

# Mg 合金におけるシンクロ型長周期積層構造の拡散—変位型変態 Diffusional-Displacive Transformation of Synchronized Long Period Stacking Ordered Structure in Mg Alloys

木口 賢紀, 佐藤 和久, 今野 豊彦

Takanori Kiguchi, Kazuhisa Sato and Toyohiko J. Konno

東北大学金属材料研究所

**要 旨** 遷移金属元素と希土類元素を同時添加した Mg 基 3 元系合金では、積層欠陥と元素濃化が同期したシンクロ型長周期積層構造 (LPSO) が自己組織化され、従来の Mg 合金、Al 合金を凌駕する機械的性質を持つことが注目されている。しかし、その組織形成や多形間の変態挙動に関しては十分な理解が得られていなかった。本稿では、 $Mg_{97}Zn_1Y_2$  合金の LPSO 多形間の変態について、TEM 及び HAADF-STEM 法と局所歪み解析に基づく最近の研究成果について紹介する。

**キーワード**：マグネシウム合金、長周期積層構造、拡散—変位型変態、HAADF-STEM、局所歪み解析

## 1. はじめに

マグネシウム (Mg) 合金は、実用材料の中で最も軽量な構造材料である。加えて、高い比強度、制震性、低環境負荷、優れたリサイクル性といった特徴を持つことから、モバイル機器のみならず、自動車エンジン等の部品、さらには次世代の航空機や鉄道車両の筐体など、省エネルギー化に向けて既存の軽金属材料に代わる超軽量構造材料として注目されてきた。しかし、Mg 合金の加工性、強度、耐食性、耐熱性の乏しさが、その実用化の障害となっていた。

今世紀に入り、微量の遷移金属元素と希土類元素を同時添加することによって、積層欠陥 (構造変調) と元素濃化 (濃度変調) が同期した「シンクロ型長周期積層構造 (以下 LPSO)」と呼ばれる新規な長周期構造が河村らによって発見された。そのキンク変形により、従来の超高強度材料であった超々ジュラルミン合金の強度を遥かに凌ぐ 600 MPa 以上の耐力、5% を越える伸び、優れた耐食性を示すことが明ら

かになって、従来の Mg 合金の弱点を克服できる可能性が見えてきた<sup>1-3)</sup>。しかし、発見から 10 年が過ぎたにも関わらず材料強度を支配する微細組織・LPSO の形成機構などの基礎的な知見については十分に理解が進んでおらず、材料組織設計を行う上で解決すべき課題となっていた。

Mg 基 3 元系合金における LPSO とその関連合金のミクロな構造については、これまでに透過型電子顕微鏡法 (Transmission Electron Microscopy: TEM) や高角度環状暗視野走査透過型電子顕微鏡法 (High-Angle Annular Dark Field-Scanning Transmission Electron Microscopy: HAADF-STEM) を用いて多くの研究がなされ、LPSO の構造に関してこの 5 年間で飛躍的な進展があった。代表的な Mg-Zn-Y 合金の LPSO の HAADF-STEM 像を図 1 に示す。(a) は  $[2\bar{1}\bar{1}0]_{Mg}$  晶帯軸方向、(b) は  $[01\bar{1}0]_{Mg}$  晶帯軸方向から投影した像である。いずれも部分的に輝点の規則配列が見られ、像の右側に示す代表的な規則構造はモデル構造のような Y と Zn からなる  $L1_2$  型構造に近い  $Zn_6Y_8$  クラスタであることが知られている<sup>4,5)</sup>。近年、環状明視野走査透過型電子顕微鏡法 (Annular Bright Field-Scanning Transmission Electron Microscopy: ABF-STEM) により、クラスター中心の格子間サイトに Mg や濃化元素が存在していることが指摘されているが<sup>6)</sup>、ここでは簡単のため  $Zn_6Y_8$  クラスタとして扱う。 $L1_2$  型クラスターが濃化層面内で完全に規則配列している Order-Disorder (OD) 構造に対して、LPSO で

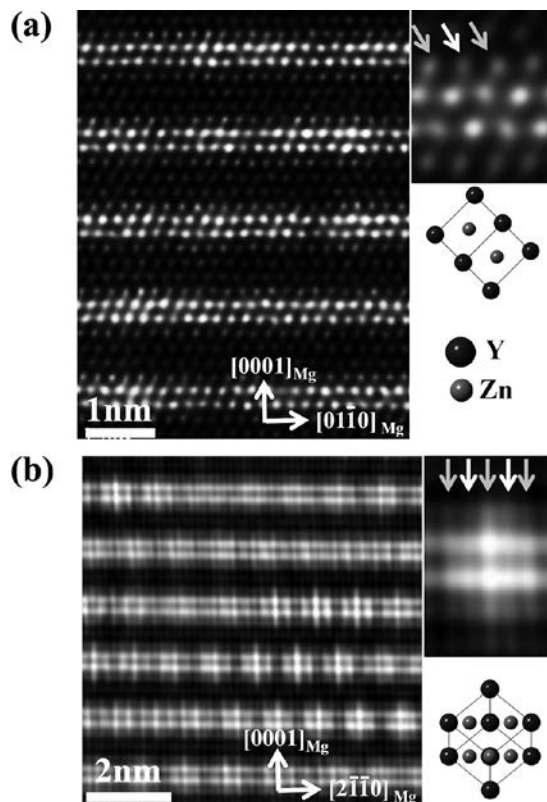


図 1 (a)  $[2\bar{1}\bar{1}0]_{Mg}$  方向から投影した 18R 型 LPSO 及び (b)  $[01\bar{1}0]_{Mg}$  方向から投影した 10H 型 LPSO の HAADF-STEM 像と、濃化層内の  $L1_2$  型クラスターの構造。

〒 980-8577 宮城県仙台市青葉区片平 2-1-1  
TEL: 022-215-2128; FAX: 022-215-2126  
E-mail: tkiguchi@imr.tohoku.ac.jp  
2015 年 5 月 12 日受付

はこれらのクラスターが濃化層面内で完全に規則配列しているわけではなく、局部的に規則配列したドメイン構造を形成する<sup>4-8)</sup>。この様な部分規則配列した濃化層が $[0001]_{\text{Mg}}$ 方向に長周期構造をもつ。つまり、LPSOは短距離秩序、中距離秩序、長距離秩序が共存した特異な階層的構造である。仕込み組成と熱処理条件によって、濃化層の長周期的な積層周期が異なる4種の多形、10H、18R、14H、24R型のLPSOの存在が報告されており、FCC型(3C型)の積層をもつ濃化層とHCP型(2H型)の積層をもつ非濃化層(Mg)の組み合わせ、特に非濃化層の層数により、これらの多形の構造を理解することができる<sup>9-13)</sup>。

既往の多くの研究は、形成後のLPSO構造の解明に重点を置いたものであり、この様な複雑なLPSO構造がどのように形成され、多形間の変態が起こるのかミクロなメカニズムからの理解は進んでこなかった。この様な中で、近年Zhuらは、 $\text{Mg}_{96.7}\text{Zn}_{0.8}\text{Y}_{2.4}\text{Zr}_{0.2}$ 合金の18R型から14H型へのLPSO多形間の変態が、拡散一変位型のメカニズムで起こることを示唆した<sup>14)</sup>。しかし、18R型積層周期と24R型積層周期の入れ換えを観ており、この系で観察されるような18R型と14H型の間の変態を直接観察しているわけではない。また、原子レベルでの変態挙動についても明らかにされていない。

筆者らは、積層周期の異なるLPSO多形間の変態がどのような機構で起こるのか、局所弾性場解析に基づいたナノスケールの弾性相互作用という切り口から、Mg合金におけるLPSO多形間の変態のミクロなメカニズム解明を目指し研究を進めてきた。本稿では、 $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ (at%) 鋳造合金におけるLPSO多形間の微視的な変態機構について、収差補正HAADF-STEM法を活用した最近の研究成果について紹介する。

## 2. 実験方法

試料には、高周波誘導加熱によりAr雰囲気中で溶製した鋳造合金インゴットを用い、合金組成は $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ (at%)のas-cast材と時効材である。放電加工により切断した後、石英ガラス管にAr封入し、マッフル炉にて773 Kまたは833 K、5-50 hの条件で時効処理を行い、氷水中で焼入れした。試料の薄片化は回転研磨機(MA-200, ムサシノ電子)によるバフ研磨に続いて、ディンプルグラインダー(Model 656, Gatan)とイオンミリング法(PIPS Model 691, Gatan)により行った。試料の構造・微細組織の評価には、TEM(EM-002B, TOPCON)とHAADF-STEM(JEM-ARM200F, JEOL)を使用した。像観察は、全て加速電圧200 kVで行った。HAADF-STEM観察は、収束半角23-30 mrad(焦点深度約5-10 nm)、取込み半角約90-175 mradの条件で行った。高分解能像については、2次元Wiener Filtering、必要に応じてBragg Filtering処理を行った。HAADF-STEM像の局所歪み場の解析には、Peak-Pairs Analysis(PPA, HREM research)を使用した<sup>15)</sup>。

## 3. 高温時効によるLPSO多形間の変態

初めに、高温時効によるLPSOの変態について述べる。図2

は、 $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金 as-cast 材を773 Kで時効した時のLPSOの変化を示したTEM明視野像と制限視野電子回折図形である。投影方向は $[01\bar{1}0]_{\text{Mg}}$ である<sup>16)</sup>。As-cast材 図2(a)(b)では、6倍周期の $n/6(0002)_{\text{Mg}}$ ( $n$ :整数)衛星反射のみが観察され、ほぼ18R型LPSOであることが分かる。時効を進めると、10 h時効材 図2(c)(d)では、6倍周期の $n/6(0002)_{\text{Mg}}$ に加えて7倍周期の $n/7(0002)_{\text{Mg}}$ の出現が既に始まっており、18R型と14H型LPSOが共存していることを示している。30 h時効材 図2(e)(f)では $n/6(0002)_{\text{Mg}}$ と $n/7(0002)_{\text{Mg}}$ の強度が逆転し、14H型LPSOへの変態が進行している。50 h時効材 図2(g)(h)では、 $n/7(0002)_{\text{Mg}}$ のみが観察され、ほぼ14H型LPSOの変

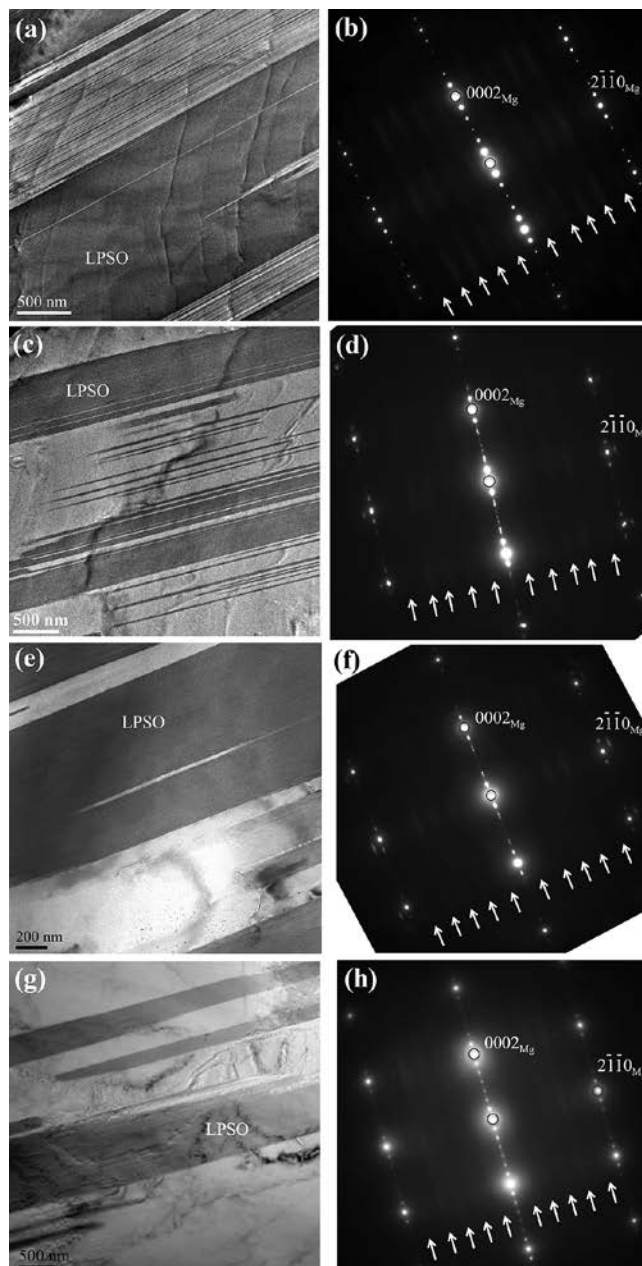


図2 773 Kで時効した $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金LPSOのTEM明視野像と制限視野電子回折図形。(a)(b) As-cast材、(c)(d) 10 h時効材、(e)(f) 30 h時効材、(g)(h) 50 h時効材。



態が完了していることを示している。なお、 $[0001]_{\text{Mg}}$  方向の規則反射列の間には矢印で示した位置に 5 本の弱いストリークが観察されている。これは、各濃化層内に 2 次的に配列した  $\text{Zn}_6\text{Y}_8$  クラスターの面内規則度が小さいことを示している<sup>4-7</sup>。18R 型から 14H 型への変態が完了しても、ストリークの強度や強度分布に目立った変化は見られないことから、 $\text{Zn}_6\text{Y}_8$  クラスターの面内規則度と濃化層の長周期構造の変化とは独立の現象であることを示唆している。この点については、奥田らが放射光を利用した加熱小角散乱実験により、凝固直後に 18R 型の長周期性を表す散乱強度が観測されることを見出しており、LPSO 形成においてこの長周期性が本質であることを主張している<sup>17</sup>。

#### 4. LPSO 多形間の変態のミクロなメカニズム

では、このような長周期構造がどのように変態を起こすのか、その素過程について検討する。図 2 における各時効段階において LPSO 内部を撮影した高分解能 TEM 像と白枠 AB 間ラインプロファイルを図 3 に示す。ここで、 $[0001]_{\text{Mg}}$  方向に直交する黒い筋状のコントラストが個々の濃化層を示す。ここで、既往の研究より濃化層の間隔は LPSO の多形固有の値を持ち、10H 型:1.30 nm, 18R 型:1.56 nm, 14H 型:1.85 nm, 24R 型:2.06 nm であることが報告されている<sup>5</sup>。これに基づけば、As-cast 材 図 3 (a) では、18R 型 LPSO が存在し、その中に 24R 型に相当するイレギュラーな積層周期が確認できる。10 h 時効材 図 3 (b) では、24R 型に相当するイレギュラーな積層周期の周囲に 14H 型の積層周期の出現が認められる。さらに、30 h 時効材 図 3 (c) では、14H 型に相当する積層周期が 18R 型よりも支配的になりつつある。50 h 時効材 図 3 (d) ではほぼ全ての LPSO が 14H 型に置き換わっており、変態が完了していることを示している。以上の結果は、24R 型に相当するイレギュラーな積層周期が、LPSO 多形間の変態の起点となっていることを示唆している。

次に、LPSO 多形間の変態素過程のミクロなメカニズムについて述べる。833 K, 5 h 時効後の  $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$  合金について、変態の起点周囲を  $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Mg}}$  方向から観察した HAADF-STEM 像を図 4 に示す<sup>18</sup>。図 4 (a) のように、18R 型 LPSO 内部に部分的にイレギュラーな積層周期が観察されている (矢印)。矢印の周囲を拡大したのが図 4 (b) である。濃化層は  $(0001)_{\text{Mg}}$  の面内方向での格子整合性を維持しつつ、僅か数 nm 幅の構造領域において 1 層単位で局所的に変態が起きていることが分かる。本画像では、LPSO の積層周期が 18R 型と 24R 型との間で入れ替わっている。画像中心付近の積層構造変化の構造遷移領域においては、サブピークを含む濃化層が通常 4 層から 6 層に拡張しており、左右の濃化層に食い違いが起きている。そこで通常濃化層と構造遷移領域における最密充填層の積層順序を検討してみると、図中に示したバーガース回路から分かるように、構造遷移領域の両側では濃化層を挟んだ上下で  $[01\bar{1}0]_{\text{Mg}}$  方向に半原子間隔の食い違いが見られることから、 $\mathbf{b} = \pm 1/3[01\bar{1}0]_{\text{Mg}}$  の逆向きのバーガースベクトル

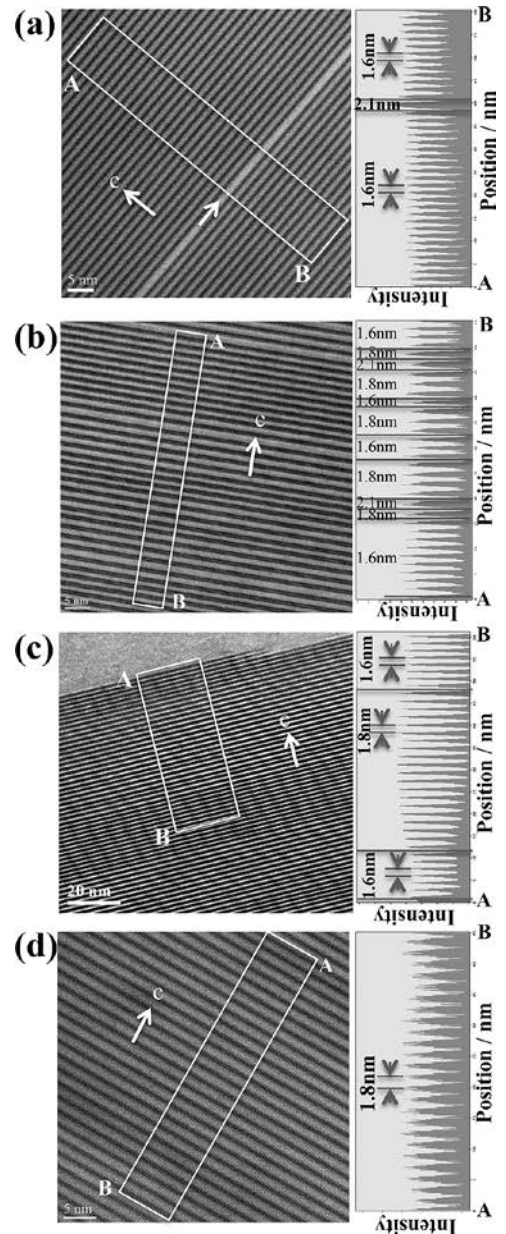


図 3 773 K で時効した  $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$  合金 LPSO の高分解能 TEM 像とラインプロファイル。(a) As-cast 材, (b) 10 h 時効材, (c) 30 h 時効材, (d) 50 h 時効材。

をもつ 1 対の Shockley 部分転位が存在しており、 $(0001)_{\text{Mg}}$  面上での Shockley 部分転位の運動に伴ってナノサイズの構造遷移領域が移動することを示している。これは、LPSO の濃化層が Type-II のイントリンシック型積層欠陥からなり、部分転位の滑りによって生成・消滅できることを示している。そして、構造遷移領域において  $(0001)_{\text{Mg}}$  面 2 層にわたって溶質元素 Zn, Y が短範囲拡散を起こし、Zhu らが指摘するように拡散一変位型変態する<sup>14,19,20</sup>。なお、構造遷移領域の幅については、視野によってばらつきが見られ、投影方向の端部形状と関係するものと考えている<sup>21</sup>。

次に、HAADF-STEM 像の Peak-Pairs Analysis (PPA) 解析によって、積層不整周辺の 2 次元原子変位場から算出した歪

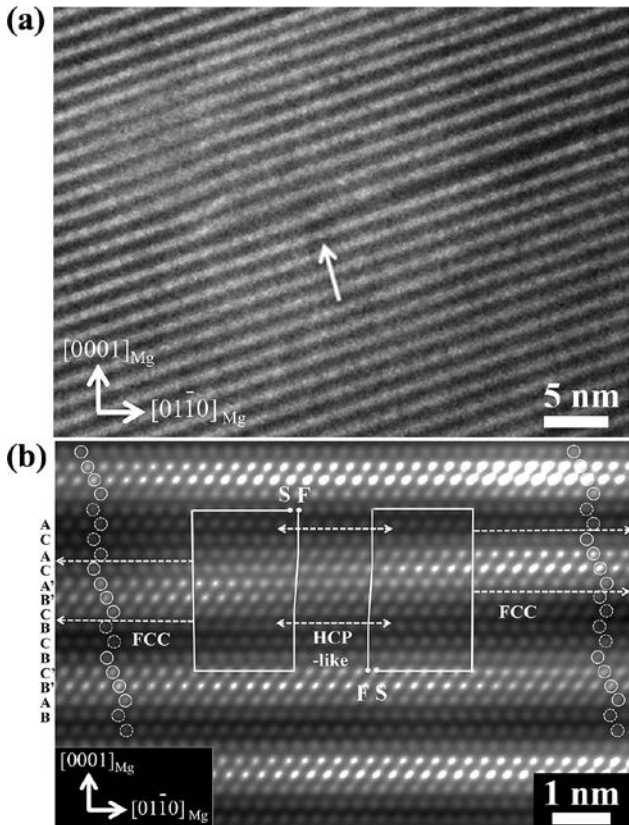


図4 833 K 5 h 時効後の  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  合金における 18R 型と 24R 型の積層周期間の移動を捉えた HAADF-STEM 像。(a) 構造遷移領域を含む領域全体像、(b) 構造遷移領域近傍の高分解能像。

みマップのうち面外垂直歪み成分とその強度プロファイルを図5に示す<sup>18)</sup>。ここで、「歪み」とは非濃化層における原子カラムの周期性をリファレンスとした場合の濃化層の相対的な原子変位という意味で用いる。図5(a)は図4(b)の視野を含む HAADF-STEM 像、図5(b)(c)はそれぞれ濃化層面内方向の  $[01\bar{1}0]_{Mg}$  方向、及び面外方向の  $[0001]_{Mg}$  方向の2次元垂直歪みマップを表す。図5(b)面内方向ではほぼ均一であることから、濃化層は非濃化層に対して整合界面を形成していることを反映している。これに対し、図5(c)面外方向では、濃化層の長周期構造に対応した歪み場が現れている。特に、変態の構造遷移領域に注目すると、構造遷移領域内では垂直歪み成分は均一ではなく、上下の2層が段違いに入れ子のような分布を示している。よって、 $[0001]_{Mg}$  方向に相対的に2層分シフトした2つの濃化層の端部が構造遷移領域において接していることを示している。ここで、図5(c)における1-6の点線に沿ったラインプロファイルを図5(d)に示す。濃化層は非濃化層よりも  $[0001]_{Mg}$  方向に約16%収縮している。一方、構造遷移領域においては、溶質元素による格子間隔の収縮度が11-13%であり、濃化層よりも収縮度合いが小さかった。構造遷移領域では HCP 型構造を持ち上下に接していることから考えると、FCC-HCP 間の積層変化を伴わずに HCP 型構造のまま溶質元素が移動できることを示唆している。濃

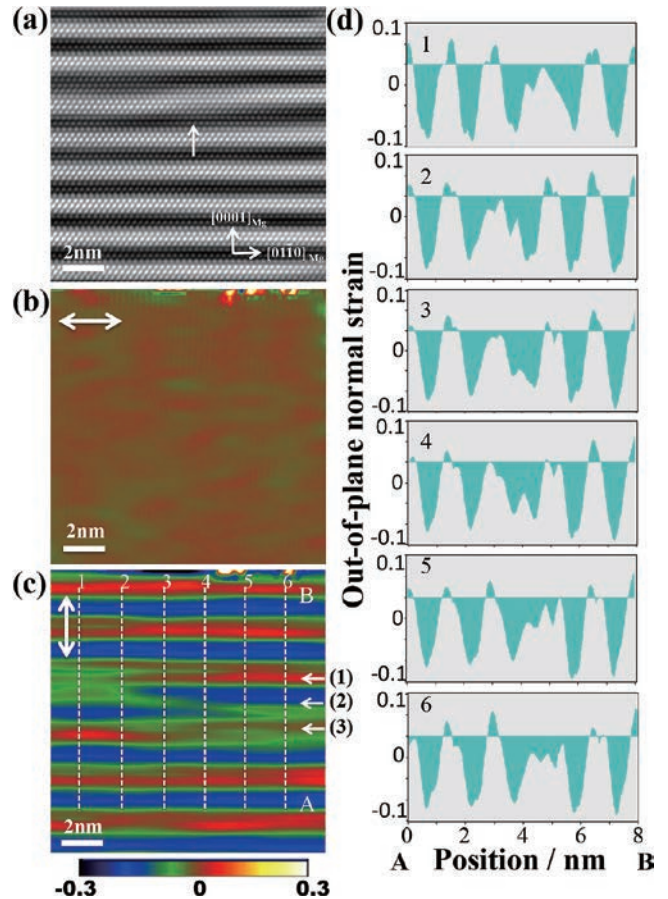


図5 833 K 5 h 時効後の  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  合金における構造遷移領域近傍の (a) HAADF-STEM 像、及び歪みマップ。(b)  $[01\bar{1}0]_{Mg}$  面内方向の垂直歪み成分、(c)  $[0001]_{Mg}$  面外方向の垂直歪み成分、及び (d) (c) の点線1-6のラインプロファイル。

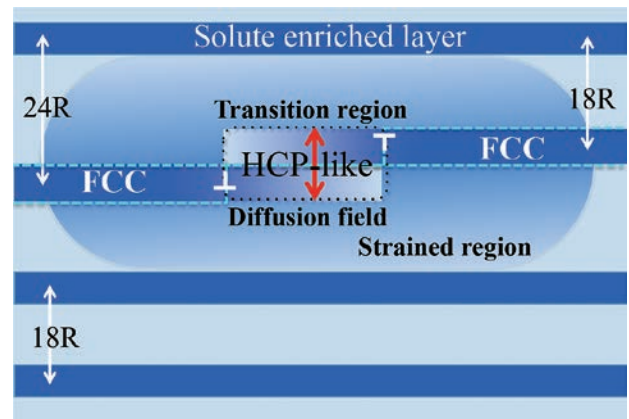


図6 構造遷移領域の模式図。LPSO 多形間の変態の素過程を示す。

化層との間の約4%が溶質原子濃度の差、並びに HCP 型と FCC 型の構造の差に起因するものと考えられる。以上より、濃化層は  $(0001)_{Mg}$  の面内方向での格子整合性を維持しつつ、 $[0001]_{Mg}$  方向において収縮していることが指摘される。また、図5(c)における(1)-(2)間、(2)-(3)間の距離は5%程度変化しているが、(1)-(3)間の距離は常に一定である。つま



り、積層変化に伴う構造的な歪みは3層の濃化層の内部に局在し、LPSO全体や周囲のマトリックスには弾性的な影響を及ぼさないことを示している。なお、図5では非濃化層をリファレンス領域にとったが、筆者らの最近の研究からLPSOの周囲の $\alpha$ -Mgマトリックスをリファレンス領域にとると、LPSO内部の非濃化層はマトリックスに対して面外方向に約5%伸びており、LPSO内部では濃化層における $(0001)_{\text{Mg}}$ 面間隔の収縮を非濃化層が伸張することで、周囲のマトリックスに対してLPSOが歪みを生じないよう自ら弾性場を緩和していることが明らかになった<sup>22)</sup>。

以上の結果に基づいて、LPSO多形間の変態の素過程を図6に模式的に示す。LPSO多形間の変態は、LPSO内部における個々の濃化層が成長レッジとして振る舞い、構造遷移領域においてFCC型からHCP型へ積層が変化し、さらに隣接するHCP型の濃化層間で $[0001]_{\text{Mg}}$ 方向への溶質元素の短範囲拡散が起こり濃化層が $[0001]_{\text{Mg}}$ 方向へシフトした後、再濃化することでHCP型からFCC型への積層周期の変化、ここでは18R型と24R型の積層周期の交換、が起こると考えられる。この様に、LPSO多形間の変態は、構造遷移領域を介した一種の拡散一変位型変態によって起こることを示唆している<sup>19,20)</sup>。類似の構造はZhuらによっても報告されているが、構造遷移領域の定量的な解釈はなされていない<sup>14)</sup>。

## 5. $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金における18R型から14H型への変態機構

前節で述べた変態のメカニズムは、変態の素過程を表していると考えられるが、18R型積層周期と24R型積層不整の間で入れ替わるだけであるので、多形間の変態そのものでは

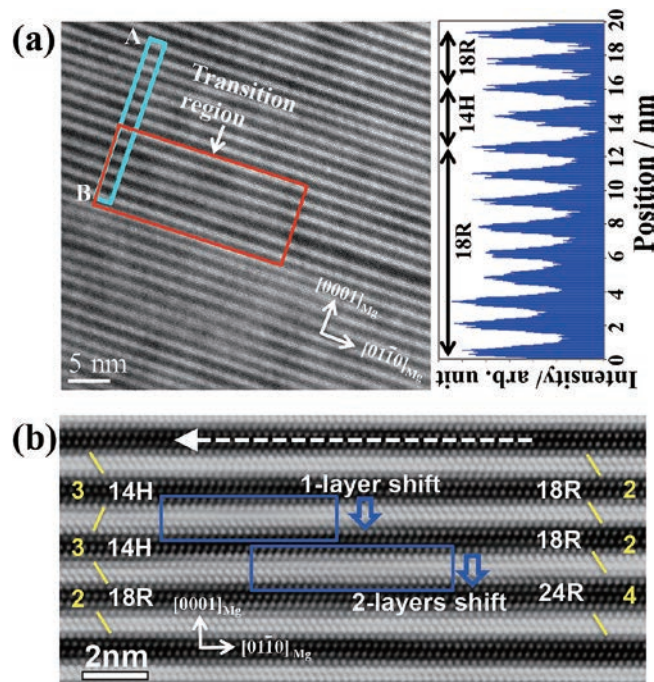


図7 833 K 5 h 時効後の  $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$  合金における18R型から14H型への多形間の変態を捉えたHAADF-STEM像。(a) 構造遷移領域を含む領域全体像、(b) 構造遷移領域近傍の高分解能像。

ない。本節では、前節の結果に基づいて、833 Kで5時間時効した $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金の18R型から14H型へのLPSOのミクロな変態機構について述べる。

図7(a)に、 $[2\bar{1}\bar{1}0]_{\text{Mg}}$ 方向から観察したHAADF-STEM像を示す。この領域の多くは18R型のLPSOであるが、プロフィールからもわかるように、14H型のLPSOも存在している。つまり、この組織は18R型から14H型への多形間の変態途中の組織である。また、LPSO内部には多くの積層不整が観察されるが、矢印で示した構造遷移領域では2層の濃化層が積層方向に変位している。図7(a)の赤枠内の拡大図を図7(b)に示す。この図中に黄色の数字で非濃化層の層数を表し、対応するLPSOの多形を白字で表した。また、それぞれの濃化層におけるFCCの剪断方向を黄線で示す。図7(b)の右側から左側にかけて、24R型の積層不整を介して、18R型から14H型への変態が生じている。また、この変態前後で非濃化層は2層+2層+4層から3層+3層+2層と変化しており、変態の前後で $[0001]_{\text{Mg}}$ 方向の層数是不変である。この変態は、HCP型の構造遷移領域を介して2本の濃化層が $[0001]_{\text{Mg}}$ 方向にそれぞれ2層変位、1層変位するものと理解できる。この構造遷移領域では溶質元素の短範囲拡散が生じており、図4同様拡散一変位型の変態である。

ここで、1層変位する濃化層に注目すると、FCC層の剪断方向が反転している。LPSOにおいて、剪断方向は非濃化層数の偶奇性に依存するため、1層変位する際にはFCC層の剪断方向が反転するが、剪断方向の反転に伴う歪みがHCP型構造の構造遷移領域で緩和されることが示唆される。また、2層変位する構造遷移領域では逆方向のShockley部分転位が2本存在するが、1層変位する構造遷移領域では同方向のShockley部分転位が2本存在する。つまり、変態はこの2組のShockleyの部分転位が $(0001)_{\text{Mg}}$ 面内を移動することで進行するものと考えられる。24R型を介した18R型から14H型への変態についてはZhuらの研究から既に推測されていたが、実際に観察したデータの報告が無かった<sup>14)</sup>。本観察結果から、 $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金における18R型から14H型LPSOへの変態は、微視的には24R型の積層不整を起点として、1層変位、2層変位の素過程が連携することで生じることが明らかになった<sup>18)</sup>。

## 6. まとめ

本研究では、 $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$  鋳造合金におけるLPSO多形間の変態について、HAADF-STEM法とHRTEM法を活用し、局所的な原子変位場・弾性場の観点から解析を行うことで、原子スケールでLPSO多形間の変態の機構を検討した。LPSO多形間の変態は、個々の濃化層が前方にHCP型の構造遷移領域を伴ったレッジとして移動し、構造遷移領域内で溶質原子の短範囲拡散と再濃化を伴って、FCC-HCP-FCC型の2重の変態が起こる。また、本合金組成ではマイナーな多形に相当する24R型積層不整が変態の起点となる。非濃化層の $(0001)_{\text{Mg}}$ 面間隔と比較して、濃化層は16%程度収縮している

のに対して、構造遷移領域では11–13%程度の収縮量であり、構造遷移領域における濃化層の面間隔の収縮は、溶質原子が短範囲拡散する影響を受けていることを示唆している。以上が変態の素過程である。Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub>合金における18R型から14H型への変態も、以上の素過程に基づく機構であり、マイナーな多形に関連した積層不整が、構造の乱れを局在化したまま変態に伴う濃化層の面外方向への変位を可能とし、多形間の変態の起点となるものと考えられる。18R型から14H型の変態は、濃化層が[0001]<sub>Mg</sub>方向に1層変位する必要があるが、この際FCCの剪断方向の反転を伴い、同方向に2本のShockleyの部分転位が走る。一方、24R型積層不整を介した変態では、いずれの場合も濃化層が[0001]<sub>Mg</sub>方向に2層変位する。そして、本研究で観察された結果から、これら1層変位と2層変位が連携する協力現象として変態が起こることが明らかになった。この様に、数nmスケールの構造遷移領域が隣接する濃化層の間で近接して形成されることによって、周囲のLPSO構造に影響を及ぼすこと無く局所的な構造の乱れを起こすだけで多形間の変態が逐次進行する。また、LPSO内部では濃化層における(0001)<sub>Mg</sub>面間隔の収縮を非濃化層の伸張によって歪みを補償するため、周囲のマトリックスを歪ませることなくLPSOの形成・成長が可能である。他のLPSO多形間における変態や他の合金組成におけるLPSOにおいても本研究で提案した機構で説明できると考えている。

#### 謝 辞

本稿で紹介した研究は、文部科学省科学研究費補助金・新学術領域研究「シンクロ型LPSO構造の材料科学一次世代軽量構造材料への革新的展開」(課題番号23109001)の援助により行われました。鑄造合金は熊本大学河村能人教授、山崎倫昭准教授より提供頂きました。東北大学金属材料研究所古原忠教授には、本研究遂行にあたり貴重な助言を頂きました。東北大学大学院工学研究科小林恒誠博士、東北大学金属材料研究所伊藤俊氏、東北大学先端電子顕微鏡センターの青柳英二氏、早坂祐一郎氏には、電子顕微鏡観察に関してご支援頂きました。最後に、本研究は筆者の所属する東北大学金属材料研究所不定比化合物材料科学研究部門の卒業生二宮悠、新見健輔、松永修平の諸氏の貢献により進めることができました。ここに特記して深甚な感謝の意を表します。

- 1) Kawamura, Y., Hayashi, K., Inoue, A. and Masumoto, T.: *Mater. Trans.*, **42**, 1172–1176 (2001)
- 2) Inoue, A., Kawamura, Y., Matsushita, M., Hayashi, K. and Koike, J.: *J. Mater. Res.*, **16**, 1894–1900 (2001)
- 3) Abe, E., Kawamura, Y., Hayashi, K. and Inoue, A.: *Acta Mater.*, **50**, 3845–3857 (2002)
- 4) Yokobayashi, H., Kishida, K., Inui, H., Yamasaki, M. and Kawamura, Y.: *Acta Mater.*, **59**, 7287–7299 (2011)
- 5) Egusa, D. and Abe, E.: *Acta Mater.*, **60**, 166–178 (2012)
- 6) 阿部英司: まてりあ, **54**, 50–54 (2015)
- 7) Kurokawa, S., Yamaguchi, A. and Sakai, A.: *Mater. Trans.*, **54**, 1073–1076 (2013)
- 8) 岸田恭輔, 乾 晴行: 顕微鏡, **49**, 181–189 (2014)
- 9) Itoi, T., Seimiya, T., Kawamura, Y. and Hirohashi, M.: *Scr. Mater.*, **51**, 107–111 (2004)
- 10) Matsuda, M., Ii, S., Kawamura, Y., Ikuhara, Y. and Nishida, M.: *Mater. Sci. Eng. A*, **393**, 269–274 (2005)
- 11) Zhu, Y.M., Weyland, M., Morton, A.J., Oh-ishi, K., Hono, K. and Nie, J.F.: *Scripta. Mater.*, **60**, 980–983 (2009)
- 12) Zhu, Y.M., Morton, A.J. and Nie, J.F.: *Acta. Mater.*, **58**, 2936–2947 (2010)
- 13) Abe, E., Ono, A., Itoi, T., Yamasaki, M. and Kawamura, Y.: *Philos. Mag. Lett.*, **91**, 690–696 (2011)
- 14) Zhu, Y.M., Morton, A.J. and Nie, J.F.: *Acta Mater.*, **60**, 6562–6572 (2012)
- 15) Galindo, P.L., Kret, S., Sanchez, A.M., Laval, J.-Y., Yáñez, A., Pizarro, J., Guerrero, E., Ben, T. and Molina, S.I.: *Ultramicroscopy*, **107**, 1186–1193 (2007)
- 16) Kiguchi, T., Matsunaga, S., Sato, K. and Konno, T.J.: *Mater. Trans.*, **55**, 1377–1382 (2014)
- 17) Okuda, H., Horiuchi, T., Tsukamoto, T., Ochiai, S., Yamasaki, M. and Kawamura, Y.: *Scr. Mater.*, **68**, 575–578 (2013)
- 18) Kiguchi, T., Ninomiya, Y., Shimmi, K., Sato, K. and Konno, T.J.: *Mater. Trans.*, **54**, 668–674 (2013)
- 19) Christian, J.W.: *Prog. Mater. Sci.*, **42**, 101–108 (1997)
- 20) Christian, J.W.: *Metallur. Mater. Trans. A*, **25**, 1821–1839 (1994)
- 21) Sato, K., Matsunaga, S., Tashiro, S., Yohei, Y., Kiguchi, T. and Konno, T.J.: *Mater. Trans.*, **56**, 928–932 (2015)
- 22) Matsunaga, S., Kiguchi, T., Sato, K. and Konno, T.J.: *Mater. Trans.*, **56**, 923–927 (2015)