

## Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub> の LPSO 構造の熱処理中の変化 Structure change during isothermal annealing of Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub> cast samples

奥田浩司<sup>1,\*</sup>, 堀内俊希<sup>1</sup>, 一二三翔貴<sup>1</sup>, 山崎倫昭<sup>2</sup>, 河村能人<sup>2</sup>

<sup>1</sup>京都大学工学研究科, 〒606-8501 京都市左京区吉田本町

<sup>2</sup>熊本大学先進マグネシウム国際研究センター, 〒305-0801 熊本市黒髪

Hiroshi Okuda<sup>1,\*</sup>, Toshiki Horiuchi<sup>1</sup>, Shoki Hifumi<sup>1</sup>, Michiaki Yamasaki<sup>2</sup> and Yoshihito Kawamura<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Dept. Mater. Sci. Eng., Kyoto University, Yoshida-Honmachi, Sakyo-ku Kyoto 606-8501, Japan

<sup>2</sup> Magnesium Research Center, Kumamoto University, Kurokami 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元系は合金を鋳造した段階でLPSO構造が形成されている、TYPE Iと分類される合金である。MgZnY合金でLPSO構造が単相で得られるMg85Y9Zn6組成の熱的安定性の概要については昨年度報告したが、本年度はより低濃度組成であるMg97Zn1Y2組成の等温熱処理による組織変化を調べた。本組成はαMg相とLPSOの2相共存組織を持ち、その組織形成には凝固時に初晶としてαMgが形成されることがLPSOの特性に大きな影響を与える可能性が考えられる。また、実用上の観点からは主相αMgに強化相としてLPSO組織を含む2相組織は実用材料として想定されている組織であり、その強化相として形成されるLPSOの構造が単相領域におけるLPSOと同じ機構で形成されるのかどうかは組織形成の機構解明や組織制御の観点から重要である。

Mg85Y9Zn6組成においてはLPSO相の形成は、長時間熱処理で決定された構造と比較した場合に、初期に単範囲的、低秩序パラメータ的な構造が次第に高秩序化していくという単純なストーリーでは説明できず、階層ごとに秩序化の速度が異なっているという独特の相変化過程が明らかになりつつあり[3,4]、単一の金属間化合物の形成過程という描像には当てはまらないことがわかっている。そこで、本年度はまず低組成での等温熱処理過程において形成される典型的構造である、αMgと共存する14Hの形成過程におけるLPSO構造の時間変化を明らかにすることを目的とした測定をおこなった。

### 2 実験

測定はBL6Aの小角散乱ビームラインにおいて2軸回転可能な試料ステージを設置して行った。本実験ではLPSOのLPSO周期ならびに面内規則化周期に対応する散乱ベクトル範囲をカバーする配置が必要であったため、当初は回折計を真空パス内に設置する測定を行っていたが、検出器がPILATUS1Mに更新されたのに伴い、カメラ長を約40cm、パス外に回折計を設置する測定に変更した。

### 3 結果および考察

図1はMg97Y2Zn2組成(12材)の試料のAsCastおよび400°C1週間熱処理材料の2次元散乱パターンを示している。図より鋳造時にすでにLPSO形成にともなう長周期の組成変調のピークが明瞭に現れていること、また面内規則化についてはMg85Y9Zn6組成(69材)の場合と同様、非常にブロードな回折スポットが現れていることがわかる。長周期の組成変調に関してはMg-Y-Znの3元系において安定構造として状態図上に確認されているものはYZn組成の薄いものから順に14H,18R,10Hとなるが、αMgとの平衡を考えれば当然14Hが形成されなければならない。しかしMg85Y9Zn6の組成でも、平衡組成である18R単相ではなく、初期にはより短周期である10Hが観察されているように[3,4]、今回の結果でも初期には18Rの周期(6周期ごとの濃度変調)が観測され、次第にそれが14H単相へと向かって変化していくことが明らかになった。このように初期ではより短周期が形成される現象は速度論的なものであるという解釈が成り立つ。一方、面内の規則構造についてみると、69材において観察されたL12クラスター間距離の変化[3,4]と同様に、12材でもクラスター間距離は初期にはかなり長距離であり、クラスター位置が安定構造として報告されている $2\sqrt{3} \times 2\sqrt{3}$ 構造をとっているわけではないことが明らかになってきている。また、面内規則構造(クラスタ配置

の超構造)の安定配列についても69材と比較して長距離の分布が比較的安定的に残っていることがわかってきた。現状では材料の熱力学的な特性(試料組成の均一性や状態図トポロジーに起因する単結晶形成の困難さなど)のため、単一結晶についての追跡に至っていないが、統計的なデータからのアプローチを進めているところである。

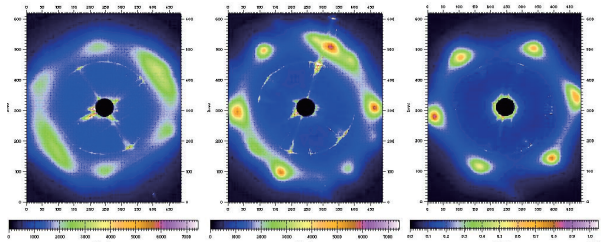


図1 : Mg<sub>97</sub>Y<sub>2</sub>Zn<sub>1</sub> 組成の鋳造多結晶材料の AsCast ならびに 673K 熱処理後の小角パターン[5]。

#### 4 まとめ

LPSO 構造を生成する希薄組成 MgYZn 合金の熱処理に伴う構造変化を小角散乱測定によって調べ、 $\alpha$  Mg 相と共存する希薄組成においても、再希薄構造である 14H ではなく、初期形成層としては一段階高濃度相である 18R が形成していること、14H の成長に伴って面内規則クラスターの位置も減少しており、クラスターの面内配置の組み換えが進んでいることが同様に示された。18R 単相組成である 69 組成と比較して面内規則化が遅く、距離が長い傾向があり、クラスター秩序化の機構、とくにクラスター間相互作用と温度-組成効果についてのさらに詳細な解析が今後必要である。

#### 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 L P S O 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. **75** (2014)
- [5] H. Okuda, T. Horiuchi, S. Hihumi, M. Yamasaki, Y. Kawamura, submitted to Metall. Mater. Trans. A

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