

Mg85Y9Zn6 多結晶鑄造材における L P S O 組織の発達過程

Development of Long-Period Stacking Ordered microstructures in Mg85Y9Zn6 Polycrystalline alloys during annealing examined by small-angle diffraction/scattering measurements

奥田浩司^{1,*}, 堀内俊希¹, 丸山稔貴¹, 山崎倫昭², 河村能人²

¹京都大学大学院工学研究科, 〒606-8501 京都市左京区吉田本町

²熊本大学大学院, 〒305-0801 熊本市黒髪

Hiroshi Okuda^{1,*}, Toshiki Horiuchi¹, Toshiki Maruyama¹, Michiaki Yamasaki² and Yoshihito Kawamura²

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

²Dept of Mater. Sci. Kumamoto University, Kurokami, Kumamoto 305-0801, Japan

1 はじめに

Mg合金は比重が小さい軽量構造用合金として注目されている。構造用材料と言う観点からは機械的強度と信頼性が実用上重要な因子である。Mg-R-E-TM合金、本課題ではMg-Y-Zn合金は熱処理によって長周期積層構造(LPSO)とよばれる規則構造が形成されることが約10年ほど前に示され[1,2]、機械的な強度もLPSO構造形成によって向上することが確認されている。本課題で調べるMg-Y-Zn3元系は合金を鑄造した段階でLPSO構造が形成されている、TYPE Iと分類される合金であり、他方で鑄造時にはLPSOは存在せず、熱処理によって構造が形成されるTYPE IIと呼ばれる合金も存在する事が知られている。電子顕微鏡による観察から、LPSO構造が明確に形成されている状態では試料組成と熱処理条件に依存して10H, 14H, 18R, 24Rなどの長周期積層構造が形成されており、複数の周期構造が共存することが知られている。一方、このような長周期の秩序構造がどのようなキネティクスによって形成されているのか、また、どのような熱力学的な特徴からこのような特徴的な構造が形成されるのかといった点については未解明の部分が多く残されている。そこで本課題では熱処理によるLPSO組織の変化を小角領域の回折を中心にした手法で調べた。

2 実験

本実験では図1に示すようにLPSOドメイン(結晶粒)を示す小角散乱領域、積層欠陥に対する組成変調周期(例えば18Rであれば6周期ごと、14Hであれば7周期ごと)に対応する組成変調ブラッグ回折(小角回折)、および積層欠陥部分への溶質偏析が面内で秩序配列を起こしている事に対応した面内規則回折スポットの3つの階層にわたる小角散乱/回折を測定した。

6Aは波長固定であるため、面内回折に対応する回折スポットをPilatus300kに収まるカメラ長を前提

とすると、カメラ長約25cm程度となる。そこで小角散乱最下流の真空槽の内部に回折計を設置し、試料方位を変化させながらLPSO起源の小角回折の変化に注目した測定をおこなった。熱処理条件としては400℃および500℃での等温熱処理による変化を調べた。

3 結果および考察

小角部分のLPSOからの回折パターンの例を図2に示す。図には18Rに相当する6倍周期と10Hに相当する5倍周期の長周期濃度変調を示すリングパターンと6回対称の比較的半値幅の大きな回折パターンが重畳して現れている。6回対称パターンは積層欠陥の存在する偏析層内の二次元規則化構造に対応するもので、その半値幅はLPSOの濃度変調に対応する1次回折ピークと比較してはるかに広いことがわかる。これは組成変調としてのLPSOの形成は比較的広い(厚い)ドメインがAsCastの状態ですでに形成されているのに対して面内の規則化については比較的小さな規則ドメインの状態にあるためと考えられる。このようなドメインがc軸方向にはきわめて広い半値幅しか持たないという特徴も得られており、現在ドメイン構造とOD構造の両面からの検討をすすめている。また、LPSOの周期に関しては400℃の熱処理により、長時間熱処理で10Hのピークが消失して18Rのみが残る事が明らかになった。これはY9Zn6の組成では再安定なLPSO構造は18Rであることを示している。また、18Rと10H構造が同じ動径上にストリークでつながって共存している結晶粒が多く見出され、18Rと10Hが同じ結晶粒内で超伝導酸化物の例にみられるようにIntergrowthの形で共存している事が示唆された。現在LPSO形成ごく初期の偏析構造を調べるための静的構造解析と高角側の信号との同時測定のための条件選定をすすめている。

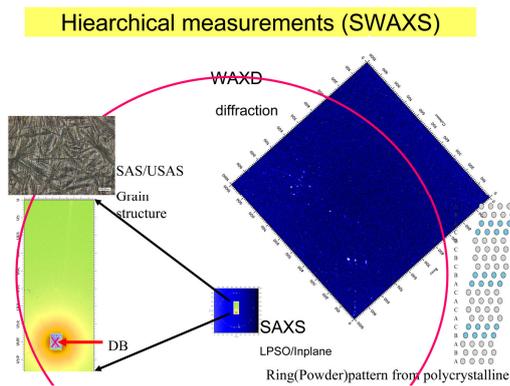


図 1 : LPSO 組織の階層構造に対応する小角散乱-小角回折-高角回折パターン例の例[3]。

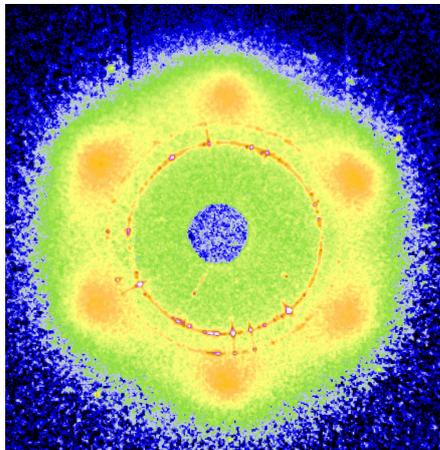


図 2 : AsCast 多結晶材の小角回折パターン例の例[4]。

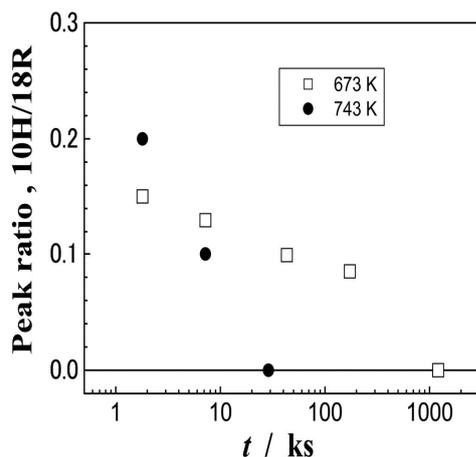


図 3 : 熱処理による LPSO 周期の異なる 2 相の相対体積率の時間変化[4]。

4 まとめ

$Mg_{85}Y_9Zn_6$ の組成を持つ多結晶 Mg 鋳造合金の熱処理による LPSO 組織の変化を小角散乱/回折法に

よって調べた。Mg (h c p) の c 軸方向に形成される長周期構造は AsCast の状態から比較的厚いドメインを形成する一方、偏析層の二次元規則化についてはドメインサイズが小さく、熱処理により成長する事が明らかになった。今後 LPSO 形成初期の構造変化を詳細に調べる事により、濃度変調と構造変調 (積層欠陥) との関係性を明らかにしてゆく。

謝辞

本研究は文科省科学研究費補助金、新学術領域研究「シンクロ LPSO の材料科学」課題番号 23109005 の補助をうけた。

参考文献

- [1] Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue, and T. Masumoto: Mater. Trans., 2001, **42**, 1172.
- [2] A. Inoue, Y. Kawamura, M. Matushita, and J. Koike: J. Mater. Res., 2001, **16**, 1894
- [3] H. Okuda, S. Ochiai Metall. Mater. Trans. **44A**(2013) 94.
- [4] H. Okuda, T. Horiuchi, T. Maruyama, S. Ochiai, M. Yamasaki, Y. Kawamura Scripta Mater. **68** (2013) 575.

*okuda@materials.mbox.media.kyoto-u.ac.jp