Si₃N₄/SiC 複合材中の α -SiC プレーットの結晶構造と破壊挙動に及ぼす HIP 焼結の影響

Giuseppe PEZZOTTI

大阪大学産業科学研究所, 567 大阪府茨木市美穂ヶ丘 8-1

Effect of HIP Sintering on the Crystal Structure and Fracture Behavior of α -SiC Platelets Embedded in Si₃N₄ Matrix

Giuseppe Pezzotti

The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University, Mihogaoka, Ibaraki-shi, Osaka 567

[Received March 29, 1993; Accepted July 13, 1993]

The effect of severe HIP sintering conditions (2050°C, 180 MPa) on the crystal structure and fracture behavior of SiC platelets embedded in an Si₃N₄ matrix has been examined. The starting SiC platelets were single crystals of hexagonal structure (α -SiC) mainly constituted of the 6H and 4H polytypes with a minor fraction of 15 R type. Etch-pit analysis revealed that this latter structure was a host in 6H or 4H crystallites and did not exist as a single crystallite. The SiC crystallites were separated from the nitride matrix by a chemical procedure and characterized by XRD, SEM and AFM. Then, the results were compared with that by TEM and SEM on the bulk composite specimen. No phase transformations were detected and the polytype fractions were unchanged after HIP sintering. However, locally unbalanced shear forces by neighboring crystals deformed the SiC platelets plastically during sintering causing the slip of close-packed (0001) planes and resulting in the introduction of high density dislocations into the crystals by glide mechanism. The dislocation density in the SiC platelets after HIP sintering was typically in the order 10^{15} m^{-2} . Dislocations had little or no effect on the cleavage fracture of the SiC platelets but produced some kinking and local splitting of the crack path for propagation along other crystallographic planes.

Key-words: SiC platelet, Si₃N₄ matrix, HIP sintering, Crystal structure, Dislocation density, Fracture behavior

1. 緒 論

1500°C付近で使用される強く耐損傷性の高い材料の開発は、非常に高い温度と圧力による高耐熱性セラミックス及びセラミックス複合材料の焼結をもたらすようになった^{1)~5)}。実際、Si₃N₄やSiCのような共有結合性セラミックスは、高純度状態のままで、従来の方法ではうまく焼結できないことが知られていたが、高温高圧を用いたプロセス技術の開発研究の結果、これらの材料の高密度化が達成され、高温で優れた機械的性質を持つことが明らかにされてきている。しかしながら、その後の更に詳しい研究により、焼結体の特性は、出発原料中の少量の不純物⁶⁾、固溶原子や結晶の欠陥^{7),8)}、そして厳しい焼結条件に由来する

焼結体中の微細組織オーダでの残留応力⁹⁾と言うような、非常に細かいパラメータにかなり依存していることも明らかになった。したがって、要求されている高温力学特性を得るためには、正確な微細組織の制御能力とマイクロメカニックスの解析能力が必要不可欠である。

本研究では、Si₃N₄/SiC プレート複合材料の解析に関する考察を示した。その主な目的は、材料の機械的挙動に対し重要な要素である強化相 SiC の、焼結前後の結晶構造及びマイクロ破壊挙動を調査することである。Si₃N₄の母材から、分散相の SiC を損傷させることなく化学的処理により分離¹⁰⁾、走査型電子顕微鏡 (SEM) 及び原子間力顕微鏡 (AFM) により解析した。そしてその結果を複合体のままの透過型電子顕微鏡 (TEM) 及び SEM 観察結果と比較した。

2. 実験方法

2.1 複合材料の焼結

市販の高純度窒化ケイ素粉末 (宇部興産製, E-10) に炭化ケイ素プレート (C-axis, Grade M; 平均直径24.6 μm , 厚み3.2 μm) を25 vol%複合化し、助剤無添加で、170 MPa, 1h の条件で HIP 焼結した。その際の焼結温度は、得られる焼結密度が理論密度の99.8%以上になるように2050°Cに設定した。この複合体の焼結条件、微視組織及び機械的特性の更に詳しい解析は、別の論文^{5),9)}に示されている。

2.2 SiC 相の分離及び調製

次のような化学的手法により、母材の窒化ケイ素相中から強化相の SiC プレーートを分離した。5 M NaOH の水溶液に入れた複合体を190°Cで18~20h 加熱した後、冷水で洗浄し、24h, 50°Cで乾燥させた。この処理により SiO₂ の界面相が溶けて焼結体は多孔質になり、容易に砕けた。焼結体を砕いた後、エタノール中で15 min 超音波をかけ、沈降及び濾過を行った。すると SiC プレートは Si₃N₄ 粒子から簡単に分離した。このサンプルを用いて二つの実験を行った。一つは、走査速度 1°/min の Cu K α 線による粉末 X 線回折分析で、その際には選択方位の影響を最小限にするために、測定前に SiC 粉末を WC 乳鉢で細かく

砕いた。他の一つは、焼結後の SiC プレートの一部を融解塩 Na₂CO₃ により 900°C で 6 min エッチングした。そして空冷による急速冷却、温水及び希 HCl 溶液による洗浄を行うことでエッチングの進行を止めた。得られたサンプルを SEM 観察してエッチピット分析を行った。

2.3 転位密度の測定

SiC プレート中の転位密度は次の 3 通りの方法で測定した。

① SiC プレートを破壊した後ケミカルエッチングを施し、Si 面以外の面のエッチピット数を計算した (図 1)。

② TEM で観察された転位の写真上に任意のグリッド線を重ね、その交点を数えた。

③ SiC プレートの側面のすべり線の高さを AFM により観察した¹¹⁾。

方法①では、破壊面が転位を横切る適当な結晶方位に沿って割れていたかどうか問題となる。塑性変形した SiC 六方最密充填構造においては、部分転位は選択的に基底面に沿って存在する¹²⁾のために、エッチピットはへき開割れ面以外の破面でしか観察されない。しかし本研究では、単結晶ではなく粉末を対象としたため、転位ピットを計算するための最も適切な面において、選択的に破壊させることは技術的にできなかった。そこでへき開割れ面以外の破壊を観察するために、粉末状態にまで SiC プレートを粉砕する、あるいは SiC プレートを含んだ複合焼結体試験片を脆性破壊させる方法を用いて、観察試片を作製した。エッチピット及び転位密度の計算は、破面をケミカルエッチングした後に SEM 観察を行い、一つ以上のピットが観察されたすべての SEM 写真の平均から算出した。しかし、この計算方法は測定及び観察に限界があるために、得られた転位密度の値は参考値としてみなすべきであろう。

方法②のために、焼結体の TEM 試料を機械的なディンプリングとイオン・シニングで作製した。SiC プレートの転位密度は、転位が観察される 6 枚の任意の透過型電子顕微鏡 (TEM) 像から算出した。拡大した TEM 像上にグリッド線を描くと、単位体積当たりの平均転位長さ、 N_L は次式で求めることができる¹³⁾。

$$N_L = \frac{\left[\left(\frac{n_1}{L_1} \right) + \left(\frac{n_2}{L_2} \right) \right]}{T} \quad (1)$$

n_1, n_2 はそれぞれ縦・横の直線と転位との交差数、 L_1, L_2 はそれぞれ縦・横のグリッド線の全長、 T は薄膜試料の平均厚さである。試料の局所的な厚さ T は、Siems らに

よる thickness fringe 数から算出する方法¹⁴⁾、また、試料を通り抜ける転位の両端にそれぞれ焦点を合わせ、その傾きから算出する方法¹⁵⁾で求めた。なお、この電子顕微鏡観察による転位密度の測定は、回折条件により観察されない転位も存在するため、値が小さくなると考えられる。

方法③では、AFM (Digital Instruments, Nanoscope III) で観察されたプレートの側面のすべり線を正確に評価することにより求めた。金属基板上に両面テープで SiC 粉末を付着させ、AFM 走査で観察を行った。その SiC プレートの AFM イメージは、SEM により標準のカンチレバーの上に成長させた汚物の先端 (半径 42 nm, 長さ 188 nm) を走査させることにより得られた^{11), 16)}。走査速度は 9 Hz (一つのイメージにつき約 1 min) で続けて 10 min 行い、最後のイメージが安定したのでそれを解析に用いた。この詳細な観察方法は既に報告した¹¹⁾。SiC プレートが体積変化せずに塑性変形するという前提の元で^{12), 17), 18)}、単位体積当たりの転位数、すなわち転位密度、 N_V は次の (2) 式で求めることができる¹¹⁾。

$$N_V = \frac{\sum_{i=1}^m h_i}{b V_p \sin \gamma} \quad (2)$$

b は SiC の基底面の原子間距離 (6 H, 4 H と 3.081 Å), V_p はプレートの体積である (AFM 像から寸法を測定するか、又はプレートの平均直径 D と厚み t から計算した)。また、後の図 7(B) に示すように、 γ は走査基準面に対するプレートのすべり面 (0001) の角度で、 m はすべり面の高さ h_i の合計数である。

なお、測定法の違いに起因して、転位密度は単位体積当たりの転位長さ ((1) 式の N_L) と、単位体積当たりの転位数 ((2) 式の N_V) とが得られる。本論文では混乱を避けるために、Shoeck の文献¹⁹⁾を参照して、以下、 N_V を N_L に換算して記入した。ただし $2 N_L = N_V$ である。

2.4 SiC プレートの破壊特性の評価方法

SiC プレートの破壊挙動を調べるために、次の 3 通りの実験を行った。

① 厚い焼結体にビッカース圧子を押し込むことによりクラックを入れ、SEM で観察した。

② ①のクラックの入った焼結体を圧痕の裏側からイオン・シニングして薄いフォイルを作り、TEM 観察を行った。

③ 焼結体を処理して得た粉末中の SiC プレートを碎き、エッチング (条件は 2.1 節の場合と同じ) して、SEM 観察を行った。

3. 結果及び考察

3.1 HIP 焼結による SiC ポリタイプ比率の変化

SiC は適当な熱力学的条件下で固相変態、及び表面近傍での拡散機構による変態を起こすことが良く知られている^{20)~24)}。本研究での焼結温度・保持時間から単純に類推すると、下に示すような変態の報告例が参考となる。

① 多結晶試料を 2000°C あたりでアニールすると、4

Fig. 1. Schematic of a SiC platelet.

H 及び 15 R ポリタイプから、6 H ポリタイプへの変態が認められた²⁰⁾。

② 1200°C 以上で 3 C 構造から 6 H-15 R 構造への変態、及び逆の変態が起こった^{20)~24)}。

これらの報告の条件と、本研究の基本的な熱力学条件（試料のガラスカプセルへの封入、高温静水圧圧縮及び SiO₂ 液相の存在など）が必ずしも同一ではないので、本研究材料に変態が起こったかどうかを調べることも必要である。X 線回折法 (XRD) では、粉末中の相に対して正確なデータは得られるが、様々なポリタイプからの回折ピークが重なる時、定量的にポリタイプ比率を求めるのは難しい。また粉末 XRD 分析を行うと、ポリタイプの存在位置についての情報は全く得られない。本研究では XRD 分析に加えて、SEM によるエッチピットの統計解析も行った。

図 1 に示しているように Si 面に現れるエッチピットの形により、結晶子の構造を確実に判断することができる^{25),26)}。ただし、立方晶系 SiC と六方晶系 SiC のエッチピットはそれぞれ三角形と六角形である。この六角形には 3 種類があり、一つは、長い辺と短い辺が交互に現れる不等辺六角形 (15 R)、もう一つは、ピットが深く内側側面が滑らかな正六角形 (6 H) である。更に残りの一つも正六角形であるが、ピットは浅く側面は荒い階段状になっている (4 H)。エッチング後の SiC プレートの典型的な SEM 写真を図 2 に示す。なお、本研究でエッチピットの観察が可能であった試料面は、すべてプレートの平板面 (Si 面) であった。この面上には、らせん転位の影響等で変形したピットが観察されることはなかった。

このような 50~70 個の結晶子に対する統計解析結果を、XRD 分析結果とともに図 3 に示す。この図から分かるように、焼結前後の結果を比較しても、HIP 焼結によるポリタイプ比率の変化は認められなかった。また、XRD 及びエッチピット解析による 6 H と 4 H の値は非常に近いもの (±5% 以内) であり、 β -SiC 相を含まないことも分かった。しかし、15 R ポリタイプの比率は、エッチピット解析の方が XRD よりも上回った。今のところその理由は明らかではない。

15 R の不等辺六角形の位置を調べると、15 R 構造は一

Fig. 2. Etch pit on an etched SiC crystallite of the 6 H type as observed by SEM.

Fig. 3. SiC polytype fractions before and after HIP sintering.

般的に単結晶子を構成するのではなく、6 H 又は 4 H の結晶子の中に部分的に存在していた。この結果は、同じ試料で得られた TEM 及び電子回折の報告結果²⁷⁾を、より大きなスケールで確認したことになる。

3.2 焼結による SiC プレートの塑性変形及び転位の構造

HIP 焼結に際して試料に加わる圧力は、巨視的に静水圧的であるが、分散されているプレートには局部的に不均一なせん断成分が加わることがある。これは、圧力が外部から静水圧的に印加されたとしても、微視的には結晶粒子の集合体を通してプレートに伝達されるという事実による。その典型的な例として図 4 (A) に示すように、長いプレートは焼結に際して、3 点曲げ試験のような配列で隣接するプレート及び粒子からの圧力で曲げられる。プレートは焼結時に最大 16% まで塑性変形を起こしていることが観察された。

プレートの塑性変形は、微視的にはその表面上で形成されるステップとして現れ (図 4 (B)), 通常すべり線と呼ばれる。図 5 (A) と (B) に示すように、単一プレートの変形挙動は、一組のトランプカード (最密充填面) がせん断力を受けたかのように進行する。しかしながら、大多数のプレートでは、その内部における最密充填面が、図 1 と図 5 (B) に示す角度 χ で与えられるような決まった方向を持たなかった。

HIP 焼結操作は、SiC プレートに高密度の転位を発生させることが TEM 観察²⁷⁾で分かった (図 6)。この現象は、高温圧縮試験した大きな 6 H-SiC 単結晶の解析に基

Fig. 4. A long SiC platelet deformed during sintering by the neighboring crystals as observed by SEM on a polished and etched composite surface (A). Details of the slip traces on its top surface are shown in (B).

Fig. 5. Schematic of the deformation mode of the SiC platelets during HIP sintering.

Fig. 6. Dislocation network observed by TEM in a SiC platelet after HIP sintering.

づいて藤田ら²⁸⁾が述べているように、転位のすべり運動機構によりプレート表面上にすべり線が生じることと直接的に関係している。原子間距離のオーダーで考えると、すべり線のステップの高さ、 nb (図5(B)) から転位の数 n が得られ、これらは結晶の単一のすべり面上に残されている²⁹⁾。本研究では、図7 (A)と(B)に示すように、すべり

線の正確な高さを、複合体から分離したプレートのAFM像及びそのプロファイルから測定した。例えば図7に示したプレートでは、その表面に対する最密充填面の角度 α が約70°であり、走査基準面に対するすべり面 (0001) のプレートの巨視的塑性変形に関する角度 γ が約35°であった。

TEM 像の解析と(1)式により得られた平均転位密度は、 $7.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であったが、(2)式を用いたAFMでは $1.6 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であった。これらの値はおおむね一致しているが、約2倍の違いは2章で述べたように、TEMの回折条件に制約があることと、両測定法とも解析したプレートの数が限られていることに関係していると思われる。転位は複合体の表面、その破面又はプレートを粉砕した試料をエッチングすることにより観察できた¹⁰⁾。それらは一般に図8 (A)と(B)に示すように三角形のピットで現れた。図8(A)と(B)から分かるように、エッチングによるピットは最密充填面を含むので、最密充填面で起こるすべり機構により発生する転位もSEM像で認められた。なお、これと同じ形のエッチピットは β -SiCのSi面上にも現れるが、粉末X線回折図形で判定する限り、本研究で用いた原料及び複合体から分離したプレートのいずれにも β -SiCは認められなかった。およそ50個のエッチングしたプ

Fig. 8. Triangular etch pits revealing dislocations as observed inside a SiC platelet on a polished and etched composite surface (A). Higher magnification images (B) allows to recognize that one side of the triangular pits is always aligned with the basal plane of the platelet (whose trace is also indicated).

Fig. 7. AFM image of the slip lines on a SiC platelet after sintering (A). Arrows indicate the line along which the profile (B) as been detected.

レートの観察に基づいて判定した転位密度は、平均 $10^{13} \sim 10^{14} \text{ m}^{-2}$ であった。

3.3 SiC プレーットの破壊挙動

母材とプレートとの間の粒界結合状態が同一のとき、プレートの壊れ方は、プレート及びき裂面の相互の向きと、焼結後のプレート中に含まれる転位や積層欠陥などに依存する。本研究対象とした複合材については、き裂とプレートの相互の向きによる影響を統計的に調べ、粒界破壊の発生と pull-out の長さについて既に考察した^{9),30)}。そこで本論文では、これまでに明らかにできなかった SiC 相のマイクロ破壊挙動について詳しく調べた。

プレートの破壊は、へき開 (図 9) による直線的き裂または複雑な経路で起こるが、最も一般的なものはこれら二つの破壊挙動の組み合わせであった (図 10)。へき開破壊は最密充填面 (0001) に沿って起こり (図 9)、この結果は α -SiC についての報告例³¹⁾と一致した。一方、き裂が (0001) 面以外の結晶面に沿って伝わる場合、き裂経路は局部的に曲がりくねったり、また第二の経路に分岐することにもたまに起こった。HIP 焼結により生じた既存の転位のネットワークとき裂との相互作用を、TEM による傾斜方法で詳細に解析した。曲がりくねったき裂の伝播は、転位により結晶中に生じる局部的内部応力に関連づけることができたが、このような転位は主に刃状転位であり、き裂経路にほとんど影響を与えず、一般的にステップの生成な

Fig. 9. Cleavage fracture along (0001) plane in SiC platelets.

Fig. 10. Kinked crack path in partially cleaved platelets. TEM image clarify the interaction between crack and preexisting dislocations.

Fig. 11. A wavy fracture surface of a SiC crystallite (A). In (B), details of a "step" on a platelet which partially cleaved, as discussed in the text, are shown. The SEM images are after chemical etching.

しに切られるからだと考えられた (図 10)。局部的なき裂の分布は、図 10 の SEM 像から分かるように、伝播方向に巨視的变化を発生させることもできるため、き裂の動きを抑えるのに一層大きな効果を持つようであった。この現象は、既存のらせん転位の存在に関連して起こることが、いろいろな単結晶の研究³²⁾を通して知られている。しかし本研究の SiC プレーットの TEM 観察では、既にき裂が入っている試料を調べたため、単一のへき開ステップにらせん転位の存在を見いだすことは困難であった。HIP の焼結により生じた高密度の転位の存在は、SEM 像 (図 11 (A)) ではプレートの波状破面として観察される。更に詳細な SiC プレート中における破壊現象を調べるために、エッチングした試料の破面を高倍率で観察した。例えば図 11 (B) では、プレートの破面上に巨視的ステップが見られ、像の下側は転位は含んでいる (0001) 面と交差する方向に沿った破面の一部であるので、三角形の転位ピットとして観察できる。しかしこの面上にステップは見られない。この結果は TEM の観察結果と一致する。一方、像の上側はへき開破面の一部であり、これはへき開破壊の方向にはほぼ平行な面であるためステップが見られる。この TEM 観察と Johnston と Gilman の研究結果³³⁾は、単一の刃状転位がへき開面上にステップを発生させないことを示しているので、き裂経路はらせん転位の pile-up によりその向きをへき開面へ急激に変えると推定される。

4. 結 論

高温の HIP 焼結 (2050°C, 170 MPa) が、 Si_3N_4 母材で囲まれた SiC プレーットの結晶構造とその破壊挙動に及ぼす影響を調べた。原料 SiC プレートは六方晶 (α -SiC) であり、ごく少量の 15 R 型を含むが、主に 6 H と 4 H 型の単結晶であった。15 R 型はエッチピットの解析から、単一の結晶子を形成すると言うより、むしろホストとして 6 H 又は 4 H 型の結晶子中に存在した。

化学的処理により複合体のマトリックスから SiC 相を容易にしかもほとんど損傷を与えることなく分離できた。この分離した SiC 結晶は XRD, SEM 及び AFM で評価し、また、複合体に含まれたままの SiC は TEM と SEM

で評価して、両者の違いを比較した。本研究では次のような結論が得られた。

(1) SiC ポリタイプの比率は HIP 焼結前後でも不変であった。

(2) HIP 焼結中の SiC プレートには隣接する結晶粒子から局部的に不均一なせん断力が加わって、プレートが塑性変形していた。その結果プレートの最密充填面 (0001) にすべりが起こり、らせん機構により結晶中に高密度転位が発生した。HIP 焼結した SiC プレート中の転位密度は、平均 10^{15} m^{-2} であった。

(3) 転位の大部分は SiC 結晶中のへき開破壊にほとんど影響しなかったが、き裂経路の曲がりくねった局部的分裂を他の結晶面へ伝えるように働くと考えられた。

これらの研究結果を示しながら、本論文では、材料プロセス条件と焼結体の特性とを関連づけるためには、個々の材料にふさわしい化学的な処理とキャラクターゼーション手法の適用が、極めて重要であることを強調した。

謝 辞 本研究を進めるに当たって、ご高配、ご支援を賜りました大阪大学産業科学研究所の皆様、並びに TEM 観察にご協力頂きました東北大学金属材料研究所の平賀賢二先生及び李 丙澤博士に感謝致します。

文 献

- H. Larker, J. Adlerborn and H. Bohman, "Society of Automotive Engineers", Technical Paper No. 770335 (1977).
- J. Heinrich and M. Boehmer, *Ber. Dtsch. Keram. Ges.*, **61**, 399-408 (1984).
- K. Honma, H. Okada, T. Fujikawa and T. Tatsuno, *Yogyo-Kyokai-Shi*, **95**, 229-33 (1987).
- I. Tanaka, G. Pezzotti, T. Okamoto, Y. Miyamoto and M. Koizumi, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 1656-60 (1989).
- G. Pezzotti, *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**, 1313-20 (1993).
- I. Tanaka, G. Pezzotti, K. Matsushita, Y. Miyamoto and T. Okamoto, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 752-58 (1991).
- I. Tanaka, G. Pezzotti, T. Okamoto and K. Niihara, *J. Mater. Sci.*, **27**, 4089-94 (1992).
- I. Tanaka, Y. Miyamoto and K. Niihara, *J. Mater. Res.*, in press.
- G. Pezzotti, K. Noda, Y. Okamoto and T. Nishida, *J. Mater. Sci.*, in press.
- G. Pezzotti, S. Ueda, K. Niihara and T. Nishida, *J. Mater. Sci.*, to be published.
- G. Pezzotti, R. Hiesgen and T. Nishida, *Phil. Mag. Lett.*, to be published.
- K. Maeda, K. Suzuki, S. Fujita, M. Ichihara and S. Hyodo, *Phil. Mag. A*, **57**, 573-80 (1988).
- A. S. Keh, "Direct Observation of Imperfections in Crystals", Interscience (1962) p. 213.
- R. Siems, P. Delavignette and S. Amelinckx, *Phys. Stat. Solidi*, **2.1**, 421-24 (1962).
- J. F. Nankiwel, *Brit. J. Appl. Phys.*, **13**, 126-28 (1962).
- K. L. Lee and M. Hatzakis, *J. Vac. Sci. Technol.*, **7**, 1941-44 (1989).
- W. T. Read and W. Shockley, "Imperfections in Nearly Perfect Crystals", Wiley (1952) p. 79.
- F. Seitz, *Adv. Phys.*, **1**, 43-47 (1952).
- G. Shoenck, *J. Appl. Phys.*, **32**, 1745-49 (1962).
- G. A. Boostma, W. F. Knippenberg and G. Verspui, *J. Cryst. Growth*, **8**, 341-53 (1971).
- W. F. Knippenberg and G. Verspui, *Mater. Res. Bull.*, **4**, S-33 (1969).
- P. Krishna, R. C. Marshall and C. E. Ryan, *J. Cryst. Growth*, **8**, 132-35 (1971).
- P. Krishna and R. C. Marshall, *J. Cryst. Growth*, **9**, 319-22 (1971).
- P. Krishna and R. C. Marshall, *J. Cryst. Growth*, **11**, 147-49 (1971).
- J. W. Faust, Jr., "Silicon Carbide", Pergamon Press (1960) pp. 403-12.
- J. W. Faust, Jr., Y. Tung and H. M. Liaw, "Silicon Carbide 1973", Univ. South Carolina Press (1974) pp. 215-19.
- G. Pezzotti, B.-T. Lee, T. Nishida and K. Hiraga, *J. Mater. Sci.*, in press.
- S. Fujita, K. Maeda and S. Hyodo, *Phil. Mag. A*, **55**, 203-11 (1987).
- S. Mader, "Electron Microscopy and Strength of Crystals", Interscience (1963) p. 63.
- G. Pezzotti, B.T. Lee, T. Nishida and K. Hiraga, *J. Mater. Sci.*, submitted.
- C. Gandhi and M. F. Ashby, *Acta Metall.*, **27**, 1565-602 (1979).
- J. J. Gilman, *Trans. AIME*, **210**, 310-15 (1958).
- W. G. Johnston and J. J. Gilman, *J. Appl. Phys.*, **31**, 632-43 (1960).