

Mg₈₅Gd₉Zn₆ アモルファスリボンの LPSO 形成過程 Formation of LPSO structures from Mg₈₅Gd₉Zn₆ amorphous ribbon

奥田浩司^{1,*}, 田中浩登¹, 山崎倫昭², 河村能人²

¹京都大学工学研究科 〒606-8501 京都市左京区吉田本町

²熊本大学 MRC, 〒 熊本市黒髪

Hiroshi OKUDA^{1,*}, Hiroto TANAKA¹ Michiaki YAMASAKI² and Yoshihito KAWAMURA²

¹Kyoto University, Yoshida Honmachi, Sakyo-ku Kyoto 606-8501, Japan

²Magnesium Research Center, Kumamoto University, Kurokami, Kumamoto Japan.

1 はじめに

MgYZn₃ 元合金は新規軽量構造用材料としての利用が期待される材料であり、その強化を担うのが長周期積層規則 (LPSO) 相である。われわれはこれまで MgYZn₃ 元合金のアモルファスからの結晶化過程を利用して過飽和固溶体の状態を実現し、そこからの相転移過程を In-situ で小角高角同時測定法によって観察している。バルクの鑄造材料の熱処理によって 18R 構造単相となる組成として知られている Mg₈₅Y₉Zn₆ 組成のアモルファス材料を液体急冷によって準備し、その加熱昇温過程での構想変化を調べた。Mg₈₅Y₉Zn₆ の場合、約 450 K 付近でまず結晶化が明瞭に認められ、その後結晶化した材料中で溶質原子がクラスターとして成長していくことがわかった (1) この状態での結晶は純 Mg と同様の hcp 構造となっていることが高角回折パターンから明らかとなった。クラスターは温度上昇とともに成長し、LPSO 構造の内部クラスター構造である L12 クラスターの大きさに達した温度で LPSO 化、すなわち積層欠陥の導入とクラスターの積層欠陥内・面間配列という配列異方向性が明確になった。そこで LPSO の形成機構の観点から重要になるのが積層欠陥を導入させる主要な原因がクラスターサイズなのか、あるいは温度なのか、すなわち十分なサイズに成長したクラスターのひずみエネルギーが LPSO 化を促すのか、あるいは構造相転移を誘起する転移温度が存在するという考え方のほうが妥当なのか、という点である。

この点を調べるため、MgYZn 系と同様に LPSO 構造を形成し、かつ鑄造 (結晶) 材料での実験結果から L12 クラスターの性格が MgYZn と似ていると推定される MgGdZn 系について、MgYZn と同様の熱処理過程での構造変化を調べ、LPSO 化の Kinetics を比較した。

2 実験

SWAXS 測定は BL6A にその場測定用の真空チャンバーを設置して昇温中の小角散乱ならびに高角回折強度の変化を記録した。試料は TMP の真空中で

加熱し、室温から主として 10 K/min の昇温速度でアモルファス試料の結晶化、LPSO 形成から誘拐までの過程を調べた。試料は熊本大学 MRC において液体急冷法によって作成されたアモルファスリボンを用いた。

3 結果および考察

図 1 は等速昇温にともなう小角散乱強度の変化を示している。散乱強度は 2 次元プロファイルとして取得しているが、本試料はアモルファスからランダム方位の微結晶へと変態するため、動径平均を取った 1 次元プロファイルの変化として示している。縦軸が温度、横軸が散乱ベクトルとなっている。温度上昇に伴い、まず YZn 系と同様に約 450 K で結晶化し、その後クラスターの成長が顕著に進行する。

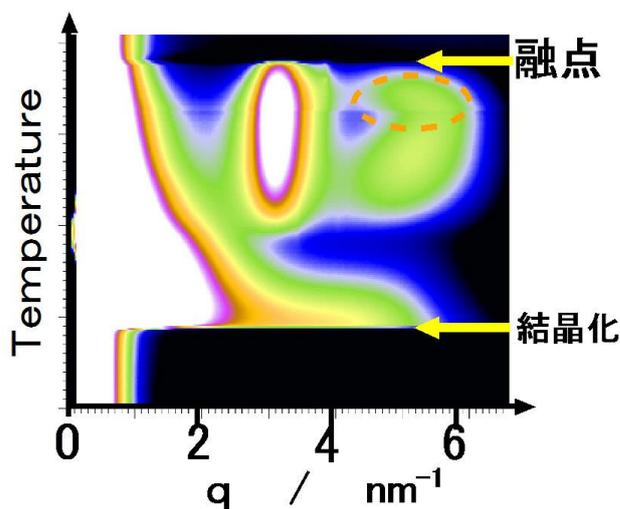


図 1 : Mg₈₅Gd₉Zn₆ アモルファスリボンの昇温過程における小角散乱強度の変化。結晶化温度以下の散乱強度は弱いので、このスケールではアモルファス中のクラスターリングは視認で着ないが、明瞭に存在する。また、In-plane のピーク位置が大きく変動するのも YZn 系と共通の特徴である。

一方、約 550 K 近傍から高温側では融点までの間で $q \sim 3.4 \text{ nm}^{-1}$ と $q \sim 5.5 \text{ nm}^{-1}$ 近傍の 2 箇所ピークが現れる。低角側のピークは c 軸方向の組成変動であり、一方高角側は積層欠陥面内のクラスター間距離に相当する。このように、結晶化温度、明瞭な LPSO 構造の 2 つのピークが確認される温度領域は YZn 系とほぼ同じである。一方、クラスターのサイズの変化を比較すると、図 2 のように GdZn 系では結晶化後比較的早い時点で L12 のサイズまで成長してしまい、その後ほぼ一定のサイズにとどまることわかった。

これはクラスターサイズがひずみ蓄積のような形で構造相転移を誘起するという構造要因で LPSO 化が開始するというストーリーでは説明できず、格子の安定性または転位移動度に対する温度依存性などの温度要因が支配していることを示唆する結果となった。 [2]

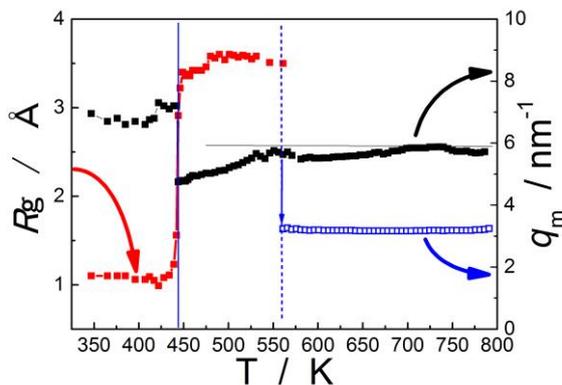


図 2 : MgGdZn 合金の結晶化から LPSO 形成にいたる慣性半径と回折ピーク位置の変化。Rg は結晶化後すぐに L12 クラスターのサイズにまで成長しているが、MgYzn の LPSO 形成温度までそのまま過飽和 h c p の状態を保つ。

4 まとめ

典型的な 18R 単相形成組成である Mg85Y9Zn6 の Y を Gd で置換した Mg85Gd9Zn6 のアモルファスリボンの結晶化から LPSO 形成にいたる過程を BL6A でのその場 SWAXS 測定し、Y の場合との比較検討をおこなった。その結果、Gd の場合にも h c p 中のクラスター成長、LPSO 化など Y の場合と同様の変態過程を経るが、クラスターの成長は Y よりも早いことがわかった。一方、LPSO 化の起こる温度は Y とほぼ同じであり、構造相転移のトリガーはクラスターサイズではなく温度であることが示された。

謝辞

本実験には科研費基盤研究 16H04492 の助成を受けた。

参考文献

- [1] H.Okuda et al., Acta Materialia 118(2016)95.
- [2] H.Okuda, Scripta Materialia 139 (2017)26.

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