50%冷間圧延した A1050 アルミニウムにおける再結晶の同一視野観察

梶浦拓也^{1,*1} 塚本雅章^{2,*2} 山本厚之²

¹兵庫県立大学工学部応用物質科学科

²兵庫県立大学大学院工学研究科物質系工学専攻

J. Japan Inst. Metals, Vol. 76, No. 6 (2012), pp. 407-413

© 2012 The Japan Institute of Metals

Same Area Observation on Recrystallization in A1050 Aluminum after Cold-Rolling at 50%

Takuya Kajiura^{1,*1}, Masaaki Tsukamoto^{2,*2} and Atsushi Yamamoto²

¹Division of Materials Science and Chemistry, School of Engineering, University of Hyogo, Himeji 671-2201

²Division of Materials Science and Chemistry, Graduate School of Engineering, University of Hyogo, Himeji 671-2201

Recrystallization behaviors in A1050 aluminum was observed on the same area in a specimen with SEM (Scanning Electron Microscope)–EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) system. Specimen were solution heat-treated at 823 K for 10.8 ks. The specimen was cold-rolled at a reduction rate of 50% and then annealed at 623 K. Intermittent annealing using a salt bath, Ar ion-polishing and EBSD measurement were repeated. Cold-rolling induced many subgrains surrounded with low and high angle boundaries depending on lattice rotation, which made prior grain boundaries unclear. Strain induced grain boundary migration was not observed. Subgrains surrounded with high angle boundaries grew into recrystallized grains without changing orientation. Origins of recrystallized grains, crystallite, already exist in microstructures before annealing. Orientations of prior grains were spread into a relatively broad range in angle due to cold-rolling. Although orientations of crystallites were of course observed within the range in angle, the orientation was different from those of surrounding subgrains. Subgrains having similar orientations formed recovered regions composed of subgrains surrounded with low angle boundaries. The recovered regions were invaded by recrystallized grains and consumed to recrystallized microstructures.

(Received November 22, 2011; Accepted March 13, 2012; Published June 1, 2012)

Keywords: aluminum, cold-rolling, recovery, recrystallization, scanning electron microscope–electron backscatter diffraction (SEM–EBSD), same area observation

1. 緒 言

再結晶粒形成機構は相変態、析出とは異なり、核生成を伴わないとされている¹⁾。それに代わる機構として SIBM(歪誘起粒界移動)があるが、それ以外では不明な点が多い。SIBM は変形帯と粒界との交点で発生しやすく、圧下率 40% までしか起こらないとされ、それ以上においては再結晶挙動が異なり、変形帯に再結晶粒が形成されやすいと報告されている^{2,3)}。アルミニウムを用いた再結晶の研究は古くから行われており、積層欠陥エネルギーが他の fcc 金属と比べて高いことおよび工業的に使用されているためであると考えられる。

Humphreys と Hatherly⁴⁾ はこれまでの研究は出発材料の組織を見ていないと著書で述べている。再結晶機構を解明するためには溶体化処理後の組織から観察することが重要であ

り、著者らはこれまでに Al–Mg–Si 系合金について、圧延前から試料中の同一視野における組織変化を解析してきた^{5–10)}。しかし、そこで用いられていたのは析出強化型の合金であり、析出物および固溶原子が再結晶挙動に影響を及ぼしている可能性がある。そこで本研究では、市販の A1050 アルミニウムについて、同様な研究を行うことにした。

再結晶の研究においては SEM (Scanning Electron Microscope : 走査型電子顕微鏡)–EBSD (Electron Backscatter Diffraction Pattern : 後方散乱電子回折)ならびに TEM (Transmission Electron Microscope : 透過電子顕微鏡)が用いられることが多くなってきている。しかし各々に長所、短所があり、状況に応じて使い分けることが望ましい。TEM による再結晶の観察は微小部を明確に観察できるが視野が狭い。また方位のコントラストが敏感なため、転位を多く含む視野では、粒界が不鮮明となる、などの欠点がある。これに対し前報⁹⁾で述べたように、SEM–EBSD 法は視野が広く、TEM ほど歪に対して敏感でないため、転位を比較的多く含む視野においても組織観察が容易であるという利点がある。

また前報の研究により結果的にわかったことであるが、ここで使用する SEM は一般的なタングステンフィラメント型

*1 兵庫県立大学学生 (Undergraduate Student, University of Hyogo)

*2 兵庫県立大学大学院生 (Graduate Student, University of Hyogo)

のものであり、 LaB_6 あるいは電解放射型フィラメントを装備した SEM に比較すると像分解能および角度分析能が劣るという点が、逆に変形組織の EBSD 観察にとっては利点となっている。本研究では 50% 冷間圧延後の A1050 アルミニウムにおける再結晶過程を SEM-EBSD を用いて同一視野で観察し、再結晶過程を明らかにする。

2. 実験手法

厚さ 3 mm の市販の A1050 アルミニウムを 15 mm × 50 mm × 3 mm の大きさに切り出し、823 K で 3.6 ks 溶体化処理を行った。エメリー、バフ研磨後、同一視野観察の目印として 0.5 mm × 0.5 mm の正方形の頂点にマイクロビッカース硬度計により圧痕を付した。以後その正方形内を観察部位とした。電解研磨液(過塩素酸:エタノール=1:8)を用いて電圧 10 V で 60 s 電解研磨を施し、SEM-EBSD により組織観察を行った。SEM は JSM-6360, EBSD は TSL 社製 MSC-2200, 解析ソフトは OIM ver 5.31 である。観察後、室温において圧下率 50% の冷間圧延を 1 パスで試料に施した。圧延後、表面を研磨するために Ar イオンポリッシング装置を用いたが、この装置は本来 TEM 試料作製用のものであるため試料は小片でなければならない。よって試料を観察位置を中心に 6 mm × 6 mm 四方に切り取った後、試料表面を加速電圧 3 keV, 照射角度約 5° の条件の下、10.8 ks Ar イオンポリッシングを行った。使用装置は Gatan 社製の Model691D である。イオンポリッシング後再び SEM-EBSD で観察を行った。その後 KNO_3 - NaNO_2 を用いた塩浴による 623 K での間欠的焼鈍、超音波洗浄、180 s 間の Ar イオンポリッシング、SEM-EBSD による同一視野観察を繰り返し行った。

本実験で観察対象になる再結晶の起源は極微小なものであると予想されるため、EBSD 像は像倍率 500 で行い、その際のステップは 0.5 μm とした。

3. 結果および考察

3.1 全体的な組織変化

溶体化後、50% 圧延後および 623 K で種々の時間焼鈍を施した後の組織を EBSD の IPF (Inverse Pole Figure) マップで Fig. 1 に示す。これ以降の図も含め、圧延方向は図の水平方向である。

圧延により試料が圧延方向に約 80% 引き延ばされた。そのため圧延前の IPF マップ(Fig. 1(a))は圧延方向に引き伸ばして示した。623 K, 3.6 ks の焼鈍により観察視野のほぼ全域が再結晶組織となった。黒線で示されている粒界は角度差 15° 以上のものである。また白線で示された粒界は 15° 未満のものである。以後角度差 15° 以上の粒界を高角粒界、15° 未満の粒界を低角粒界と記す。

Fig. 1(a)中に、(111), (100), (012)面が圧延面にはほぼ平行な結晶粒を、それぞれ A, B, C で示す。圧延後の組織(Fig. 1(b))中でそれらに対応する粒を A', B', C' で示す。Fig. 2(a), (b), (c)に、圧延前後のそれらの結晶粒の 001 正

極点図を示す。図中、黒丸が圧延前、黒点が圧延後の状態である。圧延により、いずれも圧延方向に垂直な方向のまわりに回転を生じている。A で約 10°, B で約 10°, C では約 20° であり、面方位が(111)および(100)の結晶粒では回転が比較的少なく、(012)では大きい。

結晶粒 A に限らず他の(111)方位の結晶粒においても 300 s の焼鈍後 Fig. 1(e)に示すように明瞭な再結晶粒が多数形成された。一方、B, C の方位の結晶粒内および周辺で再結晶粒が観察されるのは 600 s (Fig. 1(f))以降であり、それら再結晶粒の多くは粒内で形成されたものではなく、粒界あるいは周辺のほかの方位の粒内で形成された後、成長したものである。1. で述べたが、圧延前の組織観察の重要性を示している。

30% 圧延を施した Al-Mg-Si 系合金の再結晶過程においては前報で示したように SIBM が多数観察された⁵⁻⁷⁾。しかし、50% 圧延後の試料においては明瞭な SIBM は観察されなかった⁸⁻¹⁰⁾。本研究においても圧下率は 50% であり、Al-Mg-Si 系合金の場合と同様、SIBM は観察できなかった。Beck と Sperry²⁾ および Bellier と Doherty³⁾ が述べているように、圧下率が 40% をこえると SIBM が観察されなくなるのは、圧延変形により広範囲にわたり結晶回転が生じ、様々な方位を持つ転位セルが形成されることおよび旧結晶粒内外を問わず低角、高角粒界が多数形成されるため旧粒界が不鮮明になること、また Fig. 2 に示したように 15° をこえる結晶回転が粒内に生じるため、多くの場所で再結晶粒の元となる“Crystallite¹¹⁾”が生じることによると考えられる。その一例は前報⁶⁾の Fig. 6 に示されている。

Fig. 1(b)の黒枠で囲まれた部分の拡大図を Fig. 3 に示す。図中の白矢印は同一箇所を示している。(a)は圧延後の組織である。上で推察したように圧延変形により、旧結晶粒内に高角粒界が多数形成されている。高角粒界は主に(111)(青色部)および(101)(緑色部)面方位の領域で観測され、(001)(赤色部)においてはあまり観測されなかった。猪子ら¹²⁾はアルミニウム単結晶の引張試験の結果に基づいて、圧延の場合も立方体方位は蓄積エネルギーが低く、転位密度も低くなることを推測している。ここでは圧延面に平行な面のみにについての考察であり、圧延方向への配向は考慮しないが、猪子らの推測と一致する。

Fig. 3(h)に示したように 3.6 ks の焼鈍により、観察視野のほぼ全域が再結晶組織となった。(h)中の 62 個の再結晶粒にそれぞれ番号を付けて示した。Fig. 1(i)に示した全観察視野内の再結晶粒の総数は数百個におよぶが、そのうちの一部である。再結晶粒 No. 48, No. 52, No. 56 は観察視野外から成長してきた粒である。No. 1, No. 5, No. 6 はサブグレインとして圧延直後から観察された再結晶粒である。

3.2 再結晶粒の形成

再結晶粒 No. 1 の起源であるサブグレインを Fig. 4(a)~(c)の IPF マップ中に白矢印で示す。また、圧延直後の組織であるこのサブグレインと再結晶粒 No. 1 の 001 極を Fig. 4(d)に示す。黒点はサブグレイン、赤点は再結晶 No. 1 の 001 極を示している。それぞれの極はほぼ一致しており、圧

Fig. 1 Microstructures before cold-rolling (a), and after cold-rolling with 50% reduction at R. T. (b). Changes in microstructures during annealing at 623 K for 3 s (c), 10 s (d), 60 s (e), 300 s (f), 600 s (g), 1800 s (h) and 3600 s (i).

Fig. 2 Lattice rotation due to cold-rolling on the grains A, B and C, respectively shown in (a), (b) and (c). Black solid circles and black dots shown the poles in the specimen before and after cold-rolling.

延直後からほとんど方位を変えることなく再結晶粒に成長したことがわかる。

再結晶粒 No. 5 ならびに No. 6 の起源となるサブグレインをそれぞれ IPF マップ Fig. 5(a), (b) 中に白矢印および黒矢印で示す。Fig. 4 と同様に 001 極を Fig. 5(c), (d) に示す。黒点はサブグレイン、赤点は再結晶 No. 5 および No. 6 を示している。これらもほとんど方位を変えることなく成長した。またこの二つのサブグレインは旧結晶粒界付近に形成されている。上記で示したようなサブグレインはすべて周囲を高角粒界に囲まれていた。

再結晶粒の形成過程について、Humphrey と Hatherly は、再結晶粒の核は、熱力学的に形成される核ではなく、変形組織中にすでに存在するとしううえで、新しい方位の核が形成される証拠はないこと、および X 線法による極点図測定の場合は、圧延後の極点図の範囲外に再結晶粒の方位が生じるが、これは再結晶粒の元となる領域が小さいため測定されないだけである、と述べている¹³⁾。術語の混乱を避けるために、再結晶粒の核を“Crystallite”と呼ぶことにするが、

Fig. 3 Changes in microstructures in the area indicated by the black rectangle in Fig. 1(b). As cold-rolled (a) and after annealing at 623 K for 3 s (b), 10 s (c), 60 s (d), 300 s (e), 600 s (f), 1800 s (g) and 3600 s (h).

Fig. 4 Microstructures around the recrystallized grain No. 1. As cold-rolled (a) and after annealing at 623 K for 60 s (b) and 300 s (c). (d) 001 poles for the subgrain indicated by the white arrow in (a) and these for the recrystallized grain No. 1: black solid circles and red ones, respectively.

Fig. 5 Microstructures around the recrystallized grain No. 5 and 6. As cold-rolled (a) and after annealing at 623 K for 300 s (b). (c) and (d) 001 poles for the subgrain indicated by the white and black arrow in (a) and these for the recrystallized grain No. 5 and 6: black solid circles and red one, respectively.

Fig. 4(d)および Fig. 5(c), (d)に示したように変形組織中のサブグレイン(転位セル)が Crystallite であった。サイズは2~5 μm であり, X線法による極点図の強度分布には表れないと考えられる。前報⁹⁾では, Al-Mg-Si系合金について, サブグレインが Crystallite であることを示したが, 考慮すべき組織学的要因が少ない A1050 アルミニウムにおいても同様な観察結果が得られた。アルミニウムの再結晶粒は変形によって形成される転位セルが成長したものであり,

Fig. 6 001 poles on the crystallites for the recrystallized grains No. 1, 5 and 6 (black solid circles) and those for subgrains around the crystallites (black dots), (a), (b) and (c), respectively. (d) 001 poles on the subgrain surrounded by high angle boundaries (black open circle) and those for subgrains around the subgrain (black dots).

Humphrey と Hatherly の推察に対する証拠となる。

彼らは, しかし, サブグレインを囲む低角粒界が移動して再結晶粒が形成されると推察している。上記で「サブグレイン」と「Crystallite」を使い分けているのは, 「サブグレイン」は低角粒界に囲まれたものであるのに対し, 「Crystallite」は一部あるいは全周を高角粒界で囲まれたものと定義したいからである。Fig. 4(a), Fig. 5(a)に示した Crystallite は全周を高角粒界で囲まれている。前報⁶⁾では一部低角粒界で囲まれた Crystallite も観察された。これら Crystallite を囲む高角粒界は移動して再結晶として成長する⁹⁾が, 低角粒界はほとんど移動しない¹⁰⁾ことは前報で示した。

再結晶粒の起源となる Crystallite は高角粒界に囲まれていると上に述べたが, 高角粒界に囲まれているにもかかわらず再結晶粒へ成長しなかった粒がいくつか観察された。このような粒と Crystallite とを比較する。Beck は再結晶粒は周囲と離れた方位であるとき, 成長しやすいと述べている¹¹⁾。

Fig. 6(a)~(c)に Crystallite とその周囲の方位の関係を 001 極で示した。黒点は周囲の粒, 黒丸はそれぞれ再結晶 No. 1, 5, 6 に成長する Crystallite の方位を示し, Fig. 6(d)では黒点は周囲の粒, 白丸は高角粒界に囲まれているが再結晶粒に成長しないサブグレインの方位を示している。Crystallite は周囲から離れた方位を持っているのに対し, 再結晶粒にならない粒は, 周囲と比較的近い方位を持つ。前述の Beck の推察と一致する。また前報^{9,10)}で述べた Al-Mg-Si 系合金での結果とも一致しており, Al-Mg 系など転位セル組織が形成されないと報告¹⁴⁾されている合金以外においては一般的な再結晶過程であろうと考えられる。

再結晶粒 No. 1 および No. 5 の粒内の方位傾斜をそれぞれ Fig. 7(a), (b)に示した。黒丸は圧延直後, 黒四角は焼鈍時

Fig. 7 Orientation gradients on the crystallites for the recrystallized grains No. 1 and 5, (a) and (b), respectively. As cold-rolled (black solid circle), after annealing at 623 K for 60 s (black solid square) and 300 s (black solid triangle).

間 60 s, 黒三角は焼鈍時間 300 s を示している。

Fig. 7(a), (b) が示しているようにサブグレインの方位傾斜は圧延直後の段階ですでに 1° 未満と傾斜が非常に小さいことがわかる。また焼鈍時間が長くなるにつれて傾斜角度が小さくなった。Smith は再結晶の駆動力は亜結晶内部の歪エネルギーであると主張しており¹⁵⁾、傾斜角度の減少はサブグレインが歪エネルギーを駆動力にして成長したためであると考えられる。図に載せていないが、回復組織において再結晶粒およびその起源となるサブグレインと方位傾斜を比較するとその傾斜は非常に高くなっており、焼鈍が進んでも大きな減少は見られなかった。これは回復は内部の蓄積歪エネルギーを減少させて成長する再結晶とは異なり、その成長過程において蓄積歪エネルギーをほとんど変化させることがないためであると考えられる。

圧延前後の同一箇所ならびにそこから発生した再結晶粒 No. 1, 5 の 001 極を Fig. 8(a), (b) に示す。黒丸は圧延前、白丸は再結晶粒の方位を示しており、等強度線は圧延直後の組織における強度を示している。圧延変形により、TD 方向に平行な軸のまわりの結晶回転が生じ、比較的広い範囲に方位が分散する。その際に、互いに似た方位が集積する方位範囲が形成される。再結晶粒の方位は、分散した方位の中にあるが、集積度の高い方位の範囲外にある。Humphreys と Hatherly¹³⁾ の予測に対する証拠であり、前報⁹⁾での Al-Mg-Si 系合金に次いで 1000 系でも同様であることが明らかとなった。再結晶粒 No. 1 のように Crystallite が旧結晶粒内に形成された場合にはその粒内に留まる、と前報⁷⁾で述べた。本研究でも同様に旧結晶粒内で成長した。一方、旧粒界付近に形成された再結晶粒 No. 5 および再結晶粒 No. 6 の Crystallite は隣接する旧結晶粒内を侵食して成長した。

いずれの場合も再結晶粒の方位は圧延後の方位の範囲内に

Fig. 8 Change in orientations on the recrystallized grains No. 1 and No. 5, (a) and (b), respectively. Black solid circles indicate 001 poles before cold-rolling, while black open circles indicate those for recrystallized grains, which are superimposed onto 001 pole figures obtained on the cold-rolled specimen.

あり、集積度の高い方位の範囲外であった。

3.3 回復組織

Fig. 3(a) において黒枠に囲まれた領域では低角粒界が多数形成されており、高角粒界がほとんど見られず、Crystallite は観察されなかった。また、焼鈍時間の増加につれて低角粒界が整理される傾向は見られたが、焼鈍時間 600 s (Fig. 3(f)) まで再結晶粒は形成されなかった。焼鈍時間 1800 s (Fig. 3(g)) で領域全体が再結晶粒に覆われた。この領域の圧延後と 3.6 ks 焼鈍後の 001 極を Fig. 9 に示す。黒点は圧延直後、白丸は再結晶粒の方位を示している。前述したが再結晶粒の方位は圧延直後の方位内に存在するはずである。しかし Fig. 9 をみると再結晶粒の方位は圧延後の方位の範囲外であることがわかる。これらの再結晶粒は領域周辺ならびに表面直下の再結晶粒が成長し、観察領域を覆ったものと考えられる。

一般に回復と再結晶は一連の組織変化の機構と考えられており、現にそのように記してある著書も多い。しかし上記のように本研究では回復が再結晶につながらなかった箇所が多数観察された。Humphreys と Hatherly の著書¹⁶⁾には回復と再結晶は一連の組織変化ではなく、それぞれが互いに競合する関係の機構であると記されている。Fig. 3 を見る限りそのとおりであり、十分に回復している領域では再結晶粒は形成されず、表面直下および周囲の再結晶粒に侵食されるだけであった。この領域において回復と再結晶はそれぞれ独立した

機構であると考えられる。

Crystallite が形成された領域の圧延後の 001 極の分布 (Fig. 8) と形成されなかった領域の 001 極分布 (Fig. 9) を比較すると, Crystallite が形成されない領域では方位の分散の範囲が狭いことがわかる。前述のように Fig. 9 の黒点は Fig. 3(a) 中の黒枠の領域であり, 圧延前は Fig. 1(a) 中 B で示す結晶粒内である。旧結晶粒 B の方位は Fig. 2(b) に示したように立方体方位であり, 圧延後もさほど方位は変わらない。(001) 面方位の回復領域は Fig. 1(f) にみられるように多くの領域で形成された。(001) 面方位は圧延に対して安定であると一般に言われており, 高角粒界が形成されにくいため, Crystallite が形成されないと考えられる。

Fig. 3(h) 中赤枠で示した領域を Fig. 10(a) に示す。No. 14 の再結晶粒中に白矢印で示したようにサブグレインが見られる。(a) 中に示した赤線に沿っての方位傾斜を (b) に示す。サブグレイン内の方位傾斜は約 4° であり, 回復領域である。No. 14, 19 の内部の方位傾斜は 1° 未満であり, 再結晶粒である。サブグレインと再結晶粒 No. 14 の間の方位傾斜は約 6° である。方位解析を行った結果, サブグレインと No. 14 の方位はこの範囲で一致していた。再結晶粒 No. 14 の成長過程において方位の近い領域に出会い, その結果低角

粒界を形成, 低角粒界は移動しにくいため再結晶粒内にサブグレインとして残存したと考えられる。このサブグレインは焼鈍時間を延長すれば, 方位差の大きい No. 19 に侵食されて消滅すると推測される。その際には No. 14 も No. 19 に侵食されると考えられる

4. 結 言

A1050 アルミニウムについて, 室温での 50% 圧延後, 623 K で焼鈍を行った際の再結晶の成長過程を観察し, 以下のような結果が得られた。

(1) 圧延により結晶回転が起き, 高角粒界に囲まれた領域が多数形成された。そのため旧結晶粒界が不鮮明となり SIBM は観察されなかった。

(2) 再結晶の起源となる粒は圧延直後の段階ですでに存在しており, ほとんど方位を変えることなく成長した。

(3) 再結晶粒の方位は圧延による結晶回転の方位分布の範囲内にあるが, 方位が集積している範囲から離れた方位を持っている。

(4) 圧延による結晶回転の結果, 一部あるいは全周を高角粒界で囲まれたサブグレインが形成された場合は, 回復の後高角粒界が移動して再結晶粒となる。低角粒界で囲まれたサブグレインは回復のみ生じてその後再結晶粒にはならず, 回復領域を形成する。回復領域は別の領域で形成された再結晶の成長により侵食されて消滅する。

(5) 工業用純 Al について得られた上記結果は, これまでに報告してきた Al-Mg-Si 系合金の再結晶挙動と同様であった。

文 献

- 1) F. J. Humphreys and M. Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd Ed., (Elsevier, 2004) p. 251.
- 2) P. A. Beck and P. R. Sperry: *Appl. Phys.* **21** (1950) 150–152.
- 3) S. P. Bellier and R. D. Doherty: *Acta Metall.* **25** (1977) 521–538.
- 4) F. J. Humphreys and M. hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, (Pergamon Press, 1995) p. 327.
- 5) A. Yamamoto and S. Fukumoto: *J. JILM* **59** (2009) 479–485.

Fig. 9 001 poles in the area indicated by the black rectangle in Fig. 3(a) (black dots) and those for the area indicated by the rectangle in Fig. 3(h) (black open circles).

Fig. 10 (a) Microstructures in the area indicated by the red rectangle in Fig. 3(h). (b) Orientation gradient along the line indicated in (a).

- 6) A. Yamamoto: J. JILM **60** (2010) 68–74.
- 7) A. Yamamoto: J. JILM **60** (2010) 124–128.
- 8) A. Yamamoto, M. Tsukamoto and D. Okai: Mater. Trans. **52** (2011) 876–881.
- 9) A. Yamamoto, M. Tsukamoto and D. Okai: J. Japan Inst. Metals **75** (2011) 575–581.
- 10) A. Yamamoto, M. Tsukamoto and D. Okai: J. Japan Inst. Metals **75** (2011) 582–591.
- 11) P. A. Beck: Trans. AIME **194** (1952) 979–980.
- 12) F. Inoko, K. Kashiara, M. Tagami and T. Okuda: J. JILM **51** (2011) 422–427.
- 13) F. J. Humphreys and M. Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd Ed., (Elsevier, 2004) pp. 258–259.
- 14) D. A. Hughes: Acta Metall. Mater. **41** (1993) 1421–1430.
- 15) C. S. Smith: *The Physics of Powder Metallurgy*, Ed. by W. E. Kingston, (McGraw-Hill, 1951) p. 50.
- 16) F. J. Humphreys and M. Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd Ed., (Elsevier, 2004) pp. 170–171.