冷間圧延された A1050 アルミニウムにおける回復，再結晶過程初期の同一視野 EBSD 組織観察

梶浦拓也* 塚本雅章* 山本厚之

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. 9 (2012), pp. 528-534
© 2012 The Japan Institute of Metals

Same Area EBSD Observation on Early Stage of Recovery and Recrystallization in A1050 Aluminum after Cold-Rolling

Takuya Kajiura*, Masaaki Tsukamoto* and Atsushi Yamamoto

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

Recrystallization and recovery behaviors in A1050 aluminum cold-rolled at a reduction of 50% have been observed by means of SEM (Scanning Electron Microscope)-EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) in detail. Intermittent annealing at 623 K, ion-polishing and EBSD measurement were repeated and changes in the microstructures were observed on the same view field in a specimen during annealing up to 3.6 ks. Dislocation cells surrounded with low and high angle boundaries were induced by cold-rolling. Two types of recovery behaviors were observed. The main difference between them was whether recovered subgrains were partly surrounded with high angle boundaries or not. The high angle boundary migrated to form a recrystallized grain. When low angle boundaries were formed surrounding the subgrain, a relatively coarse recovered region was formed. Such a region was invaded by recrystallized grains and disappeared. In some case, invading a recovered region with other recovered regions was also observed. Difference in these two types of recovery behaviors occurred depending on the orientation relationships among the subgrains. When they have a similar orientation with respect to each other, recrystallized grains were not formed but recovered regions were formed. Subgrains having orientations apart from those of surrounding subgrains grew into recrystallized grains.

(Received April 20, 2012; Accepted June 1, 2012; Published September 1, 2012)

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

1. 緒 言

鉄鋼材料および非鉄材料の機械的特性に対して集合組織と結晶粒サイズは大きな影響を及ぼす。析出物の種類およびサイズと分布など，他の因子の影響も大きい，ここでは前二者についての考察を深める。実工業における幅広板材の製造は基本的にタンデム圧延と焼鈍工程からなる。その間の材料中での変化は，転位組織の形成と回復・再結晶である。これらの研究の歴史は古く，多くの研究成果が報告されている。しかし，これら組織変化の基本的な所は，教科書的なモデル図などで単純化して説明されているだけである。焼鈍初期のポリゴニゼーションのモデルがその典型例であり，実工程の圧延変形によって一種類のバーガースベクトルを持つ転位組織が形成される，とするのは非現実的である。事例に即した組織解析を行っていくことが，前述の集合組織制御，粒径制御に結びつくと考えられる。

著者らはこれまでに 1000 系および 6000 系アルミニウム合金について，圧延前から試料中の同一視野における焼鈍に伴う組織変化を解析してきた¹⁻⁸⁾。前報⁸⁾では圧下率 50%の

冷間圧延を施した A1050 アルミニウムにおいて，圧延前の組織から間歇的な焼鈍に伴う組織変化について報告した⁸⁾。そこでは紙面の都合上，組織変化として判りやすい再結晶粒形成過程を示し，回復組織については詳述できなかった。本報では，主として回復過程について述べる。実験データは前報と一連のものである。

本論に入る前に，ここで言う「回復」の範囲を定義する。一般的な用語『回復』は照射損傷などによって形成される格子間原子および空孔の消滅過程なども含む。また，圧延などの変形によっても，点欠陥が生じ，これらの消滅過程をさすこともある。さらには動的回復現象も知られている⁹⁾。本研究では，圧延変形によって導入された転位の密度低下と再配列に伴う組織変化を「回復」と呼ぶ。SEM (Scanning Electron Microscope)-EBSD (Electron Backscatter Diffraction)を測定手法としているため，個々の転位の挙動は把握できない。後述のように，方位傾斜，低角粒界の存在などから推察する。

教科書的な解釈としては，回復と再結晶は，連続して生じる現象である，とされ，回復では微細組織は変化しない，とされることもある。しかし，これらは，光学顕微鏡と X 線回折などの手法のみで現象を論じていた時代の解釈であり，誤りであることはこれまでに報告してきたとおりである。

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

回復組織内においても結晶粒界の移動が観察され、回復は動的な組織変化として把握されるべきである。

Humphreys と Hatherly も著書で、回復は転位の消滅、再配列、サブグレインの形成と成長によるものである⁹⁾と述べている。Hasegawa と Kocks は TEM (Transmission Electron Microscope) 観察の結果に基づいて、回復の初期段階において転位セルがサブグレインを形成し、その後成長するとしている¹⁰⁾。また、TEM 内その場加熱実験も行われている¹¹⁾が、TEM 用試料は薄膜である。そのためバルク材と挙動が異なる可能性がある。本研究で用いる試料は SEM-EBSD 用であり、表面のみの観察であるが、バルク材である。

本研究は、同一視野 EBSD 解析により、局所方位差と粒界の移動に着目した詳細な観察を、工業用純アルミニウム合金に対して実施した結果を紹介し、回復、再結晶を明らかにすることを目的とした。

2. 実験手法

上述のように、一連のデータの中の再結晶粒形成に関するものを前報⁸⁾で示し、本報では回復過程に関する組織変化を示すことにするので、実験手法は前報と同じであるため、簡略に述べる。

溶体化処理を施した 30 mm × 50 mm × 3 mm の試料に同一視野の目印としてマイクロビッカース硬度計を用いて圧痕を付し、圧下率 50% で冷間圧延を行った後、6 mm × 6 mm × 1.5 mm に切り出した。加速電圧 3 kV で 10.8 ks の Ar イオンポリッシングを施して、SEM-EBSD により組織観察を行った。EBSD は TSL 社製のものであり、測定には OIM Data Collector ver. 5.31 を用い、解析には Data Analyzer ver. 5.31 を用いた。その後、塩浴を用いた焼鈍温度 623 K での間歇的焼鈍、3 kV、180 s の Ar イオンポリッシング、SEM-EBSD 測定を繰り返し行うことにより、同一視野における組織変化を観察した。EBSD 像の撮影は倍率 500 で行い、その際のステップは 0.5 μm とした。微小な組織変化を観察するためにはやや粗いステップではあるが、全観察視野は 16 枚の組み写真となっており、時間短縮のために 0.5 μm とした。

3. 結果および考察

3.1 回復組織の形成

試料の圧延前の観察視野全域の IPF マップを Fig. 1 に示す。Fig. 1 は前報の Fig. 1(a) で示した領域であるが、圧延前の組織情報はその後の組織変化を述べる上で重要であると考えられるため再度掲載した。

Fig. 2 に Fig. 1 中の黒枠部分における回復組織の形成を IPF マップで示す。Fig. 2 およびこれ以降の IPF マップ中、方位差 15° 以上の高角粒界を黒線で示し、15° 未満の低角粒界を白線で示す。再結晶粒の番号は前報⁸⁾の Fig. 3(h) で付したものを引き継いでいるため、番号がとんでいる。ここで言う「回復組織」は、内部に色のグラデーションがあり、低角粒界(一部高角粒界を含む)に囲まれた方位の近いサブグ

レインの集まりである。

Fig. 2(a) は圧延直後、(b)~(f) は 623 K でそれぞれ 3, 10, 60, 300, 600 s 焼鈍を施した組織である。圧延変形により低角粒界および高角粒界が形成された (Fig. 2(a))。白矢印で示した領域では、圧延後 (Fig. 2(a)) に見られる低角粒界が減少しており、転位の再配列および転位密度の減少に対応している。黒矢印で示した領域でも低角粒界が消滅してサブグレインが形成されている。赤矢印で示した高角粒界は移動してサブグレインが成長している。これらが回復組織形成の特徴である。

「転位セル」や「サブグレイン」などの術語の定義は前報⁸⁾に従う。また、ここで言う「領域」は複数の粒の一群を示しており、「侵食」は「領域」が周囲の粒、領域の成長により消滅することを示している。

Fig. 2(a) 中の黒枠に囲まれた部分の拡大図を Fig. 3(a)~(c) の IPF マップに示す。(a)~(c) はそれぞれ圧延直後、焼鈍時間 10, 300 s 後の組織である。Fig. 3(d) は (a)~(c) 中の白矢印で示された転位セルおよびサブグレインの 001 極である。黒丸は圧延直後、青丸は焼鈍 10 s 後、緑丸は 300 s 後の 001 極を示している。それぞれの極はほぼ一致しており、ほとんど方位を変えることなく成長している。白矢印で示されたサブグレインは転位セルの方位を継承して形成されたと考えられる。その他のサブグレインにおいても同様であり、転位セルからほとんど方位を変えることなくサブグレインに成長した。回復組織を形成するサブグレインの起源は転位セルである。

著者らはこれまでに再結晶粒の起源(以下 Crystallite^{12,13)}と記述する)は転位セルであると報告している¹⁻⁸⁾。上に示したように、回復組織の起源もまた転位セルである。回復組織になるか、再結晶粒になるかの差は転位セルと周囲の結晶粒との方位差および転位セルを取り囲む粒界性格の違いによるものと考えられる。後に詳述するが、再結晶粒となる Crystallite は一部もしくは全周を高角粒界に囲まれており、周囲の粒と方位が離れている。高角粒界の移動により周囲を侵食し再結晶粒に成長するが、回復組織を形成する転位セルは周囲との方位差が少なく、多くは低角粒界に囲まれている。低角粒界は高角粒界に比べ、移動しにくいことは前報⁸⁾で示した。低角粒界は移動による転位密度の減少作用が少なく、移動しにくいため、転位セルからサブグレインが形成された後、周囲をほとんど侵食することなく回復組織を形成する。

また、一部を高角粒界で囲まれたサブグレインにおいては、高角粒界は移動できるが、周囲に方位の近いサブグレインが多い場合には、高角粒界同士が遭遇しても、結果的に低角粒界を形成して回復組織となる。これらの結果は前報⁶⁾で示した 6000 系 Al 合金と一致しており、1050 アルミニウムにおいても同様な観察結果が得られた。

Fig. 2, Fig. 3 に示した回復組織は、他の領域を侵食することはなかった。一方、隣接している回復組織を侵食しながら成長する回復組織も観察された。Fig. 1 中の青枠部分の組織変化を Fig. 4 に示す。(a) は圧延直後、(b)~(f) は 623 K でそれぞれ 3, 10, 60, 300, 600 s 焼鈍を施した組織である。

焼鈍初期(Fig. 4(b))では(100)方位に近い回復組織 A(赤色部)および(111)方位に近い回復組織 B(青色部)が形成されている。B に近い方位の回復組織は A 中にも散在している。焼鈍に伴う高角粒界の移動により回復組織 A(赤色部)が成長し、回復組織 B(青色部)を侵食してその領域を広げた。また図中に黒矢印で示したように、A 中に見られた B に近い方位の回復組織も収縮した。黒矢印で示した部分には高角粒界(黒線)があり、これが移動して領域 A が成長している。一方、白矢印で示したように低角粒界はほとんど移動しない。回復組織は再結晶粒の成長と同様に高角粒界の移動により成長する。Fig. 4 の高角粒界を含む回復組織は高角粒界の移動により成長する回復組織とそれにより侵食される回復組織の存在を示しており、両者の違いは転位密度の差によるものであると考えられる。転位密度が高い回復組織は、低い回復組織に侵食され消滅する。その回復組織も後に再結晶粒の成長により侵食されほとんど再結晶粒に覆われると考えられる。Fig. 4 の回復組織 A は焼鈍を続けると、周辺の再結晶粒により侵食され消滅することを次に示す。

3.2 回復と再結晶

回復過程において歪量の変化は少なく、再結晶過程におい

Fig. 1 Microstructures in specimen before cold-rolling.

ては変化が大きい。EBSD 法において IQ (Image Quality) を用いた歪量の測定をしている研究報告¹⁴⁾がある。しかし IQ 値は試料表面の状態、結晶方位によって変動するため本研究では結晶粒内の方位傾斜によって回復組織と再結晶粒を区別する。再結晶粒内の方位傾斜が焼鈍により減少することの一例は前報⁸⁾の Fig. 7 に示されている。Smith は再結晶の駆動力は亜結晶粒内部の歪エネルギーであるとしており¹⁵⁾、結晶粒内の方位傾斜と蓄積歪エネルギーとの間には相関関係があると考えられる。

本研究で使用した EBSD 装置の仕様上の角度分析能はおおよそ 0.5° であり、溶体化処理を施した試料について、ひとつの結晶粒内の方位傾斜を測定すると、約 1° 以下のプロファイルが得られる。そこで、本論文では方位傾斜が平均 1° 以下のものを再結晶粒、 1° より大きいものを回復組織と定義

Fig. 3 Microstructures in the area indicated by the black rectangle in Fig. 2 (a). As cold-rolled (a) and after annealing at 623 K for 10 s (b), 300 s (c). (d) 001 poles for the dislocation cell indicated by the white arrow in (a) and these for the subgrains: black solid circles, blue and green ones, respectively.

Fig. 2 Changes of microstructures in the area indicated by the black rectangle in Fig. 1. 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).

Fig. 4 Changes of microstructures in the area indicated by the blue rectangle in Fig. 1. 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).

Fig. 5 Microstructures in the area indicated by the black rectangle in Fig. 4 (a). 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).

する。後述のように、色のグラデーションが少なく、回復組織か再結晶粒かの見極めが困難な場合に適応する基準である。

Fig. 4(a)の黒枠部分の拡大図を Fig. 5 に示す。(a)は圧延直後、(b)～(f)は3, 10, 60, 300, 600 s 焼鈍を施した組織である。焼鈍時間3～300 sにかけて高角粒界が回復組織 B の内側に移動している。しかし 600 s においてこの高角粒界は移動方向を変え、回復組織 A を侵食していることがわかる。焼鈍時間300 s および 600 s の回復組織 B 内においてグラデーションがそれ以前ほどみられなくなっている。

グラデーションが見られない Fig. 5(e), (f) における回復組織 B は回復組織か再結晶粒であるかの判別が困難である。Fig. 5(f)中の領域 B 内の赤線部の方位傾斜を調査した結果を Fig. 6 に示した。方位差は 1° 以下であり、領域 B は再結晶粒である。以降、焼鈍時間300, 600 s の領域 B を再結晶粒 B' とする。上記のことから回復組織から再結晶粒が形成されたことがわかる。

Fig. 6 Orientation gradient along the red line indicated in Fig. 5(f).

これまで、高角粒界が移動して再結晶粒が形成されると述べてきた。しかし Fig. 5(e) と (f) における B' の領域を比較すると、下部においては A との間に高角粒界があり、これ

が移動して成長したといえるが、左側および上部には低角粒界しかなく、これらが移動したと考えられる。Fig. 5(f)中に示した直線 1, 2, 3 に沿って測定した方位傾斜を Fig. 7 に

Fig. 7 Orientation gradient along the lines 1 (a), 2 (b) and 3 (c) indicated in Fig. 5 (f), respectively.

示す。直線 1 に沿った方位傾斜は約 9° ，2 は約 12° ，3 は約 4° であった。サブグレイン b は侵食され消滅し，a, c はほとんど侵食されずに残存した。一義的に 15° 未満の粒界を低角粒界としてきたが，移動しうるかどうかの基準としては不適格と考えられる。

Fig. 5 中の B' のように再結晶粒形成につながる回復は (111) および (101) 面方位の結晶粒において観測されたが (001) 面方位の結晶粒では観測されなかった。圧延変形により高角粒界が多数形成される (111) および (101) 面方位の結晶粒では観測され，形成されにくい (001) 面方位の結晶粒では観測されなかったと考えられる。

一般的に上記のように回復は再結晶と一連の機構であると考えられている。しかし Humphreys と Hatherly の著書¹⁶⁾には回復と再結晶は互いに競合する関係の機構であると記されており，その例は前報⁸⁾に示している。十分に回復している領域では再結晶粒は形成されず，そ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った。上記のことから回復機構は再結晶につながる回復とつながらない回復の 2 種類存在すると考えられる。しかし前者は Fig. 5 に示した例が，本研究での観察視野中での唯一の例であり，ほとんど観察されず，後者の場合がほとんどであった。既報⁶⁾の Fig. 7 に示したように，回復によって高角粒界が形成され，それが移動しても，再結晶粒形成につながらないことがあり，この点についてはさらに解析および考察する必要がある。

Fig. 5 の黒枠に囲まれた部分の拡大図を Fig. 8 に示す。(a) は圧延直後，(b)～(f) は 3, 10, 60, 300, 600 s 焼鈍後の組織である。焼鈍が進むにつれて黒矢印で示した回復組織内のサブグレインが内部の転位密度(グラデーション)を減少させ，高角粒界の移動により成長していることがわかる。

Fig. 8(d) ではほぼ全周を高角粒界で囲まれた再結晶粒となっている。その後の焼鈍により別途形成され，成長してきた再結晶粒 No. 18 と接するようになり，互いに方位が近いため，Fig. 8(e) のように両者の粒界は低角粒界に変化する。低角粒界は移動しないので，Fig. 8(f) に示されるよう

Fig. 8 Microstructures in the area indicated by the black rectangle in Fig. 5 (a). 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).

Fig. 9 Changes of microstructures in the area indicated by the black broken line rectangle in Fig. 1 after annealing at 623 K for 300 s (a), 600 s (b), 1800 s (c).

Fig. 11 Changes of microstructures in the area indicated by the red rectangle in Fig. 1 after annealing at 623 K for 600 s (a), 1800 s (b), 3600 s (c).

Fig. 10 Orientation gradient along the line indicated in Fig. 9 (b).

に別の再結晶粒 No. 26 に侵食されて消滅したと推測される。すなわち、Fig. 8(a)～(d)に見られる組織変化は、Crystallite からの再結晶粒過程を示しており、その後の Fig. 8(e), (f)は、2 次再結晶過程に相当すると考えられる。

3.3 再結晶粒の侵食ならびに回復組織の残存

Fig. 9 に Fig. 1 中の破線枠内における焼鈍に伴う組織変化を示す。(a)～(c)はそれぞれ 300, 600, 1800 s 焼鈍を施した組織である。再結晶粒 No. 53 において、焼鈍により新たに形成された領域中にグラデーションが観察された。それらを白および黒矢印に示す。Fig. 9(b)内の黒線に沿った粒内の方位傾斜を Fig. 10 に示す。再結晶粒内であるにもかかわらず、方位傾斜は約 1.4° と高く、転位密度の高い部分をもつ再結晶粒が形成されていることがわかる。この領域は焼鈍が進むにつれて再結晶粒 No. 14 および No. 54 に侵食されて

いる。

一般的に再結晶粒は高角粒界の移動により成長し、転位密度の低い領域を形成すると考えられている。しかし上記のように比較的転位密度の高い部分を形成する場合もあり、再結晶粒内にも転位密度の高い部位と低い部位が存在すると考えられる。転位密度の高い部分は周囲に形成された再結晶粒の比較的低い領域の成長により侵食され、消滅する。

また Fig. 9 中の再結晶粒 No. 53 は黒枠で囲まれた回復組織をほとんど侵食していないことが観察された。高角粒界で接しているが再結晶粒内部の転位密度が比較的高く、接している回復組織との転位密度差が小さいため侵食の進行が遅くなる。その間に回復組織は粗大なサブグレインを形成し、転位密度差をさらに減少させるため、侵食されず残存したと考えられる。この回復組織は 3600 s 焼鈍後もほとんど侵食されることなく残存していた。

回復組織は焼鈍を続けていくと再結晶粒に侵食されて消滅する。しかし、Fig. 9 のように長時間にわたって焼鈍しているにもかかわらず、再結晶粒に侵食されずに残存する回復組織も観察された。Fig. 1 中の赤枠内の焼鈍に伴う組織変化を Fig. 11 に示す。(a)～(c)はそれぞれ 600, 1800, 3600 s 焼鈍を施した組織である。回復組織に隣接する再結晶粒、No. 1, No. 3, No. 7, No. 8 は、焼鈍を長時間施しても、ほとんど回復組織に向かって成長しない。3600 s 焼鈍後(Fig. 11(c))も回復組織は侵食されることなく残存している。この回復組織および再結晶粒 No. 1, No. 3, No. 7, No. 8 の方位を Fig. 12 (a)～(d)に 001 極で示した。黒点は回復組織、白抜き丸はそれぞれ再結晶粒 No. 1, No. 3, No. 7, No. 8 を示している。No. 1, No. 3 は回復組織の方位の集積部から離れた方位であ

Fig. 12 001 poles for the recrystallized grains No. 1, 3, 7 and 8 (black open circles) and recovered microstructures (black dots), (a), (b), (c) and (d), respectively.

り, No. 7, No. 8 は近い方位である. No. 6 の方位は示していないが回復組織の方位の集積部から離れていた. No. 7, No. 8 は回復組織との方位差が少なく, 低角粒界で接している. 低角粒界は高角粒界に比べ移動しにくいため No. 7, No. 8 は回復組織を侵食しなかったと考えられる. 回復組織と離れた方位の No. 6 は Fig. 11 に示すように回復組織を侵食している. しかし No. 1, No. 3 は No. 6 と同様に方位の集積部から離れた方位を有しており, 回復組織と高角粒界で接しているにもかかわらず, 回復組織をほとんど侵食しなかった. これら再結晶粒の挙動の違いは, 回復組織との方位関係によるものであると考えられる. Fig. 11 において再結晶粒 No. 1, No. 3 が成長しにくい回復組織が隣接しているため再結晶粒の成長が遅れ, その間に回復組織は転位密度を減少させているため侵食されなかったと考えられる.

4. 結 言

室温で 50% 圧延を施した A1050 アルミニウムについて, 623 K での焼鈍に伴う回復組織の成長過程を SEM-EBSD を用いて同一視野で観察し, 以下のような結果が得られた.

(1) 回復組織を形成するサブグレインの起源は再結晶粒と同様に転位セルであり, ほとんど方位を変えることなくサブグレインへと成長した. 両者の起源は同様であるが, その機構に違いが生じる要因は周囲との方位関係である.

(2) 回復機構は狭い範囲で転位密度を減少させ, 高角粒界の移動により再結晶粒に成長する回復と, サブグレインの形成, 成長により回復領域を形成し, 再結晶粒を形成しない回復の 2 種類存在する. 前者は, 高角粒界が多数形成される場所で生じるため, 周囲の高角粒界の移動および再結晶粒の成長により, 十分に成長する前に侵食される場合が多い.

(3) 再結晶粒内においても方位傾斜が大きい箇所が形成される場合もある. この領域は他の転位密度の低い再結晶粒に侵食され消滅する.

文 献

- 1) A. Yamamoto and S. Fukumoto: J. JILM **59** (2009) 479–485.
- 2) A. Yamamoto: J. JILM **60** (2010) 68–74.
- 3) A. Yamamoto: J. JILM **60** (2010) 124–128.
- 4) A. Yamamoto, M. Tsukamoto and D. Okai: Mater. Trans. **52** (2011) 876–881.
- 5) A. Yamamoto, M. Tsukamoto and D. Okai: J. Japan Inst. Metals **75** (2011) 575–581.
- 6) A. Yamamoto, M. Tsukamoto and D. Okai: J. Japan Inst. Metals **75** (2011) 582–591.
- 7) A. Yamamoto, M. Tsukamoto and D. Okai: J. Japan Inst. Metals **76** (2012) 295–301.
- 8) T. Kajiura, M. Tsukamoto and A. Yamamoto: J. Japan Inst. Metals **76** (2012) 407–413.
- 9) F. J. Humphreys and M. Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd Ed., (Elsevier, 2004) pp. 169–213.
- 10) T. Hasegawa and U. F. Kocks: Acta Metall. **27** (1979) 1705–1716.
- 11) R. K. Ray, W. B. Hutchinson and B. J. Duggan: Acta Metall. **23** (1975) 831–840.
- 12) P. A. Beck: Trans. AIME **194** (1952) 979–980.
- 13) B. Hutchinson: Scr. Metall. Mater. **27** (1992) 1471–1475.
- 14) K. Ihara, H. Oga and Y. Miura: J. JILM **56** (2006) 361–365.
- 15) C. S. Smith: *The Physics of Power Metallurgy*, (McGraw-Hill, 1951) p. 50.
- 16) F. J. Humphreys and M. Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd Ed., (Elsevier, 2004) pp. 170–171.