Al-300 ppm Fe 合金における時効析出

山本 厚之*・加藤 毅**・椿野 晴繁*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 53, No. 1 (2003), pp. 8-14

Precipitation in an Al-300 ppm Fe alloy

Atsushi YAMAMOTO*, Takeshi KATO** and Harushige TSUBAKINO*

Precipitation in deformed and un-deformed Al-300 ppm Fe alloy has been investigated by means of resistivity measurements and transmission electron microscopy. The un-deformed specimens were solution heat treated at 913 K for 3.6 ks, quenched into iced water and then aged at the temperatures between 393–848 K, while the deformed specimens were cold drawn or rolled at room temperature after the same solution heat treatment, and then aged. Resistivity in the un-deformed specimens decreased in two stages, while in the deformed specimens, resistivity decreased in two or three stages depending on aging temperatures. Time-Temperature-Precipitation (TTP) diagram for the un-deformed specimens consisted of one C-curve which corresponded to precipitation of stable Al_3Fe . TTP diagram for the deformed specimens was separated into two C-curves: the curves in high and low temperature ranges corresponded to precipitation of Al_3Fe and Al_6Fe , respectively. Deformation accelerated precipitation of the metastable Al_6Fe .

(Received May 2, 2002)

Keywords: Al-Fe alloy, precipitation, resistivity, transmission electron microscopy, deformation

1. 緒 言

鉄とけい素は純アルミニウムおよびアルミニウム合金における代表的な不純物元素であり、JIS 規格においても $\text{Si} + \text{Fe} \leq 1.0 \text{ mass}\%$ であれば工業用純アルミニウムとされ^{1),2)}、鉄については、JIS 1080~1050では $0.15 \sim 0.40 \text{ mass}\%$ 以下である²⁾。この値は、アルミニウム中の鉄の固溶限(約 $0.05 \text{ mass}\%$ ³⁾)に比較すると1桁以上高く、Al-Fe系金属間化合物として晶出するほか、けい素とともにAl-Fe-Si系化合物を形成する⁴⁾。一方、絶対量は少ないが、鉄の固溶量は、温度低下とともに減少するため、時効により析出する。しかし、上述のように、鉄の固溶限はきわめて低いため、アルミニウム中の鉄の析出を調べるためには、他の不純物濃度の極めて低い合金を使用する必要がある。高純度地金を用いたAl-Fe合金における時効析出についての報告は少ないが、比較的古くから見られている。MikiとWarlimont⁵⁾は、 Al_3Fe の析出を報告し、他のAl合金に比べて析出が非常に遅いことを述べた。HolmとHornbogen⁶⁾は、加工により析出が促進されることを報告した。Bushら^{7),8)}は、Mössbauerスペクトルの解析から準安定相の形成を示唆し⁷⁾、後に Al_6Fe であろうと推測している⁸⁾。長浜と三木⁹⁾は、 Al_3Fe の析出を透過電子顕微鏡(TEM)により確認し、 Al_6Fe は析出しにくいであろうと述べた。一方、伊藤ら¹⁰⁾は、Al-0.03 mass% Fe合金において、冷間圧延後の時効により、 Al_6Fe が析出することをTEM観察から示した。これら研究をまとめて見れば、Al-

Fe合金の時効析出の概略は把握できるが、系統的な理解が困難であることがわかる。たとえば、MikiとWarlimont⁵⁾およびHolmとHornbogen⁶⁾は、析出物のTEM観察を行っているが、制限視野回折図形(SADP)を報告しておらず、析出物の同定には疑問が残る。また、Bushら^{7),8)}は、Mössbauerスペクトル測定を実験手法としているため、析出物のサイズあるいはその整合性は仮定に留まる。上記長浜と三木⁹⁾による報告も、1枚のSADPに基づくものであり、 Al_6Fe と Al_3Fe の面間隔は互いに近いものがあるため、同定は困難であると述べている。伊藤ら¹⁰⁾の報告は、数枚のSADPの解析結果であり、 Al_6Fe が同定されているが、安定相 Al_3Fe との関連は述べられていない。

そこで本研究では、過飽和Al-Fe希薄合金からのFeの析出と、それに対する冷間加工の影響を調べることとした。

2. 実験方法

純度5Nのアルミニウムと4Nの鉄を地金として、Al-0.03 mass% Fe合金を溶製した。その化学組成をTable 1に示す。電気比抵抗(ρ)測定には、無加工または線引き加工した直径約1.1 mm、長さ約180 mmのワイヤを用いた。アルゴン気流中、913 Kで3.6 ksの溶体化処理後、氷水中に焼入れ、その後時効した(無加工材と呼ぶ)。時効温度(T_a)は、393~848 Kとした。一方、時効析出に対する加工の影響を調べるため、上記溶体化処理を施し、氷水焼入れの後に線引き加工を行った試料について無加工材と同様に時効して、電

* 姫路工業大学大学院工学研究科物質系工学専攻(〒671-2201 兵庫県姫路市書写2167)。Graduate School, Himeji Institute of Technology (2167 Shosha, Himeji-shi, Hyogo 671-2201)。

** 姫路工業大学大学院生〔現在：サンコール㈱(京都市)〕。Graduate School, Himeji Institute of Technology [Present: SUNCALL Corporation (Kyoto-shi, Kyoto)]。

Table 1 Chemical composition of the alloy (mass ppm)

Fe	Si	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ga	Ti	Al
299	2	1	1	0	0	1	1	1	0.3	bal.

気比抵抗測定を行った（加工材と呼ぶ）。その際、直径3.7, 2.0, 1.8 mm の試料に溶体化処理を施し、氷水焼入れ後、直径1.1 mm に線引き加工した。その結果、断面収縮率は、それぞれ、90, 65, 38%となる。 ρ 測定は、4 接点法で、試料を液体窒素中に浸漬して行った。TEM 観察も、時効した無加工材および加工材について行った。この際の加工は、冷間圧延で施した。TEM 観察は、加速電圧200 kV で行った。

3. 結 果

3.1 電気比抵抗の変化

Fig. 1 に、無加工材の393～573 K 時効での ρ 変化曲線を示す。 ρ_0 は、氷水焼入れ後（As Quenched.）, 液体窒素中に浸漬した際の比抵抗値であり、 ρ は時効後の値である。いずれの時効温度（ T_a ）においても、時効開始直後に ρ はわずかに減少する。 $T_a=393\sim 523$ K ((a)～(c)) では、その後、 ρ はほとんど変化しない。 $T_a=573$ K (d) では、上記時効直後の減少後、潜伏期間を経て2 段目の減少が見られた。(d) と同じ573 K 時効の曲線を、縦軸を拡大して(e) に示す。減少開始時間が明瞭ではないため、エラーバーで減少開始を示す。以降、Fig. 5 までの ρ 変化曲線においても、縦軸のスケールが小さいため、変化が明瞭ではないが、後述の TTP

Fig. 1 Changes in resistivity of un-deformed specimens aged at various temperatures: (a)–(d). The curve (e) shows the same curve as (d) with enlarged scale in Y-axis in order to indicate the beginning of decrease in ρ , which is shown by a bar.

曲線図は、(e) と同様な図に基づいて求めた。

上記時効温度よりも高温（ $T_a=623\sim 848$ K）で時効した際の ρ 変化曲線を Fig. 2 に示す。623～723 K で、 ρ の2 段階の減少が明瞭である。しかし、773 K 以上では、第一段目の減少が見られなくなり、一段で減少した。

溶体化処理後、線引きにより、65%の加工を施した試料について、423～523 K で時効した際の ρ 変化を Fig. 3 に示す。ここでは、65%の線引き加工後（As Deformed.）, 測定用端子を試料にスポット溶接し、液体窒素中に浸漬した際の比抵抗値を ρ_0 とした。無加工材と同様に、時効開始直後のわずかな ρ 減少に続く潜伏期間の後、第2 段目の減少が開始した。同じ時効温度で比較すると、Fig. 1 (c) と Fig. 3 (d) のように、加工材の第2 段の減少開始は、無加工材よりも早い。Fig. 4 に、573～723 K 時効における ρ 変化を示す。573 K 時効(a) では、2 段目の減少終了後、変化がないようであるが、643 K 時効(b) では、破線で示す部分にわずかな減少があり、第3 段目の減少が生じた。この3 段目の減少は、673 K 時効(c) では明瞭になり、図中に示すように、3 段階で

Fig. 2 Changes in resistivity of un-deformed specimens.

Fig. 3 Changes in resistivity of the specimens deformed by 65%.

Fig. 4 Changes in resistivity of the specimens deformed by 65%.

Fig. 5 Changes in resistivity of the specimens deformed at 65%.

ρ は減少した。698 K 時効(d)では、3 段階目の減少が短時間で開始するため、明瞭に認められる減少は、3 段階目の減少によるものである。723 K 時効(d)では、2 段階の減少となった。

Fig. 5 に、743~823 K の温度範囲での ρ 変化曲線を示す。 ρ は 2 段で減少した。

断面収縮率の異なる試料について、673 K で時効した際の ρ 変化曲線を Fig. 6 に示す。比抵抗は絶対値で示した。無加工材の As Q. の ρ に比較すると、加工材の As D. の ρ は、断面収縮率が増加するにつれて上昇した。一方、 ρ 減少終了時の比抵抗値は、いずれの試料においてもおよそ 2.35 nΩm

Fig. 6 Changes in resistivity at 673 K aging in the specimens deformed by various reductions, and un-deformed specimen.

であり、加工度の影響は見られなかった。90%加工材では、1 段階目の減少と 2 段階目の減少が重なっていると考えられ、2 段階目の減少開始が明らかではない。無加工材と、38 および 65 % 加工材を比較すると、2 段階目の減少開始は、加工度が增加するにつれて早くなった。3 段階目の減少は、38% 加工材では、不明瞭であるが、65 および 90% 加工材では明らかである。無加工材における第 2 段階目の減少終了および、加工材における第 3 段階目の減少終了(38% 加工材では第 2 段階目の終了)は、ほぼ同じ時効時間であった。

3.2 TEM 観察

Fig. 7 に、無加工材を 723 K、 8.6×10^3 ks 時効した試料の TEM 像、および図中遮光棒で示す析出物の制限視野回折図形 (SADP) を示す。この時効条件は、Fig. 2(c) に示されるように、 ρ の 2 段階目の減少がほぼ終了した状態に対応する。析出物は棒状に見えるが、試料を種々傾斜させた結果、板状とわかった。(a) 中の SADP は、(b) に示すように、安定相 Al_3Fe (単斜晶、 $a_0=1.549$, $b_0=0.8083$, $c_0=1.248$ nm, $b=107.6^\circ$ ⁽¹¹⁾) と母相によるものとして指数付けできる。母相の方位が高指数であるため、析出物と母相の方位関係は明らかではないが、 Al_3Fe の (220) 面と母相の (200) 面が平行であることはわかる。

Fig. 8 に、加工材を 673 K で 10 ks 時効した試料の TEM 像を示す。この時効条件は、 ρ の 2 段階目の減少がほぼ終了した状態に対応する (Fig. 4(c))。明視野像(a)には、亜粒界が見られるが、転位密度は低く、回復が終了した後で、未再結晶の状態であると思われる。(a) 中、矢印で示す部分に、亜粒界とは異なるコントラストが見られる。この部分の SADP には、母相以外の回折斑点が見られ、その斑点での暗視野像観察により、これが析出物であるとわかった(b)。(c) は、試料を傾斜して、析出物のコントラストを明瞭にした明視野像である。(b) 中に示した回折図形は、母相と準安定析出物 Al_6Fe (斜方晶、 $a_0=0.6464$, $b_0=0.7440$, $c_0=0.8779$ nm⁽¹²⁾) によるものとして解析できる。しかし、格子定数が大きいいため、先に述べた安定相 Al_3Fe と明確に区別するためには、析出物の低指数面を含む回折図形を得る必要がある。そこで、

Fig. 7 Precipitates in un-deformed specimen aged at 723 K for 8.6 Ms (a) and key indices for the inserted SADP (b).

Fig. 8 TEM images in the deformed specimen aged at 673 K for 10 ks. (a) Bright field image, (b) dark field image obtained from the extra spot indicated by the arrow in the inserted SADP, and (c) tilted image of (a).

Fig. 9 Precipitates in the deformed specimen aged at 673 K for 10 ks. (a) Bright field image, (b) SADP and dark field image obtained from the spot due to precipitate, and (c) key diagram for the SADP inserted in (b).

同じ試料について、いくつかの析出物の SADP を撮影し、解析を行った。**Fig. 9** にその一例を示す。Fig. 8 の析出物と同様、亜粒界に沿って析出物が形成されている (Fig. 9(a))。SADP および析出物の回折斑点による暗視野像を Fig. 9(b) に示す。(b) 中に示した SADP は、(c) の解析図に示されるように、 Al_6Fe と母相によるものとして指数付けできる。 Al_6Fe の (001) 面に対応する斑点が得られており、この面間隔、0.8779 nm は、安定相 Al_3Fe にはない。加工材の 2 段階目の ρ 減少時に、準安定相が形成される。Fig. 9(c) は、母相の (123) 面と析出物の (010) 面が平行であり、母相の $[153]$ 方向と析出物の $[001]$ 方向が平行であることを示しているが、さほど意味のある方位関係とは言いがたく、母相と Al_6Fe の方位関係は複雑である。

Fig. 10 に、加工材を 673 K、 10^3 ks 時効した試料の TEM 像を示す。この時効条件は、3 段階目の ρ 減少が飽和し始めた状態に対応する (Fig. 4(c))。亜粒界は見られず、再結晶が終了している (Fig. 10(a))。Fig. 10(b) に暗視野像と SADP を示す。Fig. 10(c) は、(b) 中の SADP の解析図であり、 Al_3Fe および母相によるものとして指数付けできる。 ρ の 3 段階目の減少は、安定相 Al_3Fe の析出に対応する。

Fig. 11 に、723 K で 8 Ms 時効した加工材の TEM 像を示す。この時効温度では、 ρ の 3 段階の減少が明瞭でなく、2

Fig. 10 Precipitate in deformed specimen aged at 673 K for 10^3 ks. (a) Bright field image, (b) SADP and dark field image obtained by a spot due to precipitate, and (c) key diagram for SADP inserted in (b).

段で減少するが、その減少が終了した状態に対応する (Fig. 4(e))。Fig. 11(b)に示すSADPは、(c)に示すように、安定相 Al_3Fe によるものとして解析できる。

4. 考 察

4.1 比抵抗変化

無加工材の時効初期に見られる第1段目の ρ 減少量は、およそ $0.03 \sim 0.05 \text{ n}\Omega\text{m}$ であり、この値は、著者ら¹³⁾がAl-Ni希薄合金の時効析出において、焼入れ原子空孔消滅に対応すると解釈した比抵抗変化量 $0.04 \sim 0.05 \text{ n}\Omega\text{m}$ 、およびCeresaraら¹⁴⁾が報告している純Alにおける焼入れ凍結空孔消滅による比抵抗変化量約 $0.04 \text{ n}\Omega\text{m}$ に近い。さらに、Fig. 2(d)~(f)に示したように、時効温度が溶体化処理温度に近づくにつれて、第1段目の減少が現れなくなることからも、1段目の ρ 減少は、時効析出に伴うものではなく、焼入れ凍結空孔の消滅に対応すると考えられる。したがって、無加工材では、時効析出に対応する変化は、1段の減少のみである。

一方、加工材においても、Fig. 4およびFig. 5に見られるように、時効開始直後に第1段目の ρ 減少があり、高温時効 (Fig. 5(e), 823 K) でも現れた。Fig. 6に示すように、加工材のAs D.の比抵抗の値は、加工度が增加するにつれて上昇し、90%加工材では、無加工材と比較しておよそ $0.3 \text{ n}\Omega\text{m}$ 大きい。小松ら¹⁵⁾は、92%の冷間圧延を施した純アルミニウムを室温で60 Ms保持し、その後623 K, 3.6 ks時効した際の比抵抗の減少は、 $0.132 \text{ n}\Omega\text{m}$ と報告している。本研究による値はやや大きい、加工法の差、ならびに焼入れし、加工した直後からの測定であり、焼入れ凍結空孔および転位同士の反応による空孔の増加などを反映していると考えられ

Fig. 11 Precipitate in the deformed specimen aged at 723 K for 8000 ks. (a) Dark field image, (b) SADP and (c) key diagram for (b).

る。Fig. 8に示したように、第2段目から第3段目の減少に移行する673 K, 10 ks時効 (Fig. 4(c)参照) では、まだ転位組織が残存しているが、亜結晶粒内部の転位密度は低く、回復は終了して、まだ再結晶終了には至っていない段階であり、その段階で準安定相が析出する。また、Fig. 10に示したように、673 K, 10^3 ks時効では再結晶が終了しており、安定相が析出している。第1段目の ρ 減少は、空孔などの拡散しやすい欠陥の消滅過程と対応し、第2段目の減少は回復および再結晶過程、さらに準安定相の析出に対応すると考えられるが、重なりあっている。ただし、Fig. 6に示されているように、無加工材でも加工材でもほぼ同じ時間で ρ の変化が終了することから、第3段目の減少は安定相の析出に対応していると考えられる。したがって、Fig. 4(a)では ρ が2段で減少するが、これは準安定相 Al_6Fe の析出に関連し、Fig. 4(d), (e)およびFig. 5における2段の減少は、安定相 Al_3Fe の析出に関連すると考えられる。

4.2 時効析出過程

通常、準安定相の析出に続いて安定相の析出が生じる合金

系では、加工の有無にかかわらず、準安定相が先に形成されることが考えられる。しかし、本合金系では、加工材のみに準安定相が析出した。それら準安定析出物は、Fig. 8 および Fig. 9 に示すように、亜粒界近傍に形成される傾向にあった。無加工材では、安定相 Al_3Fe のみの析出過程であり、単純である。Fig. 1 および Fig. 2 から、2 段目の ρ 減少開始時間を求め、TTP (Time-Temperature-Precipitation) 図を作成すると、Fig. 12 のように、約 800 K にノーズを持つ一つの C 曲線を示し、これは、無加工材における Al_3Fe 析出の TTP 図とみなされる。図中黒丸は、Fig. 7 に示した TEM 観察用試料の時効条件であり、安定相が観察された。

これに対して加工材では、準安定相 Al_6Fe がまず析出し、ついで安定相 Al_3Fe が析出する。4.1 で述べたように、2 段目の ρ 減少開始は、時効温度によって、低温では Al_6Fe 、高温では Al_3Fe の析出に関連するが、両者を区別せずに、2 段目の開始時間から TTP 図を作成した。その結果、Fig. 13 に示すように二つの C 曲線となった。それらの境界はおおよそ 750 K であった。Fig. 4(c) に示したように、 $T_a = 673$ K では比較的明瞭であった第 3 段目の開始が、 $T_a = 698$ (Fig. 4(d))

Fig. 12 TTP diagram for precipitate of Al_3Fe in undeformed specimens. Solid circle shows the aging conditions for TEM observation in Fig. 7.

Fig. 13 TTP diagrams for precipitation in deformed specimens (solid lines), and for undeformed specimens (broken line, Fig. 12). Open circle A shows the aging conditions for TEM observation in Fig. 8 and Fig. 9, and B shows the aging conditions for Fig. 10. Solid circle C shows the aging conditions in Fig. 7.

では短時間側に移行し、 $T_a > 723$ K では ρ 減少が 2 段になるが、その付近の時効温度が上記境界温度となるようである。高温側の C 曲線は、破線で示した無加工材の C 曲線のノーズ付近におおよそ一致する。

723 K, 8 Ms 時効では安定相 Al_3Fe が形成され (Fig. 11), 673 K, 10 ks 時効では、準安定相 Al_6Fe が形成された (Fig. 8 および Fig. 9)。これら TEM 観察の結果、および上述の高温側 C 曲線が無加工材の C 曲線にほぼ一致することを考慮すれば、高温側の C 曲線は安定相の析出に対応するとしてよいであろう。一方、低温側 C 曲線は TEM 観察の示すように、準安定相の析出に対応すると考えられるが、再結晶過程と重なるため、単純ではない。しかし、Fig. 6 に示したように、加工による ρ の上昇は、65% 加工材でおよそ 0.15 nΩm であり、 ρ 減少の約 15% にすぎないので、低温側 C 曲線は、主に準安定相の析出開始を表すとする。

Fig. 13 中の白丸 A は、Fig. 8 および Fig. 9 の TEM 観察用試料の時効条件、673 K, 10 ks を示し、B は、Fig. 10 の時効条件、673 K, 10^3 ks を示す。A では、亜粒界に沿って形成された準安定相析出物が観察され、B では、転位組織は消滅しており、安定相析出物が観察された。転位組織が残存する間は、準安定相が析出し、その後安定相が析出する。境界温度以上の高温では、転位が短時間で消滅するため、無加工材と同等となり、安定相が直接析出したと考えられる。Fig. 13 中の黒丸 C は、Fig. 12 中の黒丸と同じであり、Fig. 7 に示した無加工材の TEM 観察用試料の時効条件、723 K, 8.6 Ms である。安定相析出物が観察された。

析出物と母相の方位関係を見ると、Fig. 10 および Fig. 11 に見られるように、安定相 Al_3Fe の (100), (010), (001) 面は、母相の {100} 面に平行となる方位関係を持つ。一方、準安定相 Al_6Fe は、Fig. 9 に示したように母相と複雑な方位関係を持つ。方位関係の観点からは、 Al_3Fe の方が形成されやすいと考えられる。しかし、安定相 Al_3Fe は、単位胞中に Al 原子を 78 個含む複雑な結晶構造を有し、単位胞中の Al 原子 1 個の占める体積は、約 0.0191 nm^3 である。準安定相 Al_6Fe では 0.0176 nm^3 であり、アルミニウムにおける値 0.0166 nm^3 には、 Al_6Fe の方が近い。この観点からは、 Al_6Fe の方が形成されやすいと考えられる。 Al_3Fe は、結晶構造が複雑なため、核生成が困難であり、加工によるひずみの導入によっても、促進されないようである。一方、 Al_6Fe は、結晶構造が比較的単純であり、転位セル組織近傍などの極度にひずんだ領域においては、Fig. 8 および Fig. 9 に示したように、核生成・成長可能であるが、母相との方位関係の複雑さにより、焼なまし材においては核生成が困難であると思われる。Fig. 13 において、加工材の C 曲線が高温側では無加工材の C 曲線にほぼ一致するのは、高温時効においては、加工により導入された転位組織が短時間で消滅し、 Al_6Fe が形成されず、 Al_3Fe が直接析出するためと考えられる。

緒言で述べた Miki と Warlimont⁵⁾ および Holm と Hornbogen⁶⁾ の報告では、TEM 像のみの観察結果に基づいており、電子回折図形を撮影していないため、 Al_6Fe と Al_3Fe を区別せずに、加工により析出が促進されるとしているが、加工により促進されるのは、 Al_6Fe の析出である。Bush⁷⁾ が加工材の Mössbauer スペクトルの測定結果から予測した準安定相も Al_6Fe と理解できる。長浜と三木⁹⁾ は析出物の

TEM 像と電子回折図形を得た上で準安定相は析出しにくいとしているが、3.2で述べたように、 Al_3Fe と Al_6Fe は、互いに近い値の面間隔が多く、Fig. 9 のように、低指数面で指数付けしなければ混同する。

5. 結 言

Al-Fe 希薄合金における析出は、加工の影響を受けやすく、電気比抵抗測定においては、転位組織の消滅過程と析出過程がいずれも比抵抗減少をもたらすこと、また、TEM 観察においては転位組織のコントラストに析出物が隠されること、および安定相と準安定相から得られる電子回折図形が互いに似ていることにより、解釈を複雑にするが、ここで得られた結果を簡単にまとめれば、以下の4点になる。

(1) 加工を施さない合金においては、過飽和固溶体から板状の安定相 Al_3Fe が析出する。

(2) 加工を施した合金においては、準安定相 Al_6Fe が析出した後に安定相 Al_3Fe が析出する。

(3) 加工により促進されるのは、 Al_6Fe の析出である。

(4) 無加工材の TTP 図は、一つの C 曲線となるのに対し、加工材の TTP 図は二つの C 曲線に分かれ、高温側の C

曲線は、安定相 Al_3Fe の析出に対応し、低温側の C 曲線は準安定相 Al_6Fe の析出に対応する。

参 考 文 献

- 1) 世利修美, 田頭孝介: 軽金属, **36** (1986), 477.
- 2) 小菅張弓: 軽金属, **38** (1988), 292.
- 3) J. K. Edgar: Trans. AIME., **180** (1949), 225.
- 4) P. Skjerpe: Metall. Trans. A, **18A** (1987), 189.
- 5) I. Miki and H. Warlimont: Z. Metallkde., **59** (1968), 408.
- 6) K. Holm and E. Hornbogen: J. Mater. Sci., **5** (1970), 655.
- 7) R. H. Bush, C. A. Stickels and L. W. Hobbs: Scr. Metall., **1** (1967), 75.
- 8) C. A. Stickel and R. H. Bush: Mater. Trans., **2** (1971), 2031.
- 9) 長浜勝介, 三木功: 軽金属, **20** (1970), 137.
- 10) K. Ito, K. Iwasaki, T. Matsushita and H. Abe: 軽金属, **28** (1978), 199.
- 11) P. J. Black: Acta Crystallogr., **8** (1955), 43.
- 12) L. K. Walford: Acta Crystallogr., **18** (1965), 287.
- 13) 椿野晴繁, 石原右近, 山本厚之: 軽金属, **51** (2001), 356.
- 14) S. Ceresara, A. Giarda and A. Sanchèz: Philos. Mag., **35** (1977), 97.
- 15) 小松伸也, 池田勝彦, 川本知広, 田畑義昭, 谷本孝弘: 軽金属, **48** (1998), 335.