5083アルミニウム合金破断面の フラクトグラフによる検討*

鷹合 徹也**・大藤 晃義**

A fractographic study of the tensile fractured surface of 5083 aluminum alloy sheet*

UDC 669.715'721'74-12 : 539.42 : 620.187

TAKAAI Tetsuya** and DAITO Teruyoshi**

Tensile fractured surface of annealed 5083 aluminum alloy sheet was examined by electron microfractography and electron beam scanning image analysis in order to study the relationship between the inclusions and tensile fracture characteristics at room temperature.

According to the electron beam scanning image analysis, Mn and Fe were usually segregated in the exact same location of the tensile fractured surface. Occasionally, segregation of Cr and Si was observed in the above location. Remarkable segregation of Si and Mg was also confirmed in the different location of the tensile fractured surface.

The former segregation was considered to be due to an intermetallic compound, such as Al_6FeMn , consisting mainly of Fe, Mn and Al, while the latter segregation was considered to be due to another kind of intermetallic compound, such as Mg_2Si , consisting primarily of Mg and Si.

The Al-Fe-Mn intermetallic compound was usually large in size ranging from about 5 to 10 microns and existed preferentially in large dimples, especially in the inner wall or bottom portion of the dimples. The Mg-Si intermetallic compound was usually smaller in size ranging from about 1 to 2 microns estimated by the electron scanning image and existed preferentially in the neighborhood of the opening portion of the dimples. Thus, such an intermetallic compound consisting primarily of Fe, Mn and Al was considered to be directly and most closely related to formation of large size dimples, indicating that voids or microcracks were initiated primarily at these inclusion particles either by decohesion from the matrix or by cleavage of the particles.

Besides Al-Fe-Mn and Mg-Si intermetallic compounds, existence of an Al-Mg intermetallic compound was also observed in the tensile fractured surface of the annealed 5083 aluminum alloy sheet.

(Received May 15, 1974)

1. 緒 言

高力アルミニウム合金、特に5083アルミニウム合金は、その優れた機械的性質や、極低温下において高い靱性を有する点で構造用アルミニウム合金としてきわめて好ましい材料であるといえる。しかしながら、極低温のような荷酷な条件のもとで使用する構造用材としては、その破壊が重大事故につながる可能性が大きいに、万全を要するものであることはもちろん、経済性の面でも

効用の高いものでなければならない。5083合金は室温においても、 -196°C あるいはそれ以下の極低温下においても延性破壊を起こし、破断に至るまでかなりの塑性変形が破断試料中に導入されている。したがって金属間化合物その他の介在物相が存在する場合、主としてこれらの介在物相の周囲で塑性ひずみおよび内部応力の不均一が生じ、介在物の周囲におけるボイドの形成、介在物と母相との間のはく離、あるいは介在物自体の破断などが生ずることによつて塑性変形にともなうひずみエネルギー

* 軽金属学会第44回秋期大会 (48-11) および日本金属学会第74回春期大会 (49-4) にて一部発表した。

** 山梨大学工学部 (甲府市)。Faculty of Engineering, Yamanashi University (Kofu).

の緩和が行なわれるものと考えられる。

著者らは5083アルミニウム合金圧延材などについて、その引張変形破断の挙動を検討しているが^{1,2)} 破断に際しては上述のように介在物相の存在が塑性変形、内部応力などの不均一を生ずる原因となり、直接、間接に破断の原因、機構に関与していることは明確であるとしても、それら介在物の特質および破断との具体的な係り合については不明の点が多く、今後の解明が待たれる。本研究では以上の観点から破断面のフラクトグラフについて検討するとともに、EPMAによる特性X線走査像（以下走査像と記載する）の解析を行ない、さらに介在物の特質などについて検討することによって、引張り変形破断との具体的な係り合いについて考察を加えようというものである。

2. 実験試料および実験の方法

2.1 実験試料

実験試料は従来報告してきた¹⁻³⁾ものと全く同様で、市販の5083アルミニウム合金板であり、試験片作製の際の加工ひずみを除去する意味で真空焼鈍を行なった。試験片の形状、寸法はFig. 1に示すとおりであり、平滑試験片と切欠試験片とを選んだ。試験片の板厚は1.0 mmおよび1.5 mmの二種類とした。

2.2 実験の方法

実験の方法についても従来報告¹⁻³⁾したものと様々に選び、圧延板材から切出した試験片について引張り試験を行なった後、引張り破断面についてそのまま二次電子像の観察、走査像の観察を行なった。すなわち、引張り破断面を超音波洗浄した後、その二次電子像を観察するとともに、EPMAにより二次電子像と同一視野についてAl, Fe, Mn, Mg, Si, Crなど、各合金元素の走査像を得た。また一部試料表面の研磨面について、所定の塑性ひずみを与えた後の二次電子像の観察に併せて走査像を得て参考とした。

3. 実験の結果と考察

3.1 引張り破断面のフラクトグラフと走査像

5083アルミニウム合金圧延材の破断面は常温、液体窒

Fig. 1 Shape and size of the tensile specimens.

素温度を問わず、延性破断の様相を示し、ディンプルが多数観察される。また特に液体窒素温度以下の極低温における破断では層状のき裂がみられることもよく知られている^{4,5)}。Photo 1は引張り破断部を示す走査電子顕微鏡写真で、破断部はいわゆる45°延性破断の様相を示しているが、破断面の試料表面に対する傾斜角は実際は45°より大きく50°~55°である場合がほとんどである。

Photo 2は試料の破断面について Photo 1に示した矢印Aの方向、すなわち試料面に対し垂直な方向から破断部を観察した走査電子顕微鏡によるフラクトグラフであり、引張り応力の方向とほぼ平行な方向に成長した大小様々の多数のディンプルが認められ、またこれらディンプルの壁部などにへき開した介在物（たとえばPで示すもの）、あるいは細かく破砕した介在物の破片などを認めることができる。以上に対し Photo 3は特にディンプルの底部を観察する意味で、Photo 1の矢印Bの方向、すなわち引張り方向とほぼ平行な方向に観察した走査電子顕微鏡によるフラクトグラフである。大きなディンプル（開口部の大きさが5 μm以上）の場合、ほとんど例外なしにその底部にへき開した大きな介在物が認められることが特徴である。観察されるディンプル部分の深さは、Photo 2, Photo 3についてみると、20 μm以上に及ぶものが多い。またその底部、内壁部に破砕した介在物が多数認められることは前記のとおりであるが、介在物の破砕は室温におけるよりも-196℃における方がいじりしい³⁾。Photo 4はPhoto 2の介在物Pの部分拡大して示したもので、いくつか連結された大きなディンプルの一部を示し、中央部に5 μm程度の比較的大きな介在物の存在が認められる。

5083アルミニウム合金圧延材の引張り破断の原因、機構自体はきわめて複雑、多様であると思われるが、破断が結晶粒内破断を主体とするものであることはPhoto 2、

Photo 1 Appearance of tensile fracture of the tested specimen.

Photo 3 などの破断面フラクトグラフから明確であり、塑性変形に際して生ずる介在物自体の破断、介在物と母相とはく離などが原因で微小空洞が発生し、破断面における試験片の局所的な収縮にともなつてこれらの微小空洞が拡大、成長して相互に連結、あるいは合体することにより結晶粒内破断が起こるものと考えられる。H. W. Hayden⁶⁾らによれば、ディンプルの形状は破断

Photo 2 Electron microfractograph of the tensile fractured surface observed in the direction indicated by arrow A in Photo 1.

Photo 3 Electron microfractograph of the tensile fractured surface observed in the direction indicated by arrow B in Photo 1.

Photo 4 Enlarged electron microfractograph of Photo 2 indicated by P.

部に作用する外部応力の作用状態によつて支配され、直応力、せん断応力などによつて円形状に近い形状となるか、あるいは特定方向に伸長された形状となる。Photo 2 で明らかであるように、ディンプルの内壁部分には開口部とほぼ同心円状にひずみ模様が観察され、ディンプル形成の際の局所的な収縮、変形が介在物などとの相互作用によつてステップ状に行なわれたことを示すものと考えられるが、ディンプルは引張応力の方向に成長しており、その底部に残留する介在物のへき開破断面は、引張り応力に対して直角状に見えるものが多い。

以上の破断面フラクトグラフに対する、一連の各合金元素の特性X線による走査像を Photo 5(a) (b), Photo 6(a) (b) (c) に示す。**Photo 5(a) (b)** は MgK_α SiK_α について得られたもので、いずれも Photo 4 に対応するものであるが、Mg 原子と Si 原子とが同一の部分に偏析することが明白である。しかし中央部に存在する大きな介在物に対しては Si 原子がわずかに対応するのみであるが、Mg 原子に対する対応ほど明確なものではない。これはディンプルの開口部周辺に分散する介在物の小片が Mg-Si 二元系金属間化合物であることを示唆するものと思われる、その大きさも比較的小さいものが多く、走査像によれば $1 \sim 2 \mu$ 程度である。またその分布状態も比較的不均一であり、微細な介在物が主に大きなディンプルの開口部の周囲などに局部的に偏在している場合が多い。

一方 **Photo 6(a) (b) (c)** は同じく Photo 4 に係るもので、それぞれ FeK_α , MnK_α , CrK_α に関する走査像を示している。これによれば Fe, Mn は明確に同一部分に偏在しており、さらに Cr 原子もわずかに対応しているが、先の Photo 5 (b) における Si 原子も対応しているものと考えられる。これは Photo 4 の中央部に介在する比較的大きな介在物のもので、以上の結果から、当該介在物は Fe, Mn を主体とする金属間化合物であろうと考えられる。工業用純アルミニウムあるいは高力アルミニウム合金中に存在する金属間化合物については十分に検討されており⁷⁻¹¹⁾、5083 アルミニウム合金については Al_3Mg_5 , $\text{Al}_3\text{Mg}_2(\beta)$, AlMgCr , Mg_2Si , Al_6Mn , Al_6FeMn , Al_7Cr , Al_3Fe , AlSiFe などの存在がよく知られている。以上の一連の金属間化合物と Photo 5, Photo 6 の結果とを考え合わせると、比較的小さい Mg-Si 系の金属間化合物は Mg_2Si であり、Photo 4 の破断面フラクトグラフにおいて、中央部に存在する介在物は Al_6FeMn であると思われる。もちろんこの点については面分析のみでなく、線分析その他 X 線解析など、利用しうるいろいろな方法を駆使して確認を要する問題ではあるが、大きな相違はないものとする。また実際は前記ですでに説明したように Fe, Mn の明確な偏析とともに Cr, Si 原子の弱い偏析も認められるので、Al, Mn, Fe

のいずれかの元素の一部が Cr, あるいは Si 原子によつて置換されているものと考えねばならない。この場合, Al の一部が Cr, Si によつて置換される場合がもつとも考えやすいものと思われるが, 金属間化合物 Al_3Fe , Al_3Mn を考えたとき, Al_3Fe の Fe 原子に溶解度範囲が認められる⁸⁾ので, Fe の一部が Cr, Si 原子によつて置換されることも考えられる。この場合, 前記の介在物は $\text{Al}_6\text{Fe}_{1-x}\text{MnCr}_y\text{Si}_z$ (ただし, $X=Y+Z$) で表わされるものと思われる。

Photo 7 は同じく厚さが 1.0 mm の試験片の引張り破

断部を示す, 走査電子顕微鏡によるマイクロフラクトグラフである。Photo 2, Photo 4 の場合と同様, 試験片面に対し垂直な方向, すなわち Photo 1 で矢印 A の方向, すなわち, 前述したように試料面に対し垂直の方向から破断部を観察したもので, 多数のディンプルが観察され, その内壁部は比較的滑らかに見えるが, たとえば C, D に示すように, ところどころに介在物の小破断片の付着しているのが観察される。また引張り方向に対し直角の方向にいくつかのディンプルが合体し, 結果的には層状の大きなき裂として開口している穴が観察され

(a) MgK_α

(b) SiK_α

Photo 5 Electron beam scanning images of the tensile fractured surface shown in Photo 4.

(a) FeK_α

(b) MnK_α

(c) CrK_α

Photo 6 Electron beam scanning images of the tensile fractured surface shown in Photo 4.

る。**Photo 8(a)(b)**は Mg, Si 各原子に関する走査像であり, **Photo 7**の二次電子像に対応するものである。Fe, Mn, Cr についても同様な検討を行なったが **Photo 6(a)(b)(c)**におけると同様に, Fe, Mn を主体とする金属間化合物の存在が確認され, **Photo 7**でたとえば C, Dに示す部分の介在物がこのような金属間化合物に相当するものと思われる。なおこの場合にも Fe, Mn と同一の部分に Cr が偏析する痕跡が認められるが, **Photo 6**におけるほど明確ではない。一方, **Photo 8(a)(b)**によれば, Mg 原子について明らかに偏析を認めることができるが, き裂部分および Fe, Mn を主体とする金属間化合物の部分における Mg 原子の明確な濃度減少が認められる。しかしながら Mg 原子と同一部分における Si 原子の偏析は認められない。これは Mg 原子の形成がそのまま上述のような Mg-Si 二元系金属間化合物とは結び付かないことを示すものと考えられ, Al-Mg系状態図⁸⁾から, たとえば Al_3Mg_2 (β 相)のような金属間化合物の存在を考えねばならない場合のあることを示している。

←→
Tensile direction

Photo 7 Electron microfractograph of the tensile fractured surface observed in the direction indicated by arrow A in **Photo 1**.

(a) MgK_α

Photo 9は厚さが 1.5 mm の試験片に関する引張り破断面の二次電子像を示したもので, 厚さが 1.0 mm の試験片の破断面と本質的に異なることはない。**Photo 9**から知られることは, 比較的大きいディンプル, 小さなディンプルなどが相互に連結, 合体して破断に至っていることと, たとえば E, F に示すように, 細かく破碎した 1 ~ 2 μ 程度の大きさの介在物がディンプルの内壁部, 底部などに付着していることなどである。**Photo 10(a)(b)**は前記の **Photo 9**についての Mg, Si 両元素に係る走査像を示したものである。また, 前出の **Photo 6**におけると同様, Fe, Mn, Cr 各合金元素についてその走査像を検討した。これらの走査像によれば, Fe, Mn については同一部分における顕著な偏析を認めることができるが, Cr 原子については明確な偏析が認められなかった。一方 Mg 原子も Al 母相中において局部的に偏析していることが明らかであるが, Si 原子との関係は必ずしも明確ではなく, Si 原子についてはむしろ Mn, Fe を主体とする金属間化合物との関連性が示唆される結果である。

Photo 11, Photo 12は同じく厚さ 1.5 mm の試験片の引張り破断面のフラクトグラフを示すもので, **Photo 12**は **Photo 11**の一部を拡大し, 比較的大きなディンプルと小さいディンプルとの関係, またその内壁部に付着した介在物の状態をわかりやすく示したものである。これらの介在物は団塊状に破碎し, 母相からはく離れた状態にある。**Photo 13(a)(b)**は前記と同様, Mg, Si 両元素の走査像を示したもので, **Photo 12**に係るものである。**Photo 13(a)(b)**についてみると, Mg 原子については特に明確な偏析は認められないが, Si 原子については **Photo 12**の団塊状介在物と正確に対応する位置にその偏析を明らかに認めることができ, この部分における Mg 原子の濃度はむしろ減少していることがわかる。

一方 Fe, Mn, Cr の偏析について前記と同様に走査像を検討すると, 上記の団塊状の介在物と正確に対応する

(b) SiK_α

Photo 8 Electron beam scanning images of the tensile fractured surface shown in **Photo 7**.

位置に、Fe, Mn 各原子の顕著な偏析があり、Fe, Mn を主体とする金属間化合物であることがわかる。また Cr 原子についても、Fe, Mn ほど顕著ではないが、上記の団塊状介在物の対応位置に偏析していることが認められる。以上から、ディンプル内壁部の団塊状の介在物は前出の Photo 4 に示した介在物と同様、Fe, Mn の偏析を主体とする金属間化合物 Al_6FeMn に Cr, Si が付加されたものであると考えられる。

3.2 引張り変形した試料表面の介在物の観察

あらかじめバフ研磨、電解研磨などの通常の研磨法によって試料表面を鏡面状に仕上げておき、所定の塑性伸びを与えるか、または破断を行なった試験片について、試料表面にみられる介在物と、引張り変形破断との関係について、前記の破断面における介在物の特性X線走査像などによる検討に対する参考とする意味で、二次電子像と走査像を検討した。

Photo 14 は引張試験で約18.5%の塑性伸びを与えた試料表面の二次電子像を示したもので、平滑試験片表面に関するものである。いろいろな形状よりなる介在物と、塑性変形による交差すべりが観察される。介在物はその

腐食の程度の差異により、白色状のものと黒色状のものとの二種類に大別できる。またこれら介在物と母相との間に微小クラックが形成しているようすが観察され、同時に白色状の比較的大きい介在物にはそれ自体がへき開したと思われる直線状の割れ目もみられ、破断伸びの約80%の塑性伸びで、介在物と母相との間のはく離や介在

Photo 11 Electron microfractograph of the tensile fractured surface observed in the direction indicated by arrow A in Photo 1.

Photo 9 Electron microfractograph of the tensile fractured surface observed in the direction indicated by arrow A in Photo 1.

Photo 12 Enlarged microfractograph of the inner wall and inclusions of the large size dimple as shown in Photo 11.

(a) MgK_α

(b) SiK_α

Photo 10 Electron beam scanning images of the tensile fractured surface shown in Photo 9.

(a) $\text{MgK}\alpha$ (b) $\text{SiK}\alpha$ **Photo 13** Electron beam scanning images of the tensile fractured surface shown in Photo 12.

物自体のへき開破断などが起こっていることがわかる。

Photo 15 (a) (b), **Photo 16 (a) (b)** は Photo 14 に示した研磨面について、各種合金元素に関する走査像を示したもので、Photo. 15(a) (b) によれば前記の白色状介在物に対する位置に Si 原子の偏析が認められ、また黒色状介在物と対応する位置には Mg および Si の強い偏析が認められる。なお、白色状介在物と対応する位置における Mg 原子の濃度にはむしろ減少が認められる。

一方 Photo 16(a) (b) についても同様な観点から眺めると、白色状の介在物と対応する位置に Fe および Mn の顕著な偏析がみられる。

以上の走査像の観察結果から、鏡面状に仕上げた引張変形試料面にみられる介在物は、黒色状の Mg-Si 系金属間化合物 Mg_2Si と、Fe, Mn の偏析を主体とする Al_6FeMn の二種類であると思われる。また当該金属間化合物 Al_6FeMn には、その同一部分に Si の偏析も同時に認められることから、Al, Fe あるいは Mn の一部が Si 原子で置換され、付加したものも考えられる。なおその他の鏡面状試料表面の検討では、球状の介在物でその周囲に大きなボイドが形成されているものについて、Si 原子単独の強い偏析が認められたが、この点については続報で検討する予定である。

4. 結 言

以上、主として 5083 高力アルミニウム合金の室温における引張り破断面について、走査電子顕微鏡による二次電子像、走査像について検討を加えた結果、つぎの結論が得られた。

1. 引張り破断面には主として Fe, Mn の偏析を主体とする金属間化合物と、Mg, Si の偏析を主体とする金属間化合物の存在することが認められ、前者は Al_6FeMn 、後者は Mg_2Si であると推定した。特に Al_6FeMn については、Cr, Si 原子が同時に付加している例が多く観察さ

←————→
Tensile direction

Photo 14 Scanning electron microscopic observation of intermetallic compound particles dispersed on a smooth tensile test specimen strained 18.5% at room temperature.

れた。

2. 金属間化合物 Al_6FeMn はいずれも破碎し、母相からはく離した状態で観察されるが、形状的には比較的大きいものが多く、おおよそ $5 \sim 10 \mu$ の程度であるが、 Mg_2Si は比較的小さいものが多く、おおよそ $1 \sim 2 \mu$ 程度であった。

3. Fe, Mn の偏析を主体とする金属間化合物よりなる介在物は、比較的口部の大きいディンプルの内壁部、底部などに多くみられ、大きなディンプルの形成に、直接的かつ密接に関与しているものと考えられたが、 Mg_2Si は大きなディンプルの開口部の周辺に局部的に分散して観察される例が多かった。

4. 金属間化合物、すなわち介在物の周囲には、破断伸びの約 80% である、18.5% 程度の塑性伸びでボイド、あるいは微小クラックの形成が認められ、また Fe, Mn

(a) $\text{MgK}\alpha$ (b) $\text{SiK}\alpha$ **Photo 15** Electron beam scanning images of the tensile test specimen surface shown in Photo 14. (a) $\text{FeK}\alpha$ (b) $\text{MnK}\alpha$ **Photo 16** Electron beam scanning images of the tensile test specimen surface shown in Photo 14.

の偏析を主体とする介在物粒子には、へき開破壊と思われる直線状の破断面が認められた。

5. Fe, Mn の偏析, Mg, Si の偏析を主体とする介在物粒子の他に, Al-Mg 系の金属間化合物 Al_3Mg_2 (β 相) の存在を示唆する, Mg 原子単独の偏析が認められた。

参 考 文 献

- 1) 鷹合, 大藤: 機械学会山梨地方講演会(48-11) 講演論文集, 201.
- 2) 鷹合, 大藤他: 軽金属学会第45回(48-11)秋期大会講演概要集, 85.
- 3) 鷹合, 大藤他: 軽金属, **24** (1974), 229.
- 4) 小林, 高井: 軽金属, **22** (1972), 541.
- 5) 筑田, 宮木他: 軽金属学会第44回(48-5)春期大会講演概要集, 123.
- 6) H. W. Hayden, S. M. Floreen: Acta Met., **17** (1969), 213.
- 7) 軽金属学会シンポジウム, 昭和49年2月12日.
- 8) M. Hansen: Constitution of Binary Alloys, McGraw-Hill, New York, (1958), 81, 90, 106, 110.
- 9) 福井他: 軽金属, **23** (1973), 8.
- 10) 村上, 那須, 増山他: 軽金属, **23** (1973), 492.
- 11) B. J. Dunwoody, D. M. Moore etc.: J. of Inst. Metals, **101** (1973), 172.