・ロール温度を 220 °C、ロール速度を 5 m/min、圧下率を 20%/pass として圧延加工を行った。圧延加工は、試料の再加熱を行うことなく 7 パス実施し、板厚 2 mm の圧延材を得た。板厚 2 mm の圧延材は 500 °C にて 1 時間の中間熱処理を行い、圧下率 50%/pass の圧延加工に供し、350 °C にて 1 時間の最終熱処理に供した。圧下率 50%/pass の圧延加工は 1 パスのみ実施した。試料・ロール温度およびロール速度は、それぞれ 220 °C および 5 m/min とした。

組織観察は、電子線後方散乱回折 (EBSD) 法により行った。組織観察面は圧延材の板幅方向に垂直な断面として機械研磨を行った。また、最終熱処理時の組織形成メカニズムを調べるために、EBSD 法による同視野観察を行った。同視野観察では、まず、機械研磨を行った圧延まま材の組織観察を行った。その後、真空下で 350 °C の熱処理に供し、圧延まま材の EBSD 測定箇所と同じ場所の組織観察を実施した。真空下での熱処理は、累計熱処理時間が 120 s となるように実施し、EBSD 法により各熱処理時間後の組織観察を行った。EBSD 法により得た逆極点図 (IPF) マップおよび極点図は、圧延面からの情報を表示するために、解析ソフトウェア上で回転処理を行った。また、圧延まま材の組織観察を詳細に行うために、透過 EBSD 法も用いた。

4. 研究成果

図 1 に、最終熱処理後の IPF マップおよび(0001)極点図⁽¹⁾を示す。IPF マップからわかるように、最終熱処理後の圧延材の表層近傍には、1120 極が圧延面の法線方向に平行となる結晶粒が多く存在していた。表層近傍から得た(0001)極点図からも、最終熱処理後の圧延材の表層近傍では、(0001)面が圧延面に対して 90 ° 程度傾斜した特異な方位を有する結晶配向が多いことが理解できる。

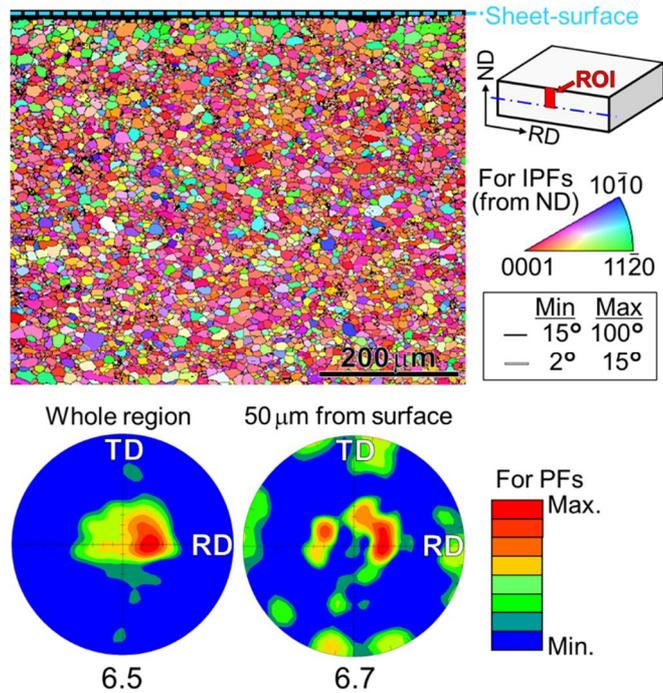


図 1 最終熱処理後の IPF マップおよび(0001)極点図⁽¹⁾

図 2 に、圧延まま材の(a) IPF マップおよび (b) Grain Orientation Spread(GOS)マップ⁽¹⁾を示す。大部分の結晶粒は、(0001)面が圧延面に対して平行となる典型的なマグネシウム圧延材の集合組織を示した。また、中央部では GOS 値が高く、転位が残留した変形組織であることがわかった。一方で、表層近傍では GOS 値の低い結晶粒が多く、動的再結晶が生じたことを示唆している。

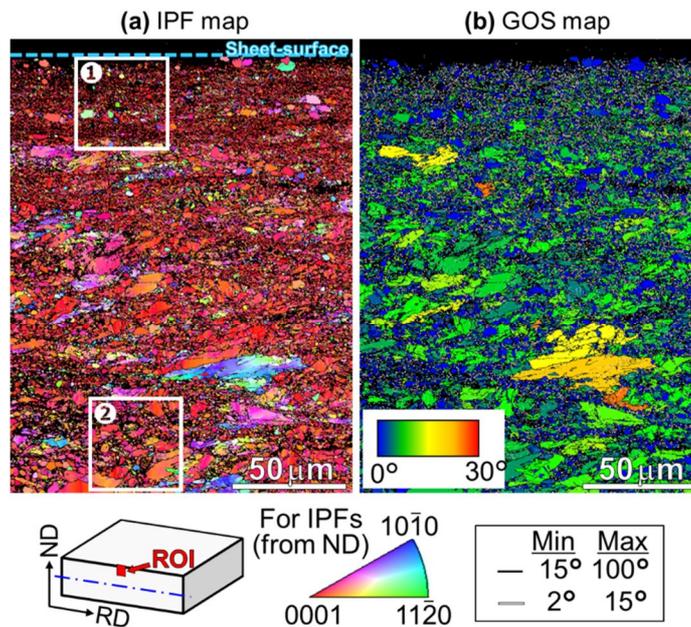


図 2 圧延まま材の(a) IPF マップおよび (b) Grain Orientation Spread(GOS)マップ⁽¹⁾

図 2(a)中の白枠領域（表層近傍、中央部）にて、EBSD 同視野観察を行った（図 3）。図 3 の上段は圧延材の表層近傍から得たデータ、下段は圧延材の中央部から得たデータ⁽¹⁾である。表層近傍では、1120 極が圧延面の法線方向に平行となる結晶粒が優先的に成長し、再結晶後には特異な(0001)面配向を示した。中央部でも、特異な(0001)面配向を有する結晶粒は成長したが、大部分の結晶粒は(0001)面//圧延面となる集合組織を有していた。また、圧延材の中央部から得た IPF マップの右下には引張双晶の存在も確認できたが、他の結晶粒の成長に伴い蚕食されることがわかった。

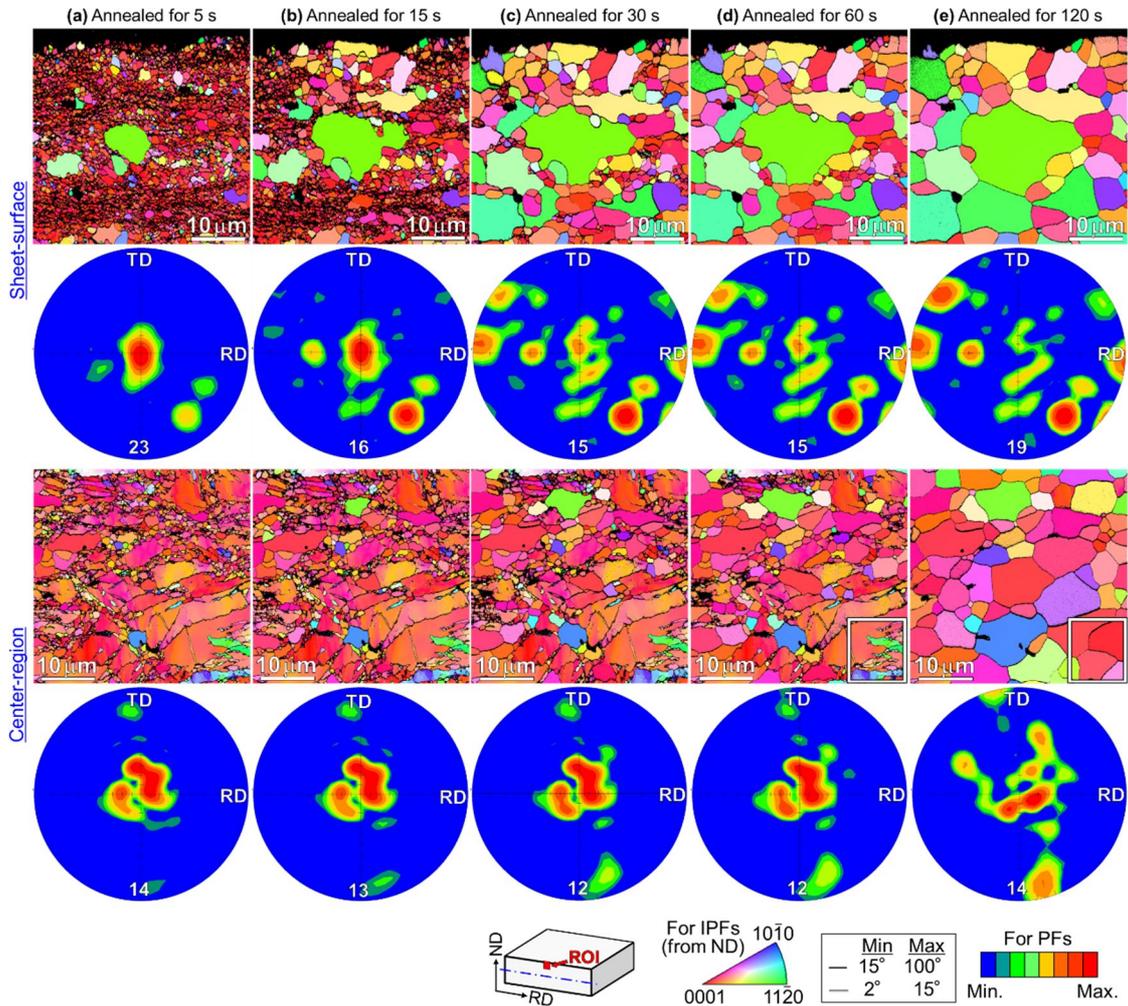


図3 図2(a)中の白樺領域（表層近傍、中央部）のEBSD同視野観察により得たIPFマップと(0001)極点図⁽¹⁾

図4(a)に、透過EBSDにより得た圧延まま材の表層近傍のIPFマップ⁽¹⁾を示す。図中の青丸は引張双晶が発生した箇所である。粒径1 μm 程度の動的再結晶粒が組織の大部分を占めていた。図4(b)に、Line 1およびLine 2に沿って得た方位差プロファイル⁽¹⁾を示す。Line 1は未再結晶粒から得た結果、Line 2は引張双晶内部から得た結果である。未再結晶粒および引張双晶内部では大きな方位差分布が生じており、連続再結晶の促進により、圧延まま材の表層近傍では、動的再結晶の割合が多くなったと考えられる。また、図3のEBSD同視野観察の結果から、引張双晶を起点とする再結晶粒が、特異な結晶配向形成に寄与したことがわかる。引張双晶は、中央部でも存在していたものの、再結晶後の特異な結晶配向形成には影響しなかった。これは、圧延材の表層部では動的再結晶粒が多く、これらの結晶粒界はエネルギーが高いため、熱処理に伴う成長が抑制され、引張双晶を起点とした再結晶粒の優先成長を促進したためと考えられる。一方で、圧延材の中央部では未再結晶粒の残留が多い。これは、周囲の動的再結晶が未再結晶粒の蚕食による成長しやすい状況である。大部分の動的再結晶粒は底面集合組織を有していたことから、圧延材の中央部では、熱処理後も特異な結晶配向は生じなかったと考えられる。

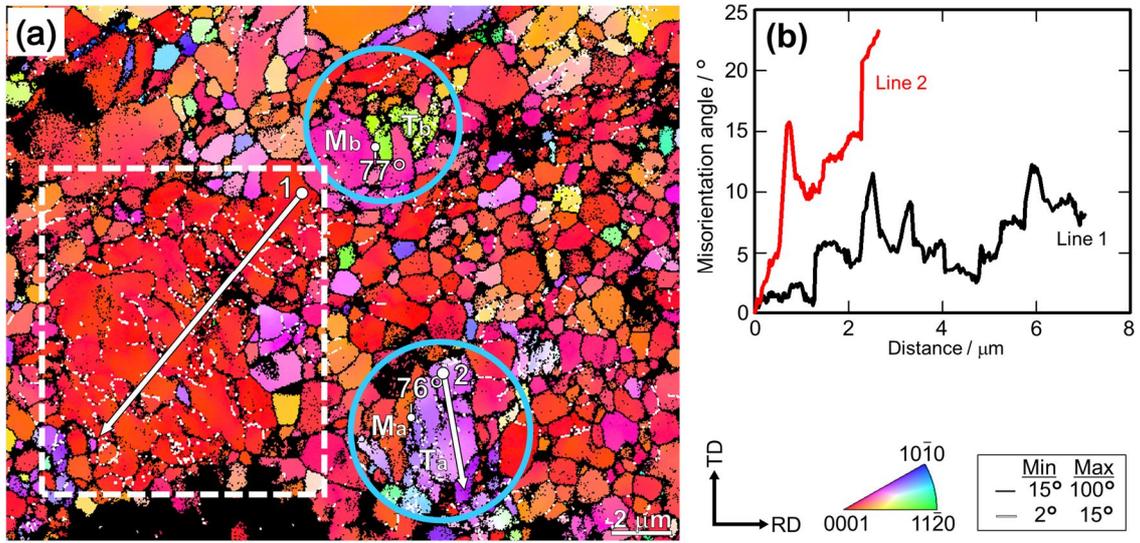


図4 透過 EBSD により得た圧延まま材の表層近傍の(a) IPF マップおよび(b) Line 1 および Line 2 に沿って得た方位差プロファイル⁽¹⁾

参考文献

(1) T. Nakata, C. Xu, L. Geng, S. Kamado, Scripta Materialia, 234 (2023), Article Number 115558.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計7件（うち査読付論文 7件/うち国際共著 3件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 T. Nakata, S. Kanitani, Y. Matsumoto, M. Ogawa, K. Shimizu, S. Kamado	4. 巻 27
2. 論文標題 Role of dynamic recrystallization and grain growth on the formation of abnormal basal texture in a high-alloyed Mg-Al-Zn extruded alloy	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materialia	6. 最初と最後の頁 101652 ~ 101652
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.mtla.2022.101652	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 T. Nakata, T. Matsuno, R. Oki, S. Kamado	4. 巻 938
2. 論文標題 Effect of micro-texture on tensile properties and room-temperature stretch formability of Mg-Al-Zn alloy sheet	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Journal of Alloys and Compounds	6. 最初と最後の頁 168519 ~ 168519
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jallcom.2022.168519	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Nakata T., Xu C., Geng L., Kamado S.	4. 巻 234
2. 論文標題 Formation of unusual rolling texture in a Mg-Al-Mn alloy sheet by large-strain hot-rolling	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 115558 ~ 115558
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2023.115558	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する
1. 著者名 Nakata T., Xu C., Abe R., Geng L., Kamado S.	4. 巻 203
2. 論文標題 Unexpectedly formed strong basal texture in a rolled Mg-Zn-Ca-Mn alloy sheet	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Characterization	6. 最初と最後の頁 113101 ~ 113101
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.matchar.2023.113101	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Nakata T., Xu C., Geng L., Kamado S.	4. 巻 11
2. 論文標題 Origin of extension twinning-mediated static recrystallization and unique parallel alignment of (0001) poles to transverse direction in Mg-3Al-0.4Mn (mass%) alloy sheet	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Journal of Magnesium and Alloys	6. 最初と最後の頁 3200 ~ 3213
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jma.2023.09.007	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Nakata T., Oki R., Kanitani S., Matsumoto Y., Ogawa M., Shimizu K., Kamado S.	4. 巻 968
2. 論文標題 New strategy to achieve fine recrystallized microstructure and strength-ductility synergy in extruded Mg-Al-Zn alloy	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Journal of Alloys and Compounds	6. 最初と最後の頁 172003 ~ 172003
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jallcom.2023.172003	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Nakata T., Ohkawa T., Kanitani S., Matsumoto Y., Ogawa M., Shimizu K., Kamado S.	4. 巻 366
2. 論文標題 Significance of segregation on grain refinement and property improvement in extruded Mg-Al-Mn alloy with moderate Al content	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 Materials Letters	6. 最初と最後の頁 136523 ~ 136523
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.matlet.2024.136523	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計8件 (うち招待講演 1件 / うち国際学会 1件)

1. 発表者名 中田大貴
2. 発表標題 難燃性Mg合金の開発とMg合金のスポーツへの応用
3. 学会等名 KOSENフォーラム (招待講演)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 海部圭吾, 中田大貴, 鎌土重晴
2. 発表標題 優れた引張特性, 室温成形性 および耐食性を有するMg-Al合金の開発
3. 学会等名 軽金属学会第143回秋期大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Luo Xuan, 佐々木泰祐, 中田大貴, David Klaumunzer, 鎌土重晴, 宝野和博
2. 発表標題 熱処理型マグネシウム合金の成形性に及ぼすG.P. ゾーン分散の影響
3. 学会等名 軽金属学会第143回秋期大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 阿部良哉, 中田大貴, 鎌土重晴
2. 発表標題 希薄Mg-Al-Zn-Ca-Mn合金圧延板材の微細組織および機械的性質の及ぼすAlおよびZn添加量の影響
3. 学会等名 日本金属学会・日本鉄鋼協会北陸信越支部令和4年度連合講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 K. Kikuchi, T. Nakata, Z. Li, Y. Miyashita, T. Sasaki, S. Kamado
2. 発表標題 Development of a new age-hardenable magnesium alloy sheet with room-temperature formability and corrosion-resistance
3. 学会等名 NIMS Award Symposium 2023 (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 内田陽良, 中田大貴, 鎌土重晴
2. 発表標題 熱処理型Mg-Al-Zn-Ca-Mn合金板材の引張特性と室温成形性に及ぼす圧延プロセスの影響
3. 学会等名 軽金属学会第145回秋期大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Fifeey Reezam, 中田大貴, 鎌土重晴
2. 発表標題 Mg-Al-Mn合金圧延材の引張特性および室温成形性に及ぼすZn およびCa添加の影響
3. 学会等名 軽金属学会第145回秋期大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 菊池海斗, 中田大貴, 宮下幸雄, 鎌土重晴, Li Zehao, 佐々木泰祐, 宝野和博
2. 発表標題 時効硬化型Mg-Zn-Ca-Al-Mn合金圧延材の引張および腐食特性に及ぼすZnおよびCa添加量の影響
3. 学会等名 軽金属学会第145回秋期大会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

先端軽金属材料研究室
<https://mcweb.nagaokaut.ac.jp/~mgcenter/>

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------