

MgZnY 合金の 14H 構造形成過程 Structure change of 14H LPSO in Mg₉₇Y₂Zn₁ cast alloys

奥田浩司^{1,*}, 田中浩登¹, 堀内俊希¹, 山崎倫昭² 河村能人²

¹京大工, 〒606-8501 京都市左京区吉田本町

²熊本大 MRC, 〒860-8555 熊本市黒髪

Hiroshi Okuda^{1,*}, Hiroto Tanaka¹, Toshiki Horiuchi¹ Michiaki Yamasaki² and Yoshihito Kawamura²

¹Dept. of Mater.Sci.Eng. Kyoto Univ. Sakyo-ku Kyoto 606-8501 Japan.

²Magnesium Research Center, Kurokami,860-8555, Kumamoto, Japan

1 はじめに

Mg-Y-Zn3 元合金の Mg リッチ側では長周期積層秩序構造 (Long Period Stacking Ordered Structure, LPSO 構造) が形成されることが知られている。われわれはこの長周期の複雑な構造の形成過程と安定性を調べるため、小角領域での回折プロファイルを検討した。Mg 合金の LPSO 構造は十分な熱処理後の電子顕微鏡などによる評価により、例えば 18R では Mg の c 面 6 層ごとに積層欠陥が入り、その上下 4 原子層の面内に Y と Zn が L1₂ 構造をもつクラスターの 2 次元配列を形成していることが示されている。この結果だけを見ると LPSO は結晶学的に定まった原子位置をもつ規則相であり、その形成過程は秩序無秩序、あるいは核生成—成長型のキネティクスによって上記の構造が完成へと近づく過程であると予想される。ところが、構造が詳細に調べられている 18R 構造について Mg₈₅Y₉Zn₆ 組成を利用して LPSO 構造の熱処理による変化を測定したところ、時間の経過とともに 18R 単相の組織に変化してゆくこと、18R の組成変調周期=積層欠陥周期は一定であるものの、面内のクラスター間距離が連続的に大きく変化することが明らかとなった[1][2]。これはひとつの規則相が形成されていく過程としてはかなり異例な変化である。

そこでこのような特徴が積層周期によらず LPSO 構造に共通の特性であるか、などの詳細を検討するため、より薄い組成の合金を用いて 14H 構造が安定となると報告されている組成および温度領域での LPSO の構造の特徴と構造変化を調べた。

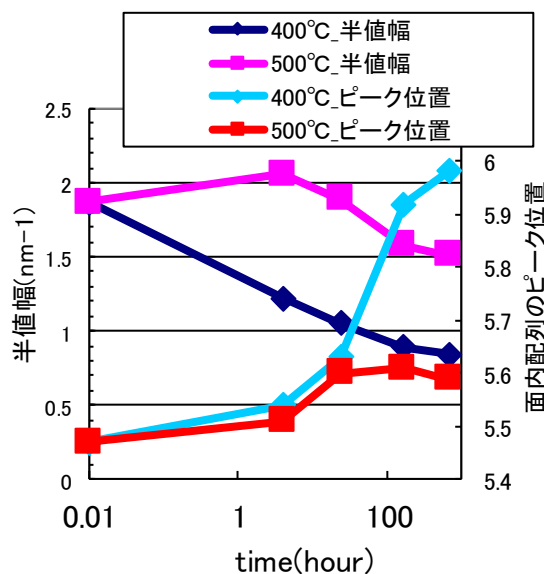
2 実験

実験は BL6A の小角散乱装置を用いておこなった。PF の小角散乱測定では Pilatus 1 M を使えるという点が本実験では非常に重要なポイントとなった。測定は Ex-situ では試料が厚さ数十 μm、長さ数百 μm の多結晶鑄造材であり、その中で特に面内のクラスターからの回折については単結晶的なパターンの取得が必要であったため、面内(χ)方向 360 度、θ 方向 ±60 度程度の回転ステージを真空槽中に設置し、得られた回折パターンの対称性を確認しながら測定

をおこなった。本申請提案時に考えていた、粗結晶を作成して切り出し、単結晶解析から SAXS と DAFS をおこなうという計画は、見かけ上の単結晶領域が内部に小傾角粒界などを多数含むものしか得られていないことが判明、対象を多結晶解析に絞り、分光については XAFS のみに限定した解析を進めている。

3 結果および考察

図 1 は Mg₉₇Y₂Zn₁ 組成の試料を 400°C および 500°C で熱処理した場合の小角回折信号の変化を示している。これまでの MgYZn 合金の 14H 構造に関する報告では 18R とは積層周期が異なるだけで面内の構造などについては同じであるという考え方がとられていたが、偏析層内でのクラスター間距離の変化が明確に温度によって異なる [3]。すなわち、高温ではクラスター間距離が明らかに遠い位置で停留し始めていることがわかる。クラスター間の距離については 18R や 10H の電子顕微鏡観察などで提案されている $2\sqrt{3}$ 構造とは明らかに異なっており、かつ温度依存性もあることから、クラスター面



クラスターの面内配列ピークの熱処理時間変化

図 1 : Mg₉₇Y₂Zn₁ 試料の熱処理に伴う構造変化。

内配置自体が2次元系としての規則構造の安定性として議論される対象であることを示唆している。これまでの14Hおよび18Rの時間変化の検討から、LPSOの構造形成の基本単位はL12クラスターの運動として捕らえてモデル化することが妥当であると考えている。この観点から、現在アモルファス合金の加熱過程をIn-situで追うことにより、その構造形成過程をクラスターの動的な構造形成過程という視点での検証を進めているところである[4]。

4 まとめ

LPSO構造を形成するMgYZn3元合金について、報告例のある24R, 18R, 14H, 10Hのうち、平衡相として取り扱っている中で最も定組成である14H構造がαMgと共存する条件での14H構造の時間変化を調べ、高温と低温で面内構造について安定なクラスター位置が異なっている可能性を示唆する結果を得た。本結果はLPSOの形成過程や構造の安定性に関してクラスターを単位とするキネティクスを示唆するものであり、今後この観点からのLPSO形成ごく初期についてのIn-situ実験を進めて行く計画である。

謝辞

本研究は科研費新学術領域「LPSOの材料科学」課題番号23109005の助成をうけた。

参考文献

- [1] H.Okuda *et al.*, ' Evolution of Long Period Stacking Ordered Structures on annealing As-Cast Mg₈₅Y₉Zn₆ Alloy Ingot Observed by Synchrotron Radiation Small-Angle Scattering' *Scripta Materialia* 68 (2013) 575
- [2] H.Okuda *et al.*, ' In-situ measurements on stability of long-period stacking ordered structures in Mg₈₅Y₉Zn₆ alloys during heating examined by multicolor synchrotron radiationsmall-angle scattering. *Scripta Materialia*, 75(2014)66
- [3] H.Okuda *et al.*, 'Microstructural evolution of long-period stacking ordered structures in Mg₉₇Y₂Zn₁ alloys examined by In-situ small-angle X-ray scattering' *Metall. Mater. Trans. A* Accepted(2014)..
- [4] H.Okuda *et al.* submitted.:Apr 2015.

* okuda.hiroshi.5a@kyoto-u.ac.jp