Ti-4Fe-7Al 合金の焼戻しに伴う 特異な変態挙動と組織変化

竹元 嘉利 藤井 和也* 中塚 翔* 瀬沼 武秀

岡山大学大学院自然科学研究科

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 77, No. 9 (2013), pp. 368–374
© 2013 The Japan Institute of Metals and Materials

Peculiar Transformation Behavior and Microstructure Evolution with Tempering of Ti-4Fe-7Al Alloy

Yoshito Takemoto, Kazuya Fujii*, Shou Nakastuka* and Takehide Senuma

Graduate School of Natural Science and Technology, Okayama University, Okayama 700-8530

The transformation behavior and microstructural changes of Ti-4Fe-7Al alloy during tempering were investigated by performing a hardness test and using X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM) techniques. Within a brief time of 30 s during tempering at 450°C, the hardness rapidly increased to a maximum value of 600 Hv. The transformation behavior estimated from the increase in hardness indicated “a lower half of C-curve” in the TTT diagram, which suggests that the transformation occurs through certain thermal activation processes. However, it is difficult to assume that the transformation is controlled by the diffusion of substitutional atoms, since the mean diffusion distance of Fe atoms during tempering at 300°C for 1×10^3 s, which also maximized the hardness, is much less than the distance of the nearest neighbors in the β structure. The structure of the α'' phase formed by tempering depends on both the temperature and holding time; a high temperature and a long time bring the α'' phase close to an hcp structure. As determined by XRD measurement, the sample tempered at 150°C for 60 min was composed of the β phase. However, the ω and α'' phases were also detected in selected area diffraction (SAD) patterns. The sample tempered at 450°C for 60 min consisted of a single α'' phase and exhibited a tweed structure in the TEM observation. Although the tweed structure seemed to contain only one α'' -variant in the SAD patterns, HR-TEM observation revealed that it was composed of multiple nanoscale variants. It was considered that the marked grain refinement due to the nanoscale variants led to the extreme hardening of the sample and the significant broadening of XRD peaks. When the tempering temperature was increased to 600°C, the α phase and finely dispersed TiFe precipitates were formed after 60 min by the diffusion of atoms, which resulted in the softening of the sample and the sharpening of the XRD peaks. [doi:10.2320/jinstmet.J2013027]

(Received April 18, 2013; Accepted May 20, 2013; Published September 1, 2013)

Keywords: titanium alloy, tempering, transformation, TTT diagram, variant

1. 緒 言

β 型 Ti 合金は、高強度、加工性、耐食性、生体親和性に優れることから、構造材料や生体材料として非常に期待される材料である。しかし β 相 (bcc) を安定化させるためには高価な Mo, V, Nb などの希少合金を大量に添加する必要がある。このため Ti 合金の価格は非常に高価になるとともに、Ti の軽量性を損なうことにもなる。このような背景から、Ti の添加元素にも低価格化のニーズが高まっている。

Ti の β 相を安定化する元素には、Fe や Mn, Cr など比較的安価な β 共析型元素があり、これらは少量の添加で β 相を安定化させるため、Ti の軽量性を損なわないという利点がある。例えば β 相を安定化させるに必要な下限の添加量 (mass %) で比較すると、 β 安定化元素の 10 Mo, 15 V, 36 Nb¹⁾ と比べて β 共析型元素では 4Fe²⁾, 6Mn³⁾, 8Cr⁴⁾ である。いずれの合金系も β 下限組成の合金を焼入れすると、 β

相の他に焼入れ ω 相が形成される。しかし β 安定化元素による合金系の焼入れ ω 相は変形を阻害することなく、むしろ {332}<113> 双晶変形による TWIP 効果が発現し良好な延性が得られる¹⁾。一方、 β 共析型の Ti-4Fe などの焼入れ ω 相は非常に硬く脆いため²⁾ 実用には向かない。そこで一般には ω 相の生成を抑制し、かつ軽量化を目的として Al を添加する^{5,6)}。

最近我々が開発した Ti-Al-Fe 合金の中で、Ti-4Fe-7Al において後述する特異な現象が観察された。組成的には Ti-6Al-4V によく似ているが、V に比べて Fe の β 安定化能が高いため、4Fe でも β 相が 100% 残留する。さらに Al は α 安定化元素であるにもかかわらず、Al の添加をある特定量まで増やすと不思議と β 相が安定化するため、この合金は Ti-6Al-4V に匹敵する低比重を有した β 型合金となる⁷⁾。非常に興味深いのはこの合金を焼戻したときに特異な現象が発現することである。例えば焼入れ材を U 字曲げ加工を施し、これを昇温するとわずかに形状回復を示すが、さらに昇温を続けると今度は U 字曲げ方向に形状が進展する。同時に試料表面には肉眼で観察できるほどの大きな表面起伏が生

* 岡山大学大学院生 (Graduate Student, Okayama University)

じるとともに非常に硬化する．この変態は $\beta \rightarrow \alpha''$ (斜方晶) 変態によることが XRD の結果から明らかとなったが，SEM-EBSP で焼戻し前後の構造および方位解析を行った結果， β 結晶粒がそのまま α'' 単一バリエーションからなる結晶粒に変態していることが分かった．したがって焼戻しに伴う形状変化や，非常に大きな表面起伏は， $\beta \rightarrow \alpha''$ に伴う変態ひずみが特定のバリエーションによって生じるためと考えられた⁸⁾．

Ti 合金のマルテンサイトには α' (hcp: $P6_3/mmc$) と α'' (Ortho.: $Cmcm$) が知られており^{9,10)}，通常， α' は β 安定化元素が低組成の合金を焼入れたときに形成され， α'' は比較的高組成合金の焼入れで形成される非熱的マルテンサイトである．したがって焼戻しで α'' が形成されるのは奇異な現象である．最近，A. Settefrati ら¹¹⁾ は Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr の焼入れ材を昇温あるいは等温 (410°C) 時効中 *in-situ* で XRD 測定を行い，焼戻しにおいても $\beta \rightarrow \alpha''$ 変態が生じていることを明らかにした．しかし未だこの変態の詳細は明らかにされていない．本研究では Ti-4Fe-7Al の焼戻しにおける微細組織と構造変化を調査することを目的とした．

2. 実験方法

実験に用いた Ti-4Fe-7Al 合金は，溶解した約 200 g のインゴットを熱間で鍛造し，約 60 mm × 65 mm × 3 mm の板材とした．Table 1 に化学組成を示す．合金板材から短冊状試料を数枚切り出し，冷間圧延により板厚約 2 mm の板材とした．さらに小片に小分けし，それぞれ機械研磨および脱脂を行った．真空中 1050°C で 30 min の溶体化処理後，氷水中へ浸漬して焼入れを行った．焼戻しには真空炉あるいは塩浴炉を使用した．塩浴剤にはパーカー熱処理工業梯製の AS140G を用いた．

硬さ測定にはビッカース硬さ計を用い，2.94 N-15 s にて 9 点測定し，最大と最小を除いた平均値を採用した．

XRD 測定には Rigaku 製 SmartLab を用い，45 kV-150 mA の $\text{CuK}\alpha$ 線により走査範囲 $2\theta = 30^\circ \sim 90^\circ$ で測定を行った．なお試料は鏡面研磨後，フッ酸：硝酸 = 1 : 1 の腐食液により加工層を除去して XRD 測定を行った．

TEM 観察には Topcon 製 EM-002B を使用して，加速電圧 200 kV で明視野 (BF)，暗視野 (DF)，制限視野回折 (SAD) 像観察を行った．TEM 試料は，約 0.1 mm 厚さまで薄片化を行い，ディスクパンチにより 3 mmφ のディスクを打ち抜き，試料中央にディンプレーでくぼみをつけ，中心部分で 30~40 μm の厚さにした．その後，ツイング電解研磨によって微小な穴をあけた．電解研磨液は過塩素酸：n-ブチルアルコール：メタノール = 1 : 6 : 10 を用いて液温は -50°C で電圧 20 V にて行った．また高分解能 (HR-TEM) 観察には JEOL 製 JEM-2100F を用い 200 kV にて観

察を行った．

3. 実験結果および考察

3.1 硬さに及ぼす焼戻し温度と保持時間の影響

Fig. 1 は前報⁸⁾ (本報の合金とは溶解バッチが異なるため焼入れ材の硬さが異なる) の真空炉を用いた等温時効硬さの結果に，500°C および 600°C の硬さを追加した図である．いずれもごく短時間で急激な硬化を示したが，500°C 以上ではピークに達した後軟化を示した．高温での焼戻しではごく短時間でも著しく硬化するため，真空炉での短時間熱処理は非常に困難である．そのため塩浴炉を用いて等温保持に伴う硬さ測定を行った結果を Fig. 2 に示す．450°C 保持ではわずか 1 s で 50 Hv 程度硬化しており，30 s 後には最大硬さに近い 600 Hv にまで達した．一方，低温の 250°C でも緩やかではあるが連続的に硬化しており， 1×10^6 s 以降も最大硬さに達するまで硬化が進行すると思われる．

変態挙動におよぼす温度と時間の関係を明らかにするため，Fig. 2 の結果を基に TTT 線図の作成を行った．なお，焼戻

Fig. 1 Evolution of hardness of the samples tempered at various temperatures. The dark lines show the results of this study; these results are shown along with the results of a previous study⁸⁾ in which the used alloy batch was different from that used in this study.

Fig. 2 Change in hardness of the samples tempered in a salt bath at various temperatures.

Table 1 Chemical composition of Ti-4Fe-7Al alloy used in the study. (mass%)

Fe	Al	O	Ni	Cr	C	N	H	Ti
3.92	6.58	0.099	0.013	0.008	0.003	0.005	0.0073	Bal.

し硬さに寄与する因子として時効 ω 相の成長が考えられるが、後述の XRD の結果からは ω 相を検出できなかったため、 ω 相の影響は少ないと考えられる。そこで焼入れ硬さ (約 380 Hv) を変態率 0% とし、最大硬さの約 600 Hv を変態率 100% と仮定したときの TTT 線図を Fig. 3 に示す。変態率 25% と 60% で 450°C 付近にノーズをもつ C 曲線の下半分を呈した。450°C より高温では $\beta \rightarrow \alpha'' \rightarrow \alpha + \text{TiFe}$ 変態が開始するため硬さによる変態率の見積もりは適用できない。しかし少なくとも C 曲線に近い変態挙動を示したことは、この変態がなんらかの熱活性化過程により生じていると考えられる。等温マルテンサイトも C 曲線を示すことが知られているが¹²⁾、通常室温以下での現象であるため無拡散変態であることは間違いない。しかし本研究のように 450°C ごと高温では多少の原子拡散が生じることも予想される。そこで Ti-10.5 at%Al 中の Fe の拡散係数¹³⁾を用いて $(Dt)^{1/2}$ より平均拡散距離の概算を行った。最大硬さに達した 450°C-30 s

Fig. 3 TTT diagram of tempered Ti-4Fe-7Al. A constant transformation fraction estimated from hardness shows “a lower half C-curve.”

で約 0.7 nm、同様に最大硬さに達した 300°C- 1×10^3 s では約 0.02 nm であった。本合金の β 相における最近接原子間距離が約 0.28 nmであることを考慮すると、少なくとも 300°C での現象は置換型元素の拡散律速変態ではないと考えられる。その他に熱活性化が起因するものとして、Ti 合金の製造過程で不可避に含まれる酸素(侵入型元素)の拡散。あるいは焼入れで凍結された過剰空孔の拡散が関与しているかもしれないが、現時点では結論には至らない。

3.2 焼戻しに伴う構造変化

Fig. 4 に各焼戻し温度で 60 min 保持後の XRD 測定結果を示す。150°C では焼入れ材から変化がなく β 単相組織であった。250°C では $\beta + \alpha''$ 、350~500°C ではいずれのピークも非常にブロードで α'' 単相であった。550°C 以上では再びピークはシャープになり平衡相である $\alpha + \text{TiFe}$ となった。またいずれの焼戻し温度においても ω 相のピークは検出できなかった。

Fig. 5 に Fig. 4 の結果から同定された α'' の格子定数比 (b/a) と焼戻し温度の関係を示す。なお、550°C 以上で観察された α 相についても斜方晶として計算した。 b/a は β 相では 1.41, α 相では 1.73 をもつ。250~500°C の焼戻し材ではその間の値もち、保持温度の増加とともに 1.73 に近づくことが明らかとなった。

Fig. 6 に 450°C での保持時間に伴う XRD の変化とその計算プロファイルを示す。(a) は 450°C-3 min, (b) は 450°C-60 min の実測プロファイルである。焼入れ時の β 粒径が数 100 μm と非常に大きく、選択配向の影響は無視できない。例えば焼入れ材の XRD では 30°~90° 範囲で 1 本しかピークが観察できないことがよくある。しかし焼戻しを行うと多くのピークが出現することから構造解析は可能であった。解析には α'' 相の構造を斜方晶系の空間群 $Cmcm$ (点群 mmm)

Fig. 4 XRD profiles of the samples tempered at various temperatures for 60 min.

とした．原子座標は Wyckoff ポジション $4c(0, y, 1/4)$ で表記される． β 相 ($Im\bar{3}m$) および α 相 ($P63/mmc$) は、 y と b/a を用いて β 相は ($y=1/4$, $b/a=1.41$)、 α 相は ($y=1/6$, $b/a=1.73$) で記述できる^{9,10}．さらに $(002)_{\alpha'}$ の b 方向へのシャフリング変位 (δ) は y を用いて、 $\delta=1/2-2y$ と表すことができる．(c) と (d) はそれぞれ図中のパラメータを用い、ピー

Fig. 5 Variation in the ratio of lattice parameters (b/a) of an orthorhombic structure in the samples tempered at various temperatures for 60 min. With an increase in temperature, the ratio approaches the value of hcp structure, i.e., 1.73.

ク形状関数をローレンツ関数として行った計算プロファイルである．選択配向の影響は考慮していないが比較的事実プロファイルを再現していると思われる．解析の結果、保持時間の増加によって格子定数の a は減少、 b は増加した．また b/a は 1.64 から 1.71 に増加し、 α 相の 1.73 に近づくことが分かった．また δ は $450^{\circ}\text{C}-3\text{ min}$ の $\delta=0.08$ から $450^{\circ}\text{C}-60\text{ min}$ の $\delta=0.16$ に変化していることから、原子シャフリングも、保持時間とともに β 相 ($\delta=0$) から α 相 ($\delta=0.166$) の変位量に近づくことが分かった．以上の結果より、本合金の焼戻しによる α' 変態は、 β 相から最終的には α 相変態への遷移過程として位置づけられる．

3.3 焼戻し材の微細組織

Fig. 7 に $150^{\circ}\text{C}-60\text{ min}$ 焼戻し材の TEM 写真を示す．(a) の BF 像では一見すると β 単相であるが、いくつかの方位から取得した SAD パターンには、 β 相の他に ω 相および α' 相からの反射が認められた．XRD プロファイルにはこれらのピークは認められなかったが、非常に微細なためと考えられる． ω 相の反射は $(100)_{\beta}$ の SAD には回折的に観察されないが、 $(110)_{\beta}$ および $(113)_{\beta}$ の SAD には $1/3\langle 112 \rangle_{\beta}^*$ と $2/3\langle 112 \rangle_{\beta}^*$ 位置に ω 相の反射が認められる．一方、 α' 相は $(100)_{\beta}$ の SAD 上の $1/2\langle 100 \rangle_{\beta}^*$ 、 $(110)_{\beta}$ および $(113)_{\beta}$ 上では $1/2\langle 112 \rangle_{\beta}^*$ に反射が認められる．したがって ω 相、 α' 相

Fig. 6 Experimental XRD profiles of the samples tempered at 450°C for 3 min (a) and for 60 min (b). The calculated patterns of (a) and (b) are shown in (c) and (d), respectively, assuming that the structure is orthorhombic with $Cmcm$ space group. Schematic illustrations in (c) and (d) show the $[001]$ projection of the unit cells based on the lattice parameters. Atomic movement (δ) with shuffling on (001) increases with an increase in the holding time.

ともに β 相に整合で微細な複数のバリエントが形成されていることが分かった。

この ω 相が thermal- ω (熱的: 原子拡散を伴う意味) であれば本合金の焼戻し α'' も拡散を伴った変態と考えられるので以下に考察する. 一般に高組成 β 型 Ti 合金 (例えば Ti-20Mo など) を急冷すると SAD において散漫な ω 相が観察される. これを 300~400°C で焼戻すと溶質原子を排出しながら ω 相は成長し, ω 反射は spot 状に変わることが知られている. ここには示していないが, 本合金の急冷材でも

Fig. 7 BF image (a) and SAD patterns of the sample tempered at 150°C for 60 min (b), (c) and (d) are $(100)_\beta$, $(110)_\beta$ and $(113)_\beta$, respectively. The spots at 1/3 and 2/3 of $\langle 112 \rangle_\beta^*$ in (c) and (d) correspond to the ω phase. The spots at 1/2 of $\langle 011 \rangle_\beta^*$ in (b) and at 1/2 of $\langle 112 \rangle_\beta^*$ in (c) and (d) correspond to the α' phase.

SAD に散漫な ω 反射が認められ, 150°C で 60 min 焼戻すと ω 反射の強度は多少増加した. したがって 150°C の焼戻しでも thermal- ω が成長したと推測される. しかし athermal- ω (非熱的) の SAD パターンは, 加工や応力誘起によって散漫な ω 反射から spot 状の ω 反射に変わることもよく知られている^{7,14,15}). つまり 150°C の焼戻しで α'' 変態が進んだ結果, β 母相の内部応力が増加し athermal- ω の反射強度が増大したと考えることもできる. また 3.1 節で検討したように, 150°C-60 min の焼戻しの平均拡散距離は 6.4×10^{-6} nm となることから, この熱処理における原子拡散はほとんど不可能と思われる. 以上の理由から ω 反射の変化を観察することによって, 焼戻し α'' 相が拡散変態か無拡散変態かを判断することは困難であろう.

Fig. 8 に 450°C-60 min 焼戻し材の TEM 写真を示す. (a) は挿入 SAD の丸で囲った反射から得られた DF 像である. 観察方位は $[100]_{\alpha''}$ に近いが, 組織を明瞭にするため軸上から約 3° ほど外して観察した. 微細なツイード組織を呈し, 2つの $\langle 001 \rangle_{\alpha''}$ 方向にスジが伸びている. しかし (a) は DF 像であるにもかかわらず 2 方向のスジが共に明るく見えている. したがって 1 つに見える回折スポットは, 複数のバリエントからの反射が重なっているものと考えられる. (b)~(d) の SAD は (a) と同一箇所でも方位を変えて軸上から取得したものである. シミュレーション像に示すようにいずれも α'' 相の単一バリエントによるパターンとして解析できる. (ただし (b) の SAD では $\langle 010 \rangle_{\alpha''}$ にかすかに別のバリエントからの反射も認められる.) したがって前報⁸⁾の SEM-EBSP 解析のように測定の空間分解能が低い場合は, $\beta \rightarrow$ 単一 α'' バリエントに変態したものとして解釈されるのは至極当然であろう. しかし (a) の挿入 SAD と (b) の SAD は約 3° しか観察方位は変わらないが, 軸上からずれた SAD (a) には明らかに複数の α'' バリエントの反射が認められ, (b) ではそれがほとんど見えなくなっている. また変態相が単一バリエントであ

Fig. 8 TEM micrographs of the sample tempered at 450°C for 60 min. DF image (a) obtained from the spot circled in the inset SAD shows "tweed structure." (b), (c) and (d) show SADs and their key diagrams taken from the same area (a). These patterns look like a single variant pattern of the α'' phase, but the SAD in (a) shows the existence of more than one variant.

れば, Fig. 7(a)のように BF 像でベンドコンタが観察されることがよくあるが, 450°C-60 min 焼戻し材の TEM 観察では, 低倍率の BF 観察でもベンドコンタは全く観察されることはなかった. このことから焼戻しによる変態相は単一バリエーションではなく, 非常に微細な複数のバリエーションから構成されていると考えるのが妥当であろう. より微細な組織を観察するため高分解能観察を行った.

Fig. 9 に 450°C-60 min 焼戻し材の HR-TEM 観察結果を示す. 観察方位は Fig. 8(b)と同様に $[100]_{\alpha'}$ から行った. SAD(a)では1つの α' バリエーションの反射(矢印1)が優勢であるが, 別のバリエーションもわずかに観察できる(矢印2). (b)は40 nm×40 nm 領域から撮影した HR-TEM 像のフーリエ変換(FFT)像を示す. SAD(a)と比較すると2つのバリエーションからの反射が明瞭に観察できる. (c)は(b)の中心を除いたスポットによる逆フーリエ(IFFT)像を示す. 格子は非常に歪んでおり, $(001)_{\alpha'}$ の格子縞($d=0.463$ nm: 2重回折によるもの)が2方向に観察できる. またこの格子縞は長距離にわたって連続ではなく, 数 nm のドメイン毎に分割されているようである. そして全体としては点線矢印で示す2方向 $\langle 011 \rangle_{\alpha'}$ にスジ状を呈している. この2方向のスジが Fig. 8(a)で観察されたツィード組織に相当すると思われる. 一方, Fig. 4 で示した 450°C-60 min 焼戻し材の XRD プロファイルから, Scherrer の式を $(112)_{\alpha'}$ に適用して結晶子サイズを求めてみると約 8.5 nm であった. Fig. 9 のドメインサイズと比較的によく一致すると思われる.

以上の結果から, 450°C 焼戻しによって非常に硬化する原因として, α' のナノバリエーション形成が深く関与していると考えられる. また複数の α' バリエーションが形成されているが, 特定のバリエーションの存在比率が圧倒的に多いため, 焼戻しに伴う異常形状変化⁸⁾が出現すると思われる.

Fig. 10 に 600°C-60 min 焼戻し材の TEM 組織および EDS 分析結果を示す. 母相は α 相で, その中に微細な析出

物が多く観察された. α 母相は数 μm 以上の比較的大きな結晶で, 析出物は約 70 nm×10 nm の直方体形状を有していた. 母相と析出物でそれぞれ取得した EDS 分析では, 析出物には Fe が多く含まれており, Fig. 4 の XRD の結果から TiFe 析出物であると推定される. 以上の結果から 600°C 焼戻し過程は次のように考えられる. 時効初期では $\beta \rightarrow \alpha'$ ナノバリエーションが形成され著しく硬化するが, 優勢なバリエーションが成長・合体するとともに, 原子拡散により $\alpha' \rightarrow \alpha$ 変態する. その際, 母相から Fe が排出され TiFe 析出物が形成されたと考えられる.

Fig. 10 TEM micrographs of the sample tempered at 600°C for 60 min. BF image (a) shows fine precipitates in the matrix of α phase. EDS profiles of (b) and (c) are of the matrix and the precipitate, respectively.

Fig. 9 Microstructure of the sample tempered at 450°C for 60 min. Incident beam is parallel to $[100]_{\alpha'}$. (a) SAD pattern shows that one α' variant is superior. (b) FFT pattern of HR-TEM image taken from 40 nm×40 nm area exhibits the existence of the plural α' variants. (c) IFFT image indicates that the area is divided into nano-domains.

4. 結 論

Ti-4Fe-7Al 合金の焼戻しに伴う構造・組織変化を調査した結果以下の知見が得られた.

- (1) 焼戻し硬さから見積もった変態挙動は, TTT 線図上で下半分の C 曲線を示すことから熱活性型の変態を有する.
- (2) 焼戻しにより形成される α'' の構造は温度と時間に依存し, 高温および長時間ほど hcp 構造に近づく.
- (3) 150°C-60 min 焼戻し材の構成相は $\beta + \omega + \alpha''$ であり, ω 相と α'' 相は β 相と整合であった.
- (4) 450°C-60 min 焼戻し材は α'' 単相から成り, ツィード組織を呈し, ナノスケールの α'' バリエーションから構成されている. ナノバリエーションによる組織微細化が顕著な硬化と, XRD におけるブロードピークをもたらす原因となる.
- (5) 600°C-60 min 焼戻し材は, 拡散により $\alpha'' \rightarrow \alpha + \text{TiFe}$ が形成され軟化する.

本研究を遂行するにあたって, 合金の溶解および組成分析は新日鐵住金㈱に多大なご協力をいただきました. また同社の藤井秀樹博士および國枝知徳博士に有益な議論を頂きましたことを付記するとともに深謝します.

文 献

- 1) Y. Takemoto, I. Shimizu, A. Sakakibara and T. Senuma: J. Japan Inst. Metals **70**(2006) 110-113.
- 2) S. Hanada, T. Yoshio and O. Izumi: J. Mater. Sci. **21**(1986) 866-870.
- 3) M. Ikeda, M. Ueda, R. Matsunaga, M. Ogawa and M. Niinomi: Mater. Trans. **50**(2009) 2737-2743.
- 4) S. Hanada and O. Izumi: J. Mater. Sci. **21**(1986) 4131-4139.
- 5) M. Ikeda, S. Komatsu, T. Sugimoto, K. Kamei and K. Inoue: Tetsu-to-Hagane **80**(1994) 866-870.
- 6) M. Ikeda, D. Sugano, S. Masuda and M. Ogawa: Mater. Trans. **46**(2005) 1604-1609.
- 7) Y. Takemoto, M. Ochi, T. Senuma, J. Takada, I. Shimizu and K. Matsugi: J. Japan Inst. Metals **76**(2012) 332-337.
- 8) Y. Takemoto, M. Ochi, T. Senuma, J. Takada, I. Shimizu and K. Matsugi: J. Japan Inst. Metals **76**(2012) 449-455.
- 9) L. A. Bendersky, A. Roytburd and W. J. Boettinger: Acta Metall. Mater. **42**(1994) 2323-2335.
- 10) S. Banumathy, R. K. Mandal and A. K. Singh: J. Appl. Phys. **106**(2009) 093518-1-6.
- 11) A. Settefrati, E. Aeby-Gautier, M. Dehmas, G. Geandier, B. Appolaire, S. Audion and J. Delfosse: Solid State Phenomena **172-174**(2011) 760-765.
- 12) T. Kakeshita, K. Kuroiwa, K. Shimizu, T. Ikeda, A. Yamagishi and M. Date: Mater. Trans. **34**(1993) 423-428.
- 13) T. Takahashi, Y. Minamino and M. Komatsu: J. JILM **60**(2010) 444-450.
- 14) Y. Takemoto, I. Shimizu, A. Sakakibara, M. Hida and Y. Mantani: Mater. Trans. **45**(2004) 1571-1576.
- 15) Y. Mantani, Y. Takemoto, M. Hida, A. Sakakibara, K. Takayama and H. Yasuda: J. Japan Inst. Metals **64**(2000) 934-939.