Al-Mg 合金板の引張歪模様に関する研究*

—主としてランダム・マーキングの発生条件—

青木顕一郎**・勝田 基嗣**・菅又 信**

Studies on stretcher strain markings of Al-Mg alloy sheets*

—Conditions for generation of random marking—

UDC 669. 715'721—12 : 539. 379

AOKI Kenichiro**, KATSUTA Mototsugu** and SUGAMATA Makoto**

It is known that Al-Mg alloy sheets produce stretcher strain markings in stretching process. The stretcher strain markings are due to yields of two types; type-A and type-B. The type-A produces random marking and type-B produces parallel marking.

In the process of pressing, the random marking appears in the range of very slight strain and bring about a serious defect.

The authors chiefly studied the conditions for the generation of the random marking.

The results obtained were as follows:

(1) The random marking produced during stretching was observed on fine-grained (under 0.04 or 0.05 mm) and recrystallized alloy sheets; but it was scarcely observed on coarse grained (above 0.1 mm) sheets.

(2) The relation between the generation of random marking and the structural change during isothermal ageing (at 200 and 175°C) was also studied. As a result, the marking was observed on all water-quenched alloy sheets. However, it was not observed on Al-8% Mg alloy sheets after the start of a subsequent age-hardening and its disappearance was continued until overageing. Whereas, the marking was always observed during 140 days of ageing on alloy sheets containing less than 6% of magnesium.

(3) The grain size at which the random marking was observed depended upon the addition of copper as a third element. The additional copper (0.1~0.5%) elevated the upper limit of grain size range beyond 0.04~0.05 mm.

(4) The age-hardening of Al-8% Mg alloy sheets was accelerated by additional copper as a third element; but, the sheets of containing less than 6% of magnesium were not accelerated by copper.

(Received Feb. 25, 1971)

1. まえがき

Al-Mg 合金板を引張加工した場合、**Photo. 1** に示すような歪模様 (Stretcher-Strain-Marking) を発生し¹⁾、応力-歪曲線に降伏点が現われることが報告されている²⁾³⁾。この種の歪模様は以前から軟鋼に現われる Lüders Line と呼ばれるクサビ型の模様と類似するもので、Al-Mg 系の合金ではランダム・マーキングとして知られている。このマーキングの発生は、材料の降伏点現象の発生機構と関連があり、非常に興味ある問題である。

工業的に見れば、この模様の発生は平滑な平面の外観をそこなうので、はなはだ好ましくない。Al-Mg 合金のランダム・マーキングに関するこれまでの研究結果によれば^{1)~4)}、以下のようにまとめることができる。

1) ランダム・マーキングの発生には、主な合金組成である Mg 自身が関与する。その Mg 量は 0.6~0.9(wt%) 付近から発生し、以後、Mg 量が増加してもマーキングの強度 (ここでは局部収縮率) はほとんど一定である。

2) マーキングは前処理として材料に焼入れを行なうことによつて除去しうる。

* 軽金属学会第22, 23, 24回の各大会で発表した。

** 日本大学生産工学部 (習志野市) College of Industrial Technology, Nihon Univ. (Narashino)

3) マーキングは細かい結晶からなる (0.04 mm～0.05 mm 以下) 再結晶した材料に発生する。

4) 粗大結晶粒からなる材料または加工材・加工後時効した材料にはあらわれない。

5) マーキング発生の原因を“粒界における高濃度の Mg の存在が、結晶粒から結晶粒へのすべりの伝播の Blocking をもたらす”ためであると説明している。

今回の筆者の研究結果によれば、焼入れ状態および焼入れ後人工時効したものにもランダム・マーキングの発生を見た。これらの現象は以前の結果と異なるものである。いずれにしても、ランダム・マーキングに関する明確な知識はいまだ確立されていない。本論文では、ランダム・マーキングの発生条件について研究した結果を報告する。

2. ランダム・マーキング発生の実証的研究

2.1 試料作製および実験方法

Al-Mg 合金板に発生するといわれる引張歪模様を観察する目的で Table 1 のような化学組成からなる種々の Al-Mg 合金板を作製した。これらの合金板の作製には、99.99%のアルミニウム地金と99.99%のマグネシウム地金を使用した。各種の合金は溶解後、70×60×15 mm の金型に鋳造し、420℃で 24 hrs. の均一加熱処理後、約 12 mm まで旋削にて面取りし、その後 450℃で 1hr. の中間焼きなましを繰返しながら板厚 6 mm まで圧延し、最終圧延で加工度約 90% (0.6 mm) の板材とした。これらの板から Fig. 1 のような小型の引張試験

Table 1 Compositions of Al-Mg alloys.

Specimen Number		Chemical Composition	
		Mg (%)	Al (%)
No.	1	0.80	Remainder
	2	1.85	"
	3	2.00	"
	4	3.50	"
	5	5.60	"
	6	7.97	"

片を作製し、やはり手動式の小型の引張試験機にて、徐々に歪を与えながら試験片の表面を観察し、マーキングの発生を調べる。このように Mg 量の異なつた各種の Al-Mg 合金板および種々の熱処理をほどこした各種の合金板についても同様の引張試験を行ない、板の表面のランダム・マーキングについて注意深く観察を行なつた。なお結晶粒度の測定は切断法にて行なつた。

2.2 実験結果

Table 2 は Mg 含有量の異なる各種の合金板から作製した試験片に、種々の熱処理条件をあたえて引張試験をおこない、引張加工初期に (約 2% の歪を与えたとき) 試料表面に現われるランダム・マーキングの有無を示したものである。これらの結果をまとめると、おおよそ、以下のように結論される。

- 1) 0.04mm 以下の結晶粒からなるこの種の合金板にはランダム・マーキングが発生する。
- 2) 炉冷、空冷、水焼入れのいずれの熱処理を行なつてもランダム・マーキングは発生する。
- 3) 150℃, 200℃, 250℃, 300℃の各温度による数時間にわたる人工時効後もランダム・マーキングは発生する。

3. ランダム・マーキング発生におよぼす恒温時効の影響

前節 2 では、Al-Mg 合金板を引張り加工すると、加工初期にランダム・マーキングが発生するという事実が実証されると共に、二、三の興味ある結果も示された。この系の合金の時効に関する論文^{5)~8)}によれば、時効硬化が認められるようであるが、析出相の析出そのものの

Fig. 1 Specimen-size (mm).

Photo. 1 Stretcher strain marking. (Random marking)

Table 2 Stretching characteristic of heat-treated alloys.

Specimen Number	Heat Treatment	Grain Size (mm)	Appearance of Specimens during Stretching (Extension 0~2%)
No. 1 (0.80% Mg)	2 hrs. at 280°C; F.C.	0.040	N.M.
	3 hrs. at 300°C; F.C.	0.040	"
	2 hrs. at 325°C; F.C.	0.051	"
No. 2 (1.85% Mg)	2 hrs. at 325°C; F.C.	—	R.M.
	2 hrs. at 325°C; W.Q.	—	N.M.
	2 hrs. at 325°C; W.Q.; aged 4 hrs. at 150°C	—	"
	2 hrs. at 325°C; W.Q.; aged 2 hrs. at 200°C	—	"
	2 hrs. at 325°C; W.Q.; aged 1 hr. at 300°C	—	R.M.
	2 hrs. at 300°C; W.Q.; (15°C)	—	N.M.
No. 3 (2.00% Mg)	2 hrs. at 325°C; F.C.	—	R.M.
	2 hrs. at 325°C; W.Q.	0.037	"
	2 hrs. at 300°C; W.Q.	—	"
	2 hrs. at 325°C; W.Q.; aged 4 hrs. at 150°C	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.	0.066	N.M.
No. 4 (3.50% Mg)	2 hrs. at 300°C; W.Q.	—	R.M.
	2 hrs. at 300°C; F.C.	—	"
	0.5 hrs. at 300°C; W.Q.	—	"
	2 hrs. at 325°C; W.Q.	—	"
	2 hrs. at 350°C; W.Q.	—	"
	2 hrs. at 360°C; W.Q.	—	"
	2 hrs. at 375°C; W.Q.	0.075	N.M.
	2 hrs. at 400°C W.Q.	0.089	"
No. 5 (5.60% Mg)	2 hrs. at 325°C; F.C.	0.036	R.M.
	2 hrs. at 325°C; A.C.	0.031	"
	2 hrs. at 325°C; W.Q.	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.	0.041	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 0.5 hrs. at 200°C	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 0.5 hrs. at 250°C	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 0.5 hrs. at 300°C	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 18 hrs. at 250°C	—	"
	2 hrs. at 425°C; W.Q.	0.047	N.M.
No. 6 (7.97% Mg)	2 hrs. at 350°C; F.C.	0.036	R.M.
	2 hrs. at 400°C; F.C.	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 2 hrs. at 350°C	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 1 hr. at 150°C	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 1 hr. at 200°C	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 1 hr. at 300°C	—	"
	2 hrs. at 400°C; W.Q.; aged 1 hr. at 250°C	—	"
	40 hrs. at 400°C; W.Q.	—	"

A.C.; Air Cooled F.C.; Furnace Cooled W.Q.; Water Quenched N.M.; NO Marking
 R.M.; Random Marking

硬化はかなりあとで開始され、析出はまず粒界に局部析出をおこし、ついで全面析出となり、最後に過時効の段階に入つて析出物は凝集するといわれている。これらの析出過程の組織変化とランダム・マーキングの発生との関連は、おおいに興味ある問題である。これらの問題を説明するために、第一段階として、この種の合金の時効曲線を調べた。時効温度は硬化を促進するために、200°Cの比較的高温を選んだ。使用した試料は **Table 1** の No. 4, 5, 6 の 3 種の Al-Mg 合金で、2.1 で述べたと同様

Fig. 2 Age-hardening curves of various Al-Mg alloys at 200°C.

の方法で試料を作製した。試料の溶体化処理温度は、Al-Mg合金状態図⁹⁾から Mg 含有量に対応した溶解度曲線上、約50°C高い温度を採用し、それぞれ、3.50% Mg 量のは 300°C、5.60% Mg 量のは350°C、7.97% Mg 量のは 400°C とした。いずれも、1時間焼きなまし後、直ちに水焼入れを行なつた。**Fig. 2** は3.50%、5.60%、7.97%の Mg 量を含む3種の Al-Mg 合金の200°Cにおける時効硬化曲線である。**Fig. 2** から、Mg 量の多い7.97%の合金のみ時効硬化の山が顕著であるが、3.50%および5.60%の Mg 量の合金ではかたさの変化はほとんど認められない。そこで、これらの合金の時効初期、時効硬化および過時効の各過程における各試料について、引張加工時のランダム・マーキング発生の有無をしらべた。**Table 3** は、**Fig. 2** の時効曲線の各過程における引張加工時のランダム・マーキングの有無を示した表である。**Table 3** から、時効硬化の山が顕著に表われる Mg 量の多い Al-7.97% Mg 合金では、時効初期の溶体化処理直後からランダム・マーキングが発生するが、硬化が開始すると同時に消滅し、その後の時効でも再び表われることはない。これに反して、時効硬化の山が判然と表われない Mg 量の少ない Al-3.50% Mg および Al-

Table 3 Stretching characteristic of heat-treated alloys

Specimen Number	Heat Treatment	Appearance of Specimens during stretching (Extension 0~2%)
No. 4 (3.50% Mg)	1 hr. at 300°C; W.Q.	R.M.
	2 hrs. at 350°C; W.Q.; aged 60 min at 200°C	"
	2 hrs. at 350°C; W.Q.; aged 20 days at 200°C	"
	2 hrs. at 350°C; W.Q.; aged 70 days at 200°C	"
No. 5 (5.60% Mg)	1 hr. at 350°C; W.Q.	R.M.
	2 hrs. at 380°C; W.Q.; aged 60 min at 200°C	"
	2 hrs. at 380°C; W.Q.; aged 20 days at 200°C	"
	2 hrs. at 380°C; W.Q.; aged 60 days at 200°C	"
No. 6 (7.97% Mg)	1 hr. at 400°C; W.Q.	R.M.
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 60 min at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 125 min at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 5 hrs. at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 10 hrs. at 200°C	N.M.
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 14 hrs. at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 18 hrs. at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 20 hrs. at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 24 hrs. at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 30 hrs. at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 40 hrs. at 200°C	"
	3 hrs. at 420°C; W.Q.; aged 70 hrs. at 200°C	"

W.Q. : Water Quenched

R.M.; Random Marking

N.M.; No Marking

5.60%Mg 合金では、ランダム・マーキングが消滅することなく、つねに、発生することが明らかである。

4. Al-Mg 合金の時効過程の組織学的観察

前節 3 では、3.50%, 5.60%, 7.95% Mg を含む 3 種の Al-Mg 合金の時効硬化曲線 (Fig. 2 参照) に関する各試料の引張加工時におけるランダム・マーキングの発生の有無が明らかにされたが、同時に、各試料の顕鏡による組織学的観察の必要を認めたので、時効過程における析出物の挙動について観察した。Photo. 2 の組織写真は 200°C の恒温時効中の 7.97% Mg を含む Al-Mg 合金板の各過程での顕微鏡写真である。組織観察のための試料は、時効時間毎に水焼入れして 2 時間以内に電解研磨

と化学腐食によつて顕鏡用試料とし、写真撮影したものである。Al-Mg 合金の析出機構⁷⁾によれば、この系の析出過程は Al-Cu 合金の析出過程の類似と見られ、[G. P. zone I. II. $\rightarrow \beta'$ 相 $\rightarrow$ 安定相 β] なる過程を考えているが、この顕微鏡写真の倍率では、安定相 β の局部析出、全面析出および凝集状態が観察される程度である。すなわち、時効開始直後は少量の不純物または研磨キズを除けば、粒界および粒内には何の変化もないが、時効後 8~10hrs. 頃より粒界および粒内の析出が始まり、20 hrs. を過ぎて、硬化のピークに至れば、完全に析出相は安定化して、過時効の領域では凝集状態となる。これに反して、3.50% および 5.60% Mg (Photo. 3 参照) を含むこの系の合金は、時効開始後から 60 hrs. を経ても Al-7.97% Mg 合金の組織写真に表われたような顕著な変化はないようである。いずれにしても、Mg 量の多い Al-7.97% Mg 合金については、引張加工時に発生するランダム・マーキングが、時効過程の析出開始以後は析出物の安定凝集にいたるまで、完全に消滅するので、ランダム・マーキングの発生は、時効過程における析出状態に左右されるようである。

5. 銅添加による影響

Hooper¹⁾ はまた Al-Cu-Mg 合金の焼入れ材にランダム・マーキングが発生し、その後の時効で消滅したと報

water quenched from 400°C

Ageing time; 5 hrs

Ageing time; 20 hrs

Ageing time; 15 hrs

Ageing time; 55 hrs

Photo. 2 Microstructures of Al-8%Mg alloy sheets. ($\times 400$)

告している。この事実から、Cu を添加することによって 8% 以下の Mg 量を含む Al-Mg 合金でも、比較的早期に、かつ、顕著に析出硬化が表われるのではないかと考えた。そこで、Al-Mg 合金に Cu の添加を試みた。Table 4 は Cu を添加した各種の Al-Mg 合金の化学組成と熱処理条件である。試料番号 1 から 5 までのものは Cu の微量添加の影響を明らかにするための標準試料で、試料番号 6 から 10 までの試料は Cu を添加したものである。使用地金は 99.99% Al, 99.99% Mg および 99.9% Cu を使用した。なお、Table 4 の化学成分値は試料溶製時の秤量値である。試験片の作製および実験方法は 2.1 項で示したものと同一である。溶体化処理温度は Al に対する各 Mg 量の溶解度曲線上、約 80°C 程度高い温度を採用した。

Fig. 3 は Al-8%Mg 合金 (試料番号; 5) および Al-8%Mg-0.2%Cu 合金 (試料番号; 10) の 200°C における時効硬化曲線である。Fig. 3 から明らかなように Mg 含有量の多い (7~8% 程度) この系の合金では、Cu 添加により時効硬化量も多く、かつ、硬化時期も早くなっているように見受けられる。

Table 4 Compositions and Heat-Treatments of specimens

Specimen Number	Nominal Composition %			Solution Treated Temperature
	Mg	Cu	Al	
1	2.0	—	Remainder	350°C × 2 hrs
2	3.0	—	"	350°C × 2 hrs
3	3.5	—	"	350°C × 2 hrs
4	6.0	—	"	380°C × 2 hrs
5	8.0	—	"	420°C × 2 hrs
6	3.5	0.1	"	350°C × 2 hrs
7	3.5	0.5	"	350°C × 2 hrs
8	4.0	0.4	"	350°C × 2 hrs
9	6.0	0.2	"	380°C × 2 hrs
10	8.0	0.2	"	380°C × 2 hrs

water quenched from 400°C

Ageing time; 60 hrs

Photo. 3 Microstructures of Al-6%Mg alloy sheets. (×400)

Fig. 4 は Al-6%Mg 合金 (試料番号; 4) ・ Al-6%Mg-0.2%Cu 合金 (試料番号; 9) および Al-3.5%Mg-0.5%Cu 合金 (試料番号; 7) の 175°C における時効硬化曲線である。Fig. 4 から明らかなように、6% 以下の Mg を含むこの系の合金は Cu の添加にもかかわらず、早期の時効硬化は期待できないようである。すなわち、140 日にわたる恒温 (175°C) 時効ではかたさに析出硬化を暗示するような変化は見られない。さらに、図中の逆三角のクサビ型は、その時効時間終了直後の各試料を引張加工した時にランダム・マーキングが発生したことを意味する記号である。すなわち、Mg 含有量の少ない (6% 以下) この系の合金では、140 日にわたる時効後もランダム・マーキングが発生することを示している。以上の結果では、Cu の微量添加は 8% 程度の高 Mg 量の Al-Mg 合金板については時効硬化を促進する傾向を示す

Fig. 3 Age-hardening curves of Al-Mg alloys at 200°C.

Fig. 4 Age-hardening curves of various Al-Mg alloys at 175°C.

Fig. 5 Relation between additional elements and grain size of various Al-Mg alloy sheets on which random markings were observed.

が、その他の低 Mg 量（6%以下）のこの系の合金にはほとんど影響をおよぼさないようである。

Chadwick と Hooper⁸⁾ は Al-Mg 合金板の引張加工中の初期に発生するランダム・マーキングは結晶粒度が約 0.05 mm 以下の場合にのみ現われるとしている。著者の研究結果もほぼ同様の傾向を示しているが、Cu を微量添加したこの系の合金板のみは結晶粒度の限界値を異にしている。これらの結果を示したのが **Fig. 5** である。図の中で逆三角のクサビ型はランダム・マーキングの発生した板材の結晶粒度を示している。すなわち、Cu を含まない各種の Al-Mg 合金板のランダム・マーキングはすべて結晶粒度 0.04 mm 以下の板材においてのみ発生しているが、Cu を微量添加したものは、ランダム・マーキングの発生粒度限界値が明らかに結晶粒の大きい範囲までずれているのがわかる。この発生粒度限界値というのはランダム・マーキングが発生する最大の結晶粒度と考えればよい。これを別の見方をしたのが **Fig. 6** で、**Fig. 5** で示した各種の合金中、Al-6%Mg-0.2%Cu 合金板について溶体化処理温度と結晶粒度との関係を示したものである。斜線で示された部分はランダム・マーキングの発生域で、この系の合金板の引張加工時の初期に発生するランダム・マーキングを除去するためには、この斜線の領域以外の熱処理条件を考えるべきことを暗示している。

6. むすび

Al-Mg 系の合金板の引張加工時に発生する引張歪模様の中、加工初期に発生するランダム・マーキングの発生条件を主として研究した。その結果、引張歪模様に関するこれまでの報告^{1)~4)}とは異なる二、三の新しい事実が見出された。それなどを要約すると以下のとおりである。

1) 引張加工の際に発生するランダム・マーキング

Fig. 6 Relation between solution-treatment temperature and grain size of Al-6%Mg-0.2%Cu alloy sheet.

は、一般に、0.04~0.05 mm 以下の細かい結晶粒からなる再結晶した材料に発生し、あらい結晶粒、とくに、0.1 mm 以上の材料では発生を見ない。

2) 焼入れ状態でもランダム・マーキングは発生する。ただし、Mg 量 8%程度 of 材料はその後の恒温時効 (200℃) により時効硬化し、硬化初期にランダム・マーキングは消滅し、過時効にいたるも発生しない。これに反して、Mg 量 6%以下の材料では、恒温時効後 140 日を経てもランダム・マーキングは、常に発生する。

3) Cu の添加 (0.1~0.5%) はランダム・マーキングの発生限界粒度 (0.04~0.05 mm) を上まわる傾向を示す。

4) Cu の添加は 8% の Mg を含む Al-Mg 合金では時効硬化を促進する傾向があるが、6%以下の Mg を含むこの系の合金にはそのような傾向はない。

終わりに、この研究を行なうに際していろいろと御教示を載いた明治大学・大野恭男教授に心からお礼を申し上げる。

参 考 文 献

- 1) W. H. L. Hooper; J. Inst. Metals, (1952~53), 81, 563.
- 2) G. A. Knight and G. Murray; Sheet Metal Ind., (1946), 23, 1741.
- 3) R. Chadwick and W. H. L. Hooper; J. Inst. Metals, (1951~52), 80, 17.
- 4) V. A. Phillips, A. J. Swain and R. Eborall; J. Inst. Metals (1952~53), 81, 625.
- 5) Raynor; Annotated Equilibrium Diagram Series No. 5, (1946).
- 6) O. Dhl und K. Detert; Z. Metallkunde, (1955), 46, No. 2.
- 7) E. C. W. Perryman and G. B. Drook; J. Inst. Metals (1950), 78, 19~34.
- 8) 三島;軽金属 No. 17, (1955), 36
- 9) Metal Handbook, (1948)